

## Structure Cristalline du Penbutolol [Sulfate de (Cyclopentyl-2' Phénoxy)-1 *tert*-Butylamino-3 Propanol-2]

PAR M. GADRET, M. GOURSOLLE, J. M. LEGER ET J. C. COLLETER

Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie, Université de Bordeaux II, 91 rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France et Laboratoire de Cristallographie associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405-Talence, France

(Reçu le 17 octobre 1975, accepté le 30 octobre 1975)

The crystal structure of 1-(2'-cyclopentylphenoxy)-3-*t*-butylaminopropan-2-ol sulphate has been solved by the heavy-atom method. Crystal data are: space group  $P2_1$ ,  $a = 14.189$ ,  $b = 12.184$ ,  $c = 6.071$  Å.  $\beta = 96.13^\circ$ . The final  $R$  value is 0.042.  $\text{SO}_4\text{H}^-$  is responsible for crystalline cohesion.

### Introduction

Les  $\beta$  bloquants constituent une famille de molécules biologiquement très actives. Nous avons déjà déterminé la structure de plusieurs d'entre eux (Gadret, Goursolle, Leger & Colleter, 1975*a, b*). Le sulfate de (cyclopentyl-2' phénoxy)-1 *tert*-butylamino-3 propanol-2 appartient à cette série (Fig. 1).

### Partie expérimentale

Ce composé cristallise à partir d'une solution saturée dans l'éthanol-sulfurique, sous forme de petits prismes monocliniques blancs.

Les diagrammes de Bragg et de Weissenberg nous ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisées lors des mesures au diffractomètre.

### Données cristallographiques

Groupe de symétrie monoclinique  $P2_1$   
 $a = 14,18$  (9) Å  $V = 1043,54$  Å<sup>3</sup>  
 $b = 12,18$  (4)  $Z = 2$   
 $c = 6,07$  (1)  $D_m = 1,248$  g cm<sup>-3</sup>  
 $\beta = 96,13^\circ$   $D_c = 1,224$

Nombre de réflexions mesurées 1775 dont 1440 observées. Les intensités ont été mesurées par la méthode des cinq points sur un diffractomètre automatique Siemens équipé d'un compteur à scintillations, en balayage  $\theta-2\theta$  et en utilisant le rayonnement Cu  $K\alpha$ .

### Détermination de la structure

Excepté pour l'hydrogène où les valeurs de Stewart, Davidson & Simpson (1965) ont été retenues, nous avons utilisé les facteurs de diffusion classiques. Tous les calculs ont été réalisés sur ordinateur IRIS 80 de la C.I.I.

La présence d'un ion sulfate, nous a amené à utiliser la méthode de l'atome lourd. La résolution de cette structure a été menée à bien en plusieurs étapes.

Un calcul de  $F_c$  réalisé avec uniquement l'ion sulfate dont la position a été déduite de la fonction de Patter-

son, donnait un coefficient de reliabilité  $R = 0,44$ . Une première série de sections de Fourier indiquait les atomes de la chaîne. Le calcul de  $F_c$  qui suivait avec tous ces atomes et l'ion sulfate donnait un  $R$  de 0,33. Une deuxième série de sections de Fourier mettait en évidence la totalité de la molécule.

L'affinement par moindres carrés a ensuite été conduit de la façon suivante:

- Avec une agitation thermique isotrope sur tous les atomes, après cinq cycles d'affinement:  $R = 0,11$ ;
- Avec une agitation thermique anisotrope sur tous les atomes, après cinq cycles d'affinement:  $R = 0,063$ ;
- A ce stade, des sections différence de Cochran ont permis de localiser tous les atomes d'hydrogène. Après deux cycles d'affinement supplémentaires avec une agitation anisotrope sur les atomes de C, N, O, S et isotrope sur les atomes d'hydrogène, le facteur  $R$  final est alors égal à 0,042.\*

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31492: 19 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

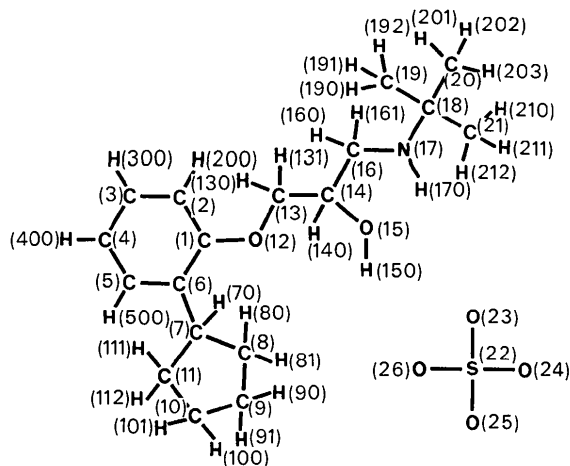


Fig. 1. Numérotation atomique.

