

Le Maléate de *N*-(Diméthylammonio-3 propyl) Amino-2 Chloro-4 Chloro-2' Diphénylsulfure*

PAR PIERRE MARSAU

*Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours
de la Libération, 33405 Talence, France*

(Reçu le 20 avril 1977, accepté le 29 avril 1977)

Abstract. $(C_{17}H_{21}N_2SCl_2)^+(C_4H_3O_4)^-$, monoclinic, $P2_1/c$, $Z = 4$; $a = 20.931(7)$, $b = 9.545(4)$, $c = 14.801(5)$ Å, $\beta = 126.72(9)^\circ$; $R = 0.083$; 2323 observed reflexions. The angle between the two ring planes is 105.1° .

Introduction. Ce composé appelé CB34† diffère des composés étudiés précédemment, CB7 et CB57, par la présence de deux atomes de chlore. Le chlore en 4 le rend chimiquement voisin de la chlorpromazine (comme CB7) alors que le chlore en 2' est susceptible (comme pour CB57) de modifier la position relative des deux cycles.

Malgré de multiples recristallisations, il n'a pas été possible d'obtenir des cristaux de bonne qualité: ceux-ci se présentent souvent sous forme 'fibreuse'. Les taches

de diffraction ne sont pas très homogènes; des traînées de diffusion apparaissent. Le cristal sélectionné l'a été à partir d'une solution dans l'éther par évaporation aussi lente que possible. La mauvaise qualité du matériau explique un facteur R assez médiocre et certains paramètres moléculaires peu précis. Les paramètres de la maille cristalline ont été obtenus à partir des positions angulaires θ , χ , φ de douze réflexions mesurées au diffractomètre automatique et affinement par moindres carrés. La structure a été résolue par la méthode de la multiresolution à partir de 173 facteurs normalisés E . Les cartes de Fourier correspondantes ont permis de faire apparaître une partie de la molécule; seul le cycle B était très mal défini. Toutefois, la position de l'atome de chlore Cl(21) n'étant pas douteuse cela a permis de trouver l'orientation correcte du cycle manquant.

Les positions des atomes d'hydrogène du groupement $N^+H(CH_3)_2$ et ceux des groupes COOH dans l'anion maléate n'ont pu être précisées. Seule une agitation thermique isotrope a été affinée pour les

* Dérivés de l'Amino-2 Diphénylsulfure. III.

† D. Bar, M. Debaert et C. Baert, Laboratoire de Chimie Organique et Pharmacie Chimique (UER de Pharmacie), Lille, France.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
C(1)	2311 (5)	-734 (8)	1194 (7)	O(23)	3862 (5)	356 (8)	609 (6)
C(2)	1726 (5)	-1601 (8)	403 (7)	C(24)	3367 (5)	810 (9)	-353 (7)
Cl(30)	1885 (2)	-2470 (3)	-504 (3)	C(25)	3013 (5)	-157 (10)	-1306 (7)
C(3)	1021 (5)	-1797 (8)	226 (7)	C(26)	3261 (6)	-1361 (10)	-1435 (9)
C(4)	894 (5)	-1106 (8)	919 (8)	C(27)	3957 (8)	-2200 (14)	-623 (11)
S(5)	1311 (1)	528 (2)	2719 (2)	O(28)	4286 (6)	-1966 (9)	451 (8)
C(6)	927 (5)	3221 (9)	2866 (6)	O(29)	4131 (6)	-3212 (10)	-907 (10)
Cl(21)	930 (2)	2557 (3)	3954 (2)	H(101)	2794 (32)	-613 (61)	1243 (46)
C(7)	750 (5)	4609 (9)	2563 (7)	H(107)	641 (32)	5157 (61)	3018 (46)
C(8)	765 (6)	5113 (9)	1707 (7)	H(108)	617 (32)	6030 (62)	1456 (46)
C(9)	944 (5)	4268 (8)	1148 (6)	H(109)	940 (32)	4667 (61)	796 (46)
N(10)	2777 (4)	831 (7)	2760 (5)	H(114)	1248 (32)	2305 (62)	933 (46)
C(11)	2207 (4)	-28 (8)	1934 (7)	H(110)	2662 (33)	1143 (62)	3234 (46)
C(12)	1474 (5)	-234 (8)	1777 (7)	H(103)	595 (33)	-2320 (61)	-356 (46)
C(13)	1117 (4)	2321 (8)	2295 (6)	H(104)	380 (33)	-1179 (61)	796 (46)
C(14)	1119 (5)	2873 (8)	1443 (6)	H(115)	3861 (32)	1629 (61)	3582 (46)
C(15)	3471 (5)	1303 (9)	2852 (7)	H(116)	2896 (33)	1970 (61)	1131 (46)
C(16)	3269 (5)	2407 (9)	1971 (7)	H(215)	3749 (32)	559 (61)	2797 (46)
C(17)	4003 (5)	3011 (9)	2173 (7)	H(216)	2935 (33)	3105 (61)	1980 (46)
N(18)	3867 (4)	3770 (7)	1205 (6)	H(117)	4262 (33)	3603 (61)	2314 (47)
C(19)	3317 (6)	5048 (10)	869 (9)	H(217)	4415 (33)	2229 (61)	2414 (45)
C(20)	4669 (6)	4146 (12)	1454 (9)	H(125)	2414 (32)	94 (61)	-2016 (46)
O(22)	3105 (4)	2013 (6)	-530 (5)	H(126)	2873 (33)	-1751 (61)	-2263 (46)

