

Fig. 2. Projection of the structure along the  $c$  axis.

connected *via* hydrogen bonds involving the hydroxyl group, chloride ions and water molecule as follows:  $O(29)-H(x, y, z) \cdots O(51)(x, 1+y, z) = 2.651$  (6) Å;  $O(51)-H(x, y, z) \cdots Cl(50)(2-x, -y, 1-z) = 3.115$  (5) Å; and  $O(51)-H(x, y, z) \cdots Cl(50)(x, y, -1+z) = 3.151$  (5) Å (hydrogen atoms have not been found in the difference Fourier maps). The remaining

intermolecular contacts are in the range of van der Waals interactions.

#### References

- COURSELLE, C., Busetta, B. & Hospital, M. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2628–2631.  
 COURSELLE, C., Busetta, B. & Hospital, M. (1982). *Cryst. Struct. Commun.* 11, 889–892, 893–896, 897–900.  
 COURSELLE, C., Busetta, B. & Precigoux, G. (1981). *Acta Cryst.* B37, 1760–1762.  
 CROMER, D. T. & Waber, J. T. (1974). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)  
 DALTON, L. K., Demerac, S., Elmes, B. C., Loder, J. W., Swan, J. M. & Teitel, T. (1967). *Aust. J. Chem.* 20, 2715–2727.  
 GARLICH, J. R., Kaiser, E. M. & Schlemper, E. O. (1984). *Acta Cryst.* C40, 1871–1873.  
 JAIN, S. C., Bhandary, K. K. & Sobell, H. M. (1979). *J. Mol. Biol.* 135, 813–840.  
 LE PECQ, J. B., Dat-Xuong, N., Gosse, C. & Paoletti, C. (1974). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, 71, 5078–5082.  
 LE PECQ, J. B., Gosse, C., Dat-Xuong, N. & Paoletti, C. (1975). *CR Acad. Sci. Sér. D*, 281, 1365.  
 PAOLETTI, C., Cros, S., Dat-Xuong, N., Lecoite, P. & Moisan, A. (1979). *Chem. Biol. Interactions*, 25, 45–58.  
 SALAHOU, A., Courseille, C. & Tsai, C. C. (1988). *Acta Cryst.* C44, 2123–2126.

*Acta Cryst.* (1988). C44, 2128–2131

## Composé Moléculaire Acide L-Malique–L-Citrulline (1/1)

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. CÉOLIN

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

ET F. LEPAGE ET J. ASTOIN

Centre de Recherche des Laboratoires Biocodex, 22 Rue Jean Bouton, 75012 Paris, France

(Reçu le 1 mars 1988, accepté le 4 juillet 1988)

**Abstract.**  $C_4H_6O_5 \cdot C_6H_{13}N_3O_3$ ,  $M_r = 309.3$ , monoclinic,  $P2_1$ ,  $a = 8.934$  (3),  $b = 5.368$  (1),  $c = 14.377$  (4) Å,  $\beta = 91.96$  (3)°,  $V = 689.1$  (6) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.490$  Mg m<sup>-3</sup>,  $Mo K\alpha$ ,  $\lambda = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.12$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 328$ ,  $T = 294$  (1) K,  $R = 0.039$  for 1169 independent reflections. The L-citrulline molecule is zwitterionic. Its geometry does not show very significant deviations from that of the same molecule in L-citrulline or L-citrulline dihydrate. The carbon chain of the L-malic acid molecule is planar and displays an antiperiplanar conformation. Bond lengths and angles agree with published values for the  $\beta$

modification of (DL)-malic acid. The structure is constituted of layers of L-citrulline molecules which alternate with layers of L-malic acid molecules. These layers spread out along the  $z = 0$  and  $z = \frac{1}{2}$  planes, respectively. Numerous N–H $\cdots$ O and O–H $\cdots$ O hydrogen bonds link the molecules together.

