

Fig. 3. A stereographic drawing of the molecule.

lein has not been isolated because of its extreme reactivity; however, as shown here, it can be stabilized by the formation of this π -bonded complex. The chemistry relating to this compound is to be published elsewhere (Takahashi, Chang, Tsai, Iwanami, Blidner & Dittmer, 1973).

The authors wish to thank the following: P. Chang who furnished the crystal; A. Tsai, J. McCaskie and L. Harris who helped with the data collection; Syracuse University for its financial support (R.L.H.); and Professor E. Woelfel, Technische Hochschule, Darmstadt, Germany, in whose laboratory the preliminary studies were carried out (C.E.P.).

References

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- CHANG, P. (1970). Ph.D. Dissertation, Syracuse University, Syracuse, New York.
- EISS, R. (1970). *Inorg. Chem.* **9**, 1650–1655.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, pp. 202–16. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, S. M. & PAUL, I. C. (1970). *J. Chem. Soc. (B)*, pp. 1783–1789.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- TAKAHASHI, K., CHANG, P., TSAI, A., IWANAMI, M., BLIDNER, B. & DITTMER, D. C. (1973). To be published.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 2635

Phényl Méthylamino-2 Phényl-5 Thiazolinone-4

PAR R. BALLY

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 23 mars 1973, accepté le 10 mai 1973)

Abstract. The compound $C_{10}H_{14}ON_2S$ crystallizes in the monoclinic space group $P2_1/c$ with cell parameters $a = 13.196 \pm 0.005$, $b = 9.922 \pm 0.005$, $c = 11.656 \pm 0.005$ Å, $\beta = 112^\circ 20' \pm 30'$; $d_c = 1.327 \pm 0.002$, $d_m = 1.32 \pm 0.01$ g cm $^{-3}$, $Z = 4$, $|F_{000}| = 592$; $R = 0.09$ for 2517 unweighted reflexions. The crystal stability is maintained only by van der Waals contacts.

Introduction. Cette molécule (Fig. 1) est tautomère de la phénylimino-2 méthyl-3 phényl-5 thiazolinone-4 (Bally & Mornon, 1973) et est le dernier terme de la série de 6 thiazolinones étudiées par notre équipe (Mornon & Raveau, 1971; Mornon & Bally, 1972; Bally & Mornon, 1972). La récapitulation des résultats fera l'objet d'une prochaine publication.

La structure a été résolue par application du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson,

1971) à partir des facteurs de structure normalisés déduits de la mesure par diffractomètre automatique Siemens des réflexions $Cu K\alpha$. La série de Fourier, tirée

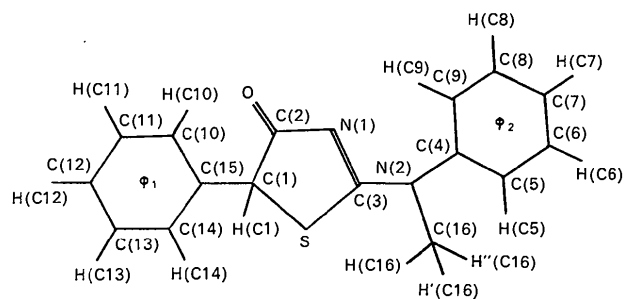


Fig. 1. Phényl méthylamino-2 phényl-5 thiazolinone-4.

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

(Les déviations standard sont notées entre parenthèses.)

