

Acta Cryst. (1995). **C51**, 1595–1602

Une Serie de *N*-(2,3-Dihydroxybenzylidene)amines: Manifestation d'Equilibres Tautomères

FRÉDÉRIKA MANSILLA-KOBLAVI, JULES ABODOU
TENON, SIAKA TOURE ET N'DÉDÉ EBBY

*Département de Physique, Université Nationale de
Côte d'Ivoire, 22 BP 582, Abidjan 22, Côte d'Ivoire*

JACQUES LAPASSET

*Laboratoire de Minéralogie-Crystallographie, URA
CNRS 233, Université Montpellier II - Sciences et
Techniques du Languedoc, Case 026, 34060
Montpellier CEDEX, France*

MICHELINE CARLES

*Laboratoire de Physique des Interactions Ioniques et
Moléculaires, UR CNRS 773, Université de Provence,
Centre de Saint-Jérôme, Case 542, 13397 Marseille
CEDEX 20, France*

(Reçu le 15 avril 1994, accepté le 16 mars 1995)

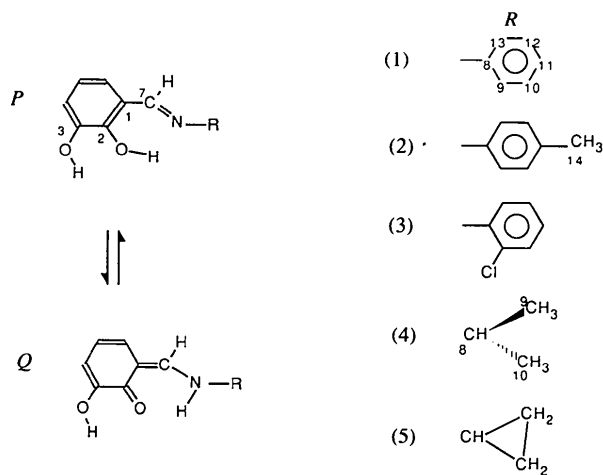
Abstract

The crystal structures of five *N*-(2,3-dihydroxybenzylidene)amine derivatives, $C_7H_6NO_2-R$ [R = phenyl (1), *p*-methylphenyl (2), *o*-chlorophenyl (3), isopropyl (4) and cyclopropyl (5)] are presented and discussed. [IUPAC names: 3-(phenyliminomethyl)- (1), 3-(4-tolyliminomethyl)- (2), 3-(2-chlorophenyliminomethyl)- (3) and 3-(cyclopropyliminomethyl)-1,2-benzenediol (5), and 2-hydroxy-5-(isopropylaminomethylene)-2,4-cyclohexadien-1-one (4).] All the molecules are characterized by the presence of a strong intramolecular hydrogen bond, $O-H \cdots N$, which determines the formation of a six-membered pseudocycle in the same plane as the phenolic moiety. When R is an aromatic ring, the molecules are either planar or make a dihedral angle which does not exceed 10° . Except for (2), all the molecules are associated as dimers with two intermolecular $O-H \cdots O$ hydrogen bonds involved in a ten-membered pseudocycle. In compound (5), an intermolecular hydrogen bond with a third molecule is also observed. In (2), the cohesion of the crystal is mainly secured by the intermolecular hydrogen bond between the hydroxyl group and the aromatic *p*-methylphenyl ring. Unlike the *N*-(2-hydroxybenzylidene)amines for which the phenolic tautomer largely prevails, in the present compounds the quinonic form is present in significant amounts and is even dominant for compound (4). Hence the presence of a second vicinal hydroxyl

group determines an important shift in the tautomeric equilibrium.

Comment

Les salicylidène amines sont des composés cristallisés servant de modèles pour l'étude du thermochromisme et du photochromisme (Cohen, Schmidt & Flavian, 1964; Cohen, Hirshberg & Schmidt, 1964; Hadjoudis, Vittorakis & Moustakali-Mavridis, 1987; Hadjoudis & Moustakali-Mavridis, 1990) en liaison avec les équilibres tautomères impliquant les formes phénoliques *P*, $C_6H_4(OH)_2-CH=N-R$, et quinoniques *Q*, $C_6H_4(O)_2=CH-NH-R$. Les données cristallographiques (Bregman, Leiserowitz & Schmidt, 1964; Bregman, Leiserowitz & Osaki, 1964; Destro, Gavezotti & Simonetta, 1978; Moustakali-Mavridis, Hadjoudis & Mavridis, 1978, 1980; Lindeman, Shklover, Struchkov, Kravcheny & Potapov, 1982*a,b*; Moustakali-Mavridis, Terzis & Hadjoudis, 1987; Hoshino, Inabe, Mitani & Maruyama, 1988; Mansilla-Koblavi, Toure, Lapasset, Carles & Bodot, 1989; Inabe, Hoshino, Mitani & Maruyama, 1989; Inabe, Gautier-Luneau, Hoshino, Okaniwa, Okamoto, Mitani, Nagashima & Maruyama, 1991; Inabe, 1991) et spectrométriques (Ledbetter, 1977; Carles, Eloy, Pujol & Bodot, 1987; Hoshino *et al.*, 1988; Inabe *et al.*, 1989; Turbeville & Dutta, 1990) montrent que les tautomères phénoliques sont largement prédominants dans les cristaux. La présence d'un second groupement hydroxyle en *ortho* du premier est susceptible de modifier l'équilibre tautomère; nous avons donc étudié une série de *N*-(2,3-dihydroxybenzylidène)amines.



Les composés sont synthétisés par chauffage au reflux pendant quelques minutes, dans une solution alcoolique (CH_3OH ou C_2H_5OH), d'un mélange équimolaire de 2,3-dihydroxybenzaldéhyde et de l'amine appropriée [aniline pour (1), *para*-toluidine pour (2), 2-chloroaniline pour (3), isopropylamine pour (4), cyclopropylamine pour (5)]. Des cristaux convenables pour une étude par

diffraction des rayons X sont obtenus à partir de solutions dans des mélanges d'hexane et de dichlorométhane; les points de fusion observés (non corrigés) sont (1) 402–403, (2) 414–415, (3) 397–398, (4) 393–394, (5) 341 K.

Parallèlement aux études cristallographiques faisant l'objet de présent article nous avons montré par spectroscopie infrarouge et UV visible (Koblavi, 1993; Carles, Koblavi, Tenon, N'Guessan & Bodot, 1992) que toutes les *N*-(2,3-dihydroxybenzylidène)amines citées [(1) à (5)] comportent, quel que soit l'état physique étudié (solution diluée apolaire ou état cristallisé), un équilibre tautomère entre les formes *P* et *Q*. Dans tous les cas, la forme *Q* est nettement augmentée lorsqu'on passe de la solution au cristal et ces résultats indiquent que le transfert de l'hydrogène H(2) lié à l'oxygène O(2) vers l'azote est favorisé par l'interaction intermoléculaire.

