

The synthesis produces a racemic mixture as does the similar synthesis of (±)-nor-sterepolide (Arai, Takeda, Masuda & Koizumi, 1985).

References

- ARAI, Y., TAKEDA, K., MASUDA, K. & KOIZUMI, T. (1985). *Chem. Lett.* pp. 1531–1533.
 GOULD, R. O. & TAYLOR, P. (1983). *CALC*. An interactive program for molecular geometry. Univ. of Edinburgh, Scotland.
 HEILBRON, I. M., JONES, E. R. H., MCCOMBIE, J. T. & WEEDON, B. C. L., (1945). *J. Chem. Soc.* pp. 84–87.

- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 MALLINSON, P. D. & MUIR, K. W. (1985). *J. Appl. Cryst.* **18**, 51–53.
 MUIR, G., JONES, R. L., WILL, S. G., WINWICK, T., PEESPATI, V., WILSON N. H., GRIFFITHS, N., NICHOLSON, W. V., SAWYER, L., TAYLOR, P. & BLAKE, A. J. (1991). *Eur. J. Med. Chem.* Submitted.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 SHELDRICK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Program for crystal structure solution. Univ. of Göttingen, Germany.

Acta Cryst. (1992). **C48**, 1322–1324

Structure du 6-(4-Méthylpipérazin-1-yl)-11H-pyrido[2,3-b][1,4]benzodiazépine 1,5-Hydrate

PAR L. DUPONT, S. ENGLEBERT ET O. DIDEBERG

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège, Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

ET J. F. LIÉGEAIS ET J. DELARGE

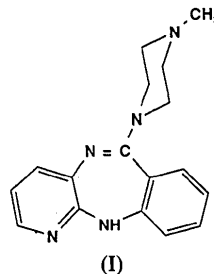
Laboratoire de Chimie pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, rue Fusch 3–5, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 23 août 1991, accepté le 18 novembre 1991)

Abstract. 6-(4-Methylpiperazin-1-yl)-11H-pyrido[2,3-b][1,4]benzodiazepine 1.5-hydrate, C₁₇H₁₉N₅·1.5H₂O, *M_r* = 320.4, triclinic, *P* $\bar{1}$, *a* = 11.268 (3), *b* = 12.815 (3), *c* = 13.720 (4) Å, α = 107.37 (1), β = 98.15 (2), γ = 110.42 (1)°, *V* = 1703.8 (1) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.249 Mg m⁻³, m.p. 414 K, $\lambda(\text{Cu K}\alpha)$ = 1.5418 Å, μ = 0.592 mm⁻¹, *F*(000) = 684, *T* = 293 (1) K, *R* = 0.049 for 3510 independent reflections. The diazepine ring is in a boat conformation. The dihedral angles between the two aromatic rings in the two independent molecules are 131.7 (1) and 120.5 (1)°, respectively. The distances between the N (methylpiperazine) atom and the centres of the two aromatic rings are respectively 6.119 (4) and 7.707 (4) Å in molecule *A*, and 6.074 (4) and 7.746 (4) Å in molecule *B*. All H atoms of water molecules participate in O···O and O···N hydrogen bonds [distance ranges 2.796 (3)–2.887 (3) and 2.843 (3)–2.956 (3) Å, respectively]. Two intermolecular N···N contacts of 2.970 (4) and 3.209 (4) Å may also be considered as hydrogen bonds.

Partie expérimentale. Cristal du composé (I) incolore 0,13 × 0,22 × 0,54 mm obtenu par cristallisation

dans un mélange méthanol (50% en volume)–acétone.



Paramètres de la maille déterminés à partir de 37 réflexions telles que $17,5 \leq \theta \leq 27,4^\circ$. Balayage ω , $7,0 \leq 2\theta \leq 110,0^\circ$, $-11 \leq h \leq 11$, $-13 \leq k \leq 13$, $0 \leq l \leq 14$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $947 \leq F_o(122) \leq 986$ et $2443 \leq F_o(225) \leq 2532$. Diffractomètre Siemens. 4509 réflexions mesurées, 4274 réflexions uniques ($R_{int} = 0,02$). Corrections de Lorentz, de polarisation, de décroissance et d'absorption [par méthode semi-empirique, analogue à celle de North, Phillips & Mathews (1968)]. Facteurs de transmission minimum et maximum: 0,94 et 1,00.

