

We gratefully acknowledge financial support from SERC and the Cervi family. We thank Paul Swepston (MSC) for instruction in the use of the *TEXSAN* software package and John Helliwell for discussions.

#### References

- BEURSKENS, P. T., BOSMAN, W. P., DOESBURG, H. M., GOULD, R. O., VAN DEN HARK, TH. E. M. & PRICK, P. A. J. (1984). *DIRDIF*. An automatic procedure for phase extension and refinement of difference structure factors. Tech. Rep. 1984/1. Univ. of Nijmegen, The Netherlands.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- CALABRESE, J. C. (1972). *PHASE*. Patterson heavy atom solution extractor. PhD Thesis, Univ. of Wisconsin-Madison, USA.
- GILMORE, C. J. (1984). *J. Appl. Cryst.* **17**, 42–46.
- IBALL, J. I., MORGAN, C. H. & WILSON, H. R. (1966). *Proc. R. Soc. London*, **295**, 320–333.
- IBERS, J. A. & HAMILTON, W. C. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 781–782.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Molecular Structure Corporation (1985). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. MSC, 3200A Research Forest Drive, The Woodlands, TX77381, USA.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- SAENGER, W. (1984). *Principles of Nucleic Acid Structure*. Berlin: Springer-Verlag.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 1336–1338

## Désoxy-6 *N,N*-Diméthylthiocarbamoyl-6 Di-*O*-isopropylidène-1,2:3,4 $\alpha$ -D-Galactopyranose

PAR N. RODIER ET P. KHODADAD

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

D. POSTEL ET P. VILLA

Laboratoire de Cinétique chimique, Faculté des Sciences, 33 Rue Saint-Leu, 80000 Amiens CEDEX, France

ET G. RONCO ET R. JULIEN

Laboratoire de Chimie bioorganique et bioinorganique, Faculté de Pharmacie, 3 Place Dewailly, 80000 Amiens CEDEX, France

(Reçu le 14 juin 1990, accepté le 3 décembre 1990)

**Abstract.**  $C_{15}H_{25}NO_5S_2$ ,  $M_r = 363.5$ , monoclinic,  $P2_1$ ,  $a = 9.803$  (5),  $b = 10.50$  (1),  $c = 10.090$  (3) Å,  $\beta = 116.38$  (3)°,  $V = 930$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.297$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.295$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 388$ ,  $T = 294$  (1) K,  $R = 0.042$  for 1380 independent observed reflections. As expected, the dimethylthiocarbamoyl group is approximately planar. In this group, the shortest C—S and C—N distances, 1.658 (5) and 1.321 (6) Å respectively, indicate the presence of a delocalized orbital. One of the two five-membered rings (*A* ring) has an envelope form and the other (*C* ring) a half-chair form. The pyranosyl ring has a skew-boat conformation. The cohesion of the structure is due to van der Waals interactions.

**Partie expérimentale.** Cristal approximativement parallélépipédique:  $0,24 \times 0,32 \times 0,40$  mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la

maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que  $7,08 \leq \theta \leq 13,01^\circ$ .  $0,039 \leq (\sin \theta) / \lambda \leq 0,639$  Å<sup>-1</sup>. Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s(\theta) = 0,80 + 0,35 \text{tg} \theta$ .  $0 \leq h \leq 12$ ,  $0 \leq k \leq 13$ ,  $-12 \leq l \leq 11$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $30\bar{4}$ ,  $\bar{1}2\bar{2}$  et  $\bar{4}12$ . Variations non significatives de  $I$  au cours des mesures.  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0068. 2144 réflexions indépendantes mesurées, 764 inobservées [ $I < 2\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et série de Fourier des  $\Delta F$ . Affinement basé sur les  $F$ , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, pp. 99, 149). Paramètres affinés: coordonnées de tous les atomes et  $\beta_{ij}$  de S, O, N et C.  $B(H) = B_{eq}$  de l'atome lié à H + 1 Å<sup>2</sup>.  $R = 0,042$ ,  $wR = 0,040$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 1,19$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,05$ ,  $|\Delta\rho|_{\max} = 0,21$  (5) e Å<sup>-3</sup>. Le pic résiduel le plus élevé se trouve

