

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*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.

MARKHAM, K. R., VILAIN, C., WOLLENWEBER, E., DIETZ, V. H. & SCHILLING, G. (1985). *Z. Naturforsch. Teil C*, **40**, 317–320.

NEWTON, M. D., JEFFREY, G. A. & TAKAGI, S. (1979). *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 1997–2002.

NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst. A* **24**, 351–359.

SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.

VILAIN, C., HUBERT, A. J., DUPONT, L., MARKHAM, K. R. & WOLLENWEBER, E. (1987). A paraître.

WOLLENWEBER, E., DIETZ, V. H., SCHILLING, G., FAVRE-BONVIN, J. & SMITH, D. M. (1985). *Phytochemistry*, **24**, 965–971.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 725–728

## Structure du Dicéoptène- $\epsilon$

PAR M. SBIT, L. DUPONT ET O. DIDEBERG

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège au Sart Tilman, B – 4000 Liège, Belgique

ET C. VILAIN

Département de Chimie, Institut de Chimie B6, Université de Liège au Sart Tilman, B – 4000 Liège, Belgique

(Reçu le 8 juillet 1986, accepté le 17 novembre 1986)

**Abstract.** 3,3'-Dihydroxy-5,5'-dimethoxy-6,6,6',6'-tetramethyl-2,2'-(2,4-diphenyl-1,3-cyclobutylenedi-carbonyl)di-2,4-cyclohexadien-1-one,  $C_{36}H_{36}O_8$ ,  $M_r = 596.68$ , m.p. = 512–513 K, monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 10.9435$  (6),  $b = 23.2859$  (9),  $c = 13.5727$  (7) Å,  $\beta = 113.22$  (5)°,  $V = 3178.5$  (6) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.246$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 6.34$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1264$ ,  $T = 290$  K, final  $R = 0.084$  for 3295 observed reflections. The structure was solved by direct methods. Successive pairs of substituents on the cyclobutane ring are all *trans* defining an  $\epsilon$  configuration characterized by a pseudo-twofold rotation symmetry. There are two intramolecular hydrogen bonds with O...O distances equal to 2.43 and 2.41 Å. Cohesion of the crystals is the result of van der Waals interactions alone.

**Introduction.** Le traitement chimique du céroptène a permis d'isoler plusieurs produits dont le constituant majoritaire est le dicéoptène- $\alpha$  (Vilain, Hubert, Dupont, Markham & Wollenweber, 1986) identique à la substance naturelle incorrectement formulée 'isocéoptène' (Markham, Vilain, Wollenweber, Dietz & Schilling, 1985). La structure du dicéoptène- $\alpha$  a été établie par radiocristallographie (Sbit, Dupont, Dideberg & Vilain, 1987). Un des produits mineurs résultant de cette conversion photochimique fournit également des cristaux convenables pour une étude par diffraction des rayons X. La structure obtenue montre qu'il s'agit d'un dimère stéréoisomère du dicéoptène- $\alpha$ , également formé tête-bêche par cycloaddition (2 + 2) photo-

chimique du céroptène et que nous proposons d'appeler dicéoptène- $\epsilon$  (Fig. 1); le suffixe - $\epsilon$  indique la stéréochimie particulière du cycle carré de la structure selon la nomenclature de Hallas (1965).

**Partie expérimentale.** Cristallisé dans un mélange méthanol-chloroforme. Cristal incolore: 0,5 × 0,6 × 0,3 mm. Paramètres de la maille déterminés à partir de 15 réflexions ( $35,8 \leq \theta \leq 41,5^\circ$ ). Diffractomètre Siemens, 4233 réflexions mesurées,  $\theta \leq 55^\circ$ , Cu  $K\alpha$ , monochromatisée au graphite, balayage  $\omega$ , 3988

