

Table 3 (*cont.*)

(c) Plane through C(15), C(16), C(17), C(18), C(19) and C(20)

	Molecule A	Molecule B
C(15)	0.022	0.004
C(16)	-0.022	0.000
C(17)	0.018	0.000
C(18)	-0.014	-0.007
C(19)	0.014	0.011
C(20)	-0.020	-0.010
P	-0.033	-0.030

$$0.9686x + 0.0980y - 0.2287z + 0.5775 = 0$$

$$\text{and } \chi^2 = 5.78 \text{ for molecule A}$$

$$0.9482x - 0.0812y - 0.3071z - 5.2371 = 0$$

$$\text{and } \chi^2 = 0.73 \text{ for molecule B}$$

Cl atom of the same molecule has higher thermal-vibration parameters than those of the other molecule, and partial disorder of the CO and Cl ligands cannot be ruled out. The Mn—Cl distances in molecules A and B are 2.371 (6) and 2.375 (7) Å respectively. Each molecule has a bidentate diphenyl-3,5-dimethylpyrazolylphosphine ligand coordinated to the metal *via* the P and N atom lone pairs. The Mn—P distances are

2.330 (6) and 2.301 (6) Å, the Mn—N(2) distances 2.11 (1) and 2.09 (1) Å, and the P—Mn—N (2) angles 66.5 (5) and 67.5 (5)°.

The P—N lengths [1.72 (1) and 1.73 (1) Å] are similar to that of 1.714 (4) Å found in tris(1-pyrazolyl)-phosphine (Cobbledick & Einstein, 1975) and within the limits of the errors the pyrazolyl bond lengths agree. The pyrazolyl and phenyl rings are planar; deviations from the least-squares planes are shown in Table 3. There are no short intermolecular contacts.

We thank the National Research Council of Canada for financial support and Drs L. K. Peterson and J. Hoyano for the crystals.

References

- COBBLEDICK, R. E. & EINSTEIN, F. W. B. (1975). *Acta Cryst.* B31, 2731–2733.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* 18, 104–109.
 EINSTEIN, F. W. B. & JONES, R. D. G. (1972). *Inorg. Chem.* 11, 395–400.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.

Acta Cryst. (1977). B33, 2023–2027

Structures Cristallines de Dérivés des Acides Dipropylacétique et Tripropylacétique. VI. Composés Homologues: Comparaison de la Propyl-3 Hexène-3 Amide et de l'Acide Propyl-2 Pentène-2 Oïque

PAR C. COHEN-ADDAD

*Université Scientifique et Médicale de Grenoble, Laboratoire de Spectrométrie Physique, BP n° 53,
 38041 Grenoble Cédex, France*

ET G. TAILLANDIER

*Laboratoire de Chimie et Toxicologie, Groupe d'Etude et de Recherche des Médicaments, avenue de Verdun,
 38240 Meylan, France*

(Reçu le 6 décembre 1976, accepté le 13 décembre 1976)

3-Propyl-3-hexenamamide, $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-CH_2-CONH_2$, (PHM) and 2-propyl-2-pentenoic acid (PPA) are anticonvulsant compounds. They crystallize with the following space groups and lattice parameters: PHM, space group $P2_1/c$, $a = 13.533$ (3), $b = 8.100$ (3), $c = 9.498$ (3) Å, $\beta = 102.95$ (5)°; PPA, space group $P\bar{1}$, $a = 8.023$ (5), $b = 11.991$ (6), $c = 4.933$ (3) Å, $\alpha = 99.70$ (5), $\beta = 104.40$ (5), $\gamma = 103.70$ (5)°. The intensities were collected with an automatic, four-circle diffractometer. The structures were solved by the direct multiresolution method. Full-matrix least-squares refinements resulted in weighted reliability indices of 0.11 (PHM) and 0.08 (PPA). The conformation of the $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-$ group is exactly the same in both compounds. Therefore, this conformation, which is very stable in the crystalline state, is highly probable for the molecules in solution.

