

Fig. 2. Molecular packing and H-bonding scheme in the crystal structure of dihydroxyacetic acid.

The C—C bond length of 1.522 (3) Å is 0.015 Å shorter than in Na[C(OH)<sub>2</sub>COO] and 0.020 Å longer than in hydroxyacetic acid (Pijper, 1971; Ellison, Johnson & Levy, 1971). The C—O(alcoholic) bond

lengths and (H)O—C—O(H) bond angles are similar to the values found in other geminal diols (Mattes & Uckelmann, 1981). The electrostatic repulsion between O(2) and O(3), which are *syn*, results in the O(3)—C(2)—C(1) bond angle being larger than O(4)—C(2)—C(1).

#### References

- ELLISON, R. D., JOHNSON, C. K. & LEVY, H. A. (1971). *Acta Cryst.* B27, 333–344.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP-II*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 LIS, T. (1982). Collect. Abstr. 4th Symp. Org. Cryst. Chem., Poznań-Kiekrz, Poland, p. 44.  
 MATTES, R. & UCKELMANN, G. (1981). *Acta Cryst.* B37, 2071–2072.  
 PLUPER, W. P. (1971). *Acta Cryst.* B27, 344–348.  
 Syntax (1976). *XTL/XTLE Structure Determination System*. Syntax Analytical Instruments, Cupertino, California.

*Acta Cryst.* (1983). C39, 1084–1087

## Détermination Structurale du Monomère Bis(butoxycarbonylméthylcarbamate) de Hexadiyne-2,4 Diyle-1,6, C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

PAR P. SPINAT, A. WHULER ET C. BROUTY

Laboratoire de Minéralogie—Cristallographie des Universités Pierre et Marie Curie et Paris VII, associé au CNRS (LA 09), 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 3 mars 1983, accepté le 6 avril 1983)

**Abstract.**  $M_r = 424$ , m.p. = 336 K, triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 25.753$  (8),  $b = 13.966$  (2),  $c = 4.940$  (1) Å,  $\alpha = 85.19$  (1),  $\beta = 90.38$  (2),  $\gamma = 84.52$  (2)°,  $V = 1762$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 3$ ,  $D_x = 1.20$  Mg m<sup>-3</sup>,  $F(000) = 678$ ,  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 0.79$  mm<sup>-1</sup>, room temperature,  $R = 0.095$  for 1540  $hkl$  with  $F_o \geq 0.02F_o$  max. The monomer crystal is not polymerizable under X-radiation. The structure is described as stacks of monomer-molecule ribbons based on a repeated pattern of three consecutive molecules; H bonds maintain the intermolecular cohesion within these ribbons. The structural results can explain how neither polymerization nor trimerization is possible.

**Introduction.** Dans le cadre de l'étude cristallographique des composés diacétyléniques  $R-C\equiv C-C\equiv C-R$  des séries carbamates (ou uréthanes) [ $R = (\text{CH}_2)_n-\text{COONH}-Y$ ] (Brouty, Spinat & Whuler, 1983; Spinat, Brouty & Whuler, 1983), nous abordons ici l'étude structurale de l'un des dérivés du type butoxycarbonylméthyluréthane pour lesquels  $Y = \text{CH}_2\text{COOC}_4\text{H}_9$ . Comme les composés de type phényluréthane (PU), les composés diacétyléniques

butoxycarbonylméthyluréthane (BCMU) ont la propriété de se polymériser à l'état cristallin par irradiation X, UV ou  $\gamma$  (Patel & Miller, 1981). L'arrangement structural des monomères conditionne l'activité des monocristaux (Baughman, 1974), qui restent incolores s'ils sont inactifs, tandis qu'ils acquièrent diverses couleurs s'ils sont polymérisables.

