

C7'—C8'—C9'—C11'	-179,7 (3)
C7'—C17'—C18'—C19'	-172,1 (3)
C8'—C9'—C11'—C12'	-1,0 (2)
C9'—C11'—C12'—C13'	0,9 (2)
C17'—C18'—C19'—N20'	-62,3 (2)
C18'—C19'—N20'—C21'	-68,2 (3)
C18'—C19'—N20'—C22'	107,9 (3)
C19'—N20'—C22'—O23'	3,1 (2)
C19'—N20'—C22'—O24'	-175,4 (3)

La structure a été déterminée par les méthodes directes (*MULTAN11/80*; Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Les paramètres ont été affinés par la méthode moindres carrés (*SHELX76*; Sheldrick, 1976). Les dessins ont été obtenus à l'aide de programme *ORTEP* (Johnson, 1965). Tous les programmes utilisés ont été implantés sur un MicroVAX II.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1112). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Bargava, K. P. & Chandra, O. (1963). *Br. J. Pharmacol. Chemother.* **21**, 436–440.
- Brouant, P., Pierrot, M., Baldy, A., Soyfer, J. C. & Barbe, J. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1590–1593
- Friebel, H., Flick, H. & Reichle, C. (1954). *Arzneim. Forsch.* **4**, 171–175.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Kraus, M. A. (1973). *Synthesis*, pp. 361–362.
- 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*. Univs. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- Oddon, Y., Darbon, B., Reboul, J.-P., Cristau, B., Soyfer, J. C. & Pèpe, G. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 524–526.
- Pèpe, G., Reboul, J.-P. & Oddon, Y. (1989). *Eur. J. Med. Chem.* **24**, 1–13.
- Pèpe, G. & Siri, D. (1990). *Studies in Physical and Theoretical Chemistry*, Tome 71, édité par J. L. Rivaill, pp. 93–101. Amsterdam: Elsevier.
- Reboul, J.-P. (1983). PhD thèse, Univ. d'Aix-Marseille III, Marseille, France.
- Reboul, J.-P., Cristau, B., Estienne, J. & Astier, J. P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2018–2112.
- Reboul, J.-P., Cristau, B. & Pèpe, G. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 394–398.
- Reboul, J.-P., Cristau, B. & Pèpe, G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1489–1495.
- Reboul, J.-P., Cristau, B., Soyfer, J. C. & Estienne, J. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2683–2688.
- Reboul, J.-P., Oddon, Y., Caranoni, C., Soyfer, J. C., Barbe, J. & Pèpe, G. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 537–539.
- Reboul, J.-P. & Pèpe, G. (1993). Communication Privée.
- Reboul, J.-P., Soyfer, J. C., Cristau, B., Caranoni, C. & Pèpe, G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2633–2638.
- Reboul, J.-P., Soyfer, J. C., Cristau, B., Darbon, B., Oddon, Y. & Pèpe, G. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 600–603.
- Sharma, V. N., Pancholi, N. S. & Sharma, H. L. (1971). *Indian J. Exp. Biol.* **9**, 172–176.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. de Cambridge, Angleterre.

Acta Cryst. (1995). **C51**, 974–976

2-Acrylamido-2-hydroxyméthylpropan-1,3-diol

YVES ODDON*

Laboratoire de Chimie Biorganique, Faculté des Sciences, 33, Louis Pasteur, 84000 Avignon CEDEX, France

JEAN-PIERRE REBOUL

GERCTOP, URA CNRS 1411, Faculté de Pharmacie, 27 Boulevard Jean-Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

GÉRARD PÈPE ET DIDIER SIRI

CRMC2-CNRS, Campus de Luminy, Case 913, 13288 Marseille CEDEX 9, France

BERNARD PUCCI ET ANDRÉ A. PAVIA

Laboratoire de Chimie Biorganique, Faculté des Sciences, 33 Louis Pasteur, 84000 Avignon CEDEX, France

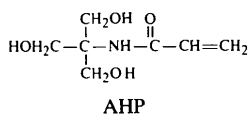
(Reçu le 8 octobre 1992, accepté le 3 juin 1994)

Abstract

The atomic structure of *N*-[2-(hydroxyméthyl)-1,3-dihydroxy-2-propyl]acrylamic acid, C₇H₁₃NO₄, is described. Three hydrogen bonds link the molecules to form the crystal. Comparison with theoretical data supports the hypothesis that bitterness of the studied compound is related to the length of the hydrophobic chain.