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type

$$B_{eq} = 4/3(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}accos\beta + \beta_{23}bccos\alpha).$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
C(1)	0,7679 (4)	0,750*	1,0184 (5)	3,6 (1)
C(2)	0,8041 (4)	0,8684 (5)	1,1147 (4)	3,2 (1)
C(3)	0,9597 (4)	0,9273 (5)	1,1561 (4)	3,02 (9)
C(4)	1,0079 (4)	0,9269 (5)	1,0315 (4)	2,98 (9)
C(5)	0,9037 (4)	0,8487 (4)	0,9000 (4)	2,70 (9)
O(6)	0,8626 (3)	0,7334 (3)	0,9487 (3)	3,32 (7)
O(7)	0,6151 (3)	0,7675 (4)	0,9127 (4)	4,72 (9)
O(8)	0,6933 (3)	0,9592 (3)	1,0238 (3)	3,66 (7)
C(9)	0,5599 (4)	0,8886 (6)	0,9353 (5)	4,4 (1)
C(10)	0,4628 (5)	0,8672 (7)	1,0159 (6)	6,0 (2)
C(11)	0,4769 (5)	0,9560 (7)	0,7888 (6)	6,0 (2)
O(12)	1,0698 (3)	0,8506 (4)	1,2689 (3)	4,19 (8)
O(13)	1,1557 (3)	0,8702 (4)	1,0975 (3)	4,15 (8)
C(14)	1,2072 (4)	0,8601 (5)	1,2513 (4)	3,8 (1)
C(15)	1,2949 (6)	0,7382 (6)	1,3044 (6)	6,1 (2)
C(16)	1,2965 (5)	0,9761 (6)	1,3283 (6)	5,0 (1)
C(17)	0,9790 (4)	0,8042 (5)	0,8037 (4)	3,2 (1)
S(18)	1,0318 (1)	0,9325 (2)	0,7196 (1)	3,38 (2)
C(19)	0,8622 (4)	0,9635 (5)	0,5555 (4)	3,4 (1)
S(20)	0,7080 (1)	0,8731 (2)	0,5013 (2)	5,14 (3)
N(21)	0,8739 (4)	1,0632 (4)	0,4814 (4)	4,1 (1)
C(22)	1,0130 (7)	1,1365 (6)	0,5274 (5)	5,7 (1)
C(23)	0,7436 (7)	1,1099 (6)	0,3513 (6)	6,0 (2)

\* Coordonnée choisie arbitrairement.

au voisinage de C(23). Programme de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976). Angles de torsion: ORFFE (Busing, Martin & Levy, 1964). Ordinateur DEC PDP11/44.

La configuration adoptée pour la molécule du composé étudié est celle qui a été établie pour le groupement correspondant dans le *cis*-dichloro[*N,N*-diéthylthiocarbamoyl-6 désoxy-6 dioxoisopropylidène-1,2:3,4- $\alpha$ -D-galactopyranose]platine(II) acétone (Julien, Ronco, Lemay, Khodadad & Rodier, 1991).

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2.\* La Fig. 1 représente la molécule et la Fig. 2 la structure vue selon [010]. Les numéros attribués aux atomes sont indiqués sur la Fig. 1.

**Littérature associée.** Longueurs des liaisons dans les composés organiques (Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor, 1987). Structure du

\* Les listes des facteurs de structure, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens, des distances C—H et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53797: 16 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.

Table 2. Longueurs ( $\text{\AA}$ ), angles des liaisons ( $^\circ$ ) et écarts-type

