

N-Méthyl succinimide

J. A. Tenon,^a M. Carles^b et J. P. Aycard^{b*}

^aUniversité de Cocody Abidjan, UFR SSMT 22, BP 582 Abidjan 22, Côte d'Ivoire, et

^bUniversité de Provence, Laboratoire de Spectrométries et Dynamique Moléculaire,

Centre de Saint Jérôme, Case 542, 13397 Marseille CEDEX 20, France

Correspondance e-mail: aycard@piimsdm3.univ-mrs.fr

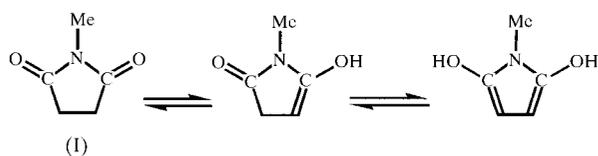
Reçu le 12 mai 1999

Accepté le 9 décembre 1999

The molecular structure of 1-methylpyrrolidine-2,5-dione, C₅H₇NO₂, corresponds to the dicarbonyl tautomer with an envelope ring conformation. The packing is stabilized by weak intermolecular hydrogen bonds and presents push-pull nucleophile-electrophile interactions of the carbonyl groups.

Commentaire

L'une des préoccupations actuelles de notre laboratoire est d'effectuer des tautomérisations photochimiques en matrice et à l'état cristallisé et de suivre cette évolution par spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier. Nous avons choisi de mener une telle expérience sur le succinimide (Mason, 1961) et le méthyl succinimide, (I), car ces composés qui ne sont pas complexes, sont susceptibles de présenter différentes formes tautomériques. Les spectres infrarouges de ces deux composés avant photoisomérisation sont assez différents. En effet, on observe pour le succinimide une bande large avec épaulements à 3379, 3286, 3049 et 2988 cm⁻¹ dans le domaine ν_{N-H} et ν_{O-H} et quatre bandes dans le domaine ν_{C=O} situées à 1783, 1773, 1723 et 1696 cm⁻¹. Le méthyl succinimide ne présente pas de bande large dans le domaine ν_{N-H} et ν_{O-H} mais une raie à 3439 cm⁻¹. Cette différence notable dans les spectres infrarouges a motivé la détermination structurale du méthyl succinimide en vue d'identifier la structure moléculaire et d'analyser les interactions intermoléculaires avant d'aborder l'étude de la photoisomérisation en matrice cryogénique et à l'état cristallisé.



Les longueurs de liaison sont compatibles avec celles du succinimide (Mason, 1961) et du phényl succinimide (Taira *et al.*, 1988). Les valeurs des distances C3=O3 [1,209 (2) Å] et C5=O5 [1,207 (2) Å] mettent nettement en évidence qu'à l'état cristallisé, l'espèce tautomérique présente est la forme dicétone. Par rapport au succinimide et au phényl succinimide,

il n'y a pas d'écart notable en ce qui concerne les angles de valence.

L'analyse de l'empilement moléculaire fait ressortir des interactions de type liaison hydrogène d'une part et nucléophile-électrophile d'autre part. Les liaisons hydrogène de type faible mais dont l'importance n'est plus à prouver (Puranik *et al.*, 1992; Sarma & Desiraju, 1986; Steiner, 1997), sont caractérisées par les distances interatomiques O3...H12-C1, O3...H43-C4, O3...H21-C2 et O5...H22-C2 (voir Tableau 2). En ce qui concerne les interactions nucléophile-électrophile (Burgi *et al.*, 1973; Burgi, Lehn & Wipff, 1974; Burgi, Dunitz & Shefter, 1974; Cossu *et al.*, 1987), les carbonyles C3=O3 et C5=O5 subissent l'action du nucléophile O5 caractérisée par les interactions O5...C3=O3 et O5...C5=O5 dont les distances sont respectivement égales à 3,331 (3) et 3,381 (3) Å.

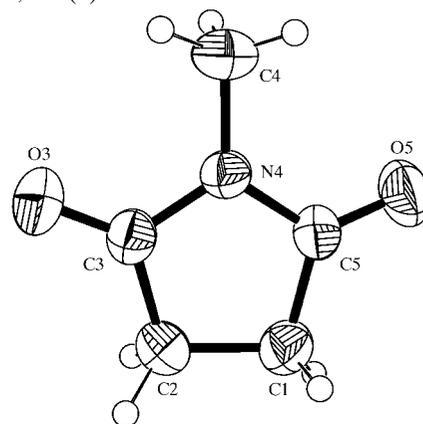


Figure 1

Dessin ORTEP-3 for Windows (Farrugia, 1997) du composé (I). Les ellipsoïdes sont représentés à 50% de probabilité. La représentation des hydrogènes est arbitraire.

La détermination de la conformation du cycle à cinq atomes basée sur la méthode de Cremer & Pople (1975) conduit à une valeur de l'angle de phase égale à 4,8°. Cette valeur proche de 0° indique que la conformation du cycle est pratiquement une forme enveloppe.

La détermination structurale de ce composé met en évidence la seule présence de la forme dicétone. L'analyse de l'empilement moléculaire montre que les liaisons hydrogène de type O...H-C couplées avec les interactions nucléophile-électrophiles de type C=O...C=O assurent la cohésion des molécules dans le cristal.

