

pulled apart. Thus, as each new polymer chain is formed, considerable strains will be imposed in the crystal.

We thank the SRC for support of this work.

References

- BAUGHMAN, R. H. (1974). *J. Polym. Sci. Polym. Phys. Ed.* **12**, 1511–1535.
 FISHER, D. A., BATCHELDER, D. N. & BLOOR, D. (1978). In: preparation.

- HÄDICKE, E., PENZIEN, K. & SCHNELL, H. (1971). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **10**, 940–941.
 HIMES, R. C. (1953). PhD dissertation, Ohio State Univ.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, revised. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. A program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge.
 WEGNER, G. (1969). *Z. Naturforsch. Teil B*, **24**, 824–832.
 WEGNER, G. (1972). *Makromol. Chem.* **154**, 35–48.
 WEGNER, G. (1975). Private communication.
 WEGNER, G. (1977). *Chemistry and Physics of One-Dimensional Metals*, edited by H. J. KELLER, pp. 297–314. New York: Plenum.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 2367–2370

Acide Acétoxy-3 β e Oléanène-12(13) Oïque-28 β a

PAR R. ROQUES

Laboratoire de Cristallographie, Faculté des Sciences d'Abidjan, BP 4322, Abidjan, Côte d'Ivoire

ET J. P. DECLERCQ ET G. GERMAIN

Laboratoire de Chimie-Physique et de Cristallographie, Université de Louvain, B-1348, Louvain-la-Neuve, Belgique

(Reçu le 24 octobre 1977, accepté le 27 octobre 1977)

Abstract. C₃₂H₅₀O₄, $M_r = 498$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 14.50$ (3), $b = 7.33$ (1), $c = 27.14$ (2) Å, $V = 2884$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.11$ (5), $D_c = 1.15$ g cm⁻³, $F(000) = 1088$, 1846 observed reflexions, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.54178$ Å, $T = 294$ K. Ring *E* has a chair conformation.

Introduction. Cette aglycone extraite de l'écorce de *Piptadeniastrum africanum* de la famille des Mimosaceae de Côte d'Ivoire a été identifiée comme étant l'acide oléanolique [acétoxy-3 β e oléanène-12(13) oïque-28 β a].

Ces extraits d'écorce sont utilisés en pharmacopée indigène. Il nous a paru intéressant, dans le cadre des recherches poursuivies par les différentes sections du groupe des substances naturelles de l'Université Nationale de Côte d'Ivoire, de déterminer la structure cristalline de cet extrait (Comeau, Druet & Braun, 1974).

Les cristaux se présentent sous la forme de parallélépipèdes. Le cristal utilisé pour les mesures d'intensité diffractée avait les dimensions suivantes: 0,25 × 0,12 × 0,05 mm.

Une étude sur chambre de Weissenberg et de

précession nous a permis de déterminer le groupe spatial ainsi qu'une première valeur des paramètres. 1846 réflexions non nulles ont été mesurées sur le diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-3 à la température ambiante en utilisant le rayonnement Cu

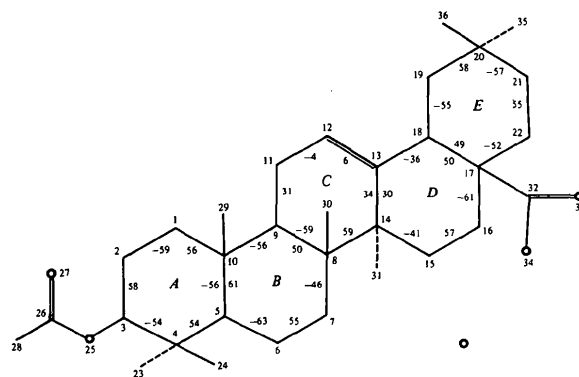


Fig. 1. Numérotation des atomes et angles de torsion (°).