C(1)—C(2)	1,520 (5)	C(9)—C(10)	1,519 (8)
C(1)—O(6)	1,403 (6)	C(9)—C(11)	1,510 (7)
C(1)—O(7)	1,412 (4)	O(12)—C(14)	1,438 (6)
C(2)—C(3)	1,523 (6)	O(13)—C(14)	1,407 (5)
C(2)—O(8)	1,430 (5)	C(14)—C(15)	1,501 (8)
C(3)—C(4)	1,528 (7)	C(14)—C(16)	1,500 (7)
C(3)—O(12)	1,421 (5)	C(17)—S(18)	1,788 (5)
C(4)—C(5)	1,508 (5)	S(18)—C(19)	1,779 (3)
C(4)—O(13)	1,428 (5)	C(19)—S(20)	1,658 (5)
C(5)—O(6)	1,430 (6)	C(19)—N(21)	1,321 (6)
C(5)—C(17)	1,531 (7)	N(21)—C(22)	1,451 (7)
O(7)—C(9)	1,439 (7)	N(21)—C(23)	1,451 (6)
O(8)—C(9)	1,421 (5)		
C(2)—C(1)—O(6)	113,8 (3)	O(7)—C(9)—C(11)	109,7 (4)
C(2)—C(1)—O(7)	104,1 (3)	O(8)—C(9)—C(10)	111,2 (4)
O(6)—C(1)—O(7)	110,7 (4)	O(8)—C(9)—C(11)	108,3 (5)
C(1)—C(2)—C(3)	115,4 (4)	C(10)—C(9)—C(11)	113,6 (4)
C(1)—C(2)—O(8)	103,9 (3)	C(3)—O(12)—C(14)	106,4 (3)
C(3)—C(2)—O(8)	106,7 (4)	C(4)—O(13)—C(14)	109,8 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	114,3 (3)	O(12)—C(14)—O(13)	104,2 (3)
C(2)—C(3)—O(12)	107,5 (4)	O(12)—C(14)—C(15)	108,4 (5)
C(4)—C(3)—O(12)	104,7 (4)	O(12)—C(14)—C(16)	110,8 (4)
C(3)—C(4)—C(5)	112,9 (4)	O(13)—C(14)—C(15)	109,0 (4)
C(3)—C(4)—O(13)	103,8 (3)	O(13)—C(14)—C(16)	110,5 (4)
C(5)—C(4)—O(13)	109,5 (4)	C(15)—C(14)—C(16)	113,4 (3)
C(4)—C(5)—O(6)	110,0 (3)	C(5)—C(17)—S(18)	113,2 (3)
C(4)—C(5)—C(17)	113,3 (3)	C(17)—S(18)—C(19)	103,4 (2)
O(6)—C(5)—C(17)	104,4 (4)	S(18)—C(19)—S(20)	122,7 (3)
C(1)—O(6)—C(5)	114,7 (3)	S(18)—C(19)—N(21)	113,0 (3)
C(1)—O(7)—C(9)	110,0 (3)	S(20)—C(19)—N(21)	124,2 (3)
C(2)—O(8)—C(9)	106,2 (4)	C(19)—N(21)—C(22)	123,1 (3)
O(7)—C(9)—O(8)	104,8 (3)	C(19)—N(21)—C(23)	121,2 (4)
O(7)—C(9)—C(10)	108,9 (5)	C(22)—N(21)—C(23)	115,7 (5)

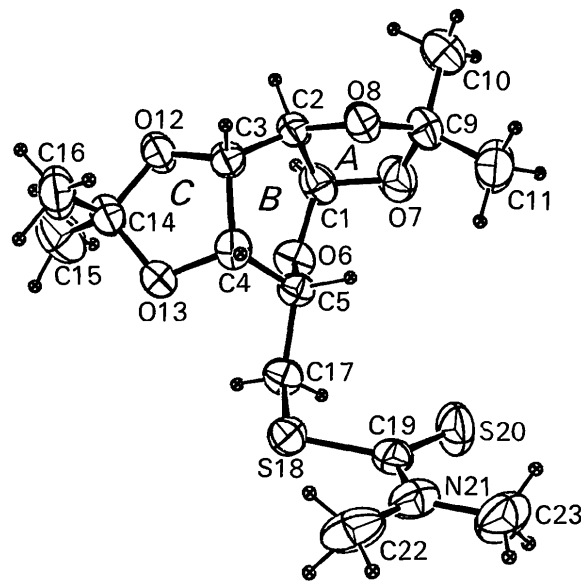


Fig. 1. Dessin de la molécule vue en perspective et numéros attribués à ses atomes.

dichloro-6,6 désoxy-6 di-*O*-isopropylidène-1,2:3,4-(*C*-5-*S*)-*C*-méthylène-5,6  $\alpha$ -D-galactopyranose (Aubry, Protas, Duchaussoy, Di Cesaree & Gross, 1981).

