

## References

- ARNOTT, S. & SCOTT, W. E. (1972). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 324–335.
- BENTLEY, R. (1959). *J. Am. Chem. Soc.* **81**, 1952–1956.
- BERMAN, H., CHU, S. & JEFFREY, G. A. (1967). *Science*, **157**, 1576–1577.
- BROWN, G. M., ROHRER, D. C., BERKING, B., BEEVERS, C. A., GOULD, R. O. & SIMPSON, R. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 3145–3158.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- CHU, S. S. C. & JEFFREY, G. A. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 1038–1049.
- CHU, S. S. C. & JEFFREY, G. A. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 830–838.
- DREISSIG, W. & LUGER, P. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 514–521.
- FRENCH, A. D. & MURPHY, V. G. (1973). *Carbohydr. Res.* **27**, 391–406.
- FRIES, D. C., RAO, S. T. & SUNDARALINGAM, M. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 994–1005.
- HACKERT, M. L. & JACOBSON, R. A. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 203–209.
- HAM, J. T. & WILLIAMS, D. G. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1373–1383.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1960). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.
- HIROTSU, K. & SHIMADA, A. (1974). *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **47**, 1872–1879.
- HODGE, J. E., RENDLEMAN, J. R. & NELSON, E. C. (1972). *Cereal Sci. Today*, **7**, 180–188.
- HUBBARD, C. R., QUICKSALL, C. O. & JACOBSON, R. A. (1971). *The Fast Fourier Algorithm and the Programs ALFF, ALFFDP, ALFFPROJ, ALFFT and FRIEDEL*. IS-2625, Iowa State Univ. and Institute for Atomic Research, Ames, Iowa.
- HYBL, A., RUNDLE, R. E. & WILLIAMS, D. E. (1965). *J. Am. Chem. Soc.* **87**, 2779–2788.
- JACOBSON, R. A. (1976). *J. Appl. Cryst.* **9**, 115–119.
- JACOBSON, R. A., WUNDERLICH, J. A. & LIPSCOMB, W. N. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 598–607.
- JAMES, W. J., FRENCH, D. & RUNDLE, R. E. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 385–389.
- JOHNSON, C. K. (1971). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LAWTON, S. L. & JACOBSON, R. A. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 2124–2134.
- QUIGLEY, G. J., SARCO, A. & MARCHESSAULT, R. H. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 5834–5839.
- ROHRBAUGH, W. J. & JACOBSON, R. A. (1974). *Inorg. Chem.* **13**, 2535–2539.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- SUNDARALINGAM, M. (1968). *Biopolymers*, **6**, 189–213.
- WOOLFSON, M. M. & GERMAIN, G. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 91–96.

*Acta Cryst.* (1978). **B34**, 218–221

## Structure Cristalline du Succinylsulfathiazol Monohydraté

PAR NOËL RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J.-B. Clément,  
92290 Chatenay-Malabry, France

ET ALAIN CHAUVET ET JACQUELINE MASSE

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté de Pharmacie, avenue Charles Flahaut, 34100 Montpellier, France

(Reçu le 2 juin 1977, accepté le 30 juin 1977)

Crystals of sulfasuxidine, *p*-[*N*-(1,3-thiazol-2-ylidene)sulphamoyl]succinanic acid monohydrate, (SC<sub>3</sub>NH<sub>3</sub>)·NSO<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NHCOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>H·H<sub>2</sub>O, are monoclinic, space group *P*2<sub>1</sub>/*b*, *a* = 16.28 (1), *b* = 19.49 (1), *c* = 5.143 (4) Å,  $\gamma$  = 94.10 (4)°, *Z* = 4. The intensities were measured using Mo *K* $\alpha$  radiation and an automatic diffractometer. The structure was solved by the symbolic addition procedure and refined by least-squares methods to *R* = 0.038. Neighbouring molecules are hydrogen bonded.

### Introduction

Le produit étudié est issu de la recristallisation du succinylsulfathiazol monohydraté du commerce dans l'acétone à 37°C. Le monocristal choisi pour réaliser l'étude structurale peut, en première approximation, être assimilé à un parallélépipède; il mesure environ

0,45 × 0,20 × 0,10 mm. Les spectres d'oscillation et de Weissenberg révèlent une maille monoclinique de dimensions *a* = 16,28 (1), *b* = 19,49 (1), *c* = 5,143 (4) Å,  $\gamma$  = 94,10 (4)°. En admettant la présence de quatre molécules monohydratées par maille, la masse volumique calculée ( $\mu_c$  = 1,52 g cm<sup>-3</sup>) est très voisine de la masse volumique mesurée par McCrone & Corvin

(1949) ( $\mu_m = 1,529 \text{ g cm}^{-3}$ ) pour la variété appelée 'forme I' par ces mêmes auteurs.

