

tached phenyl ring. The six-membered ring of the benzylidene system is nearly planar, and the nitro groups are bent and twisted out of the plane by 30.4 and 9.0°. The molecule as a whole is approximately planar, with no atoms except O atoms of the nitro groups lying more than 0.22 Å from the mean plane. This planarity presumably results from the effects of conjugation; there are some rather short intramolecular N...H and O...H contacts [2.23 Å for O(15)...H(7)], but the distribution of bond angles is consistent with repulsion at the shorter contacts. Molecules related by the centres of symmetry at $\frac{1}{2}, 0, 0$ and $\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}$ overlap each other to form stacks parallel to *c*, with a mean interplanar spacing of 3.39 Å (Fig. 2). The intermolecular distances are consistent with van der Waals interactions.

The author is grateful to Dr Henry Schneider for suggesting this problem and for supplying the specimen material.

References

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 System, *World List of Crystallographic Computer Programs*, 2nd ed., Appendix, p. 52. Utrecht: Oosthoek.
- CAREY, P. R., CARRIERE, R. G., LYNN, K. R. & SCHNEIDER, H. (1976). *Biochemistry*, **15**, 2387–2393.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 596–599

1-{1-[4,4-Bis(4-fluorophenyl)butyl]-4-piperidiny]-5-chloro-1,3-dihydro-2H-benzimidazol-2-one: Clopimozide

BY N. VAN OPDENBOSCH, G. EVRARD AND F. DURANT

Groupe de Chimie-Physique, Laboratoire de Cristallographie, Facultés Universitaires de Namur, 61 rue de Bruxelles, B-5000 Namur, Belgium

AND M. H. J. KOCH

Research Laboratories, Janssen Pharmaceutica, B-2340 Beerse, Belgium

(Received 2 October 1976; accepted 16 October 1976)

Abstract. C₂₈H₂₈N₃OF₂Cl, monoclinic, C2/c; *a* = 21.204 (5), *b* = 9.974 (5), *c* = 25.906 (5) Å, β = 112.26 (5)°; *Z* = 8; *D_m* = 1.31, *D_c* = 1.306 g cm⁻³.

Introduction. Clopimozide is a neuroleptic of the diphenylbutylamine class.

The space group and lattice parameters were determined on a Nonius CAD-4 four-circle computer-

controlled diffractometer. The instrumental settings are given in Table 1.

The structure was solved with *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). Refinement was with the X-RAY72 system (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972). The coordinates of the H atoms were calculated. With anisotropic temperature factors for all non-H atoms and isotropic ones for H, the final *R* was 0.08. The scattering factors were those of Cromer & Mann (1968) except for H for which those of Stewart, Davidson & Simpson (1968) were used. The final coordinates and thermal parameters are listed in Table 2. Fig. 1 gives the atomic numbering. Intramolecular bond distances and angles are listed in Table 3.*

Table 1. *Instrumental settings for the data collection*

Source: Cu Kα, λ = 1.54178 Å
 Scan: ω-2θ
 Graphite monochromator
 72° ≥ θ ≥ 2°
 Δ2θ = 0.70 + 0.3 tg θ
 Aperture = 2.5 + 0.5 tg θ
 Confidence level: 2.5σ, where σ² = *S* + *B* + (0.035)², *S* being the scan and *B* the background count
 Total number of independent reflexions: 4945
 Total observed: 2913

* A list of structure factors has been deposited with the British Library Lending Division as Supplementary Publication No. SUP 32212 (42 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