Les acides dipropylacétique, $(C_3H_7)_2-CH-COOH$ (TPA), et leurs dérivés sont des composés d'intérêt pharmacologique par leur activité sur le système ner-

veux central (Benoit-Guyod, 1967). Celle-ci paraît être liée à l'activité biochimique mise en évidence pour les acides, DPA, et quelques homologues dont le plus actif est l'acide propyl-2 pentène-2 oïque, $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-COOH$ (PPA): ces acides sont des inhibiteurs compétitifs de la GABA-transaminase (GABA-T), vis à vis de son substrat, l'acide amino-4 butyrique, $NH_2-(CH_2)_3-COOH$ (GABA) (Simler, Ciesielski, Maitre, Randrianarisoa & Mandel, 1973; Ferrandes, Cohen-Addad, Benoit-Guyod & Eymard, 1974; Maitre, Ciesielski, Mandel, Taillandier, Benoit-Guyod & Boucherle, 1976). Cette activité peut être reliée à l'analogie structurale entre la conformation cristalline des dérivés solides du DPA (le DPA est un liquide), du TPA et de ses dérivés et celle du GABA, présentant, à l'état solide, une chaîne repliée (Tomita, Higashi & Fujiwara, 1973; Stewart, Player & Warner, 1973; Ferrandes *et al.*, 1974; Cohen-Addad & Grand, 1974; Cohen-Addad & D'Assenza, 1976; Cohen-Addad, D'Assenza, Taillandier & Benoit-Guyod, 1975, 1977).

La conformation cristalline du PPA, brièvement décrite dans un autre article (Ciesielski, Cohen-Addad, Taillandier, Lajzerowicz, Benoit-Guyod, Mandel & Boucherle, 1977), présente, pour une partie de la molécule, une parfaite analogie avec la conformation repliée du GABA. Si cette propriété était également observée en solution, elle devrait permettre à la molécule de PPA de remplacer exactement le GABA sur le site récepteur de l'enzyme, ce qui justifierait la forte inhibition de l'enzyme observée pour ce composé.

Afin de vérifier si la conformation du groupement $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-$, observée dans le PPA est préférentielle, il a paru intéressant d'étudier la structure cristalline de la propyl-3 hexène-3 amide, $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-CH_2-CONH_2$ présentant une activité anticonvulsivante; l'acide correspondant n'a pas été isolé.

Le présent article comprend également des données cristallographiques relatives à l'acide PPA, non mentionnées dans l'autre travail (Ciesielski *et al.*, 1977).

Les deux composés, PHM et PPA, peuvent ainsi être comparés.

Synthèse des composés

Cas de la propyl-3 hexène-3 amide

Par action du lithium sur le naphtalène au sein du tétrahydrofurane, on obtient un complexe anionique

radicalaire (Angelo, 1970). A l'aide de ce dernier, on peut métalliser l'acide acétique. Sa condensation avec l'heptanone-4 conduit à l'acide hydroxy-3 propyl-3 hexanoïque.

La déshydratation de cet acide β -hydroxylé par l'anhydride acétique donne un mélange d'acides α , β et β , γ éthyléniques.

L'action du chlorure de thionyle à froid sur le mélange d'acides éthyléniques isomères conduit à un mélange de chlorures d'acides. L'action de l'ammoniac permet d'isoler la propyl-3 hexène-3 amide. (Voir le schéma au-dessous.)

La purification de la propyl-3 hexène-3 amide ($F = 119-120^\circ C$) est réalisée dans un mélange octane-benzène (Taillandier, Benoit-Guyod, Boucherle, Broll & Eymard, 1975). La synthèse de l'acide propyl-2 pentène-2 oïque est décrite par ailleurs (Taillandier, Benoit-Guyod, Laruelle & Boucherle, 1977).

Détermination de la structure cristalline de la propyl-3 hexène-3 amide (PHM)

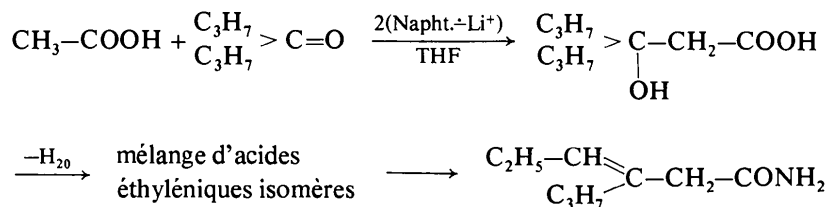
Partie expérimentale

Le composé cristallise par évaporation à $4^\circ C$ d'une solution dans l'alcool éthylique, dans le système monoclinique, groupe spatial $P2_1/c$. Les paramètres de maille ont été affinés à partir de mesures effectuées à l'aide d'un diffractomètre automatique à quatre cercles,*

* Les mesures ont été effectuées à l'Institut Laue-Langevin, Grenoble.

