

Fig. 2. $\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, hydrogen bonding scheme. The dashed lines from O(W3) lead to neighboring atoms, but do not represent hydrogen bonds.

through a grant. Partial support from N.S.F. grant no. G-11309 is also gratefully acknowledged.

References

- BACON, G. E. & CURRY, N. A. (1962). *Proc. Roy. Soc. A* **266**, 95.
 BAUR, W. H. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1361.
 BAUR, W. H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 909.
 BEEVERS, C. A. & LIPSON, H. (1934). *Proc. Roy. Soc. A* **146**, 570.
 COING-BOYAT, J. & LEFUR, Y. (1966). *C.r. Acad. Sci. Paris, Série B*, **262**, 722.
 COLLINS, E. M. & MENZIES, A. W. C. (1936). *J. Phys. Chem.* **40**, 379.
 GARAVELLI, C. L. (1957). *Atti Accad. Naz. Lincei, Cl. Sc. fis. mat. e nat.* **22**, 318.
 HUGHES, E. W. (1941). *J. Amer. Chem. Soc.* **63**, 1737.
 LEONHARDT, J. & WEISS, R. (1957). *Naturwissenschaften*, **44**, 338.
 SCACCHI, A. (1870). *Rend. Accad. sci. fis. e mat.*, Napoli, **9**, 84.
 THORPE, F. E. & WATTS, J. I. (1880). *J. Chem. Soc.* **37**, 102.
 TORRIE, B. H., BROWN, I. D. & PETCH, H. E. (1964). *Canad. J. Phys.* **42**, 229.

Acta Cryst. (1968). **B24**, 513

Structure Cristalline de Composés Antituberculeux. I. Structure Cristalline du Chlorhydrate d'Éthionamide

PAR J. C. COLLETER ET M. GADRET

Laboratoire de Cristallographie de la Faculté de Médecine et de Pharmacie et Laboratoire de Cristallographie de la Faculté des Sciences, Bordeaux, France

(Reçu le 29 juin 1967)

Ethionamide (2-ethyl-4-thiocarbamoylpyridine) hydrochloride crystallizes in the monoclinic system, space group $P2_1/c$, with cell dimensions $a = 8.82 \pm 0.02$, $b = 13.51 \pm 0.02$, $c = 10.28 \pm 0.02$ Å, $\beta = 127^\circ \pm 20'$ and 4 molecules per cell. The refinement was carried out by least-squares calculations including anisotropic temperature factors. The final R is 0.118. The structure is built with layers of molecules parallel to (100); within these layers, the molecules are linked together by hydrogen bonds.

Introduction

Le chlorhydrate de thiocarbamoyl-4-éthyl-2-pyridine (ou d'éthionamide) a été préparé par Libermann et ses collaborateurs. Ces auteurs recherchaient une molécule active sur le B.K. isoniazidorésistant. Ils obtinrent une série de dérivés parmi lesquelles l'éthyl-2-thiocarbamoyl-4-pyridine est l'un des plus actifs.

Ce produit est utilisé en thérapeutique sous forme de chlorhydrate. Les structures de l'isoniazide (base et chlorhydrate) étant connues, il nous a paru intéressant de déterminer celles des dérivés de la série de l'éthionamide, dans le but de rechercher une éventuelle corrélation entre l'activité et la structure de ces molécules.

Dans un précédent travail (Colleter & Gadret, 1966) nous avons obtenu celle de la thiocarbamoyl-4-pyridine, la présente publication concerne celle du chlorhydrate d'éthyl-2-thiocarbamoyl-4-pyridine ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{S}$, HCl).

Partie expérimentale

Par cristallisation dans l'éthanol on obtient de petits prismes monocliniques rouge orangé de dimension convenable (0,6 mm de diamètre sur 2 à 3 mm de long).

Le groupe spatial et les dimensions de la maille ont été déterminés sur des diagrammes de Bragg et de

De Jong, la rotation du cristal s'effectuant autour de l'axe d'allongement a . Tous ces clichés de rayons X ont été obtenus avec le rayonnement $K\alpha$ du cuivre.

Données cristallographiques

Système monoclinique

$$\begin{aligned} a &= 8,82 \pm 0,02 \text{ \AA} \\ b &= 13,51 \pm 0,02 \\ c &= 10,28 \pm 0,02 \\ \beta &= 127^\circ \pm 20' \end{aligned}$$

Volume de la maille $V = 978,2 \text{ \AA}^3$

Densité calculée pour 4 molécules par maille $d = 1,37$

Groupe spatial: on observe les extinctions systématiques suivantes:

$$\begin{aligned} l &= 2n + 1 \text{ dans le plan } h0l \\ k &= 2n + 1 \text{ sur la rangée } 0k0 \end{aligned}$$

Le groupe spatial du cristal est donc $P2_1/c$.

Mesure des intensités

Nous avons mesuré les intensités diffractées dans l'espace réciproque sur des rétigrammes de De Jong. Les densités photographiques des 619 réflexions ainsi observées ont été comparées visuellement à une échelle étalon de raison 1,3. Cela nous a permis d'obtenir les

Tableau 1. Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique isotrope

	x/a	y/b	z/c	Coefficient d'agitation thermique isotrope
Cl(1)	0,2343	0,2040	-0,2494	
S(2)	0,2736	-0,1145	0,4271	
C(3)	0,3163	-0,1052	0,0762	3,43 \AA^2
C(4)	0,3157	-0,0633	0,1999	1,94
C(5)	0,2655	0,0335	0,1875	2,60
C(6)	0,2079	0,0857	0,0506	3,33
N(7)	0,2026	0,0449	-0,0694	2,70
C(8)	0,2533	-0,0507	-0,0614	3,39
C(9)	0,2619	-0,0881	-0,1975	
C(10)	0,0680	-0,1261	-0,3298	
C(11)	0,3921	-0,1206	0,3507	2,64
N(12)	0,5468	-0,1744	0,4097	3,08

