

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
 KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849–859.
 KARLE, J. & HAUPTMAN, A. (1956). *Acta Cryst.*, **9**, 635–651.
 RICHE, C. (1969). Diplôme d'Etudes Supérieures, Université de Paris.

RICHE, C. (1970). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **271**, 396–398.
 RICHE, C. (1972a). *DEVIN*. Programme pour la détermination des valeurs initiales des phases pour la résolution des structures cristallines, I.C.S.N., Rapport C1, 91-Gif s/Yvette. p. 72.
 RICHE, C. (1972). Thèse de Doctorat-ès-Sciences, A.O. du CNRS, no. 6513. p. 155.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 529

Structure Cristalline et Moléculaire de Deux Isomères d'un Alcaloïde Indolique: le Deséthyl-éburnamone

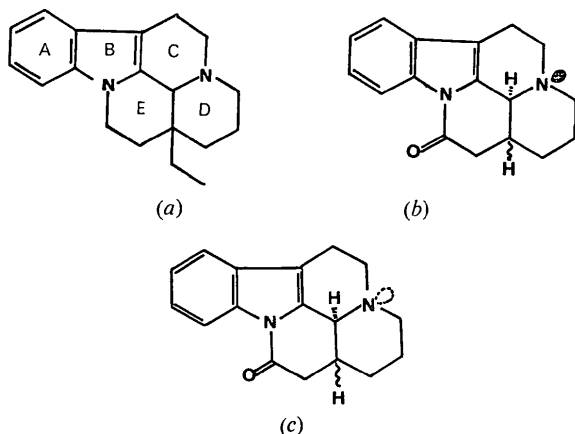
PAR M. CESARIO ET C. PASCARD-BILLY

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, 91-Gif s/Yvette, France

(Reçu le 19 septembre 1972, accepté le 10 novembre 1972)

Two isomeric forms of desethyleburnamone, $C_{17}H_{18}N_2O$, have been studied by X-ray analysis with a view to determining the junction of the *D* and *E* rings. Both forms are monoclinic, $P2_1/c$, with cell dimensions: $a=11.531$, $b=8.80$, $c=14.438$ Å, $\beta=109.23^\circ$ (form I) $a=17.476$, $b=5.136$, $c=16.192$ Å, $\beta=118.68^\circ$ (form II). The structures were solved by the symbolic addition and phase function method and refined to final *R* values of 0.07 (form I) and 0.10 (form II). The molecular configurations of the two isomers are compared, and bond lengths are given with a standard deviation of 0.005 Å.

Dans le cadre des recherches sur les synthèses d'alcaloïdes indoliques de type éburnane [formule (a)], poursuivies à l'Institut de Chimie des Substances Naturelles de Gif s/Yvette (Imbert, Thal, Husson & Potier, 1971) plusieurs dérivés ont été obtenus, correspondant aux formules (b) et (c).



Si la jonction des cycles *C* et *D* [*trans* pour le composé (b) et *cis* pour le composé (c)] était connue d'après les résultats des études à l'infra-rouge et à la r.m.n., (Imbert, 1972), par contre, la position du proton porté par le carbone 17 (dans notre numérotation) était incertaine. L'étude structurale aux rayons X a été entreprise sur les composés (b): *anti* et (c): *syn* pour établir la jonction des cycles *D* et *E*.

Partie expérimentale

Données cristallographiques

Formule	Forme I (<i>anti</i>) $C_{17}H_{18}N_2O$	Forme II (<i>syn</i>) $C_{17}H_{18}N_2O$
Système	monoclinique	monoclinique
Groupe spatial	$P2_1/c$	$P2_1/c$
<i>a</i>	$11,531 \pm 0,003$ Å	$17,476 \pm 0,014$ Å
<i>b</i>	$8,800 \pm 0,020$	$5,136 \pm 0,004$
<i>c</i>	$14,438 \pm 0,003$	$16,192 \pm 0,020$
β	$109,23 \pm 0,03^\circ$	$118,68 \pm 0,14^\circ$
<i>V</i>	1383 Å ³	1351 Å ³
<i>d_m</i>	1,278	1,293
<i>d_c</i>	1,28	1,30
<i>Z</i>	4	4
<i>F</i> (000)	568	568
λ	Cu $K\alpha=1,5418$ Å	Cu $K\alpha=1,5418$ Å
Nbre réflexions enregistrées	2782	2460
Nbre réflexions inobservées	850	520

L'enregistrement du réseau réciproque et la mesure des paramètres de la maille ont été effectués par voie photographique avec une chambre de Weissenberg Nonius.

On a mesuré les intensités avec un densitomètre manuel Huet et on leur a appliqué les corrections de Lorentz-polarization, de déformation et de dédoublement $K\alpha_1$, $K\alpha_2$.

