

Sohere Dokhane,<sup>a</sup>  
Nouredine Benali-Cherif<sup>a\*</sup> et  
Mohamed Abdaoui<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Laboratoire de Chimie Moléculaire, du  
Contrôle de l'Environnement et de Mesures  
Physico-Chimiques, Faculté des Sciences,  
Département de Chimie, Université Mentouri de  
Constantine, 25000 Constantine, Algérie, and

<sup>b</sup>Laboratoire de Chimie Appliquée, Université  
de Guelma, BP 401, 24000 Guelma, Algérie

Correspondence e-mail:  
benalicherif@hotmail.com

#### Key indicators

Single-crystal X-ray study

$T = 293\text{ K}$

Mean  $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.008\text{ \AA}$

$R$  factor = 0.046

$wR$  factor = 0.117

Data-to-parameter ratio = 12.3

For details of how these key indicators were  
automatically derived from the article, see  
<http://journals.iucr.org/e>.

## *N',N'*-Dibenzyl-*N*-(2-chloroéthyl)sulfamide

The title compound,  $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\text{O}_2\text{S}$ , is an intermediate in the set of reactions leading to 2-chloroethylnitrososulfamides (CENS), a new family of promising therapeutic compounds. The asymmetric unit is built up from two molecules linked by an  $\text{N}-\text{H}\cdots\text{O}$  hydrogen-bond interaction.

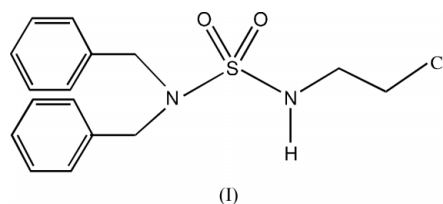
Reçu le 18 février 2002

Accepté le 11 avril 2002

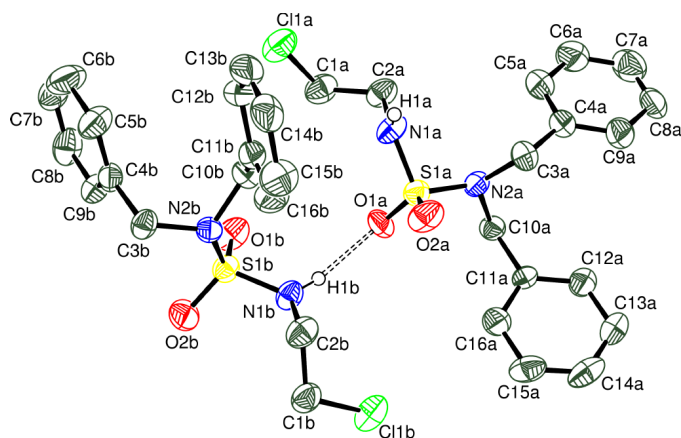
Internet 25 avril 2002

### Commentaire

Les *N*-(2-chloroéthyl) nitrosourées (CENU) appartiennent à une famille d'agents alkylants (Rajski & Williams, 1998), dont la cible est le matériel génétique même de la cellule transformée. Ces agents comptent parmi les plus efficaces mais sont ceux aussi dont les limites d'utilisation sont les plus sévères en raison de leurs effets secondaires (Montero *et al.*, 1984; Sosnovsky, 1990; McCormick & McElhinney, 1990; Dulude *et al.*, 1995; Lown & Chauhan, 1981). Les *N*-(2-chloroéthyl)nitrososulfamides (CENS) (Dewynter & Montero, 1992; Abdaoui, Dewynter, Aouf, Favre *et al.*, 1996; Abdaoui, Dewynter, Aouf & Montero, 1996; Abdaoui, Dewynter & Montero, 1996; Dewynter *et al.*, 1996; Abdaoui *et al.*, 2000) sont apparentés aux nitrosourées (Gnewuch & Sosnovsky, 1997), mais ne présentent pas, par nature, l'activité carbamoylante de ces dernières, tenue en partie responsable de leur importante toxicité. La synthèse s'articule autour de l'aménagement polyfonctionnel de l'isocyanate de chlorosulfonyle (ICS) et comporte quatre réactions en chaîne, conduisant au produit final le CENS.



Le composé *N*-(2-chloroéthyl)*N',N'*-dibenzylsulfamide, (I), objet de cette étude structurale, est un produit intermédiaire dérivant de la troisième réaction. L'unité asymétrique est formée de deux molécules identiques maintenues par des liaisons hydrogène. Les plans des cycles phényle font un angle dièdre moyen de  $12,33^\circ$ , les distances C—C dans les cycles phényle varient autour des valeurs moyennes suivantes: 1,377 (7) et 1,381 (8) Å. On note une dissymétrie des liaisons S—N du motif sulfamide: S—N1 = 1,594 (3) Å et S—N2 = 1,636 (4) Å (Abdaoui *et al.*, 2000). L'empilement moléculaire dans le cristal est assurée par un réseau de liaisons hydrogènes qui se développe sous forme de chaînes parallèles aux diagonales du plan *ab* (Fig. 2).

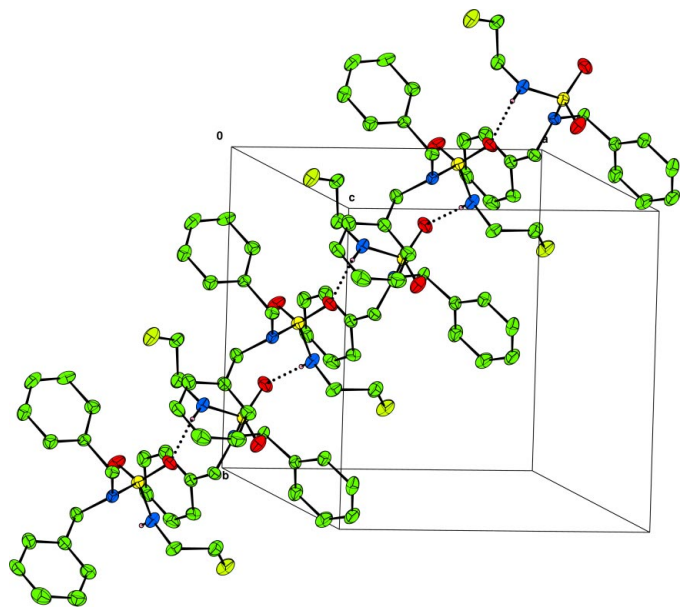


**Figure 1**  
Dessin ORTEP (Burnett & Johnson, 1996) de la molécule. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

## Partie expérimentale

Le *N*-(2-chloroéthyl)-*N'*,*N'*-dibenzylsulfamide est obtenu à la fin des trois réactions en chaîne suivantes: carbamoylation-sulfamoylation à partir de l'ICS: a une solution de 1,1 équivalents de dibenzylamine dans 100 ml de dichlorométhane est ajoutée une solution de chlorosulfonylcarbamate préparée préalablement par addition de tertio-butanol à une solution de 1 équivalent d'isocyanate de chlorosulfonyle (ICS), la réaction s'effectue à 273 K, et le produit obtenu est le *N*-tertiobutyloxy-carbonyl-*N'*,*N'*-dibenzylsulfamide.

