

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1971). *ORFFE*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O., LEVY, H. A., ELLISON, R. D., HAMILTON, W. C., IBERS, J. A., JOHNSON, C. K. & THIESSEN, W. E. (1971). *ORXFLS* 3. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- COREY, R. B. & DONOHUE, J. (1950). *J. Am. Chem. Soc.* **72**, 2899–2900.
- DAMODARAN, N. P., JONES, G. H. & MOFFATT, J. G. (1971). *J. Am. Chem. Soc.* **93**, 3812–3813.
- DEPMEIER, W. & JARCHOW, O. H. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 939–949.
- ECK, J. (1970). *NAWAR*, ein Auswertprogramm für die Fünfwertmessung (unveröffentlicht), Universität Hamburg.
- HOPPE, W. (1969). *Acta Cryst.* **A25**, 67–76.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- ISONO, K., ASAH, K. & SUZUKI, S. (1969). *J. Am. Chem. Soc.* **91**, 7490–7505.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, revised. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LUGER, P. & PAULSEN, H. (1974). *Chem. Ber.* **107**, 1579–1589.
- MAIN, P., WOOLFSON, M. M., LESSINGER, L., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1974). *MULTAN*. Univ. of York, England, Laboratoire de Chimie-Physique, Institut Lavoisier, Belgien.
- MILJKOVIĆ, M., MILJKOVIĆ, D., JOKIĆ, A., ANDREJEVIĆ, V. & DAVIDSON, E. A. (1971). *J. Org. Chem.* **36**, 3218–3221.
- MÜLLER, U. (1973). *Struct. Bonding (Berlin)*, **14**, 141–172.
- PARTHASARATHY, R. & DAVIS, E. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 1049–1057.
- PAULSEN, H. & GÜNTHER, C. (1977). *Chem. Ber.* Im Druck.
- PAULSEN, H. & MÄCKEL, E. (1973). *Chem. Ber.* **106**, 1525–1536.
- PAULSEN, H. & TODT, K. (1968). *Adv. Carbohydr. Chem.* **23**, 115–232.
- SHELDRIK, G. (1974). *SHELX*. Programme für die Strukturbestimmung. Univ. of Cambridge, England.
- ZABICKY, J. (1970). *The Chemistry of Amides*. New York: Wiley-Interscience.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 232–237

Structure Cristalline de la Méloscandonine, $C_{20}H_{20}N_2O_2$: Alcaloïde du *Melodinus scandens* Forst

PAR N. RODIER

*Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J.-B. Clément,
92290 Chatenay-Malabry, France*

Y. MAUGUEN

*Laboratoire de Physique, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J.-B. Clément,
92290 Chatenay-Malabry, France*

ET M. HACHEM-MEHRI ET M. PLAT

*Laboratoire de Pharmacie Chimique, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, rue J.-B. Clément,
92290 Chatenay-Malabry, France*

(Reçu le 24 juin 1977, accepté le 13 juillet 1977)

The alkaloid meloscandonine crystallizes in the orthorhombic system, space group $P2_12_12_1$, with $a = 12.803$ (5), $b = 28.99$ (1), $c = 9.107$ (3) Å, $Z = 8$. The structure was solved by direct methods and refined by least-squares procedures to a final R of 0.042 for 2542 independent reflexions collected using $Cu K\alpha$ radiation. H atoms were located and their parameters refined. The two independent molecules of the asymmetric unit are linked by hydrogen bonds.

Introduction

La méloscandonine, alcaloïde du *Melodinus scandens* Forst, a pour formule brute $C_{20}H_{20}N_2O_2$. Sa stéréochimie a déjà fait l'objet d'un mémoire de Plat, Hachem-

Mehri, Koch, Scheidegger & Potier (1970). Le but de la présente étude est de confirmer et de préciser par voie cristallographique les résultats obtenus par d'autres méthodes.

Des cristaux ont été préparés en sublimant l'alcaloïde

à la température de 270 °C sous la pression de 0,01 mm de mercure. Le monocristal choisi pour réaliser l'étude structurale peut, dans une approximation très grossière, être assimilé à un parallélépipède mesurant environ 0,20 × 0,25 × 0,28 mm.

