

Table 4. *Torsion angles* (°)

O(1)–C(1)–C(2)–C(3)	4.1 (6)	C(5)–C(2)–C(1)–O(1)	117.9 (5)	C(2)–O(3)–C(6)–O(4)	–2.4 (7)
C(1)–C(2)–C(3)–C(4)	4.9 (5)	C(5)–C(2)–C(3)–C(4)	123.3 (5)	O(3)–C(2)–C(3)–O(5)	2.7 (6)
C(2)–C(3)–C(4)–O(1)	–11.9 (6)	C(5)–C(2)–C(3)–O(5)	–117.3 (5)	C(1)–C(2)–C(3)–O(5)	124.4 (4)
C(3)–C(4)–O(1)–C(1)	15.7 (7)	C(5)–C(2)–O(3)–O(6)	–165.4 (4)	O(1)–C(4)–C(3)–O(5)	133.3 (5)
C(4)–O(1)–C(1)–C(2)	12.5 (7)	C(1)–C(2)–O(3)–C(6)	–47.7 (6)	C(2)–C(3)–O(5)–C(8)	93.4 (5)
O(2)–C(1)–O(1)–C(4)	171.6 (6)	C(3)–C(2)–O(3)–C(6)	69.6 (5)	C(4)–C(3)–O(5)–C(8)	–150.9 (5)
O(2)–C(1)–C(2)–O(3)	–57.7 (7)	O(1)–C(1)–C(2)–O(3)	126.5 (5)	C(3)–O(5)–C(8)–O(6)	–2.3 (7)
O(2)–C(1)–C(2)–C(3)	179.9 (5)	C(4)–C(3)–C(2)–O(3)	116.7 (5)	C(3)–O(5)–C(8)–C(9)	175.8 (4)
O(2)–C(1)–C(2)–C(5)	57.8 (7)	C(2)–O(3)–C(6)–C(7)	177.3 (4)		

agreement with the PMR spectrum interpretation. The *cis* configuration is consistent with the generally accepted criterion that the *trans* isomers are less stable than the *cis*.

The packing of the molecules in the crystal is due solely to van der Waals interactions. Intermolecular contacts do not show evidence for hydrogen bonds or distances significantly shorter than the sum of the van der Waals radii.

The authors thank Professor J. M. Viguera for suggesting the study and supplying the crystals. We also thank the X-ray Department of the Instituto Rocasolano CSIC and Dr F. H. Cano for collecting the diffractometric data and Professor A. López Castro for reading the manuscript and for valuable discussions. The present work is part of a wider research project supported by the Government through the Comision Asesora de Investigación Científica y Técnica.

Acta Cryst. (1980). B36, 1715–1718

Chlorhydrate de Chloro-4 Acétophénone-*O*-(*tert*-butylamino-3 hydroxy-2 propyl)oxime (IPS 345)

PAR A. CARPY, M. GADRET ET J. M. LEGER

Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie, ERA n° 890, CNRS, Université de Bordeaux II, 91 rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France

ET C. G. WERMUTH ET G. LECLERC

Laboratoire de Chimie Organique, Faculté de Pharmacie, Université Louis Pasteur, 3 rue de l'Argonne, 67083 Strasbourg CEDEX, France

(Reçu le 13 décembre 1979, accepté le 10 mars 1980)

Abstract. C₁₅H₂₄ClN₂O₂⁺.Cl[–], monoclinic, *P*2₁/*n*, *Z* = 4, *a* = 15.051 (2), *b* = 9.020 (1), *c* = 15.305 (2) Å, β = 115.52 (1)°, *V* = 1869.74 Å³. The structure was solved by direct methods from three-dimensional X-ray data and refined by a least-squares procedure to *R* = 0.052 for 3669 structure amplitudes. Hydrogen

bonds and van der Waals contacts are responsible for crystalline cohesion.