Nous discutons tout d'abord de la localisation de l'hydrogène H(2) dans les différentes molécules et des données structurales confirmant la présence des formes *P* et/ou *Q*. Ensuite l'analyse des données concernant l'empilement moléculaire nous permettra d'expliquer l'importance des liaisons hydrogènes impliquant H(3) pour l'observation de la tautomérie dans cette série de molécules.

La position de H(2) a été obtenue dans tous les composés (Fig. 1) par Fourier différence. Les résultats montrent que les composés (2), (3) et (5A) ont des distances O(2)—H(2) compatibles avec une localisation préférentielle de H(2) sur O(2), forme *P* [O(2)—H(2) = 0,923 (2), 0,911 (4) et 1,014 (3) Å]. Le composé (4) avec une distance N—H de 0,958 (2) Å

correspond sans ambiguïté à la forme *Q*. Les composés (1), (5B), (5C) avec des distances respectives de O(2)—H(2) égales à 1,248 (3), 1,112 (3) et 1,297 (3) Å indiquent plutôt un mélange de *P* et *Q* avec *P* majoritaire.

Les atomes liés [O(2)—C(2)—C(1)—C(7)—N] peuvent être considérés coplanaires puisque les angles dièdres [N—C(7)—C(1)—C(2), C(7)—C(1)—C(2)—O(2) et C(1)—C(2)—O(2)··N] sont proches de 0° (valeur maximale 4,4°). (Tableau 4). H(2) et H(N) appartiennent à ce plan puisque les angles dièdres [C(1)—C(2)—O(2)—H(2) ou C(1)—C(7)—N—H(N)] sont également faibles (valeur maximale 3°). Quel que soit le composé, H(2) ou H(N) fait partie intégrante d'un cycle plan à six chaînons facilitant son déplacement entre O(2) et N. La distance entre ces deux atomes non liés varie peu [2,528 (5) < *d* < 2,621 (5) Å], elle est inférieure aux rayons de van der Waals et résulte de la liaison hydrogène intramoléculaire forte H(2)··N ou H(N)··O(2).

En ce qui concerne la nature de *R*, il y a lieu de distinguer trois cas. Lorsque *R* est un noyau aromatique substitué ou non, les molécules (1), (2), (3), peuvent être considérées comme planes. La déviation maximale de -10° déterminée pour la molécule (3) est la plus importante et est imposée par la taille de l'atome de chlore situé à proximité de H(2). Lorsque *R* est isopropyl, composé (4), le problème de la planéité ne se pose pas. Lorsque *R* est le cyclopropyl, composé (5), le plan C(7)—N—C(8) est à peu près bissecteur du groupement cyclopropyl (Tableau 4). Cette conformation est stabilisée par la conjugaison entre la double liaison C=N et le

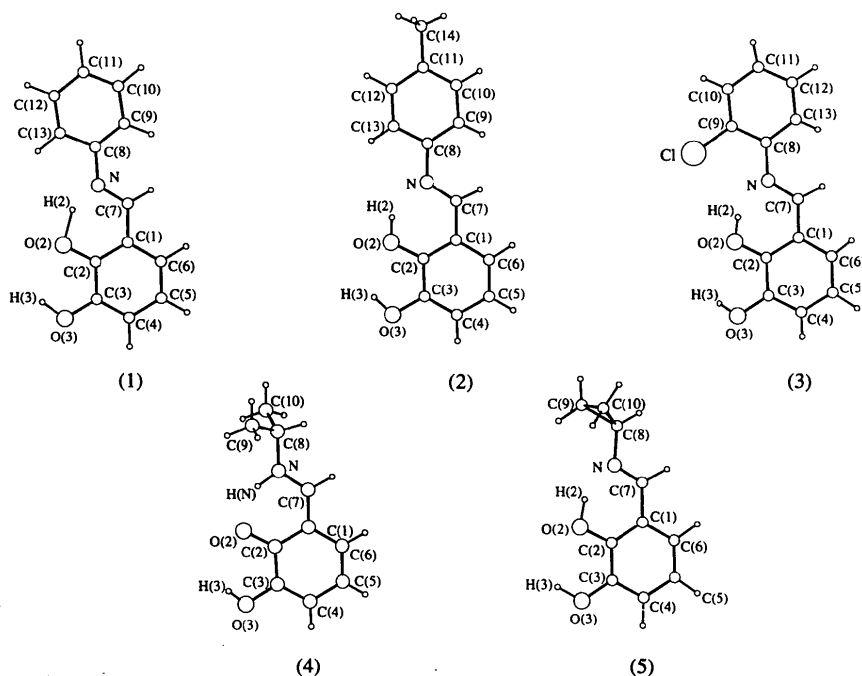


Fig. 1. Représentation des molécules avec la numérotation.

groupement cyclopropyl. Dans tous les cas, la géométrie observée correspond toujours à une délocalisation maximale du système π sur l'ensemble des atomes de carbone et d'azote de la molécule assurant ainsi une

disponibilité maximale du doublet libre de l'azote concerné par l'interaction avec H(2).

Les formes *P* et *Q* doivent pouvoir être distinguées par la distance C(2)—O(2) qui met en cause l'oxygène