**Introduction.** L'exploration, par analyse thermique, du système acide L(–)-malique–L(+)-citrulline (Céolin, Toffoli, Khodadad, Lepage & Astoin, 1986), a permis d'envisager l'existence d'un composé péritectique de stoechiométrie 1:1. L'étude structurale de ce composé a

été entreprise dans le but d'établir son identité et d'éliminer ainsi toute erreur dans l'interprétation des courbes d'analyse thermique différentielle servant à construire le diagramme de phases. En effet, la formation de racémates au cours de l'échauffement ne peut être exclue *a priori*.

**Partie expérimentale.** Des cristaux ont été obtenus en déplaçant, par refroidissement très lent (de 310 à 298 K en deux mois), l'équilibre diphasé constitué par le composé étudié et le liquide, riche en acide L(-)-malique, issu de sa péritexie.

Cristal lamellaire:  $0,25 \times 0,25 \times 0,08$  mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que  $5,93 \leq \theta \leq 12,04^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,639 \text{ \AA}^{-1}$ .  $0 \leq h \leq 11$ ;  $0 \leq k \leq 6$ ;  $-18 \leq l \leq 18$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $2\bar{1}1$ ,  $005$  et  $2\bar{1}\bar{1}$ .  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle):  $0,0028$ . 1668 réflexions indépendantes mesurées, 499 réflexions inobservées [ $I < 2\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et calcul de la densité électronique. Affinement sur  $F$ , programme à matrice complète. H liés à O et à N: série de Fourier des  $\Delta F$ ; autres H: coordonnées calculées. Paramètres affinés:  $x$ ,  $y$ ,  $z$  de tous les atomes,  $\beta_{ij}$  de C, N et O.  $B$  des H non affinés et pris égal à  $B_{\text{eq}}$  de l'atome porteur augmenté de  $1 \text{ \AA}^2$ . Correction d'extinction secondaire:  $g = 6(3) \times 10^{-7}$ .  $wR = 0,041$ ,  $S = 1,33$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,01$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,25(5) \text{ e \AA}^{-3}$ . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Angles des plans moyens: *BEST-PLANE PROGRAM* (Ito & Sugawara, 1983). Fig. 2: *ORTEPII* (Johnson, 1976).

**Discussion.** Les coordonnées atomiques et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2.\* Les numéros attribués aux atomes des deux molécules sont indiqués sur la Fig. 1.

Les molécules de L-citrulline et d'acide L-malique sont neutres. Toutefois, la molécule d'acide aminé est sous la forme zwitterion par suite du transfert du proton carboxylique à l'atome d'azote N(1). Sa géométrie est très voisine de celle de la même molécule dans la L-citrulline anhydre (Toffoli, Khodadad, Rodier & Astoin, 1987) et dans la L-citrulline dihydrate (Toffoli,

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

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

|       | $x$         | $y$             | $z$         | $B_{\text{eq}} (\text{\AA}^2)$ |
|-------|-------------|-----------------|-------------|--------------------------------|
| O(1)  | -0,0401 (2) | $\frac{1}{2}$ * | -0,2276 (2) | 2,53 (5)                       |
| O(2)  | 0,0514 (3)  | 0,1573 (5)      | -0,1583 (2) | 2,89 (5)                       |
| O(3)  | 0,5089 (2)  | 0,5201 (6)      | 0,2013 (2)  | 2,59 (5)                       |
| N(1)  | 0,2163 (3)  | 0,7420 (6)      | -0,2185 (2) | 2,14 (6)                       |
| N(2)  | 0,2725 (3)  | 0,5938 (7)      | 0,1461 (2)  | 2,48 (6)                       |
| N(3)  | 0,3172 (3)  | 0,2980 (7)      | 0,2564 (2)  | 3,04 (7)                       |
| C(1)  | 0,0585 (3)  | 0,3791 (7)      | -0,1842 (2) | 1,94 (7)                       |
| C(2)  | 0,2026 (4)  | 0,5175 (7)      | -0,1571 (2) | 2,16 (7)                       |
| C(3)  | 0,1929 (4)  | 0,5990 (9)      | -0,0548 (2) | 2,82 (8)                       |
| C(4)  | 0,3326 (4)  | 0,7198 (8)      | -0,0133 (3) | 3,10 (8)                       |
| C(5)  | 0,3129 (4)  | 0,7974 (8)      | 0,0864 (2)  | 2,55 (7)                       |
| C(6)  | 0,3707 (4)  | 0,4719 (7)      | 0,2007 (2)  | 1,95 (6)                       |
| O(11) | 0,9726 (3)  | 0,0561 (6)      | 0,6097 (2)  | 4,09 (6)                       |
| O(12) | 0,7976 (3)  | 0,3357 (6)      | 0,6350 (2)  | 3,11 (5)                       |
| O(13) | 0,6119 (3)  | -0,3849 (6)     | 0,3723 (2)  | 3,73 (6)                       |
| O(14) | 0,5704 (3)  | 0,0158 (6)      | 0,3473 (2)  | 3,76 (6)                       |
| O(15) | 0,8869 (3)  | 0,1234 (7)      | 0,4185 (2)  | 3,92 (6)                       |
| C(11) | 0,8628 (4)  | 0,1694 (7)      | 0,5845 (2)  | 2,40 (7)                       |
| C(12) | 0,7834 (4)  | 0,1317 (8)      | 0,4899 (2)  | 2,50 (7)                       |
| C(13) | 0,6988 (4)  | -0,1105 (8)     | 0,4884 (2)  | 2,57 (8)                       |
| C(14) | 0,6197 (4)  | -0,1501 (8)     | 0,3952 (2)  | 2,34 (7)                       |