Table 2. Final coordinates ($\times 10^4$) and thermal parameters ($\times 10^4$) with standard deviations in parenthesesThermal parameters are of the form $T = \exp[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + \dots + 2U_{12}hka^*b^* + \dots)]$ and $\exp[-2\pi^2U(2 \sin \theta/\lambda)^2]$.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> ₁₁	<i>U</i> ₂₂	<i>U</i> ₃₃	<i>U</i> ₁₂	<i>U</i> ₁₃	<i>U</i> ₂₃
Cl	9323 (1)	6312 (2)	9869 (1)	860	1288	669	51	313	-47
C(1)	9010 (3)	6336 (6)	9141 (2)	716	668	650	9	315	-22
C(2)	9467 (3)	6421 (6)	8879 (2)	499	639	756	-45	230	-75
C(3)	9199 (3)	6490 (6)	8306 (2)	499	557	715	-14	311	-50
C(4)	8482 (3)	6427 (6)	7989 (2)	519	519	656	-29	293	-32
C(5)	8039 (3)	6309 (6)	8253 (2)	494	619	763	-32	289	-42
C(6)	8302 (3)	6261 (6)	8840 (3)	610	710	794	-4	388	0
N(7)	9508 (2)	6642 (5)	7933 (2)	429	752	711	-62	265	-93
C(8)	9028 (3)	6671 (6)	7395 (3)	558	547	846	11	412	-47
O(9)	9130 (2)	6790 (5)	6959 (2)	580	848	757	3	386	1
N(10)	8395 (2)	6527 (5)	7429 (2)	452	683	659	-47	262	-42
C(11)	7761 (3)	6415 (6)	6925 (2)	484	668	659	15	257	21
C(12)	7412 (3)	5072 (6)	6896 (3)	512	567	817	81	178	-30
C(13)	7273 (3)	7578 (6)	6888 (3)	649	559	839	28	302	53
C(14)	6729 (3)	5025 (7)	6393 (3)	590	730	755	31	201	-97
C(15)	6594 (3)	7401 (7)	6394 (3)	720	769	826	208	292	212
N(16)	6290 (2)	6116 (5)	6428 (2)	487	700	645	101	150	36
C(17)	5591 (3)	5979 (9)	5999 (3)	593	1106	780	206	28	12
C(18)	5169 (3)	5043 (9)	6170 (3)	474	1173	1136	86	229	-339
C(19)	4433 (3)	4993 (9)	5732 (3)	576	1713	1202	-19	276	-706
C(20)	3917 (4)	5034 (9)	5914 (3)	591	1734	836	305	101	-464
C(21)	3969 (3)	5991 (8)	6390 (3)	516	921	555	195	136	-56
C(22)	3919 (3)	5512 (7)	6865 (3)	669	726	724	-14	242	-78
C(23)	3955 (3)	6353 (8)	7302 (3)	677	921	529	59	206	64
C(24)	4051 (3)	7698 (8)	7242 (3)	574	882	622	130	196	-164
F(25)	4090 (2)	8526 (4)	7675 (2)	1019	1040	875	25	361	-349
C(26)	4107 (4)	8214 (8)	6777 (3)	964	699	943	158	472	98
C(27)	4063 (4)	7339 (9)	6348 (3)	966	1176	523	317	364	249
C(28)	3183 (3)	4878 (8)	5489 (3)	574	1030	540	167	142	-196
C(29)	2940 (3)	5686 (8)	5009 (3)	569	987	930	-30	197	14
C(30)	2276 (4)	5511 (9)	4612 (3)	565	1204	857	33	96	151
C(31)	1880 (3)	4612 (9)	4712 (3)	554	1452	661	-9	200	-275
F(32)	1222 (2)	4416 (9)	4324 (2)	610	2102	914	-292	133	-422
C(33)	2089 (5)	3812 (9)	5174 (4)	1023	1405	852	-549	411	-181
C(34)	2749 (5)	3954 (9)	5565 (3)	1027	1329	664	-76	323	123

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i>		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i>
H(2)	9994	6433	9114	608	H(217)	5617	5646	5627	832
H(5)	7513	6248	8022	619	H(118)	5378	4089	6213	879
H(6)	7974	6174	9049	646	H(218)	5160	5354	6550	879
H(7)	10029	6744	8039	599	H(119)	4364	5903	5473	893
H(11)	7917	6489	6594	562	H(219)	4378	4201	5460	893
H(112)	7732	4319	6857	659	H(20)	4083	4057	6089	861
H(212)	7332	4924	7263	659	H(22)	3842	4473	6905	674
H(113)	7181	7620	7253	692	H(23)	3912	5988	7665	709
H(213)	7495	8472	6837	692	H(26)	4175	9247	6744	785
H(114)	6815	5102	6028	684	H(27)	4104	7697	5984	785
H(214)	6491	4110	6398	684	H(29)	3253	6421	4948	823
H(115)	6261	8164	6395	735	H(30)	2093	6075	4244	874
H(215)	6676	7444	6022	735	H(33)	1759	3093	5218	975
H(117)	5359	6930	5929	832	H(34)	2907	3352	5922	918

