

Panaxadiol und Panaxatriol-Monohydrat*

VON HEINRICH PUFF,† EDMUND FRIEDRICH, MARGARETE HABSCHIED UND GISELA QUANTE

Institut für Anorganische Chemie der Universität Bonn, Gerhard-Domagk-Strasse 1, D-5300 Bonn 1, Bundesrepublik Deutschland

UND WEI-SHIN CHEN

Yunnan Institute of Materia Medica, Academica Sinica, Kunming Yunnan, China

(Eingegangen am 19. November 1984; angenommen am 13. Dezember 1985)

Abstract. $C_{30}H_{52}O_3$, $M_r = 460.6$, monoclinic, $P2_1$, $a = 11.692$ (3), $b = 7.843$ (7), $c = 14.705$ (3) Å, $\beta = 93.85$ (2)°, $V = 1345.4$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.135$, $D_m = 1.10$ (1) Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 0.038$ mm⁻¹, $F(000) = 512$, $T = 293$ K, $R = 0.0499$ for 3696 observed reflections. $C_{30}H_{52}O_4 \cdot H_2O$, $M_r = 494.6$, monoclinic, $P2_1$, $a = 6.681$ (4), $b = 13.422$ (7), $c = 15.868$ (4) Å, $\beta = 96.97$ (4)°, $V = 1412.4$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.162$, $D_m = 1.16$ (1) Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 0.039$ mm⁻¹, $F(000) = 548$, $T = 293$ K, $R = 0.0569$ for 2356 observed reflections. The two molecular structures are equivalent except for the substituents at C(6). The formation of a tetrahydropyran ring from preliminary stages with an open chain is favored by an intramolecular hydrogen bond. Intermolecular hydrogen bonds link the molecules into the crystal structure, forming infinite chains along [010].

Einleitung. Im Rahmen der Strukturaufklärung einiger pharmakologisch interessanter Dammaran-Sapogenine aus *Panax notoginseng* (Wei, Chang, Wang, Chen, Friedrichs, Puff & Breitmaier, 1984) haben wir Röntgenstrukturanalysen von Panaxadiol (I) und Panaxatriol-Monohydrat (II) durchgeführt, um frühere, aus spektroskopischen Untersuchungen gewonnene Strukturvorschläge zu überprüfen.

Aus IR-Spektren war die in Fig. 1 angegebene Strukturformel abgeleitet worden (Shibata, Fujita, Itokowa, Tanaka & Ishii, 1962; Shibata, Tanaka, Nagai & Ishii, 1962; Shibata, Tanaka, Sado & Tsushima, 1963; Tanaka, Nagai & Shibata, 1964). Massenspektrometrische Untersuchungen hatten die Anwesenheit eines Tetrahydropyran-Ringes an C(17) wahrscheinlich gemacht. Die Absolutkonfiguration an C(20) wurde später durch Zurückführung auf Verbindungen mit bekannter Konfiguration als *R*-Form erkannt (Nagai, Tanaka & Shibata, 1966). Panaxatriol

war, ebenfalls spektroskopisch, als das 6 β -Hydroxyderivat von (I) identifiziert worden (Elyakov, Strigina, Uvarova, Vaskovsky, Dzizenko & Kochetkov, 1964; Elyakov, Dzizenko & Elkin, 1966).

Experimentelles. Nach Extraktion der Rohsaponine aus den Blättern von *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen und anschließender Hydrolyse wurden die Titelverbindungen chromatographisch isoliert und gereinigt (Wei *et al.*, 1984). Einkristalle [Grösse 1,63 × 1,08 × 0,35 mm (I) bzw. 0,55 × 0,27 × 0,13 mm (II)] wurden aus Methanol gezüchtet, die Dichten durch Vergleich mit einer Zuckerlösung bestimmt.

Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen ergaben für (I) und (II) monokline Elementarzellen und die Auslöschungsbedingung: $0k0$ nur für $k = 2n$ vorhanden. Damit und wegen der optischen Aktivität der Verbindungen blieb nur die nichtzentrosymmetrische Raumgruppe $P2_1$ (Nr. 4). Die genaue Bestimmung der Gitterkonstanten aus 25 starken Reflexen im Bereich $12 < \theta < 15^\circ$ wurde am Vierkreisdiffraktometer CAD-4 (Enraf-Nonius) mit graphit-monochromatisierter

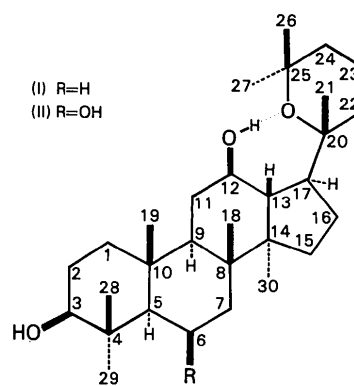


Fig. 1. Stereochemische Formel und Bezeichnung der C-Atome (nach den Regeln von Allard & Ourisson, 1957). Die O-Atome sind mit derselben Nummer wie das benachbarte C-Atom benannt.

* 20,25-Epoxy-dammaran-3 β ,12 β -diol und 20,25-Epoxy-dammaran-3 β ,6 β ,12 β -triol-Monohydrat.

† Korrespondenzautor.

Mo $K\alpha$ -Strahlung durchgeführt, ebenso die folgende Reflexdatensammlung: Für (I) 3868 unabhängige Reflexe bis $\theta = 29,5^\circ$ ($-15 < h < 15$, $0 < k < 10$, $0 < l < 20$); für (II) 2537 Reflexe bis $\theta = 25,0^\circ$ ($-7 < h < 7$, $0 < k < 15$, $0 < l < 20$). Von den gemessenen Reflexen wurden 172 (I) bzw. 181 (II) mit $I < 0,33\sigma(I)$ als 'unobserved' klassifiziert. Jeder Reflex wurde mit einem Scan der Länge $(1,20 + 0,35 \tan \theta)^\circ$ durchfahren; die Geschwindigkeit wurde so gewählt, dass das Verhältnis $\sigma(I)/I$ 0,05 betrug, sofern eine maximale Messzeit von 300 s pro Reflex nicht überschritten wurde. Intensitätskontrollen an zwei Standardreflexen wurden alle 20 000 s durchgeführt, der dabei festgestellte geringe Intensitätsabfall (max. 5,7%) wurde nicht korrigiert. Ebenso wurden Absorption und Sekundärextinktion vernachlässigt. Der Merge- R_{int} -Wert äquivalenter Reflexe betrug 0,037 für (I) und 0,043 für (II).

Das Programmsystem *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) lieferte für (I) einen Strukturvorschlag, bei dem 26 der 33 C- und O-Atomlagen in sinnvoller Weise zugeordnet werden konnten; bei (II) resultierten jedoch nur Vorschläge mit zentrosymmetrisch angeordneten Lagen, die nicht auswertbar waren. Mit dem Programm *YZARC80* (Declercq, Germain, Wright & Woolfson, 1980; 100 Startphasensätze mit je 100 Zufallsstartphasen) ergab dagegen der Phasensatz mit den besten 'figures-of-merit' 22 der gesuchten 35 Atompositionen von (II). Für beide Verbindungen wurden die fehlenden C- und O-Atome den Differenzfourier-Synthesen entnommen.