Chloroéthylation selon Mitsunobu (Mitsunobu, 1981; Hughes, 1992): à température ambiante et sous agitation magnétique, une solution de 1,1 équivalents d'azodicarboxylate de diéthyle est ajoutée à une solution de: 1,1 équivalent de chloroéthanol, 1,1 équivalents de triphénylphosphine dissoute dans du thf (tétrahydrofurane) et 1



**Figure 2**  
Vue CAMERON (Watkin *et al.*, 1993) de l'empilement cristallin montrant le développement des liaisons hydrogène N—H...O dans le cristal.

équivalent de *N*-tertiobutyloxy-carbonyl-*N'*,*N'*-dibenzylsulfamide. La réaction donne le *N*-butyloxy-carbonyl-*N'*,*N'*-dibenzylsulfamide, moins polaire que le précurseur.

Déprotection (clivage du tertiobutyloxy-carbonyl): le *N*-tertiobutyloxy-carbonyl-*N'*,*N'*-dibenzylsulfamide additionné de dichlorométhane anhydre est placé sous agitation magnétique à 273 K. Une solution à 25% d'acide trifluoroacétique dans du dichlorométhane anhydre est ajoutée goutte à goutte jusqu'à disparition de l'ester carbamique et l'apparition d'un composé plus polaire. Le solvant est évaporé sous pression réduite et le résidu est lavé plusieurs fois à l'éther diéthylique anhydre puis recristallisé dans l'éthanol.

## Données cristallines

$C_{16}H_{19}ClN_2O_2S$   
 $M_r = 338,84$   
Monoclinique,  $Cc$   
 $a = 11,269 (2) \text{ \AA}$   
 $b = 11,376 (1) \text{ \AA}$   
 $c = 25,738 (3) \text{ \AA}$   
 $\beta = 94,47 (2)^\circ$   
 $V = 3289,5 (8) \text{ \AA}^3$   
 $Z = 8$

$D_x = 1,368 \text{ Mg m}^{-3}$   
Mo  $K\alpha$  radiation  
Paramètres de la maille à l'aide  
de 25 réflexions  
 $\theta = 10\text{--}15^\circ$   
 $\mu = 0,37 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 293 (2) \text{ K}$   
Prisme, incolore  
 $0,5 \times 0,4 \times 0,3 \text{ mm}$

## Collection des données

Diffractionnaire Enraf-Nonius  
MACH3  
Balayage  $\theta/2\theta$   
Pas de correction d'absorption  
4979 réflexions mesurées  
4979 réflexions indépendantes  
2938 réflexions avec  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0,068$

$\theta_{\text{max}} = 30,0^\circ$   
 $h = 0 \rightarrow 15$   
 $k = -15 \rightarrow 0$   
 $l = -36 \rightarrow 36$   
3 réflexions de référence  
fréquence: 120 min  
variation d'intensité: 0,1%

## Affinement

Affinement à partir des  $F^2$   
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,046$   
 $wR(F^2) = 0,117$   
 $S = 1,11$   
4979 réflexions  
405 paramètres  
Affinement des atomes  
d'hydrogènes: combinaisons de  
cycles avec ou sans contraintes

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0283P)^2 + 3,3532P]$  where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,001$   
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,28 \text{ e \AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,31 \text{ e \AA}^{-3}$   
Absolute structure: Flack (1983)  
Paramètre Flack = 0,14 (15)

## Tableau 1

Distances et liaisons hydrogène ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ).

$D\text{--}H\cdots A$	$D\text{--}H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D\text{--}H\cdots A$
$N1B\text{--}H1B\cdots O1A$	0,87 (2)	2,14 (4)	2,995 (6)	169 (5)
$N1A\text{--}H1A\cdots O2B^i$	0,86 (2)	2,13 (5)	2,977 (5)	169 (5)

Code de symétrie: (i)  $x - \frac{1}{2}, y - \frac{1}{2}, z$ .

Les données ont été enregistrées dans le groupe ponctuel  $2/m$ , or la résolution de la structure a montré que le groupe d'espace est le groupe non-centrosymétrique. Malgré l'absence d'un nombre suffisant de paires de Friedel (195, 4%), la structure absolue a pu être définie en réalisant l'affinement du paramètre de Flack (option: TWIN, BASF) dans les deux cas de figure conduisant à une valeur  $x$  de 0,14 (15) dans un cas et de 0,86 (15) lorsque l'on inverse la structure. Les atomes d'hydrogènes ont été introduits en position calculée excepté pour les atomes d'hydrogènes des groupements NH qui ont été affinés avec un paramètre de température isotrope général. Les distances NH ont été contraintes.

Collection des données: CAD-4 EXPRESS (Enraf-Nonius, 1994); réduction des données: WinGX (Farrugia, 1999); programme(s) pour

la solution de la structure: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1993); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); graphisme moléculaire: *ORTEP-3* pour Windows (Farrugia, 1997); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *WinGX*.