Discussion. Clopimozide is structurally related to known potent neuroleptics. The piperidine ring is in the usual chair form with the benzimidazolinone group in the equatorial position. The angle between the least-squares mean plane of the piperidine ring and the benzimidazolinone group is 86°. An aromatic group nearly

perpendicular to the mean plane of the piperidine ring and equatorially oriented seems to be a requirement for strong neuroleptic activity.

The crystal is made up of hydrogen-bonded dimers which are held together by packing forces only: N(7)···O(8) = 2.79 Å [O(8): $-x, y, \frac{1}{2} - z$], O(8)···

Table 3. Intramolecular bond distances and angles (with standard deviations in parentheses)

Cl—C(1)	1.738 (6) Å	C(17)—C(18)	1.472 (12) Å
C(1)—C(2)	1.385 (10)	C(18)—C(19)	1.532 (9)
C(1)—C(6)	1.398 (8)	C(19)—C(20)	1.350 (13)
C(2)—C(3)	1.369 (8)	C(20)—C(21)	1.530 (12)
C(3)—C(4)	1.420 (7)	C(20)—C(28)	1.523 (8)
C(3)—N(7)	1.371 (9)	C(21)—C(22)	1.361 (11)
C(4)—C(5)	1.365 (9)	C(21)—C(27)	1.371 (12)
C(4)—C(10)	1.391 (8)	C(22)—C(23)	1.387 (11)
C(5)—C(6)	1.402 (9)	C(23)—C(24)	1.375 (11)
N(7)—C(8)	1.369 (7)	C(24)—F(25)	1.368 (9)
C(8)—O(9)	1.237 (9)	C(24)—C(26)	1.358 (12)
C(8)—N(10)	1.387 (9)	C(26)—C(27)	1.387 (12)
N(10)—C(11)	1.467 (6)	C(28)—C(29)	1.402 (10)
C(11)—C(12)	1.518 (9)	C(28)—C(34)	1.368 (13)
C(11)—C(13)	1.533 (9)	C(29)—C(30)	1.394 (9)
C(12)—C(14)	1.525 (7)	C(30)—C(31)	1.322 (13)
C(13)—C(15)	1.518 (8)	C(31)—F(32)	1.378 (7)
C(14)—N(16)	1.459 (9)	C(31)—C(33)	1.359 (12)
C(15)—N(16)	1.453 (9)	C(33)—C(34)	1.378 (11)
N(16)—C(17)	1.475 (7)		
Cl—C(1)—C(2)	119.2 (4)°	C(15)—N(16)—C(17)	112.1 (5)°
Cl—C(1)—C(6)	118.4 (6)	N(16)—C(17)—C(18)	112.4 (6)
C(2)—C(1)—C(6)	122.4 (5)	C(17)—C(18)—C(19)	111.0 (7)
C(1)—C(2)—C(3)	117.4 (5)	C(18)—C(19)—C(20)	118.2 (7)
C(2)—C(3)—C(4)	121.6 (6)	C(19)—C(20)—C(21)	119.2 (7)
C(2)—C(3)—N(7)	131.2 (5)	C(19)—C(20)—C(28)	118.9 (7)
C(4)—C(3)—N(7)	107.2 (5)	C(21)—C(20)—C(28)	112.2 (6)
C(3)—C(4)—C(5)	120.2 (5)	C(20)—C(21)—C(22)	120.2 (7)
C(3)—C(4)—N(10)	106.1 (5)	C(20)—C(21)—C(27)	120.9 (7)
C(5)—C(4)—N(10)	133.7 (4)	C(22)—C(21)—C(27)	118.9 (7)
C(4)—C(5)—C(6)	119.2 (5)	C(21)—C(22)—C(23)	121.7 (7)
C(1)—C(6)—C(5)	119.2 (7)	C(22)—C(23)—C(24)	117.5 (6)
C(3)—N(7)—C(8)	110.4 (5)	C(23)—C(24)—F(25)	117.5 (6)
N(7)—C(8)—O(9)	127.3 (6)	C(23)—C(24)—C(26)	122.5 (7)
N(7)—C(8)—N(10)	106.7 (6)	F(25)—C(24)—C(26)	120.0 (7)
O(9)—C(8)—N(10)	126.0 (5)	C(24)—C(26)—C(27)	118.1 (7)
C(4)—N(10)—C(8)	109.6 (4)	C(21)—C(27)—C(26)	121.2 (8)
C(4)—N(10)—C(11)	128.7 (5)	C(20)—C(28)—C(29)	120.0 (7)
C(8)—N(10)—C(11)	121.6 (5)	C(20)—C(28)—C(34)	121.3 (7)
N(10)—C(11)—C(12)	111.7 (5)	C(29)—C(30)—C(31)	118.6 (6)
N(10)—C(11)—C(13)	111.1 (5)	C(28)—C(29)—C(30)	119.9 (7)
C(12)—C(11)—C(13)	111.1 (5)	C(29)—C(30)—C(31)	118.4 (7)
C(11)—C(12)—C(14)	110.6 (5)	C(30)—C(31)—F(32)	119.4 (7)
C(11)—C(13)—C(15)	111.1 (5)	C(30)—C(31)—C(33)	123.8 (7)
C(12)—C(14)—N(16)	109.8 (5)	F(32)—C(31)—C(33)	116.7 (8)
C(13)—C(15)—N(16)	110.4 (5)	C(31)—C(33)—C(34)	118.4 (9)
C(14)—N(16)—C(15)	110.1 (5)	C(28)—C(34)—C(33)	120.7 (8)
C(14)—N(16)—C(17)	111.3 (5)		

