

and H(43) is 2.15 Å which is less than the sum of van der Waals radii. If the conformation of the rings were the same at each molybdenum atom there would be even greater steric interference. Inspection of bond lengths and angles shows other small differences between the two halves of the molecule, some of which are significant. The mean Mo–C(C₅H₄) distances are the same, 2.28 Å for each molybdenum atom, while the Mo–Al(2) distances differ by 10σ being 3.003 (6) Å for Mo(2) and 2.944 (6) Å for Mo(1). The mean Mo–C(C₅H₅) also differ being 2.31 Å at Mo(1) and 2.27 Å at Mo(2). The corresponding angles at the two molybdenum atoms show significant differences as well, and may be caused by a small energy difference between the staggered and eclipsed conformation of the C₅H₅ and C₅H₄ rings.

We thank the University of British Columbia Computing Centre for assistance and the National Research Council of Canada for financial support.

References

- BALLHAUSEN, C. J. & DAHL, J. P. (1961). *Acta Chem. Scand.* **15**, 1333–1336.
 CORRADINI, P. & SIRIGU, A. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 601–605.
 GERLOCH, M. & MASON, R. (1965). *J. Chem. Soc.* pp. 296–304.
 GUGGENBERGER, L. J. (1973). *Inorg. Chem.* **12**, 294–301.
 HAMILTON, W. C. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 502–510.
 HOXMEIER, R., DEUBZER, B. & KAESZ, H. D. (1971). *J. Amer. Chem. Soc.* **93**, 536–537.
 HUFFMAN, J. C. & STREIB, W. E. (1971). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 911–912.
International Tables for X-ray Crystallography. (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 STORR, A. & THOMAS, B. S. (1971). *Canad. J. Chem.* **49**, 2504–2507.
 TEBBE, F. N. & GUGGENBERGER, L. J. (1973). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 227–228.

Acta Cryst. (1974). **B30**, 673

Structure Cristalline et Moléculaire du Méthyl [Hydroxy-2 phényl-2(diméthyl-2',4' phényl)-2] Ethyl Sulfoxyde

PAR D. TRANQUI, P. RICHARD ET J. VICAT

Laboratoire des Rayons X, CNRS, B. P. N° 166, Centre de Tri, 38042 Grenoble Cedex, France

ET H. FILLION

Laboratoire de Chimie et de Toxicologie, U.E.R. des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Grenoble, France

(Reçu le 18 octobre 1973, accepté le 5 novembre 1973)

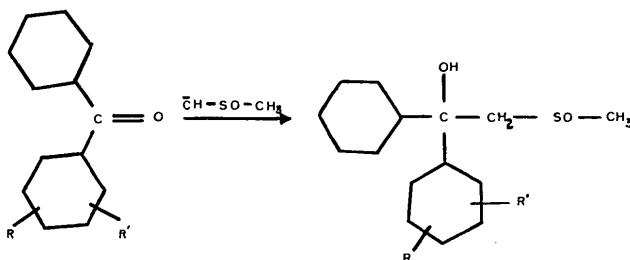
Méthyl [2-hydroxy-2-phényl-2-(2',4'-diméthylphényl)]éthyl sulphoxyde cristallise dans le monoclinique, groupe d'espace $P2_1/c$, avec quatre molécules par cellule unitaire. Les paramètres de la cellule unitaire sont $a = 7.228$, $b = 22.21$, $c = 9.618$ Å, $\beta = 84.88^\circ$. La structure a été complètement résolue par le programme *MULTAN* utilisant toutes les réflexions accessibles avec le rayonnement $\text{Cu K}\alpha$, et affinée par l'approximation diagonale bloquée et les moindres carrés à matrice complète jusqu'à un indice R conventionnel de 6%. Les longueurs de liaisons et les angles sont en accord avec les valeurs moyennes généralement observées. Les molécules sont empilées les unes contre les autres par des forces de van der Waals.