## Références

- Abdaoui, M., Dewynter, G., Aouf, N., Favre, G., Morere, A. & Montero, J. L. (1996). *Bioorg. Med. Chem.* **4**, 1227–1235.
- Abdaoui, M., Dewynter, G., Aouf, N. & Montero, J. L. (1996). *Phosphorus Sulfur Silicon Relat. Elem.* **118**, 39–45.
- Abdaoui, M., Dewynter, G. & Montero, J. L. (1996). *Tetrahedron Lett.* **37**, 5695–5698.
- Abdaoui, M., Dewynter, G., Toupet, L. & Montero, J. L. (2000). *Tetrahedron*, **56**, 2427–2435.
- Altomare, A., Casciarano, G., Giacovazzo, C. & Guagliardi, A. (1993). *J. Appl. Cryst.* **26**, 343–350.
- Dewynter, G., Abdaoui, M., Regainia, Z. & Montero, J. L. (1996). *Tetrahedron*, **52**, 14217–14224.
- Dewynter, G. & Montero, J. L. (1992). *C. R. Acad. Sci. Paris Ser. II*, **315**, 1675–1682.
- Enraf-Nonius (1994). *CAD-4 EXPRESS*. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Dulude, H., Salvador, R. & Gallant, G. (1995). *Bioorg. Med. Chem.* **3**, 151–160.
- Farrugia, L. J. (1999). *J. Appl. Cryst.* **32**, 837–838.
- Farrugia, L. J. (1997). *J. Appl. Cryst.* **30**, 565.
- Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.
- Gnewuch, C. T. & Sosnovsky, G. (1997). *Chem. Rev.* **97**, 819–1013.
- Hughes, D. L. (1992). *Org. React.* **42**, 335–339.
- Burnett, M. N. & Johnson, C. K. (1996). *ORTEPIII*. Report ORNL-6895. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Lown, J. W. & Chauhan, M. S. (1981). *J. Org. Chem.* **46**, 5309–5319.
- McCormick, J. & McElhinney, R. S. (1990). *Eur. J. Cancer*, **26**, 207–221.
- Mitsunobu, O. (1981). *Synthesis*, **1**, 1–28.
- Montero, J. L., Leydet, A., Munoz-Messier, A., Dewynter, G. & Imbach, J. L. (1984). *Eur. J. Med. Chem.* **19**, 512–520.
- Rajski, R. R. & Williams, M. W. (1998). *Chem. Rev.* **98**, 2723–2724.
- Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97*. Release 97-2. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sosnovsky, G. (1990). *Pure Appl. Chem.* **62**, 289–298.
- Watkin, D. M., Pearce, L. & Prout, C. K. (1993). *CAMERON*. Chemical Crystallography Laboratory, Université de Oxford, Angleterre.

## supporting information

*Acta Cryst.* (2002). E58, o570–o572 [doi:10.1107/S1600536802006463]

***N',N'*-Dibenzyl-*N*-(2-chloroéthyl)sulfamide****Sohere Dokhane, Nourredine Benali-Cherif et Mohamed Abdaoui****S1. Comment**

Les *N*-(2-chloroéthyl) nitrosourées (CENU) appartiennent à une famille d'agents alkylants (Rajski *et al.*, 1998), dont la cible est le matériel génétique même de la cellule transformée. Ces agents comptent parmi les plus efficaces mais sont ceux aussi dont les limites d'utilisation sont les plus sévères en raison de leurs effets secondaires (Montero *et al.*, 1984; Sosnovsky, 1990; McCormick *et al.*, 1990; Dulude, 1995; Lown, 1981). Les *N*-(2-chloroéthyl)nitrososulfamides (CENS) (Dewynter *et al.*, 1992; Abdaoui *et al.*, 1996; Abdaoui *et al.*, 1996; Abdaoui *et al.*, 1996; Dewynter *et al.*, 1996; Abdaoui *et al.*, 2000) sont apparentés aux nitrosourées (Gnewuck *et al.*, 1997), mais ne présentent pas, par nature, l'activité carbamoylante de ces dernières, tenue en partie responsable de leur importante toxicité. La synthèse s'articule autour de l'aménagement polyfonctionnel de l'isocyanate de chlorosulfonyle (ICS) et comporte quatre réactions en chaîne conduisant au produit final le CENS. Le composé *N*-(2-chloroéthyl)-*N',N'*-dibenzylsulfamide, objet de cette étude structurale, est un produit intermédiaire dérivant de la troisième réaction. L'unité *asymétrique* est formée de deux molécules identiques maintenues par des liaisons hydrogène. Les plans des cycles phényle font un angle dièdre moyen de 12.33°, les distances C—C dans les cycles phényle varient autour des valeurs moyennes suivantes: 1.377 (7) et 1.381 (8) Å. On note une dissymétrie des liaisons S—N du motif sulfamide: S—N1 = 1.594 (3) Å et S—N2 = 1.636 (4) Å (Abdaoui *et al.*, 2000). L'empilement moléculaire dans le cristal est assurée par un réseau de liaisons hydrogènes qui se développe sous forme de chaînes parallèles aux diagonales du plan *ab* (Fig. 2).

**S2. Experimental**

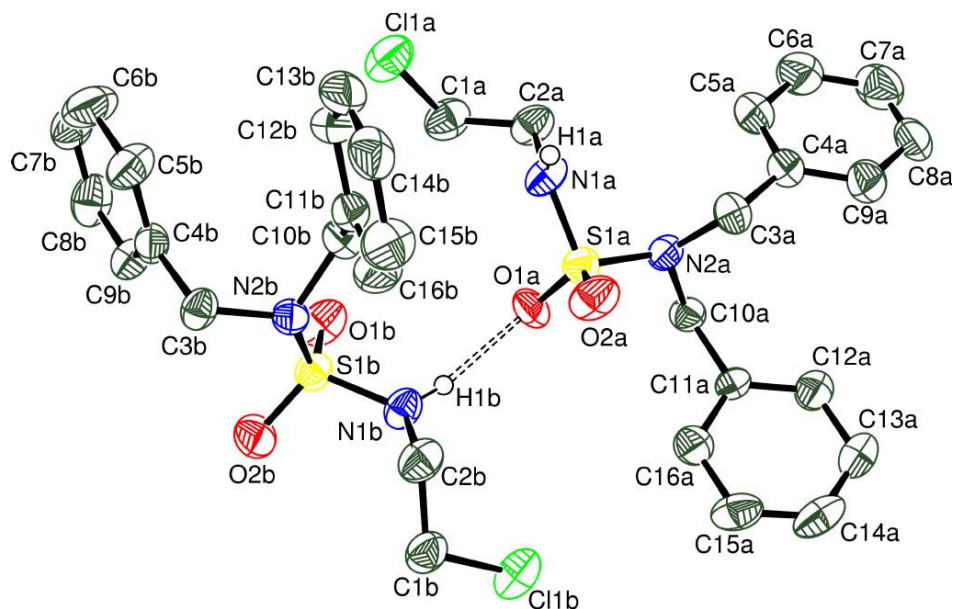
Le *N*-(2-chloroéthyl)-*N',N'*-dibenzylsulfamide est obtenu à la fin des trois réactions en chaîne suivantes: carbamoylation–sulfamoylation à partir de l'ICS: a une solution de 1.1 équivalents de dibenzylamine dans 100 ml de dichlorométhane est ajoutée une solution de chlorosulfonylcarbamate préparée préalablement par addition de tertibutanol à une solution de 1 équivalent d'isocyanate de chlorosulfonyle (ICS), la réaction s'effectue à 273 K, et le produit obtenu est le *N*-tertibutyl-oxycarbonyl-*N',N'*-dibenzylsulfamide.