atomes d'hydrogène. Le Tableau 1 fournit l'ensemble des coordonnées atomiques. Le facteur R est égal à 0,083.*

Discussion. Les distances et angles de valence sont représentés sur la Fig. 1. Comme dans les composés analogues (Marsau, 1976*a,b*), l'atome de soufre est contenu dans le plan du cycle ne portant pas la chaîne amino alkyle. La rotation autour de la liaison S(5)–C(13) s'accompagne d'une déformation, le soufre se trouvant à 0,13 Å hors du plan du cycle *A*; l'azote N(10) se trouve pratiquement dans le plan du cycle *A*

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32717: 36 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

($\delta = 0,01$ Å). La présence du soufre en position 2' accentue la rotation autour de S(5)–C(13). Corrélativement l'angle des plans des cycles s'accroît légèrement: 101,3° pour CB7, 103,3° pour CB57, 105,1° pour CB34 (Fig. 2).

CB34 et CB57 sont extrêmement voisins du point de vue de l'organisation du cristal, l'introduction de l'atome de chlore 2' apporte peu de perturbations. La structure s'organise autour de l'anion maléate où interviennent les interactions coulombiennes entre groupes diméthylammonium, $N^+H(CH_3)_2$, et COO^- . La liaison $N(18)\cdots O(22)$ (2,66 Å) est très forte et relie spécifiquement un anion maléate et un cation CB34. Toutefois, la Fig. 3 montre que de nombreuses interactions existent entre anions maléates et atomes d'hydrogène de la chaîne. On notera également une zone où prédominent les forces de dispersion hydrophobes entre cycles: contacts entre deux cycles *B*

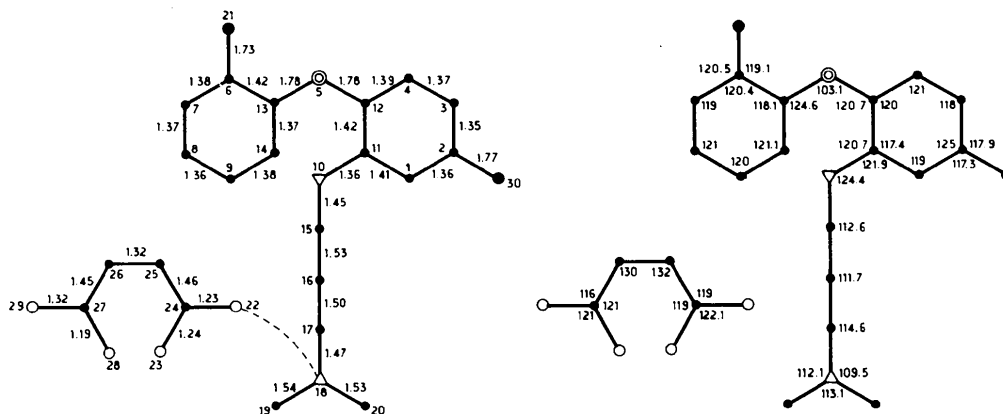


Fig. 1. Longueurs de liaisons (Å) et angles de valence (°).

