

distances involving these atoms are consequently less reliable.

The succinimides mentioned above were found to be linked into dimers by pairs of hydrogen bonds between the imide hydrogen atoms and carbonyl oxygen of adjacent molecules with N(H)···O distances of about 2.88 Å. In the present compound there is a corresponding contact distance of 2.870 (4) Å for N(9)···O(10), but this time the molecules are linked into a one-dimensional chain running in the **b** direction.

Examination of least-squares planes through the atoms of the five-membered ring shows that it has an envelope conformation (Bucourt, 1974) with C(7) out of plane (flap angle 13.7°). Deviations (in Å, e.s.d.'s = 0.003 Å) from the least-squares plane of atoms C(8)–C(11) are: C(8), –0.009; N(9), 0.015; C(10), –0.014; C(11), 0.008; other atoms: C(7), –0.224; O(8), 0.101; O(10), –0.032.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 550–552

Benzoate de Décahydro-1,2,3,4,5,6,6a,7,8,11 Triméthyl-4,6a,9 Méthano-8,11a 11aH-Cyclohepta[*a*]naphthyl-4 Méthyle-(4 α ,6 $\alpha\beta$,8 β ,11 α), C₂₇H₃₄O₂

PAR G. PRÉCIGOUX ET F. LEROY

Laboratoire de Cristallographie (LA 144) associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence CEDEX, France

ET M. TARAN ET B. DELMOND

Institut du Pin, Université de Bordeaux I, 33405 Talence CEDEX, France

(Reçu le 12 avril 1984, accepté le 2 novembre 1984)

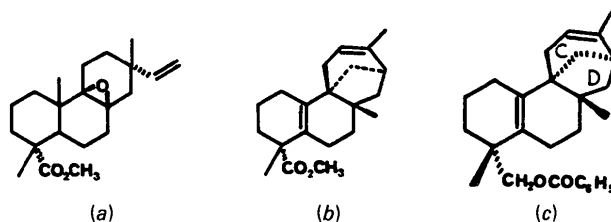
Abstract. $M_r = 390.6$, monoclinic, $P2_1$, $a = 11.272$ (4), $b = 7.546$ (3), $c = 13.164$ (4) Å, $\beta = 96.94$ (4)°, $V = 1111.5$ (8) Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.17$ g cm⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 0.77$ cm⁻¹, $F(000) = 424$, $T = 293$ K, $R = 0.065$ for 1230 observed reflections. The title compound is a benzoyloxymethyl derivative of a synthesis intermediate, which could be used for the synthesis of biologically active molecules. The bond lengths and angles are in agreement with those of similar compounds. No short intermolecular contacts exist.

Introduction. Lors du réarrangement de l'époxy-8,9 β isopimarate de méthyle avec l'éthérate de trifluorure de bore (Taran & Delmond, 1984), nous avons pu mettre en évidence un hydrocarbure diterpénique (b). Les analyses physicochimiques (spectrométrie de masse et RMN ¹³C) ont pu montrer que ce composé possédait une structure tétracyclique avec un système bicyclo-[3.2.1]octène au niveau des cycles C et D.

We are grateful for the financial support of the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada which helped make this work possible.

References

- ALPER, H., MAHATANTILA, C. P., EINSTEIN, F. W. B. & WILLIS, A. C. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 2708–2710.
 ARGAY, GY. & KÁLMÁN, A. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 636–638.
 BUCOURT, R. (1974). *Top. Stereochem.* **8**, 159–224.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1970). *ORTEP*. Report ORNL-3794, second revision. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 LARSON, A. C. & GABE, E. J. (1978). *Computing in Crystallography*, edited by H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 81–89. Delft. Univ. Press.
 MASON, R. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 720–724.
 SHELDRIK, W. S. (1981a). *Acta Cryst.* **B37**, 299–300.
 SHELDRIK, W. S. (1981b). *Acta Cryst.* **B37**, 300–302.



Cependant, plusieurs hypothèses structurales étant envisageables, l'analyse radiocristallographique a été entreprise afin de déterminer la conformation tridimensionnelle de ce composé. N'ayant pu obtenir des cristaux de qualité satisfaisante avec ce dérivé, nous avons dû réaliser l'analyse radiocristallographique sur la molécule dérivée (c) dans laquelle le groupe méthoxycarbonyl est substitué par le groupe benzoyloxy-méthyle.

