

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 55779 (24 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: MU1035]

References

- Allinger, N. L., Hickey, M. J. & Kao, J. (1976). *J. Am. Chem. Soc.* **98**, 2741–2745.
- Allinger, N. L., Hirsch, J. A., Miller, M. A., Tyminski, I. J. & Van-Catledge, F. A. (1968). *J. Am. Chem. Soc.* **90**, 1190–1210.
- Bouchemma, A., McCabe, P. H. & Sim, G. A. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1469–1472.
- Bouchemma, A., McCabe, P. H. & Sim, G. A. (1989). *J. Chem. Soc. Perkin. Trans. 2*, 583–587.
- Bouchemma, A., McCabe, P. H. & Sim, G. A. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 410–414, 671–674.
- Bucourt, R. & Hainaut, D. (1965). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 1366–1378.
- Cervellati, R., Borgo, A. D. & Lister, D. G. (1982). *J. Mol. Struct.* **78**, 161–167.
- Choi, C. S., Santoro, A. & Marinkas, P. L. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2934–2937.
- Eliel, E. L., Allinger, N. L., Angyal, S. J. & Morrison, G. A. (1965). *Conformational Analysis*, pp. 469–486. New York: Interscience.
- Freer, A., Gilmore, C. J., MacNicol, D. D. & Wilson, D. R. (1980). *Tetrahedron Lett.* **21**, 1159–1162.
- Giumanini, A. G., Verardo, G., Randaccio, L., Bresciani-Pahor, N. & Traldi, P. (1985). *Prakt. Chem.* **327**, 739–748.
- Giumanini, A. G., Verardo, G., Zangrando, E. & Lassiani, L. (1987). *Prakt. Chem.* **329**, 1087–1103.
- Graaf, B. van de, Baas, J. M. A. & van Veen, A. (1980). *Recl Trav. Chim. Pays-Bas*, **99**, 175–178.
- Groth, P. (1968). *Acta Chem. Scand.* **22**, 128–142.
- Groth, P. & Hassel, O. (1964). *Acta Chem. Scand.* **18**, 923–931, 1327–1332.
- Groth, P. & Hassel, O. (1965). *Acta Chem. Scand.* **19**, 1733–1740.
- Hendrickson, J. B. (1961). *J. Am. Chem. Soc.* **83**, 4537–4547.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Khan, Z. F., MacAlpine, D. K., Porte, A. L. & Sim, G. A. (1983). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1259–1261.
- Komornicki, A. & McIvor, J. W. Jr (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 4512–4517.
- Koningsveld, H. van (1981). *Cryst. Struct. Commun.* **10**, 691–697.
- Korp, J. D., Bernal, I., Watkins, S. F. & Fronczek, F. R. (1981). *Tetrahedron Lett.* **22**, 4767–4770.
- Lerch, U. & Moffatt, J. G. (1971). *J. Org. Chem.* **36**, 3861–3869.
- MacNicol, D. D. & Murphy, A. (1981). *Tetrahedron Lett.* **22**, 1131–1134.
- Mak, T. C. W. & Trotter, J. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 68–74.
- Mallinson, P. R. & Muir, K. W. (1985). *J. Appl. Cryst.* **18**, 51–53.
- Mossel, A. & Romers, C. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1217–1223.
- Pickett, H. M. & Strauss, H. L. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 7281–7290.
- Sim, G. A. (1987). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 1118–1120.
- Squillacote, M., Sheridan, R. S., Chapman, O. L. & Anet, F. A. L. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 3244–3246.
- Truter, M. R. (1983). *Annu. Rep. Prog. Chem. Sect. C*, **80**, 207–235.
- Wiberg, K. B. & Boyd, R. H. (1972). *J. Am. Chem. Soc.* **94**, 8426–8430.
- Zangrando, E., Poggi, G., Giumanini, A. G. & Verardo, G. (1987). *Prakt. Chem.* **329**, 195–202.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 841–843

5-(3-Iodophényl)-2,3-dihydro-5-hydroxy-5H-imidazo[2,1-a]isoindole

N. RODIER

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

V. AGAFONOV

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

J. M. CENSE

Laboratoire d'Informatique appliquée à la Chimie, ENSCP, 11 Rue Pierre et Marie Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

E. GALINIER, J. E. OMBETTA, Y. FRANGIN ET D. GUILLOTEAU

Laboratoire de Biophysique pharmaceutique et médicale, U 316, Faculté de pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnelé, 37042 Tours CEDEX, France

(Reçu le 15 juillet 1992, accepté le 6 octobre 1992)

