

Since the *Re* face of C7 was attacked by the *Re* face of C9, the relative topicity of the transition state is *Lk*. Finally, since the absolute configuration of C8 is *R* and the *Re* face of C7 was attacked, the relative topicity of the enolate is *Lk*-1,2. The relative topicity of the reaction is therefore characterized by the descriptors *Lk*-1,2, *Lk*, *Lk*-1,2 (*aldehyde, transition state, enolate*) for the centers of *R*, *Re*, *Re*, *R* absolute stereochemistry. If the relative topicity of the transition state had been inverted, the *Re* face of the aldehyde would have been joined to the *Si* face of the enolate, and the descriptor would be *Ul*. The descriptors for the reaction would then be *Lk*-1,2, *Ul*, *Lk*-1,2, for centers of *R*, *Re*, *Si*, *S* absolute stereochemistry. Note that if the relative stereochemistry of C9 and C7 had been inverted, one would also expect that the relative stereochemistry of C10 and C8 would be inverted. This would give rise to mutual kinetic resolution in the *opposite* sense. Efforts along these lines are continuing.

## References

- AHN, N. T. (1980). *Top. Curr. Chem.* **88**, 145–162.  
 BAK, D. A. & BRADY, W. T. (1979). *J. Org. Chem.* **44**, 107–110.  
 CHEREST, M., FELKIN, H. & PRUDENT, N. (1968). *Tetrahedron Lett.* pp. 2199–2204.  
 CLARK, G. R., LIN, J. & NIKAIIDO, M. (1984). *Tetrahedron Lett.* **25**, 2645–2648.  
 CRAM, D. J. & ELHAFEZ, F. A. (1952). *J. Am. Chem. Soc.* **74**, 5828–5835.  
 DUBOIS, J. E. & DUBOIS, M. (1967). *Tetrahedron Lett.* pp. 4215–4219.  
 ENRAF–NONIUS (1983). *Structure Determination Package*. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.  
 FAIR, C. K., CLARK, G. R. & NIKAIIDO, M. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 155–157.  
 FLEMING, I. & AU-YEUNG, B.-W. (1981). *Tetrahedron Suppl.* p. 13.  
 GEMAL, A. L. & LUCHE, J. L. (1979). *J. Org. Chem.* **44**, 4187–4189.  
 HEATHCOCK, C. H., PIRRUNG, M. C., LAMPE, J., BUSE, C. T. & YOUNG, S. D. (1981). *J. Org. Chem.* **46**, 2290–2300.  
 HOUK, K. N., PADDON-ROW, M. N., RONDAN, N. G., WU, Y.-D., BROWN, F. K., SPELLMEYER, D. C., METZ, J. R., LI, Y. & LONCHARICH, R. J. (1986). *Science*, **231**, 1108–1117.  
 HOUSE, H. O., CHU, C.-Y., PHILLIPS, W. V., SAYER, T. S. B. & YAU, C.-C. (1977). *J. Org. Chem.* **42**, 1709.  
 HOUSE, H. O., CZUBA, L. J., GALL, M. & OLMSTEAD, H. D. (1969). *J. Org. Chem.* **34**, 2324–2336.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)  
 KREPSKI, L. R. & HASSNER, A. (1978). *J. Org. Chem.* **43**, 2879–2882.  
 LUCHE, J. L. & GEMAL, A. L. (1978). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 176–177.  
 MASAMUNE, S., CHOY, W., PETERSEN, J. S. & SITA, L. R. (1985). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **24**, 1–76.  
 MURATA, S., SUZUKI, M. & NOYORI, R. (1980). *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 3248–3249.  
 PRELOG, V. & HELMCHEN, G. (1982). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **21**, 567–583.  
 SEEBACH, D. & GOLINSKI, J. (1981). *Helv. Chim. Acta*, **64**, 1413–1423.  
 SEEBACH, D. & PRELOG, V. (1982). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **21**, 654–660.  
 STORK, G. & HUDRLIK, P. F. (1968). *J. Am. Chem. Soc.* **90**, 4462–4464.  
 ZIMMERMAN, H. & TRAXLER, M. (1957). *J. Am. Chem. Soc.* **79**, 1920–1923.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 1745–1748

