

Table 2. Bond angles ($^{\circ}$) in 3-methyl- α,α -diphenyl-1-isoquinolineethanol

C(10)–C(1)–C(12)	121.3 (2)	C(12)–C(13)–C(21)	113.7 (1)
C(10)–C(1)–N(2)	122.6 (2)	C(15)–C(13)–C(21)	109.6 (1)
C(12)–C(1)–N(2)	116.0 (2)	C(15)–C(13)–C(14)	107.2 (1)
C(1)–N(2)–C(3)	120.2 (2)	O(14)–C(13)–C(21)	109.5 (1)
N(2)–C(3)–C(4)	120.9 (2)	C(13)–O(14)–N(2)	82.9 (1)
N(2)–C(3)–C(11)	115.6 (2)	C(16)–C(15)–C(20)	118.1 (1)
C(4)–C(3)–C(11)	123.5 (2)	C(13)–C(15)–C(20)	121.8 (2)
C(3)–C(4)–C(5)	121.3 (2)	C(13)–C(15)–C(16)	119.9 (2)
C(4)–C(5)–C(10)	117.8 (2)	C(15)–C(16)–C(17)	121.5 (2)
C(4)–C(5)–C(6)	123.3 (2)	C(16)–C(17)–C(18)	119.6 (2)
C(6)–C(5)–C(10)	118.9 (2)	C(17)–C(18)–C(19)	119.8 (2)
C(5)–C(6)–C(7)	120.7 (2)	C(18)–C(19)–C(20)	120.9 (2)
C(6)–C(7)–C(8)	121.1 (2)	C(19)–C(20)–C(15)	120.1 (2)
C(7)–C(8)–C(9)	119.8 (2)	C(13)–C(21)–C(22)	123.4 (2)
C(8)–C(9)–C(10)	120.7 (2)	C(13)–C(21)–C(26)	118.9 (2)
C(9)–C(10)–C(5)	118.7 (2)	C(22)–C(21)–C(26)	117.6 (2)
C(9)–C(10)–C(1)	124.2 (2)	C(21)–C(22)–C(23)	121.2 (2)
C(1)–C(10)–C(5)	117.1 (2)	C(22)–C(23)–C(24)	120.6 (2)
C(1)–C(12)–C(13)	116.9 (2)	C(23)–C(24)–C(25)	119.2 (2)
C(12)–C(13)–O(14)	109.8 (1)	C(24)–C(25)–C(26)	120.4 (2)
C(12)–C(13)–C(15)	106.9 (1)	C(25)–C(26)–C(21)	121.0 (2)

mined by the intramolecular hydrogen bond between the OH group and the isoquinoline nitrogen atom [O...N, 2.702 (2); O–H, 0.85 (2); N...H, 1.97 (2) Å; and O–H...N, 145 (2) $^{\circ}$]. There are no unusual intermolecular contacts.

The geometry of the isoquinoline system can be compared with that observed for 1-chloro-3-hydroxy-isoquinoline (Ammon & Wheeler, 1974). In that compound the two C–N distances are 1.304 (4) and

1.366 (4) Å as compared with 1.318 (2) and 1.364 (2) Å in the present study. The general pattern of variation in aromatic C–C distances in the earlier study was also similar to that observed here with a range of 1.350–1.436 Å compared with 1.343–1.427 Å in the present study.

References

- AMMON, H. L. & WHEELER, G. L. (1974). *Acta Cryst.* B30, 1146–1154.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Report ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- CANNON, J. G. & WEBSTER, G. L. (1957). *J. Am. Pharm. Assoc.* 46, 416–423.
- GERMAIN, G., MAIN, B. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.
- IBERS, J. A. (1962). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. III, p. 202, Table 3.3.1A. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1970). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KNUTSON, P. L. A. & KAISER, E. M. (1977). Private communication.
- MCCLURE, J. R. & KAISER, E. M. (1977). Private communication.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.
- ZALKIN, A. (1962). *FORDAP*. Univ. of California, Berkeley.

