

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM 305. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- GILLIER-PANDRAUD, H. & JAMET-DELCROIX, S. (1971). *Acta Cryst.* **27**, 2476-2479
- HADJILIADIS, N., DIOT, A. & THEOPHANIDES, T. (1972). *Canad. J. Chem.* **50**, 1005-1007.
- JAMES, R. W. (1950). *The Optical Principles of the Diffraction of X-rays*. London: Bell.
- JAMET-DELCROIX, S. (1967). *J. Chim. Phys.* **64**, 601-607.
- JAMET-DELCROIX, S. (1973). *Bull. Soc. Chim.* Sous presse.
- JOUAN, M. & NGUYEN QUY DAO (1972). *C. R. Acad. Sci. Paris, Ser C*, **274**, 1987-1990.
- MARK, H. & POHLAND, E. (1925). *Z. Kristallogr.* pp. 532-537.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, p. 226. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- RENAUD, M. & FOURME, R. (1966). *Bull. Soc. Fr. Minér. Crist.* **89**, 243-245.
- RENAUD, M. & FOURME, R. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 695-698.
- SABATINI, A. & CALIFANO, S. (1960). *Spectrochim. Acta*, **16** 677-688.
- SMEDT, J. DE (1925). *Bull. Acad. Belg. Cl. Sci.* **11**, 655.
- TRUTER, M. R. & COX, E. G. (1956). *J. Chem. Soc.* pp. 948-952.
- YOKOZEKI, A. & KUCHITSU, K. (1971). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **44**, 2926-2930.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 980

Structure Cristalline de Dérivés de la Phénothiazine. III.* Thiazinamium

PAR PIERRE MARS AU ET YVES CAM

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au C.N.R.S.,
Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 19 décembre 1972, accepté le 24 janvier 1973)

Thiazinamium, $C_{18}H_{23}N_2S^- \cdot SO_4(CH_3)_3^+$, is an antihistaminic drug. It differs in structure from isothiazine, described previously, by substitution of the terminal ethyl groups by methyl groups. The intensities of the 3028 reflexions have been measured using an automatic X-ray diffractometer. The unit cell, with $a = 10.251$ (3), $b = 15.910$ (5), $c = 12.934$ (3) Å, $\beta = 103,4$ (3)°, contains four molecules. The space group is $P2_1/n$. The structure was determined by the direct method of Karle & Karle. All the hydrogen atoms could be placed by analysing the sections of the three-dimensional density function. $R = 0.064$. The structure has the same folded configuration as diethazine, isothiazine and chlorpromazine.

Introduction

Le thiazinamium ou (phénothiazinyl-10')-1 propyl-2 triméthylammonium est un médicament doué, à la fois d'une puissante activité antihistaminique, et d'une forte action anticholinergique.

Données expérimentales

Nous avons étudié ce composé sous la forme commerciale du méthylsulfate (Multergan). On obtient de petits cristaux prismatiques par refroidissement d'une solution dans l'alcool éthylique chauffé à 50°C environ.

Les données cristallographiques sont:

$$\begin{array}{ll} a = 10,251 \pm 0,003 \text{ \AA} & \beta = 103,4 \pm 0,3^\circ \\ b = 15,910 \pm 0,005 & V = 2105,9 \text{ \AA}^3 \\ c = 12,934 \pm 0,003 & Z = 4 \\ D_m = 1,300 \text{ g cm}^{-3} & \\ D_c = 1,299 \text{ g cm}^{-3} & \end{array}$$

Détermination de la structure

La structure a été résolue à l'aide de la méthode d'addition symbolique de Karle & Karle.

Une première série de mesures des intensités diffractées a été obtenue à partir de clichés à la chambre de Weissenberg. 768 signes de facteurs de structure ont été déterminés sur 2452 réflexions (Cam & Marsau, 1970).

Nous avons réalisé une seconde série de mesures, sur un nouveau cristal, à l'aide d'un diffractomètre automatique Siemens piloté par PDP 8.

Affinement de la structure

Après affinement par moindres carrés, les 3068 réflexions de la seconde série de mesures ont conduit à un indice d'accord $R = 0,064$.* Les positions de tous les atomes d'hydrogène ont été obtenues au moyen des

Les extinctions systématiques correspondent au groupe d'espace: $P2_1/n$.

* Part II: *Acta Cryst.* (1971). **B27**, 2058-2062.