Dans la série BCMU ( $n = 1, 2, 3, 4$ ), seul le composé étudié ici [ $n = 1$ , appelé 1 BCMU ou HDBCMU en référence à la nomenclature généralement utilisée par les auteurs, à savoir (en anglais), 2,4-hexadiyne-1,6-diyl bis(butoxycarbonylméthyluréthane)], est inactif, ses cristaux restant incolores sous irradiation X. Le présent travail a pour but d'expliquer l'inactivité du HDBCMU à partir de ses caractéristiques structurales.

**Partie expérimentale.** Cristaux préparés par G. N. Patel,\* recristallisation dans anisole, cristaux monomères incolores inactifs sans inclusion de solvant (contrôle par ATG); plaquette 0,7 × 0,3 × 0,06 mm,

\* Allied Chemical Corporation Chemical Company, PO Box 6, Solvay, New York 13209, E-U.

diffractomètre Philips PW1100, monochromateur graphite, méthode 'flying step-scan', 2837 réflexions indépendantes dont 2640 non nulles [ $I_o > \sigma(I_o)$ ],  $23 \leq h \leq 23$ ,  $12 \leq k \leq 12$ ,  $0 \leq l \leq 4$ ,  $2 \leq \theta \leq 45^\circ$ ; altération sensible, sans changement de couleur du monocristal au cours des 100 h d'enregistrement, normalisation des intensités mesurées ( $1 < N < 1,25$ ) sur la base de l'évolution linéaire en fonction du temps des intensités de trois réflexions de référence mesurées toutes les heures, corrections de Lorentz-polarisation et d'absorption [valeur du coefficient de transmission  $\tau$ :  $0,89 < \tau < 0,98$  (programme *AGNOSTC*; Rigoult, 1978; Blessing, Coppens & Becker, 1972)]. Paramètres cristallins affinés (Spinat *et al.*, 1983) par moindres carrés (programme *LCR-2*; Williams, 1964), à partir de la position des raies d'un cliché de Seeman-Bohlin ( $\lambda$ FeK $\alpha$ , monochromateur quartz, étalon interne de silicium); résolution par méthodes directes (programme *MULTAN*; Germain, Main & Woolfson, 1971), facteurs de diffusion atomique (Cromer & Mann, 1968), affinement en matrice complète basé sur  $F$  sans pondération (programme *AFFINE*, dérivé de *ORFLS*; Busing, Martin & Levy, 1962), atomes H positionnés par programme *FINDH* (Raymond, Corfield & Ibers, 1968) et non affinés, coefficient d'agitation thermique anisotrope pour les 45 atomes indépendants autres que H; au dernier affinement résidu de densité électronique en Fourier-différence  $0,4 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ , le déplacement/ $\sigma \leq 0,03$ ,  $R_{\text{final}} = 0,095$ .

**Discussion.** Le Tableau 1 donne les paramètres atomiques, le Tableau 2 les longueurs et angles de liaison.\*

Des trois molécules contenues dans la maille (Fig. 1), deux se correspondent par le centre de symétrie [ $A^0$  = molécule (1) et son homologue  $C^0$ ], la troisième [ $B^0$  = molécule (2)] étant strictement centrosymétrique. Les caractéristiques de liaison des chaînes diynes sont en bon accord avec celles observées habituellement. Les molécules se présentent dans une conformation très développée, leur conférant un encombrement  $\sim 30 \text{ \AA}$ . La chaîne de la molécule (2) (ensemble des atomes exceptés les oxygène des C=O) présente une bonne planéité (écarts au plan moyen  $\leq 0,5 \text{ \AA}$ ); par contre, la molécule (1), non rigoureusement centrosymétrique, est légèrement plus distordue (écarts au plan moyen de la chaîne  $\leq 1 \text{ \AA}$ ). Celle-ci conserve néanmoins, sensiblement, la même conformation que la molécule (2): forme *trans*, angle  $\sim 80^\circ \pm 1^\circ$  entre les plans carboxy C(5)C(6)O(3)O(4) et uréthane O(1)-C(4)O(2)N(1), angle  $\sim 15^\circ \pm 10^\circ$  entre les plans uréthane et diacétylène C(1)C(2)C(3)O(1).