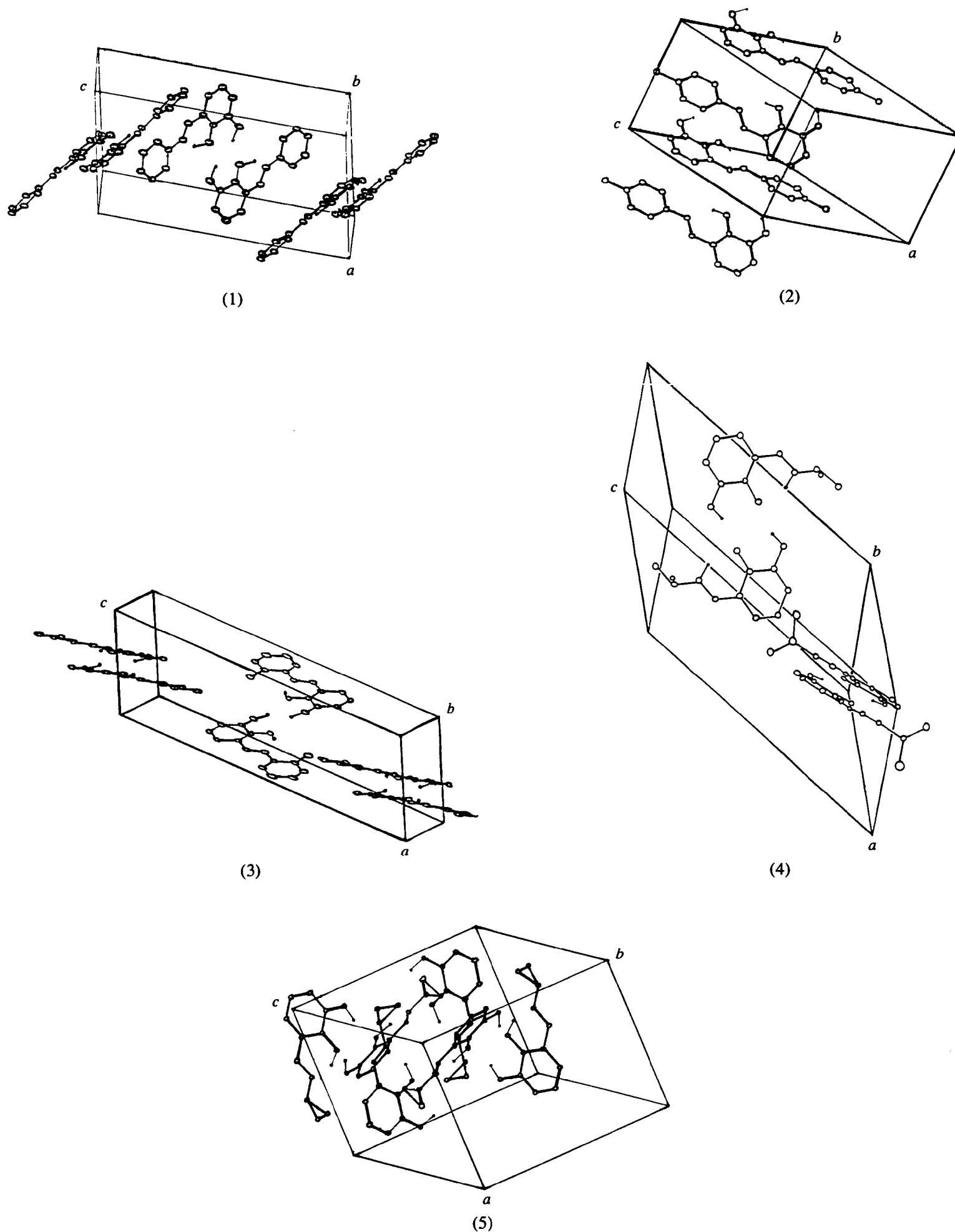


Fig. 2. Vues perspectives des molécules dans leur maille.

hybridé sp^3 ou sp^2 . Nous disposons pour P d'une valeur de référence ($d = 1,369 \text{ \AA}$) obtenue lors de la résolution de la structure du composé monohydroxylé P C₆H₄-(OH-2)-CH=N-R ($R = 2,4,6$ -triméthylphényl) (Mansilla-Koblavi *et al.*, 1989). La distance C=O pour ce type particulier de carbonyl caractérisant la forme Q peut être raisonnablement postulée voisine de $1,24 \text{ \AA}$. La comparaison entre nos valeurs expérimentales et les deux distances de référence nous permettent d'affirmer que les formes P et Q sont présentes dans le cristal pour tous les composés dans des proportions variables, avec pour (4) une prédominance du tautomère Q [C(2)-O(2) = $1,294(2) \text{ \AA}$].

Bien que le composé (4), soit majoritairement présent sous forme Q , aucune distance C-C ne permet de différencier de cycle quinonique d'un cycle aromatique. Les valeurs trouvées s'écartent peu de la valeur $1,39 \text{ \AA}$ des dérivés benzéniques. Les faibles variations des liaisons C(7)-N ($\pm 0,015 \text{ \AA}$) ne peuvent constituer une 'sonde tautomérique'. Il en est de même des angles de valence voisins de 120° . Les distances C(3)-O(3) et O(3)-H(3) sont caractéristiques d'un groupement hydroxylique phénolique pour tous les composés (Tableau 2).

Les différents composés se distinguent par la position de l'hydrogène H(3). Il est situé hors du cycle salicylique et la déviation atteint une valeur élevée pour le composé (3) [angle dièdre C(2)-C(3)-O(3)-H(3) = $27(1)^\circ$]. Ainsi, à l'interaction intramoléculaire O(2)··H(3) s'ajoute une interaction intermoléculaire assurée par H(3) et qui donne lieu à trois types d'empilement moléculaire (Fig. 2).

Les composés (1), (3) et (4) sont associés en dimers par un centre de symétrie (Tableau 5) avec des distances courtes O(2)^I··O(2)^{II}. Le compromis entre liaisons hydrogène intramoléculaire et liaison hydrogène intermoléculaire varie selon la nature de R et impose une distance variable entre les plans parallèles concernés I et II.

Pour le composé (2), l'oxygène O(3) ($-x, -\frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$) est situé quasiment sur l'axe C₆ du noyau p -méthylphényl de la molécule (x, y, z) à une distance $d = 3,11(1) \text{ \AA}$. L'hydrogène H(3) lié à O(3) est à une distance faible de ce plan [$2,43(1) \text{ \AA}$]; ce qui implique une interaction de cet hydrogène avec le système π du noyau aromatique concerné.

Le composé (5), avec trois molécules indépendantes A, B, C dans l'unité asymétrique présente un autre mode d'association. Les molécules B et C associées en dimers sont en très forte interaction comme dans le premier cas: O(2B)··O(3C) = $2,759(7)$, O(3B)··O(2C) = $2,707(8) \text{ \AA}$. Les deux interactions sont comparables, mais les molécules ne sont plus situées dans des plans parallèles (Fig. 2). Cette organisation permet à une troisième molécule A' ($1-x, 1-y, 1-z$) générée à partir de A , de se lier à la molécule B par l'intermédiaire de H(3); O(2A')··O(3B) = $3,141(6)$, H(3A')··O(3B) = $1,839(7) \text{ \AA}$.

En conclusion, les données cristallographiques de ces cinq composés indiquent une similitude de structure pour le motif commun à toutes les molécules. Seuls les empilements moléculaires sont différents. L'atome H(3) assure toujours l'interaction intermoléculaire stabilisante par liaison hydrogène et facilite le déplacement de H(2) entre O(2) et N. La position en 3 du groupement hydroxylique permet de distinguer cette série de salicylidèneamines des homologues monohydroxylés en position 2 pour lesquelles aucune forme prédominante Q n'ait jamais été observée dans le cristal.