Acta Cryst. (1978). B34, 3397–3400

Structure de la Galosémide

PAR H. CAMPSTEYN, L. DUPONT, J. LAMOTTE, O. DIDEBERG ET M. VERMEIRE

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège au Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 1 mars 1978, accepté le 26 mai 1978)

Abstract. C₁₅H₁₄F₃N₃O₃S, $M_r = 373.35$, m.p. 168.4 $^{\circ}$ C, triclinic, space group $P\bar{1}$, $Z = 4$, $a = 14.128$ (3), $b = 15.176$ (2), $c = 8.116$ (1) Å, $\alpha = 91.66$ (1), $\beta = 103.79$ (2), $\gamma = 105.12$ (2) $^{\circ}$, $V = 1624$ Å³, $d_x = 1.53$ g cm⁻³. The structure has been determined from 4653 independent intensities collected on a four-circle automatic diffractometer. It was solved by direct methods and refined by least-squares methods to a final R value of 0.092. The two independent molecules in the asymmetric unit have rather different conformations with disorder in the side chain for one of

them. Molecular packing (N...N bonds of 2.765 and 2.885 Å) and some geometrical parameters seem to indicate a proton transfer from the SO₂N group to the pyridyl ring.

Introduction. Les cristaux de galosémide (fournie par le Laboratoire du Professeur Ch. Lapière) ont été obtenus par évaporation lente d'une solution (éthanol + éther de pétrole). Les intensités des rayons X diffractés ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre à quatre cercles Hilger & Watts (radiation Cu $K\alpha$). Nombre de

Tableau 1. *Coordonnées fractionnaires* ($\times 10^4$)

	x	y	z
S(1)	9589 (1)	6299 (1)	6669 (2)
O(1)	10649 (4)	6556 (3)	7253 (5)
O(2)	9039 (3)	5564 (3)	7453 (5)
O(3)	9868 (4)	7910 (4)	5019 (7)
N(1)	10947 (3)	6697 (3)	4011 (5)
N(2)	8048 (3)	4987 (3)	2169 (5)
N(3)	8988 (4)	7067 (4)	6728 (7)
F(1)	11112 (7)	9347 (6)	525 (15)
F(2)	11986 (9)	9227 (7)	-1022 (12)
F(3)	12652 (10)	9842 (4)	1336 (15)
C(1)	10004 (4)	6144 (4)	3410 (6)
C(2)	9610 (4)	5784 (4)	1686 (6)
C(3)	8670 (4)	5218 (4)	1115 (6)
C(4)	8373 (4)	5326 (4)	3817 (7)
C(5)	9330 (4)	5891 (4)	4493 (6)
C(6)	9263 (6)	7819 (4)	5999 (9)
C(7)	8784 (11)	8551 (7)	6206 (17)
C(10)	11560 (4)	7090 (4)	2898 (7)
C(11)	11477 (5)	7909 (5)	2305 (9)
C(12)	12053 (5)	8291 (5)	1204 (9)
C(13)	12732 (5)	7857 (5)	745 (9)
C(14)	12802 (5)	7038 (5)	1369 (9)
C(15)	12215 (4)	6651 (4)	2469 (7)
C(16)	11953 (9)	9163 (7)	507 (17)
S(51)	6366 (1)	5621 (1)	7260 (2)
O(51)	6550 (3)	5492 (3)	5608 (5)
O(52)	6169 (3)	4842 (3)	8201 (6)
O(53)	6848 (3)	6469 (3)	10758 (5)
N(51)	5925 (4)	7119 (3)	4974 (7)
N(52)	3846 (3)	6133 (3)	7863 (6)
N(53)	7359 (3)	6432 (3)	8297 (5)
F(51)	6096 (6)	10521 (3)	5238 (9)
F(52)	5649 (14)	10756 (5)	2743 (11)
F(53)	7098 (11)	10783 (5)	3828 (18)
C(51)	5255 (4)	6819 (3)	5937 (7)
C(52)	4424 (4)	7165 (4)	5896 (7)
C(53)	3760 (4)	6813 (4)	6858 (7)
C(54)	4637 (4)	5806 (3)	7928 (6)
C(55)	5349 (4)	6116 (3)	7029 (6)
C(56)	7486 (5)	6770 (4)	9986 (7)
C(57)	8429 (5)	7542 (4)	10667 (8)
C(58)	8194 (7)	8424 (6)	10648 (15)
C(60)	5815 (4)	7802 (3)	3794 (7)
C(61)	6025 (5)	8704 (4)	4346 (8)
C(62)	5955 (6)	9351 (4)	3180 (9)
C(63)	5706 (5)	9079 (4)	1446 (8)
C(64)	5488 (5)	8176 (5)	905 (8)
C(65)	5535 (5)	7511 (4)	2070 (8)
C(66)	6201 (12)	10324 (6)	3741 (15)
*C(81)	883 (2)	935 (2)	535 (4)
*C(82)	953 (4)	938 (3)	673 (6)