Tableau 1. Paramètres atomiques

	$x$ ( $\times 10^4$ )	$y$ ( $\times 10^4$ )	$z$ ( $\times 10^4$ )	$B_{11}$	$B_{22}$	$B_{33}$	$B_{12}$	$B_{13}$	$B_{23}$
C(1)	2000 (4)	5107 (4)	2171 (10)	46 (3)	56 (4)	315 (18)	-16 (5)	-50 (12)	34 (14)
C(2)	2174 (5)	4450 (5)	390 (11)	80 (4)	63 (4)	354 (22)	-2 (7)	-49 (16)	-51 (17)
C(3)	1410 (5)	4103 (6)	-1122 (13)	92 (5)	85 (6)	406 (26)	-28 (8)	-75 (18)	-23 (20)
C(4)	513 (5)	4416 (6)	-788 (14)	87 (5)	86 (6)	509 (29)	-50 (9)	-169 (19)	62 (22)
C(5)	339 (4)	5090 (5)	997 (13)	55 (3)	74 (5)	526 (28)	-22 (7)	-109 (16)	85 (20)
C(6)	1092 (4)	5464 (4)	2499 (10)	51 (3)	49 (4)	393 (20)	-13 (6)	-11 (13)	67 (16)
C(7)	951 (4)	6197 (5)	4417 (11)	40 (3)	65 (4)	458 (24)	-8 (6)	30 (13)	85 (17)
C(8)	1401 (4)	7346 (5)	4366 (14)	58 (4)	66 (5)	593 (30)	-20 (7)	89 (17)	-30 (20)
C(9)	969 (5)	7976 (6)	6161 (14)	79 (4)	81 (5)	598 (31)	0 (8)	132 (20)	-29 (21)
C(10)	42 (4)	7407 (6)	6518 (14)	52 (3)	98 (6)	674 (35)	3 (8)	138 (19)	25 (25)
C(11)	-75 (5)	6484 (6)	4808 (14)	42 (3)	86 (5)	625 (30)	-7 (6)	60 (16)	67 (21)
O(12)	2703 (2)	5406 (3)	3772 (6)	38 (2)	87 (3)	307 (12)	-7 (4)	-4 (7)	-36 (11)
C(13)	3656 (3)	5329 (4)	3311 (9)	38 (3)	59 (4)	316 (17)	-2 (5)	-2 (11)	-39 (14)
C(14)	4257 (4)	5793 (4)	5299 (8)	49 (3)	51 (4)	231 (15)	10 (5)	37 (10)	10 (12)
O(15)	4031 (2)	6924 (3)	5664 (6)	52 (2)	47 (2)	284 (11)	7 (4)	27 (8)	-45 (9)
C(16)	5300 (3)	5677 (5)	4957 (8)	45 (3)	66 (4)	180 (14)	3 (5)	17 (10)	-4 (13)
N(17)	5909 (3)	5965 (3)	7037 (7)	34 (2)	52 (3)	244 (13)	11 (4)	15 (8)	-21 (10)
C(18)	6970 (3)	6035 (4)	6859 (9)	36 (3)	57 (4)	319 (18)	-4 (5)	61 (11)	1 (14)
C(19)	7301 (4)	4962 (6)	5856 (14)	50 (3)	93 (6)	596 (31)	19 (7)	72 (17)	-115 (23)
C(20)	7437 (4)	6197 (6)	9248 (12)	55 (4)	114 (6)	384 (22)	0 (8)	-62 (14)	36 (21)
C(21)	7148 (4)	7033 (5)	5443 (11)	55 (3)	85 (5)	416 (23)	-37 (7)	92 (15)	22 (19)
S(22)	5264 (1)	3366 (1)	-448 (2)	59 (1)	40 (1)	238 (3)	1 (2)	48 (2)	23 (4)
O(23)	5446 (3)	4466 (3)	283 (7)	101 (3)	54 (3)	302 (13)	-25 (5)	81 (10)	-29 (10)
O(24)	5216 (4)	3282 (4)	-2820 (6)	136 (4)	60 (3)	233 (11)	15 (6)	37 (10)	-13 (12)
O(25)	6150 (3)	2642 (4)	402 (7)	62 (2)	108 (4)	394 (15)	53 (5)	91 (10)	92 (14)
O(26)	4455 (3)	2880 (4)	487 (9)	66 (3)	87 (4)	584 (20)	-10 (5)	69 (12)	186 (14)