\* Fixé arbitrairement.

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

|                   |           |                                     |            |
|-------------------|-----------|-------------------------------------|------------|
| C(1)-C(2)         | 1,526 (5) | C(12)-C(13)                         | 1,503 (6)  |
| C(1)-O(1)         | 1,245 (4) | C(12)-O(15)                         | 1,406 (4)  |
| C(1)-O(2)         | 1,250 (5) | C(13)-C(14)                         | 1,508 (5)  |
| C(2)-C(3)         | 1,540 (5) | C(14)-O(13)                         | 1,304 (5)  |
| C(2)-N(1)         | 1,501 (5) | C(14)-O(14)                         | 1,200 (5)  |
| C(3)-C(4)         | 1,511 (5) | N(1)-O(14 <sup>a</sup> )            | 2,963 (4)* |
| C(4)-C(5)         | 1,510 (5) | N(1)-O(15 <sup>a</sup> )            | 3,058 (4)* |
| C(5)-N(2)         | 1,443 (5) | N(1)-O(3 <sup>b</sup> )             | 2,877 (4)* |
| C(6)-N(2)         | 1,330 (4) | N(1)-O(2 <sup>III</sup> )           | 2,824 (4)* |
| C(6)-N(3)         | 1,329 (5) | N(2)-O(2 <sup>III</sup> )           | 2,925 (4)* |
| C(6)-O(3)         | 1,261 (4) | N(3)-O(1 <sup>b</sup> )             | 2,964 (4)* |
| C(11)-C(12)       | 1,525 (5) | N(3)-O(14)                          | 2,986 (4)* |
| C(11)-O(11)       | 1,201 (4) | O(12)-O(1 <sup>a</sup> )            | 2,567 (3)* |
| C(11)-O(12)       | 1,301 (5) | O(13)-O(3 <sup>b</sup> )            | 2,645 (3)* |
| C(2)-C(1)-O(1)    | 116,8 (3) | C(11)-C(12)-C(13)                   | 110,3 (3)  |
| C(2)-C(1)-O(2)    | 116,0 (3) | C(11)-C(12)-O(15)                   | 110,9 (3)  |
| O(1)-C(1)-O(2)    | 127,1 (3) | C(13)-C(12)-O(15)                   | 107,7 (3)  |
| C(1)-C(2)-C(3)    | 107,9 (3) | C(12)-C(13)-C(14)                   | 110,8 (3)  |
| C(1)-C(2)-N(1)    | 109,0 (3) | C(13)-C(14)-O(13)                   | 112,3 (3)  |
| C(3)-C(2)-N(1)    | 110,0 (3) | C(13)-C(14)-O(14)                   | 123,8 (4)  |
| C(2)-C(3)-C(4)    | 115,2 (3) | O(13)-C(14)-O(14)                   | 123,8 (3)  |
| C(3)-C(4)-C(5)    | 111,8 (3) | N(1)-H(N1)...O(14 <sup>a</sup> )    | 111 (2)*   |
| C(4)-C(5)-N(2)    | 113,3 (3) | N(1)-H(N1)...O(15 <sup>a</sup> )    | 165 (3)*   |
| C(5)-N(2)-C(6)    | 123,4 (3) | N(1)-H'(N1)...O(3 <sup>b</sup> )    | 166 (4)*   |
| N(2)-C(6)-O(3)    | 121,9 (3) | N(1)-H''(N1)...O(2 <sup>III</sup> ) | 176 (3)*   |
| N(2)-C(6)-N(3)    | 117,3 (3) | N(2)-H(N2)...O(2 <sup>III</sup> )   | 162 (4)*   |
| N(3)-C(6)-O(3)    | 120,8 (3) | N(3)-H(N3)...O(1 <sup>b</sup> )     | 147 (4)*   |
| C(12)-C(11)-O(11) | 123,6 (3) | N(3)-H'(N3)...O(14)                 | 163 (4)*   |
| C(12)-C(11)-O(12) | 112,7 (3) | O(12)-H(O12)...O(1 <sup>a</sup> )   | 161 (4)*   |
| O(11)-C(11)-O(12) | 123,8 (3) | O(13)-H(O13)...O(3 <sup>b</sup> )   | 164 (5)*   |

