

The authors acknowledge the support of the Robert A. Welch Foundation [Grants F-017 (SHS) and F-1055 (RMR)].

References

- ABBOUD, K. A., SIMONSEN, S. H. & ROBERTS, R. M. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 2494–2496.
- ABBOUD, K. A., SIMONSEN, S. H., TYLLICK, C. & ROBERTS, R. M. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1684–1686.
- BASS, K. C. (1973). In *Organic Syntheses*, Collective Vol. V, edited by H. E. BAUMGARTEN, pp. 398–400. New York: John Wiley.
- BECKWITH, A. L. J. & WATERS, W. A. (1957). *J. Chem. Soc.* pp. 1001–1008.
- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- HARVEY, R. G. & ARZADON, L. (1969). *Tetrahedron*, **25**, 4887–4894.
- HARVEY, R. G., ARZADON, L., GRANT, J. & URBERG, K. (1969). *J. Am. Chem. Soc.* **91**, 4535–4541.
- HARVEY, R. G. & DAVIS, C. D. (1969). *J. Org. Chem.* **34**, 3607–3609.
- KHALAF, A. A. & ROBERTS, R. M. (1972). *J. Org. Chem.* **37**, 4227–4235.
- LOW, C.-E. & ROBERTS, R. M. (1973). *J. Org. Chem.* **38**, 1909–1913.
- ROBERTS, R. M. & ABDEL-BASET, M. B. (1976). *J. Org. Chem.* **41**, 1698–1701.
- ROBERTS, R. M., ANDERSON, G. P. JR, KHALAF, A. A. & LOW, C.-E. (1971). *J. Org. Chem.* **36**, 3342–3345.
- ROBERTS, R. M., BANTEL, K.-L. & LOW, C.-E. (1973). *J. Org. Chem.* **38**, 1903–1909.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SHELDRICK, G. M. (1987). *SHELXTL-Plus*. Release 3.4 for Nicolet R3m/V crystallographic system. Nicolet Instrument Corporation, Madison, Wisconsin, USA.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 882–884

Structure de la Benzoyl-6 Dihydro-2,3 Benzothiazole-1,3 One-2

PAR C. FOLLET-HOUTTEMANE ET J. C. BOIVIN

Laboratoire de Cristallographie et Physicochimie du Solide, URA CNRS 452, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille et Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois BP 108, 59652 Villeneuve d'Ascq CEDEX, France

ET J. P. BONTE ET D. LESIEUR

Institut de Chimie Pharmaceutique, 3 rue du Professeur Laguesse, 59045 Lille CEDEX, France

(Reçu le 6 avril 1990, accepté le 4 septembre 1990)

Abstract. $C_{14}H_9NO_2S$, monoclinic, $P2_1/c$, $M_r = 255.3$, $a = 10.924$ (3), $b = 13.073$ (5), $c = 8.269$ (4) Å, $\beta = 95.0$ (3)°, $V = 1176$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.44$ Mg m⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 0.22$ mm⁻¹, $F(000) = 528$, $T = 298$ K, $R = 0.040$ for 2529 observed reflexions. Bond lengths and angles are in the usual range. The molecule is in an extended configuration, the benzene and the benzothiazol-2-one planes forming a dihedral angle of 58 (1)°. Crystal cohesion is enhanced by one hydrogen bond, between the O and the N atom of the benzothiazol-2-one moiety, forming layers. Crystal structure determination has allowed us to determine the position of the acyl group, which is in the 6 position.

Partie expérimentale. Monocristaux en forme de triangle (0,5 × 0,5 × 0,58 mm, épaisseur ≈ 0,05 mm), préparés par évaporation d'une solution dans

l'éthanol absolu; sur diffractomètre quatre cercles Philips PW1100, monochromateur en graphite, paramètres de maille obtenus à partir de 25 réflexions ($3 < \theta < 7^\circ$); balayage: $\theta-2\theta$; 3799 réflexions mesurées dans l'intervalle $4 \leq 2\theta \leq 60^\circ$ avec $-15 \leq h \leq 15$, $0 \leq k \leq 18$, $0 \leq l \leq 11$.

