

- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.
- HELGESON, R. C., TARNOWSKI, T. L. & CRAM, D. J. (1979). *J. Org. Chem.* **44**, 2538–2550.
- LEHN, J. M. & MONTAVON, F. (1978). *Helv. Chim. Acta*, **61**, 67–82.
- LESSINGER, L. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 538–550.
- MAIN, P., WOOLFSON, M. M., LESSINGER, L., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1974). *MULTAN 74. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- STROUSE, C. E. (1976). *Rev. Sci. Instrum.* **47**, 871–876.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 2108–2112

Structure de la Dihydro-10,11 5*H*-Dibenzo[*b,f*]azépine (Iminodibenzyle) Noyau Tricyclique des Antidépresseurs Imipraminiques

PAR J. P. REBOUL ET B. CRISTAU

Laboratoire de Pharmacie Chimique, Faculté de Pharmacie, Université d'Aix-Marseille II, 27 boulevard Jean-Moulin, 13385 Marseille CEDEX 4, France

J. ESTIENNE

Université des Sciences et de la Technologie d'Alger, Institut de Chimie, BP n° 9 Dar El Beida, Alger, Algérie

ET J. P. ASTIER

Centre de Recherche sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline, Faculté des Sciences et Techniques de St Jérôme, 13397 Marseille CEDEX 4, France

(Reçu le 7 juin 1979, accepté le 1 avril 1980)

Abstract

The structure of iminodibenzyl, C₁₄H₁₃N, parent molecule of a very important group of antidepressant drugs, has been determined from 2422 diffractometer data by direct methods and refined to a final residual *R* of 0.049. The space group is monoclinic, *P*2₁/*c*, with *a* = 11.604 (4), *b* = 11.269 (4), *c* = 20.050 (8) Å; β = 126.55 (4)°; *Z* = 8, *V* = 2106.2 Å³; *D_m* = 1.22 (1), *D_x* = 1.23 Mg m⁻³. All the hydrogen atoms were placed by analyzing a section of the three-dimensional density function. The two independent molecules (I and II) have nearly the same fold configuration as phenothiazine: the dihedral angles between the two planes of the benzene rings are 151.3 (5) and 154.1 (3)° respectively for I and II.

Introduction

L'iminodibenzyle ou dihydro-10,11 5*H*-dibenzo[*b,f*]azépine est un hétérocycle tricyclique azoté qui joue un rôle important en pharmacologie depuis la découverte de dérivés *N*-alkyl-aminés dotés de propriétés psychotropes qui en font de puissants médicaments anti-

dépresseurs. Ces produits (Fig. 1), tels l'imipramine (Post, Kennard & Horn, 1975; Paulus, 1978) et la clomipramine (Post & Horn, 1977), ont été étudiés en radiocristallographie sous forme de sels.

En revanche la structure de l'hétérocycle de base, l'iminodibenzyle ne semble pas avoir retenu l'attention des cristallographes. Elle fait l'objet du présent mémoire et nous conduira ultérieurement à étudier à travers la paramétrisation des résultats expérimentaux, les variations conformationnelles subies par l'imino-dibenzyle du fait des substituants, à la manière de recherches précédemment conduites en série phénothiazinique (Reboul & Cristau, 1977, 1978).

Données expérimentales

L'iminodibenzyle fourni par Fluka, Buchs SG, a été dissous dans l'éthanol absolu (10 g/50 ml) et porté à reflux pendant 1 h.

L'évaporation lente à 273 K (5 à 6 jours) a fourni des cristaux de forme pseudo-rhombédrique.

