

The anion layers are located at $x = 0, 1/2, 1, \dots$, while the cation layers are at $x = 1/4, 3/4, 5/4, \dots$. All N—H...O hydrogen bonds are between adjacent layers while the O—H...O bond operates within the anionic layer linking two dihydrogendiphosphate groups across an inversion center into a dimer.

We wish to thank Professors Z. Kosturkiewicz and M. Wiewiórowski for their interest in this work. This work was partly supported by project RBPB 01.6/2 (Polish Academy of Sciences).

References

- CHANDRASEKHAR, K. & PATTABHI, V. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2486–2488.
 COLLIN, R. L. & WILLIS, M. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 291–302.
 FURBERG, S. & SOLBAKK, J. (1972). *Acta Chem. Scand.* **26**, 2855–2862.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)

- JASKÓLSKI, M. (1982). *Collected Abstracts of the Fourth Symposium on Organic Crystal Chemistry, Poznań, September 1982*, edited by Z. KALUSKI, pp. 70–71. A. Mickiewicz Univ., Poznań, Poland.
 JASKÓLSKI, M. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1761–1763.
 JASKÓLSKI, M., ALEJSKA, M. & WIEWIÓROWSKI, M. (1986). *J. Cryst. Spectrosc. Res.* **16**, 31–39.
 JASKÓLSKI, M. & OLOVSSON, I. (1989). *Acta Cryst.* **B45**, 78–85.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 LEHMANN, M. S. & LARSEN, F. K. (1974). *Acta Cryst.* **A30**, 580–584.
 MATHEJA, J. & DEGENS, E. T. (1971). In *Structural Molecular Biology of Phosphates*. Stuttgart: Gustav Fischer Verlag.
 MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 TAKUSAGAWA, F. & KOETZLE, T. F. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1910–1915.
 TAKUSAGAWA, F. & KOETZLE, T. F. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 867–877.
 WOO, N. H., SEEMAN, N. C. & RICH, A. (1979). *Biopolymers*, **18**, 539–552.

Acta Cryst. (1990). **C46**, 2160–2162

Structure du Chlorure d'[(Etoxy-2 phénoxy)méthyl]-2 Morpholinium: Chlorhydrate de Viloxazine

PAR JAMAL OUHABI, MICHEL SAUX ET ALAIN CARPY

Laboratoire de Chimie Analytique, URA 605 CNRS, Faculté de Pharmacie, 3 Place de la Victoire, 33076 Bordeaux CEDEX, France

(Reçu le 15 octobre 1989, accepté le 29 janvier 1990)

Abstract. $C_{13}H_{20}NO_3^+ \cdot Cl^-$, $M_r = 272.5$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 10.102$ (3), $b = 5.551$ (2), $c = 23.918$ (7) Å, $\beta = 95.11$ (2)°, $V = 1336$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.36$ g cm⁻³, $\lambda(Cu K\alpha) = 1.54178$ Å, $\mu = 25.47$ cm⁻¹, $F(000) = 584$, room temperature, $R = 0.045$ for 1445 observed reflections. The title compound is an antidepressant. The 2-[(2-ethoxyphenoxy)methyl] group is planar and subtends an angle of 33 (1)° with the mean plane of the morpholine ring defined by the four C atoms.

Introduction. Des études sont actuellement menées au laboratoire sur des séries d'amino-2 Δ -2-oxazolines-1,3 diversement substituées (Jarry, Bosc, Ouhabi & Carpy, 1990; Bosc, Forfar, Jarry, Ouhabi, Léger & Carpy, 1990). Ces molécules subissent des tests en psychopharmacologie. La [(phényl-1 pipérazinyl-4) méthyl-5]amino-2 Δ -2-oxazoline-1,3 ou COR 3224*

s'est révélée être la molécule la plus active; elle possède un profil antidépresseur proche de celui de la viloxazine. Nous nous sommes alors tout naturellement intéressés à cette dernière dans le but de rechercher d'éventuelles analogies structurales ou électroniques avec la série du COR 3224. La structure cristalline de la viloxazine est rapportée dans ce travail.

