

Acta Cryst. (1973). B29, 1157

## Phénylamino-2 Phényl-5 Thiazolinone-4

PAR R. BALLY ET J.-P. MORNON

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, associé au C.N.R.S. Université de Paris VI, Tour 16, 4, place Jussieu, 75230 Paris Cedex 05, France

(Reçu le 12 décembre 1972, accepté le 26 janvier 1973)

**Abstract.** The compound  $C_{15}H_{12}ON_2S$  crystallizes in the triclinic space group  $P1$ , with cell parameters:  $a = 5.933 \pm 0.005$ ,  $b = 12.367 \pm 0.005$ ,  $c = 9.070 \pm 0.005$  Å,  $\alpha = 95^\circ 26' \pm 30'$ ,  $\beta = 79^\circ 16' \pm 30'$ ,  $\gamma = 91^\circ 43' \pm 30'$ ,  $d_c = 1.373 \pm 0.002$  g cm $^{-3}$ ,  $Z = 2$  (2 crystalline independent molecules),  $|F_{000}| = 280$ ,  $R = 0.04$  for 2465 unweighted reflexions. The molecular geometry shows the 'amino' form is probably the predominant tautomeric form.

**Introduction.** Ce travail fait partie d'une étude plus générale des thiazolinones (Mornon & Raveau, 1971; Mornon & Bally, 1972).

**Détermination de la structure.** Le dépouillement de clichés qualitatifs de Weissenberg a permis le choix des axes et la détermination du système. La mesure des paramètres de la maille et de l'intensité de 2465 réflexions non nulles a été effectuée sur diffractomètre automatique Siemens (Cu  $K\alpha$ ). Après les calculs préliminaires sans correction d'absorption, une étude statistique de l'ensemble des données confirmée par un test de piézoélectricité a permis de conclure que la structure n'est pas centrosymétrique et appartient donc au groupe spatial  $P1$ .

La structure a été résolue à l'aide de la formule de tangente à partir de la position des atomes de soufre déduite de la transformée de Fourier des  $|E^2|$ . Quatre étapes successives en alternance avec des séries de Fourier ont permis la localisation des 38 atomes (C, N, O, S) indépendants. Après les affinements des paramètres atomiques par *RAFMO*L, puis par *SAPHYR* (modification de *ORFLS*),  $R$  valait 0,07. Des séries-différences ont fait apparaître les 24 atomes d'hydrogène: les derniers affinements pour les 2465 réflexions non nulles et non pondérées ont abaissé  $R$  à 0,04.

Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1 (nomenclature indiquée sur la Fig. 1) et la structure est schématisée par la Fig. 2.

La Fig. 3 est une vue stéréoscopique de l'unité asymétrique, tracée par le programme *ORTEP* (Johnson, 1965); pour cette représentation, les facteurs d'agitation

thermique des atomes d'hydrogène ont été considérés tous égaux à leur moyenne  $3,75 \text{ \AA}^2$ .\*

**Commentaire.** Les distances et les angles interatomiques relatifs à l'hétérocycle pentagonal et à son entourage sont répertoriés dans les Tableaux 2 et 3.

\* L'ensemble des distances et des angles interatomiques et la liste des facteurs de structure sont déposés à The National Lending Library, Angleterre, comme Publication Supplémentaire No. SUP 30065. Des copies peuvent être obtenues en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

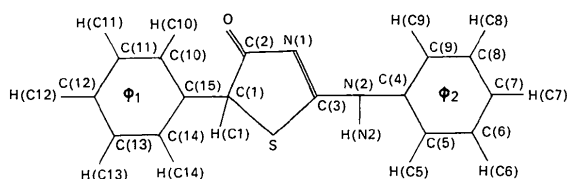


Fig. 1. Phénylamino-2 phényl-5 thiazolinone-4.