Partie expérimentale. Cristal incolore obtenu dans 2-propanol à 177 K. Dimensions approximatives

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$) *et paramètres d'agitation thermique équivalente* (Å^2) ($\bar{\sigma} = 0,2 \text{ Å}^2$)

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
C(1)	8248 (7)	-3334 (11)	4774 (5)	4,9 (3)
C(2)	9127 (7)	-3370 (12)	5747 (5)	5,7 (4)
C(3)	8472 (6)	-2811 (11)	6641 (5)	4,9 (3)
C(4)	8044 (5)	-0866 (10)	6517 (4)	3,9 (3)
C(4a)	7459 (5)	-0491 (9)	5424 (4)	3,3 (2)
C(5)	6787 (6)	1216 (11)	5267 (5)	4,8 (3)
C(6)	6671 (6)	1836 (10)	4168 (5)	4,6 (3)
C(6a)	6136 (5)	0398 (10)	3433 (5)	3,7 (3)
C(7)	7873 (6)	-0838 (11)	2780 (5)	4,5 (3)
C(8)	7024 (7)	-0206 (11)	1842 (5)	5,0 (3)
C(9)	6301 (7)	-1746 (12)	1365 (5)	5,3 (4)
C(10)	5929 (7)	-2955 (11)	1965 (5)	5,0 (3)
C(11)	6280 (6)	-2959 (9)	3121 (5)	3,9 (3)
C(11a)	6948 (5)	-1266 (9)	3534 (4)	3,4 (3)
C(11b)	7562 (5)	-1588 (9)	4641 (4)	3,4 (3)
C(12)	6187 (7)	1093 (10)	2308 (5)	4,7 (3)
C(17)	5991 (10)	-1754 (15)	0227 (6)	7,7 (5)
C(18)	9104 (6)	0369 (11)	6754 (5)	4,5 (3)
C(19)	7137 (7)	-0552 (13)	7299 (5)	5,5 (4)
C(20)	4842 (6)	0032 (12)	3639 (6)	5,3 (3)
O(28)	9576 (4)	0274 (8)	7829 (3)	4,9 (2)
C(38)	10671 (6)	-0410 (10)	8090 (5)	4,2 (3)
O(39)	11312 (4)	-0886 (9)	7462 (3)	6,2 (3)
C(48)	10972 (6)	-0536 (10)	9213 (5)	4,0 (3)
C(58)	12148 (7)	-1003 (12)	9589 (5)	5,4 (4)
C(68)	12491 (8)	-1225 (13)	10640 (6)	6,4 (4)
C(78)	11658 (8)	-0929 (12)	11296 (5)	6,2 (4)
C(88)	10480 (8)	-0441 (13)	10937 (6)	6,3 (4)
C(98)	10149 (7)	-0246 (12)	9890 (5)	5,3 (4)

Discussion. La molécule (Fig. 1) est caractérisée par un pont formant un cycloheptène, un cyclohexène et un cyclopentane. Les distances interatomiques sont en accord avec celles généralement rencontrées. Le plus petit angle de valence C(11a)-C(7)-C(8) = 100,2 (6) $^\circ$ du cycle pentane est très supérieur à celui rencontré pour un autre composé: 91,9 (3) $^\circ$ (Précigoux, Leroy, Delmond, Taran & Valade, 1981) (Tableau 2).

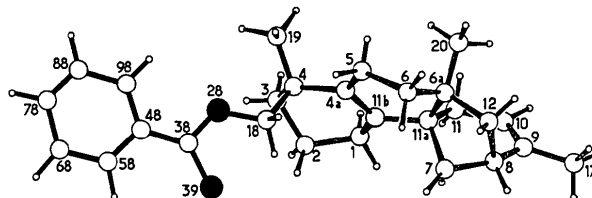


Fig. 1. Numérotation atomique et conformation moléculaire.