## Méthanesulfonate de Péfloxacinium (Péflacine DCI)

PAR P. TOFFOLI ET N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques,  
rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

R. CEOLIN

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté de Pharmacie, 2 bis boulevard Tonnelé, 37032 Tours, France

ET Y. BLAIN

Centre de recherches analytiques des Laboratoires Roger Bellon, 129 avenue Achille Peretti,  
92200 Neuilly sur Seine, France

(Reçu le 10 février 1987, accepté le 16 avril 1987)

**Abstract.** 4-(3-Carboxy-1-ethyl-6-fluoro-1,4-dihydro-4-oxo-7-quinolyl)-1-methylpiperazinium methanesulfonate dihydrate,  $C_{17}H_{21}FN_3O_3 \cdot CH_3O_3S \cdot 2H_2O$ ,  $M_r$ , 0108-2701/87/091745-04\$01.50

= 465.5, triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 16.737(2)$ ,  $b = 9.621(2)$ ,  $c = 6.988(1) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 108.44(2)$ ,  $\beta = 98.11(1)$ ,  $\gamma = 94.27(1)^\circ$ ,  $V = 1048.2 \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $D_x =$

© 1987 International Union of Crystallography

1.475 Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1.5418 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 1.87 \text{ mm}^{-1}$ ,  $T = 294 (1) \text{ K}$ ,  $R = 0.042$  for 2972 independent reflections [ $I > 3\sigma(I)$ ]. The proton of the methanesulfonic acid is transferred to the terminal piperazinyl N atom. The ten-membered quinoline ring shows significant deviations from planarity. A strong intramolecular hydrogen bond O—H...O between the carboxylic and the carbonyl groups forms a pseudo ring. The plane of the *N*-ethyl group is almost perpendicular to the quinoline ring system. The bond lengths and angles agree very closely with corresponding values in silver pefloxacin, and in oxolinic, aminooxolinic and nalidixic acids. Five hydrogen bonds, N—H...O and O—H...O, take part in the cohesion of the structure.

**Introduction.** Le méthanesulfonate de péfloxacinium dihydrate est commercialisé sous le nom de péflacine. La péflacine et la péfloxacine dont elle dérive sont des antibactériens de la série des fluoroquinolones (Gouëfon, Montay, Roquet & Pesson, 1981; Rochard, Bouquet, Briot & Courtois, 1986). L'étude cristallographique de la péflacine a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de la molécule de péfloxacine afin d'établir d'éventuelles relations structurales avec les composés qui possèdent le même type d'activité antibactérienne. Elle a eu aussi pour objectif de connaître l'atome accepteur du proton de l'acide méthanesulfonique. Des cristaux ont été obtenus par évaporation lente de la solution aqueuse.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique: 0,18 × 0,22 × 0,45 mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que  $18,27 \leq \theta \leq 31,13^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,023 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,588 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $-19 \leq h \leq 19$ ,  $-11 \leq k \leq 10$ ,  $0 \leq l \leq 7$ . Réflexions de contrôle:  $40\bar{3}$ ,  $42\bar{3}$  et  $53\bar{2}$ .  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0029. 3561 réflexions indépendantes mesurées, 589 réflexions inobservées [ $I \leq 3\sigma(I)$ ]. Pas de corrections d'absorption. Méthode de l'atome lourd. La répartition statistique des *E* en fonction de leur intensité est celle d'une structure hypercentrosymétrique. Les positions atomiques trouvées par *MULTAN*11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) sont incorrectes. H des CH<sub>3</sub> et des H<sub>2</sub>O, H liés à O(13) et à N(19): série de Fourier des  $\Delta F$ . Autres H: positions calculées. Affinement basé sur les *F*. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* de tous les atomes,  $\beta_H$  de C, F, N, O et S.  $R = 0,042$ ,  $wR = 0,053$ ,  $S = 2,19$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ .  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,22$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,29 (8) \text{ e \AA}^{-3}$ ; *g* (coefficient d'extinction secondaire isotrope) =  $1,06 (3) \times 10^{-5}$ . Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Fig. 1 et 2: programme *ORTEP* (Johnson, 1965). Angles des plans moyens: *BEST-PLANE PROGRAM* (Ito & Sugawara, 1983).