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)	6002 (5)	-740 (9)	6207 (2)	H(101)	5704 (47)	-1187 (106)	6542 (25)
C(2)	5414 (5)	-921 (10)	5748 (3)	H(102)	6415 (48)	-1404 (107)	6207 (24)
C(3)	4562 (5)	268 (10)	5794 (2)	H(103)	4157 (47)	72 (104)	6132 (23)
C(4)	4781 (5)	2310 (10)	5877 (2)	H(201)	5770 (47)	-723 (107)	5426 (24)
C(5)	5418 (5)	2419 (9)	6323 (3)	H(202)	5224 (49)	-2001 (108)	5660 (25)
C(6)	5649 (5)	4371 (10)	6469 (3)	H(501)	5016 (50)	2017 (104)	6667 (23)
C(7)	6079 (5)	4413 (10)	6993 (2)	H(601)	5084 (48)	5531 (105)	6505 (25)
C(8)	6911 (5)	3210 (9)	7059 (2)	H(602)	6030 (49)	4762 (105)	6218 (24)
C(9)	6710 (5)	1280 (8)	6833 (2)	H(701)	5631 (47)	3987 (109)	7194 (24)
C(10)	6310 (5)	1234 (10)	6301 (3)	H(702)	6358 (47)	5868 (112)	7131 (24)
C(11)	7530 (6)	32 (11)	6892 (3)	H(901)	6175 (49)	658 (111)	7064 (23)
C(12)	8088 (6)	384 (10)	7337 (2)	H(111)	7926 (50)	223 (103)	6565 (25)
C(13)	7976 (5)	1716 (8)	7667 (2)	H(112)	7289 (48)	-1164 (105)	6958 (24)
C(14)	7147 (4)	2942 (8)	7625 (2)	H(121)	8573 (48)	-386 (110)	7466 (24)
C(15)	7329 (5)	4838 (10)	7873 (3)	H(151)	6707 (46)	5606 (109)	7948 (24)
C(16)	7838 (4)	4770 (9)	8345 (2)	H(152)	7723 (48)	742 (105)	7613 (24)
C(17)	8772 (5)	3788 (10)	8264 (2)	H(161)	7571 (47)	3996 (104)	8621 (24)
C(18)	8636 (5)	1837 (10)	8092 (2)	H(162)	7953 (50)	5849 (105)	8496 (25)
C(19)	8344 (5)	602 (9)	8530 (2)	H(191)	8151 (48)	-520 (106)	8350 (24)
C(20)	8983 (6)	643 (11)	8963 (3)	H(211)	8373 (47)	3276 (106)	9222 (25)
C(21)	9061 (5)	2614 (11)	9143 (3)	H(221)	9913 (48)	3374 (102)	8628 (25)
C(22)	9393 (5)	3887 (11)	8735 (3)	H(222)	9565 (50)	5281 (107)	8889 (23)
C(23)	3852 (6)	3191 (12)	6022 (3)	H(241)	4629 (50)	2999 (101)	5226 (25)
C(24)	5103 (6)	3254 (10)	5404 (3)	H(242)	5672 (48)	2628 (107)	5400 (25)
O(25)	4048 (4)	107 (7)	5342 (2)	H(243)	5480 (49)	4482 (105)	5449 (24)
C(26)	3472 (6)	-1292 (12)	5305 (3)	H(281)	3289 (48)	-1097 (107)	4530 (24)
O(27)	3355 (4)	-2394 (8)	5621 (2)	H(282)	3038 (51)	-2410 (105)	4702 (25)
C(28)	2948 (9)	-1183 (17)	4834 (3)	H(291)	6787 (48)	1332 (108)	5536 (24)
C(29)	6959 (6)	1779 (10)	5903 (3)	H(292)	7271 (50)	2862 (108)	5875 (25)
C(30)	7730 (5)	4107 (10)	6789 (3)	H(301)	7524 (46)	4213 (104)	6411 (24)
C(31)	6342 (5)	2068 (12)	7914 (2)	H(302)	7913 (50)	5136 (104)	6941 (25)
C(32)	9317 (5)	4837 (10)	7875 (3)	H(303)	8340 (47)	3053 (106)	6702 (24)
O(33)	9707 (3)	4150 (7)	7528 (2)	H(311)	6419 (47)	777 (112)	7810 (24)
O(34)	9375 (4)	6627 (6)	7963 (2)	H(312)	6450 (49)	2225 (111)	8216 (24)
C(35)	9922 (6)	-163 (11)	8827 (3)	H(351)	10224 (48)	714 (105)	8622 (24)
C(36)	8580 (6)	-489 (12)	9375 (3)	H(352)	10363 (50)	-340 (107)	9120 (24)
				H(353)	9910 (49)	-1635 (102)	8754 (24)
				H(361)	7913 (50)	-82 (100)	9554 (24)
				H(362)	9027 (49)	-765 (106)	9725 (25)