\* Les listes des facteurs de structure des coordonnées des atomes d'hydrogène et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38535: 10 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.

Tableau 1. Positions atomiques ( $\times 10^4$ ) et facteurs d'agitation thermique

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \beta_{ii} / a_i^*{}^2.$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
C(11)	3602 (6)	6258 (9)	8769 (26)	7,9 (0,9)
C(21)	3171 (6)	6017 (10)	8614 (27)	8,3 (0,9)
C(31)	2631 (6)	5806 (10)	8292 (30)	9,5 (1,0)
O(11)	2516 (3)	5172 (7)	10558 (18)	8,7 (0,6)
C(41)	2012 (5)	5153 (10)	11074 (29)	7,8 (0,9)
O(21)	1661 (4)	5683 (8)	9853 (20)	10,8 (0,7)
N(11)	1939 (4)	4531 (9)	13210 (22)	8,8 (0,8)
C(51)	1431 (6)	4397 (12)	14201 (26)	10,1 (1,0)
C(61)	1083 (7)	3943 (12)	12521 (27)	9,9 (1,1)
O(31)	1260 (4)	3455 (8)	10777 (22)	11,7 (0,8)
O(41)	597 (4)	4019 (9)	13047 (21)	11,8 (0,8)
C(71)	233 (9)	3573 (20)	11570 (48)	19,6 (1,8)
C(81)	-222 (9)	3394 (21)	13284 (55)	19,8 (1,7)
C(91)	-523 (12)	2803 (26)	12582 (61)	23,1 (2,4)
C(101)	-872 (12)	2473 (23)	14324 (63)	23,8 (2,4)
C'(11)	4093 (6)	6587 (9)	9012 (24)	7,5 (0,9)
C'(21)	4493 (6)	6911 (9)	9165 (25)	7,7 (0,9)
C'(31)	4988 (5)	7296 (9)	9335 (24)	7,6 (0,8)
O'(11)	5014 (3)	8002 (5)	7084 (14)	6,4 (0,5)
C'(41)	5467 (5)	8384 (8)	6736 (22)	5,6 (0,7)
O'(21)	5852 (3)	8157 (6)	8241 (16)	7,7 (0,5)
N'(11)	5451 (4)	9019 (7)	4616 (18)	5,9 (0,5)
C'(51)	5887 (5)	9557 (9)	4020 (21)	7,1 (0,8)
C'(61)	5938 (5)	10356 (9)	5938 (23)	6,7 (0,8)
O'(31)	5621 (3)	10562 (6)	7576 (14)	6,6 (0,5)
O'(41)	6373 (4)	10748 (7)	5501 (18)	9,2 (0,6)
C'(71)	6470 (7)	11538 (13)	7182 (37)	12,7 (1,1)
C'(81)	7011 (10)	11825 (17)	6714 (46)	17,0 (1,6)
C'(91)	7357 (9)	11106 (15)	7913 (44)	15,7 (1,4)
C'(101)	7901 (8)	11615 (19)	7328 (51)	18,5 (1,6)
C(12)	4753 (5)	4814 (9)	4833 (27)	7,6 (0,8)
C(22)	4336 (6)	4519 (10)	4592 (26)	8,1 (0,9)
C(32)	3828 (5)	4205 (10)	4299 (26)	7,9 (0,8)
O(12)	3758 (3)	3495 (6)	6521 (15)	6,8 (0,5)
C(42)	3272 (4)	3252 (9)	6856 (24)	6,5 (0,7)
O(22)	2909 (3)	3611 (6)	5355 (17)	8,3 (0,5)
N(12)	3235 (4)	2611 (7)	8946 (18)	7,0 (0,6)
C(52)	2738 (5)	2289 (10)	9596 (23)	7,8 (0,8)
C(62)	2529 (5)	1661 (10)	7587 (26)	7,9 (0,9)
O(32)	2790 (3)	1260 (7)	6072 (18)	8,8 (0,6)
O(42)	2036 (4)	1639 (9)	7779 (21)	12,4 (0,8)
C(72)	1777 (8)	1095 (19)	5933 (47)	18,1 (1,5)
C(82)	1123 (11)	1247 (21)	6458 (53)	20,0 (2,0)
C(92)	1192 (15)	586 (27)	8077 (60)	25,4 (2,3)
C(102)	571 (12)	427 (25)	7985 (64)	25,2 (1,8)