Introduction

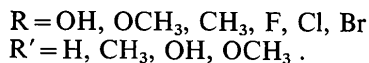
Dans une note précédente, nous avons étudié par les rayons X la structure du méthyl [phényl-2(diméthyl-3',4' phényl)-2] vinyl sulfoxyde, appelé MPVS (Tranqui & Fillion, 1972); cette étude fut entreprise à la suite de la difficulté de tirer des renseignements stéréochimiques de cette molécule à partir des spectres IR, UV et RMN. C'est pour cette même raison et dans le cadre de l'étude structurale des sulfoxydes susceptibles de présenter des activités pharmaceutiques intéressantes que nous étudions ici la structure du méthyl [hydroxy-2, phényl-2(diméthyl-2',4' phényl)-2] éthyl sulfoxyde (MHPES); rappelons aussi que le MPVS est préparé à partir de la déshydratation en milieu acide du MHPES; il est donc intéressant de comparer leurs structures avant et après la déshydratation.

Préparation chimique

Les méthyl [hydroxy-2, phényl-2(diméthyl-2',4' phényl)-2] éthyl sulfoxydes s'obtiennent en faisant réagir le carbanion méthyl sulfynyle $\bar{\text{C}}\text{H}_2\text{SOCH}_3$ sur des benzophénone substitués selon le schéma de réaction:



où R et R' désignent:



Les produits ainsi obtenus se présentent sous forme d'un mélange de diastéréoisomères que nous avons séparés par cristallisation fractionnée.

L'examen du spectre de RMN nous a permis d'identifier les deux types de diastéréoisomères A et B. La fraction (I) dont le point de fusion est le plus élevé, est constituée pratiquement par l'isomère A, la fraction (II) contient à la fois les isomères A et B. Malheureusement l'étude des spectres de RMN effectués dans le DMSO deutéré ne permet pas d'affirmer que les fractions (I) et (II) sont formées respectivement par les isomères A et B purs, par ailleurs, les déplacements chimiques des protons méthyliques et méthyléniques sont trop faibles (< 0.04 ppm) pour donner des renseignements quant à la stéréochimie de la molécule MHPES (Fillion & Boucherle, 1971).

Etude radiocristallographique

Partie expérimentale

L'échantillon utilisé est un monocristal de dimensions $0,15 \times 0,20 \times 0,30$ mm. Les intensités des 2280 réflexions indépendantes ont été mesurées sur le diffractomètre automatique AED-Siemens de l'Institut von Laue-Paul Langevin. Les réflexions au nombre de 2116 qui ne sont pas éliminées *a priori* par les tests de mesure sont corrigées du facteur de Lorentz-polarisation; aucune correction d'absorption n'a été calculée, par contre nous avons tenu compte de la diminution de la réflexion standard dans le temps; ce phénomène, déjà constaté lors de notre étude précédente, est attribué à la destruction progressive du cristal par les rayons X.

Résolution de la structure

Etude préliminaire

Les données cristallographiques du MHPES déduites des clichés pris sur les chambres de Weissenberg et de précession sont consignées dans le Tableau 1.

Tableau 1. Données cristallographiques

Formule chimique: $\text{SO}_2\text{C}_{17}\text{H}_{20}$
 Poids moléculaire: 288
 Point de fusion: 162°C
 Dimensions du cristal utilisé: $0,15 \times 0,20 \times 0,30$ mm
 Monoclinique, groupe spatial $P2_1/c$
 Dimensions de la maille: $a = 7,228 \pm 0,002 \text{ \AA}$
 $b = 22,21 \pm 0,004$
 $c = 9,618 \pm 0,003$
 $\beta = 84,88 \pm 0,19^\circ$

Z=4

$D_m = 1,26 \text{ g cm}^{-3}$

$D_c = 1,25 \text{ g cm}^{-3}$

$F(000) = 640$

La distribution des facteurs normalisés E , consignée dans le Tableau 2, confirme le groupe spatial choisi ($P2_1/c$).

Tableau 2. Répartition statistique des facteurs de structure normalisés

	Observée	Théorie
$\langle E \rangle$	0,814	0,798
$\langle E^2 \rangle$	1,030	1,0
$\langle E^2 - 1 \rangle$	0,987	0,968
$ E > 3$	0,2 %	0,3 %
$ E > 2$	3,5	5
$ E > 1$	31	32

Détermination des signes des facteurs de structures normalisés

La détermination des signes a été effectuée à l'aide du programme *MULTAN* qui, à partir de 146 facteurs de structures normalisés (Germain, Main & Woolfson, 1970) ($E > 1,40$) génère 16 ensembles de signes,