* La liste des facteurs de structure observés et calculés a été déposée à The National Lending Library, Angleterre (Supplementary Publication No. SUP 30064). On peut obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

cartes de Fourier différence: les coordonnées ainsi obtenues ont été affinées par moindres carrés: elles ont été arrondies dans le Tableau 1 pour tenir compte de l'écart-type estimé. Les paramètres β_{ij} d'agitation thermique figurant dans le Tableau 2 correspondent à la formulation:

$$T(h, k, l) = \exp [-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + \beta_{23}kl + \beta_{13}hl + \beta_{12}hk)] .$$

Les Figs. 1 et 2 donnent l'aspect de l'arrangement moléculaire en projection suivant [010] et [100] respectivement.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques*

	x	y	z		x	y	z
C(1)	0,5691	0,1593	0,2066	H(1)	0,470	0,160	0,225
C(2)	0,6323	0,2299	0,1813	H(2)	0,585	0,280	0,140
C(3)	0,7694	0,2314	0,1866	H(3)	0,815	0,285	0,155
C(4)	0,8434	0,1614	0,2221	H(4)	0,930	0,150	0,225
S(5)	0,8761	-0,0041	0,2862	H(6)	0,945	-0,075	0,495
C(6)	0,8599	-0,0727	0,4772	H(7)	0,845	-0,125	0,620
C(7)	0,7874	-0,1049	0,5487	H(8)	0,610	-0,130	0,570
C(8)	0,6497	-0,1001	0,5230	H(9)	0,485	-0,060	0,415
C(9)	0,5832	-0,0638	0,4301	H(15)	0,395	0,020	0,135
N(10)	0,5870	0,0106	0,2636	H'(15)	0,395	0,020	0,280
C(11)	0,6442	0,0869	0,2402	H(16)	0,435	-0,115	0,260
C(12)	0,7840	0,0896	0,2468	H(19)	0,180	-0,005	0,215
C(13)	0,7902	-0,0379	0,3826	H'(19)	0,205	-0,110	0,280
C(14)	0,6509	-0,0310	0,3580	H''(19)	0,080	-0,100	0,170
C(15)	0,4417	-0,0011	0,2193	H(21)	0,475	-0,170	0,060
C(16)	0,4123	-0,0893	0,1792	H'(21)	0,585	-0,110	0,130
N(17)	0,2629	-0,0990	0,1287	H''(21)	0,485	-0,080	0,040
C(18)	0,2340	-0,1888	0,1028	H(18)	0,285	-0,200	0,055
C(19)	0,1813	-0,0761	0,2074	H'(18)	0,270	-0,225	0,165
C(20)	0,2128	-0,0487	0,0282	H''(18)	0,110	-0,195	0,085
C(21)	0,4996	-0,1134	0,1019	H(20)	0,220	0,015	0,050
S(22)	0,3413	-0,3009	0,3983	H'(20)	0,135	-0,065	-0,005
O(23)	0,4144	-0,2324	0,3721	H''(20)	0,260	-0,070	-0,021
O(24)	0,4138	-0,3457	0,4865	H(27)	0,290	-0,255	0,565
O(25)	0,2804	-0,3499	0,3093	H'(27)	0,295	-0,180	0,480
O(26)	0,2159	-0,2617	0,4329	H''(27)	0,100	-0,190	0,540
C(27)	0,2409	-0,2048	0,5205				

Tableau 2. *Paramètres d'agitation thermique*

	B (Å ²)	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{23}	β_{13}	β_{12}
C(1)	5,34	0,0160	0,0047	0,0089	0,0007	0,0028	0,0018
C(2)	6,48	0,0246	0,0046	0,0106	0,0024	0,0017	-0,0013
C(3)	6,77	0,0212	0,0063	0,0109	0,0033	0,0061	-0,0050
C(4)	5,77	0,0157	0,0062	0,0094	0,0015	0,0058	-0,0049
S(5)	5,34	0,0119	0,0057	0,0116	-0,0004	0,0087	0,0009
C(6)	5,40	0,0161	0,0033	0,0115	0,0000	-0,0001	-0,0014
C(7)	6,27	0,0271	0,0035	0,0108	0,0012	0,0026	-0,0034
C(8)	5,84	0,0218	0,0041	0,0122	-0,0028	0,0124	-0,0037
C(9)	5,45	0,0172	0,0034	0,0111	-0,0020	0,0069	-0,0016
N(10)	4,46	0,0111	0,0043	0,0098	-0,0001	0,0038	-0,0003
C(11)	4,14	0,0142	0,0038	0,0075	-0,0003	0,0035	-0,0019
C(12)	4,74	0,0134	0,0051	0,0080	0,0000	0,0051	-0,0002
C(13)	4,60	0,0136	0,0030	0,0096	-0,0018	0,0076	-0,0021
C(14)	4,28	0,0137	0,0026	0,0099	-0,0028	0,0097	-0,0017
C(15)	5,30	0,0105	0,0051	0,0129	-0,0061	0,0033	-0,0011
C(16)	5,28	0,0126	0,0052	0,0108	-0,0042	0,0042	0,0005
N(17)	5,02	0,0133	0,0042	0,0101	-0,0031	0,0027	-0,0017
C(18)	6,13	0,0219	0,0035	0,0129	-0,0011	0,0055	0,0002
C(19)	7,14	0,0158	0,0078	0,0200	-0,0090	0,0189	-0,0067
C(20)	6,62	0,0201	0,0045	0,0144	-0,0006	-0,0008	-0,0014
C(21)	6,29	0,0164	0,0091	0,0110	-0,0070	0,0094	0,0033
S(22)	4,46	0,0122	0,0036	0,0096	0,0001	0,0054	-0,0004
O(23)	8,66	0,0283	0,0067	0,0209	0,0013	0,0204	-0,0099
O(24)	9,67	0,0276	0,0101	0,0163	0,0059	-0,0035	0,0075
O(25)	7,23	0,0232	0,0068	0,0134	-0,0072	0,0107	-0,0032
O(26)	8,19	0,0159	0,0138	0,0149	-0,0119	0,0077	0,0057
C(27)	9,60	0,0265	0,0137	0,0137	-0,0144	0,0079	0,0041

