

close contacts, the molecular packing being due to van der Waals forces only.

We thank Dr A. D. Woolhouse for supplying the crystals.

References

DESIDERATO, R., TERRY, J. C., FREEMAN, G. R. & LEVY, H. A. (1971). *Acta Cryst.* B27, 2443–2447.
FIELD, G. F. & STERNBACH, L. H. (1968). *J. Org. Chem.* 33, 4438–4440.

GOLIČ, L., KAUČIČ, V., STANOVNIK, B. & TIŠLER, M. (1975). *Tetrahedron Lett.* pp. 4301–4304.
HUISZON, C. (1976). *Acta Cryst.* B32, 998–1003.
KEANA, J. F. W., NORTON, R. S., MORELLO, M., VAN ENGEN, D. & CLARDY, J. (1978). *J. Am. Chem. Soc.* 100, 934–937.
REES, C. W., SOMANATHAN, R., STORR, R. C. & WOOLHOUSE, A. D. (1975). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 740–741.
SHIRO, M., YAMAKAWA, M. & KUBOTA, T. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1549–1556.

Acta Cryst. (1979). B35, 2278–2280

Oxalate de *N*-(Diméthylammonio-3 propyl) Amino-2 Dichloro-4,4' Diphénylsulfure*

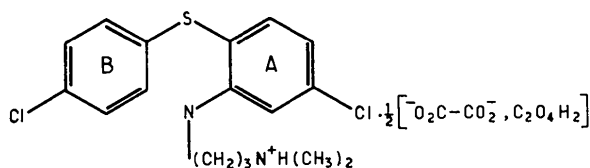
PAR P. MARSAU, M. COTRAIT ET F. LEROY

Laboratoire de Cristallographie associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 15 décembre 1978, accepté le 4 juin 1979)

Abstract. $(C_{17}H_{21}Cl_2N_2S)^+(C_2O_4)^{2-} \cdot C_2H_2O_4$, triclinic, $P\bar{1}$, $Z = 1$, $a = 8.732(4)$, $b = 13.334(5)$, $c = 11.245(5)$ Å, $\alpha = 64.95(8)$, $\beta = 68.45(8)$, $\gamma = 89.97(8)^\circ$, $R = 0.061$ for 3340 observed reflexions. The angle between the two ring planes is $99.0(8)^\circ$. The aminoaliphatic chain lies approximately in the *A*-ring plane.

Introduction. La formule développée du composé étudié est:



Ce composé, comme tous les homologues étudiés précédemment, a été synthétisé au Laboratoire de Pharmacie Chimique, UER de Pharmacie, Lille, France (Professeur M. Debaert); dans la nomenclature de ces composés il est référencé CB30. Rappelons que ces molécules peuvent être considérées comme des phénothiazines dont l'hétérocycle central serait ouvert. On retrouve ici essentiellement le motif de la chlorpromazine mais un deuxième atome de chlore a été substitué sur le cycle *B*. Le cristal de CB30 utilisé

est une plaquette de $0,3 \times 0,3 \times 0,1$ mm obtenue par évaporation lente d'une solution à chaud dans un mélange eau-méthanol. Les angles θ , χ et φ de 14 réflexions, mesurés au diffractomètre Siemens, ont permis d'obtenir les paramètres de la maille cristalline (affinement par moindres carrés). La structure a été résolue au moyen du programme *SIR* (Busetta, 1979), à partir de 223 facteurs normalisés avec $E > 1,5$. La molécule de CB30 est apparue sans ambiguïté sur les cartes de Fourier (associée à quelques pics parasites) tandis que l'acide oxalique et l'anion oxalate, tous deux en position particulière, sur un centre de symétrie, pouvaient être définis de multiples façons. Les atomes d'hydrogène ont tous été placés à partir des cartes de Fourier à l'exception de la molécule d'acide oxalique. Le Tableau 1 fournit l'ensemble des coordonnées atomiques et facteurs isotropes d'agitation thermique.† Il n'a pas été utilisé de schéma de pondération.