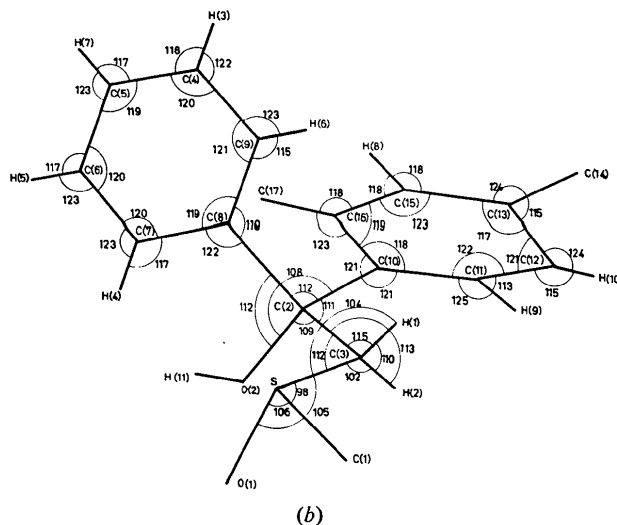
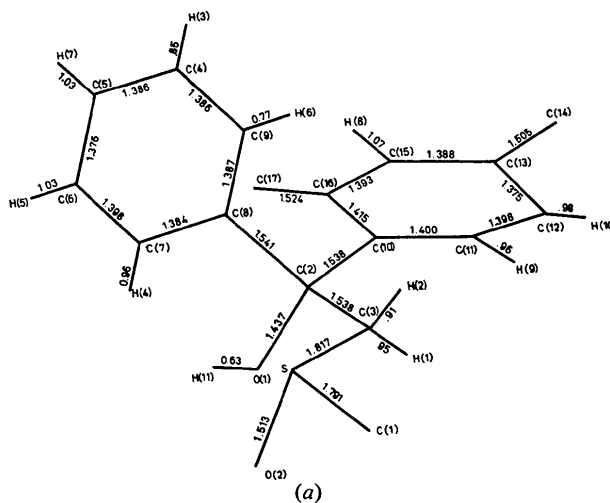


Fig. 1. Distances (a) et angles (b) intramoléculaires.

Tableau 3. Paramètres atomiques et d'agitation thermique

$T = \exp \{-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + U_{22}k^2b^{*2} + U_{33}l^2c^{*2} + 2U_{12}hka^*b^* + 2U_{13}hla^*c^* + 2U_{23}klb^*c^*)\}$. Les déviations quadratiques sont données entre parenthèses.