**Discussion.** Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1,\* les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. L'unité asymétrique contient un anion méthanesulfonate, un cation péfloxacinium et deux molécules d'eau.

Dans l'anion, les trois distances S—O sont pratiquement identiques puisqu'elles ont pour longueurs extrêmes 1,443 (2) et 1,453 (2) Å. Les mêmes distances mesurent 1,440 (2) et 1,443 (2) Å dans le méthanesulfonate d'ammonium (Wei, 1986) et sont comprises entre 1,435 (2) et 1,447 (2) Å dans le sulfate d'*o*-phénanthroline (Thevenet & Rodier, 1978). La liaison S(23)—C(27), dont la longueur [1,746 (2) Å] est intermédiaire entre celles indiquées par Pauling (1960) pour une liaison simple (1,81 Å) et pour une liaison double (1,61 Å), est comparable aux liaisons

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H, N—H et O—H, des distances des atomes aux plans moyens, des distances interatomiques intermoléculaires, et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43979; 24 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.

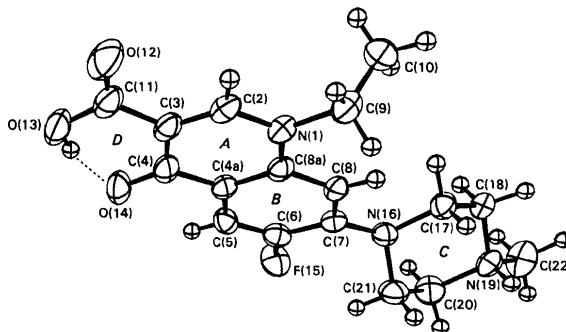


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule de péfloxacine, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

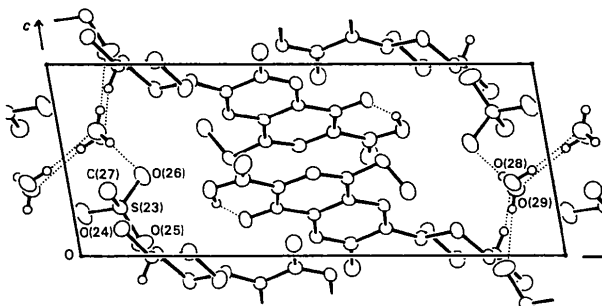


Fig. 2. Représentation de la structure vue selon [010]. Numéros des atomes de l'anion méthanesulfonate et des molécules d'eau. ...Liaison hydrogène. Seuls ont été représentés les atomes d'hydrogène qui participent aux liaisons hydrogène.