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives ($\times 10^4$) et facteurs de température B_{eq} avec les écarts-type
$$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
C1	5265 (3)	2532 (3)	12259 (2)	4,0 (1)
C2	4088 (3)	2416 (3)	12504 (2)	4,2 (1)
C3	3049 (3)	2336 (3)	11774 (2)	3,7 (1)
C4	3156 (2)	2349 (2)	10786 (2)	2,9 (1)
N5	2056 (2)	2259 (2)	10066 (2)	3,1 (1)
C6	2226 (2)	3176 (2)	9667 (2)	2,8 (1)
N7	1333 (2)	3638 (2)	9743 (2)	3,3 (1)
C8	1399 (3)	4489 (3)	9342 (2)	3,7 (1)
C9	2363 (3)	4925 (3)	8889 (2)	3,9 (1)
C10	3292 (3)	4444 (3)	8812 (2)	3,8 (1)
C11	3231 (3)	3537 (2)	9183 (2)	3,1 (1)
N12	4041 (2)	2944 (2)	8908 (2)	3,5 (1)
C13	4514 (3)	2451 (2)	9467 (2)	3,1 (1)
C14	4329 (3)	2435 (2)	10509 (2)	3,0 (1)
C15	5374 (3)	2535 (3)	11275 (2)	3,6 (1)
N16	5399 (2)	2012 (2)	9106 (2)	3,6 (1)
C17	5887 (3)	2293 (3)	8240 (3)	4,4 (1)
C18	7213 (3)	2228 (3)	8302 (3)	4,5 (1)
N19	7108 (2)	1039 (2)	8245 (2)	3,6 (1)
C20	6652 (3)	812 (3)	9137 (2)	3,7 (1)
C21	5312 (3)	838 (3)	9077 (2)	3,6 (1)
C22	8390 (3)	963 (3)	8266 (3)	5,1 (1)
C51	-3248 (3)	3428 (3)	5591 (3)	4,6 (1)
C52	-3607 (3)	3898 (3)	6490 (3)	4,6 (1)
C53	-2644 (3)	4781 (3)	7401 (2)	3,8 (1)
C54	-1325 (3)	5171 (2)	7426 (2)	3,1 (1)
N55	-332 (2)	6081 (2)	8347 (2)	3,3 (1)
C56	353 (2)	7143 (2)	8183 (2)	3,0 (1)
N57	257 (2)	8133 (2)	8776 (2)	3,6 (1)
C58	924 (3)	9163 (3)	8664 (3)	4,2 (1)
C59	1671 (3)	9240 (3)	7959 (3)	4,2 (1)
C60	1783 (3)	8210 (3)	7357 (2)	3,8 (1)
C61	1107 (2)	7124 (2)	7454 (2)	3,0 (1)
N62	1353 (2)	6131 (2)	6945 (2)	3,4 (1)
C63	471 (3)	5042 (3)	6576 (2)	3,3 (1)
C64	-956 (3)	4666 (2)	6535 (2)	3,2 (1)
C65	-1934 (3)	3810 (3)	5613 (2)	4,0 (1)
N66	817 (2)	4124 (2)	6094 (2)	3,7 (1)
C67	2157 (3)	4424 (3)	5994 (3)	4,1 (1)
C68	2157 (3)	3455 (3)	5035 (3)	4,4 (1)
N69	1593 (2)	2265 (2)	5102 (2)	4,0 (1)
C70	250 (3)	2000 (3)	5191 (2)	4,3 (1)
C71	228 (3)	2932 (3)	6154 (2)	3,9 (1)
C72	1601 (4)	1341 (3)	4168 (3)	5,7 (2)
O1	4476 (2)	574 (2)	3885 (2)	6,1 (1)
O2	6805 (3)	370 (3)	4693 (2)	7,3 (1)
O3	7167 (4)	-1578 (3)	3399 (2)	9,3 (2)

Structure déterminée par méthodes directes avec *MULTAN88* (Debaerdemaeker, Germain, Main, Tate & Woolfson, 1988). Affinement des paramètres de position et des facteurs de température anisotrope des atomes C et N, basé sur les *F* (matrice entière) avec *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de *SHELX*. Les H placés suivant une géométrie standard, excepté ceux de N5 et des molécules d'eau obtenus par Fourier-différence. Facteur de température *B* global affiné pour les H = 5,2 (1) \AA^2 , excepté ceux des méthyls dont le *B* global affiné = 7,4 (4) \AA^2 . Pour les H obtenus par Fourier-différence, on a fixé *B* égal à B_{eq} de l'atome qui le porte. Facteur *R* final = 0,049 pour 3510 réflexions observées [$I > \sigma(I)$]. $wR = 0,061$ où $w = 1/(\sigma^2 F + 0,01956F^2)$. Δ/σ des paramètres finals $\leq 0,07$. Limites des $\Delta\rho$ dans la carte de Fourier-différence

Tableau 2. Distances (\AA) et angles des liaisons ($^\circ$) avec les écarts-type

La numérotation des atomes de la molécule *B* est incrémentée de 50 par rapport à celle de la molécule *A*. O1, O2 et O3 sont les oxygènes des molécules d'eau.