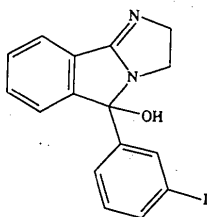
Abstract

5-(3-Iodophenyl)-2,3-dihydro-5H-imidazo[2,1-a]isoindol-5-ol. The pentagonal *A* and *B* rings show an envelope conformation and the hexagonal *C* and *D* rings are planar. The dihydroimidazoisoindole group is approximately planar and its least-squares plane makes an angle of 91.3 (2)° with that of ring *D*. The molecules form dimers in which they are related by a centre of symmetry and linked together by the O(19)—H(19)⋯N(5ⁱ) hydrogen bond [(i) − x, 1 − y, − z; 2.798 (5) Å, 177°]. The rotational barrier around the C(1)—C(3) bond (20.1 kJ mol^{−1}) has been calculated using the AM1 semi-empirical method. Its relatively low value suggests that the molecular geometry may be easily modified in solution.

Commentaire

Le mazindol est un inhibiteur du recaptage de la dopamine. La détermination de sa structure a été entreprise dans le cadre de l'étude des relations entre la structure moléculaire et l'activité pharmacologique. L'exploration fonctionnelle du cerveau à l'aide de la méthode SPECT (Single-Photon-Emission-Computed Tomography) nécessite l'utili-

sation de mazindol iodé contenant l'isotope ^{123}I . Ce fait explique le choix du produit soumis à l'analyse structurale.



Dans la molécule représentée par la Fig. 1, les centres d'asymétrie C(1) et N(2) possèdent, le premier la configuration *S*, le second la configuration *R*. Dans celle qui s'en déduit par un centre d'inversion, les configurations des mêmes atomes sont donc *R* et *S*.

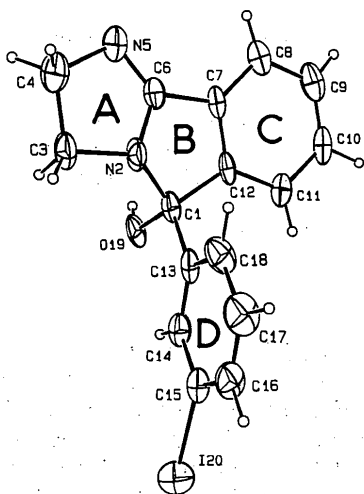


Fig. 1. Dessin de la molécule, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles

Les angles de torsion C(4)—N(5)—C(6)—N(2) [$0,7(6)^\circ$] et C(6)—C(7)—C(12)—C(1) [$3,3(5)^\circ$] indiquent que les quatre atomes qui définissent chacun d'eux sont coplanaires ou approximativement coplanaires. C(3) se trouve à $0,254(6)$ Å du plan moyen $P(A)$ calculé avec les premiers, tandis que N(2) est situé à $0,291(5)$ Å du plan moyen $P(B)$ défini par les seconds. Donc, les cycles *A* et *B* (Fig. 1) possèdent la forme enveloppe. Les cycles *C* et *D* sont plans. Les valeurs du paramètre χ^2 relatives à leurs plans moyens respectifs $P(C)$ et $P(D)$ sont égales à 2 et à 4. Les distances à $P(D)$ sont de $0,029(5)$ Å pour C(1), de $0,203(4)$ Å pour O(19) et de $0,112(1)$ Å pour I(20).

L'ensemble formé par les trois cycles *A*, *B* et *C* n'est pas très éloigné de la planéité. Les distances des atomes de carbone et d'azote qui le constituent au plan moyen $P(ABC)$ calculé avec les mêmes atomes ne dépassent pas $0,037(5)$ Å à trois exceptions près. Ces exceptions concernent C(1), N(2) et N(5) dont les distances à $P(ABC)$ appartiennent à l'intervalle $0,115(5)$ – $0,241(5)$ Å. L'angle dièdre entre $P(ABC)$ et $P(D)$ est égal à $91,3(2)^\circ$.

La Fig. 2 montre que les molécules sont associées deux par deux par la liaison hydrogène O(19)—H(19)···N(5ⁱ) [$i: -x, 1-y, -z; 2,798(5)$ Å, 177°]. Les molécules appartenant au même dimère se déduisent l'une de l'autre par un centre de symétrie. Les distances des atomes du groupement dihydroimidazoindole d'une molécule au plan $P(ABC)$ de l'autre sont comprises entre $3,388(5)$ et $3,558(5)$ Å à l'exception de celle de N(2) [$3,763(5)$ Å].

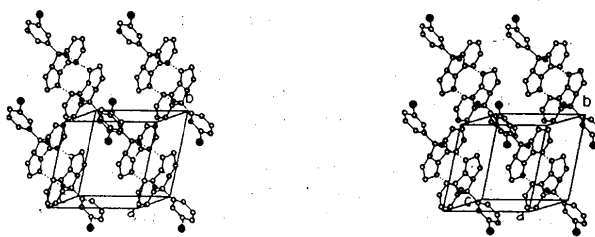


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure. Les traits en pointillé représentent les liaisons hydrogène.