	$x(\sigma_x)$	$y(\sigma_y)$	$z(\sigma_z)$	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
S	0,23316 (16)	0,22540 (4)	0,44875 (10)	0,043 (6)	0,046 (5)	0,037 (5)	0,004 (5)	-0,009 (4)	-0,002 (4)
O(1)	0,33647 (53)	0,27947 (15)	0,38075 (33)	0,059 (3)	0,055 (2)	0,050 (2)	-0,005 (2)	-0,000 (2)	-0,016 (2)
O(2)	0,67155 (47)	0,22022 (13)	0,40819 (33)	0,046 (2)	0,042 (2)	0,055 (2)	-0,012 (2)	0,002 (2)	0,007 (2)
C(1)	0,07783 (70)	0,25578 (23)	0,58655 (40)	0,045 (3)	0,058 (3)	0,051 (3)	0,006 (3)	-0,001 (2)	-0,008 (2)
C(2)	0,57309 (53)	0,16905 (16)	0,46857 (38)	0,035 (3)	0,034 (2)	0,039 (2)	-0,004 (2)	-0,001 (2)	0,001 (2)
C(3)	0,39789 (59)	0,19089 (18)	0,55658 (39)	0,036 (2)	0,041 (2)	0,036 (2)	0,001 (2)	-0,005 (2)	-0,003 (2)
C(4)	0,39750 (69)	0,02802 (20)	0,29523 (50)	0,045 (3)	0,044 (2)	0,060 (3)	0,003 (2)	-0,013 (2)	-0,008 (2)
C(5)	0,39141 (74)	0,04635 (23)	0,15801 (47)	0,053 (3)	0,064 (3)	0,048 (3)	0,011 (3)	-0,014 (3)	-0,019 (2)
C(6)	0,44534 (79)	0,10389 (26)	0,11984 (45)	0,060 (4)	0,078 (4)	0,037 (2)	0,009 (3)	-0,007 (3)	-0,007 (2)
C(7)	0,50807 (73)	0,14359 (20)	0,21824 (42)	0,055 (3)	0,053 (3)	0,036 (2)	0,007 (3)	-0,002 (2)	0,001 (2)
C(8)	0,51280 (56)	0,12579 (18)	0,35577 (37)	0,031 (2)	0,041 (2)	0,034 (2)	0,004 (2)	-0,002 (2)	-0,002 (2)
C(9)	0,45647 (61)	0,06786 (18)	0,39300 (40)	0,039 (3)	0,040 (2)	0,040 (2)	0,002 (2)	-0,009 (2)	-0,001 (2)
C(10)	0,70898 (59)	0,13871 (17)	0,56103 (42)	0,035 (3)	0,038 (2)	0,040 (2)	-0,004 (2)	-0,004 (2)	-0,001 (2)
C(11)	0,67954 (65)	0,14160 (18)	0,70677 (45)	0,044 (3)	0,043 (2)	0,043 (2)	-0,001 (2)	-0,008 (2)	-0,003 (2)
C(12)	0,80815 (74)	0,11812 (21)	0,79259 (51)	0,054 (3)	0,053 (3)	0,043 (2)	-0,001 (3)	-0,011 (2)	0,001 (2)
C(13)	0,96615 (59)	0,08940 (21)	0,73660 (69)	0,046 (3)	0,049 (3)	0,059 (3)	-0,004 (2)	-0,017 (3)	0,004 (2)
C(14)	0,10578 (92)	0,06414 (80)	0,82798 (51)	0,062 (4)	0,088 (4)	0,082 (4)	0,007 (4)	-0,030 (4)	0,006 (3)
C(15)	0,99348 (66)	0,08534 (21)	0,59226 (45)	0,038 (3)	0,050 (3)	0,062 (3)	-0,001 (2)	-0,008 (2)	-0,001 (2)
C(16)	0,87222 (64)	0,10976 (19)	0,50257 (49)	0,040 (3)	0,045 (2)	0,048 (2)	-0,003 (2)	-0,001 (2)	-0,005 (2)
C(17)	0,92381 (70)	0,10452 (24)	0,3459 (66)	0,040 (3)	0,070 (3)	0,050 (3)	0,001 (2)	0,002 (2)	-0,007 (2)
H(10)	0,7787 (94)	0,1248 (31)	0,8930 (65)	4,52 (27)					
H(8)	1,1129 (94)	0,0612 (32)	0,5478 (66)	6,30 (31)					
H(7)	0,3531 (94)	0,0145 (31)	0,0878 (64)	7,15 (40)					
H(5)	0,4436 (97)	0,1146 (32)	0,0159 (66)	4,82 (34)					
H(4)	0,5638 (97)	0,1816 (30)	0,1931 (66)	6,33 (44)					
H(6)	0,4687 (94)	0,0589 (32)	0,4697 (66)	3,91 (51)					
H(3)	0,3516 (95)	-0,0063 (30)	0,3180 (64)	4,88 (40)					
H(1)	0,4186 (92)	0,2201 (31)	0,6200 (67)	6,55 (29)					
H(2)	0,3271 (95)	0,1592 (32)	0,6010 (67)	7,11 (46)					
H(9)	0,5727 (93)	0,1679 (31)	0,7575 (65)	6,11 (30)					
H(11)	0,7344 (95)	0,2205 (32)	0,3588 (66)	7,05 (29)					