Partie expérimentale. Cristaux incolores obtenus à partir d'un mélange d'alcools (PrOH + MeOH), dimensions 0,35 × 0,15 × 0,15 mm. Densité non mesurée. Paramètres de la maille et intensités obtenus à l'aide d'un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4, monochromateur graphite, radiation Cu $K\alpha$, mode de balayage ω/θ ($0 < \theta < 65^\circ$). Paramètres cristallins affinés par moindres carrés à partir des valeurs de θ de 25 réflexions de l'espace. Aucune dérive d'intensité notée pendant la mesure; deux réflexions standards mesurées toutes les 90 min. 2156 réflexions indépendantes mesurées; $h, k, \pm l$; h de 0 à 11, k de 0 à 6, l de -28 à +28. 1445

* Le COR 3224 est développé par les Laboratoires SARGET, 33700 Mérignac, France. Il se trouve actuellement en phase 2 de l'étude clinique.

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents
$$B_{eq} = (4/3) \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{eq} (\text{Å}^2)$
C(1)	13864 (3)	3250 (7)	3387 (2)	3,0 (1)
C(2)	12730 (3)	1444 (7)	3381 (2)	3,2 (1)
N(3)	11915 (3)	1501 (5)	2832 (1)	3,0 (1)
C(4)	12750 (4)	1215 (7)	2355 (2)	3,4 (2)
C(5)	13843 (4)	3049 (7)	2401 (2)	3,5 (2)
O(6)	14636 (2)	2834 (5)	2927 (1)	3,3 (1)
C(7)	14735 (4)	2921 (7)	3925 (2)	3,4 (2)
O(8)	15655 (2)	4883 (5)	3989 (1)	3,4 (1)
C(9)	16513 (3)	4835 (7)	4471 (2)	3,0 (1)
C(10)	16440 (4)	3162 (8)	4893 (2)	3,9 (2)
C(11)	17368 (4)	3226 (8)	5365 (2)	4,4 (2)
C(12)	18341 (4)	4924 (8)	5406 (2)	4,2 (2)
C(13)	18420 (4)	6611 (8)	4982 (2)	3,8 (2)
C(14)	17513 (3)	6574 (7)	4512 (1)	3,1 (1)
O(15)	17540 (2)	8153 (5)	4072 (1)	3,6 (1)
C(16)	18627 (4)	9845 (7)	4106 (2)	3,7 (2)
C(17)	18460 (4)	11412 (8)	3590 (2)	4,1 (2)
Cl(18)	9274 (1)	1538 (2)	1937 (0)	3,2 (0)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles de valence ($^\circ$)

C(1)—C(2)	1,521 (5)	C(9)—C(10)	1,380 (5)
C(1)—O(6)	1,424 (4)	C(9)—C(14)	1,394 (5)
C(1)—C(7)	1,503 (5)	C(10)—C(11)	1,402 (6)
C(2)—N(3)	1,486 (5)	C(11)—C(12)	1,359 (6)
N(3)—C(4)	1,486 (5)	C(12)—C(13)	1,388 (6)
C(4)—C(5)	1,499 (5)	C(13)—C(14)	1,385 (5)
C(5)—O(6)	1,435 (4)	C(14)—O(15)	1,371 (4)
C(7)—O(8)	1,431 (4)	O(15)—C(16)	1,442 (5)
O(8)—C(9)	1,378 (4)	C(16)—C(17)	1,506 (6)
C(2)—C(1)—O(6)	110,5 (3)	O(8)—C(9)—C(14)	116,3 (3)
C(2)—C(1)—C(7)	108,1 (3)	C(10)—C(9)—C(14)	120,0 (3)
O(6)—C(1)—C(7)	108,8 (3)	C(9)—C(10)—C(11)	119,8 (4)
C(1)—C(2)—N(3)	110,6 (2)	C(10)—C(11)—C(12)	120,2 (4)
C(2)—N(3)—C(4)	111,6 (3)	C(11)—C(12)—C(13)	120,2 (4)
N(3)—C(4)—C(5)	109,6 (3)	C(12)—C(13)—C(14)	120,4 (4)
C(4)—C(5)—O(6)	110,9 (3)	C(9)—C(14)—C(13)	119,4 (3)
C(1)—O(6)—C(5)	111,3 (3)	C(9)—C(14)—O(15)	116,8 (3)
C(1)—C(7)—O(8)	109,0 (3)	C(13)—C(14)—O(15)	123,8 (3)
C(7)—O(8)—C(9)	115,4 (3)	C(14)—O(15)—C(16)	116,1 (3)
O(8)—C(9)—C(10)	123,6 (3)	O(15)—C(16)—C(17)	107,6 (3)

réflexions telles que $I \geq 3\sigma(I)$ utilisées dans les affinements. Intensités corrigées par le facteur de Lorentz-polarisation mais pas pour l'absorption. Facteur de diffusion des atomes non-hydrogène tirés de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) et ceux des hydrogènes tirés de Stewart, Davidson & Simpson (1965). Test statistique de Wilson montrant une distribution centrosymétrique des intensités. Structure résolue à l'aide de *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) et des techniques de Fourier. Hydrogènes localisés par Fourier-différences.