Für die Verfeinerungen, Fouriersynthesen und Abstandsberechnungen wurde das Programm *SHELX76* (Sheldrick, 1976) verwendet, mit dem auch die Lagen der an Kohlenstoff gebundenen Wasserstoffatome in chemisch sinnvollen Positionen berechnet wurden (C-H-Abstand 1,08 Å, Tetraederwinkel, Drehung der Methylgruppen in günstigste Stellung). Dagegen wurden die Hydroxyl-Wasserstoffatome aus der abschliessenden Differenzfourier-Synthese erhalten. Die Atomformfaktoren wurden den *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) entnommen. Verfeinert wurde mit F -Werten anisotrop in zwei Blöcken [C(1)–C(17) und C(18)–C(30)]: für die H-Atome wurde ein overall-Temperaturkoeffizient bestimmt. $R = 0,0499$, $wR = 0,0531$ (I), $R = 0,0569$, $wR = 0,0666$ (II); der Wichtungsfaktor war $1/[\sigma^2(F) + 0,001 F^2]$, die Zahl der verfeinerten Parameter betrug 298 (I) bzw. 316 (II). Beim letzten Verfeinerungszyklus war das maximale Verhältnis Δ/σ 0,473 (I) bzw. 0,583 (II). In der letzten Differenzfourier-Synthese blieben Restelektronendichte-Maxima von 0,29 bzw. 0,27 und -Minima von $-0,24$ bzw. $-0,25 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ für (I) bzw. (II).

Die Zeichnungen wurden mit dem Programm *ORTEP* (Johnson, 1965) erstellt. Alle Rechnungen wurden auf der Anlage IBM 370/168 des Regionalen

Hochschulrechenzentrums der Universität Bonn ausgeführt.

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Temperaturkoeffizienten $U_{\text{äq}}$ (Å²)

$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

Festlegung des Zellursprungs entlang [010] mit C(10).