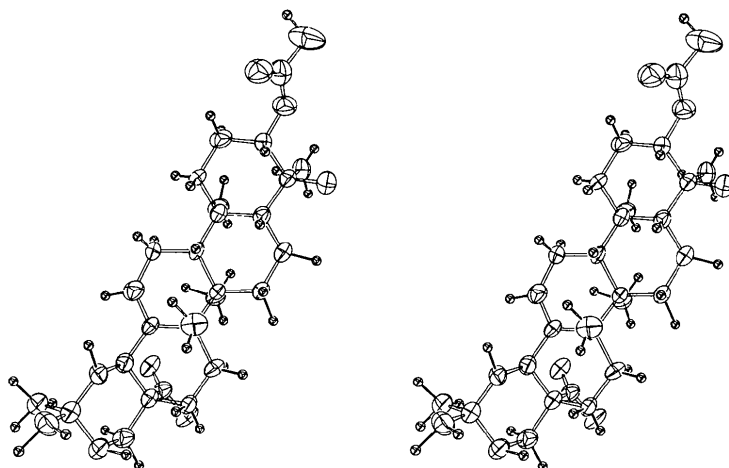
Fig. 2. *Vue stéréoscopique de la molécule.*

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

C(1)–C(2)	1,516 (10)	C(1)–H(101)	1,06 (7)
C(1)–C(10)	1,536 (10)	C(1)–H(102)	0,77 (7)
C(2)–C(3)	1,517 (11)	C(2)–H(201)	1,02 (7)
C(3)–C(4)	1,547 (10)	C(2)–H(202)	0,87 (8)
C(3)–O(25)	1,440 (9)	C(3)–H(103)	1,10 (7)
C(4)–C(5)	1,525 (10)	C(5)–H(501)	1,14 (7)
C(4)–C(23)	1,545 (11)	C(6)–H(601)	1,19 (7)
C(4)–C(24)	1,531 (10)	C(6)–H(602)	0,92 (7)
C(5)–C(6)	1,522 (10)	C(7)–H(701)	0,90 (7)
C(5)–C(10)	1,560 (10)	C(7)–H(702)	1,20 (8)
C(6)–C(7)	1,554 (10)	C(9)–H(901)	1,10 (7)
C(7)–C(8)	1,504 (10)	C(11)–H(111)	1,07 (7)
C(8)–C(9)	1,569 (9)	C(11)–H(112)	0,96 (8)
C(8)–C(14)	1,588 (9)	C(12)–H(121)	0,97 (7)
C(8)–C(30)	1,542 (10)	C(15)–H(151)	1,08 (7)
C(9)–C(10)	1,557 (10)	C(15)–H(152)	1,12 (7)
C(9)–C(11)	1,508 (10)	C(16)–H(161)	1,02 (7)
C(10)–C(29)	1,485 (10)	C(16)–H(162)	0,91 (7)
C(11)–C(12)	1,478 (10)	C(19)–H(191)	1,00 (7)
C(12)–C(13)	1,334 (10)	C(21)–H(211)	1,13 (7)
C(13)–C(14)	1,505 (9)	C(22)–H(221)	0,89 (7)
C(13)–C(18)	1,501 (9)	C(22)–H(222)	1,13 (8)
C(14)–C(15)	1,566 (9)	C(24)–H(241)	0,86 (7)
C(14)–C(31)	1,546 (10)	C(24)–H(242)	0,95 (7)
C(15)–C(16)	1,480 (10)	C(24)–H(243)	1,06 (8)
C(16)–C(17)	1,548 (10)	C(28)–H(281)	0,96 (7)
C(17)–C(18)	1,518 (10)	C(28)–H(282)	0,98 (8)
C(17)–C(22)	1,565 (10)	C(29)–H(291)	1,08 (7)
C(17)–C(32)	1,528 (10)	C(29)–H(292)	0,92 (8)
C(18)–C(19)	1,554 (10)	C(30)–H(301)	1,07 (7)
C(19)–C(20)	1,498 (10)	C(30)–H(302)	0,90 (7)
C(20)–C(21)	1,529 (11)	C(30)–H(303)	1,20 (7)
C(20)–C(35)	1,529 (12)	C(31)–H(311)	0,99 (8)
C(20)–C(36)	1,509 (11)	C(31)–H(312)	0,84 (7)
C(21)–C(22)	1,527 (11)	C(35)–H(351)	0,96 (7)
O(25)–C(26)	1,327 (10)	C(35)–H(352)	1,03 (7)
C(26)–O(27)	1,190 (10)	C(35)–H(353)	1,10 (7)
C(26)–C(28)	1,489 (13)	C(36)–H(361)	1,12 (7)
C(32)–O(33)	1,208 (9)	C(36)–H(362)	1,17 (7)
C(32)–O(34)	1,336 (9)		