Chloroéthylation selon Mitsunobu (Mitsunobu, 1981; Hughes, 1992): a température ambiante et sous agitation magnétique, une solution de 1.1 équivalents d'azodicarboxylate de diéthyle est ajoutée à une solution de: 1.1 équivalent de chloroéthanol, 1.1 équivalents de triphénylphosphine dissoute dans du THF (tétrahydrofurane) et 1 équivalent de *N*-tertibutyl-oxycarbonyl-*N',N'*-dibenzylsulfamide. La réaction donne le *N*-butyl-oxycarbonyl-*N*-(2-chloroéthyl)-*N',N'*-dibenzylsulfamide moins polaire que le précurseur.

Déprotection (clivage du tertibutyl-oxycarbonyle): le *N*-tertibutyl-oxycarbonyl-*N*-(2-chloroéthyl)-*N',N'*-dibenzylsulfamide additionné de dichlorométhane anhydre est placé sous agitation magnétique à 273 K. Une solution à 25% d'acide trifluoroacétique dans du dichlorométhane anhydre est ajoutée goutte à goutte jusqu'à disparition de l'ester carbamique et l'apparition d'un composé plus polaire. Le solvant est évaporé sous pression réduite et le résidu est lavé plusieurs fois à l'éther diéthylique anhydre puis recristallisé dans l'éthanol.

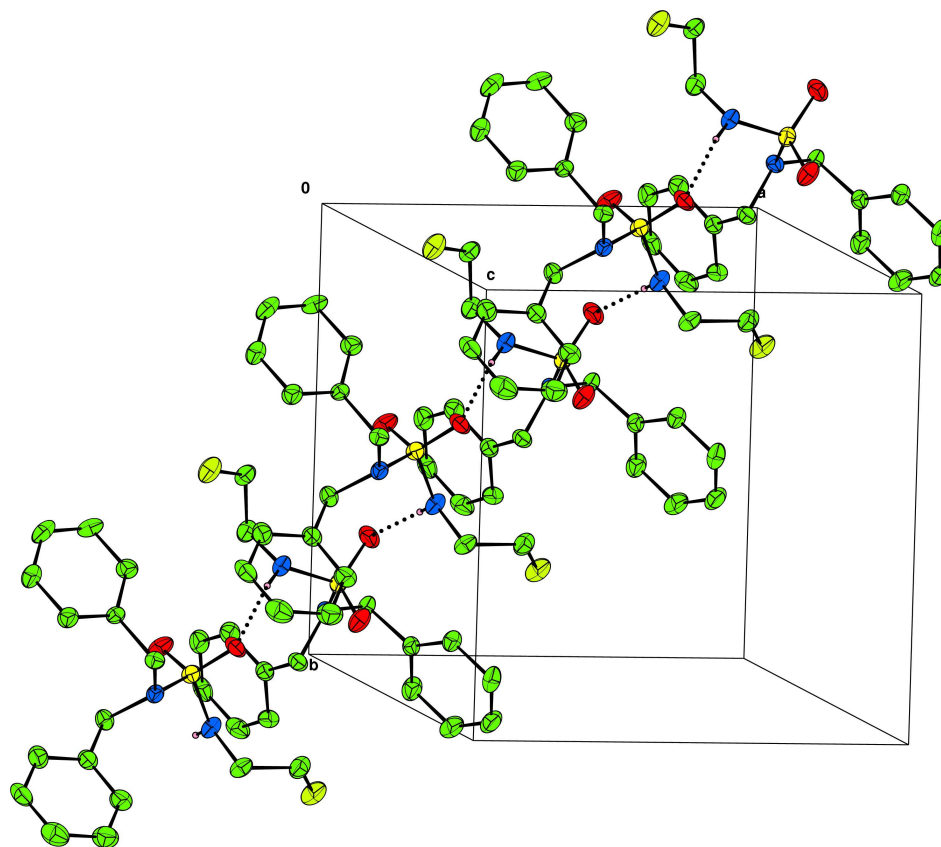
### S3. Refinement

Les données ont été enregistrées dans le groupe ponctuel  $2/m$ , or la résolution de la structure a montré que le groupe d'espace est le groupe non-centrosymétrique. Malgré l'absence d'un nombre suffisant de paires de Friedel (195, 4%), la structure absolue a pu être définie en réalisant l'affinement du paramètre de Flack (option: TWIN, BASF) dans les deux cas de figure conduisant à une valeur  $x$  de 0.14 (15) dans un cas et de 0.86 (15) lorsque l'on inverse la structure. Les atomes d'hydrogènes ont été introduits en position calculée excepté pour les atomes d'hydrogènes des groupements NH qui ont été affinés avec un paramètre de température isotrope général. Les distances NH ont été contraintes à une valeur de 0,87 Å.



**Figure 1**

Dessin *ORTEP* (Burnett & Johnson, 1996) de la molécule. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

**Figure 2**

Vue CAMERON (Watkin *et al.*, 1993) de l'empilement cristallin montrant le développement des liaisons hydrogène N—H...O dans le cristal.