Tableau 1. Coordonnées atomiques, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}accos\beta + \beta_{23}bccos\alpha).$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
N(1)	0,57771 (9)	0,6765 (2)	0,4026 (2)	2,75 (3)
C(2)	0,5091 (1)	0,7387 (2)	0,4270 (3)	3,09 (4)
C(3)	0,4326 (1)	0,6634 (2)	0,3554 (2)	3,12 (4)
C(4)	0,4219 (1)	0,5082 (2)	0,2487 (2)	3,05 (4)
C(4a)	0,4961 (1)	0,4427 (2)	0,2141 (2)	2,69 (3)
C(5)	0,4923 (1)	0,2921 (2)	0,0993 (3)	2,95 (3)
C(6)	0,5617 (1)	0,2325 (2)	0,0631 (3)	2,93 (4)
C(7)	0,6400 (1)	0,3122 (2)	0,1425 (2)	2,60 (3)
C(8)	0,6436 (1)	0,4595 (2)	0,2606 (2)	2,55 (3)
C(8a)	0,5729 (1)	0,5261 (2)	0,2913 (2)	2,49 (3)
C(9)	0,6574 (1)	0,7684 (2)	0,4913 (3)	3,30 (4)
C(10)	0,6982 (1)	0,8087 (2)	0,3351 (3)	4,10 (5)
C(11)	0,3621 (1)	0,7455 (2)	0,3972 (3)	3,92 (4)
O(12)	0,36827 (9)	0,8784 (2)	0,4758 (3)	5,45 (4)
O(13)	0,29025 (8)	0,6634 (2)	0,3451 (2)	4,56 (3)
O(14)	0,35312 (8)	0,4312 (2)	0,1882 (2)	4,01 (3)
F(15)	0,55553 (7)	0,0905 (1)	-0,0645 (2)	4,23 (3)
N(16)	0,70881 (8)	0,2476 (1)	0,0903 (2)	2,82 (3)
C(17)	0,7851 (1)	0,3429 (2)	0,1307 (3)	3,19 (4)
C(18)	0,8411 (1)	0,2661 (2)	-0,0079 (3)	3,13 (4)
N(19)	0,85460 (9)	0,1185 (2)	0,0081 (2)	2,88 (3)
C(20)	0,7751 (1)	0,0272 (2)	-0,0206 (3)	3,85 (4)
C(21)	0,7229 (1)	0,1086 (2)	0,1248 (3)	3,64 (4)
C(22)	0,9055 (1)	0,0438 (3)	-0,1428 (3)	4,51 (5)
S(23)	0,09842 (3)	0,37699 (5)	0,25215 (7)	3,59 (1)
O(24)	0,0210 (1)	0,2885 (2)	0,2201 (3)	5,58 (4)
O(25)	0,1319 (1)	0,3596 (3)	0,0679 (3)	7,41 (6)
O(26)	0,15598 (9)	0,3578 (2)	0,4152 (2)	4,76 (4)
C(27)	0,0793 (1)	0,5606 (2)	0,3378 (3)	4,43 (5)
O(28)	0,91658 (9)	1,0844 (2)	0,3782 (2)	4,28 (3)
O(29)	0,9214 (1)	0,7915 (2)	0,3511 (2)	4,80 (4)

S—C rencontrées dans le méthanesulfonate d'ammonium [1,750 (3) Å] et dans le tétraphényldithiopyranilidène [1,742 (3) et 1,747 (3) Å] (Luss & Smith, 1980).

Dans le cation péfloxacinium (Fig. 1), les cycles *A* et *B* ne sont qu'approximativement plans. Les valeurs du paramètre  $\chi^2$  relatives à leurs plans moyens *P(A)* et *P(B)* sont respectivement de 546 et de 508. En outre, l'angle dièdre *P(A)P(B)* est égal à 2,7(1)°. Il en résulte que le noyau quinoléine n'est pas plan ( $\chi^2 = 3078$ ). Les distances de ses atomes au plan moyen *P(AB)* atteignent 0,043 (2) Å. C(9), C(11), O(14), F(15) et N(16) ne sont pas situés dans le plan *P(AB)*, mais ils en restent relativement proches puisque F(15), le plus éloigné d'entre eux, en est distant de 0,118 (1) Å. Le plan N(1)C(9)C(10) du groupement *N*-éthyle fait avec *P(AB)* un angle de 75,5 (2)°.

La liaison hydrogène intramoléculaire O(13)—H(13)···O(14), très forte car longue seulement de 2,534 (2) Å, forme le pseudo-cycle *D*. Les distances à *P(A)* des atomes C(11), O(13), H(13) et O(14) du pseudo-cycle ne dépassent pas 0,139 (2) Å. L'angle de torsion C(4)—C(3)—C(11)—O(13) vaut 5,6 (3)°.