Des clichés effectués sur chambre de précession avec la longueur d'onde du cuivre (λ = 1,5418 Å) ont permis de déterminer la maille cristalline qui a été affinée sur

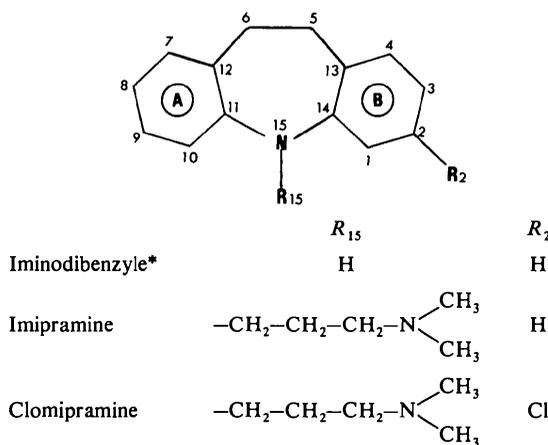


Fig. 1. Molécule étudiée (*) et molécules apparentées. La numérotation des cycles, non conforme aux règles de l'IUPAC, est celle des auteurs ayant étudié antérieurement des dérivés de substitution de l'iminodibenzyle.

diffraction automatique CAD-4 à l'aide de 25 réflexions indépendantes.

Les extinctions systématiques sont celles du groupe $P2_1/c$. Les cristaux ont été approximativement taillés en cube de 0,2 mm d'arête.

L'enregistrement des réflexions a été effectué à température ambiante (293 ± 2 K) pour $0 < \theta < 35^\circ$ en balayage $\omega/2\theta$ avec une vitesse en ω de 10° par minute et une amplitude de $(1 + 0,14 \text{ tg } \theta)^\circ$ sur un diffractomètre automatique CAD-4 avec la raie $K\alpha$ du cuivre. Les intensités de trois réflexions, $0\bar{5}1$, 004 , $2\bar{1}3$, ont été contrôlées toutes les 2 h; elles n'ont pas montré de variation supérieure à 4%.

Les intensités mesurées ont été corrigées des facteurs de Lorentz et polarisation. Un ensemble de 2422 réflexions indépendantes répondant au critère $I > 3\sigma_I$ avec $\sigma_I = [\text{INT} + 4(\text{FG} + \text{FD})]^{1/2}$ nous ont servi de base pour la résolution structurale (INT étant l'intensité de la réflexion, FG et FD étant respectivement le fond continu à gauche et à droite de la réflexion). Aucune correction d'absorption n'a été faite.

Détermination de la structure

La structure a été résolue par les méthodes directes à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). La détermination de phases a été faite à partir de 499 réflexions pour lesquelles $|E| > 1,2$; 2000 relations de phases ont été utilisées. Les deux molécules de l'unité asymétrique ont été localisées sur la première carte de densité électronique.

Les affinements par moindres carrés effectués à l'aide du programme *SFLS-5* de Prewitt (1966) conduisent à un indice résiduel $R = 0,09$, les atomes étant affectés de facteur d'agitation thermique isotrope.

Tableau 1. Coordonnées relatives ($\times 10^4$), facteur d'agitation thermique équivalent et écarts-type des atomes des squelettes des deux molécules indépendantes

	x	y	z	B_{eq} (\AA^2)
C(1)I	2166 (5)	11487 (5)	3166 (3)	4,52
C(2)I	2305 (5)	12677 (5)	3075 (3)	5,58
C(3)I	3062 (5)	13055 (5)	2784 (3)	5,32
C(4)I	3712 (5)	12224 (4)	2598 (3)	4,57
C(5)I	4363 (5)	10117 (4)	2530 (3)	4,07
C(6)I	3306 (5)	9318 (4)	1813 (3)	3,89
C(7)I	2429 (4)	7248 (4)	1626 (3)	3,99
C(8)I	1858 (5)	6281 (4)	1767 (3)	4,64
C(9)I	1563 (5)	6400 (4)	2338 (3)	4,74
C(10)I	1824 (4)	7451 (4)	2746 (3)	4,11
C(11)I	2386 (4)	8429 (4)	2605 (2)	3,34
C(12)I	2699 (4)	8333 (4)	2031 (2)	3,33
C(13)I	3616 (4)	11011 (4)	2707 (4)	3,64
C(14)I	2784 (4)	10639 (3)	2966 (4)	3,60
N(15)I	2635 (4)	9445 (4)	3082 (2)	4,19
C(1)II	5550 (4)	-0735 (4)	-0693 (2)	4,40
C(2)II	5766 (5)	-1896 (4)	-0799 (3)	5,45
C(3)II	7141 (5)	-2348 (4)	-0350 (3)	5,70
C(4)II	8266 (4)	-1658 (4)	0240 (2)	4,74
C(5)II	9318 (4)	0236 (4)	1042 (2)	4,63
C(6)II	9592 (4)	1312 (4)	0699 (3)	4,66
C(7)II	9131 (4)	3482 (4)	0608 (2)	5,05
C(8)II	8308 (5)	4487 (4)	0394 (3)	5,72
C(9)II	6863 (5)	4359 (4)	0036 (2)	5,30
C(10)II	6284 (4)	3246 (4)	-0094 (2)	4,36
C(11)II	7115 (3)	2222 (3)	0112 (2)	3,62
C(12)II	8577 (4)	2335 (3)	0459 (2)	3,78
C(13)II	8069 (3)	-0493 (3)	0379 (2)	3,70
C(14)II	6693 (3)	-0016 (3)	-0120 (2)	3,49
N(15)II	6382 (3)	1157 (3)	-0047 (2)	4,40

