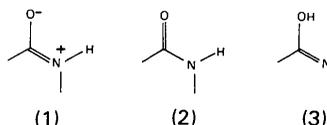


d'une liaison simple, indiquent que le modèle moléculaire dans la région N(1), C(1), O(1) correspond à un équilibre entre les deux formes isomères (1) et (2). C'est d'ailleurs ainsi que l'on interprète les longueurs C=O (1,24 Å) et C—N (1,33 Å) de la liaison peptidique classique.



La forme (3) qui est celle attribuée au BTS 39542 dans Bristow, Macey, Nichol & Sim (1977) et reprise dans les études ultérieures, notamment dans Cooling & Sim (1981), n'a qu'un poids négligeable dans la phase cristalline du produit que nous avons étudiée, d'où oxo-4 tétrahydro-1,2,3,4 écrit dans le titre de l'article en lieu et place de hydroxy-4 dihydro-1,2.

Les auteurs remercient le Dr M. J. Cooling (The Boots Company Ltd) qui leur a aimablement fourni un échantillon du produit, le Dr J. Delarge (Université de Liège, Laboratoire de Chimie Pharmaceutique) pour l'échange de vue fructueux concernant ce travail, ainsi que M. M. Vermeire pour les mesures diffractométriques.

## Références

- BRISTOW, N. W., MACEY, P. E., NICHOL, K. J. & SIM, M. F. (1977). Brevet Britannique n° 1 480 591.
- COOLING, M. J. & SIM, M. F. (1981). *Br. J. Pharmacol.* **74**, 359–364.
- CREMER, D. & POPLE, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.
- DUPONT, L., CAMPSTEYN, H., LAMOTTE, J. & VERMEIRE, M. (1978). *Acta Cryst.* **34**, 2659–2662.
- DUPONT, L., DIDEBERG, O., DELARGE, J., DIVE, G. & THUNUS, L. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1495–1500.
- DUPONT, L., LAMOTTE, J., CAMPSTEYN, H. & VERMEIRE, M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1304–1310.
- GREGER, R. & SCHLATTER, E. (1983). *Klin. Wochenschr.* **61**, 1019–1027.
- LAMOTTE, J., CAMPSTEYN, H., DUPONT, L. & VERMEIRE, M. (1978a). *Acta Cryst.* **B34**, 1657–1661.
- LAMOTTE, J., CAMPSTEYN, H., DUPONT, L. & VERMEIRE, M. (1978b). *Acta Cryst.* **B34**, 2636–2638.
- LUGER, P. & BÜLOW, R. (1983). *J. Appl. Cryst.* **16**, 431–432.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et de Louvain-la-Neuve, Belgique.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- SCHLATTER, E., GREGER, R. & WEIDTKE, C. (1983). *Pfluegers Arch.* **396**, 210–217.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination de structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.

*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1265–1267

## Structure de la Méthyl-2 Diphényl-3,4 Thiazétidine-1,2 Dioxyde-1,1-*cis*, C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>2</sub>S

PAR A. CHIARONI ET C. RICHE

*Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, 91190 Gif-sur-Yvette, France*

ET P. LOISEAU, M. BONNAFOUS ET Y. ADAM

*Laboratoire de Chimie Thérapeutique, Département de Chimie Pharmaceutique, Faculté de Pharmacie, Université Paul Sabatier, 31 Allée Jules Guesde, 31400 Toulouse, France*

(Reçu le 10 octobre 1984, accepté le 1 mai 1985)

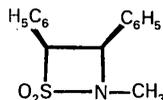
**Abstract.**  $M_r = 273.4$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 10.136$  (2),  $b = 13.016$  (3),  $c = 10.192$  (2) Å,  $\beta = 108.93$  (5)°,  $V = 1361.8$  (8) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.33$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 1.95$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 576$ , room temperature, final  $R = 0.054$  for 2181 reflections. The thiazetidine ring is slightly puckered by 14.7°. The methyl group at N(2) is *trans* with respect to the phenyl at C(3). There are no unusual bond distances or angles.

**Introduction.** La principale limite à l'efficacité des  $\beta$  lactamines est la fragilité du cycle azétidinone. Ce cycle, en effet, est facilement ouvert avec perte de l'activité antibiotique en milieu acide ou alcalin ou sous l'influence des  $\beta$ -lactamases bactériennes.