Données cristallographiques

Les spectres d'oscillation et de Weissenberg montrent une maille orthorhombique de dimensions $a = 12,803$ (5), $b = 28,99$ (1) et $c = 9,107$ (3) Å. Les extinctions systématiques correspondent au groupe spatial $P2_12_12_1$.

3183 réflexions indépendantes, obtenues avec le rayonnement Cu $K\alpha$ isolé par un monochromateur, ont été mesurées avec un diffractomètre automatique

Enraf-Nonius CAD-4 effectuant un balayage $\omega/2\theta$ d'amplitude $s(^{\circ}) = 0,80 + 0,40 \operatorname{tg} \theta$ ($0 \leq \theta \leq 65^{\circ}$; $0 \leq h \leq 15$; $0 \leq k \leq 34$; et $0 \leq l \leq 10$). Les réflexions d'indices 150, $2\bar{1}0$ et $\bar{3}\bar{3}\bar{2}$, choisies pour contrôler périodiquement la stabilité des conditions de fonctionnement du diffractomètre, ont été mesurées toutes les 150 réflexions. L'écart-type relatif moyen sur les facteurs de structure correspondant à ces trois réflexions est égal à 7×10^{-3} . 2542 réflexions ont été utilisées pour la détermination des positions atomiques. Leurs intensités vérifient la relation $I > 2\sigma(I)$. Elles ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation.

Détermination de la structure

La structure a été résolue en deux étapes. 35 atomes de

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives ($\times 10^4$, pour H $\times 10^3$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
N(101)	4200 (3)	1042 (1)	8738 (4)	N(201)	6675 (3)	1418 (1)	202 (4)
C(102)	4407 (3)	1399 (2)	7818 (5)	C(202)	6520 (4)	1019 (2)	960 (5)
C(103)	500 (4)	2189 (2)	5655 (7)	C(203)	8718 (4)	1110 (2)	6629 (5)
N(104)	1057 (3)	1903 (2)	6716 (5)	N(204)	8281 (3)	1349 (1)	5339 (4)
C(105)	1474 (4)	2099 (2)	7951 (6)	C(205)	7165 (4)	1431 (2)	5361 (6)
C(106)	2219 (4)	1757 (2)	8594 (5)	C(206)	6902 (3)	1564 (2)	3804 (5)
C(107)	2471 (3)	1403 (2)	7347 (5)	C(207)	7772 (3)	1342 (1)	2810 (4)
C(108)	2407 (3)	920 (2)	7935 (5)	C(208)	8140 (3)	1679 (1)	1672 (5)
C(109)	1514 (4)	643 (2)	7913 (7)	C(209)	8997 (4)	1970 (2)	1827 (5)
C(110)	1515 (4)	221 (2)	8656 (8)	C(210)	9255 (4)	2287 (2)	737 (5)
C(111)	2380 (5)	84 (2)	9436 (8)	C(211)	8657 (4)	2315 (2)	-518 (6)
C(112)	3282 (4)	351 (2)	9460 (6)	C(212)	7799 (4)	2026 (2)	-696 (5)
C(113)	3292 (4)	765 (2)	8686 (5)	C(213)	7551 (3)	1711 (1)	388 (5)
C(114)	1101 (4)	2304 (2)	4290 (6)	C(214)	8824 (4)	599 (2)	6452 (5)
C(115)	1992 (4)	2105 (2)	3940 (6)	C(215)	8685 (4)	374 (2)	5215 (5)
C(116)	3571 (3)	1475 (2)	6677 (5)	C(216)	7377 (3)	902 (1)	2012 (5)
C(117)	3467 (3)	1925 (2)	5806 (5)	C(217)	7248 (3)	557 (1)	3261 (5)
C(118)	3625 (6)	1387 (3)	2730 (6)	C(218)	9117 (5)	-55 (2)	2158 (6)
C(119)	2991 (4)	1313 (2)	4146 (5)	C(219)	9003 (4)	467 (2)	2420 (5)
C(120)	2518 (3)	1749 (2)	4882 (5)	C(220)	8398 (3)	609 (2)	3814 (5)
C(121)	1754 (3)	1566 (2)	6065 (5)	C(221)	8555 (3)	1141 (2)	3945 (4)
C(122)	3697 (4)	1139 (2)	5366 (5)	C(222)	8320 (4)	683 (2)	1234 (5)
O(123)	4292 (3)	820 (1)	5299 (4)	O(223)	8466 (4)	672 (1)	-68 (4)
O(124)	5204 (2)	1633 (1)	7903 (4)	O(224)	5742 (2)	777 (1)	774 (4)
H(1011)	472 (3)	96 (1)	949 (4)	H(2011)	617 (3)	151 (1)	-49 (4)
H(1031)	-17 (3)	199 (2)	545 (5)	H(2031)	949 (3)	126 (1)	690 (5)
H(1032)	28 (3)	250 (2)	624 (5)	H(2032)	821 (3)	119 (1)	752 (5)
H(1051)	186 (3)	242 (2)	771 (5)	H(2051)	672 (3)	113 (2)	568 (5)
H(1052)	84 (3)	218 (2)	874 (5)	H(2052)	696 (3)	171 (2)	611 (5)
H(1061)	290 (3)	193 (1)	896 (5)	H(2061)	619 (3)	145 (1)	348 (5)
H(1062)	191 (3)	156 (1)	947 (5)	H(2062)	696 (3)	190 (1)	361 (4)
H(1091)	79 (3)	74 (2)	737 (5)	H(2091)	942 (3)	196 (1)	271 (5)
H(1101)	83 (4)	0 (2)	862 (5)	H(2101)	985 (3)	252 (1)	97 (5)
H(1111)	238 (4)	-22 (2)	998 (5)	H(2111)	881 (3)	255 (1)	-139 (5)
H(1121)	395 (3)	24 (1)	997 (5)	H(2121)	737 (3)	204 (1)	-167 (5)
H(1141)	78 (3)	256 (1)	356 (5)	H(2141)	903 (3)	44 (1)	738 (4)
H(1151)	238 (3)	221 (1)	293 (5)	H(2151)	869 (3)	3 (1)	523 (4)
H(1171)	334 (3)	221 (1)	645 (4)	H(2171)	666 (3)	66 (1)	396 (4)
H(1172)	412 (3)	197 (1)	511 (5)	H(2172)	710 (3)	24 (1)	286 (4)
H(1191)	238 (3)	104 (1)	392 (5)	H(2191)	982 (3)	59 (1)	240 (4)
H(1211)	132 (3)	129 (1)	562 (4)	H(2211)	933 (3)	123 (1)	361 (4)
H(1181)	419 (4)	170 (2)	303 (6)	H(2181)	950 (4)	-23 (2)	301 (6)
H(1182)	404 (4)	109 (2)	246 (6)	H(2182)	841 (4)	-19 (2)	211 (6)
H(1183)	314 (4)	150 (2)	184 (6)	H(2183)	952 (4)	-14 (2)	117 (5)