Une carte de Fourier différence effectuée à ce niveau de l'affinement permet de localiser l'ensemble des atomes d'hydrogène. Quelques cycles d'affinement supplémentaires, en affectant les atomes d'hydrogène du même facteur d'agitation thermique isotrope que son atome porteur et les atomes non hydrogène de facteurs de température anisotropes, permettent d'atteindre une convergence pour un indice résiduel $R_w = \{\sum w(|F_o| - |F_c|)^2/w|F_o|^2\}^{1/2}$ de 0,034; le facteur statistique $S = \{\sum w(|F_o| - |F_c|)^2/(M - N)\}^{1/2}$ correspondant étant égal à 1,66. Le poids des réflexions est calculé à l'aide du schéma $w = 1/\sigma(F_o)$; l'indice résiduel R final non pondéré étant de 0,049.*

Sur les Tableaux 1 et 2 ont été portées les valeurs des paramètres atomiques avec leurs écarts-type.

* Les listes des facteurs de structure et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35301: 19 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.

Tableau 2. Coordonnées relatives ($\times 10^3$) et écarts-type des atomes d'hydrogène des deux molécules indépendantes

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
H(1)I	162 (3)	1117 (3)	331 (2)
H(2)I	167 (4)	1320 (4)	308 (2)
H(3)I	314 (4)	1381 (3)	271 (2)
H(4)I	411 (4)	1247 (4)	223 (2)
H(5)I	503 (3)	960 (3)	303 (2)
H(52)I	494 (3)	1050 (3)	242 (2)
H(6)I	379 (3)	893 (2)	160 (2)
H(62)I	257 (3)	982 (2)	137 (2)
H(7)I	246 (3)	712 (3)	107 (2)
H(8)I	163 (4)	547 (3)	146 (2)
H(9)I	117 (4)	581 (3)	243 (2)
H(10)I	171 (3)	755 (3)	317 (2)
H(15)I	235 (3)	931 (2)	333 (2)
H(1)II	460 (3)	-036 (2)	-104 (2)
H(2)II	488 (4)	-235 (3)	-132 (2)
H(3)II	735 (4)	-303 (3)	-040 (2)
H(4)II	937 (3)	-198 (3)	068 (2)
H(5)II	916 (3)	050 (3)	147 (2)
H(52)II	1014 (4)	-028 (3)	130 (2)
H(6)II	1079 (3)	164 (3)	134 (2)
H(62)II	932 (4)	105 (3)	008 (2)
H(7)II	1024 (4)	361 (3)	096 (2)
H(8)II	874 (4)	527 (3)	051 (2)
H(9)II	630 (3)	496 (3)	-009 (2)
H(10)II	508 (3)	302 (3)	-045 (2)
H(15)II	529 (3)	123 (3)	-040 (3)

Configuration moléculaire

La Fig. 2 représente le dessin des deux molécules indépendantes avec la numérotation adoptée des atomes. Elle montre que les deux molécules de l'iminodibenzyle ont des géométries très voisines. Nous avons groupé dans les Tableaux 3 et 4 les distances interatomiques et les angles de liaison. La valeur moyenne des longueurs des liaisons des cycles benzéniques est de 1,39 Å, celle des angles est de 120,3°, celle des distances $C_{sp^2}-H$ est de 0,94 Å et de $C_{sp^3}-H$ est de 1,03 Å et enfin la moyenne des distances N-H est de 0,89 Å.