Résolution des structures

Les structures ont été résolues par l'utilisation de la fonction des phases de Riche (1970, 1971) jointe à la

méthode d'addition symbolique de Karle & Karle (1966). Les facteurs de structure normalisés E ont été calculés après la remise à l'échelle des strates par la méthode de Wilson. La distribution des E est la suivante:

	Forme I	Forme II	Théo.
$\langle E^2 \rangle$	1,000	1,000	1,000
$\langle E^2 - 1 \rangle$	1,042	0,906	0,968
$\langle E \rangle$	0,771	0,838	0,798

Bien que les structures soient centrosymétriques, nous les avons résolues dans le cas général, en attribuant les symboles aux phases φ (de valeur 0 ou π), et non aux signes de leur cosinus. Les phases choisies sont rassemblées dans le tableau ci-dessous.

Phase	Forme I	Forme II
origine		
0	12 1 4	4 5 0
0	0 6 7	1 1 3
0	7 0 6	1 3 10
a	1 6 7	1 4 13
b	1 7 10	1 4 13
c	7 3 5	13 3 4
d	9 4 4	14 0 8
e	10 3 8	2 5 2
f	10 5 9	10 5 7
g	1 3 13	5 5 3

Riche (1972a) a rendu sa méthode encore plus efficace en introduisant une pondération dans l'addition symbolique et en modifiant en conséquence la fonction des phases correspondante. Ceci permet de tenir compte de toutes les informations obtenues à partir de l'addition symbolique.

La succession d'un cycle d'addition symbolique pondérée et du calcul de la fonction des phases \mathcal{F} dont

les maxima représentent les meilleures combinaisons de phase, est traitée par le programme *DEVIN* (Riche, 1972b). Plusieurs cycles calculés par ce programme ont été nécessaires pour réduire le nombre d'hypothèses possibles.

Nombre des maxima de \mathcal{F} au cours des cycles successifs

	2 ⁷	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 4
Forme I	128	16	8	4	2
Forme II	128	128	16	4	4

Pour chacune des meilleures combinaisons de phase on a effectué un affinement par la formule des tan-

Tableau 2. *Isomère anti-trans: coordonnées des atomes d'hydrogène ($\times 10^4$) avec leurs écarts-type et leurs distances à l'atome porteur*

	x	y	z	Distance C-H- (Å)
H(9)	2392 (35)	10319 (43)	3104 (29)	0,97 (4)
H(10)	4432 (38)	9139 (50)	4124 (34)	0,99 (5)
H(11)	4546 (38)	7603 (47)	5333 (32)	1,00 (4)
H(12)	2743 (37)	6756 (46)	5712 (31)	1,00 (4)
H(151)	-4046 (41)	6794 (59)	2299 (34)	1,03 (5)
H(152)	-5111 (46)	7899 (52)	2674 (34)	1,05 (6)
H(161)	-3771 (42)	6178 (55)	3954 (35)	1,08 (5)
H(162)	-3693 (40)	7868 (51)	4349 (34)	0,95 (5)
H(141)	-4060 (41)	9507 (52)	1755 (36)	1,06 (5)
H(142)	-3863 (40)	10013 (58)	2980 (34)	1,07 (5)
H(51)	-2368 (39)	10877 (45)	1819 (33)	0,96 (4)
H(52)	-1997 (38)	11380 (47)	3003 (32)	1,08 (4)
H(61)	-214 (35)	11649 (45)	2680 (29)	1,09 (4)
H(62)	-410 (34)	10064 (47)	1954 (29)	0,99 (4)
H(181)	-1569 (34)	5805 (46)	5329 (30)	1,04 (4)
H(182)	-1598 (35)	7549 (46)	5479 (30)	0,96 (4)
H(3)	-1988 (32)	9530 (37)	4211 (25)	1,08 (3)
H(17)	-1901 (32)	6364 (43)	3593 (27)	1,00 (4)

Tableau 1. *Isomère anti-trans: coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et coefficients d'agitation thermique ($\times 10^4$) avec leurs écarts-type*

Le facteur de température anisotrope est de la forme $\exp [-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$.