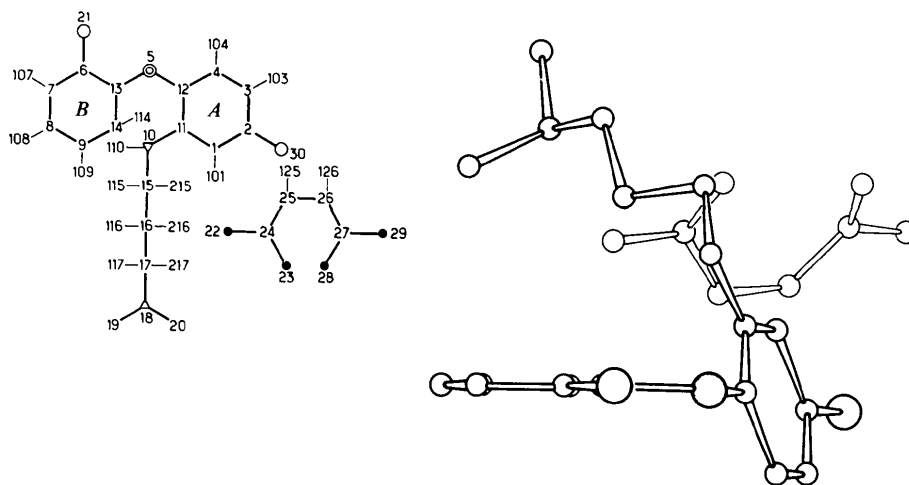


Fig. 2. Configuration de la molécule.

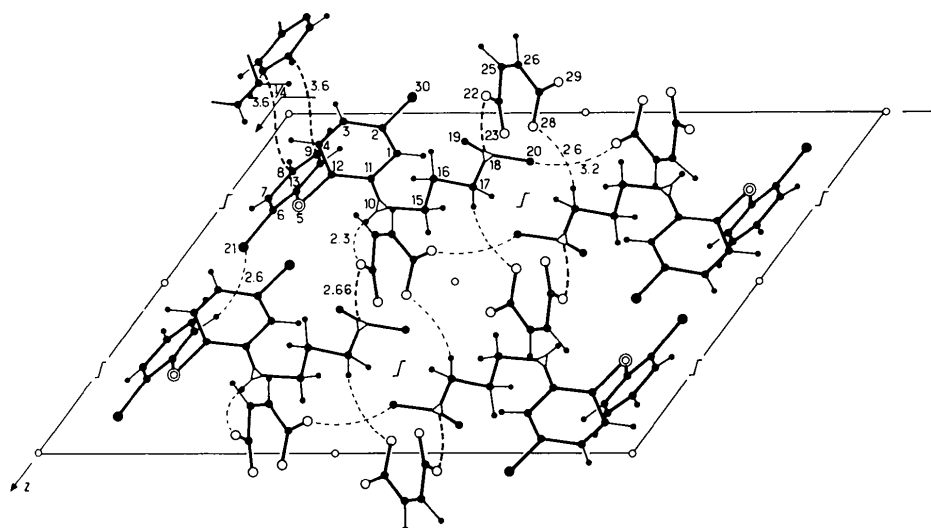


Fig. 3. Projection de la structure le long de l'axe Oy .

homologues par inversion ainsi qu'entre atomes de chlore Cl(21) et cycles *B* (molécules homologues par glissement *c*).

Du même que dans le CB57 l'anion maléate prend une configuration non plane due aux multiples liaisons échangées (rotation d'un groupement COOH).

Références

- MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976a). *Acta Cryst.* B32, 3135–3137.
 MARSAU, P. & COTRAIT, M. (1976b). *Acta Cryst.* B32, 3138–3140.

Acta Cryst. (1977). B33, 2899–2902

1,6-Dimethyl-8 β -[(benzyloxycarbonyl)aminomethyl]-10 α -ergoline, 'Lyserdol'

BY E. FORESTI SERANTONI AND P. SABATINO

Istituto di Mineralogia e Petrografia, Università di Bologna, Italy

L. RIVA DI SANSEVERINO

Istituto di Mineralogia e Petrografia, Università di Palermo, Italy

AND GEORGE M. SHELDRIK

University Chemical Laboratory, Cambridge, England

(Received 22 December 1976; accepted 15 February 1977)

Abstract. $C_{25}H_{29}N_3O_2$, triclinic, $P1$, $a = 9.753(1)$, $b = 10.751(2)$, $c = 5.225(1)$ Å, $\alpha = 94.04(2)$, $\beta = 97.51(2)$, $\gamma = 77.12(2)^\circ$, $Z = 1$, $d_c = 1.27$ g cm $^{-3}$. The final R for 1434 reflexions was 0.069. The side chain is extended and its orientation with respect to the main bulk of the molecule is novel.

Introduction. Numerous pharmacological investigations by a research group active in Farmitalia Research

Institute, Milano, have ascertained the efficacy of Lyserdol, or MCE, (I) as having inhibitory effect on platelet aggregation and specifically as an anti-5-hydroxytryptamine agent (Baldratti, Arcari & Suchowski, 1965; Arcamone, Glässer, Minghetti & Nicoletta, 1971; Fregnan, 1972).

Within a large collaborative programme the X-ray structural investigation of (I) was required to determine both overall conformation and exact molecular