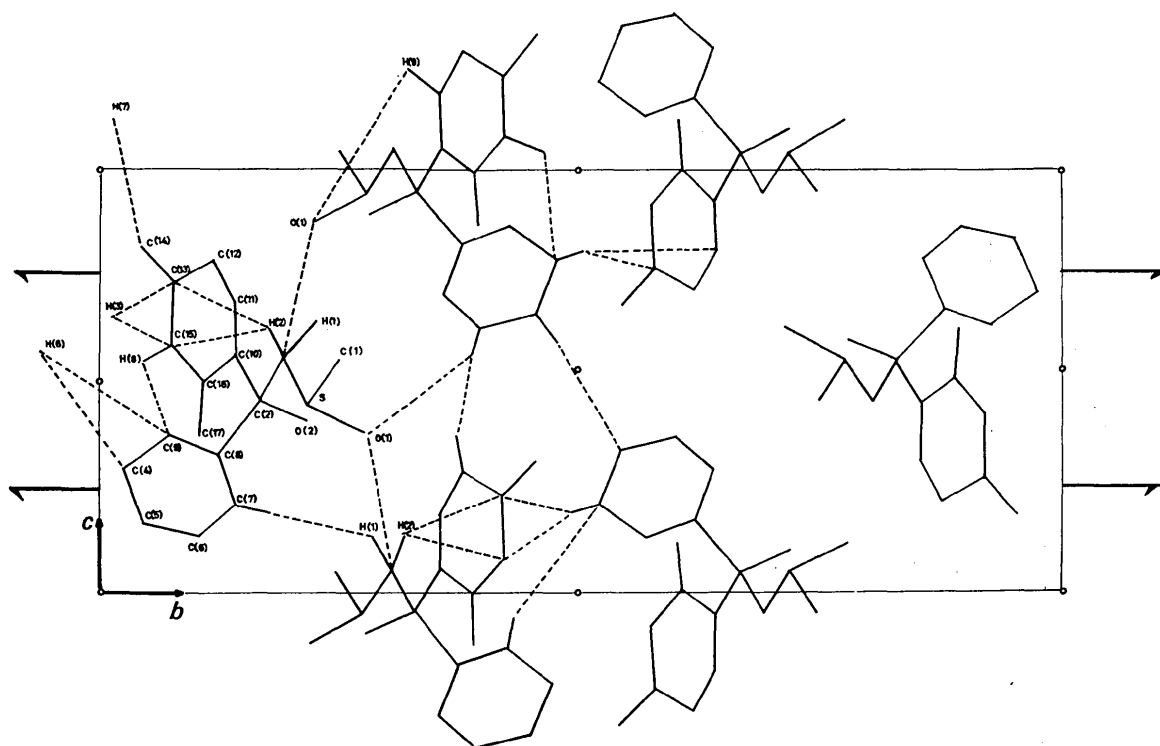


Fig. 2. Structure cristalline de MHPES, les lignes brisées représentent les liaisons intermoléculaires

dont 4 ont une grande consistance interne (figure de mérite). Nous avons effectué ainsi 4 synthèses de Fourier; l'examen de ces 4 cartes de Fourier a révélé,

soit les positions des atomes de l'unité asymétrique (sauf pour le carbone méthylique C(17) et les hydrogènes) soit les fragments de la molécule dont les em-

Tableau 4. Facteurs de structure observés et calculés

Table with columns for h, k, l, Fo, Fc, and other parameters. It lists observed and calculated structure factors for various Miller indices.

Table with columns for h, k, l, Fo, Fc, and other parameters. It lists observed and calculated structure factors for various Miller indices.

Table with columns for h, k, l, Fo, Fc, and other parameters. It lists observed and calculated structure factors for various Miller indices.

Table with columns for h, k, l, Fo, Fc, and other parameters. It lists observed and calculated structure factors for various Miller indices.

Tableau 4 (suite)

Table with multiple columns of numerical data, likely representing atomic coordinates or displacement parameters. The data is organized into several groups, with some rows starting with labels like C(10), C(11), etc. The values are small, often with several decimal places, and some are enclosed in brackets or have superscripts.

Tableau 5. Equations des plans moyens de deux groupes phényls et écarts moyens du plan de certains atomes

Groupe phényl non substitué	C(4-9)	Equation	Ecarts moyens
C(4-9)	6,669x - 7,182y - 1,215z - 2,085 = 0	C(4) 0,00590 C(5) 0,00038 C(6) 0,00676 C(7) -0,00697 C(8) 0,00078 C(9) 0,00569	
Groupe phényl substitué	C(10-13, 15-16)	3,550x + 19,341y + 0,228z + 5,325 = 0	C(10) 0,000305 C(11) -0,01230 C(12) 0,00973 C(13) 0,00242 C(15) -0,0121 C(16) 0,00922 C(14) 0,0305 C(17) 0,0551

L'angle dièdre entre ces plans = 100°

placements ne correspondent pas à la formule développée écrite plus haut.