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}	B (Å ²)
N(1)	368 (2)	7860 (2)	4653 (2)	67 (2)	97 (3)	41 (1)	4 (2)	11 (1)	-0 (1)	3-19
C(2)	-443 (3)	8759 (3)	3926 (2)	71 (3)	104 (4)	41 (1)	13 (2)	14 (1)	-2 (2)	3-31
C(3)	-1784 (3)	8722 (3)	3722 (2)	71 (2)	100 (4)	51 (1)	8 (2)	17 (1)	-7 (2)	3-46
N(4)	-2384 (2)	9094 (3)	2689 (2)	74 (2)	126 (4)	52 (1)	17 (2)	6 (1)	0 (2)	4-00
C(5)	-1899 (3)	10565 (4)	2472 (2)	02 (3)	136 (5)	60 (2)	20 (3)	13 (2)	13 (2)	4-70
C(6)	-545 (3)	10486 (4)	2545 (2)	02 (3)	132 (5)	49 (2)	10 (3)	16 (2)	9 (2)	4-33
C(7)	147 (3)	9532 (3)	3411 (2)	84 (3)	99 (4)	42 (1)	2 (2)	18 (1)	-3 (2)	4-41
C(8)	1437 (3)	9133 (3)	3834 (2)	80 (3)	107 (4)	47 (1)	-8 (2)	21 (2)	-8 (2)	3-52
C(9)	2491 (3)	9592 (4)	3626 (2)	84 (3)	174 (6)	60 (2)	-16 (3)	28 (2)	-1 (2)	4-60
C(10)	3608 (3)	9006 (5)	4189 (3)	75 (3)	231 (7)	75 (2)	-23 (3)	28 (2)	-25 (3)	5-40
C(11)	3705 (3)	7976 (4)	4946 (3)	62 (3)	199 (6)	71 (2)	-3 (3)	10 (2)	-23 (3)	5-03
C(12)	2686 (3)	7493 (4)	5173 (2)	74 (3)	132 (5)	54 (2)	13 (3)	9 (2)	-8 (2)	4-11
C(13)	1549 (2)	8100 (3)	4605 (2)	64 (2)	107 (4)	44 (1)	-3 (2)	11 (1)	-13 (2)	3-33
C(14)	-3717 (3)	9169 (5)	2499 (3)	77 (3)	177 (6)	80 (2)	22 (3)	5 (2)	-5 (3)	5-34
C(15)	-4202 (3)	7645 (5)	2732 (3)	66 (3)	177 (6)	95 (3)	10 (3)	6 (2)	-14 (3)	5-59
C(16)	-3540 (3)	7152 (5)	3789 (3)	76 (3)	168 (6)	87 (3)	-9 (3)	27 (2)	-7 (3)	5-15
C(17)	-2153 (3)	7152 (3)	3993 (2)	74 (3)	117 (5)	59 (2)	3 (2)	20 (2)	-6 (2)	3-90
C(18)	-1381 (3)	6835 (4)	5059 (2)	88 (3)	123 (5)	57 (2)	0 (3)	28 (2)	5 (2)	4-03
C(19)	-8 (3)	6894 (3)	5263 (2)	87 (3)	101 (4)	44 (1)	4 (2)	18 (2)	-1 (2)	3-56
O(20)	736 (2)	6183 (2)	5910 (2)	99 (2)	147 (3)	53 (1)	11 (2)	12 (1)	24 (1)	4-62

Tableau 3. *Les facteurs de structure observés et calculés du deséthyl-éburnamonine, forme 1*

h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂	h	k	l	IF ₁	IF ₂
0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1	0	0	0	1	1

Tableau 4. *Isomère syn-cis: coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et coefficients d'agitation thermique ($\times 10^4$) avec leurs écarts-type et leurs distances à l'atome porteur*Le facteur de température anisotrope est de la forme $\exp [-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$.

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}	B (Å^2)
N(1)	7004 (2)	4097 (5)	5418 (2)	35 (1)	368 (11)	46 (1)	6 (3)	21 (1)	11 (3)	3,80
C(2)	7485 (2)	2606 (6)	4879 (2)	39 (1)	302 (11)	40 (2)	6 (3)	17 (1)	15 (3)	3,60
C(3)	6958 (2)	734 (6)	4189 (3)	37 (1)	274 (11)	51 (2)	0 (3)	16 (1)	11 (4)	3,84
N(4)	7285 (2)	477 (6)	3468 (2)	44 (2)	330 (11)	46 (2)	7 (3)	15 (1)	3 (3)	4,17
C(5)	8182 (3)	-70 (8)	3858 (3)	47 (2)	419 (14)	56 (2)	25 (4)	22 (2)	-5 (5)	4,78
C(6)	8710 (2)	2015 (8)	4484 (3)	33 (2)	497 (17)	56 (2)	15 (4)	16 (1)	5 (5)	4,65
C(7)	8278 (2)	3173 (6)	5024 (2)	31 (1)	369 (12)	39 (1)	10 (3)	13 (1)	5 (4)	3,58
C(8)	8533 (2)	5156 (7)	5702 (2)	38 (1)	401 (13)	36 (1)	3 (4)	9 (1)	14 (4)	3,98
C(9)	9275 (3)	6512 (9)	6102 (3)	36 (2)	518 (17)	53 (2)	-11 (4)	6 (1)	4 (5)	5,04
C(10)	9312 (3)	8406 (10)	6735 (3)	62 (2)	564 (20)	47 (2)	-29 (6)	6 (2)	-16 (5)	6,03
C(11)	8638 (3)	8974 (9)	6956 (3)	68 (3)	509 (19)	47 (2)	-3 (6)	10 (2)	-13 (5)	6,00
C(12)	7892 (3)	7610 (8)	6570 (3)	58 (2)	451 (16)	43 (2)	17 (5)	18 (2)	2 (4)	5,02
C(13)	7860 (2)	5734 (6)	5940 (2)	41 (2)	354 (12)	34 (1)	11 (3)	12 (1)	13 (3)	3,79
C(14)	7107 (3)	2814 (8)	2873 (3)	47 (2)	453 (15)	43 (2)	-5 (4)	12 (1)	6 (4)	6,07
C(15)	6189 (3)	3390 (8)	2503 (3)	48 (2)	509 (18)	49 (2)	-4 (5)	9 (2)	16 (5)	5,28
C(16)	5883 (3)	3865 (8)	3250 (3)	45 (2)	430 (16)	58 (2)	14 (4)	10 (2)	21 (5)	5,14
C(17)	6060 (2)	1550 (7)	3872 (3)	30 (1)	388 (14)	60 (2)	-11 (3)	11 (2)	21 (4)	4,42
C(18)	5844 (3)	2102 (10)	4697 (4)	35 (2)	603 (21)	92 (3)	12 (5)	31 (2)	50 (7)	5,93
C(19)	6369 (3)	4126 (8)	5330 (3)	49 (2)	507 (18)	64 (3)	25 (5)	32 (2)	35 (5)	5,18
O(20)	6178 (2)	5700 (8)	5793 (3)	45 (2)	690 (21)	72 (2)	23 (5)	30 (2)	-19 (6)	5,97
O(20')	9387 (1)	2538 (3)	4773 (1)	—	—	—	—	—	—	5,97