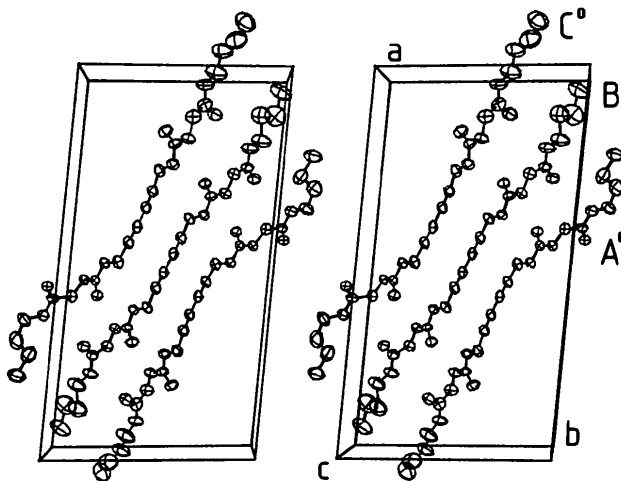


Fig. 1. Vue stéréoscopique de la maille cristalline du HDBCMU.

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles (°) de liaison

C—H = 0,95 Å, N—H = 0,87 Å, H—C—C, H—C—O, H—N—C, H—C—H angle = 109,4°. Code de symétrie: (i) 1 - x, 1 - y, 1 - z.

