

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^e 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^e version (BP7C). Institut de Recherches en Physique et en Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. 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). *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.
 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) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.392$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 0.092$ mm⁻¹, $F(000) = 472$, $T = 294$ (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

link together molecules belonging to the same layer whereas N—H...O hydrogen bonds join molecules of two neighbouring layers.

Introduction. La dihydro-1,2 hydroxy-1 (pyrazinyl-2)-1 1H-isoindolone-3 a été préparée par oxydation et par hydratation du (pyrazinyl-2 méthyl)-2 benzonitrile. Ce composé était inattendu en raison des conditions opératoires utilisées. Les spectres de masse et de RMN de ^1H et de ^{13}C n'ont pas permis de déterminer sans ambiguïté sa structure moléculaire. L'étude cristallographique a donc eu pour objectif de résoudre ce problème. Des cristaux ont été obtenus par évaporation lente d'une solution éthanolique.

Partie expérimentale. Cristal prismatique: $0,12 \times 0,18 \times 0,34$ mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que $5,51 \leq \theta \leq 14,17^\circ$. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. $0,049 \leq (\sin\theta)\lambda \leq 0,550 \text{ \AA}^{-1}$; $-12 \leq h \leq 11$, $0 \leq k \leq 13$, $0 \leq l \leq 9$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $\bar{3}30$, $\bar{4}02$ et $40\bar{2}$. $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle): 0,0030. 1508 réflexions indépendantes mesurées, 633 réflexions inobservées [$I \leq 2\sigma(I)$]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Affinement sur F , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: x, y, z de tous les atomes, β_{ij} de C, N et O. B des H non affinés. $B(\text{H}) = B_{\text{eq}}$ de l'atome porteur + 1 \AA^2 . $R = 0,035$, $wR = 0,037$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,12$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,01$, $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,14 (4) \text{ e \AA}^{-3}$. Coefficient d'extinction secondaire isotrope: $g = 9(1) \times 10^{-7}$. Programmes de calcul du système SDP (Frenz, 1982). Angles de torsion: programme ORFFE (Busing, Martin & Levy, 1964). Angles des plans moyens: programme BP7C (Ito & Sugawara, 1983). Fig. 1: programme ORTEPII (Johnson, 1976).

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives 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 de la molécule et les lettres utilisées pour désigner les cycles sont indiqués sur la Fig. 1.

La distance maximale des atomes constituant le cycle A au plan moyen correspondant $P(A)$ est de

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances des atomes aux plans moyens, des angles de torsion et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 51205: 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	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
C(1)	0,2753 (3)	0,3249 (3)	0,9788 (3)	2,95 (7)
N(2)	0,3815 (2)	0,3997 (2)	1,0108 (3)	3,12 (6)
C(3)	0,4221 (2)	0,4340 (3)	1,1694 (3)	2,91 (7)
C(3a)	0,3506 (2)	0,3720 (2)	1,2614 (3)	2,63 (6)
C(4)	0,3626 (3)	0,3684 (3)	1,4297 (3)	3,33 (7)
C(5)	0,2882 (3)	0,2953 (3)	1,4849 (3)	3,79 (8)
C(6)	0,2045 (3)	0,2265 (3)	1,3757 (4)	3,99 (8)
C(7)	0,1908 (3)	0,2310 (3)	1,2068 (4)	3,64 (8)
C(7a)	0,2659 (2)	0,3050 (2)	1,1528 (3)	2,80 (7)
C(8)	0,1610 (2)	0,3827 (3)	0,8702 (3)	2,90 (7)
N(9)	0,1433 (2)	0,4878 (2)	0,9115 (3)	4,30 (7)
C(10)	0,0429 (3)	0,5387 (3)	0,8205 (4)	4,85 (9)
C(11)	-0,0386 (3)	0,4862 (3)	0,6909 (4)	4,40 (8)
N(12)	-0,0225 (2)	0,3818 (2)	0,6485 (3)	3,91 (6)
C(13)	0,0788 (3)	0,3295 (3)	0,7399 (3)	3,27 (7)
O(14)	0,2937 (2)	0,2266 (2)	0,8969 (2)	3,59 (5)
O(15)	0,5059 (2)	0,5024 (2)	1,2243 (3)	3,87 (5)

Tableau 2. Principales distances interatomiques (Å), angles valencielles ($^\circ$) et écarts-type