Trois réflexions de contrôle (230, 112, 120) réexplorées toutes les deux heures; corrections de Lorentz-polarisation, pas de correction d'absorption, résolution par méthodes directes (*MULTAN*; Germain, Main & Woolfson, 1970); affinement sur F par moindres carrés sur 2529 réflexions indépendantes non nulles [$I > 3\sigma(I)$]; matrice complète anisotrope (Prewitt, 1966), H atomes localisés par synthèse de Fourier différence, affinement des positions atomiques de l'ensemble des atomes et des coefficients d'agitation thermique anisotrope, B_H fixé à 3 Å², $R = 0,040$ et $wR = 0,039$, avec $w = 1$; aucune réflexion rejetée; $\Delta/\sigma_{\max} = 0,2$; $\Delta\rho_{\max} =$

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et coefficients d'agitation thermique $B_{eq}(\text{\AA}^2)$

$$B_{eq} = (4/3)\sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
O(1)	7149 (2)	1219 (1)	-4843 (2)	4,4 (2)
C(2)	6402 (2)	1243 (2)	-3846 (3)	3,2 (2)
N(3)	5165 (2)	1120 (1)	-4113 (2)	3,1 (2)
C(4)	4499 (2)	1148 (2)	-2772 (2)	2,7 (2)
C(5)	5239 (2)	1332 (2)	-1327 (2)	2,6 (2)
S(6)	6777,6 (5)	1461,9 (5)	-1718,2 (7)	3,6 (1)
C(7)	3247 (2)	999 (2)	-2763 (3)	3,4 (2)
C(8)	2731 (2)	1054 (2)	-1294 (3)	3,4 (2)
C(9)	3458 (2)	1240 (2)	159 (2)	2,8 (2)
C(10)	4728 (2)	1370 (2)	140 (2)	2,8 (2)
C(11)	2919 (2)	1228 (2)	1748 (2)	2,9 (2)
O(12)	3580 (1)	1119 (1)	3011 (2)	4,0 (2)
C(13)	1561 (2)	1319 (2)	1819 (2)	3,0 (2)
C(14)	861 (2)	2053 (2)	934 (3)	3,7 (2)
C(15)	-389 (2)	2138 (2)	1110 (3)	4,4 (2)
C(16)	-942 (2)	1485 (2)	2120 (3)	4,5 (2)
C(17)	-260 (2)	745 (2)	2989 (3)	4,2 (2)
C(18)	994 (2)	670 (2)	2862 (3)	3,6 (2)

Tableau 2. Distances interatomiques (\AA), angles principaux ($^\circ$) et liaison hydrogène ($\text{\AA}, ^\circ$)

O(1)—C(2)	1,210 (3)	C(10)—C(5)	1,380 (2)
C(2)—N(3)	1,360 (3)	C(9)—C(11)	1,486 (3)
N(3)—C(4)	1,379 (3)	C(11)—O(12)	1,225 (2)
C(4)—C(5)	1,403 (3)	C(11)—C(13)	1,495 (3)
C(5)—S(6)	1,748 (2)	C(13)—C(14)	1,394 (3)
S(6)—C(2)	1,794 (3)	C(14)—C(15)	1,390 (3)
C(4)—C(7)	1,382 (3)	C(15)—C(16)	1,371 (4)
C(7)—C(8)	1,385 (4)	C(16)—C(17)	1,383 (3)
C(8)—C(9)	1,402 (3)	C(17)—C(18)	1,387 (3)
C(9)—C(10)	1,399 (3)	C(18)—C(13)	1,393 (3)
O(1)—C(2)—S(6)	124,2 (3)	C(7)—C(8)—C(9)	121,1 (4)
O(1)—C(2)—N(3)	127,3 (5)	C(4)—C(7)—C(8)	118,5 (4)
C(2)—S(6)—C(5)	91,4 (2)	C(10)—C(9)—C(11)	118,8 (4)
C(2)—N(3)—C(4)	117,0 (4)	C(9)—C(11)—O(12)	120,4 (3)
N(3)—C(4)—C(5)	112,6 (3)	C(9)—C(11)—C(13)	120,4 (3)
C(4)—C(5)—S(6)	110,5 (2)	C(11)—C(13)—C(14)	122,3 (4)
S(6)—C(5)—C(10)	129,0 (3)	C(11)—C(13)—C(18)	118,2 (4)
C(5)—C(4)—C(7)	121,1 (4)	C(14)—C(13)—C(18)	119,4 (4)
C(4)—C(5)—C(10)	120,5 (3)	C(13)—C(18)—C(17)	120,0 (4)
C(5)—C(10)—C(9)	118,9 (4)	C(16)—C(17)—C(18)	120,1 (4)
C(8)—C(9)—C(10)	119,9 (4)	C(15)—C(16)—C(17)	120,4 (5)
		C(13)—C(14)—C(15)	119,9 (4)
H(3)...O(1)'	2,96 (3)	N(3)...H(3)...O(1)'	158 (10)
N3...O(1)'	2,816 (2)		