Introduction. L'IPS 345 appartient à une nouvelle série de drogues à activité β bloquante (Imbs, Miesch, Schwartz, Velly, Leclerc, Mann & Wermuth, 1977;

0567-7408/80/071715-04\$01.00

© 1980 International Union of Crystallography

References

- CREMER, D. & POPLE, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.
- DETTITA, G. T. & FORTIER, S. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1903–1905.
- FORTIER, S. & DETTITA, G. T. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1742–1744.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MONTERO DE ESPINOSA, V. L. (1978). PhD Thesis, Univ. of Seville.
- SHUMACHE, J. N., GREEN, C. R., BEST, F. W. & NEWELL, M. P. (1977). *J. Agric. Food Chem.* **25**, 310.
- SIKIRICA, M., VICKOVIĆ, J. & VITERBO, D. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1735–1737.
- STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1970). The XRAY system. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- USHER, J. J. & ENGLISH, R. B. (1978). *Acta Cryst.* B34, 2012–2014.

Tableau 1. *Coordonnées réduites des atomes*

Les coordonnées des atomes non-hydrogène ont été multipliées par 10⁴ et celles des atomes d'hydrogène par 10³.

	x	y	z
C(1)	6997 (4)	1429 (6)	8132 (4)
C(2)	6210 (4)	2381 (6)	7754 (4)
C(3)	5653 (5)	2519 (8)	6749 (4)
C(4)	5933 (5)	1689 (8)	6156 (4)
C(5)	6710 (5)	727 (8)	6506 (5)
C(6)	7249 (5)	597 (8)	7503 (5)
C(7)	7570 (4)	1282 (7)	9204 (4)
C(8)	8028 (7)	-160 (9)	9650 (5)
N(9)	7605 (3)	2434 (5)	9694 (3)
O(12)	8116 (3)	2160 (5)	10703 (3)
C(13)	8190 (4)	3499 (7)	11219 (4)
C(14)	7194 (4)	4057 (6)	11103 (4)
O(15)	7399 (3)	5354 (5)	11682 (3)
C(16)	6676 (4)	2892 (7)	11450 (4)
N(17)	5638 (3)	3377 (5)	11177 (3)
C(18)	5100 (5)	2623 (7)	11674 (5)
C(19)	4043 (5)	3275 (8)	11204 (6)
C(20)	5592 (7)	2988 (11)	12756 (5)
C(21)	5082 (6)	949 (8)	11499 (6)
Cl(40)	5249 (2)	1873 (3)	4896 (1)
Cl(23)	4566 (1)	3076 (2)	8921 (1)
H(20)	601 (4)	297 (5)	823 (3)
H(30)	508 (3)	323 (6)	648 (3)
H(50)	690 (3)	13 (5)	608 (3)
H(60)	784 (4)	-13 (6)	779 (4)
H(80)	790 (4)	-106 (5)	914 (3)
H(81)	811 (4)	-34 (6)	1034 (4)
H(82)	867 (3)	-0 (6)	991 (4)
H(130)	862 (3)	330 (5)	1196 (3)
H(131)	850 (3)	432 (5)	1095 (3)
H(140)	675 (3)	429 (5)	1035 (3)
H(150)	681 (4)	590 (6)	1163 (4)
H(160)	666 (3)	189 (5)	1109 (3)
H(161)	703 (3)	278 (5)	1215 (3)
H(170)	561 (3)	440 (5)	1129 (3)
H(171)	526 (3)	324 (5)	1047 (3)
H(190)	377 (3)	299 (5)	1061 (3)
H(191)	412 (3)	432 (5)	1138 (3)
H(192)	372 (3)	300 (5)	1166 (3)
H(200)	555 (3)	393 (5)	1275 (3)
H(201)	521 (4)	240 (5)	1300 (3)
H(202)	619 (4)	246 (6)	1301 (4)
H(210)	461 (3)	35 (6)	1172 (3)
H(211)	530 (3)	68 (5)	1169 (3)
H(212)	477 (4)	86 (5)	1075 (4)

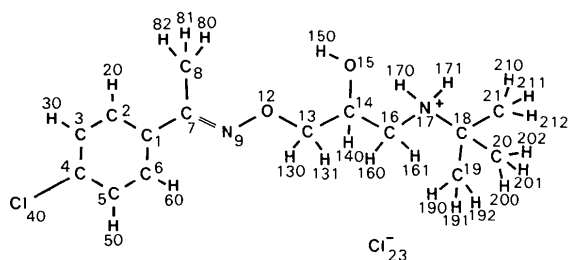


Fig. 1. Numérotation de la molécule.

