

pair on N(5) are axial. The C(13)—C(7)—C(7a)—C(8) torsion angle is $-70.9(5)^\circ$. The final difference Fourier map revealed no significant peak within hydrogen-bonding distance ($<3.0 \text{ \AA}$) to N(5). Bond distances and angles (Fig. 2) are consistent with literature values (Ruble, Hite & Soares, 1976). The hydrogen-bonding scheme (Fig. 2) may explain why H(O4T) could not be satisfactorily located. Neither O(4T) nor O(6T) is hydrogen bonded to other atoms and they have the highest thermal parameters in the hydrogen tartrate anion.

References

BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.

DECLERCQ, J.-P., GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1975). *Acta Cryst.* **A31**, 367–372.
 GRIFFITH, R. C., GENTILE, R. J., ROBICHAUD, R. C. & FRANKENHEIM, J. (1983). *J. Med. Chem.* In the press.
International Tables for X-ray Crystallography. (1974). Vol. IV. Table 2.2B, pp. 99–102. Birmingham: Kynoch Press.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*II. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 RIJ, C. VAN & FEIL, D. (1973). *Tetrahedron*, **29**, 1891–1893.
 RUBLE, J. R., HITE, G. & SOARES, J. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 136–140.
 SCHOEMAKER, H., BERENDSON, H. H. G., STEVENS, J. J. T. & NICKOLSEN, V. J. (1981). *Psychopharmacology*, **74**, 137–142.
 STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. W. & HALL, S. R. (1972). The *XRAY* system. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 ZACHARIASEN, W. H. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 324–325.

Acta Cryst. (1984). **C40**, 1105–1107

N-Cyclohexyl-D-gluconamide, $C_{12}H_{23}NO_6$

PAR N. DARBON, Y. ODDON, J. M. LACOMBE, E. DECOSTER ET A. A. PAVIA*

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

ET J. P. REBOUL

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

(Reçu le 16 juillet 1983, accepté le 25 janvier 1984)

Abstract. $M_r = 277.3$, monoclinic, $P2_1$, $a = 14.654(3)$, $b = 5.424(3)$, $c = 8.610(3) \text{ \AA}$, $\beta = 97.67(3)^\circ$, $V = 678.2(8) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $D_x = 1.358(2)$, $D_m = 1.37(2) \text{ Mg m}^{-3}$, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107 \text{ \AA}$, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.12 \text{ mm}^{-1}$, $T = 293 \text{ K}$, $F(000) = 300$, final $R = 0.050$ for 1528 independent reflections. The gluconamide part of the molecule has a linear conformation with its long axis parallel to $[100]$. The molecule contains one $N-H \cdots O$ intramolecular hydrogen bond, while three hydrogen bonds link the molecules to form the crystal.

Introduction. Dans ce travail nous avons étudié la structure cristalline de la *N*-cyclohexyl-D-gluconamide. La structure de la *N*-(chloro-2 éthyl)-D-gluconamide déterminée par diffraction de rayons X (Satzke & Mackay, 1975) et par diffraction neutronique (Sindt & Mackay, 1977) montre l'existence de nombreuses liaisons hydrogène.

Une comparaison succincte des structures de ces deux composés est présentée.

Partie expérimentale. Préparation suivant la méthode décrite par Ishikawa (1964). Recristallisation dans Me_2SO ; cristaux incolores, forme parallélépipédique irrégulière. Masse volumique mesurée par flottaison du cristal dans un mélange hexane/ CCl_4 . Cristal taillé approximativement sous forme de sphère de 0,20 mm. Mesures sur diffractomètre Nonius CAD-4 avec θ compris entre 4 et 23° , radiation $\text{Mo } K\alpha$, monochromateur de graphite, enregistrement des réflexions avec $(\sin\theta)_{\max}/\lambda = 0,766 \text{ \AA}^{-1}$ en balayage $\omega/2\theta$, une vitesse en ω de $20^\circ \text{ min}^{-1}$ et une amplitude $\Delta\theta = (1,8 + 0,5 \text{ tg}\theta)^\circ$. Paramètres de la maille monoclinique affinés sur le diffractomètre à l'aide de 25 réflexions indépendantes. 2923 réflexions enregistrées avec $h = -22$ à 22, $k = 0$ à 8, $l = 0$ à 13. Trois réflexions de référence (variation $\leq 3\%$) contrôlées toutes les 75 réflexions. 654 réflexions indépendantes non observées, 1528 réflexions indépendantes avec $I > 2,5\sigma(I)$. Corrections de Lorentz et de polarisation, absorption ignorée. Méthodes directes (*MULTAN*80, Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Affinement à l'aide du programme *SHELX* (Sheldrick,

* Auteur auquel la correspondance doit être adressée.