Commentaire

L'étude structurale du 2-acrylamido-2-hydroxyméthylpropane-1,3-diol (AHP) s'inscrit dans le cadre d'un ensemble de recherches concernant la synthèse chimique de produits tensioactifs dérivés de ce composé (Pucci, Maurizis & Pavia, 1991; Pavia, Pucci, Riess & Zarif, 1991; Boyer, Lamaty, Moussamou-Missima, Pavia, Pucci & Roque, 1992). Ce substrat est utilisé en biologie et en médecine pour ses propriétés acido-basiques (Nahas, 1962) et il peut être transformé en un dérivé polymérisable ou télomérisable. Les télomères obtenus par polymérisation des monomères acrylamides en présence d'agents de transfert de chaîne de type alcanethiol ou perfluoroalcanethiol présentent des propriétés tensioactives remarquables et peuvent être utilisés comme agent solubilisant de protéines membranaires ou comme émulsionnant de fluorocarbures pour le transport d'oxygène *in vivo*.



Les longueurs de liaison C(3)—N [1,337(4) Å] et C(4)—N [1,460(4) Å] sont analogues à celles observées dans les gluconamides, 1,334 et 1,459 Å (Odden, Darbon-Meyssonier, Rebul, Pèpe, Decoster & Pavia, 1986). La molécule de AHP présente deux plans: le plan A contenant les atomes C(4), C(5) et C(7) et le plan B contenant les atomes C(1), C(2), C(3), O(1), N et C(4). L'angle entre les plans A^B est de 114,7°.

La Fig. 2 permet de mettre en évidence l'orientation et l'empilement des molécules. La cohésion du cristal est assurée par trois liaisons hydrogène intermoléculaires par molécule. Elles sont comparables à celles observées dans les aldoamides substitués (Baeyens-Volant, Fornasier, Szalai & David, 1986).

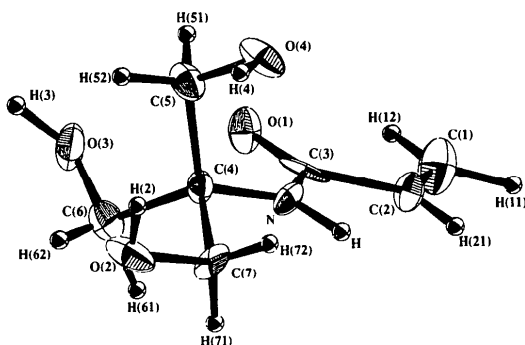


Fig. 1. Géométrie moléculaire du 2-acrylamido-2-hydroxyméthylpropane-1,3-diol (AHP) obtenue à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965). Les ellipsoïdes de vibration des atomes non hydrogène ont une probabilité de 50%. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des sphères de rayon arbitraire.

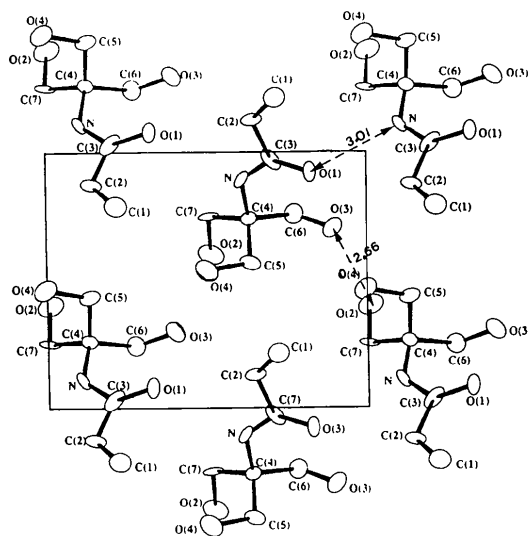


Fig. 2. Projection de la structure du AHP le long de l'axe a.

Le composé AHP ne présente pas une conformation suffisamment proche du modèle décrit par la théorie de de Kier (1972) pour avoir un pouvoir sucrant mais il possède une légère amertume. Cette constatation confirme l'hypothèse selon laquelle tout écart de la chaîne hydrophobe par rapport au modèle théorique, serait corrélé à l'apparition de la saveur amère (Brussel, Peer & van der Heijden, 1975; Pautet & Nofre, 1978; Belitz, Chen, Jugel, Treleano, Wieser, Gasteiger & Marsili, 1979; Iwamura, 1981). En effet la distance entre la partie hydrophile donneuse de protons O(3)—H et le site accepteur de proton O(1) est de 2,6 Å. Les distances entre ces deux sites et la partie hydrophobe sont les suivantes: O(3)···C(1) 2,9 et O(1)···C(1) 5,5 Å. Les valeurs correspondant au modèle théorique sont successivement: 2,6, 3,5 et 5,5 Å. Ces auteurs montrent une corrélation entre l'intensité de la saveur et la longueur de certaines chaînes latérales ainsi qu'une transition au goût amer, ce qui correspond à une différence sur la distance entre le point d'interaction O(1) et la partie hydrophobe C(1) de la molécule.