Molécule (1)		Molécule (2)	
C(11)—C'(11)	1,39 (1)	C(12)—C(12) <sup>i</sup>	1,43 (1)
C(11)—C(21)	1,19 (1)	C(12)—C(22)	1,19 (1)
C(21)—C(31)	1,46 (1)	C(22)—C(32)	1,43 (1)
C(31)—O(11)	1,42 (1)	C(32)—O(12)	1,44 (1)
O(11)—C(41)	1,33 (1)	O(12)—C(42)	1,33 (1)
C(41)—O(21)	1,23 (1)	C(42)—O(22)	1,23 (1)
C(41)—N(11)	1,34 (1)	C(42)—N(12)	1,32 (1)
N(11)—C(51)	1,42 (1)	N(12)—C(52)	1,42 (1)
C(51)—C(61)	1,44 (1)	C(52)—C(62)	1,51 (1)
C(61)—O(31)	1,21 (1)	C(62)—O(32)	1,15 (1)
C(61)—O(41)	1,28 (1)	C(62)—O(42)	1,28 (1)
O(41)—C(71)	1,41 (2)	O(42)—C(72)	1,43 (2)
C(71)—C(81)	1,48 (3)	C(72)—C(82)	1,70 (3)
C(81)—C(91)	1,25 (4)	C(82)—C(92)	1,17 (4)
C(91)—C(101)	1,34 (4)	C(92)—C(102)	1,63 (4)
C(21)C(11)C'(11)	177 (4)	C(12)C(12)C(22) <sup>i</sup>	179 (4)
C(11)C(21)C(31)	175 (4)	C(12)C(22)C(32)	178 (4)
C(21)C(31)O(11)	107 (2)	C(22)C(32)O(12)	108 (1)
C(31)O(11)C(41)	115 (2)	C(32)O(12)C(42)	116 (1)
O(11)C(41)O(21)	124 (3)	O(12)C(42)O(22)	122 (2)
O(11)C(41)N(11)	111 (2)	O(12)C(42)N(12)	112 (1)
O(21)C(41)N(11)	124 (3)	O(22)C(42)N(12)	125 (2)
C(41)N(11)C(51)	122 (2)	C(42)N(12)C(52)	119 (2)
N(11)C(51)C(61)	118 (2)	N(12)C(52)C(62)	115 (2)
C(51)C(61)O(31)	120 (2)	C(52)C(62)O(32)	123 (2)
C(51)C(61)O(41)	119 (2)	C(52)C(62)O(42)	112 (2)
O(31)C(61)O(41)	122 (2)	O(32)C(62)O(42)	125 (2)
C(61)O(41)C(71)	122 (3)	C(62)O(42)C(72)	118 (2)
O(41)C(71)C(81)	110 (3)	O(42)C(72)C(82)	109 (3)
C(71)C(81)C(91)	118 (5)	C(72)C(82)C(92)	86 (3)
C(81)C(91)C(101)	120 (6)	C(82)C(92)C(102)	91 (4)
C'(11)C'(21)	1,17 (1)	C'(11)C'(21)C'(31)	177 (4)
C'(21)—C'(31)	1,43 (1)	C'(21)C'(31)O'(11)	108 (2)
C'(31)—O'(11)	1,43 (1)	C'(31)O'(11)C'(41)	117 (2)
O'(11)—C'(41)	1,34 (1)	O'(11)C'(41)O'(21)	123 (2)
C'(41)—O'(21)	1,24 (1)	O'(11)C'(41)N'(11)	112 (2)
C'(41)—N'(11)	1,31 (1)	O'(21)C'(41)N'(11)	125 (2)
N'(11)—C'(51)	1,43 (1)	C'(41)N'(11)C'(51)	120 (2)
C'(51)—C'(61)	1,54 (1)	N'(11)C'(51)C'(61)	113 (2)
C'(61)—O'(31)	1,19 (1)	C'(51)C'(61)O'(31)	123 (2)
C'(61)—O'(41)	1,30 (1)	C'(51)C'(61)O'(41)	110 (2)
O'(41)—C'(71)	1,47 (2)	O'(31)C'(61)O'(41)	126 (2)
C'(71)—C'(81)	1,50 (3)	C'(61)O'(41)C'(71)	116 (2)
C'(81)—C'(91)	1,37 (3)	O'(41)C'(71)C'(81)	110 (3)
C'(91)—C'(101)	1,65 (3)	C'(71)C'(81)C'(91)	108 (3)
		C'(81)C'(91)C'(101)	99 (3)

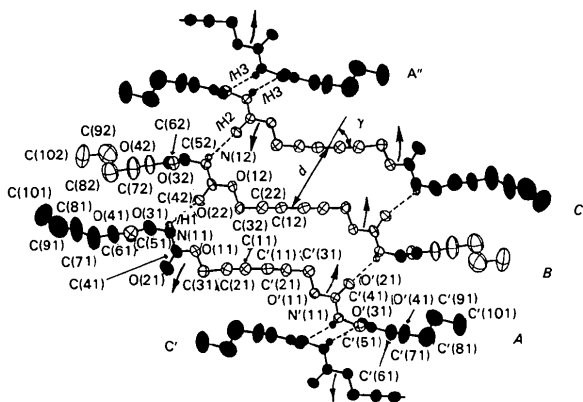
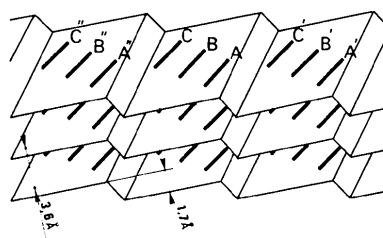


Fig. 2. Projection de l'arrangement structural dans le plan de forte cohésion. ● Atomes non contenus dans le plan. A molécule (1) (—e), B ≡ B<sup>0</sup> molécule (2), C molécule (1)<sup>i</sup>(+e), A'' molécule (1) (—b + e), C' molécule (1)<sup>i</sup>(+b - e) [(i) 1 - x, 1 - y, 1 - z]. ↑ Pivotements moléculaires en cas de trimérisation.