Tableau 5. *Les facteurs de structure observés et calculés du deséthyl-ébournamone, forme II*

h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c
0	0	0	1	1																																			
0	0	1	1	1																																			
0	0	2	1	1																																			
0	0	3	1	1																																			
0	0	4	1	1																																			
0	0	5	1	1																																			
0	0	6	1	1																																			
0	0	7	1	1																																			
0	0	8	1	1																																			
0	0	9	1	1																																			
0	0	10	1	1																																			
0	0	11	1	1																																			
0	0	12	1	1																																			
0	0	13	1	1																																			
0	0	14	1	1																																			
0	0	15	1	1																																			
0	0	16	1	1																																			
0	0	17	1	1																																			
0	0	18	1	1																																			
0	0	19	1	1																																			
0	0	20	1	1																																			
0	0	21	1	1																																			
0	0	22	1	1																																			
0	0	23	1	1																																			
0	0	24	1	1																																			
0	0	25	1	1																																			
0	0	26	1	1																																			
0	0	27	1	1																																			
0	0	28	1	1																																			
0	0	29	1	1																																			
0	0	30	1	1																																			
0	0	31	1	1																																			
0	0	32	1	1																																			
0	0	33	1	1																																			
0	0	34	1	1																																			
0	0	35	1	1																																			
0	0	36	1	1																																			
0	0	37	1	1																																			
0	0	38	1	1																																			
0	0	39	1	1																																			
0	0	40	1	1																																			
0	0	41	1	1																																			
0	0	42	1	1																																			
0	0	43	1	1																																			
0	0	44	1	1																																			
0	0	45	1	1																																			
0	0	46	1	1																																			
0	0	47	1	1																																			
0	0	48	1	1																																			
0	0	49	1	1																																			
0	0	50	1	1																																			
0	0	51	1	1																																			
0	0	52	1	1																																			
0	0	53	1	1																																			
0	0	54	1	1																																			
0	0	55	1	1																																			
0	0	56	1	1																																			
0	0	57	1	1																																			
0	0	58	1	1																																			
0	0	59	1	1																																			
0	0	60	1	1																																			
0	0	61	1	1																																			
0	0	62	1	1																																			
0	0	63	1	1																																			
0	0	64	1	1																																			
0	0	65	1	1																																			
0	0	66	1	1																																			
0	0	67	1	1																																			
0	0	68	1	1																																			
0	0	69	1	1																																			
0	0	70	1	1																																			
0	0	71	1	1																																			
0	0	72	1	1																																			
0	0	73	1	1																																			
0	0	74	1	1																																			
0	0	75	1	1																																			
0	0	76	1	1																																			
0	0	77	1	1																																			
0	0	78	1	1																																			
0	0	79	1	1																																			
0	0	80	1	1																																			
0	0	81	1	1																																			
0	0	82	1	1																																			
0	0	83	1	1																																			
0	0	84	1	1																																			
0	0	85	1	1																																			
0	0	86	1	1																																			
0	0	87	1	1																																			
0	0	88	1	1																																			
0	0	89	1	1																																			
0	0	90	1	1																																			
0	0	91	1	1																																			
0	0	92	1	1																																			
0	0	93	1	1																																			
0	0	94	1	1																																			
0	0	95	1	1																																			
0	0	96	1	1																																			
0	0	97	1	1																																			
0	0	98	1	1																																			
0	0	99	1	1																																			
0	0	100	1	1																																			

Table 5 (suite)

[The content of Table 5 is extremely faint and illegible in the provided image. It appears to be a standard table of crystallographic data, likely containing atomic coordinates and displacement parameters for the structure being studied.]