L'affinement du modèle le plus raisonnable par la méthode des moindres carrés (à l'aide du programme CRYLSQ du X-RAY) a permis de préciser les positions atomiques et de ramener le facteur R de 0,45 à 0,20. Une synthèse de 'Fourier différence' a révélé la position de l'atome C(17). Une nouvelle synthèse de 'Fourier différence' incluant le carbone C(17) a permis de localiser les atomes d'hydrogène; les positions des atomes H(1) et H(2) reliés au carbone tétraédrique C(3) étant déterminées par des considérations stériques. Quant aux hydrogènes des 2 radicaux méthyliques leurs positions restent indéterminées dans ce travail. Une ultime série d'affinement comportant tous les atomes de la molécule, dont trois cycles sont effectués par l'approximation

diagonale et les 2 derniers cycles utilisant la 'matrice pleine', a abaissé R à 6% pour 2116 réflexions.

Description de la structure

Les paramètres de position, les coefficients d'agitation thermique U_{ij} et leurs écarts quadratiques sont consignés dans le Tableau 3, les facteurs de structures observés et calculés dans le Tableau 4.

(a) Structure de la molécule

Les Figs. 1(a) et (b) rendent compte des distances intramoléculaires de MHPES; la Fig. 2 représente la structure projetée selon l'axe a. Les atomes de carbones de 2 groupes phényls sont pratiquement planaires; les équations de leurs plans moyens et leurs écarts du plan se trouvent dans le Tableau 5. L'angle dièdre formé par les plans P1 et P2 (des groupes phényls non substitué et substitué) est égal à 100°; cet angle vaut 95° dans la molécule MPVS (Tranqui & Fillion, 1972). Cette différence notable s'explique par contrainte stérique; en effet, un angle P1P2, dans ce cas présent, plus petit que 100° amènerait le carbone méthilyque C(17) trop près de C(9) du cycle phényl non substitué.

Les distances C-C dans le cycle phényl non substitué (Tableau 6) sont pratiquement égales, elles sont comprises entre 1,376 (8) et 1,398 (7); le cycle phényl substitué présente une légère distorsion: les distances C-C dans ce groupement varient de 1,375 (7) à 1,415 (6) Å. Les deux groupes aromatiques sont reliés par l'intermédiaire du carbone tétraédrique C(2); les deux distances de liaison C(2)-C(8) et C(2)-C(10) sont respectivement 1,541 (5) et 1,538 (6) Å, soit pratiquement la valeur répertoriée par Sutton (1965) pour le type de liaison $C_{sp3}-C_{sp3} = 1,537$ Å. Le carbone C(2)

est aussi relié d'une part au groupement OH avec $C(2)-O(2) = 1,436 (5) \text{ \AA}$, et d'autre part au carbone C(3) du groupement sulfoxyde avec une distance $C(2)-C(3) = 1,538 (6)$, la distance C-C correspondante dans le MPVS est égale à 1,390 (Tranqui & Fillion, 1972),

cette différence notable montre que la déshydratation a modifié la nature de certaines liaisons dans la molécule.

Le groupement sulfoxyde est relié au reste de la molécule par le carbone C(3), la distance $S-C(3) = 1,817 (4)$ est sensiblement plus élevée que celle observée

Tableau 6. Longueurs et angles de liaison intramoléculaires

(a) Longueurs de liaison

Distances C-C dans
le groupe phényl
non substitué

C(4)-C(5)	1,386 (6)
C(5)-C(6)	1,376 (8)
C(6)-C(7)	1,398 (7)
C(7)-C(8)	1,384 (5)
C(8)-C(9)	1,387 (6)
C(4)-C(9)	1,386 (6)

Dans le groupe éthyl

C(2)-C(3)	1,538 (6)
C(2)-C(8)	1,541 (5)
C(2)-C(10)	1,538 (6)
C(2)-O(2)	1,436 (5)

Distances C-H

C(4)-H(3)	0,853 (66)
C(5)-H(7)	1,031 (68)
C(6)-H(5)	1,029 (62)
C(7)-H(4)	0,957 (66)
C(8)-H(6)	0,777 (65)
O(2)-H(11)	0,627 (63)

Distances C-C dans
le groupe phényl
substitué

C(10)-C(11)	1,400 (6)
C(11)-C(12)	1,398 (7)
C(12)-C(13)	1,375 (7)
C(13)-C(14)	1,505 (9)
C(13)-C(15)	1,388 (7)
C(15)-C(16)	1,393 (7)
C(16)-C(17)	1,524 (6)