carbone, d'azote ou d'oxygène ont été localisés par les 'méthodes directes' à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). Les positions approchées des 13 autres 'atomes lourds' contenus dans l'unité asymétrique ont été obtenues en calculant la densité électronique à partir des 35 atomes déterminés précédemment. L'affinement des paramètres atomiques par la méthode des moindres carrés avec le programme XRAY 72 (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972) donne au facteur $R = \Sigma |F_o - |F_c|| / \Sigma F_o$ la valeur 0,07, lorsqu'on prend en considération l'agitation thermique anisotrope de tous les atomes connus.

Les coordonnées des atomes d'hydrogène ont d'abord

été calculées *a priori*. Il a été ensuite vérifié que les positions ainsi prévues correspondaient à des maximums de la série de Fourier des différences ($F_o - F_c$). Les positions adoptées sont celles de ces maximums. Chaque atome d'hydrogène s'est vu attribuer le coefficient d'agitation thermique isotrope de l'atome auquel il est lié. Puis, ses paramètres de position et d'agitation thermique ont été soumis à un cycle d'affinement. La valeur finale obtenue pour le facteur R est égale à 0,042.*

Huit molécules sont présentes dans la maille, soit deux molécules dans l'unité asymétrique. La masse volumique théorique est égale à 1,26 g cm⁻³.