gentes (Karle & Hauptman, 1956). La carte E correspondant au meilleur affinement a montré tous les atomes de la molécule, dans chaque structure.

cord $R=0,15$. L'introduction des atomes d'hydrogène à leur position théorique abaisse le valeur R à $0,126$. Après la transformation des facteurs de température

Affinement

(1) Forme I: anti

L'affinement des coordonnées atomiques et des facteurs de température isotrope conduit à un valeur d'ac-

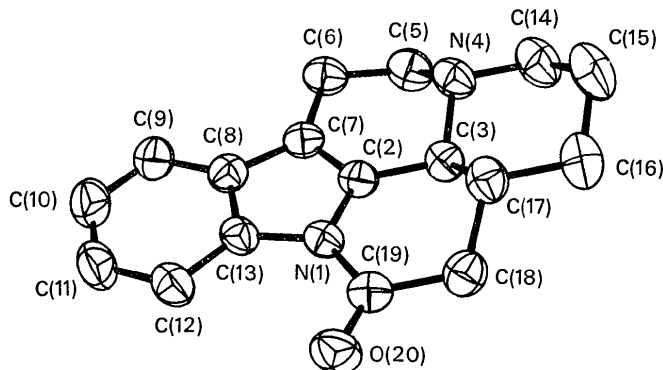


Fig. 1. Forme I: isomère anti-trans.

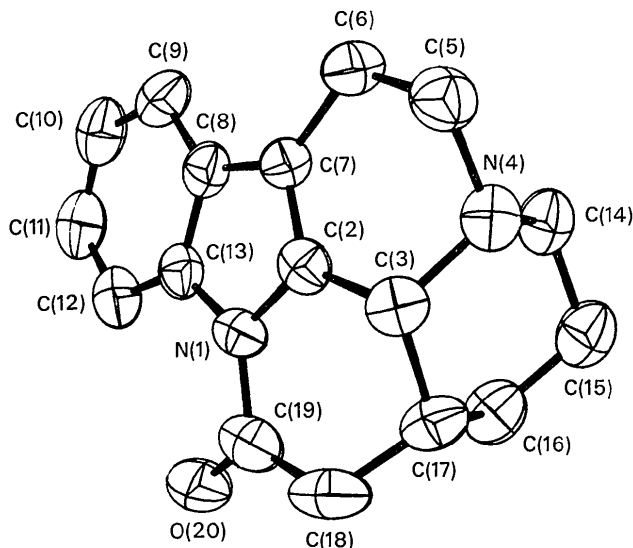


Fig. 2. Forme II: isomère syn-cis.

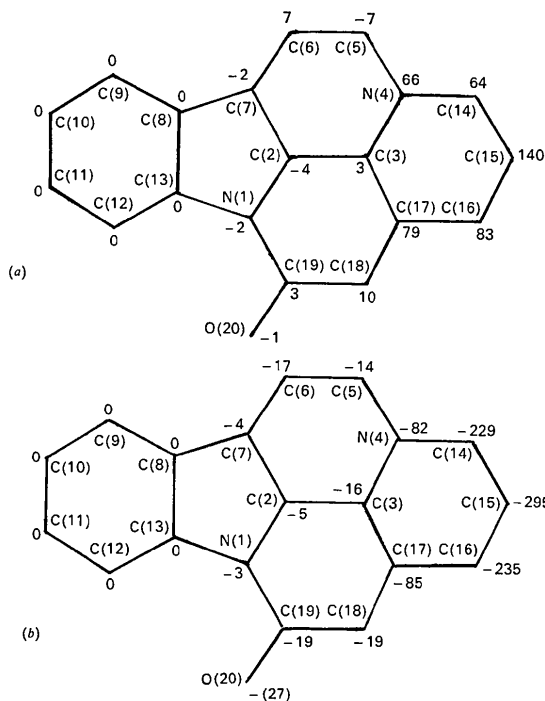


Fig. 5. Distances (en $\text{\AA} \times 100$) de tous les atomes au plan du cycle benzénique. (a) Isomère *anti-trans*. (b) Isomère *syn-cis*.

Description des molécules

Les Figs. 1 et 2 dessinées par ORTEP (Johnson, 1965) représentent les molécules vues suivant l'axe b de leur

maille respective. Sur la Fig. 1, on voit nettement que le doublet de l'atome d'azote N(4) est du même côté que l'hydrogène H(17), et en position *trans* de l'hydrogène H(3). Sur la Fig. 2, les hydrogènes et le doublet de l'azote sont tous *cis*. L'isomère I est *anti-trans* et l'isomère II est *syn-cis*.

Sur la Fig. 3(a) et (b) sont reportées les longueurs des liaisons et les angles de valence de l'isomère *anti-trans*, sur les Figs. 4(a) et (b), ceux de l'isomère *syn-cis*. Les valeurs sont tout à fait comparables d'une molécule à l'autre. Cependant, étant donné l'existence d'un empilement statistique dans la deuxième structure, nous trouvons préférable de ne discuter que les valeurs obtenues pour l'isomère *anti*.