	Molécule A	Molécule B
C2—C1	1,384 (4)	1,384 (5)
C15—C1	1,374 (4)	1,380 (4)
C3—C2	1,381 (4)	1,391 (4)
C4—C3	1,383 (4)	1,385 (4)
N5—C4	1,418 (3)	1,421 (3)
C14—C4	1,404 (4)	1,394 (4)
C6—N5	1,404 (3)	1,413 (3)
N7—C6	1,336 (3)	1,338 (3)
C11—C6	1,402 (4)	1,402 (4)
C8—N7	1,346 (4)	1,339 (4)
C9—C8	1,362 (4)	1,373 (5)
C10—C9	1,389 (4)	1,390 (4)
C11—C10	1,387 (4)	1,392 (4)
N12—C11	1,402 (3)	1,397 (3)
C13—N12	1,296 (3)	1,288 (4)
C14—C13	1,479 (4)	1,496 (4)
N16—C13	1,386 (3)	1,380 (4)
C15—C14	1,404 (4)	1,397 (4)
C17—N16	1,465 (4)	1,460 (3)
C21—N16	1,461 (4)	1,472 (4)
C18—C17	1,517 (4)	1,516 (4)
N19—C18	1,464 (4)	1,470 (4)
C20—N19	1,459 (4)	1,462 (4)
C22—N19	1,479 (3)	1,467 (4)
C21—C20	1,513 (4)	1,504 (4)
C15—C1—C2	119,3 (3)	119,9 (3)
C3—C2—C1	120,0 (3)	119,8 (3)
C4—C3—C2	121,0 (3)	120,6 (3)
N5—C4—C3	118,6 (2)	121,1 (2)
C14—C4—C3	120,0 (2)	119,8 (2)
C14—C4—N5	121,5 (2)	119,0 (2)
C6—N5—C4	118,2 (2)	112,9 (2)
N7—C6—N5	115,2 (2)	116,1 (2)
C11—C6—N5	122,0 (2)	120,1 (2)
C11—C6—N7	122,8 (2)	123,8 (2)
C8—N7—C6	118,8 (2)	117,7 (2)
C9—C8—N7	122,7 (3)	123,2 (3)
C10—C9—C8	118,4 (3)	118,7 (3)
C11—C10—C9	120,6 (3)	119,7 (3)
C10—C11—C6	116,7 (2)	116,8 (2)
N12—C11—C6	125,2 (2)	123,5 (2)
N12—C11—C10	117,4 (2)	119,0 (2)
C13—N12—C11	125,3 (2)	123,2 (2)
C14—C13—N12	126,7 (2)	125,9 (2)
N16—C13—N12	116,3 (2)	118,6 (2)
N16—C13—C14	116,6 (2)	115,3 (2)
C13—C14—C4	123,0 (2)	120,0 (2)
C15—C14—C4	117,7 (2)	119,1 (2)
C15—C14—C13	119,3 (2)	120,9 (2)
C14—C15—C1	122,0 (3)	120,8 (3)
C17—N16—C13	118,8 (2)	118,9 (2)
C21—N16—C13	121,0 (2)	122,0 (2)
C21—N16—C17	111,6 (2)	112,2 (2)
C18—C17—N16	109,1 (2)	109,5 (2)
N19—C18—C17	110,8 (2)	111,4 (2)
C20—N19—C18	108,8 (2)	109,2 (2)
C22—N19—C18	110,7 (2)	110,5 (2)
C22—N19—C20	110,6 (2)	110,6 (2)
C21—C20—N19	109,9 (2)	111,2 (2)
C20—C21—N16	109,5 (2)	109,4 (2)

Distances intermoléculaires

O2...O1	2,831 (3)*	O3...O2	2,796 (3)*
N19...O1 ⁱ	2,888 (3)*	N12...O3 ⁱ	2,956 (3)*
O2...O1 ⁱ	2,887 (3)*	N69...O3 ⁱ	2,843 (3)*
N57...N5 ⁱⁱ	3,209 (4)*	N55...N7 ⁱⁱ	2,970 (4)*

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

* Les distances susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène.