* $\times 10^3$ pour C(81) et C(82).

réflexions uniques mesurées: 4653. Nombre de réflexions observées: 3980. Type de balayage: $\omega/2\theta$. $F(000) = 768$. Les corrections de Lorentz et de polarisation ont été effectuées, mais pas celles d'absorption ($\mu = 22,5 \text{ cm}^{-1}$).

La structure a été déterminée par méthode directe à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). Ce dernier a fourni 32 ensembles de phases; la solution correspond à l'ensemble de phases

caractérisé par la figure de mérite combinée la plus élevée. Les atomes lourds ont été affinés par moindres carrés avec matrice entière et paramètres d'agitation thermique anisotrope [excepté C(8)]. Les positions des atomes H ont été calculées mais non affinées. Le facteur R final est égal à 0,092 pour 3780 réflexions observées.

Le Tableau 1 reprend les coordonnées atomiques.* La numérotation des atomes est définie dans la Fig. 1 pour la molécule *A*; pour passer aux indices atomiques de la molécule *B*, il suffit d'ajouter 50 à ceux de *A*. La première molécule se particularise par un désordre de la chaîne latérale conduisant à l'occupation de deux sites notés C(81) et C(82) avec un rapport des facteurs d'occupation affinés égal à $4/3[C(81)/C(82)]$.

Discussion. La structure de la galosémide a été déterminée dans le cadre de nos recherches sur la conformation de diurétiques analogues à la torasémide.

De nombreux paramètres géométriques différencient les molécules *A* et *B*. Des écarts fort significatifs apparaissent également entre ce composé et les différentes conformations de la torasémide (une étude comparative complète sera publiée ultérieurement).

En ce qui concerne les distances et angles des liaisons (Tableaux 2 et 3), la région SO_2NCO est caractérisée par des écarts particulièrement grands entre les formes *A* et *B*. Ces variations plaident en faveur d'une déprotonation de l'azote dans la molécule *A* (Dupont, Lamotte, Campsteyn & Vermeire, 1978). Si les effets paraissent en général moins marqués que dans la torasémide, ils n'en sont pas moins en bon accord avec les liaisons intermoléculaires $\text{N} \cdots \text{N}$ (*cf.* plus loin).

Chacune des molécules *A* et *B* renferme une liaison hydrogène interne $\text{N}(1) \cdots \text{O}(1)$ de 2,767 Å pour *A* et 2,852 Å pour *B*; on observe également un contact court intramoléculaire $\text{N}(1) \cdots \text{O}(3)$ égal à 2,891 Å.

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope ainsi que les coordonnées des hydrogènes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 33654: 20 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

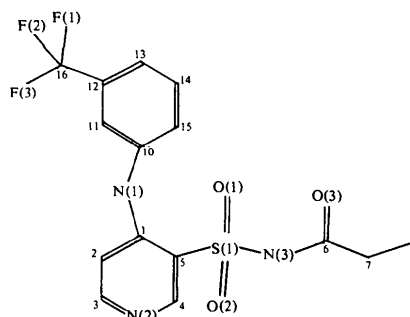


Fig. 1. Numérotation des atomes.

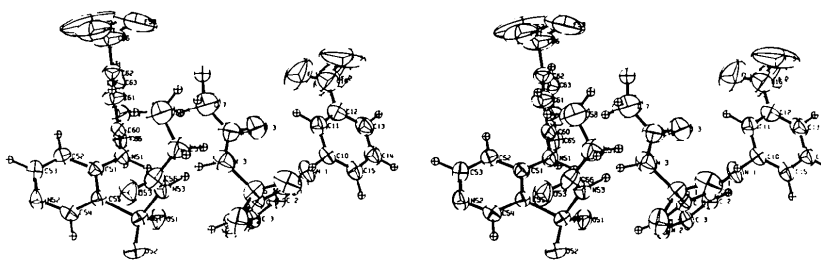


Fig. 2. Vue stéréoscopique des molécules dans la maille.

