

**Bis(acétamido-3 propanesulfonate-1) de Calcium (N-Acétylhomotaurinate de Calcium)**

PAR P. TOFFOLI ET N. RODIER

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

R. CEOLIN

*Laboratoire de Chimie minérale, Faculté de Pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnelé, 37042 Tours CEDEX, France*

ET P. LADURE ET G. TRAN

*Recherche et Développement, Laboratoires MERAM SA, 4 Boulevard Maiesherbes, 75008 Paris, France*

(Reçu le 21 mars 1988, accepté le 7 avril 1988)

**Abstract.**  $\text{Ca}^{2+} \cdot 2\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NO}_4\text{S}^-$ ,  $M_r = 400.5$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 5.4584$  (9),  $b = 18.949$  (3),  $c = 8.550$  (2) Å,  $\beta = 105.49$  (2)°,  $V = 852.2$  (5) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.56$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.63$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 420$ ,  $T = 296$  (1) K,  $R = 0.025$  for 1309 independent observed reflections. The  $[\text{O}_3\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(\text{O})-\text{CH}_3]^-$  anions form layers parallel to the (010) face. Each layer contains two sheets linked together by N—H...O hydrogen bonds [2.909 (2) Å, 174 (2)°]. The  $\text{Ca}^{2+}$  cation is inserted between two layers of anions. It has as neighbors six O atoms which belong to six different anions and form a slightly distorted octahedron. The Ca—O distances are in the range 2.306 (1)–2.334 (2) Å. In the anion, the S—C—C chain has been found to be almost planar and assumes an antiperiplanar conformation. Its least-squares plane makes an angle of 74.66 (8)° with that of the amide group. Calcium *N*-acetylhomotaurinate is a GABA agonist which has been shown to be efficient in preventing relapse in weaned alcoholics.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique: 0,15 × 0,19 × 0,25 mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que  $5,41 \leq \theta \leq 13,93^\circ$ ,  $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,617$  Å<sup>-1</sup>,  $0 \leq h \leq 6$ ,  $0 \leq k \leq 23$ ,  $-10 \leq l \leq 10$ . Réflexions de contrôle des intensités:  $\bar{1}02$ , 251 et  $\bar{2}11$ ;  $\sigma(I)/I$  moyen (réflexions de contrôle): 0,0025. Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s(^\circ) = 1,00 + 0,35\text{tg}\theta$ . 1668 réflexions indépendantes mesurées, 359 réflexions inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Pas de corrections d'absorption. Programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Affinement basé sur les  $F$ , programme à matrice complète. H liés à C(5): série de Fourier des  $\Delta F$ , autres H: coordonnées calculées. Paramètres affinés:  $x, y, z$  de tous les atomes,  $\beta_{ij}$  de Ca, S, O, N et C et  $B$  des H.  $R = 0.025$ ,  $wR = 0,033$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 1,21$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,01$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,25$  (5) e Å<sup>-3</sup>. Facteurs de diffusion des

*International Tables for X-ray Crystallography* (1974) corrigées de  $f'$  et de  $f''$ . Programmes de calcul du système SDP (Frenz, 1982), ORFFE (Busing, Martin & Levy, 1964), BP7C (Ito & Sugawara, 1983). Fig. 2: ORTEPII (Johnson, 1976). Ordinateur DEC PDP11/44.

Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1, les distances et les angles dans le Tableau 2.\* La Fig. 1 indique les noms des atomes et la Fig. 2 montre l'environnement du cation.

**Littérature associée.** Structure cristalline du méthane-sulfonate de calcium  $\text{Ca}^{2+} \cdot 2\text{CH}_3\text{SO}_3^-$  (Charbonnier, Faure & Loiseleur, 1977). Structure cristalline de la forme stable de la  $\beta$ -ciliatine (acide amino-2 éthylphosphonique) (Okaya, 1966). Structure de la *N*-

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances interioniques, des distances des atomes aux plans moyens et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44949: 13 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. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type

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

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}$ (Å <sup>2</sup> )
Ca	1	0	1	1,369 (9)
S	0,39739 (8)	0,09446 (2)	0,80181 (5)	1,643 (8)
O(1)	0,6383 (3)	0,06587 (8)	0,8934 (2)	2,78 (3)
O(2)	0,1849 (3)	0,04979 (8)	0,8092 (2)	2,75 (3)
O(3)	0,3633 (3)	0,16660 (8)	0,8436 (2)	3,18 (3)
O(4)	0,1811 (3)	0,08877 (8)	0,1779 (2)	2,93 (3)
N	0,4056 (3)	0,18236 (9)	0,2956 (2)	2,20 (3)
C(1)	0,4016 (4)	0,0942 (1)	0,5957 (2)	2,38 (4)
C(2)	0,6217 (4)	0,1365 (1)	0,5689 (2)	2,74 (4)
C(3)	0,6200 (4)	0,1419 (1)	0,3913 (3)	2,52 (4)
C(4)	0,2038 (4)	0,1534 (1)	0,1929 (2)	2,07 (4)
C(5)	0,0085 (5)	0,2029 (1)	0,0965 (3)	3,13 (5)