### *N',N'*-Dibenzyl-*N*-(2-chloroethyl)sulfamide

#### Crystal data

$C_{16}H_{19}ClN_2O_2S$   
 $M_r = 338.84$   
 Monoclinic, *Cc*  
 Hall symbol: *C* -2yc  
 $a = 11.269$  (2) Å  
 $b = 11.376$  (1) Å  
 $c = 25.738$  (3) Å  
 $\beta = 94.47$  (2)°  
 $V = 3289.5$  (8) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 8$

$F(000) = 1424$   
 $D_x = 1.368$  Mg m<sup>-3</sup>  
 Melting point: 323 K  
 Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073$  Å  
 Cell parameters from 25 reflections  
 $\theta = 10$ –15°  
 $\mu = 0.37$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 293$  K  
 Prism, colorless  
 0.5 × 0.4 × 0.3 mm

#### Data collection

Enraf-Nonius MACH3  
 diffractometer  
 Radiation source: fine-focus sealed tube  
 Graphite monochromator  
 $\theta/2\theta$  scans  
 4979 measured reflections

4979 independent reflections  
 2938 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{int} = 0.068$   
 $\theta_{max} = 30.0^\circ$ ,  $\theta_{min} = 2.6^\circ$   
 $h = 0 \rightarrow 15$   
 $k = -15 \rightarrow 0$

$l = -36 \rightarrow 36$   
3 standard reflections every 120 min

intensity decay: 0.1%

*Refinement*

Refinement on  $F^2$   
Least-squares matrix: full  
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.046$   
 $wR(F^2) = 0.117$   
 $S = 1.11$   
4979 reflections  
405 parameters  
4 restraints  
Primary atom site location: structure-invariant  
direct methods  
Secondary atom site location: difference Fourier  
map

Hydrogen site location: inferred from  
neighbouring sites  
H atoms treated by a mixture of independent  
and constrained refinement  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0283P)^2 + 3.3532P]$   
where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0.28 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0.31 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
Absolute structure: Flack (1983)  
Absolute structure parameter: 0.14 (15)

*Special details*

**Geometry.** All e.s.d.'s (except the e.s.d. in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell e.s.d.'s are taken into account individually in the estimation of e.s.d.'s in distances, angles and torsion angles; correlations between e.s.d.'s in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell e.s.d.'s is used for estimating e.s.d.'s involving l.s. planes.

**Refinement.** Refinement of  $F^2$  against ALL reflections. The weighted  $R$ -factor  $wR$  and goodness of fit  $S$  are based on  $F^2$ , conventional  $R$ -factors  $R$  are based on  $F$ , with  $F$  set to zero for negative  $F^2$ . The threshold expression of  $F^2 > \sigma(F^2)$  is used only for calculating  $R$ -factors(gt) *etc.* and is not relevant to the choice of reflections for refinement.  $R$ -factors based on  $F^2$  are statistically about twice as large as those based on  $F$ , and  $R$ -factors based on ALL data will be even larger.

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	$x$	$y$	$z$	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$
C11A	0.23342 (16)	0.33224 (14)	0.24878 (6)	0.0647 (4)
C1A	0.2251 (5)	0.3768 (5)	0.1827 (2)	0.0543 (14)
H1A1	0.2540	0.4568	0.1805	0.065*
H1A2	0.2761	0.3267	0.1636	0.065*
C2A	0.1003 (5)	0.3702 (5)	0.1581 (2)	0.0485 (13)
H2A1	0.1022	0.3768	0.1206	0.058*
H2A2	0.0673	0.2939	0.1656	0.058*
N1A	0.0212 (4)	0.4624 (4)	0.17637 (15)	0.0431 (10)
S1A	-0.01384 (11)	0.57325 (11)	0.14085 (5)	0.0402 (3)
O1A	0.0908 (3)	0.6319 (3)	0.12710 (14)	0.0517 (9)
O2A	-0.0970 (4)	0.6378 (3)	0.16879 (14)	0.0570 (10)
N2A	-0.0748 (3)	0.5186 (3)	0.08611 (15)	0.0371 (9)
C3A	-0.1906 (4)	0.4609 (4)	0.08979 (18)	0.0408 (11)
H3A1	-0.2535	0.5189	0.0848	0.049*
H3A2	-0.1938	0.4276	0.1243	0.049*
C4A	-0.2112 (5)	0.3643 (5)	0.0493 (2)	0.0468 (12)
C5A	-0.1308 (6)	0.2746 (5)	0.0461 (2)	0.0600 (15)
H5A	-0.0616	0.2745	0.0683	0.072*
C6A	-0.1504 (6)	0.1855 (6)	0.0110 (3)	0.0693 (19)
H6A	-0.0949	0.1254	0.0094	0.083*
C7A	-0.2535 (7)	0.1848 (6)	-0.0224 (3)	0.0718 (19)

---

H7A	-0.2670	0.1248	-0.0466	0.086*
C8A	-0.3342 (6)	0.2727 (6)	-0.0192 (2)	0.0611 (16)
H8A	-0.4038	0.2725	-0.0412	0.073*
C9A	-0.3128 (5)	0.3631 (6)	0.0169 (2)	0.0549 (15)
H9A	-0.3684	0.4231	0.0189	0.066*
C10A	-0.0593 (4)	0.5842 (4)	0.03761 (18)	0.0381 (11)
H10A	-0.0646	0.5291	0.0087	0.046*
H10B	0.0201	0.6176	0.0399	0.046*
C11A	-0.1478 (4)	0.6813 (4)	0.02572 (17)	0.0350 (10)
C12A	-0.2431 (5)	0.6678 (5)	-0.0107 (2)	0.0505 (13)
H12A	-0.2520	0.5975	-0.0291	0.061*
C13A	-0.3261 (5)	0.7570 (5)	-0.0207 (2)	0.0589 (15)
H13A	-0.3902	0.7464	-0.0452	0.071*
C14A	-0.3121 (6)	0.8610 (6)	0.0061 (2)	0.0612 (17)
H14A	-0.3677	0.9208	0.0000	0.073*
C15A	-0.2180 (6)	0.8775 (5)	0.0416 (2)	0.0583 (15)
H15A	-0.2093	0.9485	0.0593	0.070*
C16A	-0.1345 (5)	0.7888 (5)	0.0515 (2)	0.0485 (13)
H16A	-0.0696	0.8013	0.0754	0.058*
C11B	0.01908 (15)	1.02453 (15)	0.12883 (6)	0.0635 (4)
C1B	0.0755 (5)	1.0264 (5)	0.1952 (2)	0.0493 (13)
H1B1	0.1566	1.0556	0.1976	0.059*
H1B2	0.0281	1.0798	0.2145	0.059*
C2B	0.0737 (5)	0.9066 (5)	0.2196 (2)	0.0502 (13)
H2B1	0.0870	0.9146	0.2571	0.060*
H2B2	-0.0046	0.8723	0.2120	0.060*
N1B	0.1629 (4)	0.8269 (4)	0.20116 (15)	0.0412 (10)
S1B	0.28085 (11)	0.79625 (11)	0.23717 (5)	0.0390 (3)
O1B	0.3419 (3)	0.7093 (3)	0.20943 (14)	0.0541 (10)
O2B	0.3424 (3)	0.9026 (3)	0.25142 (14)	0.0549 (10)
N2B	0.2339 (3)	0.7461 (3)	0.29128 (14)	0.0352 (8)
C3B	0.3078 (4)	0.7661 (4)	0.34059 (18)	0.0388 (11)
H3B1	0.2565	0.7637	0.3691	0.047*
H3B2	0.3414	0.8445	0.3397	0.047*
C4B	0.4079 (4)	0.6799 (4)	0.35196 (18)	0.0390 (11)
C5B	0.3987 (5)	0.5924 (5)	0.3878 (2)	0.0576 (15)
H5B	0.3309	0.5877	0.4061	0.069*
C6B	0.4892 (6)	0.5100 (6)	0.3973 (3)	0.0725 (19)
H6B	0.4813	0.4502	0.4214	0.087*
C7B	0.5894 (6)	0.5175 (6)	0.3710 (3)	0.0636 (18)
H7B	0.6500	0.4627	0.3775	0.076*
C8B	0.6018 (5)	0.6048 (6)	0.3353 (2)	0.0578 (15)
H8B	0.6702	0.6091	0.3174	0.069*
C9B	0.5113 (4)	0.6871 (5)	0.3259 (2)	0.0448 (12)
H9B	0.5200	0.7474	0.3021	0.054*
C10B	0.1737 (4)	0.6306 (4)	0.28696 (19)	0.0425 (11)
H10C	0.2327	0.5686	0.2919	0.051*
H10D	0.1344	0.6222	0.2523	0.051*



