

Acta Cryst. (1973). B29, 1160

## Phénylimino-2 Méthyl-3 Phényl-5 Thiazolidinone-4

PAR R. BALLY ET J.-P. MORNON

Laboratoire de Minéralogie et de 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  $C_{16}H_{14}ON_2S$  crystallizes in the triclinic space group  $P\bar{1}$  with cell parameters:  $a = 13,659 \pm 0,005$ ,  $b = 11,219 \pm 0,005$ ,  $c = 11,724 \pm 0,005$  Å,  $\alpha = 124^\circ 25' \pm 30'$ ,  $\beta = 98^\circ 26' \pm 30'$ ,  $\gamma = 74^\circ 59' \pm 30'$ ,  $d_c = 1,309 \pm 0,002$  g cm $^{-3}$ ,  $d_m = 1,30 \pm 0,01$  g cm $^{-3}$ ,  $Z = 4$  (2 independent molecules),  $|F_{000}| = 592$ ,  $R = 0,07$  for 5440 unweighted reflexions. The crystal stability is determined by van der Waals contacts. The two independent molecules are closely similar.

**Introduction.** La localisation de la double liaison C=N (1,257 et 1,273 Å) fait de cette molécule (Fig. 1) un terme de comparaison dans l'étude de la tautomérie des thiazolinones (Mornon & Raveau, 1971; Mornon & Bally, 1972).

**Détermination de la structure.** Après quelques clichés de Weissenberg permettant de repérer les axes et de déterminer le système, les paramètres de la maille et 5440 réflexions ont été mesurés à l'aide d'un diffractomètre automatique Siemens (Cu  $K\alpha$ ). Une étude statistique de l'ensemble des données après les calculs préliminaires sans correction d'absorption a permis de conclure à la centrosymétrie de la structure, donc au groupe spatial  $P\bar{1}$ .

Les signes des principaux facteurs de structure normalisés ont été déterminés par le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). La série de Fourier pour la séquence la plus probable après l'examen des 'figures de mérite' a fait apparaître l'unité indépendante; celle-ci a été confirmée par l'emploi de la mé-