Leclerc, Mann, Wermuth, Bieth & Schwartz, 1977). La structure d'un composé voisin, fluorénone-*O*-(*tert*-butylamino-3 hydroxy-2 propyl)oxime (IPS 339), a été précédemment décrite (Carpy, Gadret, Leger, Wermuth & Leclerc, 1979).

Le chlorhydrate d'IPS 345 cristallise sous forme de prismes par évaporation lente d'une solution chlorhydrique aqueuse. Les diagrammes de Bragg et de Weissenberg ont permis de déterminer la symétrie monoclinique et ont conduit au groupe spatial $P2_1/n$. Les valeurs approchées des paramètres cristallins ont été précisées lors des mesures sur diffractomètre automatique Nonius CAD-4. Sur 3669 réflexions mesurées, 1437 ont été observées. Les intensités ont été corrigées par le facteur de Lorentz-polarisation; aucune correction d'absorption n'a été faite. Les méthodes directes utilisant le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1970) suivies de séries de Fourier ont révélé les atomes non-hydrogène.

Un premier calcul de F_c avec ces atomes conduisait à un facteur $R = 0,40$. L'affinement de la structure par la méthode des moindres carrés a été conduit de la façon suivante:

- Affinement avec agitation thermique isotrope sur les atomes non-hydrogène: après cinq cycles $R = 0,15$.

- Affinement avec agitation thermique anisotrope sur ces mêmes atomes: après cinq cycles $R = 0,075$.

- Localisation des atomes d'hydrogène par fonction différence de Cochran.

- Affinement avec agitation thermique anisotrope sur les atomes non-hydrogène et isotrope sur les H: $R = 0,052$.*

La molécule est représentée sur la Fig. 1.

Discussion. Les coordonnées réduites des atomes accompagnées de leurs écarts types sont rassemblées dans le Tableau 1; les distances et les angles interatomiques sont regroupés dans les Tableaux 2 et 3 respectivement.

* 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 35197: 27 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.

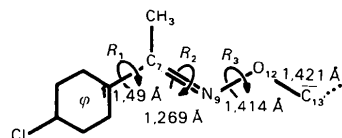


Fig. 2. Principaux angles dièdres et distances interatomiques [valeurs théoriques: C(1)-C(7) 1,525; N(9)-O(12) 1,46; C(7)-N(9) 1,32; O(12)-C(13) 1,47 Å] au voisinage du groupement oxime.

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

C(1)—C(2)	1,37 (1)	C(14)—O(15)	1,418 (9)
C(1)—C(6)	1,40 (1)	C(14)—C(16)	1,53 (4)
C(1)—C(7)	1,49 (1)	C(14)—H(140)	1,07 (5)
C(2)—C(3)	1,40 (1)	O(15)—H(150)	0,99 (6)
C(2)—H(20)	1,05 (6)	C(16)—N(17)	1,497 (9)
C(3)—C(4)	1,38 (1)	C(16)—H(160)	1,05 (6)
C(3)—H(30)	1,01 (6)	C(16)—H(161)	0,97 (6)
C(4)—C(5)	1,36 (1)	N(17)—C(18)	1,494 (9)
C(4)—Cl(40)	1,754 (8)	N(17)—H(170)	0,95 (5)
C(5)—C(6)	1,39 (1)	N(17)—H(171)	0,99 (5)
C(5)—H(50)	0,99 (6)	C(18)—C(20)	1,55 (1)
C(6)—H(60)	1,03 (6)	C(18)—C(21)	1,53 (1)
C(7)—C(8)	1,49 (1)	C(18)—C(19)	1,53 (1)
C(7)—N(9)	1,269 (9)	C(20)—H(200)	0,86 (5)
C(8)—H(80)	1,08 (6)	C(20)—H(201)	0,97 (6)
C(8)—H(81)	1,02 (6)	C(20)—H(202)	1,04 (6)
C(8)—H(82)	0,89 (6)	C(21)—H(210)	0,85 (6)
N(9)—O(12)	1,414 (7)	C(21)—H(211)	0,97 (6)
O(12)—C(13)	1,421 (8)	C(21)—H(212)	0,94 (7)
C(13)—C(14)	1,52 (1)	C(19)—H(190)	1,06 (6)
C(13)—H(130)	1,05 (5)	C(19)—H(191)	0,88 (6)
C(13)—H(131)	1,05 (6)	C(19)—H(192)	1,04 (6)