Partie expérimentale

Composé (1)

Données cristallines

C₁₃H₁₁NO₂
 $M_r = 213,3$
 Monoclinique
 $P2_1/c$
 $a = 10,021(3) \text{ \AA}$
 $b = 5,991(2) \text{ \AA}$
 $c = 18,094(6) \text{ \AA}$
 $\beta = 101,10(3)^\circ$
 $V = 1066(1) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 1,33 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo K α radiation
 $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 8,2-15,2^\circ$
 $\mu = 0,084 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 298 \text{ K}$
 Prisme
 $0,4 \times 0,3 \times 0,2 \text{ mm}$
 Rouge

Collection des données

Diffractionmètre CAD-4
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction d'absorption
 1053 réflexions mesurées
 834 réflexions indépendantes
 613 réflexions observées
 $|I| > 1,5\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0,028$
 $\theta_{\text{max}} = 16^\circ$

$h = 0 \rightarrow 9$
 $k = 0 \rightarrow 5$
 $l = -14 \rightarrow 14$
 3 ($\bar{6}10, 404, 0\bar{3}7$) réflexions de référence mesurées toutes les 200 réflexions observées
 variation d'intensité: aucune

Affinement

Affinement à partir des F
 $R = 0,037$
 $wR = 0,037$
 $S = 0,83$
 613 réflexions
 146 paramètres
 Les paramètres des atomes d'hydrogène en position théorique

$w = 1/[\sigma^2(F) + 0,0027F^2]$
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,003$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,131 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,165 \text{ e \AA}^{-3}$
 Correction d'extinction: non appliquée
 Facteurs de diffusion de SHELXS86 (Sheldrick, 1985)

Composé (2)

Données cristallines

C₁₄H₁₃NO₂
 $M_r = 227,3$

Mo K α radiation
 $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$

Monoclinique
 $P2_1/c$
 $a = 11,28$ (5) Å
 $b = 7,92$ (3) Å
 $c = 13,45$ (5) Å
 $\beta = 105,16$ (8)°
 $V = 1158$ (2) Å³
 $Z = 4$
 $D_x = 1,30$ Mg m⁻³

Collection des données

Diffractomètre CAD-3
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction
 d'absorption
 2663 réflexions mesurées
 2227 réflexions
 indépendantes
 1570 réflexions observées
 $[I > 2,5\sigma(I)]$
 $R_{\text{int}} = 0,031$

Affinement

Affinement à partir des F
 $R = 0,072$
 $wR = 0,072$
 $S = 0,98$
 1570 réflexions
 154 paramètres
 Les paramètres des atomes
 d'hydrogène en position
 théorique

Composé (3)

Données cristallines

$C_{13}H_{10}ClNO_2$
 $M_r = 247,5$
 Monoclinique
 $P2_1/c$
 $a = 7,236$ (7) Å
 $b = 7,714$ (3) Å
 $c = 21,663$ (7) Å
 $\beta = 112,34$ (6)°
 $V = 1118$ (1) Å³
 $Z = 4$
 $D_x = 1,47$ Mg m⁻³

Collection des données

Diffractomètre CAD-4
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction
 d'absorption
 2625 réflexions mesurées
 2434 réflexions
 indépendantes
 809 réflexions observées
 $[I > 2,5\sigma(I)]$
 $R_{\text{int}} = 0,026$

Affinement

Affinement à partir des F
 $R = 0,046$

Paramètres de la maille à
 l'aide de 20 réflexions
 $\theta = 7,2$ – $14,3$ °
 $\mu = 0,082$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
 Prisme
 $0,5 \times 0,3 \times 0,3$ mm
 Orange-rouge

$wR = 0,046$
 $S = 1,34$
 809 réflexions
 154 paramètres
 Les paramètres des atomes
 d'hydrogène en position
 théorique

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,207$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,269$ e Å⁻³
 Correction d'extinction:
 non appliquée
 Facteurs de diffusion de
 SHELX76 (Sheldrick,
 1976)

Composé (4)

Données cristallines

$C_{10}H_{13}NO_2$
 $M_r = 179,3$
 Monoclinique
 $P2_1/c$
 $a = 10,749$ (9) Å
 $b = 9,509$ (3) Å
 $c = 17,977$ (5) Å
 $\beta = 146,08$ (7)°
 $V = 1025$ (1) Å³
 $Z = 4$
 $D_x = 1,16$ Mg m⁻³

Collection des données

Diffractomètre CAD-4
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction
 d'absorption
 1884 réflexions mesurées
 1804 réflexions
 indépendantes
 1067 réflexions observées
 $[I > 2,5\sigma(I)]$
 $R_{\text{int}} = 0,035$

Affinement

Affinement à partir des F
 $R = 0,034$
 $wR = 0,034$
 $S = 0,046$
 1067 réflexions
 118 paramètres
 Les paramètres des atomes
 d'hydrogène en position
 théorique

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0,71069$ Å
 Paramètres de la maille à
 l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 8,56$ – $16,35$ °
 $\mu = 0,076$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
 Prisme
 $0,4 \times 0,2 \times 0,2$ mm
 Jaune

$\theta_{\text{max}} = 16$ °
 $h = 0 \rightarrow 12$
 $k = 0 \rightarrow 11$
 $l = -18 \rightarrow 20$
 3 (16 $\bar{1}$, 21 $\bar{4}$, 501) réflexions
 de référence
 mesurées toutes les 300
 réflexions
 variation d'intensité:
 aucune

Poids unitaire
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,005$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,104$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,158$ e Å⁻³
 Correction d'extinction:
 non appliquée
 Facteurs de diffusion de
 SHELX76 (Sheldrick,
 1976)

Composé (5)

Données cristallines

$C_{10}H_{11}NO_2$
 $M_r = 177,3$
 Triclinique
 $P\bar{1}$
 $a = 9,80$ (2) Å
 $b = 15,88$ (5) Å
 $c = 9,38$ (2) Å
 $\alpha = 96,08$ (8)°
 $\beta = 105,80$ (8)°
 $\gamma = 77,30$ (10)°
 $V = 1368$ (2) Å³
 $Z = 6$
 $D_x = 1,29$ Mg m⁻³

Cu $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 1,5418$ Å
 Paramètres de la maille à
 l'aide de 20 réflexions
 $\theta = 23,2$ – $50,35$ °
 $\mu = 0,234$ mm⁻¹
 $T = 100$ K
 Prisme
 $0,4 \times 0,2 \times 0,2$ mm
 Jaune

$\theta_{\text{max}} = 21$ °
 $h = 0 \rightarrow 15$
 $k = 0 \rightarrow 17$
 $l = -18 \rightarrow 18$
 1 (1 $\bar{0}$, 2, 7) réflexions de
 référence
 mesurées toutes les 60
 réflexions
 variation d'intensité:
 aucune

Poids unitaire
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,025$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,265$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,259$ e Å⁻³
 Correction d'extinction:
 non appliquée
 Facteurs de diffusion de
 SHELX76 (Sheldrick,
 1976)

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0,71069$ Å
 Paramètres de la maille à
 l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 6,64$ – $16,87$ °
 $\mu = 0,325$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
 Prisme
 $0,5 \times 0,4 \times 0,2$ mm
 Rouge

