

We are indebted to Dr A. C. McDougall of the Slade Hospital, Headington, Oxford, England, for the generous gift of the samples of clofazimine and B1912 used in this study, and for stimulating our interest in this field. This research was supported by a research grant from The Heiser Program for Research in Leprosy.

References

- BROWNE, S. G., HARMAN, D. J., WAUDBY, H. & MCDUGALL, A. C. (1981). *Int. J. Lepr.* **49**, 167–176.
- BROWNE, S. G. & HOGERZEIL, L. M. (1962). *Lepr. Rev.* **33**, 6–10.
- CAMERMAN, A. & JENSEN, L. H. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 4200–4203.
- CHU, S. S. C. & YANG, H. T. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1892–1896.
- CHU, S. S. C., YANG, H. T. & VAN DER HELM, D. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2567–2570.
- CONALTY, M. L. (1982). Private communication.
- CORFIELD, P. W. R., DOEDENS, R. J. & IBERS, J. A. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 197–204.
- HERBSTSTEIN, F. H. & SCHMIDT, G. M. J. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 399–405.
- HIRSHFELD, F. L. & SCHMIDT, G. M. J. (1957). *J. Chem. Phys.* **26**, 923–929.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- JACOBSON, R. R. (1981). *Int. J. Lepr.* **49**, 510.
- LEVY, L. (1981). *Lepr. Rev.* **52**, 23–26.
- MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MORRISON, N. E. & MARLEY, G. M. (1976). *Int. J. Lepr.* **44**, 475–481.
- MORRISON, N. E. & MARLEY, G. M. (1977). *Int. J. Lepr.* **45**, 188–189.
- MORRISON, N. E. & MARLEY, G. M. (1978). *Int. J. Lepr.* **46**, 109–110.
- TSUTSUMI, S. & MORRISON, N. E. (1979). *Int. J. Lepr.* **47**, 110.

Acta Cryst. (1984). **C40**, 292–294

Azido-2 Désoxy-2 β-D-Galactopyrannoside Isopropylique, C₉H₁₇N₃O₅

PAR N. DARBON, Y. ODDON, E. GUY ET A. A. PAVIA

Laboratoire de Chimie Bioorganique, Faculté des Sciences, 33 rue Louis Pasteur, 84000 Avignon, France

J. P. REBOUL

Laboratoire de Chimie Thérapeutique, Faculté de Pharmacie, Université d'Aix-Marseille II, 27 boulevard Jean-Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

ET G. PÈPE

Centre de Recherche sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline, Université d'Aix-Marseille III, Campus Luminy, Case 913, 13288-Marseille CEDEX 2, France

(Reçu le 25 avril 1983, accepté le 27 septembre 1983)

Abstract. $M_r = 247.2$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 7.706$ (1), $b = 8.275$ (1), $c = 18.364$ (1) Å, $V = 1171.0$ (3) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.402$, $D_m = 1.40$ (5) Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.12$ mm⁻¹, $T = 293$ K, $F(000) = 528$, final $R = 0.036$ for 942 reflexions. The conformation of the hydroxyl group about the C(5)–C(6) bond is *trans-gauche*. The conformational angles φ , ψ and ψ' are 157.8, 81.9 and -156.2° , respectively.

Introduction. Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un ensemble de recherches concernant l'étude des propriétés conformationnelles de glycosides complexes en solution aqueuse par résonance magnétique nucléaire de ¹³C (Pavia & Lacombe, 1981) et à l'état solide par

diffraction de rayons X (Oddon, Ferrari, Guy, Pavia, Reboul & Pépe, 1983). L'objectif majeur de ce travail est une meilleure appréciation de l'importance de l'effet *exo-anomère* (Lemieux, Koto & Voisin, 1979) comme facteur déterminant de la conformation autour de la liaison glycosidique.