Tableau 3. Angles interatomiques (°)

C(2)—C(1)—C(6)	119,4 (6)	O(15)—C(14)—H(140)	112 (3)
C(2)—C(1)—C(7)	119,9 (6)	C(16)—C(14)—H(140)	109 (3)
C(6)—C(1)—C(7)	120,7 (6)	C(14)—O(15)—H(150)	115 (4)
C(1)—C(2)—C(3)	120,8 (6)	C(14)—C(16)—N(17)	109,3 (6)
C(1)—C(2)—H(20)	119 (3)	C(14)—C(16)—H(160)	108 (3)
C(3)—C(2)—H(20)	121 (3)	C(14)—C(16)—H(161)	109 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	117,9 (7)	N(17)—C(16)—H(160)	109 (3)
C(2)—C(3)—H(30)	120 (3)	N(17)—C(16)—H(161)	110 (3)
C(4)—C(3)—H(30)	122 (3)	H(140)—C(16)—H(161)	111 (5)
C(3)—C(4)—C(5)	123,0 (7)	C(16)—N(17)—C(18)	117,2 (5)
C(3)—C(4)—Cl(40)	118,2 (6)	C(16)—N(17)—H(170)	111 (3)
C(5)—C(4)—Cl(40)	118,8 (6)	C(16)—N(17)—H(171)	107 (3)
C(4)—C(5)—C(6)	118,3 (7)	C(18)—N(17)—H(170)	106 (3)
C(4)—C(5)—H(50)	123 (3)	C(18)—N(17)—H(171)	109 (3)
C(6)—C(5)—H(50)	119 (3)	H(170)—N(17)—H(171)	106 (4)
C(1)—C(6)—C(5)	120,6 (7)	N(17)—C(18)—C(20)	105,4 (6)
C(1)—C(6)—H(60)	119 (4)	N(17)—C(18)—C(21)	109,9 (7)
C(5)—C(6)—H(60)	120 (4)	N(17)—C(18)—C(19)	109,4 (6)
C(1)—C(7)—C(8)	120,7 (6)	C(20)—C(18)—C(21)	109,7 (7)
C(1)—C(7)—N(9)	115,7 (6)	C(20)—C(18)—C(19)	110,9 (7)
C(8)—C(7)—N(9)	123,5 (7)	C(21)—C(18)—C(19)	111,5 (7)
C(7)—C(8)—H(80)	115 (3)	C(18)—C(20)—H(200)	107 (4)
C(7)—C(8)—H(81)	116 (4)	C(18)—C(20)—H(201)	105 (3)
C(7)—C(8)—H(82)	105 (4)	C(18)—C(20)—H(202)	107 (3)
H(80)—C(8)—H(81)	122 (5)	H(200)—C(20)—H(201)	122 (5)
H(80)—C(8)—H(82)	105 (5)	H(200)—C(20)—H(202)	120 (5)
H(81)—C(8)—H(82)	88 (5)	H(201)—C(20)—H(202)	95 (5)
C(7)—N(9)—O(12)	111,4 (5)	C(18)—C(21)—H(210)	102 (4)
N(9)—O(12)—C(13)	109,3 (5)	C(18)—C(21)—H(211)	102 (4)
O(12)—C(13)—C(14)	112,6 (6)	C(18)—C(21)—H(212)	105 (4)
O(12)—C(13)—H(130)	108 (3)	H(210)—C(21)—H(211)	120 (5)
O(12)—C(13)—H(131)	109 (3)	H(210)—C(21)—H(212)	124 (6)