Tableau 1 (suite)

	$x$ ( $\times 10^4$ )	$y$ ( $\times 10^4$ )	$z$ ( $\times 10^4$ )	$B$
H(70)	1241 (38)	5837 (47)	5795 (95)	5,0
H(80)	2110 (41)	7326 (50)	4654 (102)	6,6
H(81)	1243 (41)	7679 (56)	2893 (99)	6,7
H(90)	1414 (40)	7959 (49)	7621 (94)	5,9
H(91)	812 (40)	8767 (49)	5667 (100)	6,2
H(100)	79 (41)	7108 (54)	8073 (102)	6,9
H(101)	-491 (41)	7925 (50)	6310 (98)	6,5
H(110)	-400 (38)	5856 (51)	5384 (101)	5,9
H(111)	-434 (40)	6753 (51)	3378 (100)	5,8
H(200)	2853 (40)	4216 (49)	183 (99)	5,8
H(300)	1547 (40)	3637 (52)	-2440 (98)	7,0
H(400)	-14 (41)	4172 (53)	-1754 (101)	6,8
H(500)	-347 (38)	5303 (48)	1197 (99)	5,5
H(130)	3841 (38)	4544 (47)	2992 (94)	4,9
H(131)	3780 (38)	5797 (51)	1854 (97)	5,2
H(140)	4110 (36)	5386 (44)	6687 (88)	4,4
H(150)	4214 (39)	7360 (47)	4321 (100)	5,8
H(160)	5426 (37)	4845 (49)	4482 (95)	5,0
H(161)	5462 (38)	6174 (48)	3698 (94)	4,8
H(170)	5655 (43)	6115 (54)	8397 (105)	7,7
H(190)	7178 (40)	4336 (49)	6882 (99)	6,1
H(191)	7957 (40)	4934 (51)	5627 (106)	5,8
H(192)	6921 (41)	4879 (52)	4328 (107)	6,0
H(203)	8130 (43)	6254 (54)	9258 (101)	6,4
H(201)	7170 (39)	6872 (53)	10001 (98)	6,2
H(202)	7278 (40)	5579 (54)	10239 (100)	6,3
H(210)	6743 (42)	7036 (55)	3940 (112)	7,4
H(211)	7770 (38)	7072 (51)	5174 (97)	5,7
H(212)	6988 (40)	7685 (55)	6263 (104)	7,0

## Résultats

Le Tableau 1 comporte les paramètres atomiques :

- Coordonnées atomiques;
- Coefficient d'agitation isotrope pour les atomes d'hydrogène uniquement;

- Coefficients d'agitation thermique anisotrope ( $\beta_{ij}$ ) pour les atomes à multiplier par  $10^4$ .

A partir de ces valeurs nous avons calculé les distances interatomiques avec leur  $\sigma$  (Tableau 2) et les angles interatomiques avec leur  $\sigma$  (Tableau 3).

Ces résultats entraînent les remarques suivantes :

- Le cyclopentane n'est pas plan (Fig. 2). Les angles de liaisons sont en moyenne inférieurs à  $108^\circ$  (valeur