Configuration moléculaire

Les Tableaux 3 et 4 donnent les distances et angles interatomiques ainsi que leurs écarts-type (voir aussi Fig. 3): on remarque que ces derniers sont compris entre 7 et 10/1000 d'Å et 0,45 et 0,70° pour toutes les liaisons où n'intervient pas un atome de soufre.

Notons que tous les angles de liaison de l'hétérocycle sont inférieurs à 120°. L'angle C-S-C est égal à 98°, valeur habituelle (voir, par exemple, McDowell (1969, 1970), Marsau (1971) et Marsau & Calas (1971)).

Les cycles résonnants sont assez réguliers: dans les deux cas la moyenne des angles est rigoureusement égale à 120° et la moyenne des longueurs de liaison à 1,387 Å.

Configuration du groupe méthylsulfate

Les liaisons de l'atome S(22) avec les atomes O(23), O(24) et O(25) sont identiques (compte tenu des écarts-type): leur valeur commune étant 1,41 Å. Par

contre, la liaison établie avec l'oxygène estérifié O(26) est égale à 1,58 Å.

Corrélativement la disposition des atomes O par rapport au soufre ne se fait pas selon un tétraèdre régulier: les angles impliquant l'atome O(26) sont inférieurs à 109,3°, les autres supérieurs, de façon significative.

Cette configuration est semblable à celle de l'ion éthylsulfate (Truter, 1958).

Les trois liaisons courtes indiquent un caractère de double liaison important, dû au recouvrement partiel des orbitales 'pleines' *p* des atomes d'oxygène et des orbitales 'vides' *3d* de l'atome de soufre.

Mais il est également intéressant de remarquer que les atomes O(23), O(24) et les hydrogènes H(27), H'(27) sont en relation étroite puisqu'on relève les distances:

$$\begin{aligned} \text{O}(23)\text{-H}'(27) &= 2,25 \text{ \AA} \\ \text{O}(24)\text{-H}(27) &= 2,31 \text{ \AA} \end{aligned}$$