* 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 32922: 65 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 2. Distances interatomiques (Å)

N(101)—C(102)	1,359 (6)	N(201)—C(202)	1,354 (5)
N(101)—C(113)	1,420 (6)	N(201)—C(213)	1,416 (5)
C(102)—C(116)	1,501 (6)	C(202)—C(216)	1,492 (6)
C(102)—O(124)	1,230 (5)	C(202)—O(224)	1,229 (5)
C(103)—N(104)	1,454 (7)	C(203)—N(204)	1,472 (6)
C(103)—C(114)	1,475 (8)	C(203)—C(214)	1,498 (6)
N(104)—C(105)	1,395 (7)	N(204)—C(205)	1,458 (6)
N(104)—C(121)	1,445 (6)	N(204)—C(221)	1,446 (5)
C(105)—C(106)	1,509 (7)	C(205)—C(206)	1,527 (7)
C(106)—C(107)	1,560 (6)	C(206)—C(207)	1,565 (6)
C(107)—C(108)	1,507 (6)	C(207)—C(208)	1,509 (6)
C(107)—C(116)	1,553 (6)	C(207)—C(216)	1,555 (5)
C(107)—C(121)	1,559 (6)	C(207)—C(221)	1,549 (6)
C(108)—C(109)	1,391 (7)	C(208)—C(209)	1,390 (6)
C(108)—C(113)	1,394 (6)	C(208)—C(213)	1,394 (6)
C(109)—C(110)	1,398 (8)	C(209)—C(210)	1,404 (7)
C(110)—C(111)	1,370 (9)	C(210)—C(211)	1,384 (7)
C(111)—C(112)	1,396 (8)	C(211)—C(212)	1,383 (7)
C(112)—C(113)	1,397 (7)	C(212)—C(213)	1,391 (6)
C(114)—C(115)	1,322 (7)	C(214)—C(215)	1,319 (6)
C(115)—C(120)	1,505 (7)	C(215)—C(220)	1,492 (6)
C(116)—C(117)	1,528 (6)	C(216)—C(217)	1,527 (6)
C(116)—C(122)	1,553 (6)	C(216)—C(222)	1,537 (6)
C(117)—C(120)	1,566 (6)	C(217)—C(220)	1,569 (6)
C(118)—C(119)	1,538 (9)	C(218)—C(219)	1,545 (7)
C(119)—C(120)	1,555 (6)	C(219)—C(220)	1,553 (6)
C(119)—C(122)	1,513 (7)	C(219)—C(222)	1,528 (7)
C(120)—C(121)	1,544 (6)	C(220)—C(221)	1,561 (6)
C(122)—O(123)	1,200 (6)	C(222)—O(223)	1,199 (6)
N(101)—H(1011)	0,98 (4)	N(201)—H(2011)	0,94 (4)
C(103)—H(1031)	1,06 (4)	C(203)—H(2031)	1,10 (4)
C(103)—H(1032)	1,09 (4)	C(203)—H(2032)	1,08 (4)
C(105)—H(1051)	1,08 (4)	C(205)—H(2051)	1,08 (4)
C(105)—H(1052)	1,11 (4)	C(205)—H(2052)	1,09 (4)
C(106)—H(1061)	1,06 (4)	C(206)—H(2061)	1,03 (4)
C(106)—H(1062)	1,06 (4)	C(206)—H(2062)	0,97 (4)
C(109)—H(1091)	1,10 (4)	C(209)—H(2091)	0,96 (4)
C(110)—H(1101)	1,10 (5)	C(210)—H(2101)	1,04 (4)
C(111)—H(1111)	1,01 (4)	C(211)—H(2111)	1,06 (4)
C(112)—H(1121)	1,01 (4)	C(212)—H(2121)	1,04 (4)
C(114)—H(1141)	1,09 (4)	C(214)—H(2141)	0,99 (4)
C(115)—H(1151)	1,09 (4)	C(215)—H(2151)	1,00 (4)
C(117)—H(1171)	1,03 (4)	C(217)—H(2171)	1,03 (4)
C(117)—H(1172)	1,05 (4)	C(217)—H(2172)	1,01 (4)
C(118)—H(1181)	1,19 (5)	C(218)—H(2181)	1,05 (5)
C(118)—H(1182)	1,04 (5)	C(218)—H(2182)	0,99 (5)
C(118)—H(1183)	1,07 (5)	C(218)—H(2183)	1,06 (5)
C(119)—H(1191)	1,13 (4)	C(219)—H(2191)	1,10 (4)
C(121)—H(1211)	1,06 (4)	C(221)—H(2211)	1,07 (4)