Les valeurs des angles dièdres (Fig. 2), $R_1 = 30 (1)$, $R_2 = 183 (1)$ et $R_3 = 183 (1)^\circ$, ainsi que celles des distances C(1)—C(7), C(7)—C(9), N(9)—O(12) sont en accord avec une délocalisation des électrons π du cycle jusqu'à l'atome O(12). Ce phénomène se retrouve également dans la molécule voisine d'IPS 339. Les angles dièdres R_4 [N(9)—O(12)—C(13)—C(14)] = 294° et R_5 [O(12)—C(13)—C(14)—C(16)] = 302° indiquent qu'à partir du carbone C(13) la chaîne

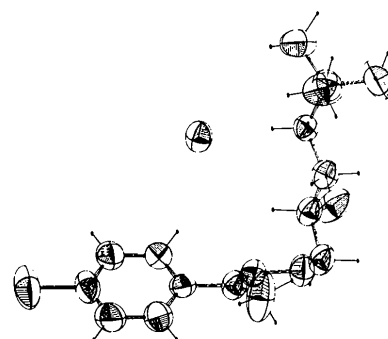


Fig. 3. Projection ORTEP (Johnson, 1965) de la structure.

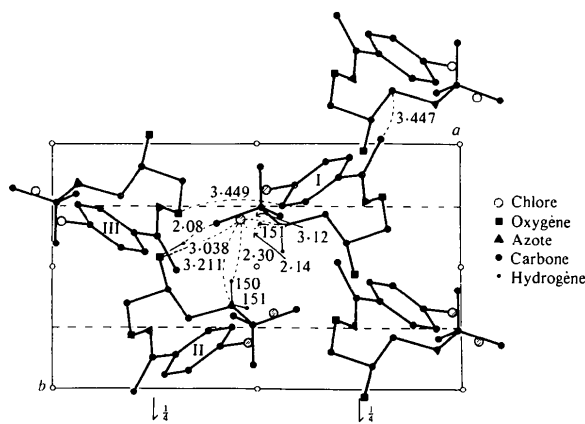


Fig. 4. Projection (001) de la structure.

Tableau 4. Liaisons hydrogène et contacts de van der Waals

Code de symétrie: (i) x, y, z ; (ii) $\bar{x} + 1, \bar{y} + 1, \bar{z} + 2$; (iii) $x + \frac{1}{2}, \bar{y} + \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$.

Liaisons hydrogène

Cl(23 ⁱ)...N(17 ^h)	3,121 (6) Å	Cl(23 ⁱ)...H(171 ^h)	2,14 (6) Å
Cl(23 ⁱ)...O(15 ^h)	3,038 (6)	Cl(23 ⁱ)...H(150 ^h)	2,08 (5)
Cl(23 ⁱ)...N(17 ^h)	3,211 (5)	Cl(23 ⁱ)...H(170 ^h)	2,30 (5)
Cl(23 ⁱ)...H(171 ^h)—N(17 ^h)	174,0 (1,2)°		
Cl(23 ⁱ)...H(150 ^h)—O(15 ^h)	162,0 (1,3)		
Cl(23 ⁱ)...H(170 ^h)—N(17 ^h)	162,0 (1,2)		

Contact de van der Waals inférieur à 3,5 Å

O(12 ^h)—C(3 ^h)	3,449 (9) Å
----------------------------------------	-------------

se replie; cette conformation est illustrée par la Fig. 3, qui représente la projection ORTEP de la molécule. L'IPS 339 possède également cette même conformation; or ces deux molécules possèdent la même faculté de se fixer sur les 'récepteurs β ' de l'organisme.

Remarquons enfin que la cohésion cristalline est assurée par trois liaisons hydrogène dans lesquelles l'ion Cl^- est engagé et par contacts de van der Waals (Fig. 4, Tableau 4).

Références

CARPY, A., GADRET, M., LEGER, J. M., WERMUTH, C. G. & LECLERC, G. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1144–1147.

GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274–285.

IMBS, J., MIESCH, F., SCHWARTZ, J., VELLY, J., LECLERC, G., MANN, A. & WERMUTH, C. G. (1977). *Br. J. Pharmacol.* **60**, 357–362.