L'enthalpie de la molécule libre a été calculée en fonction de l'angle de torsion O(19)—C(1)—C(13)—C(14) par la méthode semi-empirique AM1 (Dewar, Zoebisch, Healy & Stewart, 1985). Le calcul montre que les valeurs minimale et maximale ($377,4$ et $397,5$ kJ mol $^{-1}$) de l'enthalpie s'obtiennent respectivement lorsque l'angle de torsion vaut 8 et 90° . Dans le cristal, O(19)—C(1)—C(13)—C(14) est égal à $10,4(7)^\circ$. La valeur relativement basse trouvée pour la barrière de rotation autour de la liaison C(1)—C(13) ($20,1$ kJ mol $^{-1}$) suggère que la géométrie moléculaire peut se modifier facilement lorsque le produit est en solution.

Partie expérimentale

Données cristallines

C $_{16}$ H $_{13}$ IN $_2$ O

$M_r = 376,2$

Triclinique

$P\bar{1}$

$a = 8,350(2)$ Å

$b = 8,769(3)$ Å

$c = 10,1473(6)$ Å

$\alpha = 103,11(1)^\circ$

$\beta = 94,98(2)^\circ$

$\gamma = 96,45(3)^\circ$

$\lambda = 1,5418$ Å

Paramètres de la maille

déterminés à l'aide de 25 réflexions

$\theta = 16,28$ – $39,55^\circ$

$\mu = 17,8$ mm $^{-1}$

$T = 294$ K

Plaquette

$0,18 \times 0,13 \times 0,06$ mm

Incolore

$V = 714,2 (6) \text{ \AA}^3$
 $Z = 2$
 $D_x = 1,749 \text{ Mg m}^{-3}$
 Cu $K\alpha$ radiation

Origine du cristal: synthèse
 originale, cristallisation
 à partir de la solution
 methanolique

C(3)—C(4)	1,545 (8)	C(14)—C(15)	1,386 (7)
C(4)—N(5)	1,499 (9)	C(15)—C(16)	1,373 (9)
N(5)—C(6)	1,271 (7)	C(16)—C(17)	1,37 (1)
C(6)—C(7)	1,472 (8)	C(17)—C(18)	1,388 (8)
C(7)—C(8)	1,383 (7)	C(15)—I(20)	2,109 (6)
C(7)—C(12)	1,388 (7)	O(19)—N(5)*	2,798 (5)
N(2)—C(1)—C(12)	98,9 (4)	C(7)—C(8)—C(9)	117,8 (5)
N(2)—C(1)—C(13)	111,5 (4)	C(8)—C(9)—C(10)	120,5 (6)
N(2)—C(1)—O(19)	112,9 (4)	C(9)—C(10)—C(11)	121,9 (6)
C(12)—C(1)—C(13)	114,1 (4)	C(10)—C(11)—C(12)	117,4 (5)
C(12)—C(1)—O(19)	111,5 (4)	C(1)—C(12)—C(7)	110,8 (5)
C(13)—C(1)—O(19)	107,8 (4)	C(1)—C(12)—C(11)	128,8 (5)
C(1)—N(2)—C(3)	128,8 (5)	C(7)—C(12)—C(11)	120,4 (5)
C(1)—N(2)—C(6)	112,3 (5)	C(1)—C(13)—C(14)	121,0 (5)
C(3)—N(2)—C(6)	107,7 (4)	C(1)—C(13)—C(18)	119,2 (5)
N(2)—C(3)—C(4)	100,2 (5)	C(14)—C(13)—C(18)	119,8 (5)
C(3)—C(4)—N(5)	106,6 (5)	C(13)—C(14)—C(15)	119,4 (5)
C(4)—N(5)—C(6)	104,2 (4)	C(14)—C(15)—C(16)	121,2 (5)
N(2)—C(6)—N(5)	118,7 (5)	C(14)—C(15)—I(20)	117,9 (4)
N(2)—C(6)—C(7)	106,8 (4)	C(16)—C(15)—I(20)	120,8 (4)
N(5)—C(6)—C(7)	134,5 (5)	C(15)—C(16)—C(17)	119,2 (5)
C(6)—C(7)—C(8)	131,2 (5)	C(16)—C(17)—C(18)	120,8 (6)
C(6)—C(7)—C(12)	106,8 (4)	C(13)—C(18)—C(17)	119,6 (6)
C(8)—C(7)—C(12)	122,0 (5)	O(19)—H(19) · · N(5)*	177

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

*Liaison hydrogène.