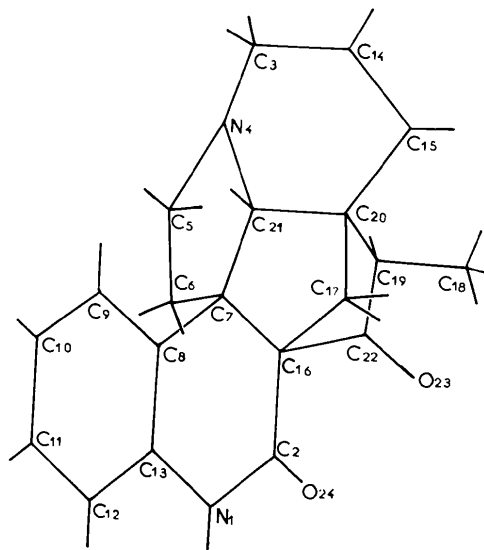


Fig. 1. Numérotation des atomes de la molécule de méloscandonine.

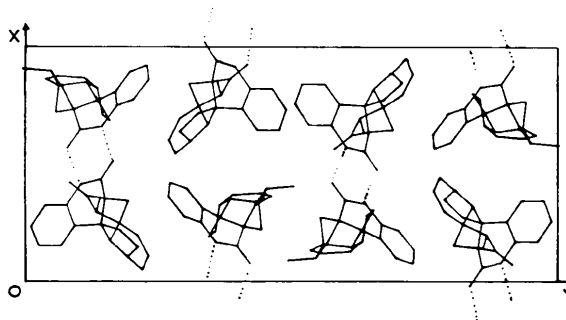


Fig. 2. Vue suivant l'axe c des huit molécules contenues dans la maille.

Tableau 3. Angles des liaisons (°)