Dans le groupe sulfoxyde

S-C(1)	1,791 (5)
S-C(3)	1,817 (4)
S-O(1)	1,513 (3)

C(11)-H(9)	0,958 (65)
C(12)-H(10)	0,982 (62)
C(15)-H(8)	1,072 (68)
C(3)-H(1)	0,914 (67)
C(3)-H(2)	0,948 (68)

(b) Angles de liaison

Groupe phényl
non substitué

C(5)-C(4)-C(9)	119,72 (0,42)
C(5)-C(4)-H(3)	117,60 (4,30)
C(9)-C(4)-H(3)	122,33 (5,15)
C(4)-C(5)-C(6)	119,64 (0,45)
C(4)-C(5)-H(7)	117,12 (3,67)
C(6)-C(5)-H(7)	123,14 (3,64)
C(7)-C(8)-C(9)	118,69 (0,37)
C(2)-C(8)-C(9)	119,45 (0,32)
C(2)-C(8)-C(7)	121,84 (0,35)

Groupe phényl
substitué

C(2)-C(10)-C(11)	120,72 (0,35)
C(2)-C(10)-C(16)	121,47 (0,34)
C(11)-C(10)-C(16)	117,73 (0,39)
C(10)-C(11)-C(12)	121,62 (0,39)
H(9)-C(11)-C(10)	124,94 (3,98)
H(9)-C(11)-C(12)	113,44 (3,98)
C(13)-C(15)-C(16)	123,56 (0,42)
H(8)-C(15)-C(13)	117,94 (3,52)
H(8)-C(15)-C(16)	118,49 (3,53)

Groupe anyl,
éthyl, sulfoxyde

C(3)-C(2)-C(10)	110,92 (0,30)
C(3)-C(2)-C(8)	108,27 (0,33)
C(3)-C(2)-O(2)	109,09 (0,29)
O(2)-C(2)-C(10)	105,16 (0,32)
O(2)-C(2)-C(8)	111,71 (0,30)
C(8)-C(2)-C(10)	111,67 (0,30)
C(2)-O(2)-H(11)	128,01 (6,37)
C(2)-C(3)-S	111,61 (0,26)

C(5)-C(6)-C(7)	120,41 (0,41)
C(5)-C(6)-H(5)	116,57 (3,93)
C(7)-C(6)-H(5)	122,94 (3,93)
C(6)-C(7)-C(8)	120,26 (0,41)
C(6)-C(7)-H(4)	122,71 (3,92)
C(8)-C(7)-H(4)	116,55 (3,95)
C(4)-C(9)-C(8)	121,21 (0,37)
C(4)-C(9)-N(6)	123,33 (5,15)
C(8)-C(9)-H(6)	115,25 (5,16)

C(11)-C(12)-C(13)	120,97 (0,40)
H(10)-C(12)-C(11)	115,30 (4,05)
H(10)-C(12)-C(13)	123,71 (4,05)
C(12)-C(13)-C(15)	117,45 (0,45)
H(14)-C(13)-C(12)	121,40 (0,45)
H(14)-C(13)-C(15)	121,14 (0,45)
C(10)-C(16)-C(15)	118,62 (0,39)
C(10)-C(16)-C(17)	123,31 (0,40)
C(15)-C(16)-C(17)	118,06 (0,40)

S-C(3)-H(1)	103,66 (4,34)
C(2)-C(3)-H(2)	113,48 (4,08)
C(2)-C(3)-H(1)	114,59 (4,23)
S-C(3)-H(2)	102,45 (4,24)
H(2)-C(3)-H(1)	109,95 (5,66)
O(1)-S-C(1)	106,18 (0,21)
O(1)-S-C(3)	104,62 (0,20)
C(1)-S-C(3)	97,82 (0,20)

