

International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, 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. of York, England, and Louvain, Belgium.

MERLINO, S. (1971). *Acta Cryst.* B27, 2491–2492.

PAVELČÍK, F. (1987). *XP21. A Computer Program for Syntex P2₁ Data Reduction*. J. A. Komenský Univ., Bratislava, Czechoslovakia.

SIVÝ, P., SIVÝ, J. & KOREŇ, B. (1987). *UB. Automatic Procedure for Unambiguous Choice of Lattice Parameters and Bravais Translation Lattice*. Slovak Technical Univ., Bratislava, Czechoslovakia.

Acta Cryst. (1990). C46, 1560–1561

Dihydro-2,3 (Thiényl-3)-2 5H-Benzothiazépine-1,5 One-4

PAR NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Physique (Laboratoire de Chimie Minérale et Structurale UA n° 200),
Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Paris V, 4 Avenue de l'Observatoire,
75270 Paris CEDEX 06, France

B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale, Faculté de Médecine et Pharmacie, 34 rue du Jardin des Plantes,
86034 Poitiers CEDEX, France

ET J. C. LANCELOT ET M. ROBBA

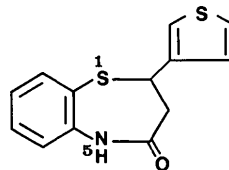
Laboratoire de Chimie Thérapeutique, UFR des Sciences Pharmaceutiques, 1 rue Vaubénard,
14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 20 février 1989, accepté le 19 septembre 1989)

Abstract. C₁₃H₁₁NOS₂, $M_r = 261.36$, monoclinic, $P2_1/n$ (second setting), $a = 7.600$ (2), $b = 14.581$ (6), $c = 11.138$ (5) Å, $\beta = 93.25$ (3)°, $V = 1232.3$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.41$, $D_m = 1.38$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 0.375$ mm⁻¹, $F(000) = 544$, room temperature, $R = 0.046$ for 1633 independent reflections [$I > 3\sigma(I)$]. The title compound consists of a seven-membered thiazepine ring fused to a benzene ring and substituted by a 3-thienyl ring. As expected, the 1,5-benzothiazepine ring is not planar; the dihedral angle between the benzene and thienyl rings is 46.5 (1)°. The molecules are linked together by N(5)—H(N5)⋯O(−x, 1−y, 2−z) hydrogen bonds [2.862 (4) Å; 172 (4)°].

Partie expérimentale. Masse volumique par flottaison. Cristal prismatique, 0,22 × 0,30 × 0,38 mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal à partir de 25 réflexions telles que $3,08 \leq \theta \leq 171,71^\circ$. Diffractomètre Syntex-Nicolet P3F ($2\theta \leq 60^\circ$); $-12 \leq h \leq 12$; $0 \leq k \leq 22$; $0 \leq l \leq 16$. Réflexions de contrôle $\bar{3}10$, $\bar{1}30$; $\sigma(I)/I$ contrôle = 0,02. 3740 réflexions indépendantes mesurées, 1633 observées [$I > 3\sigma(I)$]. Pas de correction d'absorption. Méthodes directes,

programme *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Coordonnées des H: série de Fourier des ΔF . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Affinement sur F . Paramètres affinés: x, y, z de tous les atomes et U_{ij} de O, N, C et S. $R = 0,046$; $wR = 0,050$, $w = 1/\sigma(F)$, $S = 1,9$. $(\Delta/\sigma)_{\max} = 1,6$ [valeur observée pour H(32)].



$(\Delta/\sigma)_{\text{moyen}} = 0,11$; $|\Delta\rho|_{\max} = 0,24$ e Å⁻³. Programme de calcul *ORXFLS* de Busing (1971). Calcul des angles dièdres, programme *BP7C* (Ito & Sugawara, 1983). Dessin de la molécule (Fig. 1) et vue stéréoscopique du contenu de la maille (Fig. 2), programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1, les distances et les angles dans le Tableau

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives et facteurs de température équivalents B_{eq}

$$B_{eq} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
S(1)	0,5025 (1)	0,47240 (6)	0,78878 (9)	3,51 (4)
C(2)	0,5108 (4)	0,3804 (2)	0,9021 (3)	3,1 (2)
C(3)	0,3263 (4)	0,3412 (3)	0,9361 (4)	3,4 (2)
C(4)	0,1956 (4)	0,4127 (2)	0,9615 (3)	3,3 (2)
O	0,1591 (3)	0,4336 (2)	1,0654 (2)	4,5 (1)
N(5)	0,1147 (3)	0,4497 (2)	0,8670 (3)	3,3 (2)
C(6)	0,0066 (5)	0,4117 (3)	0,6678 (3)	3,8 (2)
C(7)	0,0364 (5)	0,3972 (3)	0,5469 (4)	4,3 (2)
C(8)	0,2061 (6)	0,3997 (3)	0,5021 (4)	4,3 (2)
C(9)	0,3460 (5)	0,4174 (3)	0,5768 (3)	3,7 (2)
C(10)	0,3194 (4)	0,4343 (2)	0,7001 (3)	3,0 (2)
C(11)	0,1482 (4)	0,4313 (2)	0,7439 (3)	2,9 (2)
S(21)	0,8825 (1)	0,19999 (8)	0,8525 (1)	4,96 (6)
C(22)	0,7816 (5)	0,2897 (3)	0,9163 (3)	3,7 (2)
C(23)	0,6268 (4)	0,3060 (2)	0,8629 (3)	2,9 (2)
C(24)	0,5901 (5)	0,2429 (3)	0,7681 (4)	3,9 (2)
C(25)	0,7185 (5)	0,1807 (3)	0,7515 (3)	3,7 (2)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles (°)