Tableau 2. Coefficients d'agitation thermique anisotrope

	$\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$					
	$\beta_{11} \times 10^4$	$\beta_{22} \times 10^4$	$\beta_{33} \times 10^4$	$\beta_{12} \times 10^4$	$\beta_{13} \times 10^4$	$\beta_{23} \times 10^4$
Cl	223	45	91	234	61	25
S	214	73	141	291	71	49
C(9)	1001	92	218	679	671	282
C(10)	646	194	308	221	-202	298

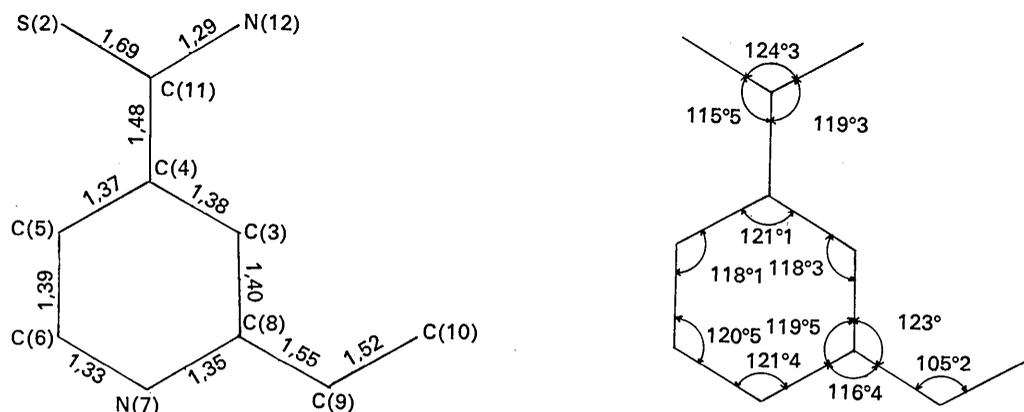


Fig. 1. Distances interatomiques (\AA) et angles valentiels.

facteurs de structure observés après correction par les coefficients de Lorentz et de polarisation.

Nous avons utilisé le photosommateur de Von Eller (1955) pour effectuer les transformées de Fourier.

Les affinements et les calculs nécessaires à l'analyse de la structure ont été menés sur un ordinateur IBM 1620.

Détermination de la structure

L'examen des projections de la fonction de Patterson suivant l'axe OZ nous a permis de situer les deux atomes lourds dans la maille. Mais, il a été impossible de distinguer le chlore du soufre car leurs numéros atomiques sont trop voisins. Nous avons tenté néanmoins d'appliquer la méthode de 'l'atome lourd' pour obtenir une hypothèse de départ, mais le résultat s'est révélé insuffisant. Cela nous a amené à préparer le

bromhydrate d'éthionamide. La structure de ce sel, que nous communiquons par ailleurs (Colleter & Gadret, 1968) est isotype de celle du chlorhydrate d'éthionamide. Nous avons donc pu lever les difficultés que nous venons de mentionner. L'affinement s'est ensuite déroulé en trois étapes.

(a) Un premier affinement, par la méthode des moindres carrés, a donné un facteur de reliabilité $R=0,13$ pour l'ensemble des facteurs de structure $F_o(hkl)$.

(b) Le calcul des longueurs de liaisons intramoléculaires effectué à ce stade de l'affinement a fourni des résultats assez satisfaisants pour le noyau pyridinique mais les deux liaisons C-C de la chaîne éthyle (1,60 et 1,62 Å) étaient anormales. Après introduction des atomes d'hydrogène de la chaîne éthyle, un nouvel affinement des coordonnées et des coefficients d'agita-