Partie expérimentale

Le composé AHP a été préparé à la température ambiante (292 K) par évaporation lente d'une solution saturée en produit AHP dans le méthanol anhydre. Des monocristaux incolores sous forme parallélépipédique. La masse volumique est mesurée par flottaison du cristal dans un mélange hexane/CCl₄.

Données cristallines

C₇H₁₃NO₄
M_r = 175,18
 Monoclinique
*P**c*
a = 6,025 (4) Å
b = 7,566 (4) Å
c = 9,588 (5) Å
 β = 101,64 (4)°
V = 428,1 (7) Å³
Z = 2
D_x = 1,359 Mg m⁻³
D_m = 1,37 (2) Mg m⁻³

Cu Kα radiation
 λ = 1,5418 Å
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 θ = 3–53°
 μ = 0,957 mm⁻¹
T = 293 K
 Petit prisme
 0,45 × 0,48 × 0,5 mm
 Incolore

Collection des données

Diffractionnètre Enraf–Nonius
 CAD-4
 Balayage θ
 Pas de correction d'absorption
 1784 réflexions mesurées
 1784 réflexions indépendantes
 1259 réflexions observées
 [*I* > 3σ(*I*)]

*R*_{int} = 0,01
 θ_{max} = 53°
h = 0 → 6
k = 0 → 8
l = -10 → 10
 3 réflexions de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité: 3%

Affinement

Affinement basé sur les *F*
R = 0,031

w = 1
 (Δ/σ)_{max} = 0,3

$wR = 0,031$
 $S = 0,21$
 973 réflexions
 146 paramètres
 Toutes les paramètres des
 atomes d'hydrogène
 affinées

$\Delta\rho_{\max} = 0,2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0,2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
 Facteurs de diffusion des
International Tables for
X-ray Crystallography
 (1974, Tome IV, Tableau
 2.2B)

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

$$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	B_{eq}
O(1)	1,1236 (4)	0,0781 (2)	-0,3226 (3)	2,2 (1)
O(2)	0,6125 (4)	0,3994 (3)	-0,0096 (3)	2,9 (1)
O(3)	0,7794 (5)	0,2968 (3)	-0,3931 (3)	2,7 (1)
O(4)	1,1590	0,4624 (3)	0,0054	2,8 (1)
N	1,0376 (5)	0,1069 (3)	-0,1064 (3)	1,8 (1)
C(1)	1,4103 (7)	-0,2121 (4)	-0,2154 (4)	3,5 (2)
C(2)	1,2944 (5)	-0,1280 (3)	-0,1405 (3)	2,2 (2)
C(3)	1,1424 (5)	0,0301 (3)	-0,2009 (4)	2,1 (2)
C(4)	0,8873 (5)	0,2602 (3)	-0,1285 (3)	1,6 (1)
C(5)	1,0195 (5)	0,4322 (3)	-0,1319 (3)	2,2 (2)
C(6)	0,6997 (6)	0,2430 (4)	-0,2707 (4)	2,5 (2)
C(7)	0,7595 (6)	0,2514 (3)	-0,0028 (4)	1,9 (2)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å , °)