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

C(1)—C(2)	1,389 (8)	C(2)—H(200)	1,025 (58)
C(2)—C(3)	1,408 (10)	C(3)—H(300)	1,016 (61)
C(3)—C(4)	1,365 (11)	C(4)—H(400)	0,948 (60)
C(4)—C(5)	1,402 (11)	C(5)—H(500)	1,028 (56)
C(5)—C(6)	1,404 (9)	C(13)—H(130)	1,016 (58)
C(6)—C(1)	1,395 (8)	C(13)—H(131)	1,083 (59)
C(1)—O(12)	1,365 (7)	C(14)—H(140)	1,019 (53)
O(12)—C(13)	1,414 (6)	C(16)—H(160)	1,074 (60)
C(13)—C(14)	1,511 (7)	C(16)—H(161)	1,021 (57)
C(14)—O(15)	1,437 (6)	N(17)—H(170)	0,953 (63)
C(14)—C(16)	1,522 (7)	C(19)—H(190)	1,011 (60)
C(16)—N(17)	1,494 (6)	C(19)—H(191)	0,956 (58)
N(17)—C(18)	1,523 (6)	C(19)—H(192)	1,027 (64)
C(18)—C(19)	1,537 (9)	C(20)—H(203)	0,985 (62)
C(18)—C(20)	1,542 (9)	C(20)—H(201)	1,032 (62)
C(18)—C(21)	1,526 (9)	C(20)—H(202)	1,005 (63)
S(22)—O(23)	1,427 (4)	C(21)—H(210)	1,025 (66)
S(22)—O(24)	1,438 (4)	C(21)—H(211)	0,916 (55)
S(22)—O(25)	1,577 (5)	C(21)—H(212)	0,977 (65)
S(22)—O(26)	1,460 (5)	C(7)—H(70)	0,994 (57)
C(6)—C(7)	1,497 (9)	C(8)—H(80)	1,003 (59)
C(7)—C(8)	1,540 (9)	C(8)—H(81)	0,986 (62)
C(8)—C(9)	1,516 (11)	C(9)—H(90)	1,032 (57)
C(9)—C(10)	1,522 (10)	C(9)—H(91)	1,027 (60)
C(10)—C(11)	1,527 (11)	C(10)—H(100)	1,007 (63)
C(11)—C(7)	1,540 (9)	C(10)—H(101)	0,984 (60)
		C(11)—H(110)	0,978 (60)
		C(11)—H(111)	1,013 (60)
		O(15)—H(150)	1,030 (59)

admise lorsque le cycle est plan); les distances au plan moyen de ce cycle des atomes le composant montrent que C(7), C(9), C(10) sont en dessous et C(8), C(11) au dessus (Tableau 4). Ce cycle adopte une position plus stable que la forme plane; il prend une conformation plissée dans laquelle les hydrogènes ne sont pas éclipsés.

- Au niveau de la chaîne, il faut noter la différence des distances entre C(1)-O(12) et O(12)-C(13) qui est à rapprocher de celle qui existe entre un C-OH phénolique et un C-OH alcoolique. Remarquons également une dissymétrie dans les deux longueurs de liaisons C(16)-N(17) et N(17)-C(18). Ces deux caractères semblent être constants dans bien des dérivés de cette série (Gadret, Goursolle, Leger & Colleter, 1975a, b).

- Quant à l'anion sulfate, on peut souligner une certaine dissymétrie dans les liaisons S-O. Il s'agit d'un sulfate acide. Nous n'avons pas pu localiser l'hydrogène acide mais le réseau de liaisons hydrogène qui intéresse l'environnement de cet anion permet de le situer sur l'O(25). En effet l'oxygène O(24) est engagé dans une liaison hydrogène forte O(15) (I)-O(24) (IV) = 2,69 Å dans laquelle l'H(150) (I) est engagé: H(150) (I)-O(24) (IV) = 1,71 Å. L'azote N(17) partage l'hydrogène H(170) dont il est porteur entre les deux oxygènes O(23) et O(26): N(17) (I)-O(23) (II) = 2,81 Å; N(17) (I)-O(26) (V) = 2,86 Å; H(170) (I)-O(23) (II) = 2,35 Å et H(170) (I)-O(26) (V) = 2,26 Å. L'oxygène

O(25), quant à lui, est engagé dans une liaison hydrogène avec O(15): O(15) (I)-O(25) (V) = 2,58 Å. L'hydrogène H(150) (I) étant déjà engagé dans une autre liaison du même type, la liaison O(15)-O(25) ne peut

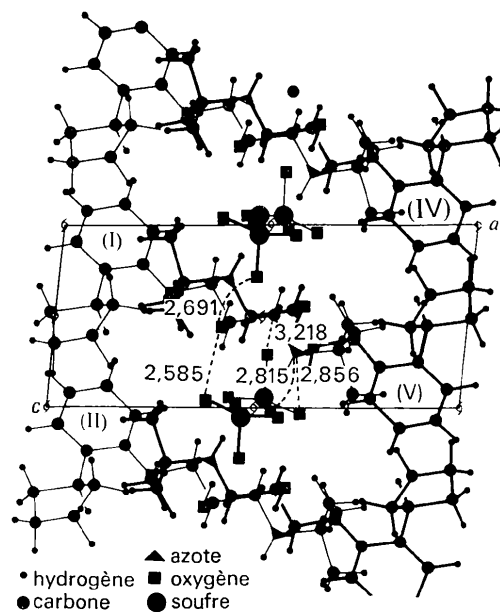


Fig. 2. Projection (010) de la structure.