C11B	0.0832 (4)	0.6167 (5)	0.32659 (19)	0.0411 (11)
C12B	0.0830 (5)	0.5169 (5)	0.3576 (2)	0.0489 (13)
H12B	0.1400	0.4590	0.3541	0.059*
C13B	-0.0006 (6)	0.5023 (6)	0.3936 (2)	0.0568 (15)
H13B	0.0001	0.4350	0.4141	0.068*
C14B	-0.0859 (5)	0.5892 (6)	0.3989 (2)	0.0559 (15)
H14B	-0.1430	0.5798	0.4228	0.067*
C15B	-0.0853 (5)	0.6884 (6)	0.3689 (2)	0.0597 (16)
H15B	-0.1413	0.7471	0.3729	0.072*
C16B	-0.0021 (5)	0.7018 (5)	0.3327 (2)	0.0547 (14)
H16B	-0.0035	0.7690	0.3121	0.066*
H1A	-0.023 (4)	0.450 (5)	0.2012 (16)	0.059 (12)*
H1B	0.141 (5)	0.778 (4)	0.1766 (16)	0.059 (12)*

*Atomic displacement parameters (Å<sup>2</sup>)*

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
C11A	0.0735 (10)	0.0631 (9)	0.0561 (9)	0.0214 (8)	-0.0042 (8)	0.0042 (7)
C1A	0.046 (3)	0.057 (3)	0.061 (3)	0.012 (3)	0.010 (3)	0.010 (3)
C2A	0.056 (3)	0.044 (3)	0.045 (3)	0.017 (3)	0.003 (2)	-0.003 (2)
N1A	0.042 (2)	0.050 (2)	0.037 (2)	0.015 (2)	0.0061 (18)	0.0077 (19)
S1A	0.0445 (7)	0.0363 (6)	0.0391 (6)	0.0036 (6)	-0.0014 (5)	-0.0015 (5)
O1A	0.050 (2)	0.046 (2)	0.057 (2)	-0.0215 (18)	-0.0048 (18)	0.0047 (18)
O2A	0.072 (3)	0.049 (2)	0.050 (2)	0.026 (2)	0.0024 (19)	-0.0094 (18)
N2A	0.035 (2)	0.039 (2)	0.037 (2)	0.0033 (17)	0.0009 (17)	0.0048 (17)
C3A	0.037 (2)	0.047 (3)	0.040 (2)	-0.005 (2)	0.008 (2)	-0.004 (2)
C4A	0.045 (3)	0.044 (3)	0.051 (3)	-0.007 (2)	-0.002 (2)	0.003 (2)
C5A	0.062 (4)	0.047 (3)	0.069 (4)	-0.006 (3)	-0.010 (3)	-0.006 (3)
C6A	0.082 (5)	0.053 (4)	0.071 (4)	-0.003 (3)	-0.004 (4)	-0.003 (3)
C7A	0.093 (5)	0.064 (4)	0.057 (4)	-0.018 (4)	-0.002 (4)	-0.004 (3)
C8A	0.061 (4)	0.060 (4)	0.060 (4)	-0.027 (3)	-0.011 (3)	0.007 (3)
C9A	0.045 (3)	0.059 (4)	0.060 (3)	-0.008 (3)	0.000 (3)	0.007 (3)
C10A	0.045 (3)	0.037 (3)	0.033 (2)	-0.002 (2)	0.002 (2)	0.002 (2)
C11A	0.039 (3)	0.034 (2)	0.032 (2)	0.003 (2)	0.002 (2)	0.0071 (19)
C12A	0.052 (3)	0.047 (3)	0.051 (3)	0.004 (3)	-0.006 (3)	-0.001 (2)
C13A	0.049 (3)	0.064 (4)	0.062 (4)	0.010 (3)	-0.011 (3)	0.007 (3)
C14A	0.056 (4)	0.063 (4)	0.065 (4)	0.029 (3)	0.011 (3)	0.020 (3)
C15A	0.072 (4)	0.040 (3)	0.063 (4)	0.020 (3)	0.009 (3)	-0.001 (3)
C16A	0.056 (3)	0.042 (3)	0.046 (3)	0.000 (3)	-0.003 (2)	-0.005 (2)
C11B	0.0606 (9)	0.0764 (11)	0.0524 (8)	0.0198 (8)	-0.0025 (7)	0.0080 (8)
C1B	0.050 (3)	0.047 (3)	0.050 (3)	0.014 (3)	-0.004 (3)	-0.004 (2)
C2B	0.043 (3)	0.056 (3)	0.052 (3)	0.008 (3)	0.006 (2)	0.008 (3)
N1B	0.038 (2)	0.047 (3)	0.038 (2)	0.011 (2)	0.0016 (18)	-0.0015 (19)
S1B	0.0324 (6)	0.0430 (7)	0.0415 (6)	0.0028 (6)	0.0033 (5)	0.0025 (6)
O1B	0.051 (2)	0.066 (3)	0.047 (2)	0.023 (2)	0.0144 (17)	0.0010 (18)
O2B	0.048 (2)	0.056 (2)	0.060 (2)	-0.0183 (18)	0.0010 (18)	0.0111 (19)
N2B	0.036 (2)	0.036 (2)	0.0339 (19)	-0.0055 (17)	0.0032 (16)	0.0048 (16)
C3B	0.033 (2)	0.045 (3)	0.038 (3)	0.009 (2)	0.000 (2)	-0.003 (2)