L'environnement des carbone des chaînes diyne est constitué par un ensemble de 8 à 13 carbone proches voisins, situés à des distances  $3,6 \leq d \leq 4,3$  Å. La cohésion intermoléculaire est assurée par des liaisons hydrogène du type N—H...O (Fig. 2) appelées respectivement /H1, /H2 et /H3 [ /H1 N...O = 2,85 (1) Å, H...O = 2,48 Å; /H2 N...O = 2,80 (1) Å, H...O = 2,36 Å; /H3 N...O = 2,95 (1) Å, H...O = 2,38 Å]. Les liaisons /H1 et /H2 jouent des rôles équivalents dans la mesure où elles relient les atomes d'azote et d'oxygène appartenant à des fonctions uréthane. Les liaisons /H3 sont, par contre, spécifiques d'une cohésion entre

atomes d'azote appartenant aux uréthanes et atome d'oxygène appartenant aux fonctions carboxy; elles se caractérisent par des doublets de liaisons H. Chaque molécule porte quatre liaisons H (Fig. 2). La cohésion de la molécule (2) est symétrique et est assurée par des liaisons du type /H1 et /H2. Par contre, celle de la molécule (1) est dissymétrique: une seule liaison /H1 sur la chaîne R(1), une liaison /H2 et un doublet /H3 sur la chaîne R'(1). Dans ces conditions, la cohésion intermoléculaire beaucoup plus forte sur R'(1), confère à cette chaîne une plus grande stabilité, qui se traduit par une agitation thermique notablement plus faible pour les atomes de R'(1) que pour ceux de R(1) [ $\Delta(B) \sim 4$  Å<sup>2</sup>]. Par contre, dans les deux molécules (1) et (2), les atomes des groupements butyl sont affectés par une agitation thermique élevée; ceci est justifiée par l'absence totale de liaisons H en bouts de chaînes et par la valeur relativement basse de la température de fusion du composé.

En se référant aux directions de forte cohésion intermoléculaire, on observe que les molécules monomères se répartissent dans la structure, en de larges rubans (largeur ~27 Å) présentant une légère ondulation (dénivelés ~1,7 Å).



Ces rubans résultent de la répétition d'un motif de base, constitué d'un ensemble de trois molécules *A*, *B*, *C* (Fig. 2), reliées entre elles par liaisons H, et dont les chaînes diynes sont parallèles et coplanaires (écart au parallélisme  $\leq 2^\circ$ ). A l'intérieur de ces rubans, la cohésion entre deux motifs consécutifs est assurée, au niveau du dénivelé, par le doublet de liaisons H, *I*H3 (Fig. 2). Ces rubans s'empilent, parallèlement les uns aux autres, à une distance de 3,6 Å, sans qu'aucune liaison H ne les relie entre eux.

#### Inactivité du composé

Les molécules (1) et (2) forment respectivement, dans des plans parallèles à (110), des empilements infinis de chaînes diacétyléniques parallèles, de distance centre à centre  $d = 4,94$  Å (c). Si à priori, un tel arrangement est compatible avec le mécanisme de polymérisation, la valeur de  $\gamma(83,5^\circ \pm 1^\circ)$ , angle entre la direction des chaînes diynes et leur vecteur de translation, exclut par contre toute possibilité de polymérisation [critère d'activité:  $\gamma < 60^\circ$  (Baughman, 1974)]. S'il ne peut donc y avoir formation de molécules polymères au sein du monomère, il reste cependant à examiner, au vu de l'arrangement structural décrit précédemment, l'éventualité de la formation de molécules trimères.