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	8347 (0,8)	2270 (1)	1934 (1)	45 (0,5)	111 (1)	97 (1)	-11 (0,7)	9 (0,6)	40 (1)
O	5663 (2)	3299 (4)	3310 (3)	61 (2)	189 (5)	115 (4)	-35 (2)	18 (2)	51 (3)
N(1)	6924 (2)	4421 (4)	3577 (3)	51 (2)	114 (4)	93 (3)	-6 (2)	9 (2)	54 (3)
N(2)	8318 (3)	5223 (4)	3564 (4)	58 (2)	125 (4)	121 (4)	-18 (2)	5 (2)	66 (4)
C(1)	7184 (3)	1790 (4)	1943 (4)	54 (2)	118 (5)	97 (4)	-15 (3)	3 (2)	59 (4)
C(2)	6491 (3)	3241 (5)	3015 (4)	52 (2)	144 (5)	82 (4)	-14 (3)	4 (2)	62 (4)
C(3)	7890 (3)	4176 (4)	3142 (4)	48 (2)	114 (5)	91 (4)	-4 (3)	0 (2)	61 (4)
C(4)	9304 (3)	4890 (5)	3067 (4)	56 (2)	113 (5)	108 (5)	-29 (3)	-6 (3)	49 (4)
C(5)	10105 (3)	3911 (5)	3167 (5)	58 (3)	162 (7)	146 (6)	-28 (3)	-10 (3)	88 (5)
C(6)	11048 (4)	3605 (4)	2639 (6)	60 (3)	151 (7)	193 (7)	-28 (4)	-10 (4)	83 (6)
C(7)	11179 (4)	4286 (6)	1999 (6)	65 (3)	184 (8)	172 (7)	-55 (4)	10 (4)	50 (6)
C(8)	10386 (4)	5299 (6)	1923 (6)	79 (3)	195 (8)	180 (7)	-63 (4)	-5 (4)	100 (6)
C(9)	9456 (4)	5625 (5)	2465 (5)	68 (3)	147 (6)	147 (6)	-42 (4)	-5 (3)	75 (5)
C(10)	6453 (4)	1564 (6)	-253 (5)	76 (3)	172 (7)	115 (5)	-34 (4)	-6 (3)	79 (5)
C(11)	6023 (4)	774 (6)	-1564 (5)	79 (3)	222 (8)	102 (5)	-13 (4)	0 (3)	72 (6)
C(12)	5820 (4)	-562 (6)	-2035 (5)	73 (3)	185 (7)	118 (6)	-12 (4)	0 (3)	14 (5)
C(13)	6072 (5)	-1175 (6)	-1264 (6)	98 (4)	134 (7)	186 (8)	-38 (4)	-9 (4)	32 (6)
C(14)	6508 (4)	-402 (5)	29 (5)	82 (3)	129 (6)	152 (6)	-26 (4)	0 (4)	65 (5)
C(15)	6708 (3)	969 (4)	543 (4)	51 (2)	114 (5)	96 (4)	-14 (3)	11 (2)	45 (4)
C(16)	6411 (4)	5898 (5)	4667 (5)	63 (3)	130 (6)	143 (6)	-1 (3)	29 (3)	44 (5)
H(C1)	7342 (28)	1054 (41)	2212 (38)	3,3 (0,8)					
H(C16)	5857 (32)	5863 (47)	4881 (44)	4,2 (1,0)					
H'(C16)	6887 (32)	6372 (47)	5274 (44)	6,9 (1,0)					
H(C16)	6189 (32)	6652 (47)	4373 (44)	5,0 (1,0)					
H(C5)	10021 (32)	3470 (46)	3542 (43)	2,1 (1,0)					
H(C6)	11503 (33)	2907 (48)	2683 (45)	4,7 (1,0)					
H(C7)	11868 (34)	4020 (49)	1572 (46)	4,4 (1,1)					
H(C8)	10524 (34)	5971 (49)	1655 (46)	5,2 (1,1)					
H(C9)	8902 (31)	6397 (46)	2524 (43)	3,6 (1,0)					
H(C10)	6702 (32)	2479 (47)	45 (44)	2,2 (1,0)					
H(C11)	5868 (35)	1138 (51)	-2066 (48)	5,1 (1,2)					
H(C12)	5384 (30)	-1051 (50)	-3024 (47)	6,8 (1,1)					
H(C13)	5897 (36)	-2215 (52)	-1569 (49)	5,4 (1,2)					
H(C14)	6735 (33)	-936 (48)	482 (45)	3,8 (1,0)					

Table 1 (suite)