En considérant d'une façon très classique, que le groupement sulfonamide, plus stable chimiquement, est un bioisostère du groupement carboxamide, des structures cycliques du type diazétidine-1,2 dioxyde-1,1 ont

été synthétisées pour vérifier leur stabilité vis-à-vis des  $\beta$ -lactamases (Loiseau, Bonnafous & Adam, 1984).

La structure cristalline de la méthyl-2 diphenyl-3,4 thiazétidine-1,2 dioxyde-1,1-*cis* a été entreprise dans le cadre d'une étude des relations structure-activité dans cette série de composés, pour préciser la conformation du cycle thiazétidine et la comparer à celle des cycles azétidinones des pénicillines et céphalosporines.



**Partie expérimentale.** Cristal de  $0,4 \times 0,15 \times 0,1$  mm; 20 réflexions d'axes ( $6 < \theta < 36^\circ$ ) utilisées pour la mesure des paramètres de la maille; diffractomètre Philips PW 1100, radiation du cuivre, monochromateur de graphite; méthode de balayage  $\theta-2\theta$  jusqu'à  $\theta < 68^\circ$  ( $-13 < h < 13$ ,  $-15 < k < 15$ ,  $0 < l < 12$ ); largeur de balayage ( $1,3 + 0,2 \text{ tg}\theta$ ) $^\circ$ , vitesse de balayage  $0,05^\circ \text{ s}^{-1}$ ; correction de Lorentz-polarisation, absorption négligée; 4821 réflexions mesurées; 2486 indépendantes dont 2181 telles que  $I > 3\sigma(I)$  considérées comme observées;  $R_{\text{int}} = 0,046$ ; trois réflexions de référence (022, 202, 04 $\bar{1}$ ) mesurées toutes les 120 min, variation maximale des intensités de 5%, intensités corrigées de la décomposition; structure résolue par logiciel *DEVIN* (Riche, 1982); affinement anisotrope par moindres-carrés de  $\sum w(F_o - |F_c|)^2$ ; logiciel *SHELX76* (Sheldrick, 1976); facteurs de diffusion atomique extraits de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); atomes d'hydrogène tous présents sur série-différence repositionnés par le calcul ( $d = 1,08 \text{ \AA}$ ) affectés d'un facteur de température équivalent à celui de l'atome porteur; schéma de pondération  $w = \sigma^2(F_o) + 0,0065F_o^2$ ;  $R = 0,054$ ,  $wR = 0,067$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,2$ , max. de densité sur série-différence finale  $0,3 \text{ e \AA}^{-3}$ .

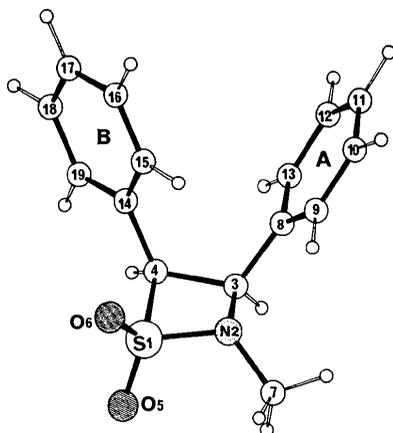


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule donnant la numérotation des atomes.

Tableau 1. Coordonnées atomiques ( $\times 10^4$ ) des atomes non-hydrogènes

$$U_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$U_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
S(1)	4873 (1)	8092 (1)	3364 (1)	37 (1)
N(2)	6082 (2)	8972 (1)	3534 (2)	37 (2)
C(3)	6982 (2)	8606 (2)	4826 (2)	34 (2)
C(4)	6173 (2)	7563 (2)	4774 (2)	39 (2)
O(5)	3668 (2)	8470 (2)	3633 (2)	72 (2)
O(6)	4619 (2)	7524 (1)	2187 (2)	44 (2)
C(7)	5728 (3)	10060 (2)	3290 (3)	53 (3)
C(8)	8512 (2)	8531 (1)	4956 (2)	32 (2)
C(9)	9022 (2)	8815 (2)	3977 (2)	44 (2)
C(10)	10422 (2)	8678 (2)	4115 (3)	57 (3)
C(11)	11327 (2)	8253 (2)	5247 (3)	52 (3)
C(12)	10837 (2)	7999 (2)	6244 (3)	48 (2)
C(13)	9431 (2)	8136 (2)	6103 (2)	44 (2)
C(14)	6813 (2)	6552 (2)	4626 (2)	38 (2)
C(15)	7511 (2)	6400 (2)	3728 (2)	48 (2)
C(16)	8119 (3)	5466 (2)	3655 (3)	61 (3)
C(17)	8008 (4)	4664 (2)	4441 (4)	79 (4)
C(18)	7307 (4)	4802 (3)	5327 (4)	91 (4)
C(19)	6699 (3)	5756 (2)	5420 (3)	65 (3)