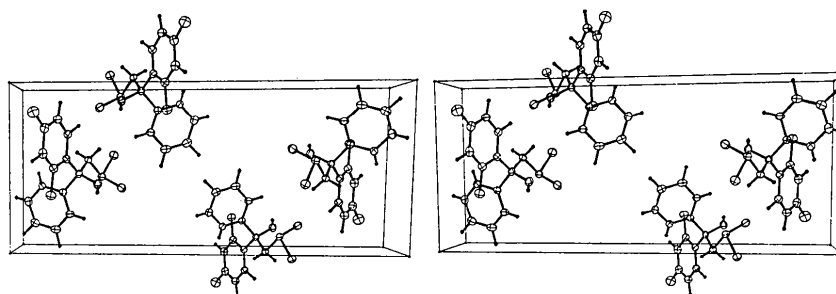


Fig. 3. Stéréogramme de la structure de MHPES dessiné par le programme *ORTEP*. Les ellipsoïdes de vibration thermique correspondent à une probabilité de 50 %

lors de notre étude précédente (1,722 Å); les longueurs S-O(1) et S-C(1) valent respectivement 1,513 (3) et 1,791 (5) Å. Les quatre atomes [S, C(1), C(2), O(1)] forment une pyramide dont les valeurs des angles de liaisons C-S-O et C-S-C sont consignées dans le Tableau 7 à titre de comparaison avec les valeurs trouvées par d'autres auteurs.

Tableau 7. Valeurs des angles C-S-O et C-S-C dans le groupe sulfoxyde

	Angles C-S-O	Angles C-S-C
Méthyl-L-cysteine sulfoxyde (Hine, 1962)	107°	
Méthyl <i>p</i> -tolyl sulfoxyde (De la Camp & Hope, 1970)	105	97°
MPVS (Tranqui & Fillion, 1972)	103 104	96
MHPES (cas présent)	104 106	98

(b) Cohésion cristalline

La Fig. 3 réalisée par le programme *ORTEP* montre la disposition des quatre molécules dans la maille. Le Tableau 8 rend compte des distances intermoléculaires: le premier atome appartient à la même molécule dont les coordonnées sont consignées dans le Tableau 3. le deuxième atome est affecté du symbole (*S abc*) indiquant qu'il fait partie de la molécule générée par l'élément de symétrie *S* et translatée dans l'une des 3 directions cristallographiques *a*, *b* ou *c*.

Les contacts de van der Waals intervenant entre les atomes (C-C), (C-O) et (C-H) assurent ainsi la cohésion cristalline. Les liaisons de types C-H sont particulièrement nombreuses et fortes si on considère que les rayons de van der Waals du carbone et de l'hydrogène sont de l'ordre 2,0 et 1,2 Å (Pauling, 1965).

Conclusion

Cette étude, comme celle de la précédente communication, a permis, d'une part, de déterminer par les rayons

Tableau 8. Distances de contact type van der Waals (distances-intermoléculaires)

		Symétrie	Translation
O(1)—H(5)	2,846 (69)	C	
O(1)—C(3)	3,183 (5)	C	
C(4)—H(6)	3,188 (68)	I	
C(5)—H(7)	3,170 (63)	I	
C(6)—H(10)	3,137 (63)	I	
C(7)—H(1)	3,251 (68)	C	
C(9)—H(8)	2,783 (66)		<i>a</i> , 0, 0
C(11)—H(3)	3,023 (66)	I	
C(13)—H(3)	3,028 (69)	I	
C(13)—H(2)	3,210 (67)		<i>a</i> , 0, 0
C(15)—H(2)	2,924 (70)		<i>a</i> , 0, 0
C(15)—H(3)	3,108 (67)	I	
C(14)—H(2)	3,341 (66)		<i>a</i> , 0, 0
C(14)—H(5)	3,358 (69)		<i>a</i> , 0, <i>c</i>
C(14)—H(7)	3,384 (68)		<i>a</i> , 0, <i>c</i>

X la configuration chimique de la molécule alors que les techniques de la RMN n'ont pu y parvenir et, d'autre part, de comparer la nature des liaisons intramoléculaires avant (MHPES) et après la déshydratation de la molécule.

Les auteurs tiennent à remercier M. E. F. Bertaut pour son encouragement constant au cours de ce travail.

Références

- DE LA CAMP, U. & HOPE, H. (1970). *Acta Cryst.* **26**, 846-853.
- FILLION, H. & BOUCHERLE, A. (1971). *Bull. Soc. Chem. Fr.* pp. 3674-3678.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274-285.
- HINE, R. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 635-641.
- PAULING, L. (1965). *The Nature of the Chemical Bond*. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. London: The Chemical Society.
- TRANQUI, D. & FILLION, H. (1972). *Acta Cryst.* **28**, 3306-3315.