C4B	0.035 (2)	0.042 (3)	0.038 (3)	-0.001 (2)	-0.004 (2)	-0.003 (2)
C5B	0.045 (3)	0.068 (4)	0.060 (3)	0.005 (3)	0.002 (3)	0.022 (3)
C6B	0.065 (4)	0.059 (4)	0.092 (5)	0.012 (3)	-0.004 (4)	0.029 (4)
C7B	0.058 (4)	0.055 (4)	0.074 (4)	0.021 (3)	-0.019 (3)	-0.004 (3)
C8B	0.038 (3)	0.077 (4)	0.058 (3)	0.013 (3)	0.001 (3)	-0.009 (3)
C9B	0.042 (3)	0.051 (3)	0.042 (3)	0.006 (2)	-0.001 (2)	0.005 (2)
C10B	0.043 (3)	0.037 (3)	0.047 (3)	-0.009 (2)	0.000 (2)	-0.002 (2)
C11B	0.039 (3)	0.042 (3)	0.041 (3)	-0.006 (2)	-0.002 (2)	0.003 (2)
C12B	0.051 (3)	0.037 (3)	0.058 (3)	-0.004 (2)	-0.001 (3)	0.009 (2)
C13B	0.068 (4)	0.051 (3)	0.050 (3)	-0.020 (3)	-0.003 (3)	0.011 (3)
C14B	0.045 (3)	0.071 (4)	0.052 (3)	-0.022 (3)	0.005 (3)	0.009 (3)
C15B	0.040 (3)	0.065 (4)	0.075 (4)	-0.002 (3)	0.012 (3)	0.015 (3)
C16B	0.045 (3)	0.057 (4)	0.063 (3)	-0.005 (3)	0.005 (3)	0.018 (3)

*Geometric parameters (Å, °)*

C11A—C1A	1.771 (6)	C11B—C1B	1.776 (5)
C1A—C2A	1.498 (7)	C1B—C2B	1.501 (7)
C1A—H1A1	0.9700	C1B—H1B1	0.9700
C1A—H1A2	0.9700	C1B—H1B2	0.9700
C2A—N1A	1.476 (6)	C2B—N1B	1.460 (6)
C2A—H2A1	0.9700	C2B—H2B1	0.9700
C2A—H2A2	0.9700	C2B—H2B2	0.9700
N1A—S1A	1.589 (4)	N1B—S1B	1.598 (4)
N1A—H1A	0.86 (2)	N1B—H1B	0.87 (2)
S1A—O1A	1.423 (4)	S1B—O1B	1.427 (4)
S1A—O2A	1.428 (4)	S1B—O2B	1.428 (4)
S1A—N2A	1.641 (4)	S1B—N2B	1.631 (4)
N2A—C3A	1.470 (6)	N2B—C10B	1.479 (6)
N2A—C10A	1.476 (6)	N2B—C3B	1.480 (6)
C3A—C4A	1.519 (7)	C3B—C4B	1.506 (7)
C3A—H3A1	0.9700	C3B—H3B1	0.9700
C3A—H3A2	0.9700	C3B—H3B2	0.9700
C4A—C9A	1.364 (7)	C4B—C5B	1.366 (7)
C4A—C5A	1.370 (8)	C4B—C9B	1.392 (7)
C5A—C6A	1.365 (8)	C5B—C6B	1.393 (8)
C5A—H5A	0.9300	C5B—H5B	0.9300
C6A—C7A	1.389 (9)	C6B—C7B	1.363 (9)
C6A—H6A	0.9300	C6B—H6B	0.9300
C7A—C8A	1.358 (9)	C7B—C8B	1.368 (9)
C7A—H7A	0.9300	C7B—H7B	0.9300
C8A—C9A	1.396 (8)	C8B—C9B	1.392 (7)
C8A—H8A	0.9300	C8B—H8B	0.9300
C9A—H9A	0.9300	C9B—H9B	0.9300
C10A—C11A	1.505 (6)	C10B—C11B	1.506 (7)
C10A—H10A	0.9700	C10B—H10C	0.9700
C10A—H10B	0.9700	C10B—H10D	0.9700
C11A—C12A	1.378 (7)	C11B—C16B	1.381 (7)