Deux conditions limitent l'existence des réflexions. Elles s'écrivent:  $hk0: k = 2n$  et  $00l: l = 2n$  et conduisent au groupe spatial  $P2_1/b$ .

### Mesure de l'intensité des réflexions

Les intensités des réflexions ont été mesurées avec un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 dans les conditions suivantes: rayonnement utilisé: rayonnement Mo  $K\alpha$  isolé par un monochromateur; balayage  $\omega/2\theta$  d'amplitude  $s$  ( $^\circ$ ) =  $0,72 + 0,40 \text{ tg } \theta$ ;  $0 \leq \theta \leq 24^\circ$ ,  $-18 \leq h \leq 18$ ,  $0 \leq k \leq 22$ ,  $0 \leq l \leq 5$ ; nombre de réflexions mesurées: 2542; nombre de réflexions utilisées: 2011 [les intensités de ces dernières vérifient la relation  $I > 2\sigma(I)$ ; elles ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation]; indices des réflexions choisies pour contrôler périodiquement la stabilité des conditions de fonctionnement du diffractomètre: 562, 651 et 703. Ces réflexions ont été mesurées chacune 18 fois. L'écart-type relatif sur les facteurs de structure qui leur correspondent est égal à 0,011.

### Détermination de la structure

La structure a été résolue par la méthode de l'addition symbolique à l'aide du programme *LSAM* (Germain & Woolfson, 1968). Une synthèse de Fourier de la densité électronique, faisant intervenir 198 facteurs de structure normalisés dont les modules sont supérieurs à 1,74 et dont les signes ont été préalablement déterminés, a permis de connaître les positions approchées des atomes de soufre, d'oxygène, d'azote et de carbone. Ces positions ont été affinées par la méthode des moindres carrés à l'aide du programme de Busing, Martin & Levy (1962). Les facteurs de diffusion utilisés sont ceux dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

Les 15 atomes d'hydrogène contenus dans l'unité asymétrique ont été localisés à l'aide des sections de la série de Fourier des différences ( $F_o - F_c$ ) calculées en tenant compte de l'agitation thermique anisotrope des atomes déjà connus. Les coefficients d'agitation thermique isotrope qui leur ont été d'abord attribués sont ceux des atomes auxquels ils sont liés. Puis, leurs coordonnées et leurs facteurs de température ont été soumis à un cycle d'affinement. La valeur finale obtenue pour le facteur  $R = \Sigma |F_o - F_c| / \Sigma F_o$  est égale à 0,038.\*

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32860: 52 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives*

	x	y	z
O(1)	-0,0622 (2)	0,0314 (1)	0,7253 (6)
O(2)	-0,0519 (2)	0,1396 (1)	0,5813 (5)
C(3)	-0,0334 (2)	0,0964 (2)	0,7360 (7)
C(4)	0,0231 (2)	0,1093 (2)	0,9629 (8)
C(5)	0,0600 (2)	0,1826 (2)	0,9794 (7)
C(6)	0,1227 (2)	0,2007 (2)	0,7696 (7)
O(7)	0,1556 (2)	0,1577 (1)	0,6408 (6)
N(8)	0,1400 (2)	0,2692 (1)	0,7377 (6)
C(9)	0,1968 (2)	0,3034 (2)	0,5676 (7)
C(10)	0,2453 (2)	0,2704 (2)	0,3906 (8)
C(11)	0,2994 (2)	0,3092 (2)	0,2326 (8)
C(12)	0,3048 (2)	0,3801 (2)	0,2473 (7)
C(13)	0,2562 (2)	0,4135 (2)	0,4226 (8)
C(14)	0,2029 (2)	0,3747 (2)	0,5813 (7)
S(15)	0,37741 (6)	0,42885 (5)	0,0558 (4)
O(16)	0,4021 (2)	0,3855 (2)	0,8466 (6)
O(17)	0,3418 (2)	0,4926 (2)	-0,0063 (6)
N(18)	0,4518 (2)	0,4507 (2)	0,2500 (7)
C(19)	0,5126 (2)	0,4101 (2)	0,2863 (8)
S(20)	0,53670 (9)	0,33658 (7)	0,1198 (3)
C(21)	0,6240 (3)	0,3311 (3)	0,313 (1)
C(22)	0,6319 (3)	0,3811 (3)	0,484 (1)
N(23)	0,5690 (2)	0,4250 (2)	0,4702 (7)
O(24)	0,1756 (2)	0,0180 (1)	0,6043 (7)
H(1)	-0,099 (2)	0,023 (2)	0,592 (8)
H(4-1)	0,067 (2)	0,074 (2)	0,957 (7)
H(4-2)	-0,010 (2)	0,097 (2)	0,125 (7)
H(5-1)	0,092 (2)	0,189 (2)	0,144 (7)
H(5-2)	0,016 (2)	0,217 (2)	-0,016 (7)
H(8)	0,113 (2)	0,296 (2)	0,838 (6)
H(10)	0,240 (2)	0,219 (2)	0,374 (7)
H(11)	0,337 (2)	0,286 (2)	0,107 (7)
H(13)	0,264 (2)	0,467 (2)	0,440 (7)
H(14)	0,168 (2)	0,398 (2)	0,713 (7)
H(21)	0,660 (3)	0,291 (2)	0,281 (9)
H(22)	0,680 (2)	0,396 (2)	0,622 (8)
H(23)	0,565 (2)	0,466 (2)	0,589 (7)
H(24-1)	0,172 (2)	0,066 (2)	0,605 (8)
H(24-2)	0,231 (2)	0,015 (2)	0,562 (8)

