

Acta Cryst. (1975). B31, 1497

Chlorhydrate de Diphenylpyraline

PAR G. PRECIGOUX, Y. BARRANS, B. BUSETTA ET P. MARSAU

Laboratoire de Cristallographie et Physique Cristalline, associé au CNRS, 351 cours de la Libération, 33405-Talence, France

(Reçu le 27 novembre 1974, accepté le 14 janvier 1975)

Abstract. $C_{19}H_{23}NO \cdot Cl \cdot H_2O$, monoclinic, $P2_1/c$, $Z=4$, $a=17.677$ (6), $b=10.805$ (4), $c=9.854$ (4) Å, $\beta=101.6$ (4)° $R=0.074$, 1694 observed reflexions The angle between the two ring planes is 107.6° .

Introduction. L'étude cristallographique de composés dotés de propriétés antihistaminiques déjà entreprise au laboratoire avec les dérivés de la phénothiazine: chlorhydrate et bromhydrate de phénergan (Escobar & Marsau, 1968; Marsau & Busetta, 1973) et multergan (Marsau & Cam, 1973) se poursuit actuellement par l'étude de molécules type 'dibenzyle' présentant la même activité biologique. Nous avons cristallisé un grand nombre des produits commercialisés et utilisés en thérapeutique. Nous présentons ici les résultats concernant le chlorhydrate de diphenylpyraline ($C_{19}H_{23}NO \cdot Cl \cdot H_2O$) (Fig. 1).

Les cristaux sont obtenus par évaporation d'une solution dans le benzène. La dimension de la maille a été déterminée par affinement des positions angulaires de 14 réflexions mesurées sur diffractomètre. La carte de densité calculée avec les 271 E supérieurs à 1,50 et affectés du signe donné par la méthode d'addition symbolique montre la molécule sans ambiguïté. Les atomes d'hydrogène ont été localisés sur fonction différence. Après affinement des paramètres atomiques et des coef-

ficients d'agitation thermique le facteur R vaut 0,074. Les coordonnées atomiques et les coefficients d'agitation thermique sont fournis par le Tableau 1.*

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30873: 23 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

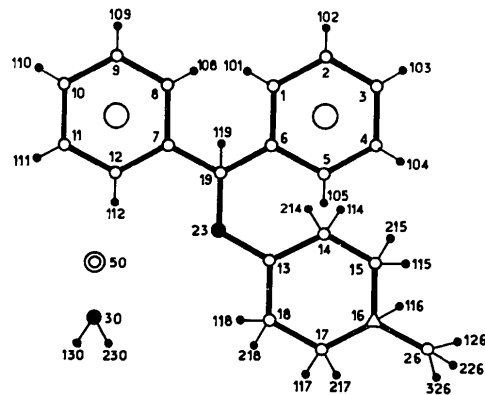


Fig. 1. Numérotation de la molécule.

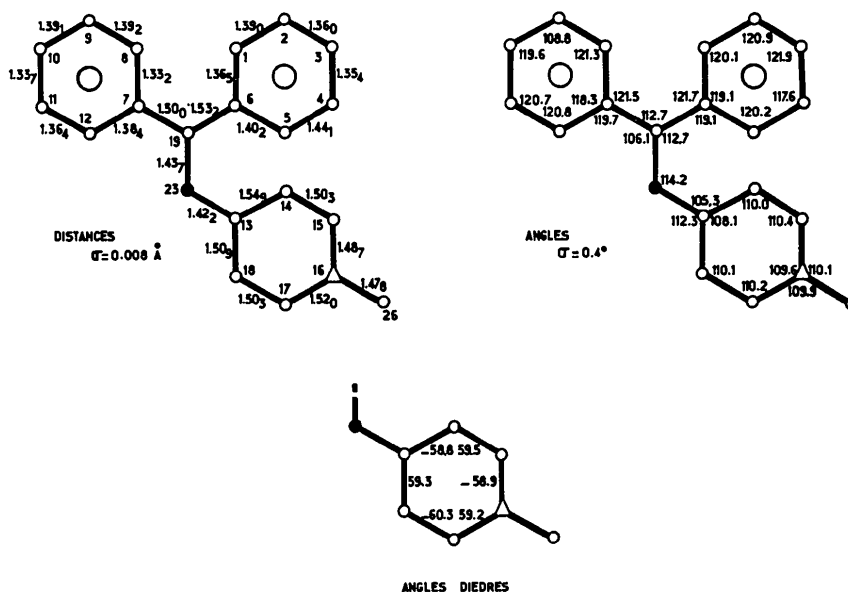


Fig. 2. Distances interatomiques, angles de valence et angles dièdres.