C(1)—N(2)	1,455 (4)	C(5)—C(6)	1,386 (4)
C(1)—C(7a)	1,518 (4)	C(6)—C(7)	1,389 (4)
C(1)—C(8)	1,521 (4)	C(7)—C(7a)	1,383 (4)
C(1)—O(14)	1,401 (4)	C(8)—N(9)	1,327 (4)
N(2)—C(3)	1,349 (3)	C(8)—C(13)	1,377 (4)
C(3)—C(3a)	1,463 (4)	N(9)—C(10)	1,324 (4)
C(3)—O(15)	1,235 (3)	C(10)—C(11)	1,367 (4)
C(3a)—C(4)	1,387 (4)	C(11)—N(12)	1,317 (4)
C(3a)—C(7a)	1,378 (4)	N(12)—C(13)	1,339 (3)
C(4)—C(5)	1,374 (5)		
N(2)—C(1)—C(7a)	101,0 (2)	C(4)—C(5)—C(6)	121,0 (3)
N(2)—C(1)—C(8)	110,6 (2)	C(5)—C(6)—C(7)	121,2 (3)
N(2)—C(1)—O(14)	112,0 (2)	C(6)—C(7)—C(7a)	117,2 (3)
C(7a)—C(1)—C(8)	112,1 (3)	C(1)—C(7a)—C(3a)	109,3 (3)
C(7a)—C(1)—O(14)	113,9 (2)	C(1)—C(7a)—C(7)	129,1 (2)
C(8)—C(1)—O(14)	107,3 (2)	C(3a)—C(7a)—C(7)	121,5 (3)
C(1)—N(2)—C(3)	113,8 (2)	C(1)—C(8)—N(9)	115,5 (2)
N(2)—C(3)—C(3a)	106,8 (2)	C(1)—C(8)—C(13)	122,8 (3)
N(2)—C(3)—O(15)	125,7 (3)	N(9)—C(8)—C(13)	121,6 (2)
C(3a)—C(3)—O(15)	127,5 (3)	C(8)—N(9)—C(10)	116,4 (2)
C(3)—C(3a)—C(4)	130,2 (2)	N(9)—C(10)—C(11)	122,0 (3)
C(3)—C(3a)—C(7a)	108,7 (2)	C(10)—C(11)—N(12)	122,3 (3)
C(4)—C(3a)—C(7a)	121,0 (3)	C(11)—N(12)—C(13)	116,2 (2)
C(3a)—C(4)—C(5)	118,0 (3)	C(8)—C(13)—N(12)	121,5 (3)

0,009 (3) Å. Cette même distance vaut 0,040 (2) Å dans le cas du cycle B et 0,002 (3) Å dans le cas du cycle C. La planéité de B n'est donc qu'approximative. Dans ce dernier, les valeurs extrêmes des angles de torsion endocycliques sont de $-7,3 (3)^\circ$ et de $6,2 (3)^\circ$. Les plans $P(A)$ et $P(B)$ font entre eux un angle de $4,9 (1)^\circ$. Il en résulte que le groupement dihydroisoindole n'est pas plan ($\chi^2 = 2433$). O(15) est à 0,009 (2) Å de son plan moyen $P(AB)$, tandis que C(8) et O(14) en sont distants, le premier de 1,348 (3) Å, le second de 0,997 (2) Å. L'angle dièdre $P(AB)P(C)$ mesure $80,8(1)^\circ$. Les angles de torsion C(7)—C(7a)—C(1)—C(8), $70,0 (4)^\circ$, et N(2)—C(1)—C(8)—N(9), $-44,7 (4)^\circ$, indiquent la position relative du noyau pyrazine par rapport au reste de la molécule et l'angle

de torsion C(7)–C(7a)–C(1)–O(14), $-52,1(4)^\circ$, celle de la fonction alcool.

Dans le cycle A, les distances C–C entre deux atomes voisins vont de 1,374 (5) à 1,389 (4) Å et les angles valencielles endocycliques de 117,2 (3) à 121,5 (3)°. Ces derniers traduisent l'allongement du cycle A dans la direction C(4)–C(7). Parmi les quatre liaisons issues du centre d'asymétrie C(1), seule C(1)–O(14) [1,401 (4) Å] paraît légèrement courte par rapport aux longueurs citées dans la littérature pour les liaisons 'simples' de même nature. Les longueurs de N(2)–C(3) [1,349 (3)] et de C(3)–C(3a) [1,463 (4) Å] expriment la conjugaison, au moins partielle, des électrons π de C(3)–O(15) avec le doublet non partagé de N(2) d'une part et les électrons π du cycle A d'autre part. Dans le cycle C, les distances C–N sont comprises entre 1,317 (4) et 1,339 (3) Å et les distances