Les plans des cycles benzéniques sont calculés à partir de leurs six atomes par la méthode de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959). Ils ont pour équation sachant que le plan *A* est défini par les atomes C(7)-(12) et le plan *B* par C(1)-(4) et C(13)-(14):

Molécule I

$$\text{Cycle A: } -0,6112x + 0,3080y - 0,7291z = 0,0733$$

$$\text{Cycle B: } -0,3302x - 0,0406y - 0,9430z = -4,9114.$$

Molécule II

$$\text{Cycle A: } 0,4146x - 0,0052y - 0,9100z = 3,1964$$

$$\text{Cycle B: } 0,6607x + 0,2974y - 0,6892z = 5,3273.$$

Les écarts des atomes des cycles à leur plan moyen sont portés dans le Tableau 5.

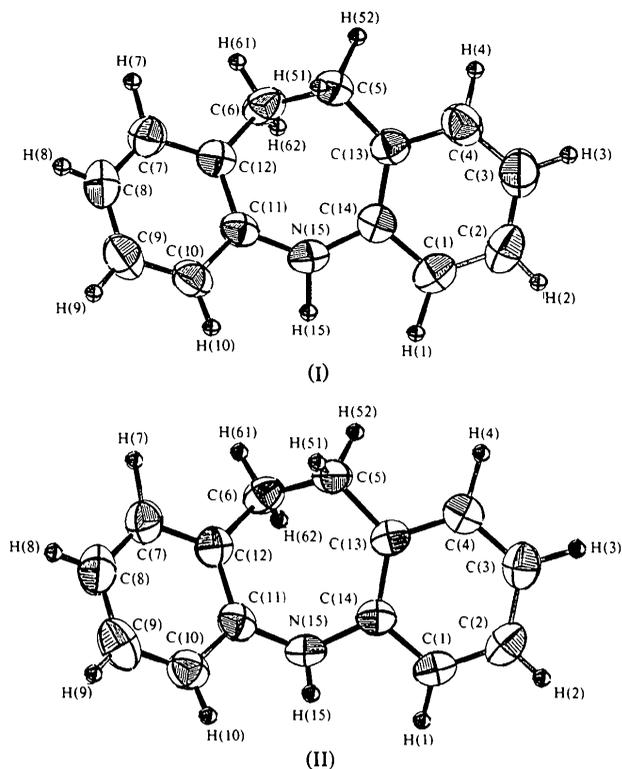


Fig. 2. Géométrie des deux molécules indépendantes I et II d'iminodibenzyle obtenue à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965). Les ellipsoïdes ont une probabilité de 50%. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des sphères de rayon arbitraire.

Tableau 3. Distances interatomiques avec leurs écarts-type (Å)

	Molécule I	Molécule II
C(1)-C(2)	1,375 (8)	1,371 (6)
C(1)-C(14)	1,388 (8)	1,386 (4)
C(2)-C(3)	1,380 (10)	1,380 (6)
C(3)-C(4)	1,386 (9)	1,367 (5)
C(4)-C(13)	1,398 (6)	1,390 (5)
C(5)-C(6)	1,509 (5)	1,519 (7)
C(5)-C(13)	1,504 (8)	1,499 (4)
C(6)-C(12)	1,511 (7)	1,507 (5)
C(7)-C(8)	1,390 (7)	1,375 (6)
C(7)-C(12)	1,396 (6)	1,394 (5)
C(8)-C(9)	1,384 (10)	1,384 (7)
C(9)-C(10)	1,367 (6)	1,371 (6)
C(10)-C(11)	1,393 (7)	1,399 (5)
C(11)-C(12)	1,402 (7)	1,406 (5)
C(11)-N(15)	1,406 (5)	1,393 (4)
C(13)-C(14)	1,405 (7)	1,391 (3)
C(14)-N(15)	1,393 (5)	1,399 (4)
N(15)-H(15)	0,76 (5)	1,02 (4)