de sorte que le groupe méthylsulfate se referme sur

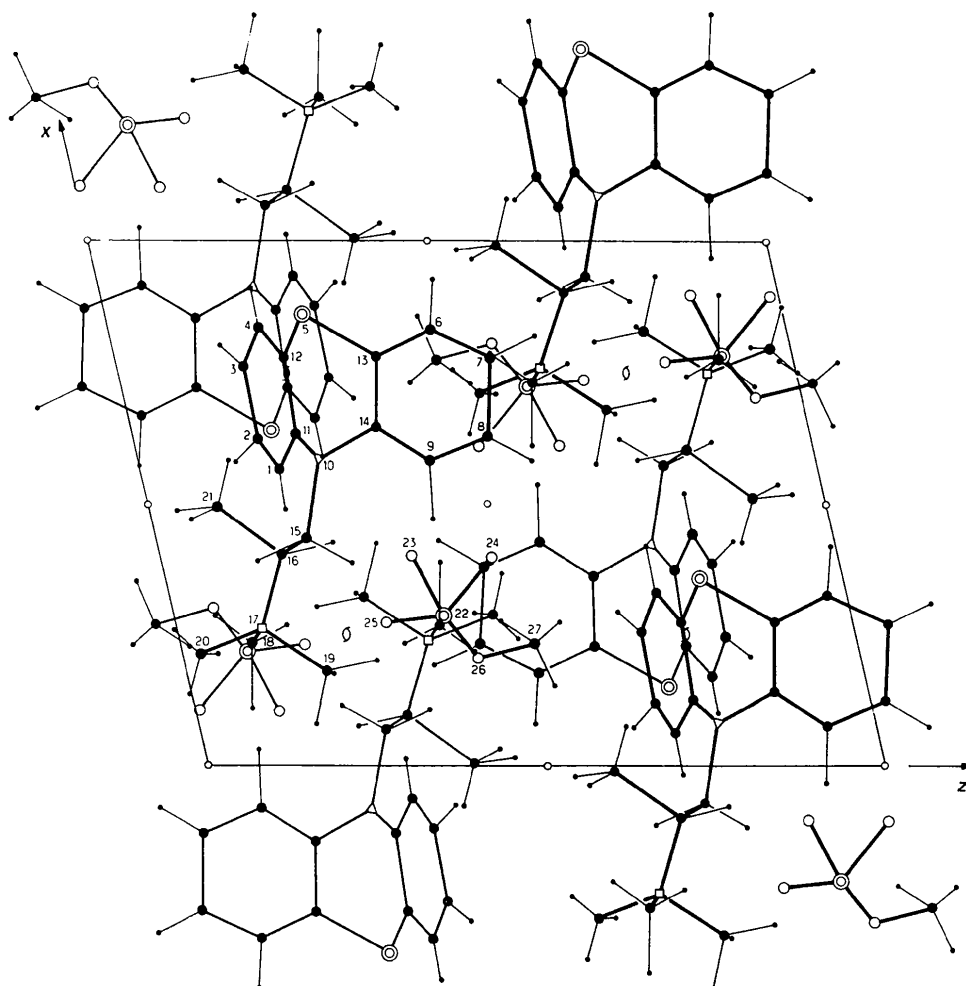


Fig. 1. Projection suivant [010].

Tableau 3. Distances interatomiques (Å)

	<i>l</i>	σ	$\sigma^2 \cdot 10^5$
C(1)—C(2)	1,373	0,0095	9,9
C(2)—C(3)	1,390	0,0105	11,5
C(3)—C(4)	1,370	0,0100	10,6
C(4)—C(12)	1,367	0,0090	8,6
C(12)—C(11)	1,416	0,0080	7,2
C(11)—C(1)	1,398	0,0085	7,6
C(6)—C(7)	1,410	0,0095	9,9
C(7)—C(8)	1,380	0,0100	10,9
C(8)—C(9)	1,365	0,0095	9,4
C(9)—C(14)	1,386	0,0085	7,3
C(14)—C(13)	1,394	0,0080	6,6
C(13)—C(6)	1,382	0,0085	7,7
S(5)—C(12)	1,775	0,0060	4,1
S(5)—C(13)	1,768	0,0060	3,7
N(10)—C(11)	1,412	0,0075	5,7
N(10)—C(14)	1,409	0,0070	5,6
N(10)—C(15)	1,478	0,0080	6,6
C(15)—C(16)	1,503	0,0090	8,5
C(16)—C(21)	1,540	0,0100	10,4
C(16)—N(17)	1,527	0,0080	6,8
N(17)—C(18)	1,483	0,0085	7,6
N(17)—C(19)	1,506	0,0095	9,5
N(17)—C(20)	1,512	0,0090	8,6
S(22)—O(23)	1,408	0,0060	4,0
S(22)—O(24)	1,403	0,0065	4,6
S(22)—O(25)	1,411	0,0050	3,0
S(22)—O(26)	1,583	0,0060	3,7
O(26)—C(27)	1,430	0,0120	15,2

Tableau 4. Angles interatomiques (°)

	α	σ	$\sigma^2 \cdot 10^4$
C(1)—C(2)—C(3)	122,0	0,68	4,7
C(2)—C(3)—C(4)	118,4	0,68	4,9
C(3)—C(4)—C(12)	121,0	0,65	4,2
C(4)—C(12)—C(11)	120,6	0,45	2,1
C(12)—C(11)—C(1)	118,0	0,54	3,0
C(11)—C(1)—C(2)	119,5	0,61	3,7
C(12)—S(5)—C(13)	98,0	0,28	0,8
C(11)—N(10)—C(14)	117,2	0,47	2,2
S(5)—C(13)—C(14)	117,8	0,43	1,9
C(13)—C(14)—N(10)	118,8	0,50	2,6
S(5)—C(12)—C(11)	117,0	0,45	2,1
C(12)—C(11)—N(10)	118,5	0,51	2,6
N(10)—C(15)—C(16)	110,8	0,51	2,7
C(15)—C(16)—C(21)	110,9	0,55	3,1
C(15)—C(16)—N(17)	110,1	0,51	2,6
C(16)—N(17)—C(18)	108,8	0,48	2,3
C(16)—N(17)—C(19)	110,2	0,50	2,6
C(16)—N(17)—C(20)	115,0	0,49	2,5
C(18)—N(17)—C(19)	105,8	0,50	2,7
C(18)—N(17)—C(20)	107,8	0,50	2,6
C(19)—N(17)—C(20)	108,8	0,53	2,8
O(23)—S(22)—O(24)	112,2	0,38	1,5
O(23)—S(22)—O(25)	113,0	0,34	1,2
O(24)—S(22)—O(25)	115,7	0,35	1,3
O(24)—S(22)—O(26)	106,4	0,35	1,3
O(25)—S(22)—O(26)	102,3	0,31	1,0
S(22)—O(26)—C(27)	117,7	0,58	3,4

lui-même; nous pouvons lui donner la représentation de la Fig. 4.