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
(a) Panaxadiol				
C(1)	0,8867 (2)	0,5820 (3)	-0,0418 (1)	0,052 (2)
C(2)	0,9048 (2)	0,5600 (5)	-0,1433 (1)	0,063 (2)
C(3)	0,9046 (2)	0,3726 (5)	-0,1700 (1)	0,060 (2)
O(3)	0,9241 (2)	0,3553 (4)	-0,2643 (1)	0,078 (2)
C(4)	0,7953 (2)	0,2783 (3)	-0,1492 (1)	0,050 (2)
C(5)	0,7725 (2)	0,3110 (3)	-0,0475 (1)	0,039 (1)
C(6)	0,6707 (2)	0,2136 (3)	-0,0132 (1)	0,051 (2)
C(7)	0,6760 (2)	0,2065 (3)	0,0906 (1)	0,048 (2)
C(8)	0,6797 (1)	0,3857 (2)	0,1346 (1)	0,035 (1)
C(9)	0,7764 (1)	0,4930 (2)	0,0926 (1)	0,032 (1)
C(10)	0,7735 (1)	0,5000	-0,0142 (1)	0,035 (1)
C(11)	0,7907 (2)	0,6684 (2)	0,1400 (1)	0,040 (1)
C(12)	0,8158 (1)	0,6545 (2)	0,2431 (1)	0,035 (1)
O(12)	0,8283 (1)	0,8260 (2)	0,2762 (1)	0,048 (1)
C(13)	0,7184 (1)	0,5546 (2)	0,2830 (1)	0,031 (1)
C(14)	0,7109 (1)	0,3722 (2)	0,2402 (1)	0,035 (1)
C(15)	0,6197 (2)	0,2845 (3)	0,2963 (1)	0,056 (2)
C(16)	0,6179 (2)	0,3848 (3)	0,3861 (1)	0,045 (2)
C(17)	0,7138 (1)	0,5209 (2)	0,3863 (1)	0,034 (1)
C(18)	0,5605 (2)	0,4676 (4)	0,1159 (1)	0,051 (2)
C(19)	0,6741 (2)	0,6112 (3)	-0,0560 (1)	0,054 (2)
C(20)	0,6957 (1)	0,6709 (3)	0,4516 (1)	0,036 (1)
O(20)	0,8043 (1)	0,7638 (2)	0,4525 (1)	0,038 (1)
C(21)	0,5963 (2)	0,7872 (3)	0,4186 (1)	0,050 (2)
C(22)	0,6795 (2)	0,5989 (3)	0,5478 (1)	0,051 (2)
C(23)	0,7052 (2)	0,7282 (4)	0,6231 (1)	0,059 (2)
C(24)	0,8265 (2)	0,7924 (3)	0,6179 (1)	0,054 (2)
C(25)	0,8427 (2)	0,8787 (3)	0,5261 (1)	0,042 (1)
C(26)	0,7823 (2)	1,0521 (3)	0,5195 (2)	0,055 (2)
C(27)	0,9692 (2)	0,9061 (4)	0,5114 (2)	0,057 (2)
C(28)	0,8203 (4)	0,0850 (4)	-0,1607 (2)	0,083 (3)
C(29)	0,6938 (2)	0,3268 (5)	-0,2166 (1)	0,065 (3)
C(30)	0,8238 (2)	0,2721 (3)	0,2627 (1)	0,045 (2)
(b) Panaxatriol-Monohydrat				
C(1)	0,4588 (7)	0,3943 (3)	0,2955 (2)	0,047 (4)
C(2)	0,5015 (7)	0,3462 (3)	0,3824 (3)	0,052 (4)
C(3)	0,6491 (6)	0,4100 (3)	0,4395 (2)	0,049 (4)
O(3)	0,7076 (4)	0,3626 (3)	0,5188 (2)	0,067 (3)
C(4)	0,5755 (5)	0,5173 (3)	0,4511 (2)	0,046 (3)
C(5)	0,5155 (5)	0,5641 (3)	0,3606 (2)	0,037 (3)
C(6)	0,4400 (5)	0,6719 (3)	0,3585 (2)	0,041 (3)
O(6)	0,5479 (4)	0,7371 (3)	0,4187 (2)	0,054 (3)
C(7)	0,4442 (5)	0,7161 (3)	0,2700 (2)	0,041 (3)
C(8)	0,3170 (5)	0,6598 (3)	0,1988 (2)	0,035 (3)
C(9)	0,3713 (5)	0,5465 (3)	0,2070 (2)	0,033 (3)
C(10)	0,3696 (5)	0,5000	0,2977 (2)	0,036 (3)
C(11)	0,2544 (6)	0,4862 (3)	0,1348 (2)	0,045 (3)
C(12)	0,2809 (6)	0,5224 (3)	0,0459 (2)	0,042 (3)
O(12)	0,1446 (5)	0,4636 (2)	-0,0098 (2)	0,064 (3)
C(13)	0,2326 (5)	0,6354 (3)	0,0379 (2)	0,035 (3)
C(14)	0,3641 (5)	0,6944 (3)	0,1089 (2)	0,035 (3)
C(15)	0,3030 (6)	0,8017 (3)	0,0830 (3)	0,049 (4)
C(16)	0,2775 (8)	0,8026 (4)	-0,0145 (3)	0,057 (4)
C(17)	0,2629 (5)	0,6922 (3)	-0,0441 (2)	0,039 (3)
C(18)	0,0935 (5)	0,6796 (4)	0,2076 (2)	0,048 (3)
C(19)	0,1523 (6)	0,4905 (4)	0,3223 (2)	0,049 (4)
C(20)	0,1083 (5)	0,6761 (3)	-0,1234 (2)	0,039 (3)
O(20)	0,1550 (4)	0,5763 (2)	-0,1508 (1)	0,044 (2)
C(21)	-0,1098 (6)	0,6833 (4)	-0,1040 (2)	0,058 (4)
C(22)	0,1512 (7)	0,7510 (3)	-0,1926 (2)	0,051 (4)
C(23)	0,0615 (7)	0,7191 (3)	-0,2813 (3)	0,054 (4)
C(24)	0,1443 (7)	0,6185 (4)	-0,3008 (2)	0,055 (4)
C(25)	0,0980 (7)	0,5390 (3)	-0,2365 (2)	0,053 (4)
C(26)	0,2316 (11)	0,4498 (4)	-0,2414 (3)	0,077 (6)
C(27)	-0,1215 (8)	0,5078 (4)	-0,2492 (3)	0,070 (5)
C(28)	0,4048 (7)	0,5211 (5)	0,5082 (3)	0,066 (5)
C(29)	0,7599 (7)	0,5714 (4)	0,4988 (3)	0,061 (4)
C(30)	0,5907 (5)	0,6850 (3)	0,0986 (2)	0,046 (3)
O(H)	0,0566 (7)	1,2836 (6)	0,5890 (5)	0,152 (10)