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

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11} ou <i>B</i>	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
S	7722 (1)	803 (1)	3868 (1)	79 (1)	68 (1)	67 (1)	10 (1)	14 (1)	1 (1)
O	9382 (3)	-2463 (4)	4727 (3)	71 (3)	92 (4)	116 (4)	24 (3)	17 (3)	-5 (3)
N(1)	9127 (3)	-592 (4)	5726 (3)	62 (3)	88 (4)	73 (4)	7 (3)	22 (3)	3 (3)
N(2)	8562 (3)	1445 (4)	6255 (4)	70 (3)	90 (4)	70 (4)	11 (3)	21 (3)	-4 (3)
C(1)	8152 (4)	-800 (5)	3470 (4)	62 (3)	79 (5)	69 (4)	4 (3)	18 (3)	-5 (4)
C(2)	8951 (4)	-1380 (5)	4708 (5)	49 (3)	96 (6)	92 (5)	-1 (4)	25 (3)	2 (4)
C(3)	8556 (4)	527 (5)	5428 (4)	53 (3)	75 (5)	80 (5)	2 (3)	24 (3)	5 (4)
C(4)	7944 (4)	2670 (5)	5863 (4)	68 (4)	89 (5)	74 (4)	10 (4)	19 (3)	-10 (4)
C(5)	8400 (5)	3735 (6)	5451 (6)	95 (5)	95 (6)	130 (7)	-4 (5)	57 (5)	-4 (5)
C(6)	7772 (6)	4898 (6)	5040 (7)	129 (7)	90 (7)	145 (8)	-1 (5)	57 (6)	5 (6)
C(7)	6756 (5)	5000 (6)	5070 (6)	105 (6)	113 (7)	118 (7)	29 (5)	17 (5)	-8 (6)
C(8)	6322 (5)	3950 (7)	5519 (7)	80 (5)	130 (8)	163 (8)	26 (5)	28 (5)	-8 (6)
C(9)	6928 (4)	2768 (6)	5908 (6)	66 (4)	110 (7)	140 (8)	3 (4)	35 (5)	-4 (6)
C(10)	6232 (4)	-1748 (6)	2913 (5)	67 (4)	128 (7)	112 (6)	-8 (4)	37 (4)	-19 (5)
C(11)	5424 (5)	-2685 (7)	2287 (6)	72 (5)	169 (8)	141 (7)	-22 (5)	39 (5)	-13 (7)
C(12)	5636 (5)	-3653 (7)	1563 (6)	97 (5)	123 (7)	127 (7)	-26 (5)	22 (5)	-8 (6)
C(13)	6629 (5)	-3704 (6)	1461 (6)	105 (5)	90 (6)	126 (7)	-10 (5)	35 (5)	-26 (5)
C(14)	7432 (5)	-2774 (5)	2085 (5)	81 (5)	92 (6)	108 (6)	-2 (4)	36 (4)	-18 (5)
C(15)	7227 (4)	-1779 (5)	2807 (4)	57 (3)	83 (5)	68 (4)	3 (3)	18 (3)	6 (4)
C(16)	9229 (6)	1300 (8)	7580 (5)	102 (5)	153 (8)	68 (5)	27 (5)	1 (4)	-15 (5)

Tableau 1 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11} ou <i>B</i>
H(C1)	8768 (44)	-611 (56)	2949 (50)	3,1 (1,3)
H(C5)	9201 (48)	3665 (60)	5432 (52)	3,6 (1,6)
H(C6)	8163 (51)	5488 (68)	4866 (59)	4,6 (1,7)
H(C7)	6071 (58)	5908 (77)	4560 (65)	6,5 (1,6)
H(C8)	5419 (47)	3887 (59)	5557 (51)	3,6 (1,6)
H(C9)	6515 (56)	2017 (73)	6100 (63)	5,7 (1,9)
H(C10)	5955 (41)	-1136 (54)	3449 (48)	2,5 (1,5)
H(C11)	4766 (55)	-2731 (69)	2503 (61)	5,1 (1,6)
H(C12)	5000 (60)	-4239 (78)	1020 (67)	6,8 (1,6)
H(C13)	6624 (53)	-4387 (70)	721 (61)	5,2 (1,6)
H(C14)	8224 (46)	-2851 (57)	2139 (50)	3,1 (1,6)
H(C16)	9688 (57)	648 (74)	7781 (63)	5,0 (1,6)
H'(C16)	8845 (59)	1479 (77)	8198 (69)	6,4 (1,6)
H''(C16)	9774 (66)	1943 (83)	7759 (72)	6,6 (1,6)

de la séquence la plus probable après examen des 'figures de mérite', a permis le pointage des 20 atomes de S, O, N, C. Les 14 atomes d'hydrogène ont été repérés après une série-différence. Les affinements ont abaissé *R* à 0,09 pour les 2517 plans non pondérés et tels que $F_o > 3,33\sigma(F_o)$.

Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1 et la structure est illustrée par la Fig. 2, représentation stéréoscopique du contenu de la maille (ORTEP, Johnson, 1965).*

* L'ensemble des distances et des angles interatomiques et la liste des facteurs de structure sont déposés aux archives de la National Lending Library, Angleterre (Supplementary Publication No. SUP 30134). Des copies peuvent être obtenues en s'adressant à The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 2. *Principales distances interatomiques en Å*

S—C(1)	1,807 (8)
S—C(3)	1,753 (8)
C(3)—N(1)	1,312 (10)
N(1)—C(2)	1,364 (11)
C(2)—C(1)	1,540 (11)
C(2)—O	1,212 (10)
C(3)—N(2)	1,324 (10)
N(2)—C(16)	1,466 (14)
N(2)—C(4)	1,438 (11)
C(1)—C(15)	1,521 (11)

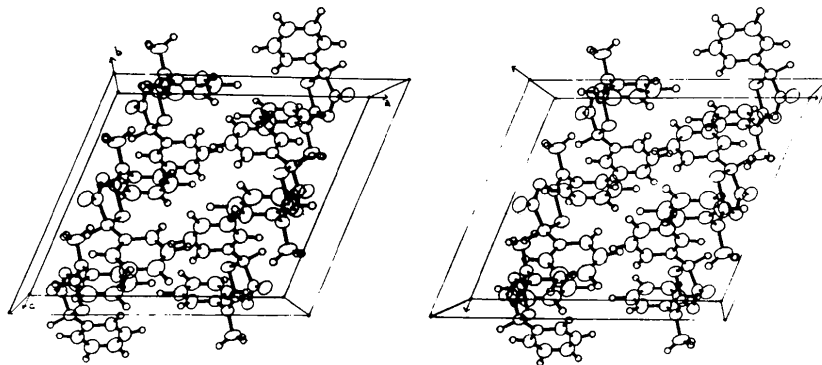


Fig. 2. Vue stéréoscopique du contenu de la maille.

Discussion. Les distances et les angles interatomiques de l'hétérocycle pentagonal et de son entourage sont groupés dans les Tableaux 2 et 3.

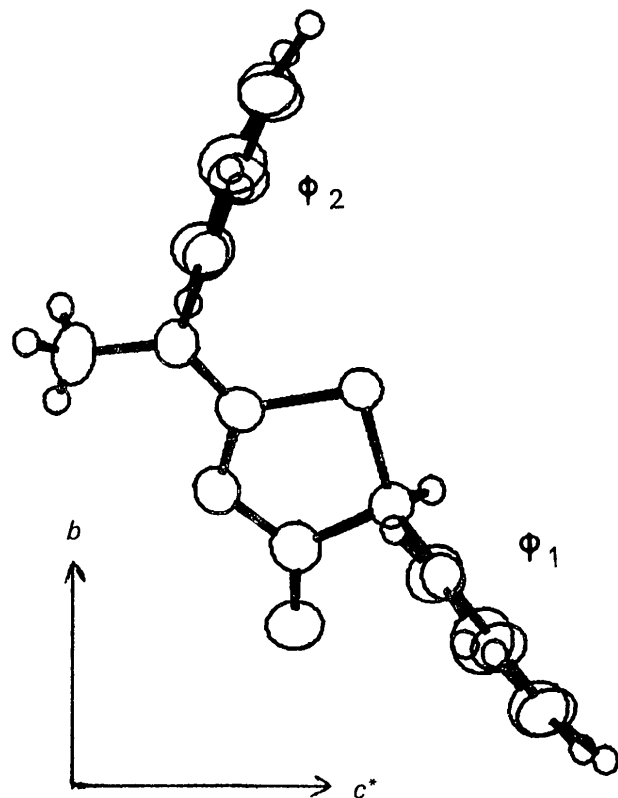


Fig. 3. Dispositions relatives des trois cycles atomiques dans la molécule.