Tableau 3. Angles interatomiques en degrés centièmes

C(1)-C(2)-C(3)	119,5 (6)	C(11)-C(7)-C(3)	101,3 (5)	H(203)-C(20)-H(201)	110,7 (50)
C(2)-C(3)-C(4)	118,9 (7)	C(11)-C(7)-C(6)	117,5 (5)	H(203)-C(20)-H(202)	109,6 (51)
C(3)-C(4)-C(5)	121,5 (7)	C(1)-C(2)-H(200)	120,1 (33)	H(201)-C(20)-H(202)	102,5 (48)
C(4)-C(5)-C(6)	120,4 (6)	H(200)-C(2)-C(3)	120,2 (33)	C(18)-C(21)-H(210)	113,1 (36)
C(5)-C(6)-C(1)	117,1 (5)	C(2)-C(3)-H(300)	118,8 (34)	C(18)-C(21)-H(211)	111,2 (37)
C(6)-C(1)-C(2)	122,2 (5)	H(300)-C(3)-C(4)	122,2 (34)	C(18)-C(21)-H(212)	107,4 (37)
C(6)-C(1)-O(12)	115,5 (5)	C(3)-C(4)-H(400)	120,5 (37)	H(210)-C(21)-H(211)	107,4 (52)
C(2)-C(1)-O(12)	122,1 (5)	H(400)-C(4)-C(5)	117,9 (38)	H(210)-C(21)-H(212)	108,1 (52)
C(1)-O(12)-C(13)	118,8 (4)	C(4)-C(5)-H(500)	119,1 (33)	H(211)-C(21)-H(212)	109,2 (52)
O(12)-C(13)-C(14)	106,7 (4)	H(500)-C(5)-C(6)	120,3 (33)	C(7)-C(8)-H(80)	112,6 (35)
C(13)-C(14)-C(16)	109,2 (4)	O(12)-C(13)-H(130)	111,8 (32)	C(9)-C(8)-H(80)	111,2 (35)
C(13)-C(14)-O(15)	111,4 (4)	O(12)-C(13)-H(131)	111,6 (31)	C(7)-C(8)-H(81)	109,7 (37)
O(15)-C(14)-C(16)	110,2 (4)	H(130)-C(13)-H(131)	105,8 (44)	C(8)-C(9)-H(90)	110,4 (33)
C(14)-C(16)-N(17)	110,2 (4)	C(14)-C(13)-H(130)	111,6 (32)	C(10)-C(9)-H(90)	109,0 (33)
C(16)-N(17)-C(18)	116,1 (4)	C(14)-C(13)-H(131)	109,1 (31)	C(8)-C(9)-H(91)	110,9 (34)
N(17)-C(18)-C(19)	109,0 (4)	C(13)-C(14)-H(140)	109,3 (30)	C(10)-C(9)-H(91)	107,8 (34)
N(17)-C(18)-C(20)	105,5 (4)	C(16)-C(14)-H(140)	110,8 (30)	H(90)-C(9)-H(91)	111,3 (47)
N(17)-C(18)-C(21)	107,9 (4)	O(15)-C(14)-H(140)	105,6 (30)	C(9)-C(10)-H(100)	109,8 (36)
C(19)-C(18)-C(20)	111,3 (5)	C(14)-C(16)-H(160)	108,4 (30)	C(11)-C(10)-H(100)	111,2 (36)
C(19)-C(18)-C(21)	112,2 (5)	C(14)-C(16)-H(161)	110,3 (32)	C(9)-C(10)-H(101)	110,6 (35)
C(20)-C(18)-C(21)	110,3 (5)	H(160)-C(16)-H(161)	107,5 (44)	C(11)-C(10)-H(101)	111,0 (35)
O(23)-S(22)-O(24)	111,4 (3)	N(17)-C(16)-H(160)	110,5 (30)	H(100)-C(10)-H(101)	108,3 (50)
O(23)-S(22)-O(25)	108,2 (2)	N(17)-C(16)-H(161)	109,7 (32)	C(10)-C(11)-H(110)	110,7 (35)
O(23)-S(22)-O(26)	112,5 (3)	C(16)-N(17)-H(170)	122,6 (38)	C(7)-C(11)-H(110)	111,5 (35)
O(24)-S(22)-O(25)	103,7 (3)	C(18)-N(17)-H(170)	121,2 (38)	C(10)-C(11)-H(111)	110,6 (34)
O(24)-S(22)-O(26)	113,8 (3)	C(18)-C(19)-H(190)	108,4 (34)	C(7)-C(11)-H(111)	109,7 (34)
O(25)-S(22)-O(26)	106,1 (3)	C(18)-C(19)-H(191)	115,5 (37)	H(110)-C(11)-H(111)	110,2 (49)
C(5)-C(6)-C(7)	122,9 (5)	C(18)-C(19)-H(192)	106,7 (35)	C(6)-C(7)-H(70)	108,2 (33)
C(1)-C(6)-C(7)	119,9 (5)	H(190)-C(19)-H(191)	107,3 (50)	C(8)-C(7)-H(70)	106,4 (33)
C(6)-C(7)-C(8)	115,9 (5)	H(190)-C(19)-H(192)	111,9 (49)	C(11)-C(7)-H(70)	106,4 (33)
C(7)-C(8)-C(9)	104,2 (5)	H(191)-C(19)-H(190)	107,3 (50)	C(14)-O(15)-H(150)	107,0 (32)
C(8)-C(9)-C(10)	107,0 (6)	C(18)-C(20)-H(203)	110,0 (37)	C(9)-C(8)-H(81)	111,9 (37)
C(9)-C(10)-C(11)	105,7 (6)	C(18)-C(20)-H(201)	112,2 (34)	H(80)-C(8)-H(81)	107,1 (50)
C(10)-C(11)-C(7)	103,6 (6)	C(18)-C(20)-H(202)	111,4 (35)		