Partie expérimentale. Préparation par désacétylation de tri-*O*-acétyl-3,4,6 azido-2 désoxy-2 β-D-galactopyrannoside isopropylique. Recristallisation dans le dichlorométhane. Cristaux incolores, forme parallépipédique irrégulière. Mesure de la masse volumique par flottaison du cristal dans un mélange hexane/CCl₄. Cristal taillé en forme de sphère de 0,16 mm. Paramètres affinés sur Nonius CAD-4 à

l'aide de 25 réflexions indépendantes, dont θ est compris entre 8 et 23°. Radiation Mo $K\alpha$, monochromateur de graphite, $(\sin\theta/\lambda)_{\max} = 0,756 \text{ \AA}^{-1}$, balayage $\omega/2\theta$ avec une vitesse en ω de 20° min⁻¹ et une amplitude $\Delta\theta$ (°) = 1,5 + 0,5tg θ . 2577 réflexions enregistrées du type hkl ; 942 réflexions indépendantes avec $I > 2,5\sigma(I)$. Correction de Lp, absorption ignorée. Méthodes directes (*MULTAN*; Main *et al.*, 1980). Affinement à l'aide du programme *SHELX* (Sheldrick, 1976); $\sum w(\Delta F)^2$ minimisée. Facteurs de diffusion (Cromer & Mann, 1968) pour atomes C,N,O et valeurs données par Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour H. Atomes affectés de facteurs de températures anisotropes C, N et O, isotropes H (par Fourier différence). $R = 0,036$, $R_w = 0,034$, $w = 1/\sigma^2(F_o)$. $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,36$. Série-différence finale: $\Delta\rho \leq 0,15 \text{ e \AA}^{-3}$. Pas de correction de l'extinction secondaire.

Discussion. Les paramètres de position et les B_{eq} sont portés dans le Tableau 1.* Le Tableau 2 comporte les principaux angles et distances interatomiques.

Le cycle a une conformation chaise comme le montre la position des atomes C(1) et C(4) qui se situent de part et d'autre du plan moyen *A* défini à partir des atomes C(2),C(3),C(5),O(5) (Fig. 1) et ayant pour équation $0,4056x + 0,2650y + 0,8748z - 12,6067 = 0$.

Deux autres plans ont été considérés: le plan *B* passant par les atomes O(5),C(1),C(2) et le plan *C* contenant les atomes C(3),C(4),C(5). Les angles de pliage entre les plans *A* et *B* d'une part et entre les plans *A* et *C* d'autre part sont respectivement de 128,7 (2) et 128,1 (2)°.

La longueur moyenne des liaisons C—C est de 1,521 Å et celle des trois liaisons C—O non concernées par l'effet anomère est de 1,432 Å. Les distances et angles interatomiques sont en bon accord avec ceux donnés par Ohanessian, Langchambon & Arène (1978) concernant 57 résidus pyraniques dans le sophorose. La valeur moyenne des angles intracycliques qui concernent les atomes de carbone dans l'état d'hybridation sp^3 est de 110,1°.

La conformation du cycle est ⁴C₁(D) avec C(5)—O(5)—C(1)—O(1) = 178,6°.

Les angles de torsion $\phi[C(2)—C(1)—O(1)—C(1')]$ = 157,8 et $\psi[C(1)—O(1)—C(1')—C(3')]$ = 81,9° sont proches des valeurs théoriques de ± 180 et ± 60 ° respectivement correspondant à un effet *exo*-anomère idéal. L'angle ψ' [C(1)—O(1)—C(1')—C(2')] est de

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des angles et distances interatomiques faisant intervenir les atomes d'hydrogène, des angles de torsion et les données du plan moyen *A* ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38906: 11 pp.). On peut en obtenir des copies on s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées relatives ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique équivalents des atomes non hydrogène

$$B_{\text{eq}} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
C(1)	3272 (6)	4436 (5)	6202 (2)	2,5 (1)
C(2)	5002 (6)	3619 (5)	6362 (2)	2,4 (1)
C(3)	4715 (6)	1947 (5)	6683 (2)	2,6 (1)
C(4)	3476 (6)	2030 (6)	7324 (2)	2,5 (1)
C(5)	1802 (6)	2857 (5)	7088 (3)	2,5 (1)
C(6)	489 (6)	3002 (7)	7695 (3)	3,2 (1)
C(1')	2227 (6)	6804 (6)	5595 (3)	3,0 (1)
C(2')	2411 (9)	8603 (7)	5728 (4)	4,1 (2)
C(3')	2414 (9)	6365 (10)	4800 (3)	4,6 (2)
N(1)	5937 (6)	3488 (6)	5657 (2)	3,7 (1)
N(2)	7509 (6)	3548 (6)	5692 (2)	3,8 (2)
N(3)	8971 (7)	3586 (12)	5648 (4)	7,0 (2)
O(1)	3598 (4)	6038 (4)	6019 (2)	2,9 (1)
O(3)	6373 (5)	1342 (5)	6883 (2)	3,6 (1)
O(4)	4199 (5)	2940 (5)	7917 (2)	3,0 (1)
O(5)	2209 (4)	4453 (3)	6831 (2)	2,6 (1)
O(6)	-1151 (4)	3547 (5)	7448 (2)	3,9 (1)