Discussion. Les distances interatomiques, les angles de valence et les angles dièdre du cycle pipéridine sont représentés sur la Fig. 2. Ces valeurs sont conformes

à celles que l'on pouvait attendre pour cette molécule. Les deux cycles aromatiques sont plans et l'angle qu'ils font entre eux vaut $107,6^\circ$. Le restant de la molécule

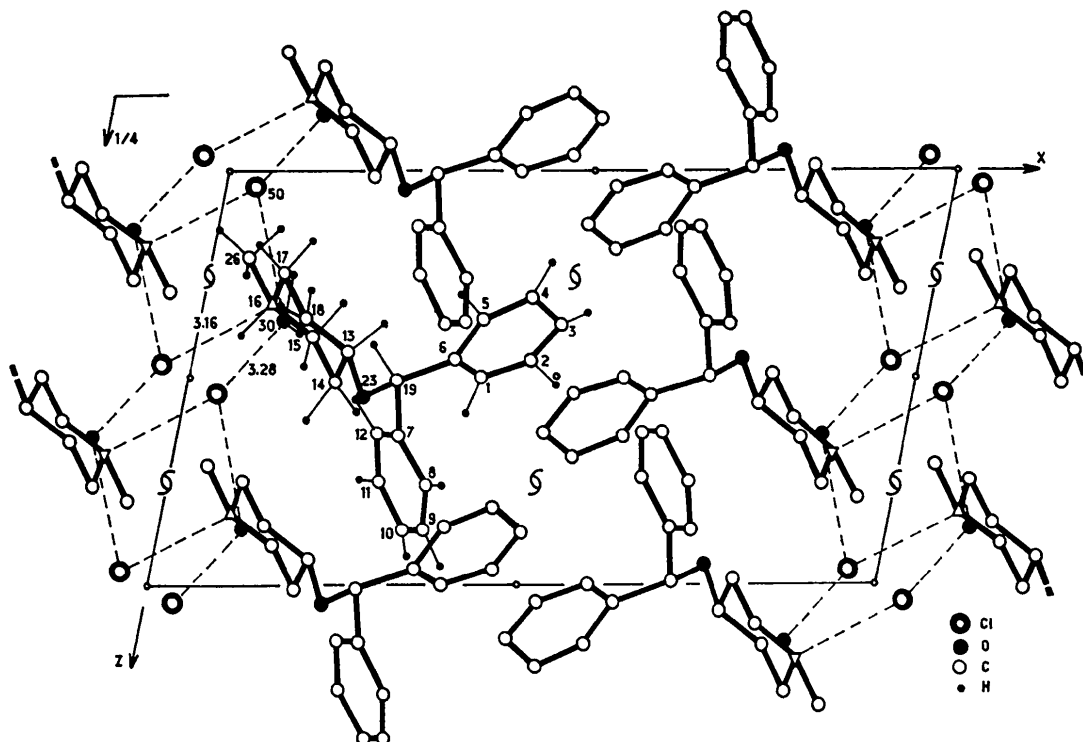


Fig. 3. Projection de la structure suivant l'axe *b*.

Tableau 1. Paramètres atomiques

Les valeurs des coordonnées atomiques et des paramètres d'agitation thermique anisotrope ont été multipliées par 10^4 .