Tableau 4. Plans moyens et distances (Å) à ces plans

Plan 1:  $(0,1643)x + (0,8109)y + (-0,5616)z = 4,7648$ 

Atomes définissant le plan

C(1)	-0,010	C(4)	-0,007
C(2)	-0,000	C(5)	-0,011
C(3)	0,014	C(6)	0,015

Autres atomes

C(7)	0,030	N(17)	0,045
C(8)	1,300	C(18)	0,422
C(9)	1,194	C(19)	-0,209
C(10)	0,288	C(20)	-0,008
C(11)	-0,054	C(21)	1,950
O(12)	-0,112	S(22)	-0,054
C(13)	0,198	O(23)	0,820
C(14)	0,099	O(24)	0,677
O(15)	1,036	O(25)	-0,859
C(16)	0,341	O(26)	-1,050

Plan 2:  $(-0,3472)x + (0,4319)y + (-0,8324)z = 0,8644$ 

Atomes définissant le plan

C(7)	-0,200	C(10)	-0,110
C(8)	0,221	C(11)	0,281
C(9)	-0,091		

Autres atomes

C(1)	-0,206	N(17)	-4,014
C(2)	0,213	C(18)	-4,414
C(3)	1,149	C(19)	-4,660
C(4)	1,583	C(20)	-0,141
C(5)	1,163	C(21)	-3,294
C(6)	0,273	S(22)	-1,470
O(12)	-1,162	O(23)	-1,333
C(13)	-1,449	O(24)	-0,356
C(14)	-2,455	O(25)	-2,697
O(15)	-1,924	O(26)	-1,775
C(16)	-2,869		

Plan 3:  $(-0,0171)x + (0,9499)y + (-0,3120)z = 5,4978$ 

Atomes définissant le plan

O(12)	-0,014	C(16)	0,009
C(13)	-0,036	N(17)	-0,056
C(14)	0,112	C(18)	0,030

Autres atomes

C(1)	-0,042	C(11)	1,112
C(2)	-0,476	O(15)	1,357
C(3)	-0,573	C(19)	-1,031
C(4)	-0,255	C(20)	-0,727
C(5)	0,194	C(21)	1,454
C(6)	0,333	S(22)	-1,645
C(7)	0,822	O(23)	-0,511
C(8)	2,160	O(24)	-1,300
C(9)	2,562	O(25)	-2,663
C(10)	1,857	O(26)	-2,364

se faire qu'en admettant la présence sur O(25) de l'hydrogène acide. Cette hypothèse se trouve renforcée par la longueur de la liaison S(22)-O(25): 1,58 Å alors que les autres distances S-O sont comprises entre 1,43 et 1,46 Å.