Partie expérimentale

Les cristaux ont été obtenus par évaporation lente du produit Aldrich dans le toluène.

Données cristallines

C₅H₇NO₂

M_r = 113,12

Monoclinique, P2₁/n

a = 9,101 (1) Å

b = 6,073 (1) Å

c = 10,312 (1) Å

β = 106,28 (1)°

V = 547,1 (2) Å³

Z = 4

D_x = 1,37 Mg m⁻³

Mo Kα radiation

Paramètres de la maille à l'aide
de 25 réflexions

θ = 10–16°

μ = 0,107 mm⁻¹

T = 294 K

Prisme, incolore

0,4 × 0,3 × 0,2 mm

Collection des données

Diffractionnaire Enraf–Nonius	$\theta_{\max} = 26,01^\circ$
CAD-4	$h = -11 \rightarrow 9$
Balayage $\theta/2\theta$	$k = 0 \rightarrow 7$
1239 réflexions mesurées	$l = 2 \rightarrow 12$
1079 réflexions indépendantes	3 réflexions de référence
782 réflexions avec $I > 3\sigma(I)$	fréquence: 60 min
$R_{\text{int}} = 0,014$	variation d'intensité: $-7,06\%$

Affinement

Affinement à partir des F	Les paramètres des atomes d'hydrogène en position théorique
$R = 0,042$	$w = 4F_o^2/[\sigma^2(F_o^2) + 0,0016F_o^4]$
$wR = 0,053$	$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,001$
$S = 1,869$	$\Delta\rho_{\max} = 0,17 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
782 réflexions	$\Delta\rho_{\min} = -0,16 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
73 paramètres	

Tableau 1

Paramètres géométriques (Å, °).

C1–C2	1,512 (2)	C3–O3	1,209 (2)
C1–C5	1,493 (2)	N4–C5	1,380 (2)
C2–C3	1,497 (2)	N4–C4	1,452 (2)
C3–N4	1,371 (2)	C5–O5	1,207 (2)
C2–C1–C5	104,5 (1)	C3–N4–C4	123,0 (1)
C1–C2–C3	105,0 (1)	C5–N4–C4	123,8 (1)
C2–C3–N4	108,2 (1)	C1–C5–N4	108,2 (1)
C2–C3–O3	128,2 (2)	C1–C5–O5	127,9 (1)
N4–C3–O3	123,6 (1)	N4–C5–O5	124,0 (1)
C3–N4–C5	112,8 (1)		

Les hydrogènes ont été obtenus par Fourier différence.

Collection des données: *CAD-4 Software* (Enraf–Nonius, 1989); affinement des paramètres de la maille: *CAD-4 Software*; réduction des données: *SDP-Plus* (Frenz, 1985); programme(s) pour la solution de la structure: *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SDP-Plus*; graphisme moléculaire: *ORTEP-3 for Windows* (Farrugia, 1997); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *MolEN* (Fair, 1990).

Tableau 2

Contacts intermoléculaires (Å).

O3...H12 ⁱ	2,68	O5...H22 ^{iv}	2,52
O3...H43 ⁱⁱ	2,49	O5...C3 ^v	3,331 (3)
O3...H21 ⁱⁱⁱ	2,66	O5...C5 ^v	3,381 (3)

Codes de symétrie: (i) $x - \frac{1}{2}, -\frac{1}{2} - y, z - \frac{1}{2}$; (ii) $-\frac{1}{2} - x, y - \frac{1}{2}, \frac{3}{2} - z$; (iii) $-x, -1 - y, 2 - z$; (iv) $x, 1 + y, z$; (v) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{3}{2} - z$.

Nous remercions Mr M. Pierrot du Laboratoire de Bionorganique Structurale et de Cristallographie de l'Université de Provence Centre de Saint Jérôme pour les facilités d'accès au matériel informatique. Ce travail est financé par le Ministère Français de la Coopération grâce à une bourse CIES.

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: GS1047). Les processus d'accès à ces archives sont donnés au dos de la couverture.

Références

- Burgi, H. B., Dunitz, J. D. & Shefter, E. (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 5065–5067.
- Burgi, H. B., Dunitz, J. D. & Shefter, E. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1517–1527.
- Burgi, H. B., Lehn, J. M. & Wipff, G. (1974). *J. Am. Chem. Soc.* **96**, 1956–1957.
- Cossu, M., Bachman, C., N'guessan, Y. T., Viani, R., Lapasset, J., Aycard, J. P. & Bodot, H. (1987). *J. Org. Chem.* **52**, 5313–5319.
- Cremer, D. & Pople, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.
- Enraf–Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Fair, C. K. (1990). *MolEN*. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Farrugia, L. J. (1997). *J. Appl. Cryst.* **30**, 565.
- Frenz, B. A. (1985). *SDP-Plus*. Version 3.0. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1980). *MULTAN80*. Université de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- Mason, R. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 720–724.
- Puranik, V. G., Tavale, S. S., Kumbhar, A. S., Yerande, R. G., Padhye, S. B. & Butcher, R. J. (1992). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **22**, 725–731.
- Sarma, J. A. R. P. & Desiraju, G. R. (1986). *Acc. Chem. Res.* **19**, 222–228.
- Steiner, T. (1997). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 727–734.
- Taira, Z., Takayama, C. & Terada, H. (1988). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1439–1445.