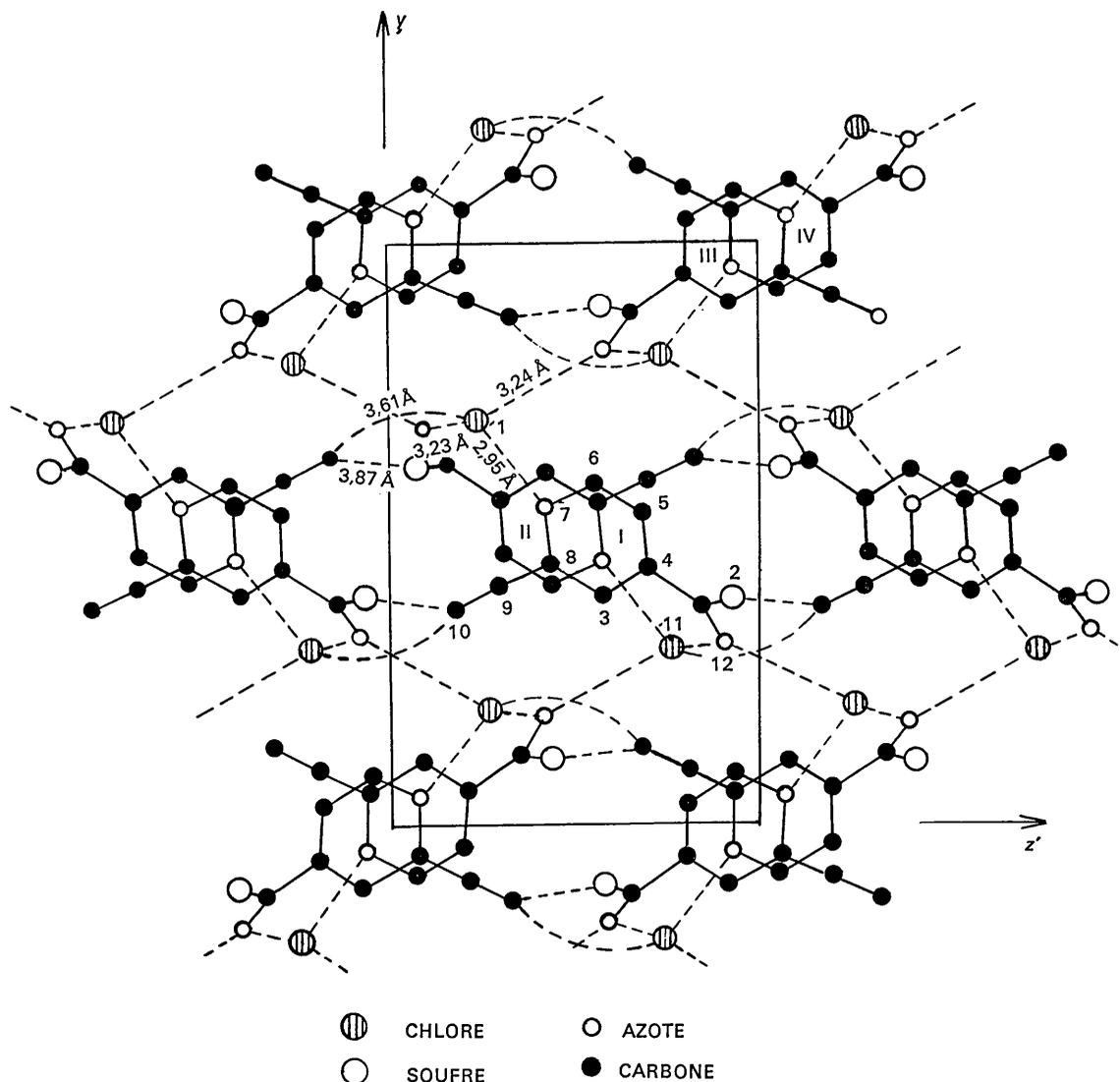


Fig. 2. Projection de la structure parallèlement à la direction a.

tion thermique isotrope des atomes de carbone et d'azote a été effectué: Les deux liaisons de la chaîne éthyle prennent alors une valeur acceptable de: 1,52 et 1,50 Å.

(c) Nous avons alors achevé l'affinement en introduisant les coefficients d'agitation thermique anisotrope des deux atomes de carbone de la chaîne éthyle et ceux du soufre et du chlore, la valeur du coefficient de fiabilité pour l'ensemble des réflexions indépendantes est finalement égale à $R=0,118$. Le Tableau 1 donne les coordonnées finales des atomes et le coefficient d'agitation thermique isotrope de huit d'entre eux, au Tableau 2 figurent les coefficients d'agitation thermique anisotrope des quatre autres atomes.

Discussion des résultats

Les quatre liaisons C-C du cycle pyridinique varient de 1,37 Å à 1,40 Å (Fig. 1). Le groupement thiocarbamoyl comporte des liaisons C-N (1,30 Å) et C-C (1,48 Å) relativement courtes et une liaison C-S assez longue (1,69 Å).

Notons que l'angle N-C-S ($124^{\circ}3$) est anormalement grand. Ces résultats sont en parfait accord avec ceux que nous avons obtenu pour la thiocarbamoyl-4-pyridine (base) et avec ceux de divers auteurs qui ont étudiés la thiourée, la thioacétamide, le complexe tétrathioacétamide cuivreux, des amides telles que la benzamide, *p*-aminobenzamide, nicotinamide, et d'au-