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

C(1)-C(2)	1,52 (1)	C(8)-C(9)	1,51 (1)
C(1)-C(11b)	1,53 (1)	C(8)-C(12)	1,54 (1)
C(2)-C(3)	1,52 (1)	C(9)-C(10)	1,31 (1)
C(3)-C(4)	1,55 (1)	C(9)-C(17)	1,50 (1)
C(4)-C(4a)	1,53 (1)	C(10)-C(11)	1,52 (1)
C(4)-C(18)	1,52 (1)	C(11a)-C(11)	1,55 (1)
C(4)-C(19)	1,55 (1)	C(11a)-C(11b)	1,56 (1)
C(4a)-C(5)	1,50 (1)	C(18)-O(28)	1,45 (1)
C(4a)-C(11b)	1,34 (1)	O(28)-C(38)	1,34 (1)
C(5)-C(6)	1,51 (1)	C(38)-C(48)	1,48 (1)
C(6)-C(6a)	1,53 (1)	C(38)-O(39)	1,22 (1)
C(6a)-C(11a)	1,58 (1)	C(48)-C(58)	1,40 (1)
C(6a)-C(12)	1,58 (1)	C(48)-C(98)	1,38 (1)
C(6a)-C(20)	1,54 (1)	C(58)-C(68)	1,40 (1)
C(7)-C(8)	1,54 (1)	C(78)-C(88)	1,40 (1)
C(7)-C(11a)	1,56 (1)	C(88)-C(98)	1,39 (1)
C(2)-C(1)-C(11b)	112,4 (6)	C(10)-C(9)-C(17)	123,2 (8)
C(1)-C(2)-C(3)	108,6 (7)	C(9)-C(10)-C(11)	122,7 (7)
C(2)-C(3)-C(4)	110,8 (6)	C(11a)-C(11)-C(10)	113,9 (6)
C(3)-C(4)-C(4a)	111,6 (5)	C(6a)-C(11a)-C(11b)	113,4 (5)
C(3)-C(4)-C(18)	109,4 (6)	C(6a)-C(11a)-C(7)	102,2 (5)
C(4a)-C(4)-C(18)	108,6 (5)	C(7)-C(11a)-C(11b)	112,0 (5)
C(4a)-C(4)-C(19)	110,5 (6)	C(11)-C(11a)-C(11b)	110,1 (5)
C(18)-C(4)-C(19)	109,5 (6)	C(7)-C(11a)-C(11)	106,4 (5)
C(4)-C(4a)-C(5)	116,2 (6)	C(1)-C(11b)-C(4a)	122,3 (6)
C(4)-C(4a)-C(11b)	122,8 (6)	C(1)-C(11b)-C(11a)	113,8 (5)
C(5)-C(4a)-C(11b)	121,0 (6)	C(4a)-C(11b)-C(11a)	123,8 (6)
C(4a)-C(5)-C(6)	112,5 (6)	C(6a)-C(12)-C(8)	104,9 (6)
C(5)-C(6)-C(6a)	111,6 (6)	C(4)-C(18)-O(28)	110,9 (6)
C(6)-C(6a)-C(11a)	109,7 (5)	C(18)-O(28)-C(38)	119,0 (6)
C(6)-C(6a)-C(12)	107,6 (6)	O(28)-C(38)-C(48)	111,9 (6)
C(6)-C(6a)-C(20)	109,0 (6)	O(28)-C(38)-O(39)	122,8 (7)
C(11a)-C(6a)-C(12)	105,2 (5)	C(48)-C(38)-O(39)	125,7 (7)
C(11a)-C(6a)-C(20)	113,7 (6)	C(38)-C(48)-C(58)	117,5 (6)
C(12)-C(6a)-C(20)	111,5 (6)	C(38)-C(48)-C(98)	123,0 (7)
C(11a)-C(7)-C(8)	100,2 (6)	C(58)-C(48)-C(98)	119,6 (7)
C(7)-C(8)-C(9)	110,2 (6)	C(48)-C(58)-C(68)	120,9 (7)
C(7)-C(8)-C(12)	103,2 (6)	C(58)-C(68)-C(78)	118,4 (8)
C(9)-C(8)-C(12)	109,2 (6)	C(68)-C(78)-C(88)	121,6 (8)
C(8)-C(9)-C(10)	118,8 (7)	C(78)-C(88)-C(98)	119,4 (8)
C(8)-C(9)-C(17)	117,9 (7)	C(48)-C(98)-C(88)	120,1 (8)

0,1 \times 0,2 \times 0,5 mm. Diffractomètre Siemens, $2 < 2\theta < 140^\circ$. 22 réflexions mesurées pour calcul de la maille. Domaine indexé -12 à 12(h), 0 à 8(k), 0 à 15(l). Variation de l'intensité de la réflexion de référence 040 inférieure à 5%. 1733 réflexions mesurées, 1230 avec $I > 3\sigma(I)$. Correction Lp, pas de correction d'absorption. Structure déterminée par méthode directe à l'aide de *MULTAN78* (Main, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1978). 300 valeurs de $E > 1,26$ et 4 symboles utilisés. Les cartes de densité électronique avec la meilleure figure de mérite (2,07) ont permis de repérer tous les atomes non-H. Atomes d'hydrogène soit placés en position théorique, soit localisés à partir de Fourier différence. Coordonnées atomiques (Tableau 1), paramètres d'agitation thermique anisotrope (β_{ij}) ou isotrope (atomes d'hydrogène) affinés par moindres carrés (bloc diagonal), minimisant $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$. $R = 0,065$, $wR = 0,063$, $S = 1,37$, $\Delta\rho < 0,18 \text{ e Å}^{-3}$, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,43$. $w^{1/2} = 1$ si $|F_o| < p$ et $w^{1/2} = p/|F_o|$ si $|F_o| > p$ avec $p = [F_o^2(\max)/10]^{1/2}$. Facteurs de diffusion de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) pour les atomes lourds et de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les atomes d'hydrogène.*

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées d'hydrogène et des angles dièdres ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplémentary Publication No. SUP 39883: 15 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.