Configuration du noyau phénothiazine

Si on adopte une probabilité d'évènement fortuit de 1%, les longueurs telles C(12)—C(11) à 1,416, C(12)—C(4) à 1,367, C(3)—C(4) à 1,370 et C(8)—C(9) à 1,365 Å

s'écartent significativement de la valeur 1,39 Å. Les noyaux résonnants *A* et *B* (Fig. 3) sont plans avec une bonne approximation (le test en χ^2 montre que les écarts aux plans sont significatifs, mais ils sont en moyenne très faibles). Leur équation, par rapport au référentiel orthonormé *xyz'* sont respectivement:

$$\text{Cycle } A: 0,067x - 0,314y - 0,947z + 9,306 = 0 \quad \chi^2 = 10,2$$

$$\text{Cycle } B: 0,050x + 0,891y + 0,451z + 4,467 = 0 \quad \chi^2 = 14,3.$$

Les écarts des atomes d'azote et de soufre à ces plans sont:

$$\text{Cycle } A: \quad \text{S(5)} \quad -0,060$$

$$\quad \quad \text{N(10)} \quad -0,063$$

$$\text{Cycle } B: \quad \text{S(5)} \quad -0,139$$

$$\quad \quad \text{N(10)} \quad 0,083.$$

La somme des angles de liaison autour de l'azote N(10) est de $356,2 \pm 1,4^\circ$. Cet atome présente donc un type d'hybridation voisin de sp^2 .

L'angle des plans des cycles *A* et *B* est égal à $135,6^\circ$.

Configuration de la chaîne alkyl-amino-alkyle

Nous prenons pour référence le plan S(5)—N(10)—C(15) qui matérialise sensiblement le bissecteur du dièdre phénothiazine. Le plan des deux premiers

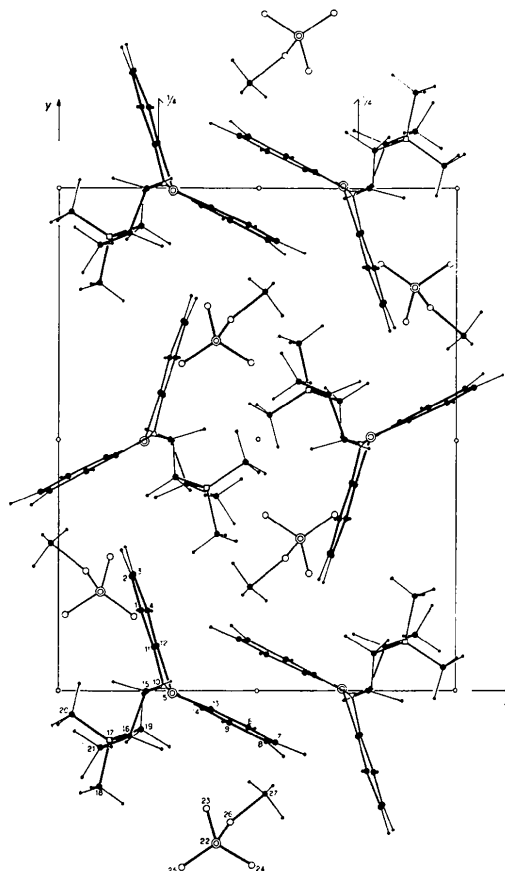


Fig. 2. Projection suivant [100].