S(1)—C(2)	1,845 (4)	C(7)—C(8)	1,381 (5)
S(1)—C(10)	1,770 (3)	C(8)—C(9)	1,363 (5)
C(2)—C(3)	1,531 (5)	C(9)—C(10)	1,411 (5)
C(2)—C(23)	1,502 (5)	C(10)—C(11)	1,388 (4)
C(3)—C(4)	1,507 (5)	S(21)—C(22)	1,708 (8)
C(4)—O	1,233 (4)	S(21)—C(25)	1,691 (4)
C(4)—N(5)	1,347 (5)	C(22)—C(23)	1,351 (5)
N(5)—C(11)	1,423 (4)	C(23)—C(24)	1,418 (5)
C(6)—C(7)	1,384 (5)	C(24)—C(25)	1,383 (5)
C(6)—C(11)	1,387 (5)		
C(2)—S(1)—C(10)	102,3 (2)	S(1)—C(10)—C(9)	118,7 (3)
S(1)—C(2)—C(3)	111,9 (2)	S(1)—C(10)—C(11)	122,2 (3)
S(1)—C(2)—C(23)	111,8 (2)	C(9)—C(10)—C(11)	118,7 (3)
C(3)—C(2)—C(23)	111,4 (3)	N(5)—C(11)—C(6)	118,9 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	114,4 (3)	N(5)—C(11)—C(10)	120,7 (3)
C(3)—C(4)—N(5)	117,7 (3)	C(6)—C(11)—C(10)	120,4 (3)
C(3)—C(4)—O	120,9 (3)	C(22)—S(21)—C(25)	92,6 (2)
N(5)—C(4)—O	121,3 (3)	S(21)—C(22)—C(23)	112,6 (3)
C(4)—N(5)—C(11)	125,9 (3)	C(2)—C(23)—C(22)	123,5 (3)
C(7)—C(6)—C(11)	119,6 (4)	C(2)—C(23)—C(24)	125,7 (3)
C(6)—C(7)—C(8)	120,5 (4)	C(22)—C(23)—C(24)	110,8 (3)
C(7)—C(8)—C(9)	120,1 (4)	C(23)—C(24)—C(25)	113,9 (3)
C(8)—C(9)—C(10)	120,6 (3)	S(21)—C(25)—C(24)	110,0 (3)

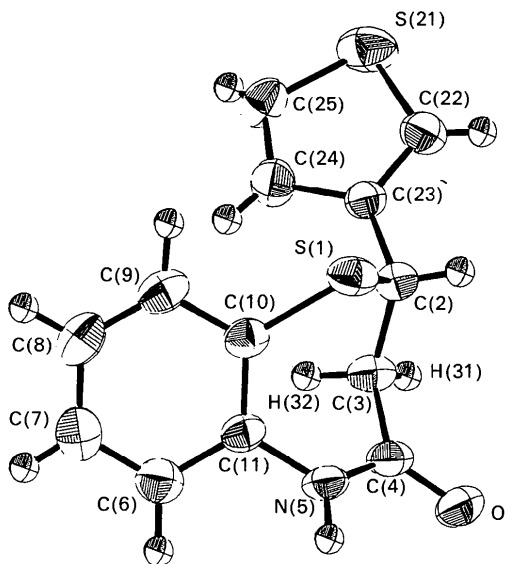


Fig. 1. Dessin de la molécule.

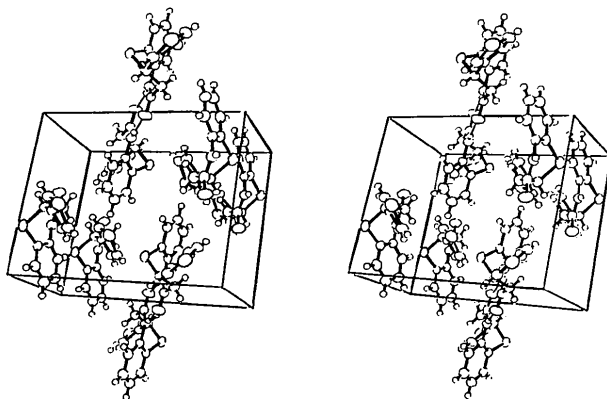


Fig. 2. Vue stéréoscopique selon a du contenu de la maille.

2.* La Fig. 1 montre que dans le cycle thiazépine, les atomes C(2), C(3) et C(4) sont situés d'un même côté du 'plan moyen' défini par le contour S(1), C(10), C(11) et N(5).

Littérature associée. Les distances interatomiques et les angles dans le cycle dihydro-2,3 5H-benzo-thiazépine-1,5 one-4 sont en bon accord avec les valeurs observées par Kojić-Prodić, Ružić-Toroš, Sunjić, Decorte & Moimas (1984), compte tenu du mode d'hybridation et des contraintes géométriques d'un cycle à sept atomes.

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des distances de van der Waals et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52684: 15 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- BUSING, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683–684.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *Best-Plane Program*, 3ème version. The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 KOJIĆ-PRODIĆ, B., RUŽIĆ-TOROŠ, Z., SUNJIĆ, V., DECORTE, E. & MOIMAS, F. (1984). *Helv. Chim. Acta*, **67**(3), 916–926.
 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*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.