Tableau 1. Propyl-3 hexène-3 amide: coordonnées cristallographiques ($\times 10^4$) et composantes de vibration thermique en Å, le long des trois axes principaux de l'ellipsoïde (10^{-3} Å)

	x	y	z	Axe 1	Axe 2	Axe 3
C(1)	9666 (4)	7416 (12)	1223 (9)	262 (6)	431 (8)	492 (9)
C(2)	8786 (3)	6352 (8)	1435 (6)	266 (5)	341 (6)	395 (6)
C(3)	7858 (2)	6509 (4)	185 (4)	243 (4)	262 (4)	281 (4)
C(4)	6971 (2)	5490 (3)	394 (3)	209 (3)	223 (3)	257 (3)
C(5)	6752 (2)	4005 (4)	-172 (4)	237 (4)	252 (4)	266 (4)
C(6)	7303 (4)	3049 (5)	-1103 (5)	229 (4)	311 (5)	354 (5)
C(7)	7736 (4)	1436 (6)	-371 (7)	230 (5)	361 (5)	390 (6)
C(8)	6322 (2)	6212 (4)	1327 (3)	196 (3)	224 (3)	290 (4)
C(9)	5798 (2)	7796 (3)	726 (3)	186 (3)	225 (3)	235 (3)
O	5588 (2)	8092 (2)	588 (2)	175 (3)	229 (2)	298 (2)
N	5538 (2)	8820 (3)	1681 (2)	183 (3)	231 (3)	306 (3)



avec la longueur d'onde $K\alpha$ du cuivre: $a = 13,533$ (3), $b = 8,100$ (3), $c = 9,498$ (3) Å, $\beta = 102,95^\circ$ (5), $Z = 4$. Les intensités des raies diffractées ont été mesurées par la méthode des cinq points (Troughton, 1969).

Détermination de la structure

La structure a été résolue par méthode directe de multirésolution à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971).* Les signes de 200 facteurs de structure ont été ainsi déterminés.

Les paramètres cristallographiques ont été affinés par une méthode de moindres carrés utilisant le programme *ORXFLS3* (Busing *et al.*, 1962). La quantité $\sum w(F_o - F_c)^2$ est minimisée. Les positions des atomes d'hydrogène ont été calculées; pour les groupements méthyles ayant une importante agitation, les atomes d'hydrogène n'ont pas été localisés. Un affinement portant sur 1366 intensités significatives a été réalisé dans les conditions suivantes: coordonnées et facteurs de température anisotropes de la forme $\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$ variables pour les atomes de carbone, azote et oxygène; coordonnées et facteurs de température isotropes de 4 à 8

* Tous les calculs ont été effectués sur un ordinateur IRIS-80.

Tableau 2. *Propyl-3 hexène-3 amide: coordonnées cristallographiques calculées des atomes d'hydrogène* ($\times 10^3$) (à l'exclusion des groupements méthyliques)

	x	y	z
H'(C2)	857	664	243
H''(C2)	902	501	148
H'(C3)	764	782	10
H''(C3)	806	613	-83
H(C5)	609	339	7
H'(C6)	795	382	-129
H''(C6)	680	277	-215
H'(C8)	680	647	242
H''(C8)	575	531	147
H'(N)	571	856	274
H''(N)	516	987	134

Tableau 3. *Acid propyl-2 pentène-2 oïque: coordonnées cristallographiques* ($\times 10^4$) *et composantes de vibration thermique le long des trois axes principaux de l'ellipsoïde* (10^{-3} Å)

	x	y	z	Axe 1	Axe 2	Axe 3
C(1)	2073 (5)	4474 (3)	9085 (11)	234 (4)	310 (6)	335 (6)
C(2)	599 (4)	3587 (3)	6530 (10)	242 (4)	266 (5)	281 (5)
C(3)	-159 (4)	2427 (2)	7279 (8)	221 (5)	246 (5)	259 (4)
C(4)	-1595 (4)	1548 (2)	4723 (8)	215 (5)	232 (5)	250 (4)
C(5)	-3354 (4)	1381 (3)	4175 (9)	229 (5)	254 (4)	274 (5)
C(6)	-4287 (5)	2008 (3)	5931 (11)	240 (6)	283 (5)	337 (6)
C(7)	-5045 (5)	2859 (3)	4419 (14)	248 (5)	296 (4)	395 (7)
C(8)	-935 (4)	853 (2)	2683 (8)	215 (5)	224 (4)	244 (4)
O(1)	-214 (3)	102 (2)	415 (6)	210 (4)	239 (3)	317 (3)
O(2)	697 (3)	972 (2)	3134 (6)	223 (3)	229 (3)	296 (3)

Å² selon l'atome lourd correspondant, maintenus fixes pour les atomes d'hydrogène.