Diskussion. Die Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse (Tabelle 1, Fig. 2)* bestätigen frühere Strukturvorschläge (Tanaka *et al.*, 1964; Shibata, Tanaka, Sôma, Iida, Ando & Nakamura, 1965). Dies gilt insbesondere für die Stellung der Substituenten an den Atomen C(6) und C(12).

Die Bindungsabstände und -winkel im Dammaran-Grundgerüst zeigen keine auffälligen Abweichungen von bisher bekannten ähnlichen Verbindungen. Bemerkenswert ist eine intramolekulare Wasserstoffbrücke zwischen den Atomen O(12) und O(20), die sich nicht nur durch den kurzen O...O-Abstand (Tabelle 2) und durch spektroskopische Messungen (Shibata, Fujita, Itokowa, Tanaka & Ishii, 1962; Shibata, Tanaka, Nagai & Ishii, 1962) nachweisen lässt, sondern auch durch ein sich deutlich vom Untergrund abhebendes Elektronendichtemaximum des Wasserstoffatoms in der Differenzfourier-Synthese. Die

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å) und -winkel (°) bei Wasserstoffbrücken

	Panaxadiol	Panaxatriol-Monohydrat
Intramolekular		
O(12)...O(20)	2,671 (2)	2,707 (4)
O(12)-H(12)	0,87 (3)	1,26 (9)
H(12)...O(20)	1,82 (3)	1,53 (3)
O(12)-H(12)...O(20)	164 (2)	153 (1)
C(12)-O(12)-H(12)	108 (1)	111 (1)
Intermolekular		
O(3)...O(6')	2,920 (3)	2,673 (5)
O(3)-H(3)	0,85 (2)	0,86 (2)
H(3)...O(6')	2,08 (2)	1,90 (3)
O(3)-H(3)...O(6')	168 (2)	148 (2)
C(3)-O(3)-H(3)	112 (2)	111 (2)
O(w)...O(3)		2,678 (6)
O(w)-H(w)		1,09 (2)
H(w)...O(3)		1,61 (2)
O(w)-H(w)...O(3)		165 (3)
O(6'')...O(w)		2,732 (6)
O(6'')-H(6'')		1,32 (2)
H(6'')...O(w)		1,42 (2)
O(6'')-H(6'')...O(w)		175 (3)
C(6'')-O(6'')-H(6'')		124 (1)

* Listen der Atomkoordinaten (einschl. der Wasserstoffatome), der Temperaturkoeffizienten, der Bindungsabstände und -winkel sowie der Strukturformeln, ferner Stereoplots der Molekülanordnungen in den Kristallen (Wasserstoffbrückenbindungen) sind bei der British Library Lending Division als Supplementary Publication No. SUP 42662 (53 pp.) hinterlegt worden. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Bildung des Tetrahydropyranringes, die offenbar erst bei der Darstellung des Sapogenins aus dem offenkettigen Saponin erfolgt (Tanaka *et al.*, 1964), wird wahrscheinlich durch die Ausbildung dieser Wasserstoffbrücke begünstigt. Das Panaxosid-Progenin I Acetat (Iljin, Dzizenko, Elyakov, Tarnopolsky & Safina, 1978) lässt sich demnach als offenkettige Vorstufe des Panaxatriols auffassen; da die Konfigurationen am Atom C(20) für die beiden Verbindungen zueinander invers sind, tritt offenbar bei der Bildung des Tetrahydropyranringes eine Konfigurationsumkehr auf.