Affinement par moindres carrés (matrice blocs diagonaux). Schéma de pondération $w = 1$ si $|F_o| < P$, $P = [F_o^2(\max)/10]^{1/2}$, $w = (P/F_o)^2$ si $|F_o| > P$. Agitation thermique anisotrope pour les atomes non-hydrogène et isotrope pour les H atomes, $\Delta/\sigma_{\max} = 0,5$, $\Delta\rho_{\min,\max} = -0,3 + 0,3 \text{ e \AA}^{-3}$. Calculs effectués

sur ordinateur Mini 6-92 CII-Honeywell-Bull (Programmes *CRISTA*, *CRISAF*, *CRISEC* et *UTIL*, Laboratoire de Cristallographie, Université de Bordeaux II, Talence). $R = 0,045$, $wR = 0,061$, $S = 0,8585$.

Discussion. Les coordonnées atomiques sont présentées dans le Tableau 1.* La numérotation atomique est illustrée sur la Fig. 1. Les distances et les angles interatomiques sont rassemblés dans le Tableau 2; ceux-ci possèdent les valeurs attendues.

Le cycle morpholine adopte une conformation chaise. Les atomes N(3)⁺ et O(6) sont situés de part et d'autre du plan moyen constitué par les atomes de carbone C(1), C(2), C(4) et C(5) à 0,626 (3) et 0,656 (2) Å respectivement.

La caractéristique conformationnelle essentielle concerne la quasi-planéité du groupement (éthoxy-2

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53002: 16 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

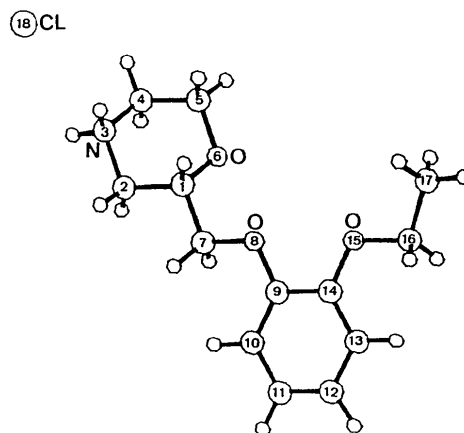
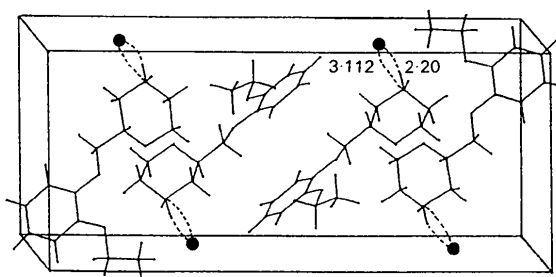


Fig. 1. Projection de la molécule montrant la numérotation atomique.

Fig. 2. Contenu de la maille cristalline. a est horizontal, b est vertical et c est dans le plan du papier.

phénoxy)méthyl comme le montrent les valeurs des angles de torsion C(1)—C(7)—O(8)—C(9) = 179 (1), C(7)—O(8)—C(9)—C(14) = 173 (1), C(9)—C(14)—O(15)—C(16) = -176(1) et C(14)—O(15)—C(16)—C(17) = -179 (1)°. Le plan ainsi défini fait un angle de 33 (1)° avec le plan moyen de la morpholine. Si l'on considère les deux groupements méthoxy et éthoxy portés par le cycle phényl, ils correspondent au conformère *anti-anti* [la conformation *anti-syn* trouvée par mécanique moléculaire en utilisant le programme MM2 (Liljefors & Allinger, 1985) ne diffère de cette dernière que par 4 kJ].