La longueur de la liaison C(2)–C(7) de 1,346 \AA est conforme à celle trouvée habituellement dans les indoles.

Ces valeurs ne présentent pas de particularités notables: seules les distances carbone–hydrogène (Tableau 4) sont en général trop courtes: moyenne 1,02 \AA ($\pm 0,05 \text{\AA}$), comme il est courant dans la détermination des structures par les rayons X.

(a) Isomère 'anti'

La Fig. 5(a) donne les distances, au plan du benzène, de tous les atomes de l'isomère *anti-trans*. On voit que la planéité est très grande jusqu'au niveau C(5)–C(3)–C(18). O(20) est à 0,01 \AA de ce plan. Dans le cycle D, en forme chaise, les atomes C(3) et C(15) sont à $-0,69 \text{\AA}$ et à $+0,66 \text{\AA}$ respectivement du plan des 4 autres atomes. Tous les atomes de ce cycle sont à $\pm 0,23 \text{\AA}$ de leur plan moyen.

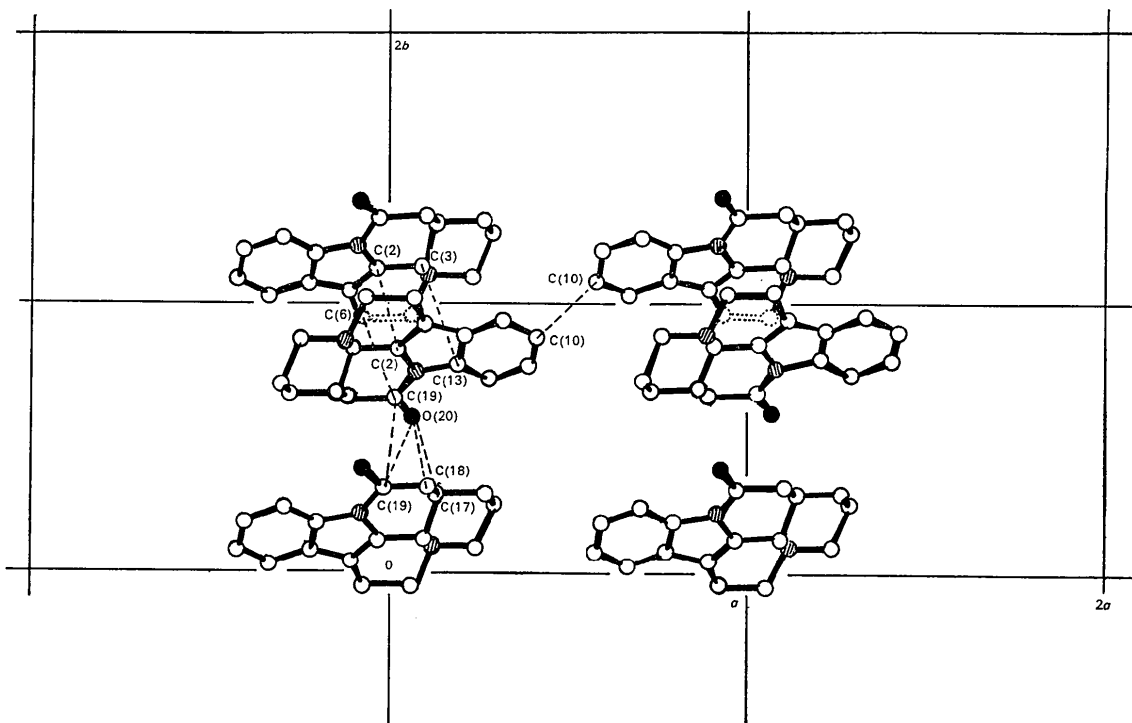


Fig. 6. Isomère *anti-trans*. Projection $(x, y, 0)$. Distances intermoléculaires les plus courtes.

(b) Isomère 'syn'

L'écart des atomes formant le cycle benzénique au plan du cycle ne dépasse pas 0,006 Å. La Fig. 5(b) représente les distances de tous les atomes à ce plan.

Le cycle *D* est en forme chaise, les atomes C(3) et C(15) étant respectivement à -0,57 et +0,69 Å du plan des quatre autres atomes. Tous les atomes sont distants de $\pm 0,25$ Å du plan moyen de ce cycle. L'angle formé par le plan moyen de l'indole et le plan moyen du cycle *E* est de 83°.

L'oxygène O(20) est, dans cet isomère, nettement rejeté hors du plan: 0,27 Å. Ce déplacement est visible également par dichroïsme circulaire (Imbert, 1972), et n'est donc pas un phénomène lié à l'état cristallin. Le carbonyle serait conjugué totalement dans l'isomère anti et dans l'isomère *syn*, se produirait une perte de conjugaison.