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> ₁₁	<i>B</i> ₂₂	<i>B</i> ₃₃	<i>B</i> ₁₂	<i>B</i> ₁₃	<i>B</i> ₂₃
C(1)	4039 (3)	7046 (6)	5101 (7)	34 (2)	124 (8)	220 (11)	-15 (7)	21 (8)	9 (16)
C(2)	4720 (4)	7257 (7)	4638 (9)	36 (3)	157 (10)	304 (15)	-12 (8)	12 (10)	36 (20)
C(3)	4937 (4)	6504 (7)	3679 (8)	45 (3)	173 (10)	247 (13)	53 (9)	76 (10)	95 (19)
C(4)	4490 (4)	5550 (7)	3096 (8)	60 (3)	156 (9)	231 (13)	71 (10)	113 (11)	68 (18)
C(5)	3779 (4)	5327 (6)	3559 (8)	58 (3)	104 (7)	206 (11)	21 (8)	30 (10)	8 (15)
C(6)	3571 (3)	6081 (5)	4582 (6)	28 (2)	78 (6)	151 (8)	21 (6)	20 (6)	25 (11)
C(7)	3020 (3)	4944 (5)	6400 (6)	25 (2)	86 (6)	176 (9)	28 (6)	24 (7)	17 (12)
C(8)	3475 (3)	5323 (6)	7572 (7)	34 (2)	89 (6)	208 (10)	5 (6)	36 (8)	41 (14)
C(9)	3635 (3)	4564 (7)	8735 (7)	33 (2)	146 (9)	196 (11)	27 (8)	27 (8)	12 (16)
C(10)	3310 (4)	3388 (7)	8660 (8)	41 (3)	134 (8)	236 (12)	54 (8)	60 (9)	147 (17)
C(11)	2846 (4)	3017 (6)	7487 (8)	40 (3)	87 (7)	255 (12)	17 (7)	39 (9)	58 (15)
C(12)	2695 (3)	3776 (6)	6359 (7)	34 (2)	95 (6)	202 (10)	21 (7)	34 (8)	-2 (14)
C(13)	2144 (3)	7621 (5)	4416 (6)	27 (2)	70 (5)	142 (8)	19 (5)	23 (6)	22 (11)
C(14)	2002 (3)	8873 (5)	5089 (6)	33 (2)	73 (6)	164 (9)	7 (6)	4 (7)	-24 (12)
C(15)	1645 (3)	9782 (5)	3991 (6)	30 (2)	70 (5)	160 (9)	1 (6)	18 (7)	-16 (12)
N(16)	898 (2)	9300 (4)	3199 (5)	27 (2)	68 (4)	143 (6)	15 (4)	19 (5)	16 (9)
C(17)	1030 (3)	8072 (5)	2532 (6)	36 (2)	83 (6)	135 (8)	-3 (6)	22 (7)	-26 (11)
C(18)	1378 (3)	7151 (5)	3624 (6)	31 (2)	70 (5)	139 (8)	9 (5)	12 (6)	0 (11)
C(19)	2848 (3)	5758 (5)	5143 (7)	33 (2)	81 (6)	187 (10)	23 (6)	34 (7)	14 (12)
O(23)	2466 (2)	6833 (3)	5539 (4)	32 (1)	86 (7)	161 (6)	34 (4)	30 (5)	34 (8)
C(26)	550 (4)	10198 (6)	2122 (7)	45 (3)	97 (7)	187 (10)	39 (7)	10 (8)	61 (14)
Cl(50)	427 (1)	3204 (2)	423 (2)	37 (1)	124 (2)	190 (2)	0 (2)	50 (2)	17 (4)
O(30)	1251 (3)	3696 (5)	3562 (6)	55 (2)	157 (7)	306 (10)	-28 (6)	-25 (8)	-19 (14)

Tableau 1 (suite)