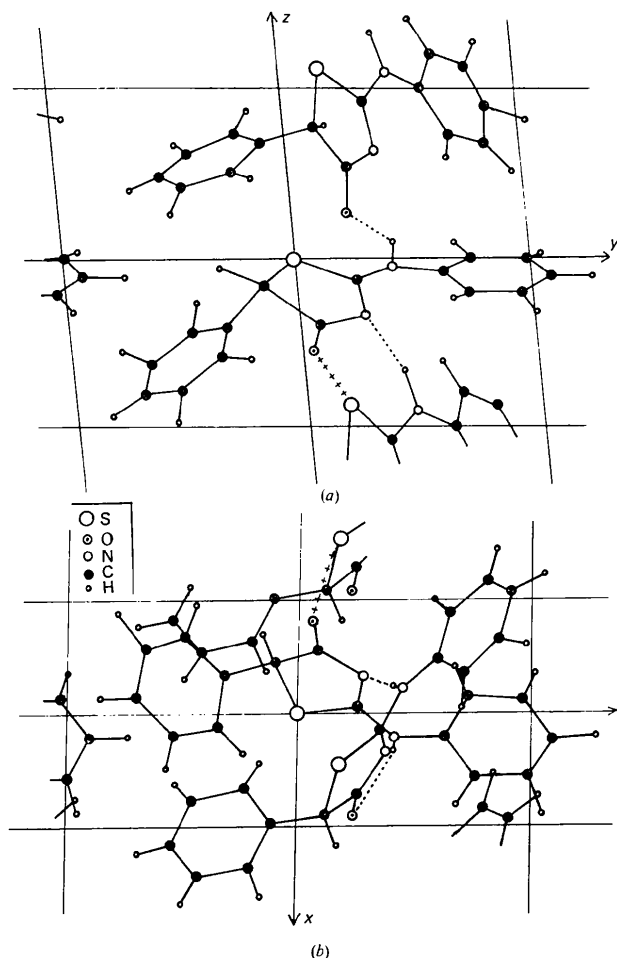
Fig. 2. Projection de la structure cristalline (a) dans le plan  $yOz$  selon l'axe  $x$ , (b) dans le plan  $xOy$  selon l'axe  $z$ .

Tableau 1. *Coordonnées atomiques ( $\times 10^4$ ) et facteurs d'agitation thermique*

Les déviations standard sont notées entre parenthèses.

$$T = \exp [ - ( \beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl ) 10^{-4} ] .$$