Les molécules ne sont liées que par un ensemble de faibles forces et il n'existe aucune distance intermoléculaire inférieure à la somme des rayons de van der Waals.

L'analyse radiocristallographique a permis de définir la structure de cette molécule nouvelle issue de l'isomérisation de l'époxy-8,9β isopimarate. Nous montrons ainsi que le méthyle CH₃ (carbone 20) a subi deux migrations successives à partir de la molécule de départ. L'hydrocarbure diterpénique ainsi obtenu s'apparente de par la nature de son squelette, en ce qui concerne essentiellement les cycles C et D, aux diterpènes possédant le squelette aphidicolane. Peu de composés possédant ce type de squelette ont été rencontrés à ce jour, alors qu'ils possèdent des propriétés physiologiques importantes (Hufford, Guerrero & Doorenbos, 1976; Bucknall, Moores, Simons & Hesp, 1973; Ikegani, Taguchi, Ohashi, Oguro, Nagana & Mano, 1978).

Références

- BUCKNALL, R. A., MOORES, H., SIMONS, R. & HESP, B. (1973). *Antimicrob. Agents Chemother.* **4**, 294–298.
- HUFFORD, C. D., GUERRERA, R. O. & DOORENBOS, N. J. (1976). *J. Pharm. Sci.* **65**, 778–780.
- IKEGANI, S., TAGUCHI, T., OHASHI, M., OGURO, M., NAGANA, H. & MANO, Y. (1978). *Nature (London)*, **275**, 458–459.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- PRÉCIGOUX, G., LEROY, F., DELMOND, B., TARAN, M. & VALADE, J. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 468–470.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- TARAN, M. & DELMOND, B. (1984). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 716–718.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 552–554

Structure of (±)-2-(2-Chloro-3,4-dimethoxyphenyl)-N-isopropyl-2-methoxyethylamine Hydrochloride, C₁₄H₂₃ClNO₃⁺.Cl⁻

BY JACOBUS KOORTS AND MINO CAIRA

Crystallography Group, University of Port Elizabeth, PO Box 1600, Port Elizabeth 6000, South Africa

(Received 4 September 1984; accepted 5 November 1984)

Abstract. $M_r = 324.2$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 7.537$ (4), $b = 9.174$ (5), $c = 12.625$ (6) Å, $\alpha = 103.81$ (2), $\beta = 76.24$ (2), $\gamma = 101.89$ (2)°, $V = 813.0$ (8) Å³, $Z = 2$, $D_m = 1.32$ (1), $D_x = 1.324$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 0.355$ mm⁻¹, $F(000) = 344.0$, $T = 298$ K. Final $R = 0.045$ for 1689 observed reflections. The substituted ethylamine side chain is extended and is orientated approximately perpendicular to the phenyl ring. The phenyl ring is planar with the methoxy group adjacent to the Cl atom orientated out of the plane and the other one approximately coplanar. Hydrogen bonds of the type N–H...Cl⁻ link pairs of inversion-related cations.

Introduction. The title compound is one of a series of structurally related β -adrenoceptor blocking drugs whose conformations we are studying by X-ray analysis, ¹H NMR and quantum mechanical methods.

Experimental. Wedge-shaped crystals grown from 2-propanol solution by slow cooling. Density determined by flotation in PhBr–PhCl mixture. Crystal

system from Weissenberg and precession photographs with Cu $K\alpha$ radiation ($\lambda = 1.5418$ Å). Crystal dimensions 0.24 × 0.20 × 0.16 mm, Philips PW 1100 four-circle diffractometer, graphite-monochromated Mo $K\alpha$ radiation. Cell constants by least-squares refinement of angular data for 25 reflections in range $15 < 2\theta < 26^\circ$. Three standard reflections monitored after every 56 reflections; no significant intensity variation. 2275 reflections measured by ω - 2θ technique, scan speed 0.043°θ s⁻¹, scan width 1.3°θ, θ range 3–23° (hkl limits $\pm 8, \pm 10, 13$); 2199 unique reflections ($R_{\text{int}} = 0.0852$) of which 510 reflections with $I_o < 2\sigma(I_o)$ omitted as unobserved [$\sigma(I_o)$ based on counting statistics]. Lorentz and polarization corrections applied, no absorption correction. Space group $P\bar{1}$ confirmed by Patterson analysis and intensity statistics. Structure solved by Patterson and Fourier methods and refined by full-matrix least squares, program *SHELX76* (Sheldrick, 1976); $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ minimized with $w = 1/\sigma^2(F_o)$ which yielded a constant distribution of $\langle w\Delta^2 \rangle$ with $(\sin\theta)/\lambda$ and $[F_o/F_o(\text{max.})]^{1/2}$. All non-H atoms thermally anisotropic; all H atoms located in