$\theta_{\text{max}} = 17$ °
 $h = 0 \rightarrow 9$
 $k = 0 \rightarrow 9$
 $l = -27 \rightarrow 25$
 3 (1 $\bar{3}$ 5, 12 $\bar{4}$, 01 $\bar{6}$) réflexions
 de référence
 mesurées toutes les 200
 réflexions
 variation d'intensité:
 aucune

Poids unitaire
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,043$

Collection des données

Diffractomètre CAD-3
Balayage $\theta/2\theta$
Pas de correction
d'absorption
3565 réflexions mesurées
3565 réflexions
indépendantes
2932 réflexions observées
[$I > 2,5\sigma(I)$]
 $\theta_{\max} = 56^\circ$

$h = -10 \rightarrow 16$
 $k = -17 \rightarrow 16$
 $l = 0 \rightarrow 10$
1 ($\bar{3}, \bar{1}, 7$) réflexions de
référence
mesurées toutes les 60
réflexions
variation d'intensité:
aucune

Composé (3)

C(1)	0,7793 (10)	0,0995 (7)	0,5956 (3)	2,2 (6)
C(2)	0,7147 (10)	0,2703 (8)	0,5727 (3)	2,5 (6)
C(3)	0,7228 (10)	0,3977 (8)	0,6213 (3)	2,8 (6)
C(4)	0,7890 (10)	0,3525 (9)	0,6877 (3)	3,0 (6)
C(5)	0,8481 (10)	0,1845 (8)	0,7096 (3)	3,0 (6)
C(6)	0,8434 (10)	0,0592 (9)	0,6647 (3)	3,1 (7)
C(7)	0,7834 (11)	-0,0323 (8)	0,5500 (3)	2,7 (7)
C(8)	0,7410 (10)	-0,1265 (9)	0,4394 (3)	2,5 (6)
C(9)	0,6992 (11)	-0,0741 (8)	0,3727 (3)	3,1 (7)
C(10)	0,6861 (11)	-0,1907 (10)	0,3239 (4)	3,8 (8)
C(11)	0,7370 (12)	-0,3618 (11)	0,3412 (4)	4,4 (8)
C(12)	0,7928 (12)	-0,4166 (9)	0,4066 (4)	4,3 (9)
C(13)	0,7922 (11)	-0,3006 (9)	0,4547 (4)	3,5 (8)
N	0,7365 (9)	-0,0017 (7)	0,4866 (3)	2,6 (5)
O(2)	0,6480 (7)	0,3141 (5)	0,5089 (2)	3,4 (4)
O(3)	0,6696 (8)	0,5664 (6)	0,6018 (2)	3,8 (5)
Cl	0,6297 (4)	0,1419 (2)	0,3513 (1)	1,9 (2)

Affinement

Affinement à partir des F
 $R = 0,066$
 $wR = 0,066$
 $S = 1,22$
2932 réflexions
352 paramètres
Les paramètres des atomes
d'hydrogène en position
théorique

Poids unitaire
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,398$
 $\Delta\rho_{\max} = 0,579 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0,166 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
Correction d'extinction:
non appliquée
Facteurs de diffusion de
SHELX76 (Sheldrick,
1976)

Composé (4)

C(1)	0,2423 (4)	0,3208 (2)	0,0278 (2)	4,0 (5)
C(2)	0,1071 (4)	0,2029 (2)	-0,0185 (2)	3,7 (4)
C(3)	-0,0140 (4)	0,1351 (2)	-0,1369 (2)	3,9 (5)
C(4)	-0,0063 (4)	0,1839 (3)	-0,2048 (2)	4,7 (5)
C(5)	0,1254 (5)	0,3013 (3)	-0,1584 (3)	5,2 (6)
C(6)	0,2483 (4)	0,3670 (3)	-0,0446 (3)	5,1 (6)
C(7)	0,3743 (4)	0,3876 (2)	0,1479 (3)	4,5 (5)
C(8)	0,5150 (4)	0,4184 (3)	0,3453 (3)	4,9 (5)
C(9)	0,6311 (5)	0,3061 (4)	0,4468 (3)	7,3 (6)
C(10)	0,3707 (5)	0,5122 (3)	0,3218 (3)	7,5 (8)
N	0,3775 (3)	0,3516 (2)	0,2193 (2)	4,4 (4)
O(2)	0,0938 (3)	0,1570 (2)	0,0425 (2)	4,5 (3)
O(3)	-0,1386 (3)	0,0185 (2)	-0,1818 (2)	4,8 (3)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å^2)