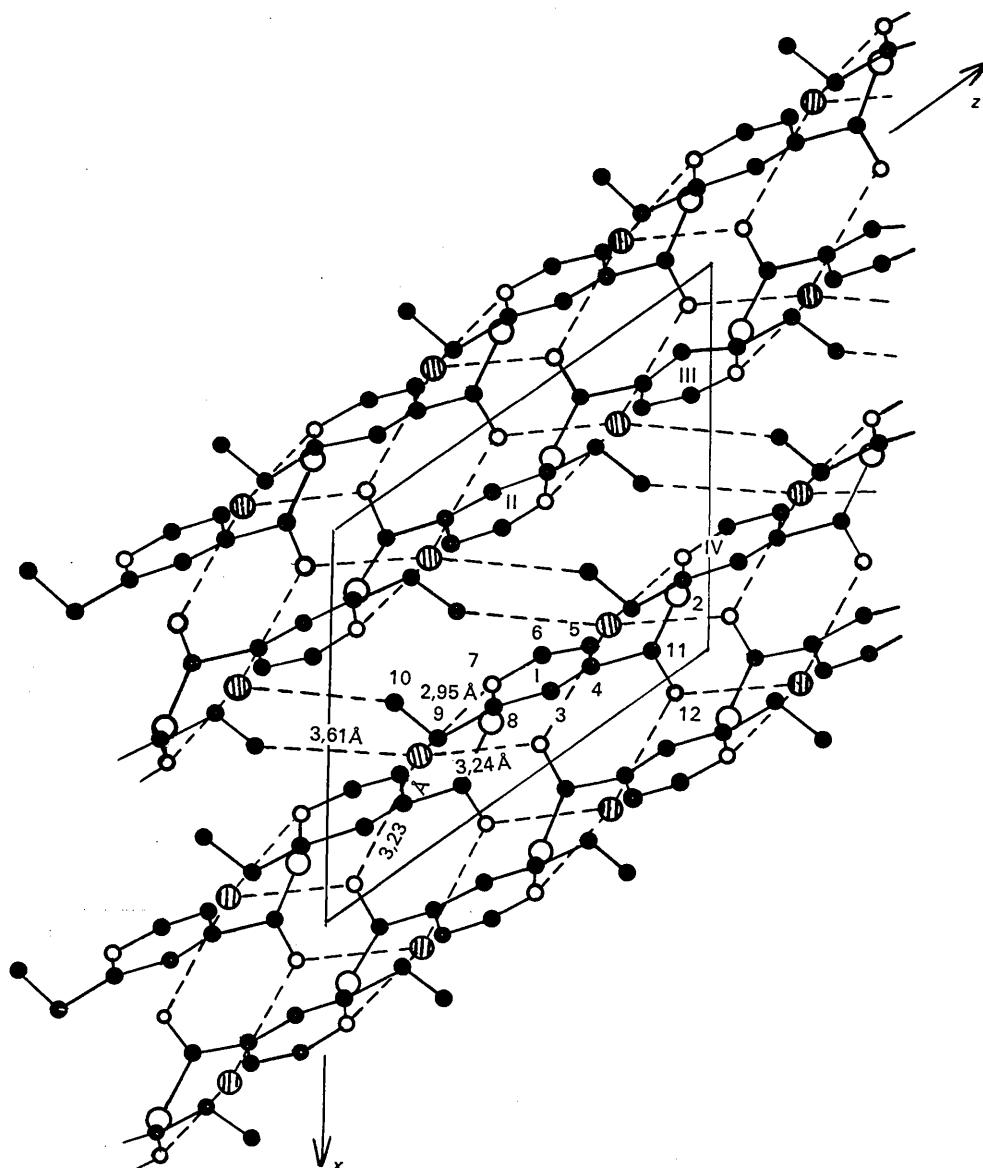


Fig. 3. Projection de la structure parallèlement à la direction b.

tres composés à noyau pyridinique comme l'hydrazide de l'acide isonicotinique (Truter, 1957; Wright & King, 1954; Bruce, Penfold & White, 1959; Alléaume & Decap (1967); Kupfer & Tsoucaris).

Le plan moyen du cycle pyridinique et celui du groupe thiocarbamoyl ont respectivement pour équation:

$$x + 0,3435y + 0,5167z - 2,1299 = 0$$

$$x + 2,7503y + 2,0349z - 2,6719 = 0$$

Ils font un angle dièdre $\varphi = 44^\circ 24'$.

Comme le montre les valeurs figurant au Tableau 3 aucun atome du cycle ne s'écarte de plus de 0,02 Å du plan moyen.

Tableau 3. Distances des atomes au plan moyen du cycle

C(3)	0,020 Å
C(4)	-0,019
C(5)	0,006
C(6)	0,003
N(7)	-0,001
C(8)	-0,011
C(9)	0,120
C(10)	-1,260
C(11)	0,080
N(12)	0,932
S	-0,906
Cl	1,160

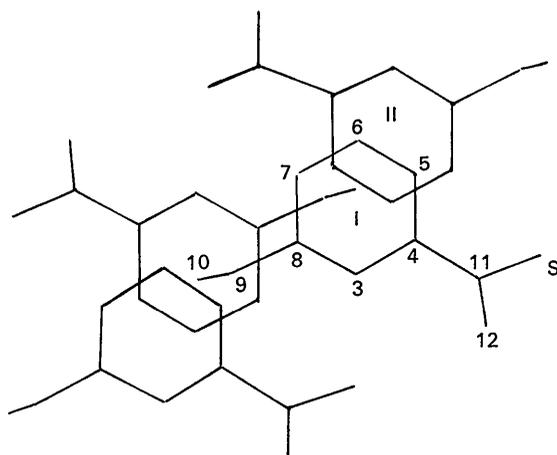


Fig. 4. Projection de la molécule II sur le plan moyen de la molécule I.

Les atomes C(9) de la chaîne éthyle et C(11) du groupe thiocarbamoyl sont à des distances de l'ordre de 0,1 Å du plan moyen du cycle; l'atome C(10) de la chaîne éthyle est par contre nettement hors du plan du cycle (à 1,26 Å) les atomes de soufre et d'azote se trouvent de part et d'autre du plan du cycle, à environ 0,9 Å.

Liaisons hydrogène

L'atome d'azote pyridinique N(7,I) est situé à 2,95 Å d'un ion chlorure Cl(1,I), cette distance très faible correspond à une liaison hydrogène forte du type $N^+H \cdots Cl^-$. Le noyau est donc celui de l'ion pyridinium. Cependant on remarquera que l'ion Cl^- est à 1,16 Å du plan moyen du cycle, l'angle $N-H \cdots Cl$ fait 155° . L'atome d'azote du groupe thiocarbamoyl se trouve à distance sensiblement égale de deux anions chlorure (3,23 et 3,24 Å). Il semble que chacun des atomes d'hydrogène du NH_2 se place au voisinage des directions $N(12,I) \cdots Cl(1,II+a)$ et $N(12,I) \cdots Cl(1,III+a-c)$. Ces liaisons imposent au groupe thiocarbamoyl une rotation qui est supérieure à celle que l'on constate dans la thiocarbamoyl-4-pyridine base ($38^\circ 2$ au lieu de $44^\circ 2$).

On rencontre la même différence de longueur entre ces deux types de liaisons hydrogène $NH \cdots Cl$ dans de nombreuses structures (Kupfer & Tsoucaris, 1964).

L'ion Cl^- paraît être un centre d'attraction importante: non seulement il est lié à trois atomes d'azote par liaison hydrogène mais on peut noter quatre autres distances qui sont inférieures à la somme des rayons de van der Waals: il s'agit des distances $Cl(1,I) \cdots C(6,IV-c)$, $Cl(1,I) \cdots C(5,IV-c)$, $Cl(1,I) \cdots C(10,II-c)$ et $Cl(I) \cdots S(2,II)$.