Code de symétrie: (i)  $1-x, \frac{1}{2}+y, -z$ ; (ii)  $x, 1+y, z$ ; (iii)  $-x, \frac{1}{2}+y, -z$ ; (iv)  $-x, -\frac{1}{2}+y, -z$ ; (v)  $1+x, y, 1+z$ ; (vi)  $x, -1+y, z$ .

\* Liaison hydrogène.

Rodier & Astoin, 1986). Ainsi, dans ces trois composés, les différences entre les distances interatomiques homologues sont de l'ordre des incertitudes. Il en est de

\* 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 angles de torsion, des distances intermoléculaires et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 51209: 14 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.

même, à quelques exceptions près, pour les angles des liaisons. Les sommes des angles valenciel de sommet C(1) d'une part et de sommet C(6) d'autre part sont égales à  $360^\circ$  aux incertitudes près. Les groupements carboxyliques et uréido sont donc plans. La chaîne C(2)—C(3)—C(4)—C(5)—N(2) qui unit ces deux groupements peut aussi, dans une approximation très grossière, être considérée comme plane puisque les distances à son plan moyen des atomes qui la constituent ne dépassent pas 0,288 (4) Å. Les valeurs des angles dièdres formés par les plans moyens  $P(I)$  du groupement carboxylique,  $P(II)$  de la chaîne aliphatique et  $P(III)$  du groupement uréido ont les valeurs suivantes:  $P(I)P(II)$ , 59,5 (1),  $P(I)P(III)$  29,3 (2) et  $P(II)P(III)$  56,3 (2) $^\circ$ . Dans la L-citrulline, les mêmes angles mesurent respectivement 48,7 (1), 30,4 (1) et 52,3 (1) $^\circ$ .

La chaîne carbonée de la molécule d'acide L-malique est parfaitement plane ( $\chi^2 = 0$ ) et présente une conformation antipériplanaire. Cette conformation a déjà été fréquemment observée. On la trouve, par exemple, dans les deux variétés d'acide (DL)-malique (Van Look, Van Havere & Lenstra, 1981; Van der Sluis & Kroon, 1985), dans les hydrogénomalates d'ammonium (Versichel, Van de Miérop & Lenstra, 1978), de calcium (Lenstra & Van Havere, 1980) et dans le malate de manganèse(II) trihydrate (Van Havere, Lenstra & Geise, 1980). Toutefois, des conformations synclinales, au sens de Klyne & Prelog (1960), existent dans plusieurs malates. Dans ce cas, la valeur absolue de l'angle de torsion de la liaison médiane de la chaîne carbonée appartient généralement à l'intervalle  $63\text{--}70^\circ$ . Il en est ainsi, en particulier, pour l'hydrogénomalate de lithium (Van Havere & Lenstra, 1980) et pour les malates de cobalt, de zinc, de manganèse et de calcium (Van Havere, Lenstra & Geise, 1980).

