

Tricyclo[5.3.1.0^{3,8}]undécane One-5

PAR TOURE SIAKA ET J. LAPASSET

Laboratoire de Cristallographie, Université d'Abidjan, BP 4322 Abidjan, Côte d'Ivoire

(Reçu le 10 janvier 1977, accepté le 22 février 1977)

Abstract. C₁₁H₁₆O, $M_r = 164$, monoclinic, $P2_1/c$; $a = 7.70(1)$, $b = 12.06(2)$, $c = 11.00(2)$ Å; $\beta = 116.3(2)^\circ$; $V = 914$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.20$ g cm⁻³. The final R for 945 reflexions is 0.08. A twist conformation of the molecule is observed.

Introduction. L'étude de ce composé a été entreprise afin de déterminer avec exactitude la conformation de la molécule. Ce travail nous a été proposé par M le Professeur G. Lamaty (Laboratoire de Chimie Organique Physique, USTL Montpellier) qui nous a fourni les échantillons utilisés.

Les paramètres de la maille ont été affinés à partir des mesures exactes des conditions géométriques de diffraction de 15 réflexions (diffractomètre automatique à quatre cercles Syntex P1, radiation Mo $K\alpha$ filtrée par un monochromateur à cristal de graphite). 1520 réflexions ont été mesurées sur le même diffractomètre ($2\theta \leq 50^\circ$). Sur ces 1520 réflexions nous en avons conservé seulement 945 qui avaient été mesurées avec une précision suffisante.

Le cristal se détruisant en cours de mesure sous l'action des rayons X nous avons dû calculer un facteur correctif pour chaque réflexion, en fonction de la date de mesure et de l'évolution d'une réflexion de référence.

La structure a été déterminée par l'utilisation des méthodes statistiques dites directes grâce au programme *LSAM* de Germain & Woolfson (1968). Les réflexions suivantes ont été choisies pour fixer l'origine

h	k	l	$s(hkl)$
3	8	-2	+
1	1	4	+
3	4	-3	+

Des phases symboliques ont été attribuées aux réflexions 434, 066 et 156.

Les phases correctes nous ont permis de déterminer les positions de tous les atomes sur la synthèse de Fourier correspondante.

Nous avons ensuite effectué un affinement par moindres carrés à l'aide du programme de Busing, Martin & Levy (1962). Les conditions d'affinement étaient les suivantes: quantité minimisée $|KF_o - |F_c||^2$ (les poids ont été pris égaux à 1); agitation thermique anisotrope pour les atomes non hydrogène; agitation

thermique isotrope pour les atomes H, égale à l'agitation thermique moyenne des atomes C auxquels ils sont liés. Nous n'avons pas affiné les positions des atomes H qui ont été placés de façon théorique; distance C-H 1.07 Å. Nous avons obtenu un R final de 0.08 après six cycles d'affinement. Les valeurs des coordonnées atomiques sont données dans le Tableau 1.* La Fig. 1 représente la projection de la structure suivant la direction [001].

* 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 32525: 8 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.

Tableau 1. Paramètres de position ($\times 10^4$)

Les écarts types portant sur la dernière décimale sont données entre parenthèses.

	x	y	z
C(1)	5517 (7)	2511 (6)	3271 (6)
C(2)	5693 (7)	3667 (5)	3635 (6)
C(3)	3674 (6)	4220 (4)	3201 (5)
C(4)	2601 (6)	3576 (5)	3872 (5)
C(5)	2326 (7)	2414 (5)	3367 (5)
C(6)	4279 (8)	1818 (5)	3747 (6)
O(11)	6285 (6)	2074 (4)	2624 (5)
C(41)	638 (7)	4136 (5)	3488 (5)
C(42)	-546 (7)	4157 (6)	1943 (6)
C(43)	573 (7)	3552 (5)	1288 (5)
C(31)	2461 (7)	4186 (5)	1642 (5)
C(51)	1017 (7)	2404 (6)	1830 (6)
H(200)	6433	4088	3144
H(201)	6515	3740	4711
H(300)	3859	5067	3528
H(500)	1535	1966	3800
H(600)	4015	1023	3268
H(601)	5026	1717	4824
H(310)	3272	3776	1196
H(311)	2132	5015	1258
H(510)	-308	1986	1632
H(511)	1743	1973	1336
H(430)	-275	3530	211
H(400)	3441	3583	4951
H(410)	871	4967	3867
H(411)	-140	3682	3925
H(420)	-795	4998	1598
H(421)	-1908	3751	1666