L'étude de la courbe $w(F_o - F_c)^2$ en fonction de F_o permet d'ajuster la pondération (Rollett, 1965). Les valeurs des facteurs R sont les suivantes: $R_{\text{pondéré}} = [\sum w(F_o - F_c)^2 / \sum w F_o^2]^{1/2} = 0,11$; $R_{\text{non-pondéré}} = \sum |F_o - F_c| / \sum |F_o| = 0,07$.

Les coordonnées cristallographiques des atomes (carbone, oxygène, azote), ainsi que leurs composantes de vibration thermique selon les axes principaux des ellipsoïdes sont données dans le Tableau 1. Les écarts standard sont indiqués entre parenthèses. Les coordonnées calculées des atomes d'hydrogène sont indiquées dans le Tableau 2.*

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32380: 47 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 4. *Acide propyl-2 pentène-2 oïque: coordonnées cristallographiques des atomes d'hydrogène* ($\times 10^3$) (paramètres non affinés)

	x	y	z
H'(C1)	266	532	868
H''(C1)	151	465	1090
H'''(C1)	316	409	986
H'(C2)	-51	397	582
H''(C2)	118	340	474
H'(C3)	-73	262	907
H''(C3)	96	205	802
H(C5)	-435	83	217
H'(C6)	-331	251	807
H''(C6)	-543	135	626
H'(C7)	-400	350	450
H''(C7)	-589	323	543
H'''(C7)	-569	242	209
H(O1)	-167	-33	-133

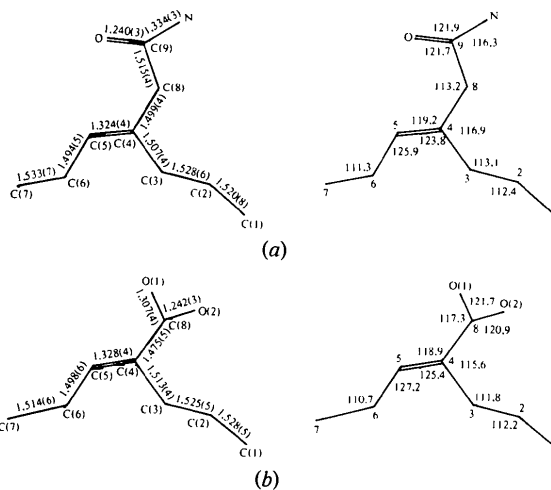


Fig. 1. (a) Propyl-3 hexène-3 amide et (b) acide propyl-2 pentène-2 oïque. Distances interatomiques (Å) et angles de valence ($^\circ$). Ecart standard sur les angles: 0,2 à 0,4.

On remarque que les groupements propyles et éthyles présentent de grands facteurs d'agitation thermique. Ce phénomène est généralement observé pour les composés homologues précédemment étudiés.

Structure cristalline de l'acide propyl-2 pentène-2 oïque

Le composé cristallise dans le système triclinique, groupe spatial $P\bar{1}$, avec les paramètres suivants: $a = 8,023(5)$, $b = 11,991(6)$, $c = 4,933(3)$ Å, $\alpha = 99,70(5)$, $\beta = 104,40(5)$, $\gamma = 103,70(5)^\circ$, $Z = 2$.

Les méthodes de mesure des intensités diffractées et de résolution de la structure (par méthode directe de multisolution) ont été décrites par ailleurs (Ciesielski *et al.*, 1977).

Le Tableau 3 comporte les coordonnées cristallographiques des atomes lourds obtenus après affinement par moindres carrés. Le Tableau 4 comprend les coordonnées calculées des atomes d'hydrogène; les groupements méthyles ont été localisés sur des sections de Fourier différence. Ces paramètres ont conduit à un indice de reliabilité pondéré de 0,08.*

Description et comparaison des structures

La Fig. 1 comporte les distances interatomiques et les angles de valence observés dans la PHM, ainsi que les valeurs correspondantes pour l'acide PPA. La Fig. 2

* Voir note précédente.