Tableau 2. *Distances interatomiques (Å)*

O(1)-C(3)	1,319 (4)	C(19)-N(23)	1,335 (5)
O(2)-C(3)	1,212 (5)	S(20)-C(21)	1,744 (6)
C(3)-C(4)	1,496 (5)	C(21)-C(22)	1,310 (8)
C(4)-C(5)	1,512 (5)	C(22)-N(23)	1,381 (6)
C(5)-C(6)	1,510 (5)	O(1)-H(1)	0,92 (4)
C(6)-O(7)	1,221 (5)	C(4)-H(4-1)	1,03 (3)
C(6)-N(8)	1,354 (4)	C(4)-H(4-2)	1,01 (3)
N(8)-C(9)	1,406 (4)	C(5)-H(5-1)	1,00 (3)
C(9)-C(10)	1,392 (5)	C(5)-H(5-2)	1,02 (3)
C(9)-C(14)	1,388 (5)	N(8)-H(8)	0,88 (3)
C(10)-C(11)	1,383 (5)	C(10)-H(10)	1,01 (3)
C(11)-C(12)	1,380 (5)	C(11)-H(11)	1,02 (3)
C(12)-C(13)	1,392 (5)	C(13)-H(13)	1,04 (3)
C(13)-C(14)	1,377 (5)	C(14)-H(14)	1,01 (3)
C(12)-S(15)	1,763 (4)	C(21)-H(21)	1,03 (4)
S(15)-O(16)	1,442 (3)	C(22)-H(22)	1,08 (4)
S(15)-O(17)	1,444 (3)	N(23)-H(23)	1,02 (4)
S(15)-N(18)	1,604 (3)	O(24)-H(24-1)	0,94 (4)
N(18)-C(19)	1,323 (5)	O(24)-H(24-2)	0,93 (4)
C(19)-S(20)	1,739 (4)		

Tableau 3. Angles des liaisons (°)

O(1)—C(3)—O(2)	123,3 (3)	C(13)—C(12)—S(15)	119,4 (3)
O(1)—C(3)—C(4)	111,5 (3)	C(12)—C(13)—C(14)	119,0 (4)
O(2)—C(3)—C(4)	125,2 (3)	C(13)—C(14)—C(9)	121,1 (4)
C(3)—C(4)—C(5)	113,6 (3)	C(12)—S(15)—N(18)	105,1 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	113,4 (3)	C(12)—S(15)—O(16)	107,8 (2)
C(5)—C(6)—O(7)	123,4 (3)	C(12)—S(15)—O(17)	107,0 (2)
C(5)—C(6)—N(8)	114,0 (3)	O(16)—S(15)—O(17)	119,0 (2)
O(7)—C(6)—N(8)	122,7 (3)	O(17)—S(15)—N(18)	104,5 (2)
C(6)—N(8)—C(9)	128,7 (3)	S(15)—N(18)—C(19)	120,8 (3)
N(8)—C(9)—C(10)	124,3 (3)	N(18)—C(19)—S(20)	130,2 (3)
N(8)—C(9)—C(14)	116,1 (3)	N(18)—C(19)—N(23)	120,2 (4)
C(10)—C(9)—C(14)	119,5 (3)	S(20)—C(19)—N(23)	109,6 (3)
C(9)—C(10)—C(11)	119,5 (3)	C(19)—S(20)—C(21)	90,1 (3)
C(10)—C(11)—C(12)	120,5 (4)	S(20)—C(21)—C(22)	111,9 (5)
C(11)—C(12)—C(13)	120,4 (3)	C(21)—C(22)—N(23)	112,9 (5)
C(11)—C(12)—S(15)	120,1 (3)	C(19)—N(23)—C(22)	115,5 (4)