Molécule I	x	y	z	$\beta_{11}$ ou B	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
S	0 (0)	0 (0)	0 (0)	399 (6)	62 (1)	127 (2)	1 (2)	-108 (3)	23 (1)
O	-4090 (8)	257 (4)	-2753 (6)	379 (15)	87 (4)	181 (8)	15 (6)	-139 (9)	6 (4)
N(1)	-1659 (8)	1360 (4)	-1602 (5)	272 (15)	61 (4)	79 (5)	22 (6)	-20 (7)	8 (4)
N(2)	1090 (9)	2072 (4)	-205 (6)	328 (17)	67 (4)	95 (7)	2 (6)	-65 (9)	3 (4)
C(1)	-2227 (11)	-546 (5)	-993 (7)	281 (23)	62 (5)	119 (9)	-2 (8)	-25 (12)	14 (5)
C(2)	-2778 (9)	376 (5)	-1878 (6)	245 (17)	67 (4)	109 (8)	30 (7)	-9 (9)	-1 (5)
C(3)	-221 (10)	1264 (4)	-672 (6)	284 (20)	60 (5)	85 (7)	13 (7)	-7 (9)	4 (4)
C(4)	1006 (10)	3181 (5)	-341 (6)	330 (22)	59 (4)	84 (8)	-4 (8)	-10 (10)	0 (5)
C(5)	-716 (12)	3688 (5)	-868 (7)	347 (23)	69 (5)	112 (8)	15 (8)	-42 (11)	7 (5)
C(6)	-674 (14)	4798 (6)	-926 (8)	472 (30)	77 (6)	143 (10)	50 (10)	-30 (14)	7 (6)
C(7)	1079 (15)	5432 (6)	-491 (9)	600 (34)	60 (6)	196 (13)	3 (12)	-29 (17)	7 (7)
C(8)	2760 (15)	4938 (7)	68 (10)	458 (32)	77 (6)	244 (15)	-32 (11)	-63 (17)	-11 (8)
C(9)	2761 (13)	3830 (6)	127 (8)	365 (26)	82 (6)	159 (11)	-8 (10)	-70 (14)	3 (6)
C(10)	-3334 (12)	-2351 (5)	-2131 (9)	358 (27)	70 (5)	204 (14)	-11 (9)	-88 (16)	25 (7)
C(11)	-2852 (15)	-3276 (6)	-3106 (10)	558 (36)	68 (6)	241 (15)	-7 (12)	-188 (20)	13 (8)
C(12)	-670 (17)	-3454 (6)	-3950 (9)	661 (37)	75 (6)	187 (13)	57 (13)	-141 (18)	-7 (7)
C(13)	1011 (15)	-2691 (6)	-3807 (9)	477 (32)	88 (6)	177 (12)	67 (12)	-29 (16)	7 (7)
C(14)	587 (12)	-1771 (6)	-2843 (8)	331 (25)	77 (5)	149 (10)	27 (9)	-21 (13)	13 (6)
C(15)	-1598 (11)	-1580 (5)	-1992 (7)	327 (22)	59 (5)	125 (9)	2 (8)	-66 (11)	19 (5)
H(C1)	-3534 (118)	-800 (56)	-206 (78)	3,2 (1,4)					
H(N2)	1549 (133)	1943 (62)	263 (82)	3,5 (1,3)					
H(C5)	-1633 (131)	3343 (58)	-1177 (83)	3,3 (1,4)					
H(C6)	-1622 (114)	5121 (54)	-1626 (73)	2,6 (1,6)					
H(C7)	1320 (93)	6252 (46)	-695 (62)	1,4 (1,8)					
H(C8)	3956 (144)	5459 (68)	168 (95)	5,4 (1,8)					
H(C9)	3827 (125)	3604 (59)	436 (81)	3,6 (1,6)					
H(C10)	-4840 (128)	-2214 (60)	-1109 (82)	3,9 (1,6)					
H(C11)	-4021 (164)	-3933 (79)	-2872 (103)	6,5 (1,7)					
H(C12)	-498 (125)	-4146 (62)	-4521 (82)	3,4 (1,8)					
H(C13)	2581 (151)	-2688 (71)	-4733 (102)	5,9 (1,7)					
H(C14)	1413 (121)	-1286 (59)	-2956 (79)	3,2 (1,5)					
Molécule II									
S	2263 (4)	879 (2)	5540 (2)	310 (5)	63 (1)	82 (2)	43 (2)	-32 (2)	10 (1)
O	4526 (7)	1215 (4)	1353 (5)	330 (15)	83 (3)	93 (6)	48 (6)	-1 (7)	14 (3)
N(1)	1664 (8)	1895 (4)	3195 (5)	278 (15)	56 (3)	81 (6)	31 (6)	-18 (7)	2 (3)
N(2)	-986 (8)	2275 (4)	5450 (5)	293 (15)	62 (3)	81 (6)	38 (6)	-11 (8)	10 (4)
C(1)	4429 (10)	643 (5)	3831 (6)	226 (16)	61 (4)	96 (8)	10 (6)	-38 (9)	2 (4)
C(2)	3553 (10)	1274 (4)	2658 (6)	292 (20)	50 (4)	103 (8)	0 (7)	-40 (10)	5 (4)
C(3)	857 (10)	1764 (4)	4620 (6)	291 (20)	50 (4)	87 (7)	7 (7)	-52 (10)	2 (4)
C(4)	-2389 (10)	3050 (4)	4999 (6)	299 (19)	50 (4)	90 (7)	28 (7)	-33 (10)	0 (4)
C(5)	-1841 (13)	3553 (5)	3672 (7)	405 (26)	74 (5)	116 (9)	68 (9)	35 (12)	26 (5)
C(6)	-3304 (14)	4301 (6)	3337 (8)	521 (31)	80 (5)	150 (11)	83 (11)	-5 (15)	29 (6)
C(7)	-5386 (13)	4542 (6)	4320 (8)	417 (26)	74 (6)	156 (10)	75 (10)	-42 (13)	-1 (6)
C(8)	-5899 (11)	4046 (6)	5625 (8)	293 (24)	74 (5)	177 (12)	40 (9)	-13 (14)	-8 (6)
C(9)	-4435 (10)	3300 (5)	5998 (7)	273 (19)	67 (5)	127 (10)	14 (7)	-9 (11)	1 (5)
C(10)	6826 (11)	-1011 (5)	3654 (8)	273 (19)	84 (6)	145 (10)	32 (8)	-56 (11)	17 (6)
C(11)	7270 (13)	-2083 (6)	3154 (9)	374 (26)	83 (6)	195 (12)	61 (10)	-51 (14)	14 (7)
C(12)	5864 (15)	-2700 (6)	2368 (10)	508 (29)	59 (5)	211 (13)	38 (10)	-14 (15)	5 (7)
C(13)	3885 (14)	-2213 (6)	2095 (9)	459 (29)	66 (5)	171 (12)	0 (10)	-83 (15)	-4 (6)
C(14)	3424 (11)	-1155 (5)	2579 (7)	334 (21)	62 (5)	145 (9)	7 (8)	-86 (11)	1 (5)
C(15)	4890 (9)	-529 (4)	3357 (6)	252 (17)	61 (4)	90 (7)	14 (7)	-24 (9)	15 (4)
H(C1)	5488 (129)	831 (59)	4029 (80)	3,5 (1,2)					
H(N2)	-1072 (105)	2164 (49)	6558 (70)	2,1 (1,3)					
H(C5)	-374 (130)	3524 (59)	3000 (85)	3,8 (1,5)					
H(C6)	-2786 (118)	4850 (56)	2529 (79)	3,3 (1,6)					
H(C7)	-6044 (140)	5291 (65)	4136 (91)	4,7 (1,6)					
H(C8)	-7462 (128)	4278 (58)	6610 (84)	4,0 (1,6)					
H(C9)	-4945 (86)	2999 (41)	6988 (57)	0,5 (1,4)					
H(C10)	7372 (146)	-816 (68)	4543 (97)	5,1 (1,5)					
H(C11)	8006 (159)	-2606 (78)	3593 (104)	6,3 (1,6)					
H(C12)	6179 (98)	-3454 (48)	2028 (66)	1,6 (1,7)					
H(C13)	3128 (138)	-2661 (66)	1289 (90)	4,8 (1,6)					
H(C14)	2250 (131)	-687 (63)	2249 (86)	4,4 (1,4)					