Tableau 1. Coordonnées relatives ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalente (Å^2)

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
C(1)	-1819 (3)	2370	2318 (6)	2,0 (2)
C(2)	-865 (4)	1749 (16)	3099 (6)	2,0 (2)
C(3)	-147 (3)	2913 (15)	2191 (6)	1,8 (2)
C(4)	830 (4)	2004 (16)	2752 (6)	1,9 (2)
C(5)	1534 (4)	3193 (15)	1827 (7)	2,1 (2)
C(6)	2491 (4)	2165 (20)	2292 (8)	3,4 (3)
C(7)	-3300 (4)	4246 (17)	2607 (7)	2,2 (2)
C(8)	-3959 (4)	3833 (18)	3811 (8)	3,0 (3)
C(9)	-4930 (4)	4503 (21)	3097 (8)	3,6 (3)
C(10)	-4996 (5)	7170 (20)	2501 (7)	4,2 (3)
C(11)	-4296 (4)	7638 (19)	1379 (7)	3,9 (3)
C(12)	-3322 (4)	6959 (18)	2116 (8)	3,2 (3)
N	-2361 (3)	3518 (14)	3229 (6)	2,4 (2)
O(1)	-2049 (3)	1860 (13)	932 (4)	2,5 (2)
O(2)	-733 (3)	2510 (14)	4699 (5)	2,8 (2)
O(3)	-190 (4)	5546 (14)	2339 (7)	2,4 (8)
O(4)	1122 (3)	2582 (14)	4336 (4)	2,5 (2)
O(5)	1250 (3)	2847 (13)	198 (5)	2,4 (6)
O(6)	2530 (4)	-466 (16)	2113 (7)	4,4 (3)

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles ($^\circ$) de liaison intramoléculaires

C(1)–C(2)	1,506 (9)	C(1)–C(2)–C(3)	109,9 (5)
C(2)–C(3)	1,529 (8)	C(2)–C(3)–C(4)	112,6 (5)
C(3)–C(4)	1,530 (8)	C(3)–C(4)–C(5)	111,6 (5)
C(4)–C(5)	1,528 (9)	C(4)–C(5)–C(6)	111,9 (5)
C(5)–C(6)	1,513 (10)	C(8)–C(7)–C(12)	109,6 (4)
C(7)–C(8)	1,525 (10)	C(7)–C(8)–C(9)	109,5 (6)
C(7)–C(12)	1,530 (10)	C(8)–C(9)–C(10)	112,1 (6)
C(8)–C(9)	1,517 (11)	C(9)–C(10)–C(11)	110,6 (6)
C(9)–C(10)	1,534 (11)	C(10)–C(11)–C(12)	111,6 (6)
C(10)–C(11)	1,521 (11)	C(11)–C(12)–C(7)	109,3 (6)
C(11)–C(12)	1,528 (10)	C(1)–N–C(7)	120,8 (5)
C(1)–N	1,342 (8)	N–C(1)–C(2)	115,3 (4)
C(7)–N	1,463 (9)	O(1)–C(1)–N	124,5 (6)
C(1)–O(1)	1,228 (8)	O(1)–C(1)–C(2)	120,1 (5)
C(2)–O(2)	1,426 (8)	O(2)–C(2)–C(1)	111,4 (5)
C(3)–O(3)	1,436 (8)	O(2)–C(2)–C(3)	111,1 (5)
C(4)–O(4)	1,409 (8)	O(3)–C(3)–C(2)	108,9 (5)
C(5)–O(5)	1,421 (8)	O(3)–C(3)–C(4)	110,0 (5)
C(6)–O(6)	1,437 (10)	O(4)–C(4)–C(3)	112,6 (5)
		O(4)–C(4)–C(5)	105,8 (5)
		O(5)–C(5)–C(4)	109,2 (5)
		O(5)–C(5)–C(6)	110,6 (5)
		O(6)–C(6)–C(5)	112,7 (6)