Molécule II

S	2182 (0,9)	7387 (1)	4610 (1)	64 (0,6)	114 (1)	101 (1)	-31 (0,7)	3 (0,7)	55 (1)
O	4565 (2)	8156 (4)	3962 (3)	59 (2)	169 (5)	161 (4)	-40 (3)	0 (2)	78 (4)
N(1)	3082 (3)	9431 (4)	5163 (4)	62 (3)	115 (6)	115 (6)	-34 (3)	-4 (3)	51 (5)
N(2)	1640 (3)	10388 (4)	6469 (4)	69 (2)	129 (5)	108 (4)	-18 (3)	4 (2)	59 (4)
C(1)	3375 (3)	6788 (4)	3741 (4)	52 (2)	112 (5)	106 (4)	-19 (3)	-6 (2)	61 (4)
C(2)	3759 (3)	8175 (5)	4277 (4)	58 (2)	136 (4)	98 (4)	-35 (3)	-17 (2)	65 (4)
C(3)	2232 (3)	9270 (5)	5525 (4)	62 (2)	124 (5)	95 (4)	-30 (3)	-11 (3)	67 (4)
C(4)	794 (3)	10272 (5)	6920 (5)	63 (3)	123 (5)	128 (5)	3 (3)	10 (4)	79 (4)
C(5)	117 (3)	9399 (5)	6078 (5)	60 (3)	157 (6)	147 (6)	-9 (3)	3 (3)	99 (5)
C(6)	-694 (4)	9366 (6)	6650 (6)	58 (3)	198 (8)	220 (8)	-1 (4)	6 (4)	147 (7)
C(7)	-811 (4)	10229 (6)	8091 (6)	69 (3)	215 (8)	212 (8)	27 (4)	51 (4)	143 (7)
C(8)	-155 (4)	11110 (6)	8909 (6)	86 (3)	185 (8)	159 (7)	22 (4)	42 (4)	91 (6)
C(9)	639 (4)	11159 (5)	8361 (5)	80 (3)	133 (6)	137 (6)	9 (3)	27 (3)	68 (5)
C(10)	2491 (4)	6478 (5)	1562 (4)	67 (3)	120 (5)	102 (5)	-16 (3)	-2 (3)	62 (4)
C(11)	2423 (4)	5748 (5)	145 (5)	92 (3)	140 (6)	120 (5)	-35 (4)	-17 (3)	73 (5)
C(12)	3130 (5)	4544 (6)	-680 (6)	131 (5)	156 (7)	107 (6)	-11 (5)	-6 (4)	42 (6)
C(13)	3903 (5)	4018 (7)	-92 (6)	139 (5)	184 (9)	135 (7)	58 (5)	25 (5)	12 (7)
C(14)	3982 (4)	4720 (6)	1348 (6)	89 (4)	154 (7)	141 (6)	28 (4)	-4 (4)	51 (5)
C(15)	3276 (3)	5961 (4)	2175 (4)	54 (2)	93 (5)	100 (4)	-20 (3)	0 (3)	45 (4)
C(16)	3308 (4)	10892 (5)	5774 (6)	82 (3)	142 (6)	202 (7)	-56 (4)	10 (4)	51 (5)
H(C1)	3896 (27)	6173 (39)	3971 (37)	1,6 (0,7)					
H(C16)	2689 (34)	11407 (47)	5589 (46)	5,3 (1,0)					
H'(C16)	3324 (34)	11218 (48)	6503 (46)	5,4 (1,0)					
H''(C16)	3963 (33)	10930 (47)	5550 (45)	5,6 (1,0)					
H(C5)	146 (30)	8810 (43)	5132 (41)	2,1 (0,9)					
H(C6)	-1204 (34)	8853 (50)	6046 (47)	2,3 (1,1)					
H(C7)	-1381 (34)	10131 (49)	8306 (46)	4,3 (1,0)					
H(C8)	-180 (35)	11650 (51)	9937 (48)	6,2 (1,2)					
H(C9)	1109 (33)	11788 (48)	8877 (45)	3,5 (1,0)					
H(C10)	2020 (30)	7409 (43)	2125 (40)	2,8 (0,9)					
H(C11)	1825 (32)	5973 (46)	-359 (43)	4,7 (1,0)					
H(C12)	3043 (36)	4000 (53)	-1838 (49)	6,6 (1,2)					
H(C13)	4259 (38)	3026 (56)	-561 (52)	9,5 (1,3)					
H(C14)	4519 (35)	4363 (51)	1871 (48)	5,6 (1,2)					

thode de l'atome lourd à partir de la position du soufre. Cinq cycles d'affinement par le programme *SAPHYR* (modification de *ORFLS*) ont amené le taux de discordance  $R$  à 0,11. De là, les atomes d'hydrogène ont été repérés par séries-différences.  $R$  s'est abaissé à 0,07 après les derniers affinements pour les 5440 réflexions non pondérées.

Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1. Le contenu de la maille est schématisé par la Fig. 2.\*

La Fig. 3 est un tracé de l'unité asymétrique pour vue stéréoscopique (*ORTEP*, Johnson, 1965); pour cette représentation, l'agitation thermique des atomes d'hydrogène est isotrope et égale à la valeur moyenne  $4,6 \text{ \AA}^2$ .