Le cycle pipérazinyle *C* présente la conformation chaise. N(16) et N(19) sont situés de part et d'autre du plan *P(C)* défini par C(17), C(18), C(20) et C(21), le premier à 0,680 (1) Å, le second à 0,632 (1) Å.

Les longueurs des liaisons de l'ion péfloxacinium diffèrent peu de celles de leurs homologues respectives

Tableau 2. Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts-type

Les distances et les angles signalés par une astérisque correspondent aux liaisons hydrogène.

N(1)—C(2)	1,342 (2)	C(11)—O(13)	1,325 (2)
N(1)—C(8a)	1,399 (2)	O(13)—O(14)	2,534 (2)*
N(1)—C(9)	1,480 (2)	N(16)—C(17)	1,453 (2)
C(2)—C(3)	1,366 (2)	N(16)—C(21)	1,462 (3)
C(3)—C(4)	1,426 (2)	C(17)—C(18)	1,506 (3)
C(3)—C(11)	1,481 (3)	C(18)—N(19)	1,490 (3)
C(4)—C(4a)	1,451 (3)	N(19)—C(20)	1,490 (2)
C(4)—O(14)	1,261 (2)	N(19)—C(22)	1,489 (3)
C(4a)—C(5)	1,408 (2)	N(19)—O(28 <sup>iii</sup> )	2,776 (2)*
C(4a)—C(8a)	1,401 (2)	C(20)—C(21)	1,503 (3)
C(5)—C(6)	1,353 (3)	S(23)—O(24)	1,444 (2)
C(6)—C(7)	1,411 (2)	S(23)—O(25)	1,443 (2)
C(6)—F(15)	1,362 (2)	S(23)—O(26)	1,453 (2)
C(7)—C(8)	1,388 (2)	S(23)—C(27)	1,746 (2)
C(7)—N(16)	1,388 (2)	O(28)—O(29)	2,772 (2)*
C(8)—C(8a)	1,339 (2)	O(28)—O(29 <sup>ii</sup> )	3,000 (2)*
C(9)—C(10)	1,498 (3)	O(29)—O(26)	2,866 (3)*
C(11)—O(12)	1,211 (2)	O(29)—O(25 <sup>ii</sup> )	2,804 (2)*
C(2)—N(1)—C(8a)	119,5 (1)	C(3)—C(11)—O(12)	123,3 (2)
C(2)—N(1)—C(9)	119,5 (1)	C(3)—C(11)—O(13)	115,4 (2)
C(8a)—N(1)—C(9)	121,0 (1)	O(12)—C(11)—O(13)	121,2 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	124,2 (2)	O(13)—H(13)—O(14)	157 (2)*
C(2)—C(3)—C(4)	120,1 (2)	C(7)—N(16)—C(17)	118,4 (1)
C(2)—C(3)—C(11)	118,5 (2)	C(7)—N(16)—C(21)	119,7 (2)
C(4)—C(3)—C(11)	121,3 (2)	C(17)—N(16)—C(21)	110,7 (1)
C(3)—C(4)—C(4a)	115,5 (1)	N(16)—C(17)—C(18)	109,6 (1)
C(3)—C(4)—O(14)	123,2 (2)	C(17)—C(18)—N(19)	112,9 (2)
C(4a)—C(4)—O(14)	121,4 (2)	C(18)—N(19)—C(20)	110,2 (1)
C(4)—C(4a)—C(5)	120,2 (1)	C(18)—N(19)—C(22)	110,3 (2)
C(4)—C(4a)—C(8a)	121,6 (1)	C(20)—N(19)—C(22)	111,6 (1)
C(5)—C(4a)—C(8a)	118,2 (2)	N(19)—H(19)—O(28 <sup>iii</sup> )	157 (2)*
C(4a)—C(5)—C(6)	119,9 (2)	N(19)—C(20)—C(21)	110,7 (1)
C(5)—C(6)—C(7)	123,4 (1)	N(16)—C(21)—C(20)	109,8 (2)
C(5)—C(6)—F(15)	118,4 (1)	O(24)—S(23)—O(25)	114,1 (1)
C(7)—C(6)—F(15)	118,2 (2)	O(24)—S(23)—O(26)	111,5 (1)
C(6)—C(7)—C(8)	116,5 (2)	O(24)—S(23)—C(27)	105,8 (1)
C(6)—C(7)—N(16)	120,8 (1)	O(25)—S(23)—O(26)	112,6 (1)
C(8)—C(7)—N(16)	122,5 (1)	O(25)—S(23)—C(27)	105,6 (1)
C(7)—C(8)—C(8a)	121,3 (1)	O(26)—S(23)—C(27)	106,36 (9)
N(1)—C(8a)—C(4a)	119,0 (2)	O(28)—H(28)—O(29)	177 (2)*
N(1)—C(8a)—C(8)	120,5 (1)	O(28)—H(28)—O(29 <sup>ii</sup> )	167 (3)*
C(4a)—C(8a)—C(8)	120,5 (1)	O(29)—H(29)—O(26)	176 (2)*
N(1)—C(9)—C(10)	113,1 (2)	O(29)—H(29)—O(25 <sup>ii</sup> )	178 (2)*

