

concerne leur squelette commun. On y relève cependant deux liaisons très différentes:

	C(16)–C(17)	C(19)–C(20)
(I)	1,548 Å	1,498 Å
(II)	1,487	1,547.

La Fig. 2 donne une vue stéréoscopique de la molécule (Johnson, 1965).

Le cycle *E* qui a une conformation bateau dans la structure (II) possède ici une conformation chaise. Cette conformation chaise est à rapprocher des résultats de Hoge & Nordman (1974).

Les liaisons simples C–C, si l'on exclut celles adjacentes à la double liaison C(12)=C(13), ont pour la plupart des valeurs comprises entre 1,51 et 1,56 Å. Certaines liaisons C–C ont des valeurs anormalement faibles de 1,48 à 1,50 Å. Nous pensons que la mauvaise qualité du cristal peut en être responsable, ce qui par ailleurs justifie que nous ayons dû arrêter l'affinement à une valeur aussi élevée. Les liaisons simples impliquant les carbones C(12) et C(13) sont plus courtes que la moyenne des liaisons, comme l'on peut s'y attendre (Bartell & Bonham, 1960).

Nous remercions: la direction de l'OCM à Abidjan qui nous a permis d'effectuer tous les calculs sur ses ordinateurs IBM 370-145; M Comeau du Laboratoire

de Chimie Organique qui a extrait ce composé et soumis ce problème; et le Laboratoire de Cristallographie de Montpellier (France) qui nous a permis d'exécuter les mesures d'intensité.

L'un d'entre nous (JPD) remercie le Fonds National de la Recherche Scientifique pour le mandat dont il a bénéficié.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 System. National Research Council, Ottawa, Canada.
- BARTELL, L. S. & BONHAM, R. A. (1960). *J. Chem. Phys.* **32**, 824–826.
- BRAUN, P. B., HORNSTRA, J. & LEENHOUTS, J. I. (1969). *Philips Res. Rep.* **24**, 85–118.
- COMEAU, L. C., DRUET, D. & BRAUN, J. A. (1974). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 2643–2646.
- HOGUE, R. & NORDMAN, C. E. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1435–1440.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- ROQUES, R., COMEAU, L., FOURME, R., KAHN, R. & ANDRE, D. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1682–1687.
- ROQUES, R., DRUET, D. & COMEAU, L. C. (1978). **B34**, 1634–1639.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 2370–2372

Oxalate de *N*-(Diéthylammonio-3 propyl) Méthylamino-2 Chloro-4 Diphénylsulfure*

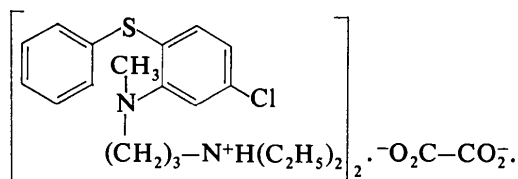
PAR PIERRE MARSAU

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 33405 Talence, France

(Reçu le 19 janvier 1978, accepté le 16 mars 1978)

Abstract. $(C_{20}H_{28}ClN_2)^+(C_2O_4)^{2-} \cdot C_2H_2O_4$, triclinic, $P\bar{1}$, $Z = 1$, $a = 12.163$ (5), $b = 14.936$ (5), $c = 7.820$ (3) Å, $\alpha = 65.61$ (8), $\beta = 64.94$ (8), $\gamma = 81.11$ (8)°, $R = 0.066$, 3456 observed reflexions. The angle between the two ring planes is 88.2°.

Introduction. La formule développée du composé étudié est:



* Dérivés de l'Amino-2 Diphénylsulfure. IV.