Tableau 2. Distances interatomiques ( $\text{\AA}$ ) et angles de valence ( $^\circ$ )

S(1)—N(2)	1,643 (2)	C(9)—C(10)	1,388 (4)
S(1)—C(4)	1,806 (2)	C(10)—C(11)	1,392 (4)
S(1)—O(5)	1,433 (2)	C(11)—C(12)	1,375 (4)
S(1)—O(6)	1,431 (2)	C(12)—C(13)	1,393 (4)
N(2)—C(3)	1,487 (3)	C(14)—C(15)	1,397 (3)
N(2)—C(7)	1,463 (3)	C(14)—C(19)	1,378 (4)
C(3)—C(4)	1,578 (3)	C(15)—C(16)	1,377 (4)
C(3)—C(8)	1,513 (3)	C(16)—C(17)	1,379 (5)
C(4)—C(14)	1,499 (3)	C(17)—C(18)	1,385 (6)
C(8)—C(9)	1,380 (3)	C(18)—C(19)	1,405 (5)
N(2)—S(1)—C(4)	81,9 (1)	C(3)—C(8)—C(13)	118,4 (2)
N(2)—S(1)—O(5)	113,0 (1)	C(9)—C(8)—C(13)	119,0 (2)
N(2)—S(1)—O(6)	111,8 (1)	C(8)—C(9)—C(10)	120,5 (2)
C(4)—S(1)—O(5)	113,0 (1)	C(9)—C(10)—C(11)	120,2 (2)
C(4)—S(1)—O(6)	115,9 (1)	C(10)—C(11)—C(12)	119,6 (2)
O(5)—S(1)—O(6)	116,4 (1)	C(11)—C(12)—C(13)	120,1 (2)
S(1)—N(2)—C(3)	95,1 (1)	C(8)—C(13)—C(12)	120,5 (2)
S(1)—N(2)—C(7)	121,6 (2)	C(4)—C(14)—C(15)	122,4 (2)
C(3)—N(2)—C(7)	121,4 (2)	C(4)—C(14)—C(19)	117,7 (2)
N(2)—C(3)—C(4)	95,2 (2)	C(15)—C(14)—C(19)	120,0 (2)
N(2)—C(3)—C(8)	113,9 (2)	C(14)—C(15)—C(16)	120,2 (2)
C(4)—C(3)—C(8)	116,9 (2)	C(15)—C(16)—C(17)	120,3 (3)
S(1)—C(4)—C(3)	85,9 (1)	C(16)—C(17)—C(18)	120,0 (3)
S(1)—C(4)—C(14)	117,7 (2)	C(17)—C(18)—C(19)	120,0 (3)
C(3)—C(4)—C(14)	121,4 (2)	C(14)—C(19)—C(18)	119,4 (3)
C(3)—C(8)—C(9)	122,6 (2)		

Tableau 3. Le plan moyen du cycle thiazétidine et principaux angles de torsion

(a) Distances ( $\text{\AA}$ ) au plan moyen du cycle thiazétidine (pondération 1); écart-type moyen:  $0,005 \text{ \AA}$

S(1)	-0,064	C(4)	0,067	C(8)	0,931	O(5)	1,381
N(2)	0,078	C(7)	-0,676	C(14)	1,281	O(6)	1,056
C(3)	0,081						

(b) Principaux angles de torsion ( $^\circ$ ); écart-type moyen:  $0,2^\circ$

S(1)—N(2)—C(3)—C(4)	11,5	C(7)—N(2)—C(3)—C(8)	-93,8
N(2)—C(3)—C(4)—S(1)	-10,5	C(8)—C(3)—C(4)—C(14)	-10,5
C(3)—C(4)—S(1)—N(2)	9,5	O(5)—S(1)—C(4)—C(14)	134,3
C(4)—S(1)—N(2)—C(3)	-10,1	O(6)—S(1)—C(4)—C(14)	-3,6
O(5)—S(1)—N(2)—C(7)	-30,6	N(2)—C(3)—C(8)—C(9)	-2,4
O(6)—S(1)—N(2)—C(7)	103,1	C(3)—C(4)—C(14)—C(15)	-45,1

