

Fig. 2. Stereoscopic illustration of the molecular packing, viewed approximately down the *a* axis.

atom of the dimethylamino group of methoxy-promazine maleate is connected to the maleate ion *via* a hydrogen bond (Marsau & Gauthier, 1973), which may be the reason for the difference between the conformations of the side chain in the maleate salt and the free base.

Methoxypromazine was generously donated by Rhône-Poulenc Industries, Paris, France.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 892–894

Structure de l'Amino-5 *2H,4H*-Thiadiazine-1,2,6 One-3 Dioxyde-1,1

PAR P. BROUANT

Groupe d'Etudes et de Recherches en Chimie Thérapeutique Organique et Physique, Faculté de Pharmacie, 27 Boulevard Jean Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

M. PIERROT ET A. BALDY

Laboratoire de Cristallographie, Faculté des Sciences et Techniques de Saint Jérôme, Rue Henri Poincaré, 13397 Marseille CEDEX 13, France

C. OCHOA ET P. GOYA

Instituto de Quimica Medica, CSIC, Juan de la Cierva 3, Madrid 6, Espagne

ET J. C. SOYFER ET J. BARBE

Groupe d'Etudes et de Recherches en Chimie Thérapeutique Organique et Physique, Faculté de Pharmacie, 27 Boulevard Jean Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

(Reçu le 10 octobre 1985, accepté le 10 février 1986)

Abstract. $C_3H_5N_3O_3S$, $M_r = 163.16$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 8.780$ (2), $b = 7.411$ (1), $c = 9.750$ (2) Å, $\beta = 102.76$ (2)°, $V = 618.8$ (3) Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.75$ (2), $D_x = 1.751$ g cm⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.7107$ Å, $\mu = 4.64$ cm⁻¹, $F(000) = 336$, $T = 295$ K, final $R = 0.035$ for 1072 independent reflections with $I > 3\sigma(I)$.

0108-2701/86/070892-03\$01.50

- References**
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 HOUGH, E., HJORTH, M. & DAHL, S. G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2424–2428.
 HOUGH, E., HJORTH, M. & DAHL, S. G. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 383–386.
 HOUGH, E., WOLD, E. & DAHL, S. G. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 386–389.
 JOHNSON, C. K. (1971). Report ORNL-3749. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 MCDOWELL, J. J. H. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 2175–2181.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A Computer Program for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
 MARSAU, P. & GAUTHIER, J. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 992–998.
 SATO, M., MIKI, K., TANAKA, N., KASAI, N., ISHIMARU, T. & MUNAKATA, T. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2176–2178.
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C. W., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The *XRAY76* system. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 TOLLENAERE, J. P., MOEREELS, H. & KOCH, M. H. (1977). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther.* **12**, 199–211.

The *4H*-thiadiazine ring shows a flattened boat conformation. The bond lengths and angles are in agreement with those of other *2H,4H*-thiadiazines. There are two short intermolecular contacts between the NH₂ group and the oxide oxygens but neither are within the normal H-bond angular range.

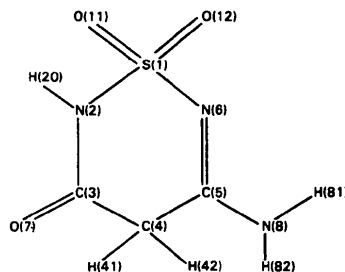
© 1986 International Union of Crystallography

Tableau 1. Paramètres de position et leur écart-type estimé

	x	y	z	B(Å) ² *
S(1)	0,70616 (9)	0,0728 (1)	0,90264 (8)	1,75 (1)
N(2)	0,8614 (3)	0,1236 (4)	0,8389 (3)	2,11 (5)
C(3)	0,8915 (4)	0,2908 (5)	0,7971 (3)	1,87 (6)
C(4)	0,7861 (4)	0,4394 (5)	0,8242 (3)	2,06 (6)
C(5)	0,7130 (4)	0,4066 (4)	0,9495 (3)	1,72 (6)
N(6)	0,6764 (3)	0,2458 (4)	0,9889 (3)	2,00 (5)
O(11)	0,5779 (3)	0,0380 (4)	0,7862 (3)	2,90 (5)
O(12)	0,7546 (3)	-0,0739 (3)	0,9985 (3)	2,79 (5)
O(7)	0,9992 (3)	0,3164 (4)	0,7379 (3)	2,78 (5)
N(8)	0,6863 (3)	0,5475 (4)	1,0205 (3)	2,28 (6)

* Les atomes affinis anisotropiquement sont donnés sous la forme d'équivalents isotropiques définis ainsi: $B_{eq} = (4/3) [a^2B_{11} + b^2B_{22} + c^2B_{33} + abc\cos(\gamma)B_{12} + accos(\beta)B_{13} + bccos(\alpha)B_{23}]$.