C(102)–N(101)–C(113)	124,3 (4)	C(202)–N(201)–C(213)	124,2 (4)
N(101)–C(102)–C(116)	113,9 (3)	N(201)–C(202)–C(216)	114,5 (4)
N(101)–C(102)–O(124)	122,4 (4)	N(201)–C(202)–O(224)	122,2 (4)
C(116)–C(102)–O(124)	123,7 (4)	C(216)–C(202)–O(224)	123,2 (4)
N(104)–C(103)–C(114)	115,8 (4)	N(204)–C(203)–C(214)	114,6 (4)
C(103)–N(104)–C(105)	119,3 (4)	C(203)–N(204)–C(205)	116,0 (4)
C(103)–N(104)–C(121)	113,9 (4)	C(203)–N(204)–C(221)	114,5 (3)
C(105)–N(104)–C(121)	112,6 (4)	C(205)–N(204)–C(221)	109,1 (3)
N(104)–C(105)–C(106)	105,5 (4)	N(204)–C(205)–C(206)	103,3 (4)
C(105)–C(106)–C(107)	107,2 (4)	C(205)–C(206)–C(207)	106,2 (3)
C(106)–C(107)–C(108)	110,2 (4)	C(206)–C(207)–C(208)	110,2 (3)
C(106)–C(107)–C(116)	112,4 (3)	C(206)–C(207)–C(216)	112,7 (3)
C(106)–C(107)–C(121)	103,1 (3)	C(206)–C(207)–C(221)	103,7 (3)
C(108)–C(107)–C(116)	108,0 (3)	C(208)–C(207)–C(216)	107,9 (3)
C(108)–C(107)–C(121)	121,3 (3)	C(208)–C(207)–C(221)	119,7 (3)
C(116)–C(107)–C(121)	101,6 (3)	C(216)–C(207)–C(221)	102,5 (3)
C(107)–C(108)–C(109)	125,0 (4)	C(207)–C(208)–C(209)	124,4 (4)
C(107)–C(108)–C(113)	115,5 (4)	C(207)–C(208)–C(213)	116,6 (4)
C(109)–C(108)–C(113)	119,1 (4)	C(209)–C(208)–C(213)	119,0 (4)
C(108)–C(109)–C(110)	119,7 (5)	C(208)–C(209)–C(210)	120,5 (4)
C(109)–C(110)–C(111)	120,4 (5)	C(209)–C(210)–C(211)	119,5 (4)
C(110)–C(111)–C(112)	121,3 (5)	C(210)–C(211)–C(212)	120,5 (4)
C(111)–C(112)–C(113)	117,9 (5)	C(211)–C(212)–C(213)	119,8 (4)
N(101)–C(113)–C(108)	120,4 (4)	N(201)–C(213)–C(208)	119,5 (4)
N(101)–C(113)–C(112)	117,9 (4)	N(201)–C(213)–C(212)	119,8 (4)
C(108)–C(113)–C(112)	121,5 (4)	C(208)–C(213)–C(212)	120,7 (4)
C(103)–C(114)–C(115)	123,6 (5)	C(203)–C(214)–C(215)	124,6 (4)
C(114)–C(115)–C(120)	122,9 (5)	C(214)–C(215)–C(220)	122,3 (4)
C(102)–C(116)–C(107)	111,0 (3)	C(202)–C(216)–C(207)	110,5 (3)
C(102)–C(116)–C(117)	122,9 (4)	C(202)–C(216)–C(217)	123,4 (4)
C(102)–C(116)–C(122)	111,5 (3)	C(202)–C(216)–C(222)	112,2 (4)
C(107)–C(116)–C(117)	103,9 (3)	C(207)–C(216)–C(217)	102,9 (3)
C(107)–C(116)–C(122)	108,1 (3)	C(207)–C(216)–C(222)	107,5 (3)
C(117)–C(116)–C(122)	97,9 (3)	C(217)–C(216)–C(222)	98,9 (3)
C(116)–C(117)–C(120)	94,0 (3)	C(216)–C(217)–C(220)	94,3 (3)
C(118)–C(119)–C(120)	116,9 (4)	C(218)–C(219)–C(220)	115,8 (4)
C(118)–C(119)–C(122)	110,5 (4)	C(218)–C(219)–C(222)	110,2 (4)
C(120)–C(119)–C(122)	100,8 (4)	C(220)–C(219)–C(222)	100,3 (3)
C(115)–C(120)–C(117)	116,1 (4)	C(215)–C(220)–C(217)	117,3 (4)
C(115)–C(120)–C(119)	119,0 (4)	C(215)–C(220)–C(219)	117,1 (4)
C(115)–C(120)–C(121)	110,0 (4)	C(215)–C(220)–C(221)	111,4 (4)
C(117)–C(120)–C(119)	100,8 (3)	C(217)–C(220)–C(219)	100,4 (3)
C(117)–C(120)–C(121)	103,5 (4)	C(217)–C(220)–C(221)	104,0 (3)
C(119)–C(120)–C(121)	105,8 (3)	C(219)–C(220)–C(221)	105,0 (3)
N(104)–C(121)–C(107)	105,1 (4)	N(204)–C(221)–C(207)	105,8 (3)
N(104)–C(121)–C(120)	116,9 (3)	N(204)–C(221)–C(220)	116,1 (3)
C(107)–C(121)–C(120)	104,6 (3)	C(207)–C(221)–C(220)	103,9 (3)
C(116)–C(122)–C(119)	107,2 (3)	C(216)–C(222)–C(219)	107,6 (4)
C(116)–C(122)–O(123)	125,9 (4)	C(216)–C(222)–O(223)	126,1 (4)
C(119)–C(122)–O(123)	126,7 (4)	C(219)–C(222)–O(223)	126,3 (4)

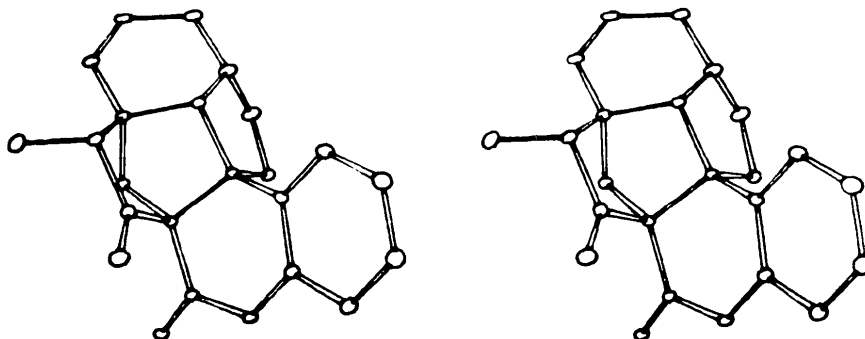


Fig. 3. Vue stéréoscopique d'une molécule de méloscandonine.

Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1. Le Tableau 2 indique les principales distances interatomiques et le Tableau 3 les angles que font entre elles les liaisons issues d'un même atome. Dans ces tableaux, chaque atome est désigné par le symbole de l'élément correspondant accompagné d'un indice chiffré dont la présence permet de distinguer les atomes de même nature. Cet indice comporte trois chiffres dans le cas des atomes de carbone, d'azote ou d'oxygène. Le premier de ces chiffres (1 ou 2) désigne la molécule de l'unité asymétrique à laquelle appartient l'atome considéré. Le nombre formé par les deux chiffres suivants caractérise la position du même atome à l'intérieur de la molécule. La numérotation adoptée est indiquée sur la Fig. 1. Chaque atome d'hydrogène est affecté du même indice que l'atome auquel il est lié suivi d'un quatrième

chiffre (1, 2 ou 3), lequel permet de différencier les atomes d'hydrogène portés par un même atome de carbone.

La Fig. 2 représente les huit molécules contenues dans la maille et la Fig. 3 la vue stéréoscopique d'une

Tableau 4. *Angles (°) entre le plan du noyau benzénique et les plans moyens*

Atomes définissant les plans	Molécule 1	Molécule 2
C(7), C(8), C(13), N(1)	6,40	2,06
C(20), C(21), C(7), C(16)	40,22	43,44
C(20), C(15), C(14), C(3)	54,59	53,75
C(16), C(22), C(19), C(20)	73,99	71,70
N(4), C(21), C(7), C(6)	80,36	77,10
C(5), C(6), C(7), C(21)	75,24	70,49

Tableau 5. *Distances (Å) aux plans moyens*

Les distances relatives à la molécule 2, ayant des valeurs très voisines de celles de leurs homologues relatives à la molécule 1, n'ont pas été rapportées.

Plan 1: défini par les atomes C(108), C(109), C(110), C(111), C(112) et C(113)

Equation du plan: $-4,2432X + 13,6936Y + 7,4375Z = 6,1199$

C(108)	0,01	C(109)	0,00	C(110)	-0,01	C(111)	0,01
C(112)	0,00	C(113)	-0,01	N(101)	0,02	C(102)	-0,26
C(116)	-0,65	O(124)	-0,21	C(107)	0,22	C(121)	-0,21
C(120)	-1,16	C(119)	-2,51	C(118)	-3,73	N(104)	1,03

Plan 2: défini par les atomes C(107), C(108), C(113) et N(101)

Equation du plan: $-4,2356X + 10,8057Y + 7,8951Z = 6,2580$

C(107)	0,01	C(108)	-0,03	C(113)	0,03	N(101)	-0,01
C(102)	-0,44	O(124)	-0,45	C(116)	-0,90	C(122)	-2,36
C(117)	-1,07	C(106)	1,48	C(121)	-0,52	C(120)	-1,58

Plan 3: défini par les atomes C(120), C(121), C(107) et C(116)

Equation du plan: $0,1161X + 26,4169Y + 3,7468Z = 6,4619$

C(120)	0,02	C(121)	-0,03	C(107)	0,03	C(116)	-0,02
C(119)	-1,40	C(117)	0,84	C(122)	-1,40	C(118)	-1,73
O(124)	0,88	N(104)	1,09	C(115)	0,60		

Plan 4: défini par les atomes C(120), C(115), C(114) et C(103)

Equation du plan: $6,2629X + 20,8914Y + 4,4727Z = 7,4126$

C(120)	0,00	C(115)	-0,01	C(114)	0,01	C(103)	0,00
N(104)	0,22	C(121)	-0,33	C(119)	-0,94	C(117)	1,38

Plan 5: défini par les atomes C(116), C(122), C(119) et C(120)

Equation du plan: $9,6348X + 16,1017Y - 3,2208Z = 3,6682$

C(116)	0,00	C(122)	0,00	C(119)	0,00	C(120)	0,00
C(118)	1,18	O(123)	0,08	C(117)	0,90	C(121)	-1,41
C(107)	-1,40	C(115)	0,37	N(104)	-1,76		

Plan 6: défini par les atomes N(104), C(121), C(107) et C(106)

Equation du plan: $8,2298X + 19,8829Y - 3,1050Z = 2,6079$

N(104)	-0,05	C(121)	0,07	C(107)	-0,07	C(106)	0,04
C(105)	0,31	C(103)	0,40				

molécule. Ces deux figures ont été réalisées à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1965).