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

Ca—O(1)	2,308 (1)	O(4)—C(4)	1,234 (2)
Ca—O(2)	2,334 (2)	N—C(3)	1,454 (2)
Ca—O(4 <sup>ii</sup> )	2,306 (1)	N—C(4)	1,330 (2)
S—O(1)	1,444 (1)	C(1)—C(2)	1,512 (3)
S—O(2)	1,451 (2)	C(2)—C(3)	1,520 (3)
S—O(3)	1,438 (2)	C(4)—C(5)	1,492 (3)
S—C(1)	1,769 (2)		
O(1)—Ca—O(2)	89,38 (5)	O(3)—S—C(1)	106,7 (1)
O(1)—Ca—O(4 <sup>ii</sup> )	92,11 (5)	C(3)—N—C(4)	123,6 (2)
O(2)—Ca—O(4 <sup>ii</sup> )	88,68 (6)	S—C(1)—C(2)	111,9 (1)
O(1)—S—O(2)	112,35 (9)	C(1)—C(2)—C(3)	113,2 (2)
O(1)—S—O(3)	112,43 (9)	N—C(3)—C(2)	112,8 (2)
O(1)—S—C(1)	106,7 (1)	O(4)—C(4)—N	121,4 (2)
O(2)—S—O(3)	112,7 (1)	O(4)—C(4)—C(5)	121,9 (2)
O(2)—S—C(1)	105,40 (9)	N—C(4)—C(5)	116,7 (2)

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

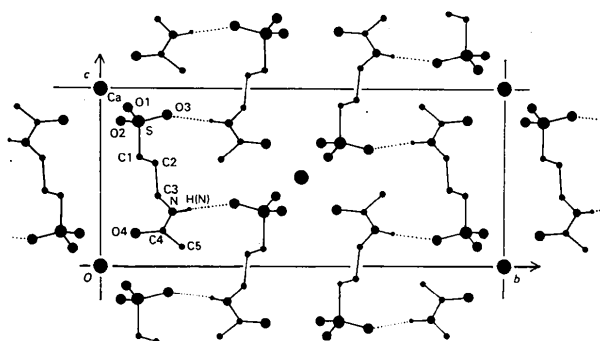


Fig. 1. Dessin de la structure vue selon [100] et noms des atomes. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

(hydroxy-2 éthyl)taurine (Galešić, Herceg & Matković, 1981). Etude cristallographique et vibrationnelle de la glycyllaurine (Garrigou-Lagrange, Jensen & Cotrait, 1977). Etude clinique du bis(acétamido-3 propanesulfonate-1) de calcium (Lhuintre, Moore, Saligaut, Boismare, Daoust, Chrétien, Tran & Hillemand, 1985).

Acta Cryst. (1988). C44, 1494–1495

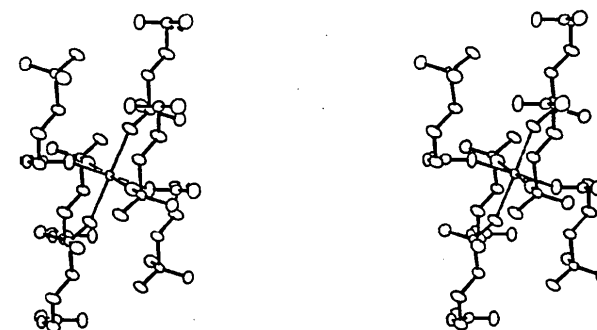
## Structure of 1,4-Difluoro-1,1,4,4-tetranitro-2,3-butanediyl Diacetate

BY JUDITH L. FLIPPEN-ANDERSON, CLIFFORD GEORGE AND RICHARD GILARDI

Laboratory for the Structure of Matter, Naval Research Laboratory, Washington, DC 20375, USA

(Received 17 December 1987; accepted 15 March 1988)

**Abstract.**  $C_8H_8F_2N_4O_{12}$ ,  $M_r = 390.17$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 6.069$  (1),  $b = 12.117$  (2),  $c = 10.175$  (1) Å,  $\beta = 93.98$  (1)°,  $V = 746.5$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.736$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.54178$  Å,  $\mu =$

Fig. 2. Vue stéréoscopique de l'environnement de l'ion Ca<sup>2+</sup>.

### Références

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- CHARBONNIER, F., FAURE, R. & LOISELEUR, H. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1478–1481.
- FRENZ, B. A. (1982). *Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates Inc., College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- GALEŠIĆ, N., HERCEG, M. & MATKOVIĆ, B. (1981). *Acta Cryst.* B37, 265–267.
- GARRIGOU-LAGRANGE, C., JENSEN, H. & COTRAIT, M. (1977). *J. Mol. Struct.* 36, 275–287.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *Best-Plane Program*, 3<sup>e</sup> version (BP7C). The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- LHUINTRE, J. P., MOORE, N., SALIGAUT, C., BOISMARE, F., DAoust, M., CHRÉTIEN, P., TRAN, G. & HILLEMAND, B. (1985). *Lancet*, pp. 1014–1016.
- 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.
- OKAYA, Y. (1966). *Acta Cryst.* 20, 712–715.