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) interatomiques

C(1)—C(2)	1,524 (5)	C(5)—C(6)	1,511 (5)
C(2)—C(3)	1,520 (4)	C(6)—O(6)	1,416 (4)
C(3)—C(4)	1,517 (5)	C(2)—N(1)	1,485 (5)
C(4)—C(5)	1,523 (5)	N(1)—N(2)	1,214 (5)
C(5)—O(5)	1,436 (4)	N(2)—N(3)	1,130 (5)
O(5)—C(1)	1,419 (4)	C(1)—O(1)	1,390 (4)
C(3)—O(3)	1,421 (4)	O(1)—C(1')	1,458 (4)
C(4)—O(4)	1,438 (4)	C(1')—C(2')	1,516 (6)
		C(1')—C(3')	1,510 (6)
C(1)—C(2)—C(3)	110,6 (3)	O(5)—C(5)—C(6)	108,3 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	110,5 (3)	C(5)—C(6)—O(6)	112,7 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	109,5 (3)	C(1)—C(2)—N(1)	106,8 (3)
C(4)—C(5)—O(5)	108,9 (3)	C(3)—C(2)—N(1)	110,0 (3)
C(5)—O(5)—C(1)	112,5 (2)	C(2)—N(1)—N(2)	115,7 (3)
O(5)—C(1)—C(2)	110,8 (2)	N(1)—N(2)—N(3)	172,8 (5)
C(2)—C(3)—O(3)	106,9 (3)	O(5)—C(1)—O(1)	107,0 (3)
C(4)—C(3)—O(3)	112,4 (3)	C(2)—C(1)—O(1)	108,1 (3)
C(3)—C(4)—O(4)	111,6 (3)	C(1)—O(1)—C(1')	114,3 (3)
C(5)—C(4)—O(4)	108,0 (3)	O(1)—C(1')—C(2')	105,8 (3)
C(4)—C(5)—C(6)	113,1 (3)	O(1)—C(1')—C(3')	110,1 (3)
		C(2')—C(1')—C(3')	112,5 (4)

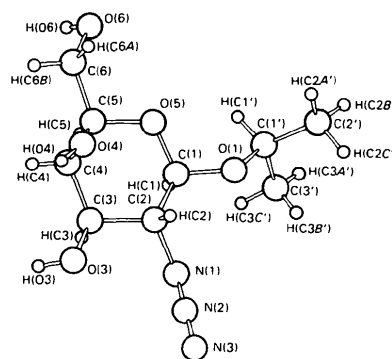


Fig. 1. Numérotation des atomes et géométrie moléculaire, obtenue à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1965).

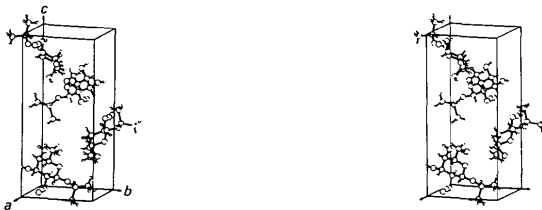


Fig. 2. Vue stéréoscopique montrant l'empilement moléculaire.

$-156,2^\circ$. Ces valeurs sont voisines de celles observées dans l'azido-2 désoxy-2 β -D-galactopyrannoside *tert*-butylique (Oddon *et al.*, 1983). Cette conformation autour de la liaison glycosidique fait apparaître une interaction *gauche* entre la liaison C(1')—C(3') et la liaison O(1)—C(1) qui pourrait expliquer en résonance magnétique nucléaire du ^{13}C le blindage important du carbone anomère [$\delta\text{C}(1) = 101,00$ p.p.m.] dans ce composé comparé à celui du glycoside méthylique correspondant (103,5 p.p.m.).