Organisation générale de la structure

La structure peut être considérée comme formée de lits moléculaires sensiblement parallèles au plan (100) et associés deux à deux en feuillets grâce au réseau de liaisons $NH \cdots Cl$. La cohésion entre ces feuillets moléculaires peut s'expliquer à la fois, par l'attraction de l'ion Cl^- sur les atomes C(6), C(5), C(10), et S que nous venons de mentionner et par l'interaction entre deux cycles pyridiniques centrosymétriques. Comme le montre la projection de la molécule II sur le plan moyen de la molécule I (Fig. 4) les deux cycles se recouvrent partiellement au voisinage

Tableau 4. Distances interatomiques intermoléculaires les plus courtes

$Cl(1, I) \cdots N(7, I)$	2,95 Å	$S(2, I) \cdots N(7, II)$	3,67 Å
$Cl(1, I) \cdots N(12, II+a)$	3,23	$C(6, I) \cdots C(3, II)$	3,98
$Cl(1, I) \cdots N(12, III+a)$	3,24	$N(7, I) \cdots C(5, II)$	3,67
$Cl(1, I) \cdots C(6, IV-c)$	3,43	$N(7, I) \cdots C(4, II)$	3,94
$Cl(1, I) \cdots C(10, II-c)$	3,61	$N(12, I) \cdots C(6, III+a-b)$	3,78
$Cl(1, I) \cdots C(5, IV-c)$	3,64	$C(6, I) \cdots C(5, II)$	3,70
$Cl(1, I) \cdots C(10, III-c)$	3,95	$C(6, I) \cdots C(4, II)$	3,70
$Cl(1, I) \cdots S(2, II)$	3,87	$C(8, I) \cdots C(5, II)$	3,93
$S(2, I) \cdots C(10, I+c)$	3,87	$C(8, I) \cdots C(8, II+a)$	3,97
$S(2, I) \cdots C(3, IV-b)$	4,02	$C(9, I) \cdots N(7, II+a)$	3,82
$S(2, I) \cdots C(10, IV-b)$	4,09	$C(9, I) \cdots C(8, II+a)$	3,90