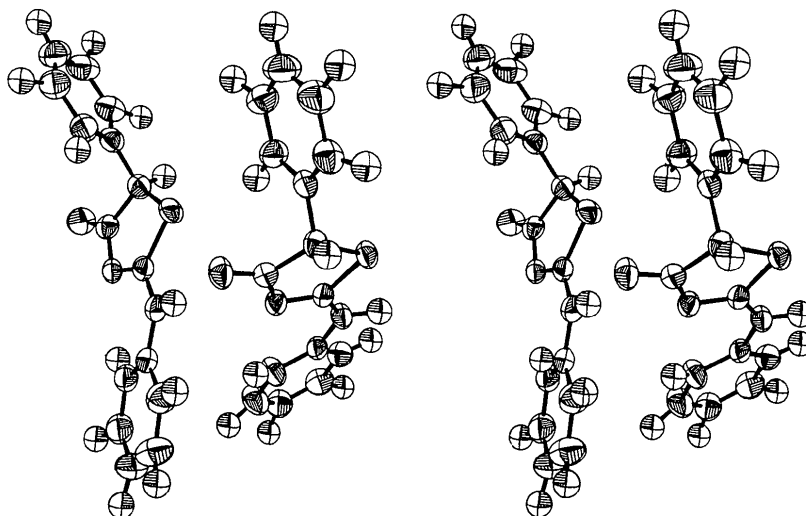


Fig. 3. Vue stéréoscopique de l'unité asymétrique.

Tableau 2. Principales distances interatomiques en Å

	Molécule I	Molécule II
S—C(1)	1,813 (11)	1,826 (11)
S—C(3)	1,748 (9)	1,753 (10)
C(1)—C(2)	1,531 (15)	1,549 (14)
C(2)—O	1,207 (13)	1,213 (12)
N(1)—C(2)	1,393 (13)	1,364 (13)
N(1)—C(3)	1,321 (13)	1,316 (13)
N(2)—C(3)	1,334 (13)	1,344 (13)
N(2)—C(4)	1,392 (14)	1,424 (13)
C(1)—C(15)	1,510 (16)	1,490 (14)

Les angles des cycles benzéniques avec le pentagone sont de 20 et 79° dans la première molécule et de 12 et 76° dans la seconde. Les deux pentagones indépendants de l'unité asymétrique sont presque parfaitement orthogonaux (89,5°).

La cohésion cristalline est assurée, en plus des contacts de van der Waals, par des liaisons hydrogène N—N et N—O et par un fort contact S—O (Fig. 1 et Tableau 4).

Tableau 3. Principaux angles en degrés

	Molécule I	Molécule II
C(1)—S—C(3)	90,1 (0,7)	89,5 (0,7)
C(2)—C(1)—S	105,1 (1,3)	104,3 (1,2)
C(2)—C(1)—C(15)	112,3 (1,7)	114,8 (1,6)
S—C(1)—C(15)	114,5 (1,5)	113,7 (1,4)
C(1)—C(2)—N(1)	115,2 (1,7)	115,7 (1,6)
C(1)—C(2)—O	122,3 (2,0)	121,1 (1,8)
N(1)—C(2)—O	122,5 (2,0)	123,2 (1,9)
C(2)—N(1)—C(3)	110,8 (1,6)	111,1 (1,6)
S—C(3)—N(1)	118,5 (1,5)	119,0 (1,5)
S—C(3)—N(2)	117,2 (1,5)	116,5 (1,4)
N(1)—C(3)—N(2)	124,4 (1,9)	124,4 (1,9)
C(3)—N(2)—C(4)	129,6 (2,0)	128,0 (1,8)

Les distances C(3)—N(2) (1,344 et 1,334 Å) et la position des atomes d'hydrogène H(N2) suggèrent la prépondérance de la forme 'amino'.

Tableau 4. Contacts intermoléculaires

Atome dans molécule I	Atome dans molécule II	Translatée de	Distance
N(1)	N(2)	—c	2,956 (12) Å
N(1)	H(N2)	—c	1,993 (108)
N(2)	O		2,960 (12)
H(N2)	O		2,412 (133)
O	S	—a—c	3,041 (11)

## Références

- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794 (rev.), Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- MORNON, J. -P. & BALLY, R. (1972). *Acta Cryst.* B28, 2074–2079.
- MORNON, J. -P. & RAVEAU, B. (1971). *Acta Cryst.* B27, 95–108.