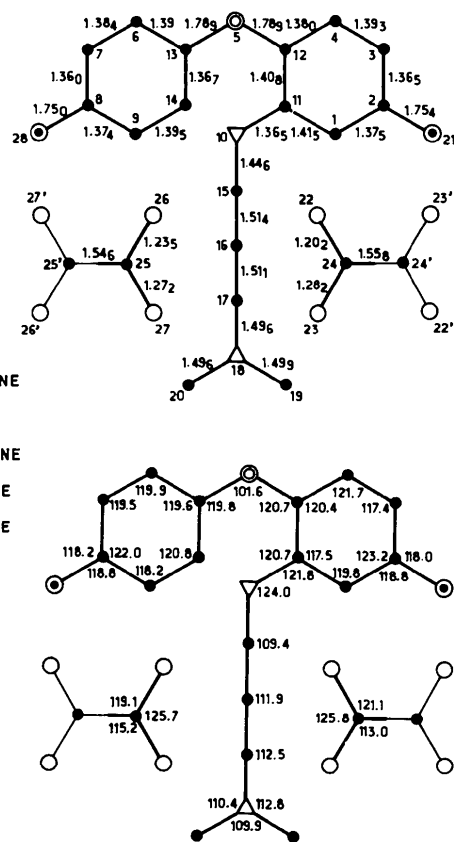
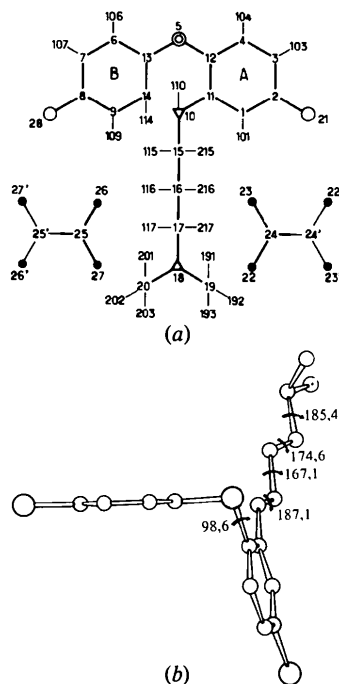
Discussion. Les distances interatomiques et les angles de liaison sont représentés sur la Fig. 1. L'écart-type est en moyenne de 0,008 Å (0,007 Å pour les distances S—C et S—Cl) et $0,4^\circ$ pour les angles. La liaison S—C est parfaitement symétrique ce qui n'est pas habituel

† 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 34453: 26 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.

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

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$; pour H $\times 10^3$)

	x	y	z	B_{iso} (Å^2)
C(1)	2839 (5)	5493 (3)	5776 (4)	4,2
C(2)	3059 (5)	6581 (3)	5581 (4)	4,1
C(3)	2984 (5)	7482 (3)	4434 (5)	4,6
C(4)	2664 (5)	7271 (3)	3427 (4)	4,4
S(5)	1999 (1)	5994 (1)	2246 (1)	4,6
C(6)	5259 (6)	5673 (4)	1160 (5)	5,9
C(7)	6825 (6)	5897 (4)	74 (5)	6,0
C(8)	7165 (5)	6728 (3)	-1267 (4)	4,4
C(9)	6006 (6)	7371 (4)	-1581 (4)	5,0
N(10)	2312 (5)	4206 (3)	4899 (4)	5,0
C(11)	2514 (4)	5270 (3)	4760 (4)	4,0
C(12)	2442 (5)	6195 (3)	3569 (4)	4,1
C(13)	4055 (5)	6303 (3)	874 (4)	4,2
C(14)	4432 (5)	7144 (3)	-479 (5)	4,9
C(15)	2141 (5)	3200 (3)	6173 (4)	4,3
C(16)	1720 (5)	2174 (3)	6018 (4)	4,2
C(17)	1145 (4)	1112 (3)	7426 (4)	3,5
N(18)	881 (3)	78 (2)	7261 (3)	3,0
C(19)	-457 (4)	76 (3)	6726 (4)	4,0
C(20)	473 (5)	-954 (3)	8652 (4)	4,3
Cl(21)	3475 (2)	6833 (1)	6852 (1)	5,4
O(22)	3044 (3)	-218 (3)	9987 (3)	6,5
O(23)	5561 (3)	-12 (2)	8353 (3)	4,0
C(24)	4546 (4)	-67 (3)	9550 (4)	3,4
C(25)	4638 (4)	56 (3)	4447 (3)	2,8
O(26)	3139 (3)	105 (2)	4745 (3)	3,8
O(27)	5681 (3)	85 (2)	3286 (2)	3,8
Cl(28)	9129 (1)	6981 (1)	-2646 (1)	5,8
H(109)	632 (6)	800 (4)	-261 (5)	7,3
H(107)	761 (6)	545 (4)	25 (5)	8,3
H(106)	496 (6)	501 (4)	215 (5)	7,0
H(114)	361 (6)	764 (4)	-64 (5)	7,0
H(104)	260 (5)	788 (3)	260 (4)	4,7
H(103)	312 (5)	821 (3)	435 (4)	5,0
H(101)	287 (5)	489 (3)	659 (4)	5,4
H(110)	203 (6)	414 (4)	427 (5)	6,9
H(115)	316 (5)	318 (3)	642 (4)	4,8
H(215)	119 (5)	314 (3)	710 (4)	5,0
H(116)	82 (5)	232 (3)	571 (4)	5,9
H(216)	267 (5)	208 (3)	537 (4)	5,8
H(117)	196 (5)	104 (3)	782 (4)	5,1
H(217)	14 (4)	115 (3)	807 (4)	4,3
H(191)	-52 (5)	-59 (3)	672 (4)	5,0
H(192)	-20 (4)	74 (3)	584 (4)	4,4
H(193)	-143 (6)	8 (4)	734 (5)	7,0
H(201)	41 (5)	-159 (3)	843 (4)	5,1
H(202)	-66 (4)	-95 (3)	934 (4)	4,4
H(203)	137 (4)	-89 (3)	901 (4)	4,4


 Fig. 1. Longueurs de liaisons (Å) et angles de valence ($^\circ$).