Tableau 3. Angles de valence (°)

C(2)–C(1)–C(10)	112,5 (6)	C(12)–C(13)–C(18)	118,7 (6)
C(1)–C(2)–C(3)	109,8 (6)	C(14)–C(13)–C(18)	122,1 (6)
C(2)–C(3)–C(4)	113,6 (6)	C(8)–C(14)–C(13)	108,6 (5)
C(2)–C(3)–O(25)	107,6 (6)	C(8)–C(14)–C(15)	110,0 (5)
C(4)–C(3)–O(25)	108,0 (5)	C(8)–C(14)–C(31)	112,2 (5)
C(3)–C(4)–C(5)	106,9 (6)	C(13)–C(14)–C(15)	111,3 (5)
C(3)–C(4)–C(23)	105,2 (6)	C(13)–C(14)–C(31)	108,6 (5)
C(3)–C(4)–C(24)	112,2 (6)	C(15)–C(14)–C(31)	106,1 (5)
C(5)–C(4)–C(23)	107,7 (6)	C(14)–C(15)–C(16)	115,2 (6)
C(5)–C(4)–C(24)	117,3 (6)	C(15)–C(16)–C(17)	109,2 (6)
C(23)–C(4)–C(24)	106,9 (6)	C(16)–C(17)–C(18)	111,6 (6)
C(4)–C(5)–C(6)	112,9 (6)	C(16)–C(17)–C(32)	111,5 (6)
C(4)–C(5)–C(10)	116,2 (6)	C(16)–C(17)–C(32)	108,4 (6)
C(6)–C(5)–C(10)	110,5 (6)	C(18)–C(17)–C(22)	111,7 (6)
C(5)–C(6)–C(7)	110,2 (6)	C(18)–C(17)–C(32)	109,1 (6)
C(6)–C(7)–C(8)	114,7 (6)	C(22)–C(17)–C(32)	104,1 (6)
C(7)–C(8)–C(9)	109,5 (5)	C(13)–C(18)–C(17)	112,1 (6)
C(7)–C(8)–C(14)	111,1 (5)	C(13)–C(18)–C(19)	112,3 (6)
C(7)–C(8)–C(30)	108,2 (5)	C(17)–C(18)–C(19)	110,3 (6)
C(9)–C(8)–C(14)	107,9 (5)	C(18)–C(19)–C(20)	114,9 (6)
C(9)–C(8)–C(30)	110,0 (5)	C(19)–C(20)–C(21)	108,3 (6)
C(14)–C(8)–C(30)	110,2 (5)	C(19)–C(20)–C(35)	110,7 (6)
C(8)–C(9)–C(10)	116,8 (5)	C(19)–C(20)–C(36)	109,3 (6)
C(8)–C(9)–C(11)	111,1 (5)	C(21)–C(20)–C(35)	111,1 (7)
C(10)–C(9)–C(11)	112,3 (6)	C(21)–C(20)–C(36)	108,2 (6)
C(1)–C(10)–C(5)	106,8 (6)	C(35)–C(20)–C(36)	108,1 (7)
C(1)–C(10)–C(9)	106,4 (5)	C(20)–C(21)–C(22)	111,7 (6)
C(1)–C(10)–C(29)	108,5 (6)	C(17)–C(22)–C(21)	112,4 (6)
C(5)–C(10)–C(9)	105,1 (5)	C(3)–O(25)–C(26)	117,1 (6)
C(5)–C(10)–C(29)	113,9 (6)	O(25)–C(26)–O(27)	123,9 (8)
C(9)–C(10)–C(29)	115,6 (6)	O(25)–C(26)–C(28)	110,3 (8)
C(9)–C(11)–C(12)	114,4 (6)	O(27)–C(26)–C(28)	125,7 (8)
C(11)–C(12)–C(13)	127,6 (7)	C(17)–C(32)–O(33)	124,9 (7)
C(12)–C(13)–C(14)	119,0 (6)	C(17)–C(32)–O(34)	113,8 (6)
		O(33)–C(32)–O(34)	121,3 (7)