Discussion

Les Tableaux 2 et 3 montrent que les longueurs des liaisons qui unissent entre eux les atomes de carbone, d'azote et d'oxygène ainsi que les angles formés par ces mêmes liaisons ont, dans les deux molécules de l'unité asymétrique, les mêmes valeurs à de rares exceptions près. En effet, si l'on admet que l'incertitude est égale à trois écarts-type, on observe que seules les valeurs obtenues pour la longueur de la liaison N(4)–C(5) d'une part, et pour les angles C(3)–N(4)–C(5) et C(5)–N(4)–C(21) d'autre part, ne sont pas compatibles avec l'égalité. Ces écarts ne s'expliquent pas par une conformation différente des deux molécules dans la région considérée. En effet, l'atome N(4) est situé, dans les deux cas, du même côté du plan C(3)C(5)C(21). Toutefois, la distance de N(4) à ce plan diffère légèrement dans les deux molécules (0,32 et 0,39 Å). Diverses formules de pondération des facteurs de structure n'ont pratiquement rien changé et ont été abandonnées. Seul, le retrait de l'affinement de 63 réflexions, pour lesquelles la différence $|F_o - |F_c||$ est supérieure à trois électrons, les a légèrement atténué.

Les longueurs des liaisons sont, dans l'ensemble, très proches des longueurs indiquées dans la littérature et notamment dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1968) pour des liaisons analogues. Les distances C–C du noyau benzénique varient de 1,370 à 1,398 Å dans la première molécule, de 1,383 à 1,404 Å dans la deuxième et admettent la même valeur moyenne 1,391 Å. Elles sont donc très homogènes. Dans la partie de la molécule correspondant à la méloscine, les distances interatomiques ne sont pas toutes en très bon accord avec celles calculées par Oberhänsli (1969) à propos du N_b -bromométhylate de méloscine. Toutefois, en raison des incertitudes dont elles sont entachées, les valeurs correspondant à la même liaison dans chacun des deux composés restent compatibles.

La légère différence observée entre les deux liaisons C=O [1,200 Å pour C(22)–O(23) et 1,230 Å pour C(2)–O(24)] et le raccourcissement de la liaison N(1)–C(2) (1,359 Å dans la molécule 1 et 1,354 Å dans la molécule 2) ou celui, plus modeste, de la liaison N(1)–C(13) (1,420 et 1,416 Å), peuvent s'expliquer, semble-t-il, par la délocalisation du doublet π de la liaison C(2)–O(24). La distance C(14)–C(15) (1,322 et 1,319 Å) confirme la présence d'une liaison éthylénique entre ces atomes.

En ce qui concerne la forme de la molécule de méloscandonine, le Tableau 4 indique les valeurs de quelques angles qui permettent de préciser les orientations relatives des différents cycles qu'elle contient. L'atome de carbone C(18) est situé, dans les deux molécules de l'unité asymétrique, du même côté que l'atome C(17) par rapport au plan moyen défini par C(20), C(19), C(22) et C(16), les distances à ce plan étant respectivement de 1,18 Å dans le cas de C(118) et de 1,27 Å dans le cas de C(218). Deux liaisons hydrogène, N(101)–H(1011)···O(224) et N(201)–H(2011)···O(124), unissent les deux molécules contenues dans l'unité asymétrique. Les distances N(101)–O(224) et N(201)–O(124) sont respectivement de 2,813 (5) et 2,883 (5) Å. Les équations des plans moyens et les distances des atomes à ces plans sont données dans le Tableau 5.

Références

- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.
International Tables for X-ray Crystallography (1968). Vol. III, 2^e éd., p. 275. Birmingham: Kynoch Press.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 OBERHÄNSLI, W. E. (1969). *Helv. Chim. Acta*, 52 (7), 1905.
 PLAT, M., HACHEM-MEHRI, M., KOCH, M., SCHEIDEGGER, U. & POTIER, P. (1970). *Tetrahedron Lett.* pp. 3395–3398.
 STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.