Die Hydroxylgruppen an O(3) bilden intermolekulare Wasserstoffbrücken zu Sauerstoffatomen benachbarter Moleküle [O(12) bei (I), O(6) bei (II), Tabelle 2] aus, wodurch Ketten entstehen, die sich beim Panaxadiol schraubenartig entlang [010] durch den Kristall ziehen. Im Falle des Panaxatriols stehen die den Tetrahydropyranring enthaltenden Molekülhälften, die also keine verknüpfenden Sauerstoffatome tragen, alternierend nach beiden Seiten (in Richtung der *c*-Achse) von den Ketten ab. Diese liegen hier ebenfalls in [010]-Richtung im Kristall; sie sind jedoch zusätzlich durch weitere Wasserstoffbrücken über die eingelagerten Kristallwasser-Moleküle [O(w), H(w), Tabelle 2] zu Blöcken verknüpft und zwar in [100]-Richtung.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit.

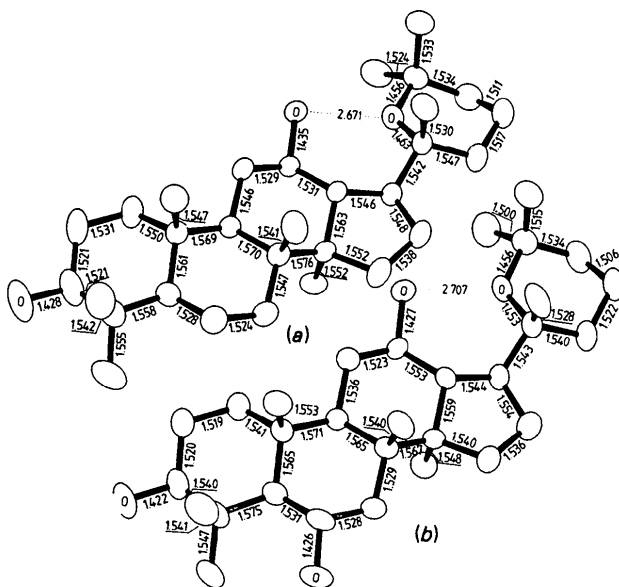


Fig. 2. Molekülzeichnungen mit Schwingungsellipsoiden (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit) und Bindungsabständen (Å). (a) Panaxadiol (Standardabweichung 0,003 Å). (b) Panaxatriol (Standardabweichung 0,006 Å). Sauerstoffatome sind mit 'O' gekennzeichnet.

Ferner danken wir Herrn G. Germain für die freundliche Überslassung der Programme *MULTAN80* und *YZARC80*.

Literatur

- ALLARD, S. & OURISSON, G. (1957). *Tetrahedron*, **1**, 277–283.
- DECLERCQ, J.-P., GERMAIN, G., WRIGHT, H. & WOOLFSON, M. M. (1980). *YZARC80. A Random Approach to Crystal Structure Determination*. Univs. Louvain, Belgien, und York, England.
- ELYAKOV, G. B., DZIZENKO, A. K. & ELKIN, Y. N. (1966). *Tetrahedron Lett.* S. 141–144.
- ELYAKOV, G. B., STRIGINA, L. I., UVAROVA, N. I., VASKOVSKY, V. E., DZIZENKO, A. K. & KOCHETKOV, N. K. (1964). *Tetrahedron Lett.* S. 3591–3597.
- ILJIN, S. G., DZIZENKO, A. K., ELYAKOV, G. B., TARNOPOLSKY, L. & SAFINA, Z. S. (1978). *Tetrahedron Lett.* S. 593–594.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Bd. IV, S. 55, 99, 149. Birmingham: Kynoch Press. (Gegenwärtiger Verteiler D. Reidel, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- 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. York, England, und Louvain, Belgien.
- NAGAI, M., TANAKA, O. & SHIBATA, S. (1966). *Tetrahedron Lett.* S. 4797–4801.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programm zur Kristallstrukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.
- SHIBATA, S., FUJITA, M., ITOKOWA, H., TANAKA, O. & ISHII, T. (1962). *Tetrahedron Lett.* S. 419–422.
- SHIBATA, S., TANAKA, O., NAGAI, M. & ISHII, T. (1962). *Tetrahedron Lett.* S. 1239–1242.
- SHIBATA, S., TANAKA, O., SADO, M. & TSUSHIMA, S. (1963). *Tetrahedron Lett.* S. 795–800.
- SHIBATA, S., TANAKA, O., SÔMA, K., IIDA, Y., ANDO, T. & NAKAMURA, H. (1965). *Tetrahedron Lett.* S. 207–213.
- TANAKA, O., NAGAI, M. & SHIBATA, S. (1964). *Tetrahedron Lett.* S. 2291–2297.
- WEI, J., CHANG, L., WANG, J., CHEN, W., FRIEDRICHS, E., PUFF, H. & BREITMAIER, E. (1984). *Planta Med.* **32**, 47–52.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 579–581