	x	y	z	B
H(101)	3902 (30)	7330 (50)	5937 (52)	5,8
H(102)	5014 (31)	7813 (49)	5226 (53)	5,6
H(103)	5269 (30)	6619 (51)	3101 (53)	6,1
H(104)	4681 (28)	5290 (49)	2197 (52)	5,6
H(105)	3496 (29)	4892 (50)	2978 (52)	5,5
H(108)	3683 (28)	5956 (47)	7634 (49)	5,0
H(109)	3922 (27)	4840 (47)	9614 (48)	4,9
H(110)	3383 (29)	2912 (49)	9535 (52)	5,6
H(111)	2579 (33)	2369 (58)	7164 (59)	7,4
H(112)	2364 (30)	3589 (51)	5480 (53)	6,0
H(113)	2468 (25)	7734 (42)	3670 (44)	3,8
H(114)	1729 (26)	8717 (43)	5973 (45)	4,0
H(214)	2449 (34)	9177 (57)	5790 (60)	7,7
H(115)	1913 (25)	9957 (43)	3180 (45)	4,0
H(215)	1539 (31)	10411 (52)	4711 (55)	6,4
H(117)	574 (24)	7775 (41)	1857 (43)	3,6
H(217)	1288 (24)	8157 (40)	1797 (42)	3,3
H(118)	1054 (26)	6999 (43)	4370 (46)	4,1
H(218)	1422 (32)	6497 (55)	2890 (57)	7,0
H(119)	2466 (29)	5312 (49)	4207 (51)	5,5
H(126)	494 (38)	10842 (66)	2494 (69)	9,8
H(226)	792 (30)	10320 (52)	1390 (54)	6,2
H(326)	82 (32)	9973 (53)	1467 (56)	6,6
H(116)	615 (34)	9197 (58)	4067 (60)	7,8
H(130)	1085 (31)	3690 (52)	2461 (55)	6,4
H(230)	1700 (29)	3600 (49)	3800 (51)	5,6

s'allonge approximativement dans le plan bissecteur.

L'organisation générale de la structure est représentée sur la Fig. 3, où l'on voit que l'azote du cycle pipéridine est lié à l'ion Cl^- par une liaison hydrogène (3,16 Å). La molécule d'eau est également liée à deux ions Cl^- (3,28 et 3,19 Å).

Les cycles benzéniques se déduisant l'un de l'autre par un centre de symétrie se superposent et sont distants de 3,71 Å (Fig. 4).

Les auteurs remercient les laboratoires R. Bellon qui ont fourni l'échantillon nécessaire à cette étude.

Références

MARSAU, P. & BUSETTA, B. (1973). *Acta Cryst.* B29, 986-991.

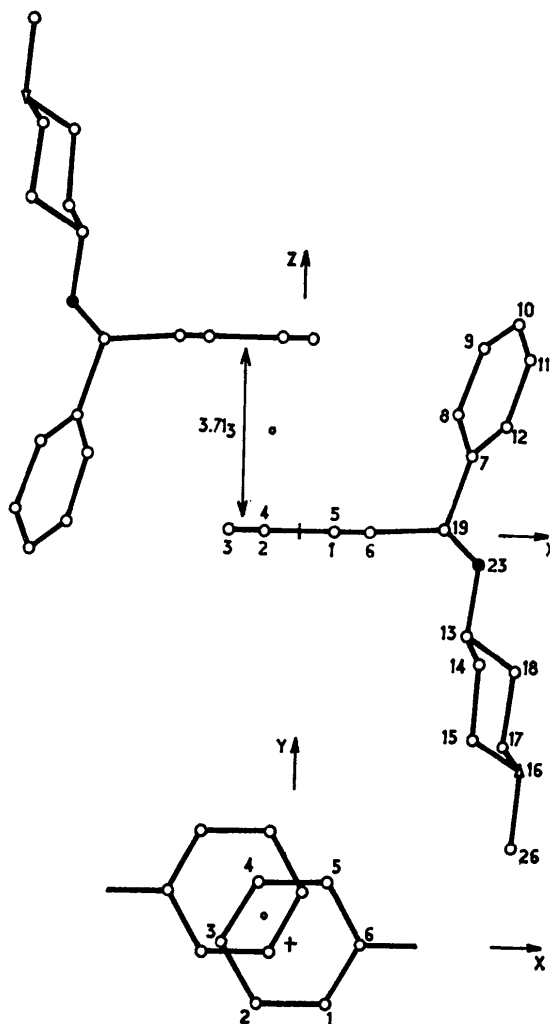


Fig. 4. Superposition des cycles aromatiques.

MARSAU, P. & CAM, Y. (1973). *Acta Cryst.* B29, 980-986.
 ESCOBAR, C. & MARSAU, P. (1968). *C. R. Acad. Sci. Paris*,
 266, 1399-1403.