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.

LECLERC, G., MANN, A., WERMUTH, C. G., BIETH, N. & SCHWARTZ, J. (1977). *J. Med. Chem.* **20**, 1657–1662.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 1718–1720

7-Methyl-3-methylenetricyclo[5.3.0.0^{1,4}]dec-5-yl Phenylcarbamate†

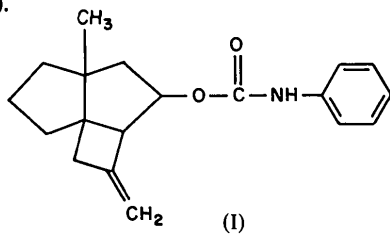
BY F. R. AHMED AND M. PRZYBYLSKA

Division of Biological Sciences, National Research Council of Canada, Ottawa, Canada K1A 0R6

(Received 14 February 1980; accepted 3 March 1980)

Abstract. $C_{19}H_{23}NO_2$, $M_r = 297.40$, orthorhombic, *Pbcn*, $a = 15.941$ (3), $b = 9.739$ (3), $c = 22.094$ (2) Å, $Z = 8$, $D_m = 1.145$ (floatation in KI solution at 296 K), $D_c = 1.152$ Mg m⁻³, $\mu(Cu K\alpha) = 0.552$ mm⁻¹. Final $R = 0.058$ and $R_w = 0.059$ for 2143 observed reflexions. The two five-membered rings are *cis* fused as expected from the conformational preferences of the $n.\pi^*$ excited states of α,β -unsaturated ketones. Intermolecular N–H...O hydrogen bonds link the molecules into chains along *b*.

Introduction. The cycloaddition by photochemical reaction with dienes was studied extensively and proved to be important in the synthesis of alkaloids (Wiesner, Sanchez, Atwal & Lee, 1977). The crystal structure of a model compound of this reaction, obtained from an α,β -unsaturated ketone and an allene, and comprising two six-membered rings, was reported by Ahmed & Przybylska (1978). In addition, it was desirable to determine the stereochemistry of a tricyclic adduct containing two five-membered rings. The present phenylcarbamate derivative (I) was crystallized from *n*-hexane in the form of colourless prisms (m.p. 366–367 K).



† NRCC publication No. 18353. The numbering in the title is according to IUPAC conventions and differs from that used throughout the text.

The space group was determined from the systematic absences in precession photographs, and all the other X-ray measurements were carried out on a Picker diffractometer with Ni-filtered Cu radiation [$\lambda(K\alpha_1) = 1.54050$, $\lambda(K\alpha_2) = 1.54434$ Å] and a crystal $0.39 \times 0.39 \times 0.22$ mm mounted along *b*. The cell parameters were derived from the angular settings of four reflexions ($2\theta = 58$ to 100°) and their equivalents measured at 2θ and -2θ with a narrow slit at a take-off angle of 1.5° . The integrated intensities were obtained with the $\theta-2\theta$ scan procedure at a 2θ speed of 2° min^{-1} , while the background was measured for 20 s at the start and end of each scan. The 2θ scan range was between 2.0 and 3.0° . Two reflexions measured at regular intervals showed small variations within $\pm 3\%$ of their mean values. Within the 2θ limit of 130° there were 2908 independent reflexions of which 2143 (74%) were observed with significant counts above background. The intensities were corrected for background, Lorentz and polarization effects, but not for absorption.

The phases of 640 reflexions with $|E| > 1.20$ were determined by the symbolic-addition procedure (Karle & Karle, 1963), and the corresponding *E* map identified the positions of the 22 non-hydrogen atoms. After partial refinement, 22 of the 23 H atoms were located from a difference map. The missing H atom could not be observed even in the final difference map probably because of some minor disorder in the position of its parent C(2).

Refinement was by block-diagonal least squares, where $\sum w(F_o - F_c)^2$ was minimized and $w = \{1 + [(|F_o| - 20)/40]^2\}^{-1}$ in the final stages. Two very strong reflexions (302 and 212) showing extinction