D'autre part, en utilisant le programme de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959), nous avons déterminé les plans moyens définis au Tableau 4. Nous avons déjà souligné l'intérêt de la détermination du plan moyen du cyclopentane; celui du cycle benzénique permet de mettre en évidence sa bonne planéité.

Enfin nous avons pu déterminer les angles dièdre entre les différents plans: entre le plan 1 (benzénique) et plan 2 (cyclopentane),  $\varphi_1 = 40,48^\circ$  et entre le plan 1 et le plan 3 (chaîne),  $\varphi_2 = 19,49^\circ$ .

### Cohésion cristalline

Les molécules de sulfate de (cyclopentyl-2' phénoxy)-1 tert-butylamino-3 propanol-2 sont réparties dans des couches sensiblement parallèles au plan (010) (Fig. 3). On peut remarquer que les molécules appartenant à deux couches voisines sont antiparallèles.

Des liaisons hydrogène (Tableau 5 et Figs. 2 et 3), dans lesquelles l'ion sulfate joue un rôle prépondérant, s'organisent en hélice autour d'un axe  $2_1$ . Ces liaisons sont responsables de la cohésion cristalline avec les contacts de van der Waals (Tableau 6 et Figs. 2 et 3). Dans la direction  $\mathbf{a} + \mathbf{b}$ , on trouve essentiellement des liaisons hydrogène comme O(15) (I)-O(24) (IV) dans laquelle l'hydrogène H(150) est engagé comme le montre l'angle O(15) (I)-H(150) (I)-O(24) (IV) =  $159,72^\circ$ . On trouve également deux autres liaisons hydrogène dont une particulièrement courte O(15) (I)-O(25) (V). Remarquons également que l'atome H(170) (I) semble se partager entre deux liaisons hydrogène (Fig. 2). A côté de ces liaisons hydrogène, on trouve de nombreux contacts de van der Waals (Tableau 6).

Tableau 5. Liaisons hydrogène (Å)

N(17) (I)-O(23) (II)	2,81 (5)
H(170) (I)-O(23) (II)	2,34 (7)
O(15) (I)-O(24) (IV)	2,69 (1)
H(150) (I)-O(24) (IV)	1,70 (7)
O(15) (I)-O(25) (V)	2,58 (5)
N(17) (I)-O(26) (V)	2,85 (6)
H(170) (I)-O(26) (V)	2,25 (9)

Code de symétrie

I	$x$	$y$	$z$
II	$x$	$y$	$z + 1$
III	$\bar{x}$	$y + 0,50$	$\bar{z} + 1$
IV	$\bar{x} + 1$	$y + 0,50$	$\bar{z}$
V	$\bar{x} + 1$	$y + 0,50$	$\bar{z} + 1$

Tableau 6. Principales distances interatomiques (Å) inférieures ou égales à 3,70 Å

S(22) (I)-C(20) (I)	3,65 (0)	C(9) (I)-C(5) (III)	3,70 (0)
O(23) (I)-C(13) (I)	3,45 (1)	C(10) (I)-C(5) (III)	3,66 (0)
O(23) (I)-C(16) (I)	3,21 (7)	C(13) (I)-O(25) (IV)	3,63 (6)
O(26) (I)-C(13) (I)	3,68 (0)	C(14) (I)-O(24) (IV)	3,50 (0)
O(26) (I)-C(20) (I)	2,79 (6)	C(16) (I)-O(24) (IV)	3,48 (3)
C(14) (I)-O(23) (II)	3,67 (9)	C(8) (I)-C(19) (V)	3,68 (3)
C(14) (I)-O(24) (II)	3,49 (3)	C(14) (I)-O(25) (V)	3,54 (5)
C(16) (I)-O(23) (II)	3,53 (8)	O(15) (I)-S(22) (V)	3,45 (3)
C(16) (I)-O(24) (II)	3,21 (8)	O(15) (I)-O(26) (V)	3,22 (2)
N(17) (I)-O(22) (II)	3,67 (2)	C(18) (I)-O(26) (V)	3,53 (1)
N(17) (I)-O(24) (II)	3,41 (7)	C(20) (I)-O(26) (V)	3,38 (9)
C(18) (I)-O(23) (II)	3,68 (7)	C(21) (I)-O(26) (V)	3,67 (8)
C(20) (I)-O(23) (II)	3,62 (9)		

Dans la direction *c*, on note également une liaison hydrogène N(17) (I)–O(23) (II) et des contacts de van der Waals.

