

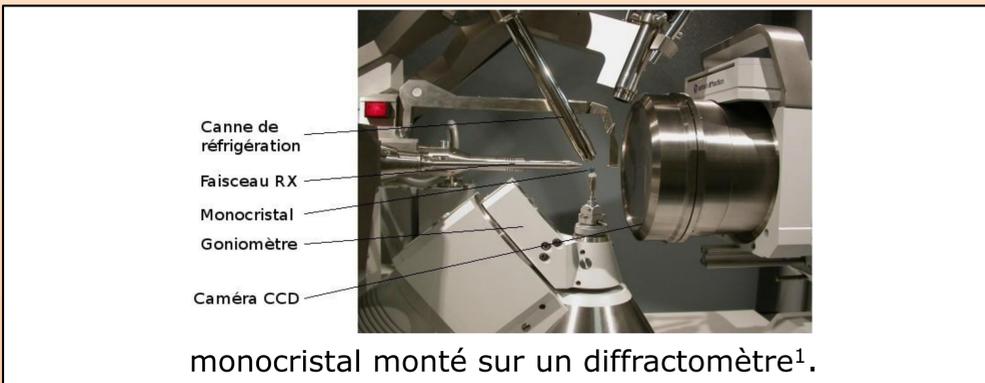
Introduction

La détermination de structure d'un composé est importante pour la compréhension ou la prédiction de ces propriétés physico-chimiques ainsi que son activité biologique. Elle permet de connaître la nature des atomes et leur disposition dans le composé ainsi que les liaisons interatomiques et intermoléculaires.

Matériel et méthode

Diffraction des rayons X:

C'est la première étape de détermination des structures des composés cristallisés. Cette étape expérimentale permet à l'aide d'un diffractomètre d'obtenir le diffractogramme. Celui-ci nous donne les paramètres de mailles **a, b, c**, **α, β** et **γ** et génère un fichier **hkl** après un calcul. Nous avons utilisé le diffractomètre Nonius Kappa CCD Diffractometer à T=293K et λ=0.71073Å.



Utilisation du diffractogramme:

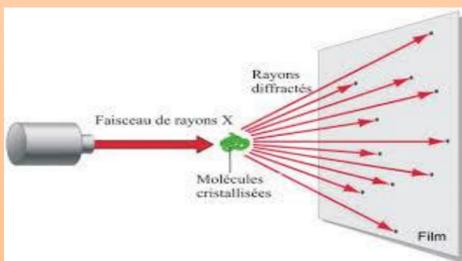
Les points sur le diffractogramme précédent représentent l'intensité **I** du rayonnement diffracté par les atomes constituant le composé étudié. Le facteur de structure **F(hkl)** nous permet de connaître la position et la nature de chaque atome présent dans le composé. **I** est proportionnelle à **F²(hkl)**.

$$F(\vec{H}) = \sum_j^{maille} f_j \cdot e^{2i\pi\vec{H}\vec{r}_j} = \sum_j^{maille} f_j \cdot e^{2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad I(h, k, l) \propto F^2(h, k, l)$$

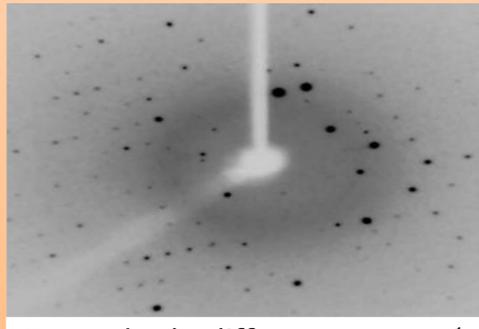
Utilisation du logiciel SHELX:

Seconde étape de la détermination structurale, elle est effectuée à l'aide des logiciels appropriés. Nous avons utilisé SHELX (constitué de SHELXS et SHELXL) dans le cadre de notre étude. Le fichier.hkl et un fichier.ins comportant: les paramètres de maille, la longueur d'onde λ du RX, le groupe d'espace et quelques instructions sont nécessaires.

SHELXS permet de faire la résolution des atomes lourds. SHELXL sert à faire l'affinement de la structure complète.



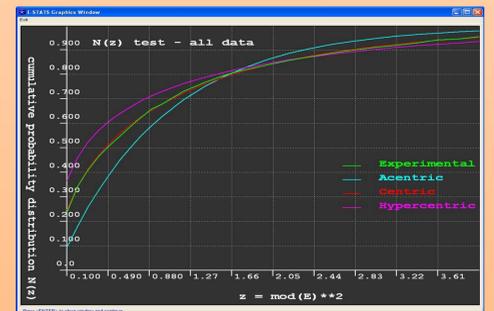
Représentation d'une diffraction de rayons X (2)



Exemple de diffractogramme¹

h	k	l	(F _o) ²	σ(F _o) ²
0	0	2	73766.4	1151.6
0	0	4	202082	3122
0	0	6	1344.3	30.4
0	0	8	55631.6	1039.7
0	0	10	4842.0	155.0
0	0	2	-1.1	6.1
0	0	1	53574.2	833.6
0	0	2	101670	1051
0	0	3	123881	1275
0	0	4	32778.9	319.0
0	0	5	3773.6	44.9
0	0	6	8280.2	88.2
0	0	7	66.2	14.9
0	0	8	10803.4	129.1
0	0	9	3092.5	63.6
0	0	10	469.8	41.0
0	0	11	2422.6	83.4
0	0	12	15465.1	195.9
0	0	13	171.2	17.8