Par rapport au dérivé *tert*-butylique déjà cité, on note une diminution de l'encombrement stérique attestée par une diminution sensible des longueurs de liaisons C(1)—O(1), O(1)—C(1') et surtout de l'angle de la liaison glycosidique C(1)—O(1)—C(1') qui est de $114,3^\circ$ au lieu de $118,6^\circ$ dans le dérivé *tert*-butylique (Oddon *et al.*, 1983).

La liaison C(6)—O(6) est *trans* par rapport à la liaison C(4)—C(5) et *gauche* par rapport à C(5)—O(5). Cette conformation '*trans-gauche*' [C(4)—C(5)—C(6)—O(6) = $-171,1^\circ$] est analogue à celles observées dans le dérivé *tert*-butylique correspondant (Oddon *et al.*, 1983) et dans l' α -mélitose (Kanters, Roelofsen, Doesburg & Koops, 1976).

Interactions intermoléculaires. Une vue stéréoscopique (Fig. 2) de l'empilement moléculaire permet de mettre en évidence l'orientation de la molécule. La cohésion du cristal est assurée par deux liaisons hydrogène intermoléculaires:

—liaison H entre H(O3) et O(4ⁱ): le calcul donne O(3)—H(O3) = 0,84 (8), O(4ⁱ)...H(O3) = 2,03 (8), O(3)...O(4ⁱ) = 2,873 (5) Å, avec O(3)—H(O3)—O(4ⁱ) = $173(4)^\circ$ [(i) $1-x, 0,5-y, 1,5-z$].

—liaison H entre H(O6) et O(3ⁱⁱ): O(6)—H(O6) = 0,86 (8), H(O6)...O(3ⁱⁱ) = 1,99 (8), O(6)...O(3ⁱⁱ) = 2,837 (5) Å et O(6)—H(O6)—O(3ⁱⁱ) = $167(4)^\circ$ [(ii) $-1+x, y, z$].

Références

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321–324.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KANTERS, J. A., ROELOFSEN, G., DOESBURG, J. M. & KOOPS, T. (1976). *Acta Cryst.* B32, 2830–2837.
 LEMIEUX, R. U., KOTO, S. & VOISIN, D. (1979). *Anomeric Effect, Origin and Consequences*, édité par W. A. SZAREK & D. R. HORTON. *ACS Symp. Ser.* No. 87, pp. 17–29.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
 ODDON, Y., FERRARI, B., GUY E., PAVIA A. A., REBOUL, J. P. & PÉPE, G. (1983). *Acta Cryst.* C39, 1306–1309.
 OHANESSIAN, T., LONGCHAMBON, F. & ARÈNE, F. (1978). *Acta Cryst.* B34, 3666–3667.
 PAVIA, A. A. & LACOMBE, J. M. (1981). *Nouv. J. Chim.* 5, 100–108.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Programme pour la détermination de structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.

Acta Cryst. (1984). C40, 294–297

Structure of DL-Normetanephine Hydrochloride [α -(Aminomethyl)vanillyl Alcohol Hydrochloride], $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{NO}_3^+\cdot\text{Cl}^-$

BY REKHA R. PATTANAYEK, J. K. DATTA GUPTA, S. C. BHATTACHARYYA AND N. N. SAHA

Crystallography and Molecular Biology Division, Saha Institute of Nuclear Physics, 92 APC Road, Calcutta-700 009, India

(Received 1 June 1983; accepted 27 September 1983)

Abstract. $M_r = 219.7$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 5.218(1)$, $b = 17.081(4)$, $c = 12.260(2)$ Å, $\beta = 91.50(1)^\circ$, $V = 1092.2$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.340$, $D_x = 1.336$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu(\text{Mo K}\alpha) = 3.295$ mm⁻¹, $T = 298(2)$ K, $F(000) = 464$, $R = 0.069$ for 1651 reflections. The ethylamine side chain is

planar, fully extended and approximately perpendicular to the attached phenyl ring. The conformational features of the molecule are similar to those mostly observed for adrenergic drugs. The structure is stabilized by a three-dimensional network of H bonds of types N—H...Cl, O—H...Cl and N—H...O.