Tableau 5. Facteurs de structure observés et calculés

M	K	L	F(OBS)	F(CALC)	M	K	L	F(OBS)	F(CALC)	M	K	L	F(OBS)	F(CALC)	M	K	L	F(OBS)	F(CALC)
00 02 00	35.34	41.60	01 07 03	10.66	7.73	02 03 02	11.80	11.84	02 09 -07	11.84	-14.16	02 09 -07	11.84	-14.16					
00 04 00	78.18	-76.77	01 08 03	19.60	14.50	02 04 02	54.29	47.24	02 10 -07	8.78	-9.64	02 10 -07	8.78	-9.64					
00 06 00	34.80	-32.74	01 09 03	43.56	-44.90	02 05 02	5.86	0.84	02 12 -07	7.70	-7.04	02 12 -07	7.70	-7.04					
00 10 00	23.56	21.33	01 10 03	13.62	12.24	02 06 02	20.38	17.19	02 00 -08	37.31	27.84	02 00 -08	37.31	27.84					
00 12 00	34.80	-38.80	01 11 03	44.90	-44.90	02 07 02	11.53	11.53	02 01 -08	71.42	9.11	02 01 -08	71.42	9.11					
00 01 01	27.84	31.67	01 01 04	37.46	-35.00	02 08 02	38.71	-38.18	02 02 -08	48.20	38.25	02 02 -08	48.20	38.25					
00 02 01	53.55	52.01	01 02 04	18.46	16.60	02 01 03	22.90	21.09	02 03 -08	13.57	16.86	02 03 -08	13.57	16.86					
00 03 01	72.82	75.67	01 03 04	11.57	5.23	02 02 03	4.86	2.88	02 04 -08	24.53	-25.22	02 04 -08	24.53	-25.22					
00 04 01	62.65	-57.80	01 04 04	10.21	-1.36	02 03 03	6.03	0.11	02 05 -08	7.59	9.84	02 05 -08	7.59	9.84					
00 05 01	6.42	6.43	01 05 04	12.10	7.46	02 04 03	40.55	-34.43	02 06 -08	18.93	-16.36	02 06 -08	18.93	-16.36					
00 06 01	23.56	-22.99	01 06 04	11.02	3.87	02 05 03	18.42	-18.89	03 00 -08	15.58	9.04	03 00 -08	15.58	9.04					
00 07 01	38.55	-34.38	01 01 05	10.75	-6.43	02 06 03	47.87	40.97	02 08 -08	8.21	10.51	02 08 -08	8.21	10.51					
00 08 01	29.45	-25.97	01 02 05	14.16	15.09	02 07 03	7.15	7.77	02 01 -09	16.59	8.10	02 01 -09	16.59	8.10					
00 09 01	23.56	-23.08	01 03 05	11.02	4.55	02 08 03	7.37	-5.12	02 02 -09	7.48	-2.93	02 02 -09	7.48	-2.93					
00 10 01	6.53	5.99	01 04 05	11.29	9.95	02 10 03	11.95	-17.44	02 03 -09	10.38	14.88	02 03 -09	10.38	14.88					
00 11 01	6.85	-6.18	01 05 05	33.07	35.43	02 00 04	25.52	-22.37	02 04 -09	22.56	-20.39	02 04 -09	22.56	-20.39					
00 12 01	6.96	4.79	01 06 05	11.93	-6.74	02 01 04	6.64	20.82	02 05 -09	7.20	-5.12	02 05 -09	7.20	-5.12					
00 00 02	24.09	-29.62	01 07 05	13.62	-16.92	02 02 04	14.18	15.70	02 06 -09	21.67	27.67	02 06 -09	21.67	27.67					
00 01 02	46.05	-39.42	01 08 06	11.74	3.12	02 03 04	16.47	19.00	02 00 -10	14.02	18.93	02 00 -10	14.02	18.93					
00 02 02	44.98	43.16	01 01 06	11.74	8.40	02 04 04	11.11	11.11	03 00 -10	14.39	15.58	03 00 -10	14.39	15.58					
00 03 02	28.91	-28.25	01 02 06	11.83	-5.43	02 05 04	7.20	-5.83	03 01 00	15.96	18.06	03 01 00	15.96	18.06					
00 04 02	40.69	-39.76	01 03 06	20.16	-23.98	02 06 04	7.37	0.94	03 02 00	22.05	-17.81	03 02 00	22.05	-17.81					
00 05 02	23.02	18.30	01 04 06	26.35	27.48	02 07 04	19.38	-22.46	03 03 00	33.17	-32.47	03 03 00	33.17	-32.47					
00 06 02	12.31	-8.62	01 02 01	4.21	-0.95	02 08 04	19.04	1.27	03 04 00	28.96	-27.92	03 04 00	28.96	-27.92					
00 07 02	11.24	11.75	01 03 01	22.31	27.91	02 09 04	7.48	3.91	03 05 00	18.03	15.26	03 05 00	18.03	15.26					
00 08 02	24.53	23.72	01 04 01	37.10	35.45	02 10 04	12.28	-12.07	03 06 00	16.08	-15.78	03 06 00	16.08	-15.78					
00 09 02	6.31	-1.60	01 05 01	53.86	-54.08	02 01 05	7.31	-8.95	03 07 00	22.68	22.74	03 07 00	22.68	22.74					
00 10 02	12.85	-13.31	01 06 01	7.88	2.95	02 02 05	15.58	-18.33	03 08 00	15.39	18.36	03 08 00	15.39	18.36					
00 11 02	9.10	-11.74	01 07 01	37.10	35.45	02 03 05	10.42	-10.10	03 09 00	33.17	-32.47	03 09 00	33.17	-32.47					
00 12 02	11.78	11.34	01 08 01	9.59	6.25	02 04 05	8.54	8.19	03 10 00	8.29	1.77	03 10 00	8.29	1.77					
00 13 02	10.17	-5.63	01 09 01	10.39	-6.70	02 05 05	9.83	13.89	03 11 00	9.94	14.18	03 11 00	9.94	14.18					
00 00 03	4.12	-1.48	01 10 01	10.39	-6.70	02 06 05	7.83	-4.97	03 01 01	16.08	-6.02	03 01 01	16.08	-6.02					
00 01 03	47.12	39.17	01 00 02	49.29	-50.45	02 07 05	7.48	-2.23	03 02 01	29.28	25.17	03 02 01	29.28	25.17					
00 02 03	26.77	-22.10	01 01 02	17.02	-17.67	02 08 05	12.40	13.42	03 03 01	9.42	11.43	03 03 01	9.42	11.43					
00 03 03	33.73	34.10	01 02 02	6.49	6.49	02 09 05	10.32	-7.72	03 04 01	17.62	17.62	03 04 01	17.62	17.62					
00 04 03	5.08	-5.34	01 03 02	51.17	-55.28	02 10 05	8.49	-10.39	03 05 01	11.37	-13.10	03 05 01	11.37	-13.10					