**Commentaire.** Les distances et les angles interatomiques les plus intéressants concernant les pentagones et leur entourage sont groupés dans les Tableaux 2 et 3. Les deux molécules indépendantes sont égales au regard

\* 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 30066. Des copies peuvent être obtenues en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

de la précision des calculs, notamment les doubles liaisons de la fonction imine [1,257(11) et 1,273(13) Å].

Les pentagones font avec les cycles benzéniques  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  des angles de 87 et 58° dans l'une des molécules

Tableau 2. Principales distances interatomiques en Å

	Molécule I	Molécule II
S—C(1)	1,808 (8)	1,814 (8)
S—C(3)	1,764 (8)	1,764 (9)
C(1)—C(2)	1,537 (11)	1,520 (11)
C(2)—O	1,207 (10)	1,202 (10)
N(1)—C(2)	1,357 (10)	1,368 (11)
N(1)—C(3)	1,388 (10)	1,377 (11)
N(1)—C(16)	1,462 (12)	1,472 (13)
N(2)—C(3)	1,257 (11)	1,273 (11)
N(2)—C(4)	1,420 (11)	1,402 (12)
C(1)—C(15)	1,500 (11)	1,522 (11)

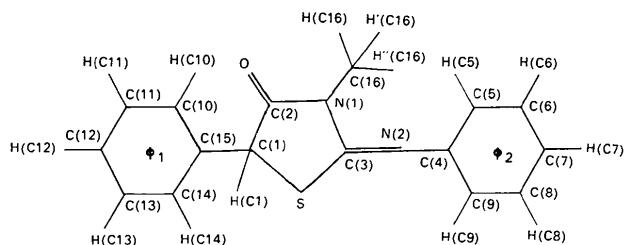


Fig. 1. Phénylimino-2 méthyl-3 phényl-5 thiazolidinone-4.