Les valeurs de l'angle de pliage α des deux cycles benzéniques *A* et *B* portées dans le Tableau 6 illustrent les fluctuations géométriques du noyau tricyclique sous l'influence des divers substituants *R*(15). Nous constatons par analogie avec une étude faite sur la

Tableau 4. Angles de liaison avec leurs écarts-type (°)

	Molécule I	Molécule II
C(1)–C(2)–C(3)	120,7 (4)	119,9 (5)
C(1)–C(14)–C(13)	119,2 (3)	119,5 (3)
C(1)–C(14)–N(15)	118,7 (3)	117,4 (2)
C(2)–C(3)–C(4)	119,4 (3)	119,5 (5)
C(2)–C(1)–C(14)	120,8 (3)	120,9 (4)
C(3)–C(4)–C(13)	120,7 (3)	121,6 (4)
C(4)–C(13)–C(14)	119,1 (3)	118,4 (3)
C(4)–C(13)–C(5)	120,4 (4)	120,5 (4)
C(5)–C(6)–C(12)	114,6 (3)	114,8 (4)
C(5)–C(13)–C(14)	120,5 (3)	121,1 (3)
C(6)–C(5)–C(13)	111,6 (5)	112,8 (2)
C(6)–C(12)–C(11)	125,0 (4)	125,0 (3)
C(6)–C(12)–C(7)	117,1 (3)	117,8 (3)
C(7)–C(12)–C(11)	117,9 (3)	117,2 (3)
C(7)–C(8)–C(9)	118,4 (4)	118,5 (3)
C(8)–C(7)–C(12)	122,5 (3)	123,4 (4)
C(8)–C(9)–C(10)	120,2 (5)	119,9 (3)
C(9)–C(10)–C(11)	121,8 (3)	121,6 (4)
C(10)–C(11)–C(12)	119,2 (4)	119,2 (3)
C(10)–C(11)–N(15)	115,8 (3)	115,1 (2)
C(11)–N(15)–C(14)	131,9 (4)	132,7 (3)
C(12)–C(11)–N(15)	124,9 (4)	125,7 (3)
C(13)–C(14)–N(15)	122,0 (3)	123,1 (3)
C(11)–N(15)–H(15)	107 (2)	115 (2)
C(14)–N(15)–H(15)	116 (2)	107 (2)

phénothiazine et sur ses dérivés de substitution (Reboul & Cristau, 1978) une ouverture de l'angle de pliage de l'iminodibenzyle par rapport à ses dérivés N(15) substitués.

Ce grand domaine de variation de l'angle de pliage α confirme la grande flexibilité de ces noyaux tricycliques. Une étude statistique de corrélation entre l'angle α et l'angle $Csp^2-N-Csp^2$ conduit à un coefficient de corrélation linéaire de +0,98, ce qui traduit une solidarité parfaite de ces deux paramètres angulaires.

En ce qui concerne l'atome d'hydrogène relié à l'atome d'azote, on constate, d'une manière analogue à la phénothiazine (McDowell, 1976) que sa position est équatoriale. En effet l'évaluation des angles de torsion τ_1 [C(12)–C(11)–N(15)–H(15)] et τ_2 [C(13)–C(14)–N(15)–H(15)] portés dans le Tableau 7 vont dans ce sens et sont comparables à ceux observés pour la phénothiazine pour laquelle on a respectivement les valeurs $\tau_1 = -175$ (2) et $\tau_2 = +175$ (2)°.