C11A—C16A	1.393 (7)	C11B—C12B	1.388 (7)
C12A—C13A	1.391 (8)	C12B—C13B	1.381 (8)
C12A—H12A	0.9300	C12B—H12B	0.9300
C13A—C14A	1.373 (9)	C13B—C14B	1.393 (9)
C13A—H13A	0.9300	C13B—H13B	0.9300
C14A—C15A	1.356 (8)	C14B—C15B	1.368 (8)
C14A—H14A	0.9300	C14B—H14B	0.9300
C15A—C16A	1.389 (7)	C15B—C16B	1.382 (8)
C15A—H15A	0.9300	C15B—H15B	0.9300
C16A—H16A	0.9300	C16B—H16B	0.9300
C2A—C1A—C11A	111.6 (4)	C2B—C1B—C11B	112.0 (4)
C2A—C1A—H1A1	109.3	C2B—C1B—H1B1	109.2
C11A—C1A—H1A1	109.3	C11B—C1B—H1B1	109.2
C2A—C1A—H1A2	109.3	C2B—C1B—H1B2	109.2
C11A—C1A—H1A2	109.3	C11B—C1B—H1B2	109.2
H1A1—C1A—H1A2	108.0	H1B1—C1B—H1B2	107.9
N1A—C2A—C1A	113.7 (4)	N1B—C2B—C1B	113.4 (4)
N1A—C2A—H2A1	108.8	N1B—C2B—H2B1	108.9
C1A—C2A—H2A1	108.8	C1B—C2B—H2B1	108.9
N1A—C2A—H2A2	108.8	N1B—C2B—H2B2	108.9
C1A—C2A—H2A2	108.8	C1B—C2B—H2B2	108.9
H2A1—C2A—H2A2	107.7	H2B1—C2B—H2B2	107.7
C2A—N1A—S1A	120.6 (3)	C2B—N1B—S1B	120.7 (3)
C2A—N1A—H1A	121 (4)	C2B—N1B—H1B	118 (4)
S1A—N1A—H1A	116 (4)	S1B—N1B—H1B	118 (4)
O1A—S1A—O2A	118.2 (2)	O1B—S1B—O2B	118.2 (2)
O1A—S1A—N1A	110.0 (2)	O1B—S1B—N1B	105.8 (2)
O2A—S1A—N1A	105.2 (2)	O2B—S1B—N1B	109.2 (2)
O1A—S1A—N2A	105.3 (2)	O1B—S1B—N2B	112.7 (2)
O2A—S1A—N2A	112.3 (2)	O2B—S1B—N2B	105.1 (2)
N1A—S1A—N2A	105.2 (2)	N1B—S1B—N2B	105.1 (2)
C3A—N2A—C10A	116.4 (4)	C10B—N2B—C3B	115.2 (4)
C3A—N2A—S1A	115.3 (3)	C10B—N2B—S1B	115.1 (3)
C10A—N2A—S1A	117.7 (3)	C3B—N2B—S1B	118.7 (3)
N2A—C3A—C4A	111.6 (4)	N2B—C3B—C4B	115.4 (4)
N2A—C3A—H3A1	109.3	N2B—C3B—H3B1	108.4
C4A—C3A—H3A1	109.3	C4B—C3B—H3B1	108.4
N2A—C3A—H3A2	109.3	N2B—C3B—H3B2	108.4
C4A—C3A—H3A2	109.3	C4B—C3B—H3B2	108.4
H3A1—C3A—H3A2	108.0	H3B1—C3B—H3B2	107.5
C9A—C4A—C5A	118.9 (5)	C5B—C4B—C9B	118.6 (5)
C9A—C4A—C3A	120.1 (5)	C5B—C4B—C3B	120.7 (5)
C5A—C4A—C3A	120.9 (5)	C9B—C4B—C3B	120.7 (4)
C6A—C5A—C4A	121.3 (6)	C4B—C5B—C6B	121.1 (6)
C6A—C5A—H5A	119.4	C4B—C5B—H5B	119.5
C4A—C5A—H5A	119.4	C6B—C5B—H5B	119.5
C5A—C6A—C7A	119.9 (7)	C7B—C6B—C5B	119.6 (6)

C5A—C6A—H6A	120.1	C7B—C6B—H6B	120.2
C7A—C6A—H6A	120.1	C5B—C6B—H6B	120.2
C8A—C7A—C6A	119.4 (6)	C6B—C7B—C8B	120.7 (6)
C8A—C7A—H7A	120.3	C6B—C7B—H7B	119.6
C6A—C7A—H7A	120.3	C8B—C7B—H7B	119.6
C7A—C8A—C9A	120.0 (6)	C7B—C8B—C9B	119.6 (6)
C7A—C8A—H8A	120.0	C7B—C8B—H8B	120.2
C9A—C8A—H8A	120.0	C9B—C8B—H8B	120.2
C4A—C9A—C8A	120.5 (6)	C4B—C9B—C8B	120.4 (5)
C4A—C9A—H9A	119.7	C4B—C9B—H9B	119.8
C8A—C9A—H9A	119.7	C8B—C9B—H9B	119.8
N2A—C10A—C11A	115.0 (4)	N2B—C10B—C11B	111.9 (4)
N2A—C10A—H10A	108.5	N2B—C10B—H10C	109.2
C11A—C10A—H10A	108.5	C11B—C10B—H10C	109.2
N2A—C10A—H10B	108.5	N2B—C10B—H10D	109.2
C11A—C10A—H10B	108.5	C11B—C10B—H10D	109.2
H10A—C10A—H10B	107.5	H10C—C10B—H10D	107.9
C12A—C11A—C16A	118.1 (5)	C16B—C11B—C12B	118.4 (5)
C12A—C11A—C10A	121.7 (5)	C16B—C11B—C10B	121.1 (5)
C16A—C11A—C10A	120.2 (4)	C12B—C11B—C10B	120.4 (5)
C11A—C12A—C13A	121.4 (5)	C13B—C12B—C11B	121.0 (5)
C11A—C12A—H12A	119.3	C13B—C12B—H12B	119.5
C13A—C12A—H12A	119.3	C11B—C12B—H12B	119.5
C14A—C13A—C12A	119.2 (6)	C12B—C13B—C14B	119.6 (5)
C14A—C13A—H13A	120.4	C12B—C13B—H13B	120.2
C12A—C13A—H13A	120.4	C14B—C13B—H13B	120.2
C15A—C14A—C13A	120.7 (5)	C15B—C14B—C13B	119.7 (5)
C15A—C14A—H14A	119.7	C15B—C14B—H14B	120.2
C13A—C14A—H14A	119.7	C13B—C14B—H14B	120.2
C14A—C15A—C16A	120.4 (6)	C14B—C15B—C16B	120.4 (6)
C14A—C15A—H15A	119.8	C14B—C15B—H15B	119.8
C16A—C15A—H15A	119.8	C16B—C15B—H15B	119.8
C15A—C16A—C11A	120.3 (5)	C11B—C16B—C15B	120.9 (5)
C15A—C16A—H16A	119.9	C11B—C16B—H16B	119.5
C11A—C16A—H16A	119.9	C15B—C16B—H16B	119.5

Hydrogen-bond geometry ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
N1B—H1B $\cdots$ O1A	0.87 (2)	2.14 (4)	2.995 (6)	169 (5)
N1A—H1A $\cdots$ O2B <sup>i</sup>	0.86 (2)	2.13 (5)	2.977 (5)	169 (5)

Symmetry code: (i)  $x-1/2, y-1/2, z$ .