Tableau 2. Longueurs des liaisons (Å)

	A	B		A	B		A	B
S(1)—O(1)	1,402 (6)	1,443 (4)	N(3)—C(6)	1,311 (9)	1,403 (7)	C(7)—C(81)	1,411 (28)	1,461 (12)
S(1)—O(2)	1,441 (5)	1,428 (4)	F(1)—C(16)	1,292 (17)	1,294 (15)	C(7)—C(82)	1,385 (46)	—
S(1)—N(3)	1,619 (6)	1,635 (5)	F(2)—C(16)	1,258 (17)	1,300 (19)	C(10)—C(11)	1,370 (9)	1,360 (8)
S(1)—C(5)	1,773 (5)	1,762 (6)	F(3)—C(16)	1,267 (16)	1,261 (21)	C(10)—C(15)	1,372 (9)	1,385 (8)
O(3)—C(6)	1,285 (10)	1,219 (8)	C(1)—C(2)	1,411 (7)	1,399 (8)	C(11)—C(12)	1,388 (10)	1,389 (9)
N(1)—C(1)	1,342 (7)	1,365 (8)	C(1)—C(5)	1,433 (8)	1,420 (7)	C(12)—C(13)	1,405 (11)	1,389 (10)
N(1)—C(10)	1,434 (7)	1,445 (7)	C(2)—C(3)	1,344 (8)	1,374 (8)	C(12)—C(16)	1,482 (13)	1,459 (11)
N(2)—C(3)	1,357 (7)	1,346 (8)	C(4)—C(5)	1,371 (8)	1,374 (8)	C(13)—C(14)	1,375 (10)	1,358 (10)
N(2)—C(4)	1,345 (7)	1,327 (8)	C(6)—C(7)	1,467 (16)	1,499 (9)	C(14)—C(15)	1,399 (9)	1,406 (9)

Tableau 3. Angles de valence (°)

	A	B		A	B		A	B
O(1)—S(1)—O(2)	116,9 (3)	118,4 (3)	N(2)—C(3)—C(2)	121,2 (5)	124,0 (5)	C(10)—C(11)—C(12)	118,8 (6)	120,3 (6)
O(1)—S(1)—N(3)	119,0 (3)	103,9 (2)	N(2)—C(4)—C(5)	122,1 (5)	123,9 (5)	C(11)—C(12)—C(13)	120,7 (7)	119,7 (6)
O(1)—S(1)—C(5)	105,1 (3)	108,7 (2)	S(1)—C(5)—C(1)	125,8 (4)	121,3 (4)	C(11)—C(12)—C(16)	119,7 (8)	121,3 (8)
O(2)—S(1)—N(3)	102,4 (3)	112,1 (3)	S(1)—C(5)—C(4)	114,9 (4)	118,7 (4)	C(13)—C(12)—C(16)	119,7 (8)	118,9 (8)
O(2)—S(1)—C(5)	105,9 (3)	108,4 (2)	C(1)—C(5)—C(4)	119,2 (5)	120,0 (5)	C(12)—C(13)—C(14)	119,2 (7)	119,6 (6)
N(3)—S(1)—C(5)	106,5 (3)	104,6 (2)	O(3)—C(6)—N(3)	122,9 (7)	121,1 (5)	C(13)—C(14)—C(15)	120,1 (6)	121,3 (6)
C(1)—N(1)—C(10)	121,9 (5)	122,5 (5)	O(3)—C(6)—C(7)	119,2 (8)	125,0 (6)	C(10)—C(15)—C(14)	119,5 (6)	118,1 (6)
C(3)—N(2)—C(4)	119,8 (5)	116,6 (5)	N(3)—C(6)—C(7)	117,8 (8)	113,9 (5)	F(1)—C(16)—F(2)	102,8 (11)	104,0 (11)
S(1)—N(3)—C(6)	118,1 (5)	122,6 (4)	C(6)—C(7)—C(81)	128,2 (15)	113,6 (6)	F(1)—C(16)—F(3)	105,8 (11)	102,6 (12)
N(1)—C(1)—C(2)	122,6 (5)	122,8 (5)	C(6)—C(7)—C(82)	109,4 (22)	—	F(1)—C(16)—C(12)	114,6 (10)	116,2 (10)
N(1)—C(1)—C(5)	121,4 (5)	121,7 (5)	N(1)—C(10)—C(11)	118,2 (5)	121,5 (5)	F(2)—C(16)—F(3)	104,7 (11)	103,8 (13)
C(2)—C(1)—C(5)	116,0 (5)	115,5 (5)	N(1)—C(10)—C(15)	120,1 (5)	117,4 (5)	F(2)—C(16)—C(12)	116,3 (11)	113,2 (11)
C(1)—C(2)—C(3)	121,6 (5)	119,9 (5)	C(11)—C(10)—C(15)	121,8 (6)	121,0 (6)	F(3)—C(16)—C(12)	111,5 (10)	115,6 (12)