Un extrait du fichier hkl



les courbes z=|E|²

Résultats

Model Summary for 5062			
Crystal Information			
Cell axes(Å)	12.3730(70)	9.8070(50)	9.9420(30)
Cell angles(deg)	90.000(0)	91.084(3)	90.000(0)
Cell volume(Å ³)	1206.17(10)	Density(g cm ⁻³)	1.32
Crystal system	Monoclinic	Formula weight	240.3
Space group	P 1 21/c 1	No. form. units Z	4
F(000)	503.9	Abs. coeff.(mm ⁻¹)	0.245
Atomic species			
No. in unit cell	C 56	H 48	N 8
%age composition	69.97	5.03	11.66
Current refinement			
No. refln.	2229	Ext. coef.	0.931
No. param.	154	GooF	0.931
Shift/esd max	0.000	Delta-rho (eÅ ⁻³) max	0.202
Shift/esd mean	0.000	Delta-rho (eÅ ⁻³) min	-0.199

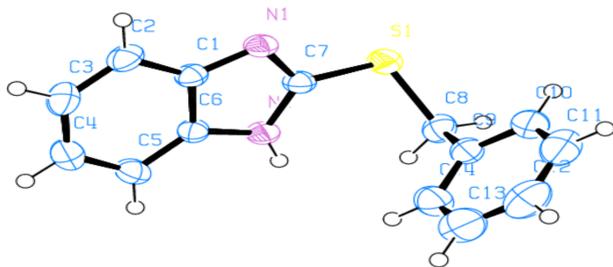
Les paramètres d'affinement

COORDONNEES FRACTIONNELLES ATOMIQUES ET LES PARAMETRES DE DEPLACEMENT ISOTROPIQUES OU EQUIVALENTS (Å²)

	x	y	z	U _{iso} ^{*/U_{eq}}
S1	0.25962 (5)	0.06137 (5)	0.72736 (5)	0.04393 (15)
N1	0.32194 (12)	0.29959 (16)	0.83430 (15)	0.0333 (3)
N2	0.31653 (13)	0.30397 (16)	0.60914 (16)	0.0337 (3)
H2	0.3061	0.2766	0.5277	0.040*
C1	0.35917 (13)	0.42589 (19)	0.78999 (18)	0.0309 (3)
C2	0.39420 (16)	0.5392 (2)	0.8645 (2)	0.0404 (4)
H2A	0.3979	0.5375	0.9580	0.048*
C3	0.42310 (19)	0.6542 (2)	0.7923 (2)	0.0470 (5)
H3	0.4474	0.7309	0.8387	0.056*
C4	0.41685 (19)	0.6579 (2)	0.6535 (2)	0.0474 (5)
H4	0.4364	0.7376	0.6094	0.057*
C5	0.38238 (16)	0.5468 (2)	0.5778 (2)	0.0400 (4)

PARAMETRES GEOMETRIQUES (Å)

S1—C7	1.743 (2)	C5—H5	0.9300
S1—C8	1.826 (2)	C8—C9	1.494 (3)
N1—C7	1.319 (2)	C8—H8A	0.9700
N1—C1	1.396 (3)	C8—H8B	0.9700
N2—C7	1.353 (2)	C9—C10	1.382 (3)
N2—C6	1.387 (2)	C9—C14	1.387 (3)
N2—H2	0.8600	C10—C11	1.390 (4)
C1—C6	1.392 (3)	C10—H10	0.9300
C1—C2	1.400 (3)	C11—C12	1.379 (4)
C2—C3	1.387 (3)	C11—H11	0.9300
C7—S1—C8	102.98 (9)	N2—C7—S1	124.93 (1)
C7—N1—C1	104.34 (1)	C9—C8—S1	114.94 (1)
C7—N2—C6	106.35 (1)	C9—C8—H8A	108.5
C7—N2—H2	126.8	S1—C8—H8A	108.5
C6—N2—H2	126.8	C9—C8—H8B	108.5
N1—C1—C6	109.73 (2)	S1—C8—H8B	108.5
N1—C1—C2	129.67 (2)	H8A—C8—H8B	107.5
C6—C1—C2	120.56 (2)	C10—C9—C14	118.4 (2)



Représentation du composé étudié à l'aide du logiciel GSview

Conclusion et perspective

La détermination structurale du composé 2-benzylsulfanyl-1H-benzimidazole a été réalisée à partir des données de diffraction. Après la résolution des atomes lourds, les atomes d'hydrogène ont été fixés en positions théoriques telles que C-H=0.93Å(aromatique); C-H=0.97Å(méthylène) et N-H=0.86Å, pour l'affinement. Les coordonnées des atomes, les longueurs et angles de liaisons, les facteurs d'accord R1=0.036 et wR2=0.074 ainsi que GooF=0.931 présents dans les tableaux ci-dessus nous indiquent que la détermination de la structure a été bien faite. La présence de la liaison hydrogène N1-H---N2 explique l'interaction intermoléculaire.

En perspective, nous allons utiliser les méthodes de modélisation moléculaire(QSAR/QSPR...) pour étudier l'activité biologique et les propriétés physico-chimiques de ce composé.