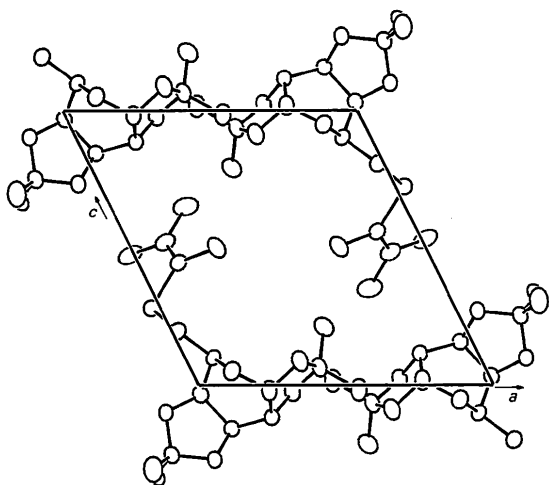


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [010].

### Références

- ALLEN, F. H., KENNARD, O., WATSON, D. G., BRAMMER, L., ORPEN, A. G. & TAYLOR, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II*, S1-S19.
- AUBRY, A., PROTAS, J., DUCHAUSSOY, P., DI CESAREE, P. & GROSS, B. (1981). *Acta Cryst. B37*, 1477-1480.
- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- JULIEN, R., RONCO, G., LEMAY, C., KHODADAD, P. & RODIER, N. (1991). *Acta Cryst. A* paraître.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. 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.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 1338-1340

## Structure of Benzyl 6-Methacryloylaminopenicillanate 1-Oxide

BY MITSURU TASHIRO\* AND YASUSHI SAOTOME†

*Yokohama Laboratory, MD Research Co. Ltd, 760 Moroooka, Kohoku, Yokohama 222, Japan*

(Received 6 September 1990; accepted 14 November 1990)

**Abstract.** C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S, *M<sub>r</sub>* = 390.5, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>, *a* = 10.392 (2), *b* = 18.373 (2), *c* = 10.622 (1) Å, β = 103.73 (1)°, *V* = 1970.2 (5) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.32 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Cu Kα) = 1.54178 Å, μ = 1.701 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 824, *T* = 296 K, *R* = 0.0411 for 2254 observed reflections. The asymmetric unit contains two crystallographically independent molecules. The structure is stabilized by an intramolecular hydrogen bond between the amide N—H and the sulfoxide S—O [H(44*A*)⋯O(8*A*) = 2.14, H(44*B*)⋯O(8*B*) = 2.19 Å]. The geometry of the two independent molecules is identical except for small differences of bond lengths and angles. The distances and angles of the penicillin rings agree well with those observed in other penicillin sulfoxide molecules.

**Experimental.** Transparent needle from toluene/hexane, m.p. 409 K, dimensions 0.13 × 0.16 × 0.25 mm, Rigaku AFC5R diffractometer, lattice parameters determined from 25 reflections (53.31 <

\* To whom correspondence should be addressed.

† Present address: Department of Biochemistry and Molecular Biophysics, Columbia University College of Physicians and Surgeons, New York, New York 10032, USA.

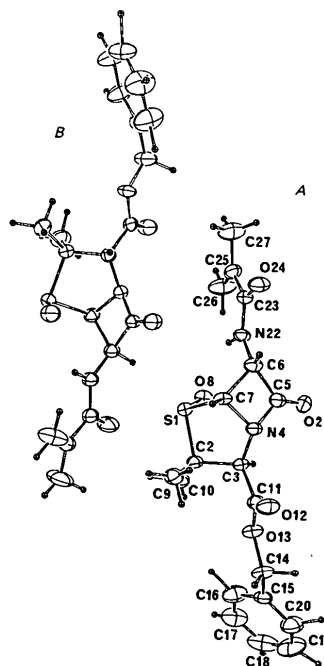


Fig. 1. A perspective view of the two molecules in the asymmetric unit.