$N(7) = 2.79 \text{ \AA}$ $[N(7): -x, y, \frac{1}{2} - z]$. This tendency to form dimers has already been observed in derivatives of spiroperone (Koch, 1973). The hydrogen-bonding pattern formed here (Fig. 2) is different from that of the corresponding butyrophenone derivative, benperidol (Declercq, Germain & Koch, 1973).

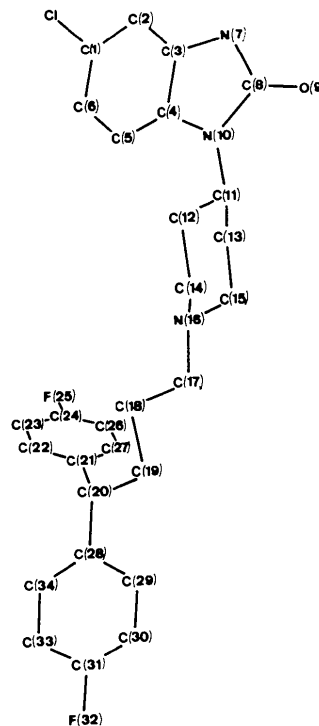


Fig. 1. Atomic numbering scheme.

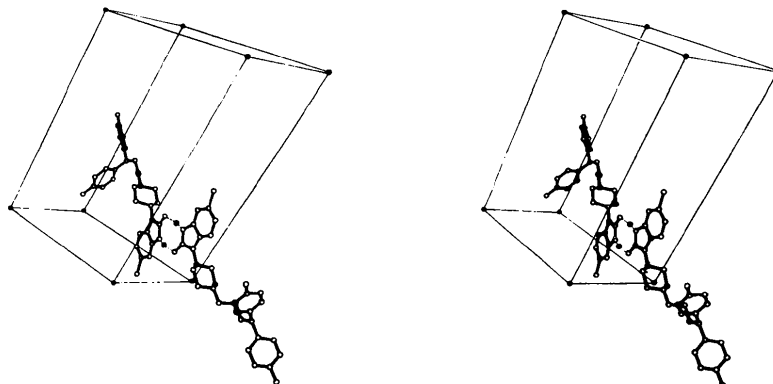


Fig. 2. Stereoscopic hydrogen-bonding scheme. For clarity, two solid circles mark H(7) atoms.