$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$				
	x	y	z	B_{eq}
Composé (1)				
C(1)	0,6006 (3)	-0,0402 (6)	0,4091 (2)	3,2 (3)
C(2)	0,5992 (3)	0,1542 (6)	0,4516 (2)	3,2 (2)
C(3)	0,7044 (4)	0,1885 (6)	0,5143 (2)	3,7 (4)
C(4)	0,8112 (3)	0,0405 (7)	0,5320 (2)	4,1 (4)
C(5)	0,8132 (4)	-0,1523 (7)	0,4879 (2)	4,5 (4)
C(6)	0,7094 (4)	-0,1945 (6)	0,4276 (2)	3,9 (3)
C(7)	0,4922 (4)	-0,0887 (6)	0,3469 (2)	3,4 (2)
C(8)	0,2799 (3)	0,0179 (6)	0,2667 (2)	3,2 (3)
C(9)	0,2636 (3)	-0,1663 (6)	0,2189 (2)	4,0 (4)
C(10)	0,1482 (4)	-0,1845 (6)	0,1622 (2)	4,3 (4)
C(11)	0,0491 (3)	-0,0188 (8)	0,1538 (2)	4,3 (4)
C(12)	0,0644 (3)	0,1641 (7)	0,2019 (2)	4,5 (4)
C(13)	0,1799 (4)	0,1825 (6)	0,2580 (2)	3,8 (3)
N	0,3937 (3)	0,0533 (5)	0,3261 (2)	3,5 (3)
O(2)	0,5004 (2)	0,3081 (4)	0,4350 (1)	4,2 (2)
O(3)	0,7015 (2)	0,3733 (4)	0,5590 (1)	4,9 (3)
Composé (2)				
C(1)	0,2122 (3)	0,2577 (5)	0,3460 (3)	3,2 (3)
C(2)	0,1989 (3)	0,3674 (5)	0,2610 (3)	2,9 (2)
C(3)	0,2948 (4)	0,3724 (5)	0,2104 (3)	3,3 (3)
C(4)	0,3981 (4)	0,2734 (6)	0,2438 (3)	3,8 (3)
C(5)	0,4110 (4)	0,1657 (6)	0,3279 (3)	4,0 (3)
C(6)	0,3193 (4)	0,1572 (4)	0,3790 (3)	3,8 (3)
C(7)	0,1168 (4)	0,2497 (5)	0,4001 (3)	3,2 (3)
C(8)	-0,0745 (3)	0,3323 (5)	0,4281 (3)	2,9 (2)
C(9)	-0,0599 (4)	0,2513 (6)	0,5221 (3)	3,6 (3)
C(10)	-0,1571 (4)	0,2502 (6)	0,5693 (3)	3,5 (3)
C(11)	-0,2679 (4)	0,3304 (5)	0,5250 (3)	3,3 (3)
C(12)	-0,2816 (4)	0,4122 (6)	0,4314 (3)	3,7 (3)
C(13)	-0,1862 (4)	0,4142 (6)	0,3831 (3)	3,7 (3)
C(14)	-0,3715 (4)	0,3267 (6)	0,5789 (3)	4,2 (3)
N	0,0181 (3)	0,3399 (4)	0,3732 (2)	2,9 (2)
O(2)	0,1027 (2)	0,4701 (4)	0,2261 (2)	3,7 (2)
O(3)	0,2830 (3)	0,4792 (4)	0,1274 (2)	4,8 (3)
Composé (5)				
C(1A)	0,6180 (4)	0,1992 (3)	0,9042 (4)	2,5 (4)
C(2A)	0,6404 (4)	0,1920 (3)	0,7610 (4)	1,9 (3)
C(3A)	0,7774 (4)	0,1557 (3)	0,7393 (4)	2,0 (3)
C(4A)	0,8890 (4)	0,1248 (3)	0,8585 (5)	3,0 (4)
C(5A)	0,8681 (5)	0,1321 (4)	1,0012 (5)	4,6 (5)
C(6A)	0,7344 (5)	0,1696 (4)	1,0238 (5)	3,9 (6)
C(7A)	0,4760 (4)	0,2392 (3)	0,9295 (4)	2,6 (4)
C(8A)	0,2313 (4)	0,3014 (3)	0,8587 (5)	3,0 (4)
C(9A)	0,1194 (5)	0,3588 (3)	0,7481 (5)	3,4 (4)
C(10A)	0,0979 (4)	0,2697 (3)	0,7634 (5)	3,1 (4)
N(A)	0,3661 (3)	0,2639 (2)	0,8222 (4)	2,7 (3)
O(2A)	0,5314 (3)	0,2189 (2)	0,6395 (3)	2,8 (3)
O(3A)	0,8017 (3)	0,1485 (2)	0,6008 (3)	2,3 (3)
C(1B)	0,4548 (5)	0,5014 (3)	0,6697 (5)	2,7 (4)
C(2B)	0,4610 (5)	0,5900 (3)	0,6897 (4)	2,5 (4)
C(3B)	0,3497 (4)	0,6490 (3)	0,5983 (4)	2,1 (3)
C(4B)	0,2372 (5)	0,6203 (3)	0,4952 (4)	2,5 (4)
C(5B)	0,2309 (5)	0,5324 (3)	0,4758 (5)	2,9 (4)
C(6B)	0,3402 (5)	0,4734 (3)	0,5623 (5)	2,9 (4)
C(7B)	0,5666 (6)	0,4394 (3)	0,7626 (5)	3,4 (4)
C(8B)	0,7756 (7)	0,4016 (4)	0,9580 (6)	5,2 (5)
C(9B)	0,9061 (9)	0,4204 (5)	1,0289 (8)	7,9 (8)
C(10B)	0,8114 (7)	0,4208 (5)	1,1204	7,8 (7)
N(B)	0,6693 (5)	0,4644 (3)	0,8668 (4)	3,7 (4)
O(2B)	0,5677 (3)	0,6202 (2)	0,7901 (3)	2,9 (2)
O(3B)	0,3524 (3)	0,7360 (2)	0,6179 (3)	2,3 (2)
C(1C)	0,7039 (4)	0,9038 (3)	0,6739 (4)	2,4 (4)
C(2C)	0,6934 (4)	0,8212 (3)	0,7080 (4)	2,6 (4)
C(3C)	0,8026 (5)	0,7496 (3)	0,6889 (4)	2,9 (4)
C(4C)	0,9191 (5)	0,7611 (3)	0,6418 (5)	3,0 (4)
C(5C)	0,9311 (5)	0,8435 (3)	0,6111 (5)	3,1 (4)
C(6C)	0,8248 (5)	0,9146 (3)	0,6265 (4)	2,8 (4)
C(7C)	0,5896 (4)	0,9774 (3)	0,6861 (4)	2,5 (3)
C(8C)	0,3657 (4)	1,0410 (3)	0,7449 (5)	2,6 (3)
C(9C)	0,2183 (4)	1,0185 (3)	0,7273 (5)	3,1 (4)
C(10C)	0,3037 (5)	1,0460 (3)	0,8791 (5)	3,3 (4)
N(C)	0,4813 (3)	0,9687 (2)	0,7342 (4)	2,4 (3)
O(2C)	0,5828 (3)	0,8084 (2)	0,7561 (3)	1,8 (2)
O(3C)	0,7936 (3)	0,6684 (2)	0,7180 (3)	3,5 (3)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) dans les motifs communs aux différentes molécules