Edifice cristallin

(a) Isomère 'anti'

Sur la Fig. 6 représentant la projection (*xy*0) de la maille cristalline, on voit l'empilement des molécules, et les distances courtes les plus intéressantes: deux distances oxygène-carbone sont nettement inférieures à la distance de van der Waals (3,40 Å): O(20)···C(18): 3,20 Å, et O(20)···C(19): 3,16 Å (voir Tableau 6).

Tableau 6. *Isomère anti-trans: distances intermoléculaires inférieures à la somme des rayons de van der Waals*

$$\sigma = 0,004 \text{ \AA.}$$

Atome Mol. située à <i>xyz</i>	Atome	Molécule	<i>d</i> (Å)
C(2)	-x	2-y 1-z	3,653
C(13)	-x	2-y 1-z	3,647
C(19)	-x	2-y 1-z	3,796
C(19)	-x	2-y 1-z	3,713
C(10)	1-x	2-y 1-z	3,728
O(20)	-x	1-y 1-z	3,339
O(20)	-x	1-y 1-z	3,202
O(20)	-x	1-y 1-z	3,157
C(19)	-x	1-y 1-z	3,420

(b) Isomère 'syn'

L'empilement des molécules en colonnes parallèles à l'axe *b* se voit sur la Fig. 7(a). La forme spéciale de la molécule se prête à un emboîtement parfait. La distance entre les plans de l'indole de deux molécules homologues est de 3,60 Å en moyenne. Deux cycles *D* homologues sont également à courte distance (4,10 Å). On voit bien sur cette figure que le passage d'une forme énantiomorphe à l'autre ne change rien à l'empilement.

La Fig. 7(b) représente la maille projetée suivant l'axe *b*. On a noté deux distances courtes O···CH₂: 3,47 et 3,51 Å, et deux distances courtes CH₂···CH₂: 3,74 Å et 3,76 Å. La présence d'une molécule énan-

tiomère place un oxygène O(20') à 3,22Å de son homologue centrosymétrique, et à 3,19 Å du carbone le plus proche. Le Tableau 7 donne la liste des distances courtes les plus remarquables.

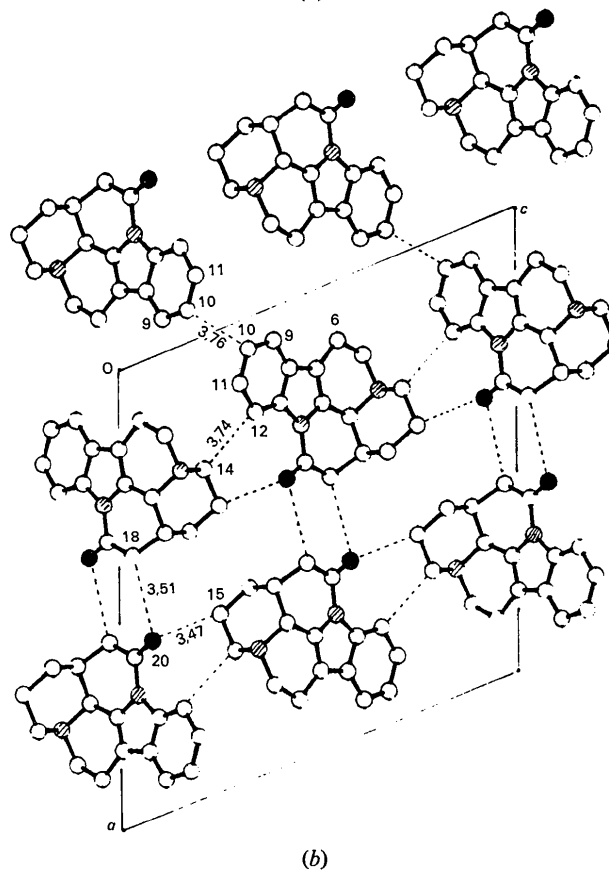
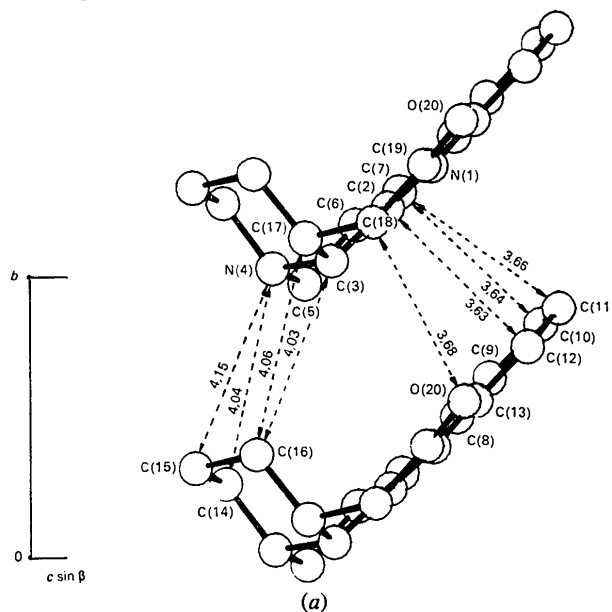


Fig. 7. (a) Isomère *syn-cis*. Empilement des molécules suivant l'axe *b*. (b) Isomère *syn-cis*. Projection de la maille sur le plan (*x0z*); les oxygènes sont noirs, les azotes hachurés.