C(1)—C(2)	1,269 (4)	C(4)—C(6)	1,591 (4)
C(2)—C(3)	1,546 (4)	C(4)—C(7)	1,557 (4)
C(3)—O(1)	1,205 (3)	C(5)—O(4)	1,430 (3)
C(3)—N	1,337 (4)	C(6)—O(3)	1,415 (4)
C(4)—N	1,460 (4)	C(7)—O(2)	1,421 (4)
C(4)—C(5)	1,530 (4)		
C(1)—C(2)—C(3)	121,9 (3)	C(6)—C(4)—N	111,8 (2)
C(2)—C(3)—O(1)	121,9 (3)	C(6)—C(4)—C(7)	106,4 (2)
C(2)—C(3)—N	114,0 (2)	C(7)—C(4)—N	104,0 (2)
N—C(3)—O(1)	124,1 (3)	C(4)—C(5)—O(4)	109,2 (2)
C(5)—C(4)—N	111,6 (2)	C(4)—C(6)—O(3)	112,7 (2)
C(5)—C(4)—C(6)	109,5 (2)	C(4)—C(7)—O(2)	109,4 (2)
C(5)—C(4)—C(7)	113,2 (2)	C(3)—N—C(4)	127,6 (3)
C(1)—C(2)—C(3)—O(1)	1,6 (2)	C(5)—C(4)—C(7)—O(2)	56,4 (2)
C(1)—C(2)—C(3)—N	-178,0 (3)	C(6)—C(4)—C(5)—O(4)	169,8 (2)
C(2)—C(3)—N—C(4)	178,6 (1)	C(6)—C(4)—C(7)—O(2)	-64,0 (2)
C(3)—N—C(4)—C(5)	-75,1 (2)	C(7)—C(4)—C(5)—O(4)	51,2 (1)
C(3)—N—C(4)—C(6)	48,0 (2)	C(7)—C(4)—C(6)—O(3)	163,6 (3)
C(3)—N—C(4)—C(7)	162,5 (3)	N—C(4)—C(5)—O(4)	-65,8 (1)
C(4)—N—C(3)—O(1)	-1,0 (1)	N—C(4)—C(6)—O(3)	-83,4 (2)
C(5)—C(4)—C(6)—O(3)	40,9 (2)	N—C(4)—C(7)—O(2)	177,8 (3)

Pour définir l'origine dans le plan de glissement, l'atome O(4) est bloqué suivant x et z. Les facteurs d'agitation thermique des atomes d'hydrogène ont été fixés.

Collection des données: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1977). Affinement des paramètres de la maille: *CAD-4 Software*. Réduction des données: programme élaboré au laboratoire du CRMC2. Programme(s) pour la solution de la structure: *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980). Programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Les dessins ont été obtenus à l'aide de *ORTEP* (Johnson, 1965).

Nous tenons à remercier Monsieur J. P. Astier du Centre de Recherches sur les Mécanismes de la croissance Cristalline pour l'assistance technique qu'il nous a apportée lors de l'enregistrement des intensités diffractées.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène, ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: DU1031). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Baeyens-Volant, D., Fornasier, R., Szalai, E. & David, C. (1986). *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **135**, 93–110.
- Belitz, H. D., Chen, W., Jugel, H., Treleano, R., Wieser, H., Gasteiger, J. & Marsili, M. (1979). *Food Taste Chemistry*, édité par J. C. Boudreaup, 93–131. Washington: American Chemical Society.
- Boyer, B., Lamaty, G., Moussamou-Missima, J. M., Pavia, A. A., Pucci, B. & Roque, J. P. (1992). *Tetrahedron*, **48**, 2415–2426.
- Brussel, L. B. P., Peer, H. G. & van der Heijden, A. (1975). *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* **159**, 337–433.
- Enraf-Nonius (1977). *CAD-4 Software*. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Iwamura, H. (1981). *J. Med. Chem.* **24**, 572–583.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Kier, L. B. de (1972). *J. Pharm. Sci.* **61**, 1394–1397.
- 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*. Univs. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- Nahas, G. G. (1962). *Pharmacol. Rev.* **14**, 447–472.
- Oddon, Y., Darbon-Meyssonier, N., Reboul, J. P., Pèpe, G., Decoster, E. & Pavia, A. A. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 1764–1766.
- Pautet, F. & Nofre, C. (1978). *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* **166**, 167–170.
- Pavia, A. A., Pucci, B., Riess, J. G. & Zarif, L. (1991). *Biomed. Chem. Lett.* **1**, 103–106.
- Pucci, B., Maurizis, J. C. & Pavia, A. A. (1991). *Eur. Polym. J.* **27**, 1101–1106.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. de Cambridge, Angleterre.

Acta Cryst. (1995). **C51**, 976–978

N-Phenylsulfonyl-N-o-chlorophenylmethacrylamide, C₁₆H₁₄ClNO₃S

TSUYOSHI SHIRAGA, TETSUYUKI IWAMOTO† AND SETSUO KASHINO*

Department of Chemistry, Faculty of Science, Okayama University, Tsushima, Okayama 700, Japan

(Received 20 September 1994; accepted 24 October 1994)

Abstract

N-Phenylsulfonyl-N-o-chlorophenylmethacrylamide was obtained as a by-product in the synthesis of N-o-chlorophenylmethacrylamide. The geometry of the

† On leave from Kobe Women's University Seto Junior College, Seto, Akaiwa, Akaiwa, Okayama 709-08, Japan.