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5A)	(5B)	(5C)
C(1)—C(2)	1,397 (4)	1,412 (5)	1,423 (8)	1,433 (3)	1,408 (5)	1,411 (6)	1,414 (6)
C(2)—C(3)	1,407 (5)	1,421 (5)	1,425 (8)	1,430 (3)	1,400 (5)	1,419 (6)	1,413 (6)
C(3)—C(4)	1,379 (5)	1,378 (6)	1,376 (9)	1,370 (3)	1,379 (6)	1,380 (6)	1,384 (6)
C(4)—C(5)	1,405 (5)	1,393 (6)	1,391 (9)	1,409 (3)	1,398 (6)	1,401 (6)	1,405 (7)
C(5)—C(6)	1,379 (5)	1,385 (5)	1,363 (9)	1,355 (3)	1,378 (6)	1,388 (6)	1,383 (6)
C(6)—C(1)	1,419 (5)	1,417 (6)	1,423 (9)	1,425 (3)	1,400 (6)	1,406 (7)	1,423 (6)
C(1)—C(7)	1,436 (5)	1,450 (5)	1,426 (9)	1,412 (3)	1,470 (6)	1,454 (6)	1,449 (6)
C(7)—N	1,302 (4)	1,292 (5)	1,303 (8)	1,301 (3)	1,279 (5)	1,297 (7)	1,299 (5)
N—C(8)	1,424 (4)	1,430 (4)	1,415 (7)	1,470 (3)	1,440 (5)	1,432 (6)	1,441 (5)
C(8)—C(9)	1,392 (4)	1,388 (5)	1,418 (9)	1,500 (4)	1,500 (6)	1,353 (10)	1,525 (6)
C(8)—C(10)	—	—	—	1,515 (4)	1,523 (6)	1,481 (8)	1,528 (6)
C(9)—C(10)	1,394 (5)	1,403 (5)	1,364 (11)	—	1,503 (7)	1,425 (9)	1,516 (6)
C(10)—C(11)	1,392 (5)	1,390 (5)	1,384 (10)	—	—	—	—
C(11)—C(12)	1,389 (9)	1,388 (6)	1,385 (11)	—	—	—	—
C(12)—C(13)	1,390 (5)	1,394 (5)	1,375 (12)	—	—	—	—
C(13)—C(8)	1,393 (4)	1,406 (5)	1,399 (9)	—	—	—	—
C(11)—C(14)	—	1,527 (5)	—	—	—	—	—
C(9)—Cl	—	—	1,751 (6)	—	—	—	—
C(2)—O(2)	1,344 (4)	1,338 (4)	1,323 (7)	1,294 (2)	1,365 (4)	1,342 (5)	1,343 (5)
C(3)—O(3)	1,374 (4)	1,378 (5)	1,378 (7)	1,372 (2)	1,372 (2)	1,379 (5)	1,371 (6)
O(2)—H(2)	1,248 (3)	0,923 (2)	0,911 (4)	—	1,014 (3)	1,112 (3)	1,035 (4)
O(3)—H(3)	1,068 (2)	1,046 (3)	1,025 (4)	0,843 (2)	0,967 (3)	1,023 (3)	1,014 (3)
O(2)···H(3)	2,274 (3)	2,252 (3)	2,398 (4)	2,313 (3)	2,403 (5)	2,289 (6)	2,363 (6)
N···O(2)	2,558 (4)	2,621 (5)	2,610 (6)	2,596 (3)	2,611 (5)	2,556 (7)	2,528 (5)
N—H(N)	—	—	—	0,958 (2)	—	—	—
N···H(2)	1,326 (3)	1,859 (5)	1,810 (6)	—	1,717 (6)	1,555 (7)	1,590 (6)

Tableau 3. Angles de valence (°) dans les différentes molécules

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5A)	(5B)	(5C)
C(6)—C(1)—C(2)	120,1 (3)	120,3 (3)	120,1 (6)	120,2 (2)	119,0 (4)	120,1 (4)	120,4 (4)
C(7)—C(1)—C(2)	120,9 (3)	119,8 (4)	120,6 (6)	119,2 (2)	120,9 (4)	119,5 (5)	119,5 (4)
C(7)—C(1)—C(6)	119,0 (4)	120,1 (4)	119,3 (6)	120,5 (2)	120,1 (4)	120,4 (4)	120,1 (4)
C(3)—C(2)—C(1)	118,7 (3)	118,2 (4)	117,7 (6)	116,6 (2)	120,2 (3)	118,2 (4)	118,6 (4)
O(2)—C(2)—C(1)	122,2 (3)	124,2 (3)	122,8 (6)	123,0 (2)	122,1 (3)	122,7 (4)	122,3 (4)
O(2)—C(2)—C(3)	119,0 (3)	117,6 (4)	119,5 (6)	120,4 (2)	117,7 (3)	119,0 (4)	119,1 (4)
C(4)—C(3)—C(2)	121,3 (4)	120,8 (4)	119,8 (6)	121,4 (2)	119,4 (3)	120,5 (4)	120,2 (5)
O(3)—C(3)—C(2)	119,7 (3)	118,7 (4)	119,7 (6)	118,6 (2)	121,1 (3)	119,1 (4)	119,9 (4)
O(3)—C(3)—C(4)	119,0 (3)	120,5 (3)	120,4 (6)	120,1 (2)	119,4 (3)	120,4 (4)	119,9 (4)
C(5)—C(4)—C(3)	119,5 (4)	120,8 (4)	122,2 (6)	121,0 (2)	120,7 (4)	121,2 (4)	121,1 (4)
C(6)—C(5)—C(4)	120,6 (3)	120,0 (4)	119,7 (6)	120,0 (2)	120,0 (4)	118,9 (4)	120,0 (4)
C(5)—C(6)—C(1)	119,7 (4)	120,2 (4)	120,4 (6)	120,7 (2)	120,5 (4)	120,9 (4)	119,5 (4)
N—C(7)—C(1)	120,7 (3)	122,2 (4)	122,3 (6)	124,1 (2)	121,6 (4)	121,2 (5)	120,5 (4)
C(8)—N—C(7)	124,9 (3)	121,6 (4)	124,8 (5)	125,2 (2)	117,1 (4)	119,5 (5)	121,2 (4)
C(9)—C(8)—N	124,6 (3)	124,2 (3)	119,2 (5)	109,0 (2)	117,2 (4)	119,4 (6)	115,6 (4)
C(9)—C(8)—C(13)	119,7 (3)	119,0 (3)	116,7 (5)	—	—	—	—
C(9)—C(8)—C(10)	—	—	—	112,5 (2)	59,6 (3)	60,2 (5)	59,6 (3)
C(10)—C(8)—N	—	—	—	109,7 (2)	116,3 (4)	117,5 (4)	116,5 (4)
C(13)—C(8)—N	115,7 (3)	116,8 (3)	124,0 (6)	—	—	—	—
C(8)—C(9)—C(10)	120,0 (3)	119,6 (4)	121,8 (6)	—	60,9 (3)	64,4 (6)	60,3 (3)
C(8)—C(9)—Cl	—	—	118,0 (2)	—	—	—	—
C(10)—C(9)—Cl	—	—	119,6 (2)	—	—	—	—
C(8)—C(10)—C(9)	—	—	—	—	59,5 (3)	55,5 (4)	60,1 (3)
C(9)—C(10)—C(11)	119,9 (4)	121,6 (4)	119,2 (7)	—	—	—	—
C(10)—C(11)—C(12)	120,2 (3)	118,4 (3)	120,8 (7)	—	—	—	—
C(10)—C(11)—C(14)	—	120,1 (4)	—	—	—	—	—
C(12)—C(11)—C(14)	—	121,5 (4)	—	—	—	—	—
C(11)—C(12)—C(13)	120,8 (4)	119,6 (7)	119,8 (3)	—	—	—	—