Introduction. Ce composé a été préparé pour disposer des informations géométriques de base nécessaires à l'établissement des relations structure-activité biologique chez les substances thiadiaziniques diversement substituées.



Partie expérimentale. Cristal losangique de couleur grenat: 0,20 × 0,60 × 0,40 mm. Densité mesurée par flottaison. Diffractomètre quatre cercles CAD-4 Enraf-Nonius avec monochromateur au graphite. Paramètres de la maille par calcul des moindres carrés sur valeurs de $2 \sin \theta / \lambda$ pour 21 réflexions. Intensités mesurées avec $\theta < 30^\circ$ et technique de balayage en $\theta:2\theta$. Trois réflexions de contrôle d'intensité toutes les 10 000 s et trois réflexions de contrôle d'orientation toutes les 300 mesures. Pas de correction d'absorption, ni de variation d'intensité (0,6% en 16 h). Standards et limites d'enregistrement: 3 réflexions standards: 05 $\bar{1}$, 5 $\bar{1}$ $\bar{2}$, 630. $h_{\min/\max} = -10$ et $+10$, $k_{\min/\max} = 0$ et $+9$, $l_{\min/\max} = 0$ et $+12$. 1345 réflexions mesurées, 1055 uniques, 1200 observées utilisées pour résolution de la structure et 1072 avec $I > 3\sigma(I)$ utilisées dans les affinements. Facteur d'agrément sur toutes les intensités mesurées: $R_{\text{sym}} = 0,013$. Tous calculs effectués sur ordinateur DEC-PDP11/44 sous logiciel SDP (Frenz, 1978). Solution obtenue par méthode directe: MULTAN80 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Atomes d'hydrogène localisés sur cartes de densité-différence. Tous atomes affectés d'un facteur d'agitation thermique anisotrope, sauf atomes

Tableau 2. Principaux paramètres géométriques de la molécule (Å, °) et leur écart-type estimé

S(1)—O(11)	1,434 (2)	C(3)—O(7)	1,226 (3)
S(1)—O(12)	1,435 (2)	C(3)—C(4)	1,499 (4)
S(1)—N(2)	1,662 (2)	C(4)—C(5)	1,519 (3)
S(1)—N(6)	1,586 (2)	C(5)—N(6)	1,313 (3)
N(2)—C(3)	1,349 (3)	C(5)—N(8)	1,310 (3)
O(11)—S(1)—O(12)	116,5 (1)	N(2)—C(3)—C(4)	116,9 (3)
O(11)—S(1)—N(2)	108,1 (1)	N(2)—C(3)—O(7)	120,4 (2)
O(11)—S(1)—N(6)	111,9 (1)	O(7)—C(3)—C(4)	122,7 (2)
O(12)—S(1)—N(2)	105,4 (1)	C(3)—C(4)—C(5)	114,3 (3)
O(12)—S(1)—N(6)	109,1 (1)	C(4)—C(5)—N(6)	123,6 (2)
N(2)—S(1)—N(6)	105,1 (1)	C(4)—C(5)—N(8)	117,8 (2)
S(1)—N(2)—C(3)	123,5 (2)	N(6)—C(5)—N(8)	118,6 (3)
S(1)—N(2)—C(3)—C(4)	6,3 (3)	C(4)—C(5)—N(6)—S(1)	-0,8 (3)
N(2)—C(3)—C(4)—C(5)	27,5 (3)	C(5)—N(6)—S(1)—N(2)	30,9 (2)
C(3)—C(4)—C(5)—N(6)	-32,2 (3)	N(6)—S(1)—N(2)—C(3)	-34,9 (2)

d'hydrogène avec des coefficients d'agitation thermique isotrope fixés à 4 Å². Affinements de tous les atomes en matrice complète par minimisation de $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ où $w = 1$. En fin d'affinement: $R = 0,035$ et $wR = 0,046$; $S = 0,885$; $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,85$ pour hydrogènes et 0,32 pour autres atomes; $|\Delta\rho|_{\max} = 0,424$ e Å⁻³. Facteurs de diffusion pour les atomes et corrections de dispersion anormale tirés de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

Discussion. Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1.*

La comparaison de ces paramètres géométriques [longueurs de liaison, angles de liaison et angles de torsion (Tableau 2)] avec les valeurs publiées pour le sel de monopotassium du monohydrate de 2H,4H,6H-thiadiazine-1,2,6 dione-3,5 dioxyde-1,1 (Cabezuelo, Foces-Foces, Cano & García-Blanco, 1978) permet de constater une superposabilité presque parfaite des hétérocycles 2H,4H-thiadiazine dans les deux cas. De ce fait, la nature saline ou basique du composé, la présence ou l'absence de double liaison en C(5)—N(6), la substitution d'une fonction amine à une fonction carbonyle en C(5) ne paraissent pas affecter la stabilité de cet hétérocycle et donc, lors de substitutions ultérieures par des chaînes carbonées diverses, les perturbations éventuellement constatées pourront être attribuées aux substituants.