### Conclusion

La structure que nous rapportons est à rapprocher de celle d'autres dérivés  $\beta$  bloquants et plus particulièrement du (+)-propranolol (Gadret, Goursolle, Leger & Colleter, 1975*a*, *b*).

*Note*:- A l'occasion de la publication de cet article, nous signalons une erreur qui s'est glissée dans celui relatif au chlorhydrate de bupranolol [*tert*-butylamino-1 (chloro-2' méthyl-5' phénoxy)-3 propanol-2] [Gadret, Goursolle, Leger & Colleter, *Acta Cryst.* (1975), **B31**, 2780–2783]. Dans les titre, résumé et introduction, il faut lire 'propanol' et non 'propranolol'

### Références

GADRET, M., GOURSOLLE, M., LEGER, J. M. & COLLETER, J. C. (1975*a*). *Acta Cryst.* **B31**, 1522–1526.  
GADRET, M., GOURSOLLE, M., LEGER, J. M. & COLLETER, J. C. (1975*b*). *Acta Cryst.* **B31**, 1938–1942.

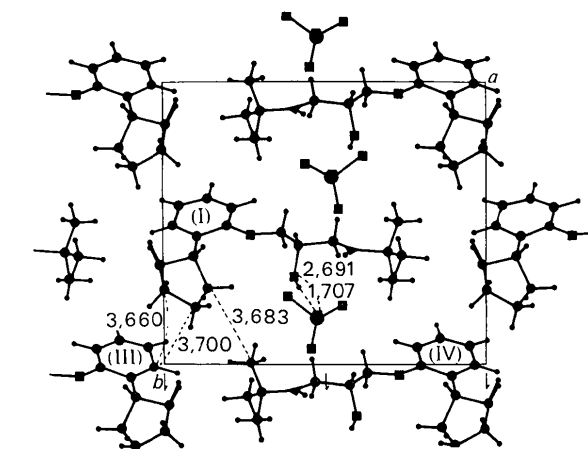


Fig. 3. Projection (001) de la structure.

SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600–604.  
STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

*Acta Cryst.* (1976). **B32**, 1406

## Structure Cristalline de la Cortalcérone (Hydrate de Hydroxy-2 6*H*-Pyrone-3 Carboxaldéhyde-2)

PAR MICHEL GADRET, MICHEL GOURSOLLE, JEAN MICHEL LEGER ET JEAN CLAUDE COLLETER

Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie, Université de Bordeaux II, 91 rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France et Laboratoire de Cristallographie associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 23 octobre 1975, accepté le 12 novembre 1975)

The three-dimensional structure of cortalcosterone has been solved by X-ray crystallographic analysis. Crystal data are: space group  $P2_1/c$ ;  $Z=4$ ;  $a=8.223$ ,  $b=8.087$ ,  $c=10.184$  Å,  $\beta=86.52^\circ$ . The structure was determined by direct methods with the program *MULTAN*. The final  $R$  value is 0.042. A net of hydrogen bonds is responsible for crystalline cohesion.

### Introduction

La cortalcérone est un composé nouveau qui nous a été fourni par Baute, Baute, Deffieux & Filleau, (1975). Ces auteurs l'ont isolé du champignon lignicole *Corticium caeruleum*; ils en ont établi par les méthodes physico-chimiques la formule développée, qui est celle de l'hydraté d'hydroxy-2 6*H*-pyrone-3 carboxaldéhyde-2 (Fig. 1). Ce travail, dont le résultat nous a été communiqué, fera l'objet d'une publication dans une revue de phytochimie.

### Partie expérimentale

Ce composé cristallise sous la forme de petits prismes incolores à partir d'une solution étherée par évapora-

tion lente. Les diagrammes de Bragg et Weissenberg nous ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisées lors des mesures au diffractomètre.

### Données cristallographiques

Système monoclinique; groupe spatial  $P2_1/c$ ; paramètres de la maille:  $a=8,22$  (3),  $b=8,08$  (7),  $c=10,18$  (4) Å;  $\beta=86,52^\circ$ ;  $V=675,98$  Å<sup>3</sup>;  $D_m=1,580$ ,  $D_c=1,573$  g cm<sup>-3</sup>;  $Z=4$ . Nombre de réflexions mesurées 1273 dont 1128 observées. Les intensités diffractées ont été mesurées sur un diffractomètre automatique Siemens équipé d'un compteur à scintillations, en balayage  $\theta-2\theta$  et en utilisant le rayonnement  $\text{Cu K}\alpha$ .