Dans la nomenclature des dérivés de l'amino diphénylsulfure, analogues aux phénothiazines, mais à noyaux non condensés, ce composé s'appelle CB13. Ces composés ont été synthétisés au Laboratoire de Pharmacie Chimique, UER de Pharmacie, Lille, France. Un méthyle substitué sur l'azote en position 2 [atome N(10)] provoque un encombrement stérique obligeant la molécule à prendre une conformation différente de celle des dérivés précédemment étudiés (Marsau & Cotrait, 1976a,b; Marsau, 1977). Cette différence est par ailleurs étudiée en relation avec les propriétés pharmacodynamiques.

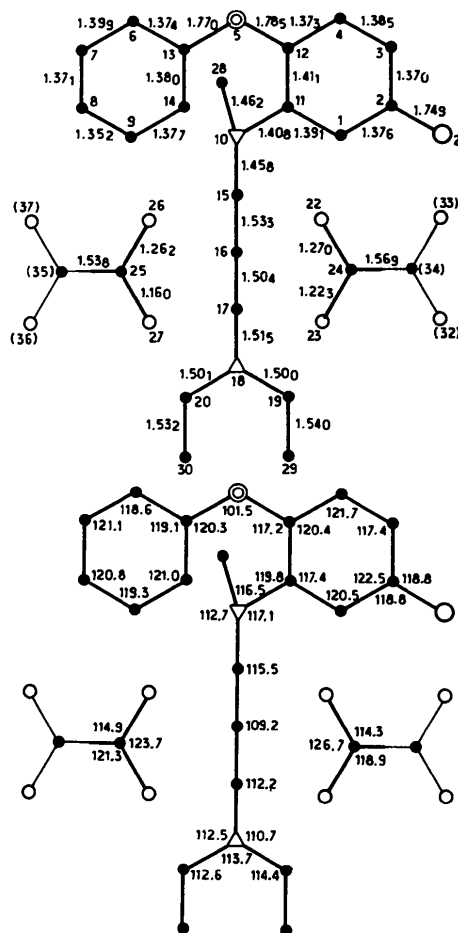
D'une manière générale avec ce type de composés, il est difficile d'obtenir des cristaux de bonne qualité pour une étude cristallographique précise. Le cristal de CB13 utilisé est une plaquette de 0,3 × 0,3 × 0,05 mm

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$)

Les σ moyens sur les positions des atomes d'hydrogène sont
 $\sigma_x = 4, \sigma_y = 4, \sigma_z = 6$ ($\times 10^3$).

	x	y	z
C(1)	6282 (3)	3391 (3)	9770 (6)
Cl(21)	4389 (1)	4346 (1)	8924 (2)
C(2)	5888 (3)	3949 (3)	8242 (7)
C(3)	6620 (4)	4196 (3)	6207 (7)
C(4)	7809 (4)	3890 (3)	5715 (6)
S(5)	9819 (1)	3106 (1)	6582 (2)
C(6)	10979 (4)	4335 (3)	2568 (7)
C(7)	11390 (4)	4579 (4)	463 (7)
C(8)	11203 (4)	3966 (4)	-254 (7)
C(9)	10637 (4)	3082 (4)	1041 (7)
N(10)	7928 (3)	2515 (2)	10791 (5)
C(11)	7470 (3)	3067 (3)	9289 (6)
C(12)	8245 (3)	3357 (3)	7196 (6)
C(13)	10386 (3)	3445 (3)	3900 (6)
C(14)	10230 (3)	2820 (3)	3121 (7)
C(28)	7293 (4)	2593 (3)	12781 (6)
C(15)	8291 (3)	1514 (3)	10967 (6)
C(16)	7250 (3)	752 (3)	12097 (6)
C(17)	7762 (3)	-232 (3)	12099 (5)
N(18)	6777 (2)	-1012 (2)	13077 (4)
C(19)	7271 (4)	-1877 (3)	12498 (7)
C(29)	6279 (5)	-2648 (4)	13291 (9)
C(20)	6115 (3)	-1283 (3)	15345 (6)
C(30)	6864 (5)	-1869 (4)	16591 (7)
O(22)	6578 (2)	-86 (2)	9065 (4)
O(23)	5366 (2)	439 (2)	7378 (4)
C(24)	5554 (3)	110 (3)	8942 (5)
C(25)	9443 (3)	-44 (3)	5991 (5)
O(26)	8451 (2)	189 (3)	5780 (4)
O(27)	9527 (3)	-322 (5)	7545 (5)
H(101)	5778	3238	11158
H(103)	6362	4598	5095
H(104)	8354	4075	4193
H(106)	11088	4741	3087
H(107)	11709	5250	-576
H(108)	11480	4097	-1718
H(109)	10470	2579	529
H(114)	9862	2140	4092
H(115)	8711	1542	9433
H(215)	8875	1292	11656
H(116)	6773	677	13631
H(216)	6737	971	11215
H(117)	8236	-214	10600
H(217)	8292	-481	12872
H(119)	7718	-1572	10863
H(219)	7947	-2193	13106
H(120)	5886	-608	15432
H(220)	5339	-1700	15777
H(281)	6992	3293	12615
H(282)	6602	2134	13667
H(283)	7787	2426	13528