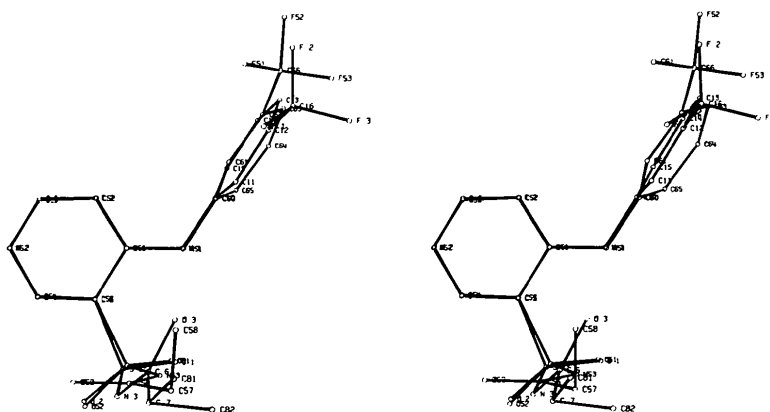


Fig. 3. Vue stéréoscopique des molécules de galosémide après superposition des cycles pyridyles.

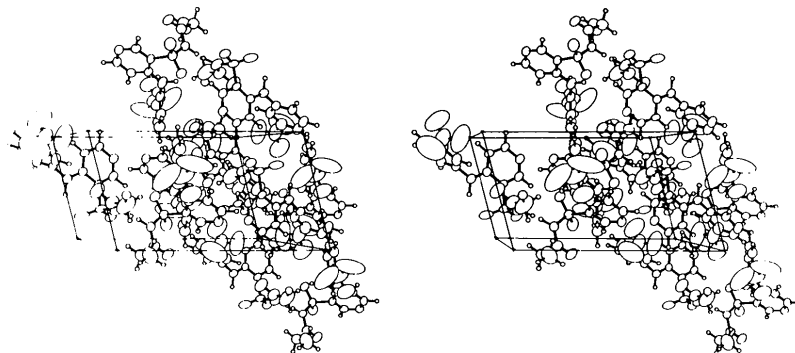


Fig. 4. Vue stéréoscopique de l'empilement.

Tableau 4. Angles de torsion (°)