Code de symétrie: (i) $x, y, z - 1$.

0,4 e \AA^{-3} ; facteurs de diffusion de Cromer & Waber (1965): prise en compte de la dispersion anormale de l'atome de soufre (Cromer & Liberman, 1970).

Le Tableau 1 rassemble les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents et le Tableau 2 les distances et les angles les plus significatifs.*

La Fig. 1 représente la molécule dans le plan du motif benzothiazolinone et indique les numéros utilisés pour nommer les atomes.

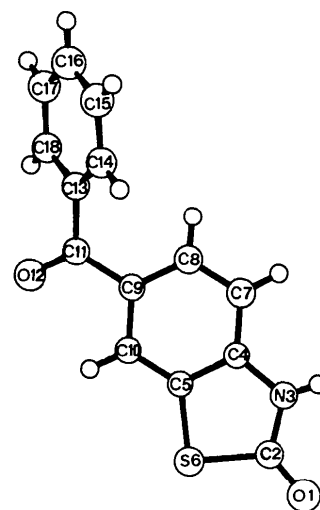
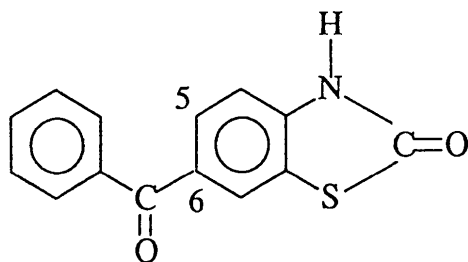


Fig. 1. Configuration de la molécule.

Littérature associée. L'acylation du noyau aromatique de la dihydro-2,3 benzothiazole-1,3 one-2 conduit à des dérivés monosubstitués (Lesieur, Lespagnol & Yous, 1989).

Selon certains auteurs, la substitution se réaliserait en position 5 (Takaya & Takasugi, 1984); ces conclusions sont surprenantes si l'on considère les résultats obtenus avec l'hétérocycle oxygéné isostère correspondant pour lequel la substitution se fait en

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des équations des plans moyens, des distances inférieures à 3,7 \AA et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53546: 51 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.

position 6 (Bonte, Lesieur, Lespagnol, Plat, Cazin & Cazin, 1974; Mairesse, Boivin, Thomas, Bermann, Bonte & Lesieur, 1984). Les études physicochimiques classiques (IR, ^1H RMN) ne permettant pas de lever l'ambiguïté, l'étude de la structure cristalline de la benzoyl-6 dihydro-2,3 benzothiazole-1,3 one-2 a été entreprise de façon à préciser sans équivoque la position du groupement acyle.

Les plans benzothiazolinone et benzénique forment un angle dièdre de 58 (1) $^\circ$. L'atome O(12) se trouve à 0,446 (1) \AA du premier plan et à 0,817 (2) \AA du second.

La cohésion cristalline est assurée en dehors des contacts de van der Waals par l'intermédiaire d'une liaison hydrogène échangée entre H(3) et O(12) de deux molécules voisines (Tableau 2). L'angle de la liaison vaut $158(10)^\circ$. L'arrangement obtenu forme des feuillettes le long de l'axe z .