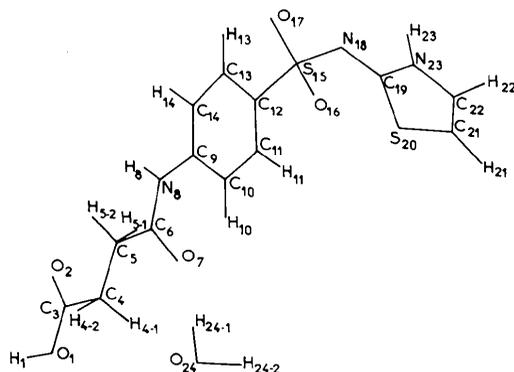


Fig. 1. La molécule de succinylsulfathiazol et la numérotation atomique.

Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1. Les Tableaux 2 et 3 indiquent respectivement les valeurs des principales distances interatomiques et des angles qui forment entre elles les liaisons unissant les atomes de soufre, d'oxygène, d'azote et de carbone. La Fig. 1 représente la molécule de succinylsulfathiazol et précise la nomenclature adoptée. Les atomes sont désignés par le symbole de l'élément correspondant accompagné d'un numéro permettant de distinguer tous les atomes de l'unité asymétrique à l'exception des atomes d'hydrogène. Chacun de ces derniers est affecté du même indice que l'atome auquel il est lié. En outre, lorsque deux atomes d'hydrogène portent le même numéro, ils sont différenciés par la présence de l'un des chiffres 1 ou 2 séparés du numéro par un tiret. Ainsi, H(4-1) désigne l'un des atomes d'hydrogène portés par l'atome de carbone C(4).

### Discussion

Les distances interatomiques rapportées dans le Tableau 2 sont toutes du même ordre de grandeur que celles indiquées dans la littérature, et notamment dans

*International Tables for X-ray Crystallography* (1968), pour des liaisons de même type. On observe en particulier que, dans la partie de la molécule comprenant les atomes N(8) à N(23), les longueurs des liaisons et les angles qu'elles réalisent ont des valeurs très voisines de celles calculées par Kruger & Gafner (1972) dans les différentes variétés de sulfathiazol. Les six distances C—C du noyau benzénique sont comprises entre 1,377 et 1,392 Å et admettent pour longueur moyenne 1,385 Å. Elles sont donc très homogènes. Il en est de même des angles formés par les atomes de carbone du même noyau. L'atome O(1), porteur de l'atome d'hydrogène du groupement carboxylique, est situé à 1,32 Å de l'atome de carbone C(3). La liaison C(3)—O(1) paraît donc présenter un caractère intermédiaire entre la liaison 'double' telle qu'on la rencontre dans C(3)—O(2) (1,21 Å) et C(6)—O(7) (1,22 Å), et la liaison simple (1,43 Å).

Sur les sections des séries de Fourier des différences ( $F_o - F_c$ ), il n'a pas été observé de pic susceptible de correspondre à un atome d'hydrogène lié à N(18). Par contre, l'atome d'azote N(23) du noyau thiazol porte, comme l'ont déjà constaté Kruger & Gafner à propos du sulfathiazol, un atome d'hydrogène.

L'angle H—O—H de la molécule d'eau mesure 102 (3)°. Il est donc compris entre les valeurs extrêmes trouvées par Albertsson & Elding (1976) lors

Tableau 4. Liaisons hydrogène

$M-H \cdots M'$	$M-M'$ (Å)
N(8c)—H(8c)···O(2a)	2,950 (4) }
N(8a)—H(8a)···O(2c)	2,950 (4) }
N(23a)—H(23a)···N(18b)	2,858 (5) }
N(23b)—H(23b)···N(18a)	2,858 (5) }
O(24d)—H(24-2d)···O(17a)	2,831 (5)
O(24a)—H(24-1a)···O(7a)	2,771 (4)
O(1b)—H(1b)···O(24a)	2,638 (4)

Tableau 5. Distances (Å) de quelques atomes aux plans moyens

(1) Plan défini par N(23), C(22), C(21), S(20) et C(19)