obtenue par évaporation lente à partir d'une solution dans l'acétone. Les angles θ, χ, ϕ , de 11 réflexions, mesurés au diffractomètre automatique, ont permis d'obtenir les paramètres de la maille cristalline. La structure a été résolue par la méthode de la multi-solution à partir de 207 facteurs normalisés E supérieurs à 1,5. L'anion oxalate ainsi que les méthyles C(29), C(30) et C(28) étaient, soit absents, soit définis de façon multiple sur la carte de Fourier obtenue au

Fig. 1. Longueurs de liaison (Å) et angles de valence ($^{\circ}$).

moyen de l'ensemble de départ. Les atomes d'hydrogène ont été placés à partir des cartes de Fourier, y compris ceux du méthyle C(28), et leurs paramètres affinés. Par contre, les hydrogènes des méthyles C(29) et C(30), affectés d'une agitation thermique importante, n'ont pu être précisés; il en est de même pour ceux des groupements COOH dans les anions oxalates. Le Tableau 1 fournit l'ensemble des paramètres atomiques. Le facteur d'accord R est égal à 0,066.*

Discussion. Les distances interatomiques et les angles de liaison sont représentés sur la Fig. 1. L'écart type est en moyenne de 0,008 Å (0,007 Å pour les distances S—C et C—Cl). On notera la dissymétrie de la liaison

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 33471: 21 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

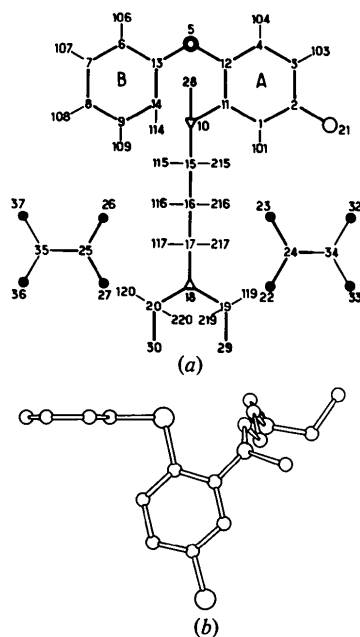
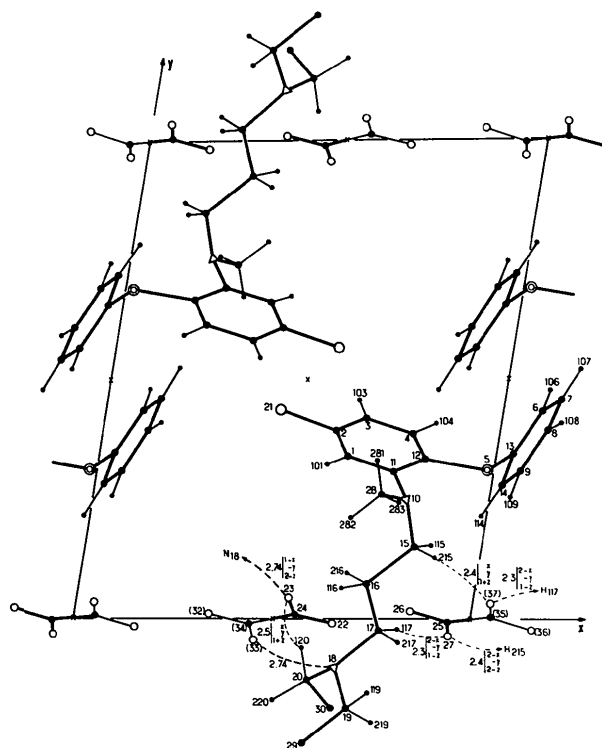