Tableau 4. Angles dièdres (°) dans les motifs susceptibles de rotation interne

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5A)	(5B)	(5C)
C(1)—C(2)—O(2)—H(2)	2 (1)	-3 (1)	1 (1)	—	-1,6 (7)	-2,7 (7)	-1 (1)
C(2)—C(3)—O(3)—H(3)	-6 (1)	25 (1)	27 (1)	-9 (1)	—	—	—
C(1)—C(7)—N—C(8)	-178 (1)	-179 (1)	179 (1)	180 (1)	179 (1)	179 (1)	-179 (1)
C(1)—C(7)—N—H(N)	—	—	—	-1 (1)	—	—	—
C(7)—N—C(8)—C(9)	-5 (1)	11 (1)	-176 (1)	-132 (1)	158 (1)	157 (1)	151 (1)
C(7)—N—C(8)—C(10)	—	—	—	105 (1)	-134 (1)	-132 (1)	-142 (1)
C(7)—N—C(8)—C(13)	176 (1)	-170 (1)	2 (1)	—	—	—	—
N—C(7)—C(1)—C(2)	4 (1)	0 (1)	3 (1)	-2 (1)	4,4 (8)	2,3 (8)	3 (1)
C(7)—C(1)—C(2)—O(2)	-3 (1)	1 (1)	3 (1)	2,5 (6)	-2,2 (7)	1 (1)	-2 (1)
C(1)—C(2)—O(2)—N	0 (1)	-1 (1)	-4 (1)	-1,4 (3)	0,2 (5)	-2 (1)	0,6 (3)

Tableau 5. Données géométriques (Å) des interactions intermoléculaires (molécules I et II associées autour d'un centre de symétrie)

	(1)	(3)	(4)
O(2) ^J ...O(2) ^{II}	3,291 (5)	3,513 (7)	3,194 (3)
O(3) ^J ...O(3) ^{II}	4,456 (5)	4,276 (7)	4,406 (3)
O(2) ^J ...O(3) ^{II}	2,799 (5)	2,773 (7)	2,699 (3)
O(2) ^J ...H(3) ^{II}	1,867 (7)	1,845 (8)	1,939 (5)

Tableau 6. Données géométriques (Å) des interactions intermoléculaires pour le composé (5)

O(2A')...O(3B)	3,141 (6)	O(2A')...O(2C)	3,580 (6)
O(3A')...O(3B)	2,786 (6)	H(3B)...O(2C)	1,748 (7)
H(3A')...O(3B)	1,839 (7)	H(3C)...O(2B)	1,774 (7)
	O(2B)...O(2C)	3,079 (7)	
	O(2B)...O(2C)	2,759 (7)	
	O(3B)...O(2C)	2,707 (8)	

Tous les atomes d'hydrogène du composé (1) sauf H(2), H(3), H(7) et H(11), atomes H(4) et H(5) du (2) et les hydrogènes cyclopropyls du (5B) ont été introduits en positions idéalisées.

Programmes utilisés: *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980), *ORTEPII* (Johnson, 1976), *SHELXS86* (Sheldrick, 1985) [composé (1)] et *SHELX76* (Sheldrick, 1976) [composés (2)–(5)].

Ce travail a été aidé financièrement par un contrat du Ministère de la Coopération Français en soutien de la Convention Interuniversitaire entre les Universités d'Abidjan et d'Aix-Marseille I. Nous remercions Monsieur Marcel Pierrot pour l'aide appréciable apportée lors de la collecte des mesures sur le diffractomètre CAD-4. Tous les calculs ont été effectués sur les ordinateurs IBM 4341 de l'Office Central de Mécanographie d'Abidjan que nous remercions.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène, des plans moyens et des distances intermoléculaires ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1059). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Bregman, J., Leiserowitz, L. & Osaki, K. (1964). *J. Chem. Soc.* pp. 2086–2100.
 Bregman, J., Leiserowitz, L. & Schmidt, G. M. J. (1964). *J. Chem. Soc.* pp. 2068–2085.
 Carles, M., Eloy, D., Pujol, L. & Bodot, H. (1987). *J. Mol. Struct.* **156**, 43–58.
 Carles, M., Koblavi, M. F., Tenon, J. A., N'Guessan, T. Y. & Bodot, H. (1992). *J. Phys. Chem.* **97**, 3716–3721.
 Cohen, M. D., Hirshberg, Y. & Schmidt, G. M. J. (1964). *J. Chem. Soc.* pp. 2060–2067.
 Cohen, M. D., Schmidt, G. M. J. & Flavian, S. (1964). *J. Chem. Soc.* pp. 2041–2051.
 Destro, R., Gavezotti, A. & Simonetta, M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2867–2869.
 Hadjoudis, E. & Moustakali-Mavridis, I. (1990). *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **186**, 31–36.

- Hadjoudis, E., Vittorakis, M. & Moustakali-Mavridis, I. (1987). *Tetrahedron*, **43**, 1345–1360.
 Hoshino, N., Inabe, T., Mitani, T. & Maruyama, Y. (1988). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **61**, 4207–4214.
 Inabe, T. (1991). *New J. Chem.* **15**, 129–136.
 Inabe, T., Gautier-Luneau, I., Hoshino, N., Okaniwa, K., Okamoto, H., Mitani, T., Nagashima, U. & Maruyama, Y. (1991). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **64**, 801–810.
 Inabe, T., Hoshino, N., Mitani, T. & Maruyama, Y. (1989). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **62**, 2245–2251.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Koblavi, M. F. (1993). Thèse No. 187/93 Univ. Nationale de Côte d'Ivoire.
 Ledbetter, J. W. Jr (1977). *J. Phys. Chem.* **81**, 54–59.
 Lindeman, S. V., Shklover, V. E., Struchkov, Yu. T., Kravcheny, S. G. & Potapov, V. M. (1982a). *Cryst. Struct. Commun.* **11**, 43–47.
 Lindeman, S. V., Shklover, V. E., Struchkov, Yu. T., Kravcheny, S. G. & Potapov, V. M. (1982b). *Cryst. Struct. Commun.* **11**, 49–52.
 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.
 Mansilla-Koblavi, F., Toure, S., Lapasset, J., Carles, M. & Bodot, H. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 451–453.
 Moustakali-Mavridis, I., Hadjoudis, E. & Mavridis, A. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3709–3715.
 Moustakali-Mavridis, I., Hadjoudis, E. & Mavridis, A. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1126–1130.
 Moustakali-Mavridis, I., Terzis, A. & Hadjoudis, E. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1389–1400.
 Scanlan, M. J. & Hillier, I. H. (1984). *Chem. Phys. Lett.* **107**, 330–332.
 Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structure*. Univ. de Göttingen, Allemagne.
 Turbeville, W. & Dutta, P. K. (1990). *J. Phys. Chem.* **94**, 4060–4066.

Acta Cryst. (1995). **C51**, 1602–1604

4,5-Bis(2,4-dinitrophenylthio)-1,3-dithiol-2-one Nitromethane Solvate (BNPT-DTO.CH₃NO₂)

WEN-TAO YU, FANG QI, XU DONG AND
MIN-HUA JIANG

*Institute of Crystal Materials, Shandong University,
Jinan 250100, People's Republic of China*

LEI HONG

*Department of Electronic Engineering, Shandong
University, Jinan 250100, People's Republic of China*

(Received 24 May 1994; accepted 30 January 1995)

Abstract

The unit cell of the title crystal, C₁₅H₅N₄O₉S₄.CH₃NO₂, contains two BNPT-DTO molecules and two co-