References

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G. & KOCH, M. H. J. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2311–2313.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- KOCH, M. H. J. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 379–382.
- STEWART, J. M., KRUGER, G. T., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). X-RAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR 192, Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1968). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 599–601

L'Hexapyridinate du Bromure de Magnésium

PAR SABINE HALUT-DESPORTES

Laboratoire de Recherches de Chimie Systématique, Université Pierre et Marie Curie, 8 rue Cuvier, 75005 Paris, France

(Reçu le 15 juillet 1976, accepté le 15 octobre 1976)

Abstract. $\text{MgBr}_2 \cdot 6\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, orthorhombic, $a = 11.56$ (1), $b = 15.00$ (1), $c = 17.21$ (2) Å, space group $Ccca$, $d_x = 1.45$ (1), $d_c = 1.46$ g cm⁻³, $Z = 4$. The crystal structure of the title solvate, determined by the heavy-atom method, is built from discrete octahedral ($\text{MgBr}_2 \cdot 4\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$) groups in which two molecules of pyridine are inserted.

Introduction. Dans le cadre d'études effectuées au laboratoire sur les composés de solvatation de sels minéraux, nous avons déterminé la structure de l'hexapyridinate du bromure de magnésium.

Le solvate a été préparé en atmosphère anhydre à la température ambiante par évaporation de solutions saturées de bromure de magnésium dans la pyridine.

Le bromure de magnésium est tout d'abord préparé sous forme de solution dans l'éther anhydre et ceci par action du brome entraîné par un courant d'azote sur du magnésium en copeaux. En versant de la pyridine dans cette solution, il se forme un précipité blanc de $\text{MgBr}_2 \cdot 6\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ (comme nous l'avons vérifié d'après le diagramme de diffraction de poudre par les rayons X). Les solutions de bromure de magnésium sont obtenues en dissolvant ce précipité dans la pyridine.

Les cristaux se présentent sous forme de petits cubes transparents incolores. Ils sont hygroscopiques et efflorescents. Ils ont été introduits dans des capillaires en verre de Lindemann afin qu'ils se conservent le plus longtemps possible.

Les paramètres de la maille élémentaire ont été obtenus à partir des clichés de cristal tournant et de Weissenberg réalisés avec la radiation $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,542$ Å). La densité mesurée a été obtenue par flottai-

son dans des mélanges de tétrachlorure de carbone et de benzène.

Les intensités diffractées ont été enregistrées sur goniomètre de Weissenberg par rotation autour de **b** et mesurées au microdensitomètre intégrateur 'flying spot', en utilisant la technique des films multiples. Les intensités des taches de la strate $0kl$ ont aussi été mesurées.

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd. Les coordonnées des atomes de magnésium et de brome ont été déterminées par interprétation de la projection xOz de la fonction de Patterson. Les quatre atomes de magnésium peuvent occuper les deux positions spéciales: $4(a) 0, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$, ou $4(b) 0, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}$. Les huit atomes de brome occupent sans ambiguïté la position spéciale: $8(e) x, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$.

L'interprétation de la projection de densité électronique sur le plan bc effectuée au photosommateur de Von Eller a permis la détermination des coordonnées des atomes des molécules de pyridine. Les 24 molécules de pyridine de la maille peuvent se répartir de deux façons: une en position générale de multiplicité 16 plus une en position spéciale de multiplicité huit ou bien trois en position spéciale de multiplicité huit.

D'après la projection électronique c'est cette dernière hypothèse qui a été retenue: les barycentres des molécules de pyridine occupent les positions spéciales suivantes: $8(f) 0, y, \frac{1}{4}$, $8(g) 0, \frac{1}{4}, z$ et $8(h) \frac{1}{4}, 0, z$.

L'examen de la projection yOz de la densité électronique ne permet pas de choisir entre les positions: $\frac{1}{3}, 0, z$ et $\frac{2}{3}, 0, z$ pour la dernière molécule.

L'axe C_2 des molécules coïncide avec un axe binaire de la maille. La mesure des distances C—C sur la pro-