Au niveau du pont éthylénique on n'observe pas de phénomène de désordre. Les carbones C(5) et C(6) possèdent des facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents tout à fait raisonnables (Tableau 1). Ceci se confirme par la valeur élevée de l'angle de torsion

Tableau 5. Ecart des atomes benzéniques (notés C*) à leur plan moyen ainsi que l'écart de quelques autres atomes à ces plans (Å)

	Cycle A		Cycle B		
	Molécule I	Molécule II	Molécule I	Molécule II	
C*(12)	0,001 (4)	0,017 (4)	C*(14)	0,022 (6)	0,027 (4)
C*(11)	0,001 (5)	-0,006 (3)	C*(13)	-0,023 (6)	-0,025 (4)
C*(10)	-0,002 (5)	-0,007 (4)	C*(4)	0,007 (5)	-0,001 (4)
C*(9)	-0,001 (6)	0,010 (4)	C*(3)	0,009 (5)	0,026 (6)
C*(8)	0,003 (6)	0,002 (5)	C*(2)	-0,011 (5)	-0,024 (6)
C*(7)	-0,004 (5)	-0,015 (4)	C*(1)	-0,005 (5)	-0,002 (4)
C(5)	-0,782 (6)	-0,757 (4)	C(5)	-0,069 (5)	-0,082 (4)
C(6)	0,010 (6)	0,041 (5)	C(6)	1,179 (5)	1,139 (5)
N(15)	-0,035 (4)	-0,040 (3)	N(15)	0,003 (3)	0,043 (6)
H(15)	0,01 (4)	0,12 (5)	H(15)	-0,16 (3)	-0,10 (5)

Tableau 6. Angle de pliage α et angle $Csp^2-N-Csp^2$ (°) calculés pour les deux molécules indépendantes I et II d'iminodibenzyle et pour quelques molécules apparentées

	α	$Csp^2-N-Csp^2$	Références
Dioxo-10,11 dihydro-10,11 5H-dibenzo[b,f]azépine	170,3 (2)	135,3 (2)	Denne & Mackay (1970)
Iminodibenzyle, I	151,3 (5)	131,9 (3)	Présent travail
Iminodibenzyle, II	154,1 (3)	132,7 (2)	Présent travail
Imipramine, HCl I	130,2 (2)	120,8 (3)	Post, Kennard & Horn (1975)
Imipramine, HCl II	123,0 (2)	115,7 (4)	Post, Kennard & Horn (1975)
Imipramine, HBr I	131,7 (6)	120,7 (9)	Paulus (1978)
Imipramine, HBr II	122,9 (6)	115,2 (8)	Paulus (1978)
Clomipramine, HCl	123,4 (2)	117,7 (2)	Post & Horn (1977)

Tableau 7. Principaux angles de torsion (°)

	Molécule I	Molécule II
N(15)–C(14)–C(13)–C(5)	–1,1 (2)	0,6 (2)
N(15)–C(11)–C(12)–C(6)	2,2 (2)	1,6 (2)
C(12)–C(6)–C(5)–C(13)	78,9 (3)	77,1 (2)
C(1)–C(14)–N(15)–C(11)	–140,4 (3)	–144,8 (3)
C(10)–C(11)–N(15)–C(14)	159,1 (3)	162,5 (3)
C(14)–C(13)–C(5)–C(6)	–63,3 (2)	–61,7 (2)
C(11)–C(12)–C(6)–C(5)	–35,6 (2)	–35,4 (2)
C(13)–C(14)–N(15)–H(15)	–164 (2)	–169 (2)
C(12)–C(11)–N(15)–H(15)	–177 (2)	–169 (2)
C(1)–C(14)–C(13)–C(5)	–176,7 (3)	–176,1 (3)
C(10)–C(11)–C(12)–C(6)	–179,8 (3)	–179,1 (3)
C(4)–C(13)–C(14)–N(15)	–179,6 (3)	–178,3 (3)
C(7)–C(12)–C(11)–N(15)	–178,0 (3)	–176,9 (3)

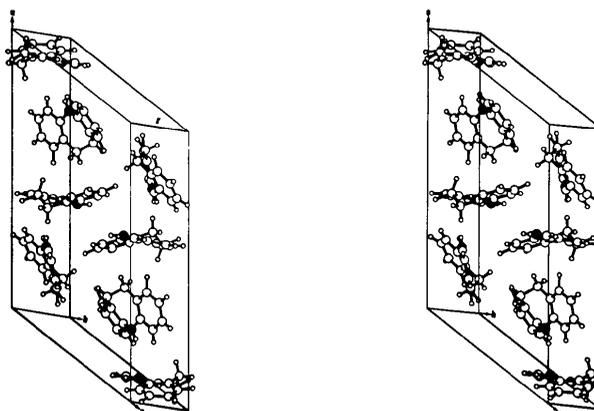


Fig. 3. Vue stéréoscopique de l'iminodibenzyle montrant l'empilement moléculaire. Les atomes d'azote sont noircis.