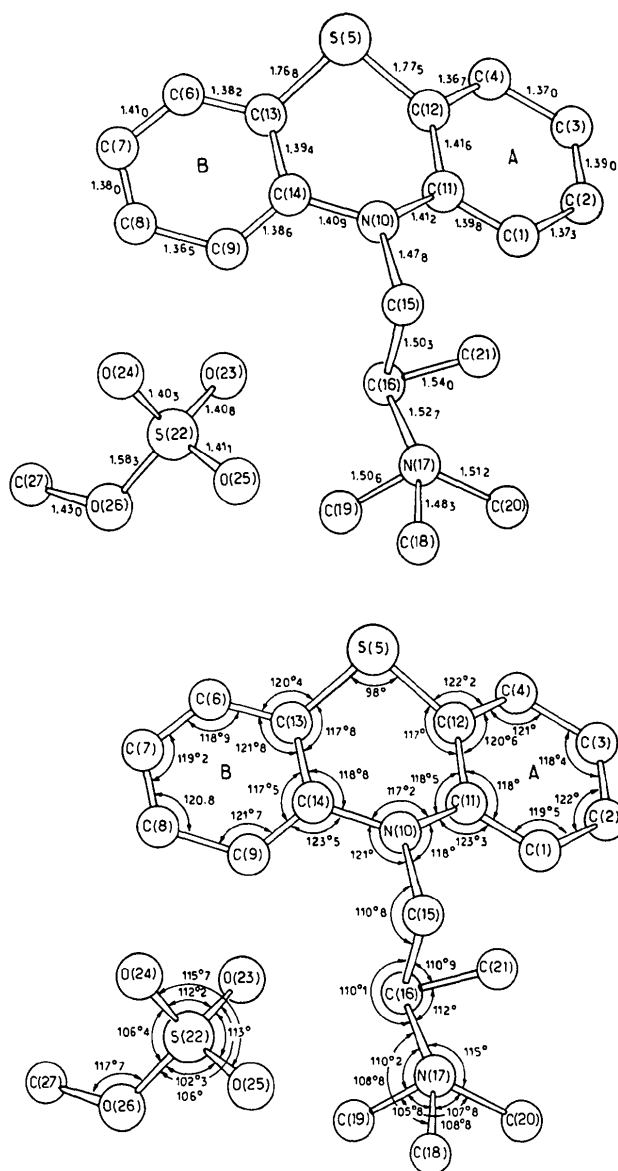


Fig. 3. Distances et angles interatomiques.

chainons fait, avec ce plan de référence, un angle de $38,6^\circ$; cette valeur est très voisine de celles mesurées pour la diéthazine (Marsau, 1971) $37,8^\circ$, l'isothazine (Marsau & Calas, 1971) 34° , la chlorpromazine (McDowell, 1969) $34,6^\circ$ et la thiéthylpérazine (McDowell, 1970) $32,3^\circ$. Les angles de conformation autour des liaisons C(15)–C(16) et C(15)–N⁺(17) sont respectivement $177,0$ et $172,7^\circ$ (Fig. 5).

Interactions moléculaires – cohésion cristalline

Le point de fusion est relativement élevé: 210°C . La cohésion cristalline est donc bonne. Dans les chlorures déjà étudiés, la structure cristalline s'organise

essentiellement autour de l'anion Cl^- lié à l'azote quaternaire par l'intermédiaire d'un atome d'hydrogène.

Dans le cas de cette structure il n'est pas possible d'isoler un motif constitué d'un cation thiazinanium et d'un seul anion méthylsulfate.* En effet deux, au moins des distances entre hydrogènes d'un carbone en α de N⁺(17) et oxygènes environnant sont très courtes:†

* L'anion méthylsulfate, arbitrairement attribué à la molécule I, est celui dont les coordonnées atomiques figurent dans le Tableau I.

† Les molécules II, III et IV sont homologues de la molécule I respectivement par un centre de symétrie $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$, un axe hélicoïdal $(\frac{1}{4}, 0, \frac{1}{4})$, un plan de glissement $(0, \frac{1}{4}, 0)$.

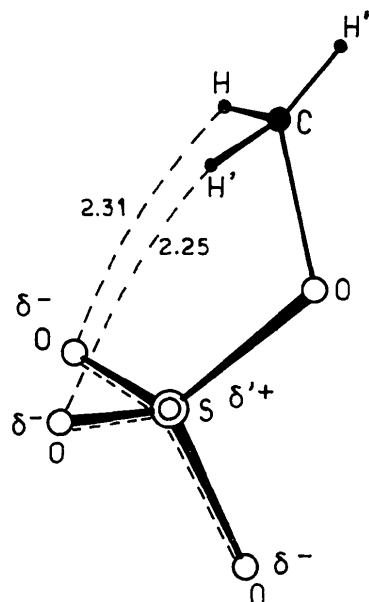


Fig. 4. Agitation thermique anisotrope et angles de conformation.

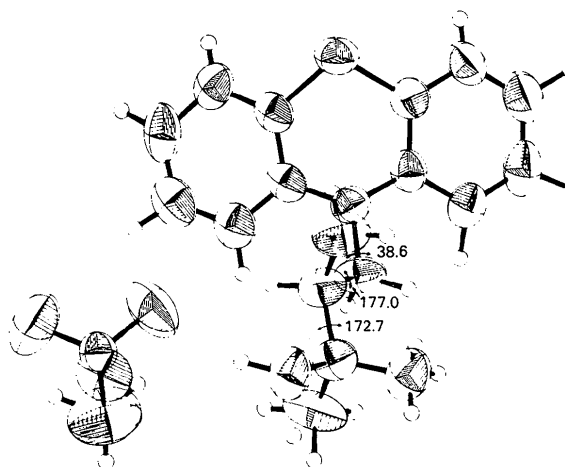


Fig. 5. Configuration de l'ion méthylsulfate.