 Fig. 2. (a) Configuration de la molécule avec (b) angles de torsion ($^\circ$) (écart-type sur les angles: 1,2 $^\circ$).

dans ce genre de composés (Marsau & Cotrait, 1976a, b; Marsau, 1978) sauf pour l'un d'entre eux, CB34 (Marsau, 1977), qui précisément comportait déjà deux substituants chlore en position 4 et 2'. On notera les liaisons C(24)–C(24') (1,558 Å) et C(25)–C(25') (1,546 Å) comparables à des résultats préalablement publiés (Haas, 1964; Hodgson & Ibers, 1969; Dusausoy, Protas, Mutin & Watelle, 1970; Marsau, 1978). Les longueurs de liaisons C(24)–O(22) et

C(24)—O(23) sont proches de celles connues pour le groupement —COOH (1,20 et 1,30 Å) tandis que les longueurs de liaisons C(25)—O(26) et C(25)—O(27) s'apparentent à celles du groupement COO⁻; les entités correspondantes doivent donc être attribuées respectivement à l'acide oxalique C₂H₂O₄ et à l'ion oxalate C₂O₄²⁻.

L'anion centrosymétrique engage deux liaisons de type coulombien avec deux molécules de CB30 au niveau des groupes diméthylammonium —N⁺H(CH₃)₂.

Soulignons que la distance N⁺(18)—O⁻(27) est nettement plus longue que dans des composés analogues précédemment étudiés (2,67 Å en moyenne avec des groupements diméthylammonium et 2,74 Å avec des diéthylammonium dont l'encombrement est pourtant susceptible de gêner l'approche du site N⁺).

En ce qui concerne l'acide oxalique seul l'oxygène O(23) se trouve au contact d'un méthyle terminal de CB30.

L'angle entre les plans des cycles *A* et *B* (Fig. 2) est de 99,0 (8)°. L'atome de soufre S(5) est peu déporté hors des plans des cycles *A* [+0,031 (2) Å] et *B* [-0,071 (2) Å].

Comparativement à CB7, CB57, CB34 et CB13 — la Fig. 2(b) étant réalisée de manière à ce que le cycle *B* soit toujours représenté dans la même position — la chaîne amino aliphatique se trouve étendue approximativement dans le plan du cycle *A* [l'atome le plus éloigné, C(20), est situé à 1,118 (6) Å hors du plan] et rejetée hors du voisinage du cycle *B*.

La Fig. 3 fournit la projection de la structure le long de l'axe *Oy*. L'ion oxalate est spécifiquement lié à deux molécules de CB30. Cette liaison, assez longue, ne semble pas jouer un rôle prépondérant; toutefois les molécules d'acide oxalique (ionisées ou non) assurent

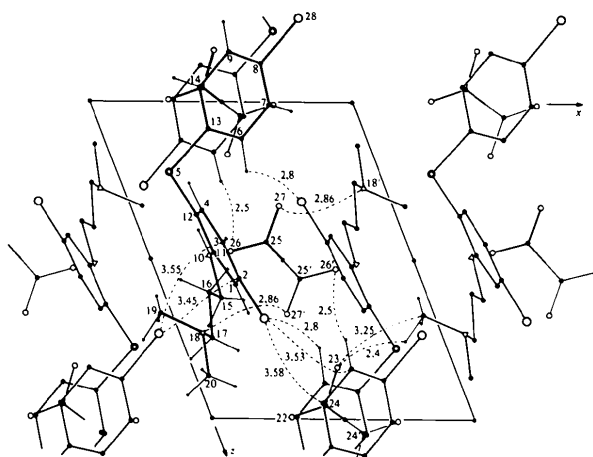


Fig. 3. Projection de la structure le long de l'axe *Oy* avec distances intermoléculaires (Å) (écart-type sur les distances: 0,008 Å).

l'essentiel de la cohésion cristalline. On notera aussi les multiples contacts interatomiques dans lesquels interviennent les atomes de chlore (forces de dispersion).

Références

- BUSETTA, B. (1979). *Acta Cryst.* **A35**, A paraître.
 DUSAUSOY, Y., PROTAS, J., MUTIN, J. C. & WATELLE, G. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1567–1574.
 HAAS, D. J. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1511–1516.
 HODGSON, D. L. & IBERS, J. A. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 469–477.
 MARSAU, P. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 2897–2899.
 MARSAU, P. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2370–2372.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976a). *Acta Cryst.* **B32**, 3135–3137.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976b). *Acta Cryst.* **B32**, 3138–3140.