L'azote protoné N(3) ne s'écarte que peu du plan du cycle phényl [0,177 (2) Å]. Il est distant de 5,99 (1) Å du milieu des atomes O(8) et O(15). Cet arrangement topographique d'un azote protoné et d'un nuage électronique π (représenté ici par les paires libres des oxygènes) se retrouve dans la plupart des drogues agissant sur le système nerveux central (Andrews, Lloyd, Martin & Munro, 1986; Lloyd & Andrews, 1986).

La cohésion cristalline est assurée par une liaison hydrogène N(3)⁺...Cl(18)⁻ (2-x, $\frac{1}{2}+y$, $\frac{1}{2}-z$) = 3,112 (3), H(203)...Cl(18)⁻ = 2,20 (5) Å, N(3)⁺—H(203)...Cl(18)⁻ = 154 (4)° et par de nombreux con-

tacts de van der Waals. Une vue de la maille est représentée sur la Fig. 2.

Les auteurs remercient les Laboratoires ICI-Pharma qui leur ont fourni l'échantillon de viloxazine (vivalan®).

Références

- ANDREWS, P. R., LLOYD, E. J., MARTIN, J. L. & MUNRO, S. L. A. (1986). *J. Mol. Graphics*, **4**, 41–45.
 BOSC, J.-J., FORFAR, I., JARRY, C., OUHABI, J., LÉGER, J.-M. & CARPY, A. (1990). *Arch. Pharm. (Weinheim)*. Sous presse.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV, pp. 201–209. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 JARRY, C., BOSC, J.-J., OUHABI, J. & CARPY, A. (1990). *Arch. Pharm. (Weinheim)*, **323**, 157–161.
 LILJEFORS, T. & ALLINGER, N. L. (1985). *J. Comput. Chem.* **6**, 478–483.
 LLOYD, E. J. & ANDREWS, P. R. (1986). *J. Med. Chem.* **29**, 453–462.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. 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.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Acta Cryst. (1990). **C46**, 2162–2165

Structures of Two Isomers of C₁₈H₁₈N₂OS

BY F. HEINEMANN, H. HARTUNG,* W. SCHROTH AND GH. ALWASSOUF

Sektion Chemie, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Postfach, Halle, DDR-4010, German Democratic Republic

AND Z. KOSTURKIEWICZ

Department of Crystallography, A. Mickiewicz University, ul. Grunwaldzka 6, 60-780 Poznań, Poland

(Received 20 December 1989; accepted 2 February 1990)

Abstract. *N,N*-Dimethyl- β -(thiobenzoylamino)-cinnamamide (I), C₁₈H₁₈N₂OS, *M_r* = 310.4, orthorhombic, *P*2₁2₁2₁, *a* = 9.901 (1), *b* = 17.762 (2), *c* = 9.319 (1) Å, *V* = 1638.8 (3) Å³, *Z* = 4, *D_m* = 1.26, *D_x* = 1.23 g cm⁻³, $\lambda(\text{Cu K}\alpha)$ = 1.54178 Å, μ = 17.4 cm⁻¹, *F*(000) = 656, *T* = 291 K, *R* = 0.048 for 1110 observed reflections. β -(Benzoylamino)-*N,N*-dimethylthiocinnamamide (II), C₁₈H₁₈N₂O₂S, *M_r* = 310.4, orthorhombic, *Pna*2₁, *a* = 14.982 (2), *b* = 19.250 (3), *c* = 5.655 (1) Å, *V* = 1630.8 (4) Å³, *Z* = 4, *D_m* = 1.26, *D_x* = 1.26 g cm⁻³, $\lambda(\text{Cu K}\alpha)$ =

1.54178 Å, μ = 17.4 cm⁻¹, *F*(000) = 656, *T* = 291 K, *R* = 0.055 for 986 observed reflections. The constitutional isomers (I) and (II) are very similar in their structures, with slight conformational differences. Intramolecular hydrogen bonds of the type N—H...O and N—H...S, respectively, are formed.

Introduction. The two isomeric cinnamamides *N,N*-dimethyl- β -(thiobenzoylamino)cinnamamide (I) and β -(benzoylamino)thiocinnam-*N,N*-dimethylamide (II) were first synthesized by Schroth (1989) during systematic investigations of the 1,3-thiazine system. The X-ray analyses served to identify both com-

* To whom correspondence should be addressed.