H(16,I)-O(23,I) = 2,40 Å (Fig. 6)
 H(18,I)-O(24,III-b) = 2,30 Å (Fig. 7)

D'autres sont comparables à la somme des rayons de van der Waals; on remarquera aussi que les trois oxygènes non méthylés de l'ion (Me)-O-S-O ne sont pas tous environnés de la même façon (Figs. 6 et 7):

O(25,I)-H(19,III-b) = 2,53 Å
 O(24,I)-H(20,III-b) = 2,60
 O(24,IV-a-b-c)-H(20,I) = 2,66
 O(24,IV-a-b-c)-H''(19,I) = 2,72
 O(25,I)-H'(18,I) = 2,70
 O(25,I)-H(1,III-b) = 2,60

En résumé:

- (1°) les trois méthyles et le méthylène en α de N⁺ paraissent avoir acquis une part différente de cette charge (+).
- (2°) Bien qu'ils paraissent porter la même charge

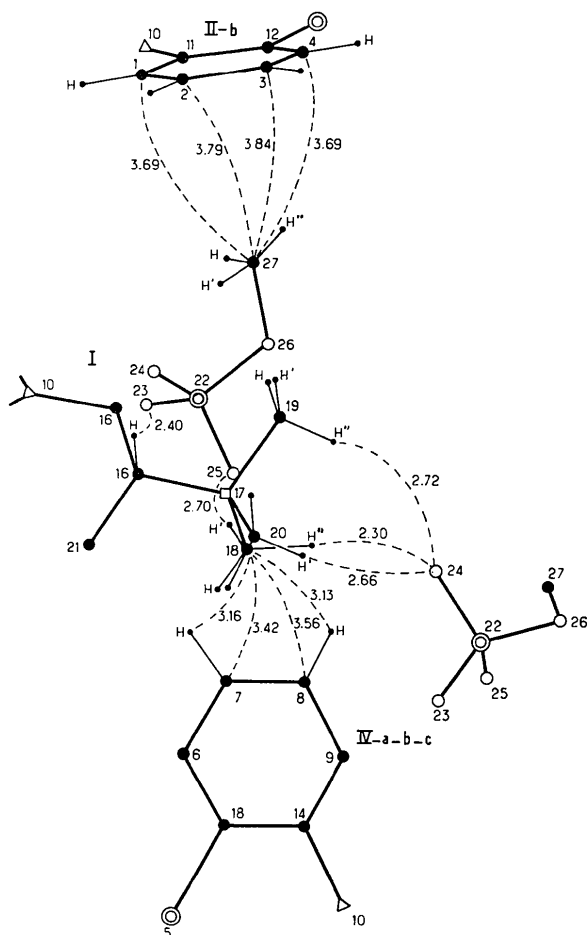


Fig. 6. Environnement des méthyles.

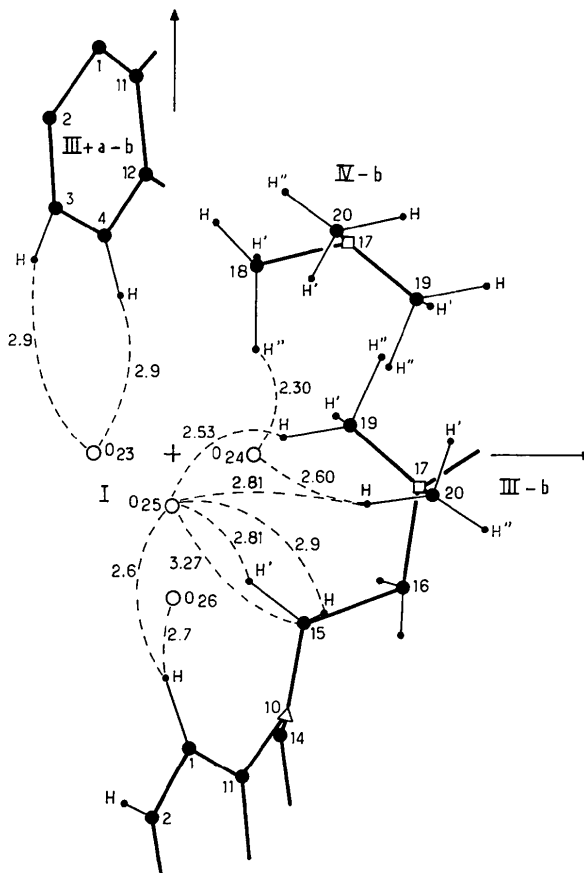


Fig. 7. Proximités avec les oxygènes.