00 05 03	57.83	-53.19	01 04 02	31.99	31.25	02 00 06	35.24	-31.95	03 06 01	22.24	-20.36	03 06 01	22.24	-20.36					
00 06 03	12.31	-1.75	01 05 02	15.03	12.27	02 01 06	18.77	-18.28	03 07 01	21.86	21.86	03 07 01	21.86	21.86					
00 07 03	19.27	16.01	01 06 02	8.15	2.59	02 02 06	14.18	14.03	03 08 01	7.85	-5.03	03 08 01	7.85	-5.03					
00 08 03	6.58	4.59	01 07 02	8.96	2.05	02 03 06	8.82	-6.79	03 09 01	9.36	-12.61	03 09 01	9.36	-12.61					
00 09 03	9.63	-9.19	01 08 02	17.74	-14.97	02 04 06	30.66	-30.66	03 10 01	25.52	-25.22	03 10 01	25.52	-25.22					
00 10 03	6.96	-0.40	01 09 02	15.77	-12.14	02 05 06	4.52	-1.69	03 01 02	35.56	-32.64	03 01 02	35.56	-32.64					
00 11 03	9.63	11.53	01 10 02	11.29	-6.25	02 06 06	5.02	-0.18	03 02 02	10.99	-13.37	03 02 02	10.99	-13.37					
00 00 04	12.85	-11.98	01 01 03	29.91	-28.91	02 07 06	30.94	24.88	03 03 02	7.13	7.13	03 03 02	7.13	7.13					
00 01 04	29.45	-26.93	01 02 03	49.56	46.85	02 08 06	37.14	-30.31	03 04 02	9.11	8.27	03 04 02	9.11	8.27					
00 02 04	25.70	-24.02	01 03 03	20.79	19.53	02 09 06	16.92	-19.82	03 05 02	7.28	2.46	03 05 02	7.28	2.46					
00 03 04	21.33	-19.32	01 04 03	73.32	-73.32	02 10 06	18.42	-16.78	03 06 02	2.52	2.52	03 06 02	2.52	2.52					
00 04 04	38.55	31.73	01 05 03	29.57	-31.30	02 14 06	13.35	-17.02	03 07 02	7.98	-4.14	03 07 02	7.98	-4.14					
00 05 04	15.52	15.56	01 06 03	20.34	-19.03	02 00 07	29.43	26.75	03 11 02	22.50	-25.77	03 11 02	22.50	-25.77					
00 06 04	5.9	-9.86	01 07 03	18.18	-16.02	02 01 07	8.72	-11.82	03 12 02	11.4	11.4	03 12 02	11.4	11.4					
00 07 04	13.92	11.09	01 08 03	18.46	-16.77	02 02 07	58.09	-59.83	03 02 03	25.95	23.21	03 02 03	25.95	23.21					
00 08 04	24.63	-23.51	01 09 03	11.74	9.17	02 03 07	65.97	-64.19	03 03 03	45.93	-39.78	03 03 03	45.93	-39.78					
00 09 04	6.8	-6.32	01 10 03	45.69	-45.69	02 04 07	32.26	-26.26	03 04 03	25.52	-25.22	03 04 03	25.52	-25.22					
00 10 04	11.78	12.82	01 11 03	13.26	9.77	02 05 07	4.52	2.64	03 05 03	7.98	3.98	03 05 03	7.98	3.98					
00 11 04	25.70	22.63	01 12 03	13.62	14.05	02 06 07	14.18	13.35	03 06 03	19.60	-23.15	03 06 03	19.60	-23.15					
00 12 04	14.80	8.08	01 13 03	13.62	10.77	02 07 07	37.81	33.99	03 07 03	4.24	-2.74	03 07 03	4.24	-2.74					
00 03 05	12.85	-10.17	01 00 04	27.42	-25.42	02 08 07	12.06	-11.24	03 08 03	22.68	-23.40	03 08 03	22.68	-23.40					
00 04 05	21.95	-24.27	01 01 04	50.10	-52.74	02 09 07	12.90	-10.68	03 09 03	21.81	21.81	03 09 03	21.81	21.81					
00 05 05	6.37	-8.87	01 02 04	48.40	-47.74	02 10 07	19.60	19.60	03 10 03	20.88	-32.67	03 10 03	20.88	-32.67					
00 06 05	12.85	13.84	01 03 04	23.03	21.87	02 11 07	9.10	-13.79	03 01 04	20.42	17.50	03 01 04	20.42	17.50					
00 07 05	8.80	-12.35	01 04 04	19.93	-18.60	02 12 07	8.16	-8.16	03 02 04	26.84	-26.84	03 02 04	26.84	-26.84					
00 08 05	13.38	-12.05	01 05 04	9.05	2.15	02 13 07	8.43	-5.53	03 03 04	14.95	-15.52	03 03 04	14.95	-15.52					
00 09 05	6.96	0.32	01 06 04	9.68	5.42	02 14 07	8.99	11.61	03 04 04	27.02	-25.02	03 04 04	27.02	-25.02					
00 10 05	9.63	11.60	01 07 04	27.71	-27.71	02 00 08	20.58	20.58	03 05 04	17.39	-17.39	03 05 04	17.39	-17.39					
00 11 05	6.96	-58.16	01 08 04	10.93	-0.85	02 01 08	10.33	9.57	03 06 04	26.83	-25.02	03 06 04	26.83	-25.02					
00 12 05	0.00	-2.82	01 09 04	13.08	17.20	02 02 08	11.67	-13.48	03 07 04	22.87	24.88	03 07 04	22.87	24.88					
00 00 06	18.20	16.83	01 10 04	15.69	16.73	02 03 08	64.40	-64.40	03 08 04	25.52	-25.22	03 08 04	25.52	-25.22					
00 01 06	10.17	-8.55	01 11 04	14.00	-18.24	02 04 08	13.68	16.03	03 09 04	29.91	-20.23	03 09 04	29.91	-20.23					
00 02 06	6.85	-1.86	01 12 04	19.44	-16.48	02 05 08	61.50	-55.03	03 10 04	42.60	43.96	03 10 04	42.60	43.96					
00 03 06	19.92	-13.84	01 01 05	16.64	16.64	02 06 08	9.81	-14.70	03 11 04	10.98	10.98	03 11 04	10.98	10.98					
00 04 06	19.92	-10.58	01 02 05	18.57	9.48	02 07 08	10.05	8.44	03 12 04	31.16	-27.32	03 12 04	31.16	-27.32					
00 05 06	9.63	-13.93	01 03 05	15.32	17.03	02 08 08	6.81	-7.29	03 01 05	71.70	-75.38	03 01 05	71.70	-75.38					
00 06 06	12.85	14.78	01 04 05	63.8															