Code de symétrie: (i) 1-x, 1-y, 1-z; (ii) 1-x, 1-y, -z; (iii) x, -1 + y, z; (iv) 2-x, 2-y, 1-z.

dans l'argent(I) péfloxacine tétrahydrate (Baenziger, Fox & Modak, 1986). Si  $\sigma(1)$  et  $\sigma(2)$  désignent les écarts-type sur les quantités à comparer et  $\Delta p$  la valeur absolue de leur différence, le rapport  $r = \Delta p / [\sigma^2(1) + \sigma^2(2)]^{1/2}$  prend des valeurs supérieures à 3 pour C(3)—C(11), C(11)—O(12), C(11)—O(13), N(19)—C(20) et N(19)—C(22). Ces différences sont dues au fait que dans le composé étudié par Baenziger, Fox & Modak, les atomes O(12), O(13) et N(19) sont coordonnés aux atomes d'argent. Dans le cycle *A* et les trois groupements qui lui sont liés, les distances interatomiques sont aussi pratiquement identiques à leurs homologues respectives dans l'acide oxolinique (Cygler & Huber, 1985), l'acide aminooxolinique (Czugler, Argay, Franck, Mészáros, Kutschabsky & Reck, 1976) et l'acide nadilixique (Huber, Gowda & Acharya, 1980).

La dissymétrie observée dans le cycle *A*, entre les liaisons des contours N(1)—C(2)—C(3)—C(4) et N(1)—

C(8a)—C(4a)—C(4), traduit l'inégalité des interactions du doublet libre de N(1) et des électrons  $\pi$  de C(4)—O(14) avec les électrons  $\pi$  de C(2)—C(3) d'une part et ceux du cycle B d'autre part. Dans ce dernier, les distances C—C entre atomes voisins ont pour longueurs extrêmes 1,353 (3) et 1,411 (2) Å [moyenne: 1,393 (9) Å]. La longueur inhabituelle de la liaison carbonyle C(4)—O(14) [1,261 (2) Å] paraît en relation avec l'existence de la liaison hydrogène O(13)—H(13)...O(14). C(6)—F(15) [1,362 (2) Å] n'est pas significativement différente de la liaison C—F présente dans l'acide *o*-fluorobenzoïque (1,368 Å) (Wyckoff, 1969). Bien que légèrement courtes, les liaisons  $Csp^3$ — $Csp^3$  C(9)—C(10), C(17)—C(18) et C(20)—C(21) peuvent être considérées comme normales. Il en est de même des liaisons du groupement carboxylique.