N(23)	0,006 (5)	C(22)	0,005 (5)	C(21)	-0,002 (5)
C(19)	0,004 (5)	S(20)	-0,001 (5)	N(18)	0,055
S(15)	-0,120	O(16)	-3,034	O(17)	0,460
C(12)	-1,858	C(13)	-2,498	C(9)	-4,608
C(10)	-3,959	C(11)	-2,586	H(23)	-0,01
H(22)	0,08	H(21)	-0,01		

(2) Plan défini par C(9), C(10), C(11), C(12), C(13) et C(14)

C(9)	0,002 (3)	C(10)	-0,004 (3)	C(11)	0,003 (3)
C(12)	0,000 (3)	C(13)	-0,002 (3)	C(14)	0,002 (3)
N(8)	-0,002	C(6)	0,002	O(7)	0,02
C(5)	0,066	C(4)	-0,302	C(3)	-1,751
O(2)	-2,593	O(1)	-2,018	H(8)	-0,006
H(10)	-0,041	H(11)	0,036	H(13)	0,061
H(14)	0,024				

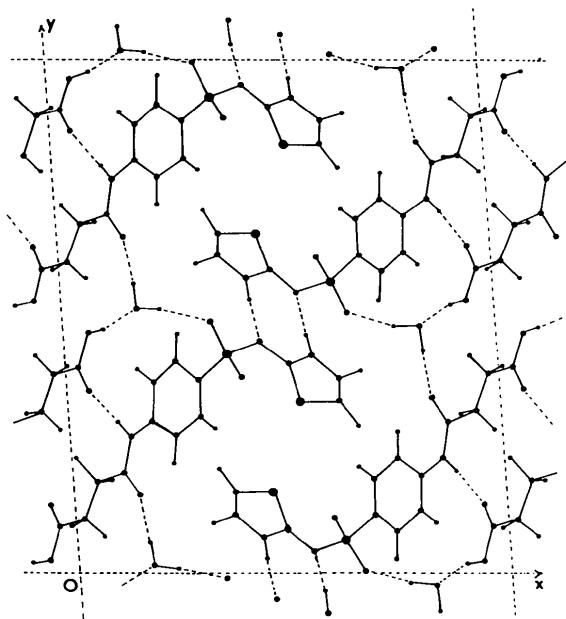


Fig. 2. La projection des atomes sur la face (001).

de l'étude du trisodium tris(oxydiacétate) cérate(III) nonahydraté par diffraction de neutrons, soit 99 et 109°.

La Fig. 2 représente la projection des atomes sur la face (001). Elle montre que les molécules de succinyl-sulfathiazol sont associées par des liaisons hydrogène, soit directement, soit par l'intermédiaire des molécules d'eau. Si l'on affecte l'indice  $a$  aux atomes dont les coordonnées  $x, y, z$  figurent dans le Tableau 1, et les indices  $b, c$  et  $d$  à ceux dont les coordonnées sont respectivement  $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$ ;  $\bar{x}, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ; et  $x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ , les liaisons hydrogène réalisées par chaque molécule de succinylsulfathiazol peuvent être désignées comme

il est indiqué dans le Tableau 4. Les deux liaisons  $N-H \cdots O$  concernent des atomes qui se correspondent par la transformation  $(x, y, z) \rightarrow (x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z)$ . Leur longueur (2,95 Å) n'est pas très différente de la longueur moyenne (2,88 Å) indiquée pour ce type de liaison dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Quant aux deux liaisons  $N(23)-H(23) \cdots N(18)$  qui se correspondent par centrosymétrie, elles mesurent 2,86 Å et sont pratiquement égales à leurs homologues (2,874 Å) dans le sulfathiazol I (Kruger & Gafner, 1972).

Le Tableau 5 indique les distances de quelques atomes au plan du cycle thiazol (plan 1) ou au plan du noyau benzénique (plan 2). Dans l'espace direct, si l'on rapporte ces plans à une équation de la forme  $Px + Qy + Rz = S$ , les valeurs des coefficients  $P, Q, R$  et  $S$  sont respectivement, dans le cas du plan 1: 8,0996; 10,3501; -3,3716 et 7,4274, et dans le cas du plan 2: 11,7347; -1,6835; 3,5605 et 3,8176. Ces deux plans font entre eux un angle de 83,39°.

#### Références

- ALBERTSSON, J. & ELDING, I. (1976). *Acta Cryst.* B32, 3066-3077.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1968). *Acta Cryst.* B24, 91-96.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Vol. III, p. 276. Birmingham: Kynoch Press.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, pp. 72 et 149. Birmingham: Kynoch Press.  
 KRUGER, G. J. & GAFNER, G. (1972). *Acta Cryst.* B28, 272-283.  
 MCCRONE, W. C. & CORVIN, I. (1949). *Anal. Chem.* 21 (10), 1293.