L'hétérocycle thiadiazinique adopte ici aussi une configuration de type bateau-croisé relativement applati ainsi que le montrent les distances mesurées par rapport au plan des moindres carrés p_0 défini par les atomes

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres d'agitation thermique anisotrope, des équations des principaux plans moyens de la molécule et des distances des atomes à ces plans ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42831: 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.

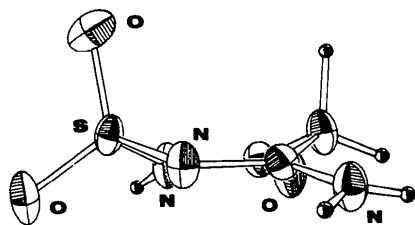


Fig. 1. Conformation bateau.

N(2), C(3), C(5) et N(6). Ces distances, exprimées en ångströms, sont en effet: S(1)-p0 = +0,456 (1); N(2)-p0 = +0,012 (3); C(3)-p0 = -0,012 (3); C(5)-p0 = +0,350 (3); C(5)-p0 = -0,012 (3); N(6)-p0 = +0,012 (3).

La configuration bateau (Fig. 1) est également mise en évidence par la mesure des angles entre le plan p0 et les plans p1 et p2 définis par les atomes N(2), S(1), N(6) d'une part et C(3), C(4), C(5) d'autre part. Ces angles sont respectivement de 27,5 (2) et 25,3 (3)°.

On relève plusieurs contacts intermoléculaires qui peuvent expliquer la densité élevée du cristal étudié comme le montrent les proximités minimums suivantes données en ångströms: N(8)···O(12^b) = 2,893 (2), N(8)···O(11^b) = 3,005 (2), O(11)···H(82^b) = 2,17 (2), O(12)···H(81^b) = 2,02 (2), les codes d'opérations de symétries étant: (i) x, y, z et (ii) $x, 0,5-y, 0,5-z$. Cependant aucun de ces contacts ne satisfait aux conditions angulaires permettant d'envisager des liaisons hydrogène (valeurs toujours très en dehors de la fourchette 170–175°), contrairement au sel de monopotassium déjà cité (Cabezuelo *et al.*, 1978). La Fig. 2 donne l'empilement cristallin.

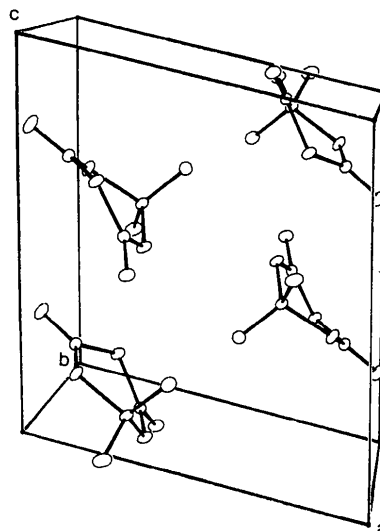


Fig. 2. Empilement cristallin.

Références

- CABEZUELO, M. D., FOCES-FOCES, C., CANO, F. H. & GARCÍA-BLANCO, S. (1978). *Acta Cryst.* B34, 3069–3070.
 FRENZ, B. A. (1978). Dans *Computing in Crystallography*, édité par H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 64–71. Delft Univ. Press.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
 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 Louvain, Belgique.

Acta Cryst. (1986). C42, 894–896

Molecular and Chiral Structure of (4*R*,6*S*,7*S*,11*S*)-5-Oxo-4β,6β,7α,11βH-germacran-(10)-en-12,6-olide, a Derivative of Gallicin

BY M. A. GÓMEZ-RODRÍGUEZ, M. MARTÍNEZ-RIPOLL AND S. GARCÍA-BLANCO

Unidad Estructural de Cristalografía, Instituto Rocasolano, CSIC, Serrano 119, 28006 Madrid, Spain

(Received 28 May 1985; accepted 21 February 1986)

Abstract. C₁₅H₂₂O₃, $M_r = 250.34$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 8.184$ (1), $b = 26.236$ (6), $c = 6.573$ (1) Å, $V = 1411.3$ (4) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.18$ Mg m⁻³, $\text{Cu } K\alpha$, $\lambda = 1.54178$ Å, $\mu = 0.611$ mm⁻¹, $F(000) = 544$, $T = 295$ K, structure refined to $R = 0.046$ including 600 observed Friedel pairs. Refinement and Bijvoet indices establish the

molecular chirality. The conformation of the main ring is CCC and the molecular chirality is the same as that found in many other germacranolides. The five-membered ring is an envelope conformation.

Introduction. The present compound, (II), has been prepared by Professor A. Galindo and co-workers