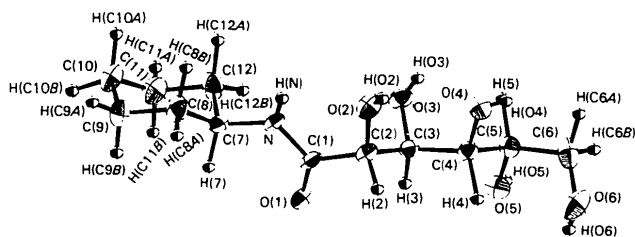


Fig. 1. Numérotation des atomes et géométrie moléculaire obtenue à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965). Les ellipsoïdes de vibration des atomes autres que ceux d'hydrogène ont une probabilité de 50%. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des sphères de rayon arbitraire.

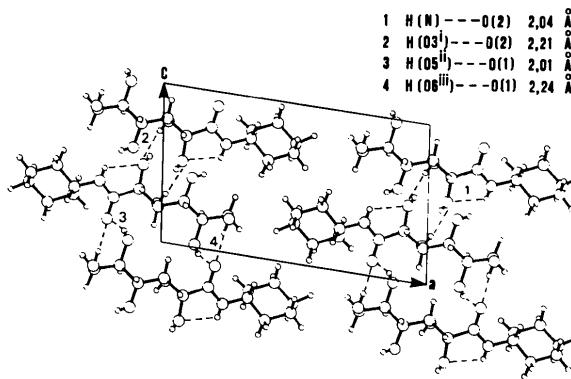
1976). Facteurs de diffusion (Cromer & Mann, 1968) pour C, N, O et valeurs données par Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour H. Atomes affectés de facteurs d'agitation thermique anisotrope C, N et O; H (par Fourier différence) isotropes. 263 paramètres affinés. Fonction $\sum w |F_o| - |F_c|^2$ minimisée. $R = 0,050$, $R_w = 0,048$ avec $w = 1/\sigma^2(F_o)$, $S = 0,8$. Série différence finale: $\Delta\rho_{\min} = -0,10$, $\Delta\rho_{\max} = 0,09$ e Å^{-3} . $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,3$.

Discussion. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1, les distances et les angles dans le Tableau 2.*

Deux plans ont été définis. Le plan (A) contient les atomes C(2), C(3), C(4), C(5), C(6), et le plan (B) est défini par les atomes C(7), N, C(1), C(2), O(1) de la liaison amide. Dans les deux cas l'écart maximum des atomes au plan considéré est de 0,035 Å. L'angle entre les deux plans (A) et (B) est de 61,7°; il est légèrement inférieur à l'angle équivalent (69,8°) observé par Satzke & Mackay (1975) dans le *N*-(chloro-2 éthyl)-D-gluconamide.

La liaison C(1)–N a une longueur de 1,342 (8) Å intermédiaire entre la longueur d'une simple liaison C–N (1,49 Å) et la longueur d'une double liaison C=N (1,27 Å). Cependant la longueur de la liaison C(7)–N [1,463 (9) Å], équatoriale par rapport au cycle, correspond à une simple liaison. La liaison C(1)–O(1) est de 1,228 (8) Å et l'angle N–C(1)–O(1) de 124,5 (6)°. Ces valeurs sont identiques à celles données par Satzke & Mackay (1975): C(1)–N = 1,340, C(7)–N = 1,467, C(1)–O(1) = 1,216 Å et N–C(1)–O(1) = 124,2°.

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des principaux angles de torsion, des plans moyens et des distances et angles des liaisons hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39274: 13 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. Projection de la maille sur (010) suivant l'axe [010] montrant les liaisons hydrogène ($\sigma = 0,05 - 0,06$ Å).

La conformation chaise du cycle (Fig. 1) est confirmée par la position des atomes C(7) et C(10) qui se situent de part et d'autre du plan moyen (C) défini par les atomes C(8), C(9), C(11), C(12) avec des distances respectives de $-0,721$ (8) et $0,654$ (8) Å.