Les angles de torsion O(11)—C(11)—C(12)—C(13) [ $73,6(5)^\circ$ ] et C(12)—C(13)—C(14)—O(13) [ $147,2(3)^\circ$ ] indiquent les positions relatives des groupements carboxyliques par rapport au plan  $P(IV)$  de la chaîne carbonée. De même, les angles de torsion C(14)—C(13)—C(12)—O(15) [ $-58,8(4)^\circ$ ] et O(11)—C(11)—C(12)—O(15) [ $-45,6(5)^\circ$ ] précisent la position de O(15) (fonction alcool), le premier par rapport à

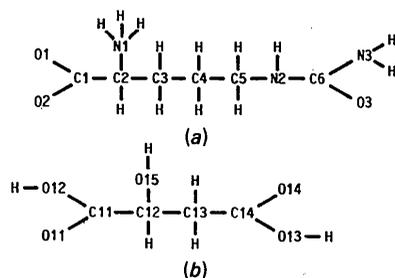


Fig. 1. Numéros attribués aux atomes des molécules (a) de L-citrulline et (b) d'acide L-malique.

$P(IV)$ , le second par rapport au groupement carboxylique édifié autour de C(11).

Les longueurs et les angles des liaisons de la molécule d'acide sont voisins des longueurs et des angles qui leur correspondent respectivement dans la forme  $\beta$  de l'acide (DL)-malique. En effet, le rapport  $r = \Delta p / [\sigma^2(1) + \sigma^2(2)]^{1/2}$  dans lequel  $\sigma(1)$  et  $\sigma(2)$  désignent les écarts-type sur les deux grandeurs homologues et  $\Delta p$  la valeur absolue de leur différence, est au plus égal à 3,8 dans le cas des distances interatomiques. Il est supérieur à 4 pour trois couples d'angles valenciel. Sa valeur maximale (10,8) s'observe pour C(13)—C(12)—O(15) lequel mesure 107,3 (2) $^\circ$  dans le composé étudié et 111,6 (2) $^\circ$  dans l'acide (DL)-malique. La participation de O(15) à une liaison hydrogène paraît en relation avec cette différence.

La Fig. 2 montre que la structure est formée de couches de molécules de L-citrulline alternant avec des couches de molécules d'acide L-malique. Toutes ces couches sont parallèles à la face (001). Les premières se développent le long des plans  $z = 0$ , les secondes le long des plans  $z = \frac{1}{2}$ . De nombreuses liaisons hydrogène N—H...O et O—H...O participent à la cohésion de la structure. Elles ont été représentées sur la Fig. 2. Leurs longueurs et leurs angles sont rapportés dans le Tableau 2.

Les produits obtenus à partir de deux acides aminés ou à partir d'un acide aminé et d'un acide-alcool sont, tantôt des composés moléculaires, tantôt des composés ionisés. Dans la première catégorie, on peut citer, outre le composé décrit dans le présent mémoire, le L-histidine-acide L-aspartique monohydrate (Bhat & Vijayan, 1978), le L-sérine-acide L-ascorbique (Sudhakar, Bhat & Vijayan, 1980) et l'acide L-glutamique-acide L-pyroglytamique (Taira & Watson, 1977). La deuxième catégorie paraît la plus nombreuse. On y trouve, par exemple, le L-aspartate de L-lysine (Bhat &

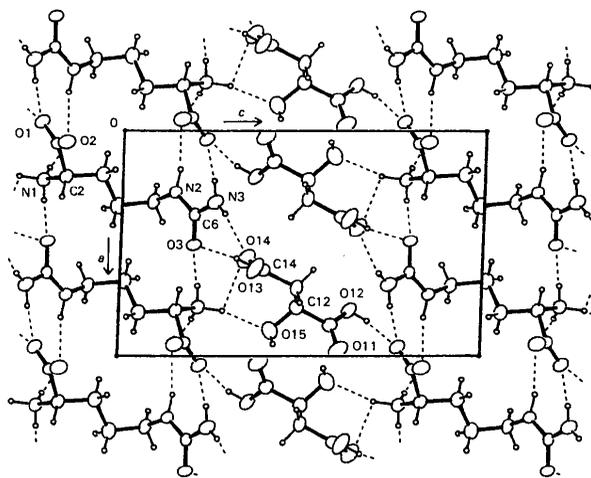


Fig. 2. Vue de la structure selon [010]. Les traits discontinus représentent les liaisons hydrogène.