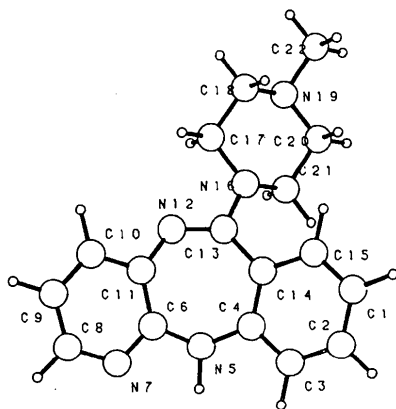


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule *A* et numérotation des atomes.

finale: $-0,32$ et $0,39$ e \AA^{-3} . Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.* La liste des distances et des angles des liaisons se trouve dans le Tableau 2. La Fig. 1 montre une vue en perspective de la molécule *A* du composé avec la numérotation atomique. Celle-ci est incrémentée de 50 pour les atomes de la molécule *B* dans le Tableau 1. La Fig. 2 représente la structure cristalline.

Littérature associée. La structure du 6-(4-méthylpipérazin-1-yl)-11*H*-pyrido[2,3-*b*][1,4]benzodiazépine 1,5-hydrate a été réalisée dans le cadre de notre étude sur les récepteurs à dopamine. Voir par exemple les

* Les listes des facteurs de structure calculés et observés, les facteurs d'agitation thermique anisotrope, les coordonnées des atomes H et des paramètres des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 54869: 14 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. [Référence de CIF: PA0256]

Acta Cryst. (1992). **C48**, 1324–1326

Structure of 2-Hydroxy-1-naphthaldehyde

BY WALDEMAR MANIUKIEWICZ AND MARIA BUKOWSKA-STRZYŻEWSKA

Institute of General and Ecological Chemistry, Technical University, 90-924 Łódź, Żwirki 36, Poland

(Received 14 October 1991; accepted 15 November 1991)

Abstract. C₁₁H₈O₂, $M_r = 172.18$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 5.630$ (1), $b = 9.341$ (2), $c = 15.531$ (3) \AA , $\beta = 98.40$ (1)°, $V = 808.0$ (3) \AA^3 , $Z = 4$, $D_m = 1.41$ (floatation in CH₃I/benzene), $D_x = 1.415$ Mg m⁻³,

0108-2701/92/071324-03\$06.00

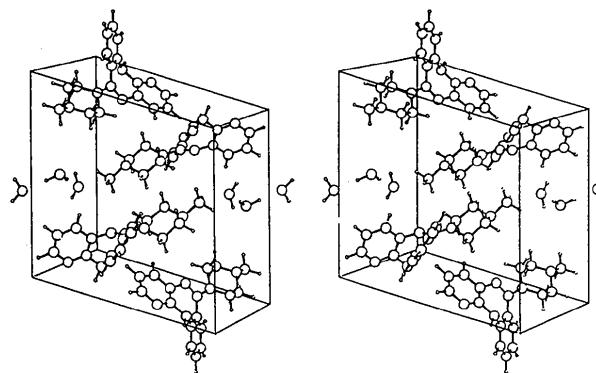


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure suivant 0x.

structures du 11-formyl-5-(4-méthylpipérazin-1-yl)-11*H*-pyrido[2,3-*b*][1,5]benzodiazépine et du 6-(4-méthylpipérazin-1-yl)-11-méthyl-11*H*-pyrido[2,3-*b*][1,4]benzodiazépine (Dupont, Englebert, Dideberg, Liégeois & Delarge, 1991). Des analogues hétérocycliques originaux sont en voie d'expérimentation.

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour l'assistance technique et le FNRS pour le crédit alloué au programme de recherche dont ce travail constitue une partie.

Références

- DEBAERDEMAEKER, T., GERMAIN, G., MAIN, P., TATE, C. & WOOLFSON, M. M. (1988). *MULTAN88*. Programmes pour la résolution automatique des structures cristallines à partir des données de diffraction des rayons X. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- DUPONT, L., ENGLEBERT, S., DIDEBERG, O., LIÉGEOIS, J. F. & DELARGE, J. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 2690–2693.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.

$\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.54178$ \AA , $\mu = 0.75$ mm⁻¹, $F(000) = 360$, room temperature, final $R = 0.051$ for 1074 observed reflections (of 1492 unique data). An intramolecular hydrogen bond is observed for the title

© 1992 International Union of Crystallography