(1966) jusqu'à une valeur de $R = 0,125$ pour l'ensemble des réflexions observées.*

Les atomes d'hydrogène ont pu être localisés par une série de Fourier-différence. Nous leur avons attribué l'agitation thermique moyenne de la molécule.

Les facteurs de diffusion atomique ont été pris de *International Tables for X-ray Crystallography* (1962).

Le Tableau 1 donne les coordonnées des atomes; la Fig. 1 indique la numérotation correspondante et contient les principaux angles de torsion. Les Tableaux 2 et 3 regroupent respectivement les distances interatomiques et les angles de valence.

Discussion. La comparaison de la structure de l'acide oléanolique (I) avec celle du diméthoxy-3 β e,16 β e oléanène-12(13) olide-28-21 β a (II) (Roques, Comeau, Fourme, Kahn & Andre, 1977) fait ressortir des valeurs de liaison en parfaite concordance en ce qui

$K\alpha$ filtré par un monochromateur au graphite ($\theta_{\max} = 60^\circ$). Les intensités ont été corrigées pour les phénomènes de Lorentz et de polarisation. Nous n'avons pas fait de correction d'absorption.

La structure a été résolue en utilisant le programme de Braun, Hornstra & Leenhouts (1969) qui utilise une méthode d'investigation de la fonction de Patterson. Le modèle introduit dans ce programme est le squelette de l'hédéragénine (Roques, Druet & Comeau, 1978) composé de 22 atomes. La première solution, la plus probable, nous a permis de reconnaître 33 atomes lourds sur un Fourier pondéré portant sur 1800 réflexions. Nous avons alors une facteur de reliabilité de 36%. Un deuxième Fourier a révélé les trois derniers atomes lourds, ce qui nous a donné un $R = 0,27$.

L'affinement des coordonnées a été effectué par la méthode des moindres carrés (blocs diagonaux) en utilisant le programme de Ahmed, Hall, Pippy & Huber

* 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 33135: 12 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

concerne leur squelette commun. On y relève cependant deux liaisons très différentes:

	C(16)–C(17)	C(19)–C(20)
(I)	1,548 Å	1,498 Å
(II)	1,487	1,547.

La Fig. 2 donne une vue stéréoscopique de la molécule (Johnson, 1965).

Le cycle *E* qui a une conformation bateau dans la structure (II) possède ici une conformation chaise. Cette conformation chaise est à rapprocher des résultats de Hoge & Nordman (1974).