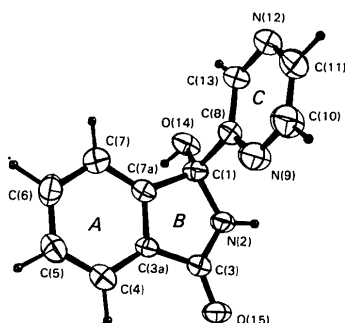


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

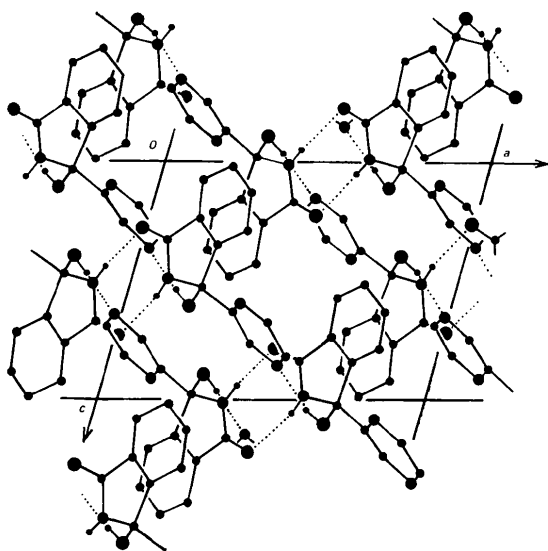


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [010]. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

C–C entre 1,367 (4) et 1,377 (4) Å. Les longueurs moyennes calculées pour leurs homologues respectives par Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor (1987) sont de 1,336 et de 1,379 Å. Les angles C–C–N ont pour valeurs extrêmes 121,5 (3) et 122,3 (3)° et les angles C–N–C 116,2 (2) et 116,4 (2)°.

On remarque que la géométrie du fragment dihydro-1,2 hydroxy-1 isoindolone-3 ne diffère guère de celle décrite par Ohrt, Tsoucaris-Kupfer & Lechat (1978) à propos de l'hydroxy-3 phtalimidine. Ainsi, dans le cas des liaisons, l'écart le plus important concerne C(3)–C(3a) qui mesure 1,463 (4) Å dans un cas et 1,485 (3) Å dans l'autre. De même, il n'y a pas de différences très significatives entre les distances interatomiques et les angles valencielles du groupement pyrazine et leurs homologues respectifs dans la diphenyl-2,3 pyrazine (Kitano, Ashida, Ohta, Watanabe & Akita, 1983) ou dans le diphenyl-2,5 dipyrazinyl-3,4 pyrrole éthanol monohydrate (Viossat, Rodier, Lehuédé & Vierfond, 1986).

La Fig. 2 montre que la structure peut être considérée comme formée de couches qui se développent le long des plans (10 $\bar{1}$). Deux liaisons hydrogène participent à sa cohésion. Il s'agit de N(2)–H(2)···O(15') [2,878 (3) Å, 166 (2)°; (i): 1–x, 1–y, 2–z] et de O(14)–H(14)···N(12'') [2,830 (3) Å, 171 (3)°; (ii): $\frac{1}{2}+x$, $\frac{1}{2}-y$, $\frac{1}{2}+z$]. La première unit des molécules appartenant à deux couches voisines, la deuxième des molécules contenues dans une même couche.

Références

- ALLEN, F. H., KENNARD, O., WATSON, D. G., BRAMMER, L., ORPEN, A. G. & TAYLOR, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans 2*, pp. S1–S19.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- FRENZ, B. A. (1982). *Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, Inc., College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, p. 99. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *Best-Plane Program*, 3^e version (BP7C). Institut de Recherches en Physique et en Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- KITANO, Y., ASHIDA, T., OHTA, A., WATANABE, T. & AKITA, Y. (1983). *Acta Cryst. C* **39**, 136–139.
- 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.
- OHRT, J. M., TSOUCARIS-KUPFER, D. & LECHAT, P. (1978). *Acta Cryst. B* **34**, 2059–2061.
- VISSAT, B., RODIER, N., LEHUÉDÉ, J. & VIERFOND, J.-M. (1986). *Acta Cryst. C* **42**, 227–230.