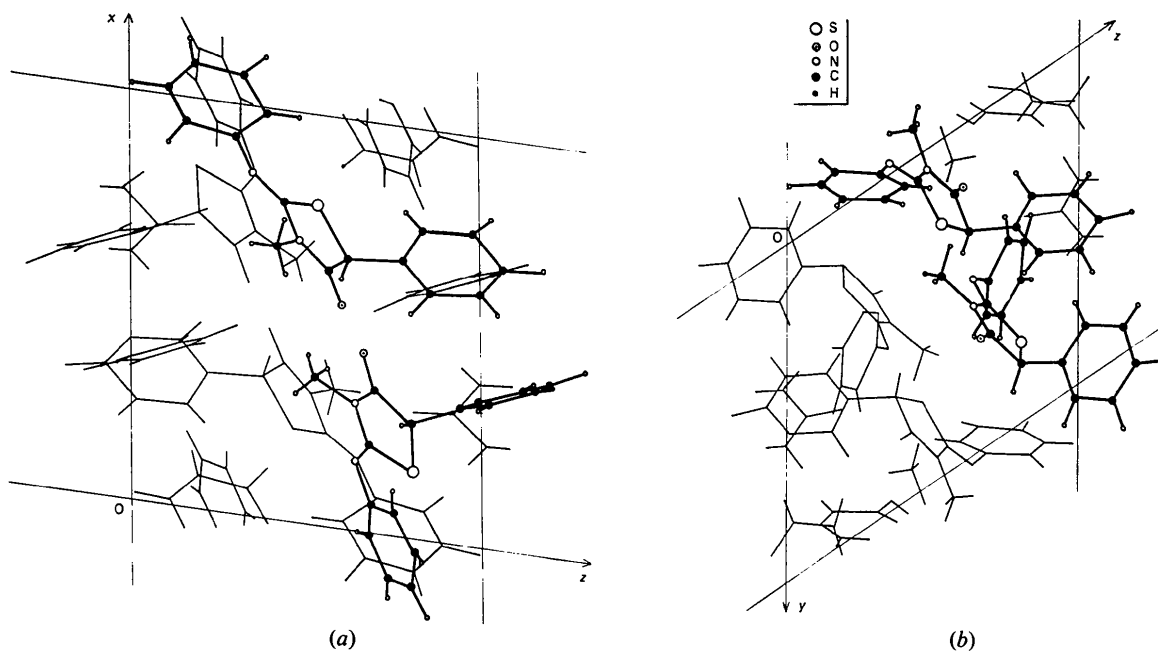


Fig. 2. Projection de la structure cristalline (a) dans le plan  $xOz$  selon l'axe  $y$ , (b) dans le plan  $yOz$  selon l'axe  $x$ .

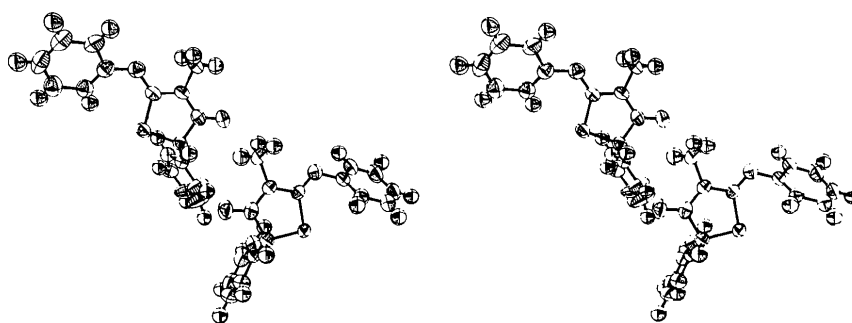


Fig. 3. Vue stéréoscopique de l'unité asymétrique.

Tableau 3. Principaux angles en degrés

	Molécule I	Molécule II
C(1)—S—C(3)	93,4 (0,6)	92,5 (0,6)
C(2)—C(1)—S	106,0 (1,0)	106,8 (1,0)
C(2)—C(1)—C(15)	114,0 (1,3)	108,9 (1,2)
S—C(1)—C(15)	114,1 (1,1)	113,4 (1,1)
C(1)—C(2)—N(1)	112,1 (1,3)	111,7 (1,4)
C(1)—C(2)—O	123,0 (1,6)	123,6 (1,6)
N(1)—C(2)—O	124,9 (1,7)	124,7 (1,7)
C(2)—N(1)—C(3)	118,2 (1,4)	117,9 (1,5)
C(2)—N(1)—C(16)	120,9 (1,5)	119,9 (1,6)
C(3)—N(1)—C(16)	120,8 (1,4)	122,0 (1,6)
S—C(3)—N(1)	110,1 (1,0)	110,8 (1,2)
S—C(3)—N(2)	128,1 (1,4)	128,4 (1,5)
N(1)—C(3)—N(2)	121,8 (1,5)	120,6 (1,7)
C(3)—N(2)—C(4)	118,7 (1,5)	122,7 (1,7)

et de 86 et 47° dans la seconde. Il est à noter que dans la structure de la phénylamino-2 phényl-5 thiazolinone-4 (Bally & Mornon, 1972a, b) ce sont les cycles  $\varphi_2$  qui sont presque orthogonaux aux hétérocycles et non les cycles  $\varphi_1$ .

La cohésion cristalline est assurée par des forces de van der Waals.

La phénylimino-2 méthyl-3 phényl-5 thiazolinone-4 est un modèle de structure pour la forme 'imino' dans l'étude de la tautomérie des thiazolinones; la phényl-5 phényl-méthylamino-2 thiazolinone-4 dont l'étude est commencée sera un modèle pour la forme 'amino'.

#### Références

- BALLY, R. & MORNON, J.-P. (1972a). *R. C. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, **274**, 609–611.  
 BALLY, R. & MORNON, J.-P. (1972b). *R. C. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, **275**, 933–935.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 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.