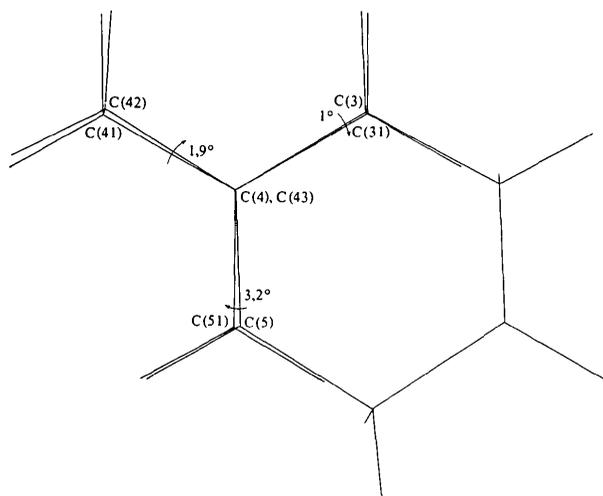


Fig. 4. Projection orthogonale de la molécule suivant un axe passant par les atomes C(4) et C(43).

C(4) et C(43) et par chacun des autres atomes du double cycle (plans 3 et 4, 5 et 6, 7 et 8 du Tableau 2).

La valeur moyenne de l'angle de torsion θ est de 2° . Cette torsion est certainement due à l'encombrement stérique des atomes H du double cycle placés face à face qui tendent ainsi à s'éloigner. Ces résultats sont à rapprocher de ceux obtenus par spectrographie micro-onde pour le fluoro-1 bicyclo[2.2.2]octane (Hirota, 1971) où un angle de torsion θ de 16° a été constaté pour le double cycle. L'angle beaucoup plus faible obtenu dans notre cas s'explique par le blocage de la molécule par le cycle C(1), C(2), C(3), C(4), C(5), C(6). Un calcul de mécanique moléculaire devrait permettre l'interprétation de ces résultats.

La cohésion cristalline est assurée par des contacts

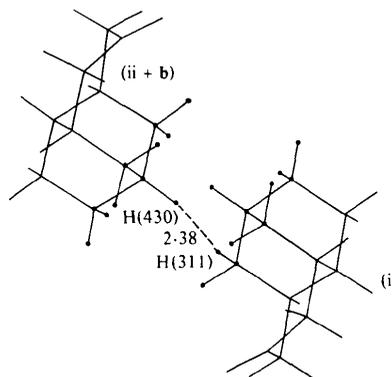


Fig. 5. Projection des molécules voisines (i) et (ii + b) suivant [010]: les positions (i) et (ii) sont définies comme pour la Fig. 1.

de van der Waals faibles hydrogène-hydrogène. En effet, seuls les atomes d'hydrogène H(311) de la molécule i et H(430) de la molécule ii (Fig. 5) se rapprochent à une distance 2,38 Å légèrement inférieure à la somme des rayons de van der Waals.

Nous remercions les membres du laboratoire de cristallographie de Créteil, Université de Paris, Val de Marne pour la collection des intensités, ainsi que la direction de l'OCM à Abidjan qui nous a permis d'effectuer les calculs sur ses ordinateurs 370-145.

Références

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 91-94.
- HIROTA, E. (1971). *J. Mol. Spectrosc.* **38**, 367-386.

SHORT COMMUNICATION

Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 1000 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 2000

The crystal structure of *trans*-1-amino-1,3-dicarboxycyclopentane: erratum. By BARBARA GALLEN, H. L. CARRELL, DAVID E. ZACHARIAS and JENNY PICKWORTH GLUSKER, *Institute for Cancer Research, Fox Chase Cancer Center, Philadelphia, PA 19111, USA* and RALPH A. STEPHANI, *Department of Biochemistry, Cornell University Medical College, New York 10021, USA*

(Received 3 February 1977; accepted 3 February 1977)

In Gallen, Carrell, Zacharias, Glusker & Stephani [*Acta Cryst.* (1975), **B31**, 2056-2060] delete the third sentence of the *Experimental* section, which reads: 'Since the crystals ... formed in a noncentrosymmetric space group, it appears that the racemic mixture was resolved into its optical isomers on crystallization'. This statement is not correct. The part of the sentence: 'Crystals were grown as colorless needles in glacial acetic acid' should be retained.

All information is contained in the abstract.