A l'intérieur du cristal les molécules sont orientées dans le sens de la longueur parallèlement à l'axe [100]. On note une liaison hydrogène intramoléculaire N—H(N)···O(2) (Fig. 2). L'atome d'hydrogène H(N) est contenu dans le plan (B) de la liaison amide avec un écart au plan de $0,02$ Å. Ce type de liaison est aussi signalé par Sindt & Mackay (1977).

Les trois autres liaisons hydrogène renforcent la cohésion intermoléculaire à l'intérieur du cristal. Elles sont comparables à celles observées dans des carbohydrates (Gatehouse & Poppleton, 1971; Park, Kim & Jeffrey, 1971) et dans le composé déjà cité (Satzke & Mackay, 1975; Sindt & Mackay, 1977).

Acta Cryst. (1984). C40, 1107–1109

Structure of 2-Benzoyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-isoquinolinecarbonitrile, C₁₇H₁₄N₂O

BY M. PLYWACZYK, E. TYKARSKA, M. JASKÓLSKI AND Z. KOSTURKIEWICZ*

Department of Crystallography, Faculty of Chemistry, A. Mickiewicz University, ul. Grunwaldzka 6, 60–780 Poznań, Poland

(Received 9 December 1983; accepted 24 February 1984)

Abstract. $M_r = 262$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 8.8155$ (6), $b = 14.687$ (1), $c = 10.6392$ (8) Å, $\beta = 94.44$ (6)°, $V = 1373.3$ (2) Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.267$, $D_x = 1.266$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.54178$ Å, $\mu = 0.558$ mm⁻¹, $F(000) = 552$, room temperature. Final $R = 0.041$ for 1532 observed reflexions. The heterocyclic fragment of the molecule exhibits a flattened sofa conformation. The C(3)—N(2)—C(13)—O(14) torsion angle [-171.9 (3)°] characterizes the amide bond as *anti*. The amide group and the phenyl ring are deconjugated, the corresponding dihedral angle being 55.7 (4)°. This twisting thus minimizes steric interactions between the carbonyl group and neighbouring H atoms.

Introduction. This work initiates a series of investigations of Reissert compounds. The crystal-structure determination of the title compound [synthesized by Brózda (1982)] has been undertaken to study the effect of substituents on the molecular conformation and to facilitate interpretation of ¹³C NMR data (Brózda, 1982).

Références

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321–324.
 GATEHOUSE, B. M. & POPPLETON, B. J. (1971). *Acta Cryst.* B27, 10–20.
 ISHIKAWA, T. (1964). *Nippon Kagaku Zasshi*, 85, 897–900.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
 PARK, Y. J., KIM, H. S. & JEFFREY, G. A. (1971). *Acta Cryst.* B27, 220–227.
 SATZKE, L. O. G. & MACKAY, M. F. (1975). *Acta Cryst.* B31, 1128–1132.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Programme de détermination de structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 SINDT, A. C. & MACKAY, M. F. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2659–2662.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.

Experimental. Suitable crystals obtained from ethanol, D_m by flotation, crystal $0.3 \times 0.4 \times 0.4$ mm, Syntex $P2_1$ diffractometer, cell parameters from least-squares treatment of setting angles of 15 reflexions, profiles measured for 2151 reflexions with $2\theta \leq 115^\circ$, range of hkl : $h \pm 9$, $k 0 \rightarrow 16$, $l 0 \rightarrow 11$, profile analysis according to Lehmann & Larsen (1974), no significant intensity variation for two standard reflexions, no absorption correction, 1538 observed reflexions with $I \geq 1.96\sigma(I)$; structure solved by direct methods using *SHELX76* (Sheldrick, 1976), full-matrix least-squares refinement on F , $w^{-1} = \sigma^2(F)$, six extinction-affected reflexions excluded from final refinement, H atoms located in a ΔF map and included as fixed isotropic contributions to F_c , anisotropic thermal parameters for all non-H atoms, $R = 0.041$, $R_w = 0.046$, max. shift/e.s.d. = 0.004 , largest peak in final ΔF map = $0.15 \text{ e } \text{Å}^{-3}$, largest hole = $-0.15 \text{ e } \text{Å}^{-3}$; computer programs: *SHELX76* (Sheldrick, 1976) and local programs (Jaskólski, 1982), molecular illustrations drawn using *PLUTO* (Motherwell & Clegg, 1978). Atomic scattering factors from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

* To whom correspondence should be addressed.