	A	B		A	B		A	B
F(1)–C(16)–C(12)–C(11)	–21,7	–26,1	C(5)–C(1)–N(1)–C(10)	–168,3	176,9	C(4)–C(5)–S(1)–O(2)	34,5	9,3
F(1)–C(16)–C(12)–C(13)	158,3	157,8	C(2)–C(1)–N(1)–C(10)	11,1	–1,8	C(4)–C(5)–S(1)–N(3)	–74,0	–110,5
F(2)–C(16)–C(12)–C(11)	–141,6	–146,3	C(3)–C(2)–C(1)–N(1)	178,8	178,0	C(5)–S(1)–N(3)–C(6)	–64,8	66,2
F(2)–C(16)–C(12)–C(13)	38,4	37,6	N(2)–C(4)–C(5)–S(1)	177,6	179,4	O(1)–S(1)–N(3)–C(6)	53,6	–179,9
F(3)–C(16)–C(12)–C(11)	98,4	94,2	C(4)–C(5)–C(1)–N(1)	179,9	–177,4	O(2)–S(1)–N(3)–C(6)	–175,7	–51,0
F(3)–C(16)–C(12)–C(13)	–81,6	–81,9	S(1)–C(5)–C(1)–N(1)	3,7	2,4	S(1)–N(3)–C(6)–O(3)	11,5	–0,3
C(10)–C(11)–C(12)–C(16)	178,2	–178,5	S(1)–C(5)–C(1)–C(2)	–175,7	–178,8	S(1)–N(3)–C(6)–C(7)	–174,0	–177,4
C(16)–C(12)–C(13)–C(14)	–178,5	179,2	C(1)–C(5)–S(1)–O(1)	–24,8	–40,8	N(3)–C(6)–C(7)–C(81)	–169,3	–
N(1)–C(10)–C(15)–C(14)	179,4	–176,0	C(1)–C(5)–S(1)–O(2)	–149,2	–170,6	O(3)–C(6)–C(7)–C(81)	5,5	–
N(1)–C(10)–C(11)–C(12)	–179,0	177,1	C(1)–C(5)–S(1)–N(3)	102,3	69,7	N(3)–C(6)–C(7)–C(82)	130,4	101,5
C(1)–N(1)–C(10)–C(15)	–92,9	–108,9	C(4)–C(5)–S(1)–O(1)	158,8	139,1	O(3)–C(6)–C(7)–C(82)	–54,9	–75,6
C(1)–N(1)–C(10)–C(11)	87,8	74,3						

Tableau 5. Contacts intermoléculaires (<3,5 Å)

Positions équivalentes: (1) x, y, z ; ($\bar{1}$) $1 - x, 1 - y, 1 - z$.

O(1)...	N(2)	$\bar{1}/100$	3,315	F(2)...	F(53)	$\bar{1}/110$	2,877
C(3)	$\bar{1}/100$	3,298	F(3)...	F(51)	$\bar{1}/110$	3,068	
O(2)...	O(51)	1/000	3,449		C(58)	$\bar{1}/110$	3,451
	N(53)	1/000	3,192	C(3)...	N(53)	1/00 $\bar{1}$	3,473
	C(2)	1/001	3,322		C(56)	1/00 $\bar{1}$	3,261
	C(3)	1/001	3,173	C(4)...	O(51)	1/000	3,303
	C(1)	$\bar{1}/100$	3,348		N(52)	1/000	3,280
	C(2)	$\bar{1}/100$	3,130	C(12)...	F(51)	$\bar{1}/110$	3,474
	C(15)	$\bar{1}/100$	3,377	O(51)...	C(54)	1/000	3,254
N(2)...	O(53)	1/00 $\bar{1}$	3,234		C(55)	1/000	3,359
	C(56)	1/00 $\bar{1}$	3,439	O(53)...	C(65)	1/001	3,074
	N(52)	$\bar{1}/000$	2,765	F(51)...	F(51)	1/010	3,012
	C(53)	1/000	3,473		F(52)	1/010	3,483
N(3)...	N(53)	1/000	2,855		C(62)	1/010	3,483
F(1)...	C(82)	1/00 $\bar{1}$	3,359		C(66)	$\bar{1}/010$	3,468
	C(58)	$\bar{1}/110$	3,493	F(52)...	C(52)	1/010	3,349
	C(82)	$\bar{1}/110$	3,343	C(81)...	C(82)	$\bar{1}/110$	3,413

Les conformations des molécules *A* et *B* diffèrent dans la géométrie des chaînes et l'orientation des cycles. Les variations apparaissent dans les Figs. 2 et 3 et le Tableau 4. Les cycles pyridyle et benzène des molécules

A et *B* sont pratiquement plans. L'angle entre les plans moyens de ces anneaux sont, respectivement pour *A* et *B*, 86 et 72°. On notera que dans la molécule *A*, déprotonée en N(3), les atomes O(2), S(1), N(3) et C(6) forment un plan tandis que dans la molécule *B*, les atomes O(51), S(51), N(53) et C(56) sont coplanaires.

L'empilement (Fig. 4 et Tableau 5) est caractérisé par de nombreux contacts courts et tout particulièrement des liaisons H N(2)...

N(52) (2,765 Å) et N(3)...

Références

- DUPONT, L., LAMOTTE, J., CAMPSTEYN, H. & VERMEIRE, M. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1304–1310.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.