Fig. 2. Configuration de la molécule.

S—C et la liaison C(24)—C(34) (1,569 Å) de l'un des oxalates. Cette liaison apparemment très longue est, en fait, en accord avec des résultats précédemment publiés (Haas, 1964; Hodgson & Ibers, 1969; Dusausoy, Protas, Mutin & Watelle, 1970). Le groupement C(34)—C(24) possède des caractéristiques voisines de $(C_2O_4)^{2-}$; en effet cet anion présente une dissymétrie bien moins prononcée que C(25)—O(35), lequel constitue une molécule d'acide oxalique non déprotoné. Cette différence est en accord avec les rôles respectifs que jouent ces deux groupements dans la cohésion cristalline.

L'angle entre les plans des cycles *A* et *B* (Fig. 2) est de $88,2^\circ$ mais, surtout, les positions relatives des cycles et de la chaîne sont très différentes de celles rencontrées pour les molécules précédemment étudiées [Marsau & Cotrait (1976*a,b*); Marsau (1977)]; la Fig. 2(*b*) étant réalisée de manière à ce que le cycle *B* soit toujours représenté dans la même position dans les différentes études réalisées]. L'atome de soufre se trouve situé à une distance de 0,3 Å du plan du cycle *A*.

La Fig. 3 fournit la projection de la structure le long de l'axe Oz . Notons tout d'abord que l'ion oxalate centrosymétrique se trouve placé sur le centre de symétrie du groupe; un anion oxalate est lié spécifiquement à deux molécules de CB13 par deux liaisons du type coulombien au niveau des groupes diéthylammonium, $-N^+H(C_2H_5)_2$, plus longues que dans le cas des composés précédemment étudiés (2,67 Å), l'encombrement des éthyles gênant l'approche du site N^+ .

Fig. 3. Projection de la structure le long de l'axe Oz .

La cohésion cristalline s'organise naturellement autour de l'anion oxalate; en effet, on note, en outre (Fig. 3), une distance $O(23) \cdots H(120) = 2,5$ Å avec la molécule CB13 translaturée de *c*. Le second groupement oxalique, non déprotoné, est en contact étroit (2,4 et 2,3 Å) avec les atomes d'hydrogène H(215) et H(117) de la chaîne aminoalkyle des molécules voisines (centrosymétriques). Il convient enfin de remarquer l'absence de forces de dispersion (ou de van der Waals), entre noyaux, par exemple. La symétrie $P\bar{1}$ avec des angles α et β voisins de 65° fait qu'une zone où prédominent les forces coulombiennes se superpose quasiment à une zone hydrophobe par translation *c*.

Références

- DUSAUSOY, Y., PROTAS, J., MUTIN, J. C. & WATELLE, G. (1970). *Acta Cryst.* B26, 1567–1574.
 HAAS, D. J. (1964). *Acta Cryst.* 17, 1515–1516.
 HODGSON, D. L. & IBERS, J. A. (1969). *Acta Cryst.* B25, 469–477.
 MARSAU, P. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2897–2899.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976*a*). *Acta Cryst.* B32, 3135–3137.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976*b*). *Acta Cryst.* B32, 3138–3140.