(distances S-O égales) les trois oxygènes négatifs de l'anion méthylsulfate sont inégalement neutralisés par leur environnement: O(25), en particulier, est presque aussi isolé que l'oxygène ester O(26): O(26,I)-H(1,III-b) = 2,70 Å.

Environnement des méthyles

Le méthyle C(27) de l'ion méthylsulfate occupe une position très particulière vis-à-vis du cycle A de la molécule II-b.

C(27)-C(1) = 3,69 Å
 C(27)-C(2) = 3,79
 C(27)-C(3) = 3,84
 C(27)-C(4) = 3,69

De même les proximités du méthyle C(18) lié à l'azote N⁺(17) avec le cycle B correspond sans doute à une interaction non négligeable.

C(18-I)-C(7-IV-a-b-c) = 3,42 Å
 C(18-I)-C(8-IV-a-b-c) = 3,56
 C(18-I)-H(7-IV-a-b-c) = 3,16
 C(18-I)-H(8-IV-a-b-c) = 3,13

Dans les deux cas il s'agit peut être de l'interaction d'un cycle donneur avec un méthyle accepteur.

Conclusion

De nouveau, à propos de cette structure, se dessine le rôle particulier que jouent les méthyles activés, et sans doute, aussi la propriété de donneurs d'électrons des cycles du noyau phénothiazine.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 986

Structure Cristalline de Dérivés de la Phénothiazine. IV. Prométhazine

PAR PIERRE MARSAU ET BERNARD BUSETTA

*Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au C.N.R.S.,
Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France*

(Reçu le 19 décembre 1972, accepté le 24 janvier 1973)

Promethazine, $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HBr$, is a strong antihistaminic. We have already described the hydrochloride structure, but the poor quality of the crystals led us to study the hydrobromide in order to determine the molecular parameters with accuracy. The 1728 reflexions intensities were measured with an automatic diffractometer. The unit cell, with $a=b=20.739$ (6), $c=7.982$ (3) Å, contains eight molecules. The space group is $I\bar{4}$. All hydrogen atoms could be placed by analysing the sections of the three-dimensional density function. $R=0.036$. The molecule has the same folded configuration as that of the previously described structure of this series.

Introduction

La prométhazine ou (diméthylamino-2 propyl)-10 phénothiazine est un puissant antihistaminique, légèrement hypnotique et antialgique. Nous avons précédemment décrit la structure cristalline du chlorhydrate de prométhazine (Escobar, Marsau & Clastre, 1968) qui est la forme commerciale la plus couramment utilisée en thérapeutique.

Toutefois, la mauvaise qualité des cristaux de chlorhydrate de prométhazine inhérente à la structure même de ce composé, ne nous a pas permis d'obtenir des résultats satisfaisants en ce qui concerne les paramètres de cette intéressante molécule. Nous avons repris cette étude à partir du bromhydrate.

Données expérimentales

Les données cristallographiques sont:

$$\begin{aligned} a &= b = 20,739 \pm 0,006 \text{ \AA} \\ c &= 7,982 \pm 0,003 \text{ \AA} \\ \alpha &= \beta = \gamma = 90^\circ \\ V &= 3432,2 \text{ \AA}^3 \\ D_m &= 1,420 \text{ g cm}^{-3} \\ D_c &= 1,419 \text{ g cm}^{-3} \\ Z &= 8. \end{aligned}$$

Les extinctions systématiques sont celles du groupe d'espace $I\bar{4}$.

Références

- CAM, Y. & MARSAU, P. (1970). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **270**, 309–312.
 MARSAU, P. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 42–51.
 MARSAU, P. & CALAS, M. R. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 2058–2062.
 McDOWELL, J. J. H. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 2175–2181.
 McDOWELL, J. J. H. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 954–964.
 TRUTER, M. R. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 680–685.

Détermination de la structure

La détermination de la structure a été réalisée en combinant la méthode de l'atome lourd et les méthodes directes. En effet, les atomes de brome et de soufre n'ont pas une contribution suffisante pour imposer leur phase à un nombre suffisant de facteurs de structure.

La Fig. 1 représente la projection suivant [001]. Le Tableau 1 contient les coordonnées atomiques, définitives après affinement par moindres carrés. Tous les atomes d'hydrogène ont pu être localisés.

Configuration moléculaire

La valeur finale de l'indice d'accord est très satisfaisante: $R=0,036$.* Néanmoins, la présence de l'atome de brome et le nombre relativement faible de réflexions indépendantes (1728) – dû à la symétrie 4 – ne permettent pas une précision sur les paramètres atomiques supérieure à celle obtenue pour la diéthazine (Marsau, 1971), l'isothazine (Marsau & Calas, 1971) et le thiazinamium (Marsau & Cam, 1973).

* La liste des facteurs de structure a été déposée à The National Lending Library, Angleterre (Supplementary Publication No. SUP 30067). On peut obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.