Les distances N—C peuvent être classées en deux groupes. N(1)—C(9), N(16)—C(17), N(16)—C(21) et les trois liaisons issues de N(19) ont des longueurs comprises entre 1,453 (2) et 1,490 (2) Å. Ce sont des liaisons simples. N(1)—C(2), N(1)—C(8a) et N(16)—C(17) sont du même ordre que les liaisons N—C rencontrées dans la pyridine (1,3402 Å) (Bak, Hansen-Nygaard & Rastrup-Andersen, 1958). La longueur de N(16)—C(17) [1,388 (2) Å] indique la conjugaison du doublet non partagé de N(16) et des électrons  $\pi$  du cycle B.

Une liaison hydrogène N—H...O et quatre liaisons O—H...O participent à la cohésion de la structure. Leurs longueurs et leurs angles sont rapportés dans le Tableau 2.

## Références

- BAENZIGER, N. C., FOX, C. L. JR & MODAK, S. L. (1986). *Acta Cryst.* C42, 1505–1509.
- BAK, B., HANSEN-NYGAARD, L. & RASTRUP-ANDERSEN, J. (1958). *J. Mol. Spectrosc.* 2, 361–364.
- CYGLER, M. & HUBER, C. P. (1985). *Acta Cryst.* C41, 1052–1055.
- CZUGLER, M., ARGAY, G., FRANCK, J., MÉSZÁROS, Z., KUTSCHABSKY, L. & RECK, G. (1976). *Acta Cryst.* B32, 3124–3126.
- FRENZ, B. A. (1982). *Structure Determination Package*. College Station, Texas, USA, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- GOUEFFON, Y., MONTAY, G., ROQUET, F. & PESSON, M. (1981). *C. R. Acad. Sci. Paris Sér. III*, 292, 37–40.
- HUBER, C. P., GOWDA, D. S. S. & ACHARYA, K. R. (1980). *Acta Cryst.* B36, 497–499.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *BEST-PLANE PROGRAM*, 3<sup>e</sup> version (BP7C). Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- LUSS, H. R. & SMITH, D. L. (1980). *Acta Cryst.* B36, 986–989.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*. 3<sup>e</sup> édition, pp. 224 et 228. Cornell Univ. Press.
- ROCHARD, E., BOUQUET, S., BRIOT, P. & COURTOIS, P. (1986). *Lyon Pharm.* 37, 239–247.
- THEVENET, G. & RODIER, N. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1280–1283.
- WEI, C. H. (1986). *Acta Cryst.* C42, 1839–1842.
- WYCKOFF, R. W. G. (1969). *Crystal Structures*, Tome 6, partie 1, pp. 150–152. New York: Wiley-Interscience.

*Acta Cryst.* (1987). C43, 1748–1752

## Substituted Cyclopropanes. 7. *cis* and *trans* Isomers of 1,2-Cyclopropanedicarboxylic Acid\*

BY GERD SCHRUMPF

*Institut für Organische Chemie der Universität, Tammannstrasse 2, D-3400 Göttingen, Federal Republic of Germany*

AND PETER G. JONES

*Institut für Anorganische Chemie der Universität, Tammannstrasse 4, D-3400 Göttingen, Federal Republic of Germany*

(Received 11 February 1987; accepted 8 April 1987)

**Abstract.**  $C_5H_6O_4$ ,  $M_r = 130.10$ . *trans* isomer: monoclinic,  $C2/c$ ,  $a = 9.408$  (2),  $b = 4.9696$  (10),  $c = 12.578$  (2) Å,  $\beta = 98.93$  (2)°,  $V = 581.0$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,

$D_x = 1.49$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$  Å,  $\mu = 0.1$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 272$ ,  $T = 293$  K;  $R = 0.048$  for 544 unique observed reflections. *cis* isomer: monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 5.374$  (2),  $b = 11.115$  (2),  $c = 9.741$  (2) Å,  $\beta = 96.43$  (2)°,  $V = 578.2$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,

\* Part 6: Jones & Schrupf (1987c).