Tableau 7. *Isomère syn-cis: distances intermoléculaires les plus intéressantes*

$\sigma = 0,006 \text{ \AA}$.

Atome Mol. située à xyz	Atome			Distance ($\sigma = 0,006 \text{ \AA}$)	
	Atome	Molécule			
C(2)	C(12)	x	y-1	z	3,626
C(7)	C(10)		—		3,637
	C(11)		—		3,657
C(18)	O(20)		—		3,680
C(3)	C(16)		—		4,031
N(4)	C(14)		—		4,042
	C(15)		—		4,156
C(17)	C(16)		—		4,063
C(10)	C(10)	2-x	y- $\frac{1}{2}$	$\frac{3}{2}$ -z	3,758
C(12)	C(14)	x	$\frac{3}{2}$ -y	$\frac{1}{2}$ +z	3,740
C(15)	O(20)	x	$\frac{1}{2}$ -y	z- $\frac{1}{2}$	3,469
C(18)	O(20)	1-x	1-y	1-z	3,511

Les calculs ont été effectués au C.I.R.C.E. à Orsay, sur les ordinateurs IBM 360/75 et CDC 3600, en utilisant les programmes suivants:

- pour les calculs préliminaires, *PHOTO* (Riche, 1969),
- pour les calculs d'affinement: une modification de *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962),
- pour les calculs de distances et angles, la série de programmes NRC (Ahmed, Hall, Pippy & Huber, 1966),
- pour le tracé des figures: *ORTEP* (Johnson, 1965),
- pour le calcul de la fonction des phases, et la sé-

lection des valeurs numériques les plus probables des symboles: le programme *DEVIN* (Riche, 1972).

Les auteurs sont reconnaissants à MM P. Potier, H.-P. Husson et C. Thal de leur constant intérêt au cours de ce travail, et remercient M T. Imbert pour leur avoir préparé de beaux cristaux.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. B., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic programs for the IBM/360 system. *World List of Crystallographic Computer Programs*, p. 52. Utrecht: Oosthoek.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305, Oak-Ridge National Laboratory, Oak-Ridge, Tennessee.
- IMBERT, T., THAL, C., HUSSON, H.-P. & POTIER, P. (1971). Travaux non publiés.
- IMBERT, T. (1972). Thèse Ingénieur-Docteur, Orsay p. 114.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak-Ridge National Laboratory, Oak-Ridge, Tennessee.
- KARLE, J. & HAUPTMAN, A. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 635-651.
- KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849-859.
- RICHE, C. (1969). Diplôme d'Etudes Supérieures, Université Paris.
- RICHE, C. (1970). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **271**, 396-398.
- RICHE, C. (1971). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **272**, 1422-1424.
- RICHE, C. (1972a). Thèse Doctorat-ès-Sciences, A.O. du C.N.R.S., no. 6513. p. 155.
- RICHE, C. (1972b). *DEVIN*, programme pour la détermination des valeurs initiales des phases pour la résolution des structures cristallines, I.C.S.N., Rapport C1, 91-Gif-sur-Yvette. p. 72.

Acta Cryst. (1973). B29, 537

Crystal Structures of Analogues of Purine Nucleoside.

II.* 2-(4-O-Acetyl-2,3-dideoxy- β -L-glycero-pent-2-enopyranosyl)-5,6-dichlorobenzotriazole (*trans*-CLBA)

BY J. LOPEZ DE LERMA, S. MARTÍNEZ-CARRERA AND S. GARCÍA-BLANCO

Instituto de Química-Física 'Rocasolano', C.S.I.C., Serrano 119, Madrid 6, Spain

(Received 2 October 1972; accepted 6 November 1972)

Trans-CLBA was synthesized as a potential antimetabolite. The crystal structure was determined by Patterson and Fourier methods and refined to an *R* of 5.0% by full-matrix least-squares methods. The unit cell is orthorhombic, with $a = 16.286$ (2), $b = 9.976$ (2), $c = 8.792$ (2) Å, and there are 4 molecules per unit cell. The space group is $P2_12_12_1$. The intensity data were collected on a Philips PW 1100 four-circle diffractometer. All hydrogen atoms were directly located.

Introduction

This work is part of a systematic study of several compounds synthesized by García-Muñoz, Iglesias, Lora-

Tamayo, Madroñero & Stud (1969) for the investigation of the activities of purine nucleosides as potential antimetabolites. The crystal structure of the first compound of this series, *cis*-ATD, has recently been reported by Fayos & García-Blanco (1972). In the present paper we report the crystal structure of *trans*-

* Part I. *Acta Cryst.* B28, 2863.