Tableau 3. Principaux angles en degrés

C(1)—S—C(3)	89,7 (0,6)
S—C(1)—C(2)	104,9 (1,0)
S—C(1)—C(15)	115,0 (1,2)
C(2)—C(1)—C(15)	111,7 (1,3)
C(1)—C(2)—N(1)	115,5 (1,4)
C(1)—C(2)—O	119,9 (1,6)
O—C(2)—N(1)	124,6 (1,7)
C(2)—N(1)—C(3)	111,3 (1,4)
N(1)—C(3)—S	118,6 (1,3)
N(1)—C(3)—N(2)	123,1 (1,6)
N(2)—C(3)—S	118,4 (1,3)
C(3)—N(2)—C(16)	122,3 (1,7)
C(3)—N(2)—C(4)	120,3 (1,5)
C(4)—N(2)—C(16)	117,3 (1,6)

La Fig. 3, projection d'une molécule parallèlement à a (ORTEP, Johnson, 1965), rend compte de la disposition relative des 3 cycles atomiques: les cycles benzéniques φ_1 et φ_2 font entre eux un angle de 59° et respectivement avec le pentagone des angles de 70° et 85° .

Il n'y a pas de liaisons intermoléculaires fortes.

Références

- BALLY, R. & MORNON, J.-P. (1972). *C.R. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, 274, 609–611.
 BALLY, R. & MORNON, J.-P. (1972). *C.R. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, 275, 933–935.
 BALLY, R. & MORNON, J.-P. (1973). *Acta Cryst.* B29, 1160–1162.
 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.

Acta Cryst. (1973). B29, 2637

The Crystal Structure of 8-Phenyl-3,4,8-triaza-9-oxatricyclo[5,2,1,0^{2,6}]dec-3-ene

BY TONY K. BRADSHAW, E. W. DELLA AND MAX R. TAYLOR

School of Physical Sciences, The Flinders University of South Australia, Bedford Park, S.A. 5042, Australia

(Received 14 May 1973; accepted 10 July 1973)

Abstract. $C_{12}H_{13}N_3O$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.613$ (3), $b = 9.164$ (3), $c = 11.140$ (3) Å, $\beta = 117.375$ (3)°, $Z = 4$, $D_x = 1.36$, $D_m = 1.37$ (1) g cm⁻³, $\mu = 7.37$ cm⁻¹. Colourless crystals were obtained by crystallization from ether. Two-circle diffractometer data were refined to $R = 0.043$. The bridge-head angle of 92.3° is in good agreement with the gas phase value of 92° for norbornane.

Introduction. The systematic absences were $h0l$ for l odd and $0k0$ for k odd. The intensity data and unit-cell dimensions were measured on a Supper automatic two-circle equi-inclination diffractometer with nickel-

filtered Cu $K\alpha$ radiation. For each reflexion the optimum scan speed (to make the ratio $\sigma(I)/I$ for all reflexions approximately the same) was estimated from an initial fast scan. The minimum and maximum scan ranges were 1.6° and 4° in φ and the scan speeds ranged from 0.025° sec⁻¹ to 0.33° sec⁻¹. Further details of a similar diffractometer and its mode of operation are given by Freeman, Guss, Nockolds, Page & Webster (1970). One crystal, with dimensions 0.081 by 0.231 by 0.300 mm along a^* , b^* , and c^* respectively, was used to collect data from layers $k = 0-6$, and another, with dimensions 0.038 by 0.156 by 0.233 mm along a^* , b^* , and c^* respectively, to collect