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius
 CAD-4

2152 réflexions observées
 $[I \geq 3\sigma(I)]$

Balayage $\theta/2\theta$

Correction d'absorption empirique (DIFABS; Walker & Stuart, 1983)

$\theta_{\max} = 65^\circ$
 $h = -9 \rightarrow 9$

2385 réflexions mesurées

$k = 0 \rightarrow 10$

2385 réflexions indépendantes

$l = -11 \rightarrow 11$
 3 réflexions de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité: 2%

Affinement

Affinement basé sur les F

$R = 0,047$

$wR = 0,065$

$S = 1,07$

2152 réflexions

221 paramètres

Les paramètres des atomes d'hydrogène n'ont pas été affinés

$w = 1/(1+0,5F)$

$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0,01$

$\Delta\rho_{\max} = 1,0 (1) \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -1,9 (1) \text{ e \AA}^{-3}$

Correction d'extinction:
 Stout & Jensen (1968)

Coefficient d'extinction:
 $1,0 (2) \times 10^{-6}$

Facteurs de diffusion de
International Tables for X-ray Crystallography
 (1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (\AA^2)

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (abc\cos\gamma)\beta_{12} + (accos\beta)\beta_{13} + (bccos\alpha)\beta_{23}].$$

	x	y	z	B_{eq}
C(1)	0,1385 (6)	0,7942 (6)	0,1817 (5)	2,3 (1)
N(2)	0,1217 (5)	0,6448 (5)	0,2258 (5)	2,75 (9)
C(3)	0,2414 (7)	0,5374 (7)	0,2341 (6)	3,1 (1)
C(4)	0,1281 (8)	0,3812 (7)	0,2201 (6)	3,5 (1)
N(5)	-0,0376 (6)	0,4076 (6)	0,1681 (5)	2,84 (9)
C(6)	-0,0247 (7)	0,5555 (6)	0,1775 (5)	2,20 (9)
C(7)	-0,1353 (6)	0,6631 (6)	0,1419 (5)	2,14 (9)
C(8)	-0,3020 (7)	0,6420 (7)	0,1099 (6)	2,8 (1)
C(9)	-0,3744 (7)	0,7705 (8)	0,0836 (6)	3,3 (1)
C(10)	-0,2814 (7)	0,9127 (7)	0,0913 (5)	2,9 (1)
C(11)	-0,1125 (7)	0,9349 (6)	0,1243 (6)	2,7 (1)
C(12)	-0,0407 (6)	0,8060 (6)	0,1489 (5)	2,19 (9)
C(13)	0,2282 (6)	0,9307 (6)	0,2948 (5)	2,3 (1)
C(14)	0,3493 (7)	1,0360 (6)	0,2680 (5)	2,6 (1)
C(15)	0,4266 (7)	1,1594 (7)	0,3728 (5)	2,7 (1)
C(16)	0,3840 (8)	1,1796 (8)	0,5027 (6)	3,5 (1)
C(17)	0,2649 (9)	1,0737 (9)	0,5293 (6)	4,0 (1)
C(18)	0,1861 (8)	0,9485 (8)	0,4265 (6)	3,3 (1)
O(19)	0,2218 (4)	0,7857 (5)	0,0658 (4)	2,77 (8)
I(20)	0,61867 (5)	1,31050 (5)	0,32851 (4)	4,04 (1)

Tableau 2. Longueurs (\AA), angles des liaisons ($^\circ$) et écarts-type

C(1)—N(2)	1,473 (8)	C(8)—C(9)	1,40 (1)
C(1)—C(12)	1,525 (7)	C(9)—C(10)	1,376 (9)
C(1)—C(13)	1,529 (6)	C(10)—C(11)	1,402 (8)
C(1)—O(19)	1,410 (7)	C(11)—C(12)	1,398 (8)
N(2)—C(3)	1,458 (8)	C(13)—C(14)	1,379 (8)
N(2)—C(6)	1,362 (6)	C(13)—C(18)	1,390 (8)

La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et les calculs effectués avec les programmes du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). La Fig. 1 a été réalisée avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976) et la Fig. 2 avec le programme *MOLDRAW* (Cense, 1989).

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotrope équivalents sont rapportés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les numéros des atomes sont indiqués sur la Fig. 1.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H et O—H, des distances interatomiques intermoléculaires, des distances des atomes aux plans moyens et des angles de torsion ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55702: 17 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: PA 1025]

Références

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Cense, J.-M. (1989). *Tetrahedron Comp. Methodol.* **2**, 65–71.
- Dewar, J. S., Zebisch, E. G., Healy, E. F. & Stewart, J. J. P. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 3902–3909.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- 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.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: Macmillan.
- Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159–166.