Vijayan, 1976), le L-glutamate de L-arginine (Bhat & Vijayan, 1977), le L-ascorbate de L-arginine (Sudhakar & Vijayan, 1980), le L-aspartate de L-arginine (Salunke & Vijayan, 1982), le D-aspartate de L-arginine et le D-glutamate de L-arginine trihydrate (Suresh, Ramaswamy & Vijayan, 1986). A notre connaissance, la littérature n'indique pas de règles qui permettent de prévoir avec certitude, à partir des deux entités chimiques utilisées, la nature moléculaire ou ionique du composé qu'elles sont susceptibles d'engendrer.

#### Références

- BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 891–895.  
 BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1754–1759.  
 BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2556–2565.  
 CÉOLIN, R., TOFFOLI, P., KHODADAD, P., LEPAGE, F. & ASTOIN, J. (1986). XXII<sup>e</sup> Rencontres Internationales de Chimie Thérapeutique, Clermont-Ferrand, France.  
 FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.  
*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). Institut de Recherches en Physique et en Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, **XVI**, 521–528.  
 LENSTRA, A. T. H. & VAN HAVERE, W. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 156–158.  
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *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.  
 SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1328–1330.  
 SUDHAKAR, V., BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 125–128.  
 SUDHAKAR, V. & VIJAYAN, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 120–125.  
 SURESH, C. G., RAMASWAMY, J. & VIJAYAN, M. (1986). *Acta Cryst.* **B42**, 473–478.  
 TAIRA, Z. & WATSON, W. H. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3823–3827.  
 TOFFOLI, P., KHODADAD, P., RODIER, N. & ASTOIN, J. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 945–947.  
 TOFFOLI, P., RODIER, N. & ASTOIN, J. (1986). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **1**, 119–123.  
 VAN DER SLUIS, P. & KROON, J. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 956–959.  
 VAN HAVERE, W. & LENSTRA, A. T. H. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1483–1486.  
 VAN HAVERE, W., LENSTRA, A. T. H. & GEISE, H. J. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3117–3120.  
 VAN LOOCK, J. F. J., VAN HAVERE, W. & LENSTRA, A. T. H. (1981). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **90**, 161–166.  
 VERSICHEL, W., VAN DE MIÉROOP, W. & LENSTRA, A. T. H. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2643–2645.

*Acta Cryst.* (1988). **C44**, 2131–2133

## Dihydro-1,2 Hydroxy-1 (Pyrazinyl-2)-1 1H-Isoindolone-3

PAR N. RODIER

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

C. MARTIN ET M. MIOCQUE

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

ET Y. METTEY ET J.-M. VIERFOND

Laboratoire de Chimie Organique, UFR de Médecine et de Pharmacie, 34 Rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

(Reçu le 5 mai 1988; accepté le 4 juillet 1988)

**Abstract.**  $C_{12}H_9N_3O_2$ ,  $M_r = 227.2$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 11.266$  (4),  $b = 11.887$  (3),  $c = 8.425$  (2) Å,  $\beta = 106.11$  (3)°,  $V = 1084$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.392$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.092$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 472$ ,  $T = 294$  (1) K,  $R = 0.035$  for 875 independent reflections. The bond lengths and

angles agree with corresponding values in similar compounds. The nine-membered isoindole ring shows significant deviations from planarity. Its least-squares plane makes an angle of 80.8 (1)° with that of the pyrazinyl ring. The molecules form layers which spread out along the (10 $\bar{1}$ ) planes. O—H...N hydrogen bonds