Les résultats sont comparables à ceux trouvés pour la structure de la benzoyl-6 dihydro-2,3 benzoxazole-1,3 one-2 (Mairesse, Boivin, Thomas, Bermann, Bonte & Lesieur, 1984). L'angle dièdre entre les plans benzothiazolinone et benzénique vaut $58(1)^\circ$ et il est égal à $54(1)^\circ$ entre les plans benzoxazolone et benzénique. Par contre, les deux structures diffèrent par leur arrangement tridimensionnel; en effet, les molécules sont assemblées par paires par un double système de liaison hydrogène dans le cas de la benzoyl-6 dihydro-2,3 benzoxazole-1,3 one-2.

Cette étude structurale a permis de déterminer sans équivoque la position du groupement acyle, la

benzoylation du noyau aromatique de la benzothiazolinone s'effectue comme la benzoxazolone, en *para* de l'atome d'azote, c'est à dire en position 6.

Références

- BONTE, J. P., LESIEUR, D., LESPAGNOL, C., PLAT, M., CAZIN, M. & CAZIN, J. P. (1974). *Eur. J. Med. Chem.* **9**(5), 491–496.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274–275.
 LESIEUR, D., LESPAGNOL, C. & YOUS, S. (1989). Brevet Français 89.05655.
 MAIRESSE, G., BOIVIN, J. C., THOMAS, D. J., BERMAN, M. C., BONTE, J. P. & LESIEUR, D. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1019–1020.
 PREWITT, C. T. (1966). *SFLS-S*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 TAKAYA, T. & TAKASUGI, H. (1984). Brevet Européen 0120 589 A1.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 884–885

Structure of Bis[bis(trimethylsilyl)methylene]methoxyphosphorane

BY NEIL BURFORD,* J. DAVID MCINNIS AND MELBOURNE J. SCHIRIVER

Department of Chemistry, Dalhousie University, Halifax, Nova Scotia, Canada B3H 4J3

AND ROBIN D. ROGERS*

Department of Chemistry, Northern Illinois University, DeKalb, Illinois 60115, USA

(Received 25 May 1990; accepted 29 August 1990)

Abstract. $C_{15}H_{39}OPSi_4$, $M_r = 378.79$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 11.814(6)$, $b = 15.931(5)$, $c = 13.846(9)$ Å, $\beta = 106.96(8)^\circ$, $V = 2492.6$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.01$ Mg m⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 0.298$ mm⁻¹, $F(000) = 832$, $T = 293$ K, $R = 0.054$ for 2663 significant reflections. The structure of the tri-coordinate phosphorane contains two equivalent bis(trimethylsilyl)methylene moieties and a methoxy group. The phosphorus centre and three neighbouring atoms describe a plane with P—C bond lengths of 1.625(4) and 1.646(4) Å and a P—O bond length of 1.599(3) Å, and a C—P—C angle of $134.0(2)^\circ$.

Experimental. The title compound was prepared in 56% yield using the procedure described by Appel, Dunker, Gaitzsch & Gaitzsch (1984). Clear yellow plate-shaped crystals were grown from a saturated dichloromethane solution at room temperature

(295 K). Crystal (irregular shaped fragment) $0.13 \times 0.75 \times 0.88$ mm (Pyrex capillary); Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer, graphite-monochromated Mo $K\alpha$ radiation. Lattice constants were obtained from 25 well centred reflections ($\theta > 19^\circ$). Intensities were measured using an $\omega/2\theta$ scan (width $0.8 + 0.35 \tan\theta$) over a 2θ range of $2 \leq 2\theta \leq 50^\circ$ (h, k, l : +14, +19, ± 16). Three standard reflections monitored every hour showed no deviations greater than $\pm 2\%$ in intensity. Intensities of 4773 reflections were measured of which 2663 were considered observed [$F_o > 5\sigma(F_o)$]. No absorption correction was made. The structure was solved by direct methods *SHELXS* (Sheldrick, 1985) and refined by full-matrix least-squares procedure, *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Scattering factors were taken from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Vol. IV) and corrected for anomalous dispersion. All non-H atoms were refined anisotropically. The methyl H atoms were included as a rigid group with

* To whom correspondence should be addressed.