En effet, une telle trimérisation pourrait être envisagée, soit entre les molécules *A*, *B*, *C* situées à l'intérieur des rubans (Fig. 2), soit entre les trois molécules *A*<sup>0</sup>, *B*<sup>0</sup>, *C*<sup>0</sup> représentées dans la Fig. 1. Dans ce dernier cas où il n'existe aucune cohésion intermoléculaire par liaison H, les valeurs de  $d = 4,03 \pm 0,04$  Å et  $\gamma = 65^\circ \pm 2^\circ$  justifient l'absence de trimérisation. En ce qui concerne, les trois molécules *A*, *B*, *C* appartenant aux rubans structuraux, leurs caractéristiques  $d = 4,45 \pm 0,03$  Å et  $\gamma = 59,5^\circ \pm 1^\circ$ , les situent, comme pour le HD<sub>p</sub>CPU modérément actif (Brouty *et al.*, 1983), à la limite du domaine de polymérisabilité défini par les diagrammes

de Baughman (1974). Une trimérisation ne serait donc pas totalement à exclure dans ces rubans structuraux, si les liaisons H ne rendaient pas impossible les pivotements moléculaires nécessaires à la formation du trimère. En effet, de tels déplacements (Fig. 2) n'affecteraient pas les liaisons *I*H1 et *I*H2 qui suivraient le mouvement de rotation, mais entraîneraient, par contre nécessairement, le cisaillement des doublets *I*H3. Un tel phénomène qui détruirait la cohésion intermoléculaire rend donc impossible toute trimérisation à l'intérieur du monocristal de HDBCMU, et vient ainsi justifier son inactivité.

Nous remercions très vivement Dr Patel de nous avoir fourni un grand nombre de composés de la série uréthane. Nous remercions également B. Bachet pour sa contribution efficace aux mesures diffractométriques.

#### Références

- BAUGHMAN, R. H. (1974). *J. Polym. Sci.* **12**, 1511–1535.  
 BLESSING, R. H., COPPENS, P. & BECKER, P. (1972). *J. Appl. Cryst.* **7**, 488–492.  
 BROUTY, C., SPINAT, P. & WHULER, A. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 594–597.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 PATEL, G. N. & MILLER, G. G. (1981). *J. Macromol. Sci. Phys.* **20**(1), 111–131.  
 RAYMOND, K. N., CORFIELD, P. W. R. & IBERS, J. A. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 1362–1373.  
 RIGOULT, J. (1978). Thèse de doctorat de 3ème cycle, Paris.  
 SPINAT, P., BROUTY, C. & WHULER, A. (1983). *Z. Kristallogr.* Sous presse.  
 WILLIAMS, D. E. (1964). *LCR2. A Fortran Lattice-Constant Refinement Program*. USAEC Report IS-1052.

*Acta Cryst.* (1983). **C39**, 1087–1089

### Structure du Chlorhydrate de $\{[(o\text{-Méthoxyphényl})\text{-}4\text{ pipérazinyl-}1]\text{-}2\text{ éthyl}\}\text{-}2\text{ Diméthyl-}4,4\text{ }2H,4H\text{-Isoquinolinedione-}1,3\text{-Éthanol (AR-C239), } C_{24}H_{30}N_3O_3^+ \cdot Cl^- \cdot C_2H_6O$

PAR ALAIN CARPY, MICHEL GOURSOLLE ET JEAN-MICHEL LÉGER

Laboratoire de Chimie Analytique, ERA 890 CNRS, Faculté de Pharmacie, Université de Bordeaux II, 91 rue Leyteire, 33076 Bordeaux CEDEX, France

(Reçu le 15 novembre 1982, accepté le 7 avril 1983)

**Abstract.**  $\alpha_1$ -Adrenoceptor antagonist. Antihypertensive drug.  $M_r = 489.8$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 9.749$  (2),  $b = 11.287$  (5),  $c = 13.815$  (1) Å,  $\alpha = 77.43$  (2),  $\beta = 83.99$  (1),  $\gamma = 69.96$  (3)°,  $V = 1393.2$  (5) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.17$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.54178$  Å,  $\mu =$

$29.8$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 524$ , room temperature. Final  $R = 0.070$  for 2643 reflections. The bridge chain is in the fully extended conformation and is perpendicular to the isoquinoline plane. N—H...Cl hydrogen bonds contribute to the crystalline cohesion.