Les liaisons simples C–C, si l'on exclut celles adjacentes à la double liaison C(12)=C(13), ont pour la plupart des valeurs comprises entre 1,51 et 1,56 Å. Certaines liaisons C–C ont des valeurs anormalement faibles de 1,48 à 1,50 Å. Nous pensons que la mauvaise qualité du cristal peut en être responsable, ce qui par ailleurs justifie que nous ayons dû arrêter l'affinement à une valeur aussi élevée. Les liaisons simples impliquant les carbones C(12) et C(13) sont plus courtes que la moyenne des liaisons, comme l'on peut s'y attendre (Bartell & Bonham, 1960).

Nous remercions: la direction de l'OCM à Abidjan qui nous a permis d'effectuer tous les calculs sur ses ordinateurs IBM 370-145; M Comeau du Laboratoire

de Chimie Organique qui a extrait ce composé et soumis ce problème; et le Laboratoire de Cristallographie de Montpellier (France) qui nous a permis d'exécuter les mesures d'intensité.

L'un d'entre nous (JPD) remercie le Fonds National de la Recherche Scientifique pour le mandat dont il a bénéficié.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 System. National Research Council, Ottawa, Canada.
- BARTELL, L. S. & BONHAM, R. A. (1960). *J. Chem. Phys.* **32**, 824–826.
- BRAUN, P. B., HORNSTRA, J. & LEENHOUTS, J. I. (1969). *Philips Res. Rep.* **24**, 85–118.
- COMEAU, L. C., DRUET, D. & BRAUN, J. A. (1974). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 2643–2646.
- HOGUE, R. & NORDMAN, C. E. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1435–1440.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- ROQUES, R., COMEAU, L., FOURME, R., KAHN, R. & ANDRE, D. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1682–1687.
- ROQUES, R., DRUET, D. & COMEAU, L. C. (1978). **B34**, 1634–1639.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 2370–2372

Oxalate de *N*-(Diéthylammonio-3 propyl) Méthylamino-2 Chloro-4 Diphénylsulfure*

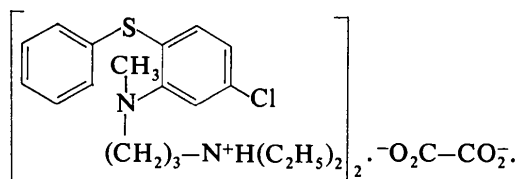
PAR PIERRE MARSAU

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 33405 Talence, France

(Reçu le 19 janvier 1978, accepté le 16 mars 1978)

Abstract. $(C_{20}H_{28}ClN_2)^+(C_2O_4)^{2-} \cdot C_2H_2O_4$, triclinic, $P\bar{1}$, $Z = 1$, $a = 12.163$ (5), $b = 14.936$ (5), $c = 7.820$ (3) Å, $\alpha = 65.61$ (8), $\beta = 64.94$ (8), $\gamma = 81.11$ (8)°, $R = 0.066$, 3456 observed reflexions. The angle between the two ring planes is 88.2°.

Introduction. La formule développée du composé étudié est:



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

Dans la nomenclature des dérivés de l'amino diphénylsulfure, analogues aux phénothiazines, mais à noyaux non condensés, ce composé s'appelle CB13. Ces composés ont été synthétisés au Laboratoire de Pharmacie Chimique, UER de Pharmacie, Lille, France. Un méthyle substitué sur l'azote en position 2 [atome N(10)] provoque un encombrement stérique obligeant la molécule à prendre une conformation différente de celle des dérivés précédemment étudiés (Marsau & Cotrait, 1976a,b; Marsau, 1977). Cette différence est par ailleurs étudiée en relation avec les propriétés pharmacodynamiques.

D'une manière générale avec ce type de composés, il est difficile d'obtenir des cristaux de bonne qualité pour une étude cristallographique précise. Le cristal de CB13 utilisé est une plaquette de 0,3 × 0,3 × 0,05 mm