observée autour de la liaison C(5)–C(6). Comme l'ont fait constater Post, Kennard & Horn (1975) un désordre à ce niveau aurait pour effet d'abaisser notablement cette valeur de l'angle de torsion (cas de l'imipramine). Nous avons porté dans le Tableau 7 les principaux angles de torsion observés dans les deux molécules indépendantes, suivant la convention de Klyne & Prelog (1960).

Interactions moléculaires

Les contacts intramoléculaires du Tableau 8 reflètent d'une part une profonde analogie entre les parties benzyliques des deux molécules indépendantes et d'autre part une identité remarquable des deux molécules elles-mêmes.

Il en résulte qu'il est possible d'admettre que l'empilement moléculaire n'impose pas de conformation particulière et que celle observée dans le cristal devrait

correspondre à celle en solution ou bien à celle ayant une probabilité maximale s'il y a interconversion au niveau du pont éthylique.

L'empilement moléculaire s'effectue perpendiculairement à l'axe *c*; les deux molécules indépendantes se situent dans des plans d'épaisseur moyenne d'environ 4 Å par rapport à l'axe *c*.

La cohésion cristalline est essentiellement assurée par des contacts de van der Waals carbone–hydrogène. Les plus courts (2,66 à 3,07 Å) s'établissent notamment entre atomes d'une partie benzylique d'une molécule et atomes de la partie benzylique complémentaire d'une autre molécule (Fig. 3). Cette contrainte à un empilement adéquat serait donc liée à l'existence de deux molécules indépendantes avec pratiquement aucune perturbation, au sein des molécules mêmes.

Références

Tableau 8. Distances intramoléculaires dans les deux molécules d'iminodibenzyle (Å)

	Molécule I	Molécule II
C(1)···N(15)	2,393 (5)	2,380 (4)
C(1)···H(15)	2,47 (2)	2,36 (3)
C(4)···C(5)	2,520 (5)	2,509 (5)
C(4)···H(51)	3,20 (3)	3,17 (3)
C(4)···H(52)	2,56 (3)	2,48 (3)
C(5)···H(4)	2,70 (3)	2,61 (3)
C(6)···H(7)	2,75 (3)	2,66 (3)
C(7)···C(6)	2,483 (5)	2,487 (5)
C(7)···H(61)	2,49 (2)	2,61 (3)
C(7)···H(62)	2,96 (2)	2,99 (3)
C(10)···N(15)	2,373 (5)	2,356 (4)
C(10)···H(15)	2,30 (2)	2,45 (3)
C(11)···C(14)	2,558 (5)	2,558 (4)
C(11)···H(15)	1,78 (2)	2,05 (3)
C(12)···C(13)	3,218 (5)	3,227 (4)
C(14)···H(15)	1,86 (2)	1,96 (3)
N(15)···H(1)	2,45 (3)	2,50 (3)
N(15)···H(10)	2,44 (3)	2,43 (3)

- DENNE, W. A. & MACKAY, M. F. (1970). *Tetrahedron*, **26**, 4435–4442.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, **16**, 521–523.
- MCDOWELL, J. J. H. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 5–10.
- PAULUS, E. F. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1942–1947.
- POST, M. L. & HORN, A. S. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 2590–2595.
- POST, M. L., KENNARD, O. & HORN, A. S. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 1008–1013.
- PREWITT, C. T. (1966). *SFLS-5*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- REBOUL, J. P. & CRISTAU, B. (1977). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther.* **12**, 71–79.
- REBOUL, J. P. & CRISTAU, B. (1978). *J. Chim. Phys.* **75**, n° 11–12, 1110–1118.
- SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600–604.