Structure of *N*-Decyl-D-ribonamide

BY B. TINANT, J. P. DECLERCQ AND M. VAN MEERSSCHE

Laboratoire de Chimie Physique et de Cristallographie, Université Catholique de Louvain, 1 place Louis Pasteur, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgium

(Received 28 October 1985; accepted 12 November 1985)

Abstract. $C_{15}H_{31}NO_5$, $M_r = 305.42$, triclinic, $P1$, $a = 4.825$ (1), $b = 5.452$ (2), $c = 16.100$ (5) Å, $\alpha = 87.08$ (3), $\beta = 93.10$ (2), $\gamma = 96.10$ (2)°, $V = 420.1$ (2) Å³, $Z = 1$, $D_x = 1.21$ g cm⁻³, $Mo K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 0.96$ cm⁻¹, $F(000) = 168$, $T = 291$ K, $R = 0.034$ for 1038 observed reflections. Because of strong cohesion by hydrogen bonds the molecules are arranged in monolayers. The D-ribose moiety adopts a conformation very similar to that found in other compounds. The decyl chain is in an extended all-*trans* conformation.

Introduction. Neat *N*-decylribonamide has been shown recently (Baeyens-Volant, Cuvelier, Fornasier, Szalai & David, 1985) to form a lamellar mesomorphic phase between 372 and 424 K. This phase has been identified with the polarizing microscope by examination of the textures formed in the liquid-crystalline phase. X-ray investigation of the mesogenic crystal can afford valuable information about the spatial arrangement of the molecules in the mesomorphic state. Indeed, it seems (Doucet, 1979) that smectogenic crystals have a structure characterized by layers and that in nematogenic crystals all the molecular long axes are

approximately parallel. The transition to the mesophase thus probably mainly involves loss of the lateral order of the molecules. In the present case, extensive reorganization of the positional order of the molecules is not probable on passing from the crystal to the viscous lamellar phase. Furthermore, X-ray investigation of the ordered mesomorphic phase gives only information at the molecular level whereas the atomic parameters are obtained by studying the monocystal.

Experimental. Crystals obtained by evaporation from tetrahydrofuran. Parallelepiped crystal with dimensions $0.25 \times 0.18 \times 0.07$ mm. Lattice parameters refined using 15 reflections in the range $5 \leq 2\theta \leq 20^\circ$. Syntex $P2_1$, graphite-monochromatized $Mo K\alpha$ radiation. $1247 h, \pm k, \pm l$ independent reflections with $\sin\theta/\lambda < 0.561$ Å⁻¹, $0 \leq h \leq 5$, $-6 \leq k \leq 6$, $-17 \leq l \leq 18$, 1038 with $I \geq 2.5(I)$. Standard reflection (01 $\bar{3}$) checked every 50 reflections: no significant deviation. Structure solved by *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) and *DIRDIF81* (Beurskens, Bosman, Doesburg, Gould, van den Hark, Prick, Noordik, Beurskens & Parthasarathi, 1981). H