Tableau 5 (suite)

H	K	L	F(OBS)	F(CALC)	H	K	L	F(OBS)	F(CALC)	H	K	L	F(OBS)	F(CALC)	H	K	L	F(OBS)	F(CALC)
03 10 -05	8.42	3.14			03 05 -11	18.53		-21.57		04 01 -02	23.54		22.77		04 08 -05	15.28		15.03	
03 11 -05	13.38	-14.89			04 00 00	68.03		68.26		04 02 -02	44.19		48.56		04 09 -05	17.82		19.31	
03 00 -06	13.92	29.62			04 01 00	44.12		45.92		04 03 -02	43.25		48.06		04 10 -05	21.44		-22.80	
03 01 -06	6.15	-4.30			04 02 00	6.30		-1.06		04 04 -02	19.77		-18.68		04 12 -05	11.95		-12.60	
03 02 -06	6.28	-2.72			04 03 00	34.34		31.53		04 05 -02	6.37		-0.85		04 00 -06	71.39		-65.49	
03 03 -06	41.53	37.49			04 04 00	7.10		2.32		04 06 -02	15.64		-16.24		04 01 -06	19.41		-23.04	
03 04 -06	6.78	3.44			04 05 00	7.53		3.70		04 07 -02	7.75		-10.21		04 02 -06	26.00		25.86	
03 05 -06	20.73	-23.13			04 06 00	8.94		-5.42		04 08 -02	17.38		14.72		04 03 -06	11.15		8.92	
03 06 -06	7.54	2.77			04 01 01	10.72		-14.84		04 09 -02	8.98		6.41		04 04 -06	26.22		25.47	
03 07 -06	16.27	-17.85			04 02 01	7.38		8.69		04 10 -02	20.64		-21.31		04 05 -06	8.98		6.95	
03 08 -06	9.36	-9.79			04 03 01	14.77		19.61		04 01 -03	6.23		8.23		04 06 -06	8.33		7.39	
03 09 -06	30.54	27.97			04 04 01	13.54		-8.45		04 02 -03	10.36		-6.92		04 07 -06	8.76		-7.28	
03 10 -06	7.16	-7.25			04 05 01	8.33		-0.15		04 03 -03	5.72		-4.83		04 08 -06	9.20		-6.33	
03 01 -07	41.09	-37.43			04 06 01	16.88		17.55		04 04 -03	14.34		-12.65		04 09 -06	6.49		6.33	
03 02 -07	13.57	14.96			04 07 01	9.12		2.39		04 05 -03	7.60		-10.56		04 10 -06	23.90		-26.04	
03 03 -07	7.60	7.32			04 08 01	12.24		-13.91		04 06 -03	39.19		39.75		04 11 -06	12.17		-8.85	
03 04 -07	24.69	-26.11			04 09 01	8.25		-5.99		04 07 -03	9.34		9.79		04 01 -07	7.67		0.78	
03 05 -07	20.61	20.15			04 01 02	8.33		-6.64		04 00 -04	3.76		1.44		04 02 -07	30.28		29.88	
03 06 -07	37.13	-39.33			04 02 02	8.47		6.37		04 01 -04	54.33		31.65		04 03 -07	8.04		-2.67	
03 07 -07	37.26	39.18			04 03 02	8.62		2.39		04 02 -04	22.02		-23.97		04 04 -07	32.74		-30.64	
03 08 -07	8.04	4.15			04 04 02	22.24		-21.60		04 03 -04	7.67		12.94		04 05 -07	20.35		-23.49	
03 09 -07	8.16	-0.93			04 01 03	11.95		-12.60		04 04 -04	31.15		32.77		04 06 -07	8.98		9.37	
03 10 -07	14.76	18.74			04 02 03	9.27		0.97		04 05 -04	6.52		-6.92		04 07 -07	15.76		17.31	
03 01 -08	8.35	-7.05			04 03 03	9.34		5.55		04 06 -04	7.24		3.14		04 08 -07	8.69		-5.89	
03 02 -08	8.48	5.26			04 04 03	9.41		10.12		04 07 -04	15.21		-17.91		04 01 -08	16.69		-19.56	
03 03 -08	8.48	-3.65			04 05 03	10.86		9.37		04 08 -04	16.01		-13.45		04 02 -08	43.18		-40.34	
03 04 -08	8.35	-4.07			04 06 03	16.15		-15.34		04 09 -04	9.05		-7.91		04 03 -08	42.23		-41.14	
03 05 -08	16.58	-17.03			04 07 03	9.41		10.12		04 10 -04	13.98		12.71		04 04 -08	9.12		14.74	
03 06 -08	7.60	-10.79			04 08 03	25.28		25.36		04 11 -04	10.86		10.55		04 05 -08	9.34		6.84	
03 07 -08	10.24	13.08			04 02 -01	12.02		-8.70		04 12 -04	12.17		-14.18		04 06 -08	19.48		17.92	
03 08 -08	22.99	27.88			04 00 04	21.01		23.68		04 01 -05	49.70		47.87		04 07 -08	15.14		19.21	
03 09 -08	8.48	1.93			04 01 -01	25.28		25.36		04 02 -05	26.15		-25.48		04 08 -08	10.79		11.37	
03 10 -08	27.64	-27.43			04 05 -01	14.12		19.10		04 03 -05	33.83		-34.46		04 01 -09	23.61		-20.66	
03 01 -09	12.56	-6.61			04 06 -01	7.46		-2.13		04 04 -05	23.18		22.18		04 06 -09	34.70		-35.65	
03 02 -09	22.74	-23.82			04 07 -01	20.35		-22.81		04 05 -05	9.27		-9.73		04 00 -10	12.31		-1.94	
03 03 -09	8.10	-0.83			04 08 -01	12.02		11.45		04 06 -05	9.34		-8.20		04 01 -10	12.24		-16.12	
03 04 -10	12.37	15.09			04 00 -02	6.95		-4.81		04 07 -05	8.25		3.31						

PENFOLD, B. R. & WHITE, J. C. B. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 130.
 COLLETER, J. C. & GADRET, M. (1966). *C.r. Acad. Sci. Paris*, **262**, 1569.
 COLLETER, J. C. & GADRET, M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 519.
 ELLER, G. VON (1955). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **78**, 157.
 KUPFER, A. A. & TSOUCARIS, G. (1964). *Bull. Soc. fr. Minér. Crist.* **57**, 84.
 TRUTER, M. R. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 785.
 WRIGHT, W. B. & KING, G. S. D. (1954). *Acta Cryst.* **7**, 283.

Acta Cryst. (1968). **B24**, 519

Structure Cristalline de Composés Antituberculeux. II. Structure Cristalline du Bromhydrate d'Éthionamide. Comparaison avec celle du Chlorhydrate d'Éthionamide

PAR J. C. COLLETER ET M. GADRET

Laboratoire de Cristallographie de la Faculté de Médecine et de Pharmacie et Laboratoire de Cristallographie de la Faculté des Sciences, Bordeaux, France

(Reçu le 29 juin 1967)

Crystals of ethionamide hydrobromide are monoclinic, with space group $P2_1/c$ and lattice parameters $a=9.28$, $b=13.60$, $c=9.87$, $\beta=127^\circ$, containing four molecules in the unit cell. The structure was solved by the heavy atom method. The refinement was carried out by least-squares calculations including anisotropic temperature factors. The final R was 0.10. This structure is made of layers of molecules parallel to the (100) plane; within one layer, the molecules are linked together by hydrogen bonds.

Introduction

Les difficultés rencontrées pour obtenir une hypothèse de départ satisfaisante pour le chlorhydrate d'éthyl-2-

thiocarbamoyl-4-pyridine (ou d'éthionamide) nous ont conduit à préparer le bromhydrate correspondant. Ces deux sels ont des structures isotopes. Nous publions par ailleurs celle du chlorhydrate (Colleter &

Tableau 1. Coordonnées atomiques finales et coefficients d'agitation thermique isotrope

	x/a	y/b	z/c	Coefficient d'agitation thermique isotrope
Br(1)	0,1796	0,2004	-0,2893	
S(2)	0,3019	-0,1234	0,4189	
C(3)	0,2788	-0,1159	0,0541	2,80 Å ²
C(4)	0,3225	-0,0710	0,1906	2,47
C(5)	0,2748	0,0299	0,1790	2,80
C(6)	0,1888	0,0780	0,0346	2,43
N(7)	0,1491	0,0327	-0,0963	2,83
C(8)	0,1863	-0,0656	-0,0936	2,93
C(9)	0,1301	-0,1042	-0,2476	
C(10)	0,3015	-0,0943	-0,2387	
C(11)	0,4140	-0,1259	0,3462	2,37
N(12)	0,5691	-0,1712	0,4172	3,11