**Discussion.** Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1 et les longueurs de liaison et angles de valence dans le Tableau 2. La Fig. 1 donne une vue de la molécule.\*

Les longueurs des liaisons S—C(4) de 1,806 et S—N(2) de 1,643 Å sont tout à fait comparables à celles observées dans des cycles thiazétidines-1,3 et thiadiazines de 1,80 Å (King, Van Meervelt & l'Abbé, 1983) et 1,65 Å (Von Tesky, Mews, Krebs & Udupa, 1978), respectivement.

Le cycle thiazétidine peut être considéré comme relativement plan en première approximation (Tableau 3). On peut donc le rapprocher sur ce point des cycles  $\beta$ -lactames des pénicillines et céphalosporines. On observe le même angle dièdre de 14,7° suivant les liaisons S...C(3) et N...C(4). Cet angle est en général plus important dans les cyclobutanes substitués: 31° par exemple dans l'acide cyclobutanedicarboxylique-

\* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes et des positions des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42220: 15 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

1,3-*trans* (Adman & Margulis, 1968, et références citées).

L'atome d'azote est pyramidal, le méthyle C(7) étant en position *trans* par rapport au phényle A. Les principaux angles de torsion traduisent la géométrie de la molécule. Les plans moyens des cycles aromatiques font des angles de 53 et 87° respectivement avec le cycle thiazétidine, et de 54° entre-eux.

#### Références

- ADMAN, E. & MARGULIS, T. N. (1968). *J. Am. Chem. Soc.* **90**, 4517–4521.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
 KING, G. S. D., VAN MEERVELT, L. & L'ABBÉ, G. (1983). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **92**, 495–496.  
 LOISEAU, P., BONNAFOUS, M. & ADAM, Y. (1984). *Eur. J. Med. Chem.* Soumis.  
 RICHE, C. (1982). 7th Eur. Crystallogr. Meet., Jerusalem. Abstract, p. 25.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination de structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.  
 VON TESKY, F.-M., MEWS, R., KREBS, B. & UDUPA, M. R. (1978). *Angew. Chem.* **90**(9), 722–725.

*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1267–1270

## Acide *tert*-Butyl-2 Cyclohexanecarboxylique-1-*trans*, C<sub>11</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

PAR ROBERT VIANI ET MICHÈLE COSSU

Département de Physique, Faculté des Sciences, Université Nationale de Côte d'Ivoire, 04 BP 322 Abidjan 04, Côte d'Ivoire

JACQUES LAPASSET

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie associé au CNRS (LA 233), Université de Montpellier II, place E. Bataillon, 34060 Montpellier, CEDEX, France

ET JEAN-PIERRE AYCARD ET HUBERT BODOT

Laboratoire de Chimie Organique Structurale, Université de Provence, Centre de Saint-Jérôme, 13397 Marseille CEDEX 13, France

(Reçu le 4 janvier 1983, accepté le 1 mai 1985)

**Abstract.**  $M_r = 184.281$ , monoclinic,  $C2/c$ ,  $a = 21.583$  (8),  $b = 7.821$  (4),  $c = 13.618$  (6) Å,  $\beta = 99.78$  (4)°,  $V = 2265$  (3) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_m = 1.06$  (2),  $D_x = 1.081$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 0.578$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 816$ ,  $T = 293$  K, final  $R = 0.064$  for 1511 reflexions. The molecular structure shows that the ring adopts a chair conformation, which is only slightly distorted by the interaction between the

*tert*-butyl and the carboxyl groups; the conformation of the carboxyl group is governed by intramolecular non-bonded interactions.

**Introduction.** Les six précédents mémoires de cette série ont été consacrés à l'étude cristallographique de dérivés du *tert*-butyl-3 cyclohexène ayant un substituant en position 4 soit *trans* (Cossu, Viani & Lapasset, 1981;