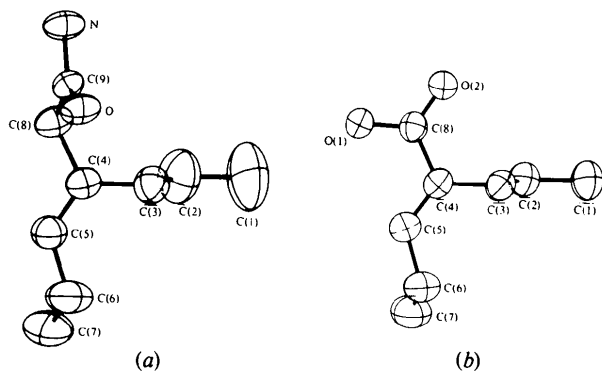


Fig. 2. Conformation (a) de la propyl-2 hexène-3 amide et (b) de l'acide propyl-2 pentène-2 oïque. Projection des molécules selon le plan C(3)-C(4)-C(8).

représente une projection des molécules selon le plan C(3)-C(4)-C(8) (ORTEP, Johnson, 1965).

Le groupement $C_2H_5-CH=C(-C_2H_5)-$ a exactement la même conformation dans les deux composés comme le montrent les deux figures et les angles dièdres du Tableau 5. Sa configuration est de type *E*; ceci est en accord avec les résultats obtenus par RMN en solution sur la PPA (Taillandier *et al.*, 1977). Le Tableau 6 dans lequel les coordonnées atomiques sont reportées en Å dans un même repère d'axes orthonormés permet

Tableau 5. Angles de torsion ($^\circ$) dans la propyl-3 hexène-3 amide (PHM) et comparaison avec la conformation cristalline de l'acide propyl-2 pentène-2 oïque (PPA)

	PHM	PPA
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	178,7	179,1
C(2)-C(3)-C(4)-C(8)	-81,8	-83,2
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	97,9	95,2
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	0,1	0,2
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-117,4	-107,7
C(6)-C(5)-C(4)-C(8)	178,8	178,8
C(9)-C(8)-C(4)-C(3)	-62,9	
C(9)-C(8)-C(4)-C(5)	118,4	
O-C(9)-C(8)-C(4)	-27,3	
N-C(9)-C(8)-C(4)	-155,5	

Tableau 6. Comparaison de la conformation de la propyl-3 hexène-3 amide avec celle de l'acide propyl-2 pentène-2 oïque

Coordonnées en Å dans un repère d'axes orthonormés liés à la molécule. Systèmes d'axes: origine en C(4), axe *x* selon la liaison C(4)-C(3), plan *xy* selon le plan C(4)C(3)C(8).

	PHM			PPA		
	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
C(1)	3,62	0,23	-1,37	3,60	0,19	-1,40
C(2)	2,10	0,20	-1,39	2,08	0,17	-1,41
C(3)	1,51	0,00	0,0	1,51	0,0	0,0
C(4)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
C(5)	-0,74	-1,10	-0,02	-0,77	-1,08	-0,03
C(6)	-0,27	-2,51	-0,05	-0,32	-2,51	-0,06
C(7)	-0,72	-3,23	-1,34	-0,57	-3,12	-1,42
C(8)	-0,68	1,34	0,0	-0,64	1,33	0,0
C(9)	-0,37	2,16	1,24			
O	0,10	1,62	2,32	-1,94	1,37	-0,03
N(ou O)	-0,50	3,48	1,11	0,04	2,37	0,04

Tableau 7. Liaisons hydrogène dans la propyl-3 hexène-3 amide (PHM) et l'acide propyl-2 pentène-2 oïque (PPA)

PHM			PPA		
Molécule 1 (<i>x,y,z</i>)	Molécule 2	Distance (Å)	Molécule 1 (<i>x,y,z</i>)	Molécule 2 (- <i>x,-y,-z</i>)	Distance (Å)
N	O($x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$)	3,008 (3)	O(1)	O(2)	2,645 (4)
N	O(1 - <i>x</i> , 2 - <i>y</i> , - <i>z</i>)	2,991 (3)			

une comparaison directe des deux molécules. L'enchaînement intermoléculaire s'effectue dans les deux cas, par des liaisons hydrogène décrites dans le Tableau 7: liaison N—H...O pour la PHM; formation de dimères entre atomes d'oxygène autour d'un centre de symétrie dans le cas de l'acide.

En conclusion, la conformation du groupement $C_2H_5-CH=C(-C_3H_7)-$ observée dans deux composés, paraît donc particulièrement stable à l'état cristallin et a une grande probabilité d'exister en solution.

Nous remercions bien vivement Mme J. Lajzërowicz pour son aide et ses judicieux conseils et M A. Boucherle pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail ainsi que M G. D'Assenza pour sa collaboration technique.

Références

- ANGELO, B. (1970). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 1848–1849.
 BENOIT-GUYOD, J. L. (1967). Thèse d'Etat, Grenoble.
 Busing, W. R., MARTIN, K. O., LEVY, H. A., ELLISON, R. D., HAMILTON, W. C., IBERS, J. A., JOHNSON, C. K. & THIESSEN, W. E. (1962). *ORXFLS3*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-TM-271.
 CIESIELSKI, L., COHEN-ADDAD, C., TAILLANDIER, G., LAJZËROWICZ, J., BENOIT-GUYOD, J. L., MANDEL, P. & BOUCHERLE, A. (1977). En préparation.
 COHEN-ADDAD, C. & D'ASSENZA, G. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 239–247.
 COHEN-ADDAD, C., D'ASSENZA, G., TAILLANDIER, G. & BENOIT-GUYOD, J. L. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 835–841.
 COHEN-ADDAD, C., D'ASSENZA, G., TAILLANDIER, G. & BENOIT-GUYOD, M. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 348–355.
 COHEN-ADDAD, C. & GRAND, A. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1342–1346.
 FERRANDES, B., COHEN-ADDAD, C., BENOIT-GUYOD, J. L. & EYMARD, P. (1974). *Biochem. Pharmacol.* **23**, 3363–3376.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794.
 MAITRE, M., CIESIELSKI, L., MANDEL, P., TAILLANDIER, G., BENOIT-GUYOD, J. L. & BOUCHERLE, A. (1976). *Proc. Natl. Acad. Sci. US*. Soumis pour publication.
 ROLLETT, J. S. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, p. 114. Oxford: Pergamon Press.
 SIMLER, S., CIESIELSKI, L., MAITRE, M., RANDRIANARISOA, A. & MANDEL, P. (1973). *Biochem. Pharmacol.* **22**, 1701–1708.
 STEWART, E. G., PLAYER, R. B. & WARNER, D. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2038–2040.
 TAILLANDIER, G., BENOIT-GUYOD, J. L., BOUCHERLE, A., BROLL, M. & EYMARD, P. (1975). *Eur. J. Med. Chem.* **10**, 453–462.
 TAILLANDIER, G., BENOIT-GUYOD, J. L., LARUELLE, C. & BOUCHERLE, A. (1977). *Arch. Pharm.* A paraître.
 TOMITA, K. I., HIGASHI, H. & FUJIWARA, J. (1973). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **46**, 2199–2204.
 TROUGHTON, P. G. H. (1969). PhD Thesis, Chemical Crystallography Laboratory, Imperial College, London.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 2027–2031

The Structure and Absolute Configuration of Sinulariolide, a Cembranolide Diterpene

BY ROLF KARLSSON

Department of Structural Chemistry, University of Stockholm, S-104 05 Stockholm, Sweden

(Received 10 September 1976; accepted 17 December 1976)

Sinulariolide ($C_{20}H_{30}O_4$) is a cembranolide obtained from the soft coral *Sinularia flexibilis*. The crystals are orthorhombic, space group $P2_12_12_1$, with $a = 19.8226$ (7), $b = 11.3328$ (4), $c = 8.9405$ (3) Å (25°C), $Z = 4$, $D_m = 1.15$, $D_x = 1.105$ g cm⁻³. The structure was refined to $R = 0.05$ for 1948 independent diffractometer-measured X-ray reflexions. Twelve enantiomer-sensitive Bijvoet differences were measured with Cu $K\alpha$ and Cr $K\alpha$ radiation to determine the absolute configuration. A seven-membered conjugated lactone ring, an epoxide group and a *trans* double bond are attached to the 14-membered cembranolide ring. The ester group is twisted 68° from a planar configuration. As in ethylene oxide, substituents on the epoxide ring have larger C—C—C than C—C—O angles.

Introduction

This work is a part of a project on structural investigations of terpenoids isolated from soft corals (Tursch, Braekman, Daloze, Herin, Karlsson & Los-

man, 1975). The X-ray study was undertaken in order to verify an independent chemical investigation of the structure of sinulariolide (SIN) (Fig. 1). The three cembranolides SIN, lobophytolide (LOB) (Karlsson, 1977), also obtained from a soft coral, and eupalmerin acetate