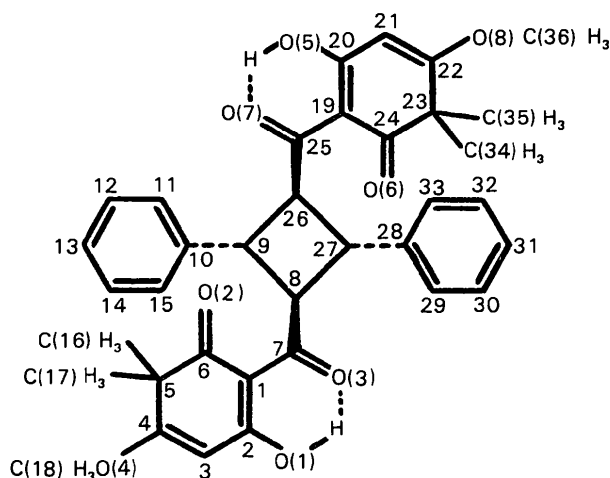


Fig. 1. Le dicéoptène- $\epsilon$  avec la numérotation des atomes utilisée dans l'étude structurale.

réflexions indépendantes,  $-11 \leq h \leq 11$ ,  $0 \leq k \leq 24$ ,  $0 \leq l \leq 14$ ,  $R_{\text{int}} = 4,3\%$ . Réflexions de référence:  $4794 \leq F_o(372) \leq 4893$ ,  $1984 \leq F_o(482) \leq 2066$ . Corrections d'absorption par la méthode empirique de North, Phillips & Mathews (1968): coefficients de transmission compris entre 0,679 et 0,745. Structure déterminée avec le programme *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Affinement basé sur  $F$  (matrice entière des équations normales) avec *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de *SHELX*. Facteurs de température anisotropes affinés pour les atomes non-hydrogène; atomes H placés suivant des paramètres géométriques standard, exceptés H[O(1)] et H[O(5)] obtenus par Fourier-différence. Facteur  $B$  global affiné pour les H = 8,7 (3) Å<sup>2</sup> sauf celui des méthyles, considérés comme des groupes rigides pour lesquels il vaut 14,3 (6) Å<sup>2</sup>. Facteur  $R$  final = 0,084 pour 3295 réflexions considérées comme observées [ $I > 2,5\sigma(I)$ ]; \*  $wR = 0,116$  avec  $w = 1/[\sigma^2(F_o) + 0,005412F_o^2]$ . Ces valeurs relativement élevées des facteurs  $R$  résultent probablement de la qualité assez médiocre des cristaux.  $\Delta/\sigma < 0,7$ . Limites des hauteurs de pic dans le Fourier-différence final:  $-0,3$  et  $0,7$  e Å<sup>-3</sup>.

**Discussion.** Le Tableau 1 donne les coordonnées des atomes non-hydrogène. La molécule (Fig. 2) présente une pseudo-symétrie de rotation d'ordre 2; le pseudo-axe passe par le centre du cyclobutane et est perpendiculaire à son plan moyen ( $P1$ ). Les distances et les angles des liaisons (Tableau 2) sont conformes aux valeurs attendues excepté dans le benzène C(28) à C(33) où ils s'éloignent parfois très significativement de leur valeur idéale: ceci traduit l'existence d'un désordre à ce niveau, confirmé par les valeurs élevées des facteurs de température  $B_{\text{eq}}$  des atomes impliqués. Les autres distances et angles de la moitié  $A$  de la molécule [atomes C(1) à C(18)] et ceux de la partie  $B$  [C(19) à C(36)] ne s'écartent pas significativement de leurs valeurs moyennes respectives. La déviation la plus importante est celle entre  $d[C(8)-C(27)]$  et  $d[C(9)-C(26)]$  à la jonction entre  $A$  et  $B$ :  $\Delta = 0,033$  (6) Å. La comparaison entre les moyennes des distances équivalentes de  $A$  et  $B$ , et les valeurs correspondantes dans le dicéoptène-α ( $DC\alpha$ ) fait apparaître un allongement significatif de C(1)-C(6) [moyenne  $A-B$ : 1,471 (6);  $DC\alpha$ : 1,443 (3) Å] qui se situe dans le domaine d'une liaison C( $sp^2$ )-C( $sp^2$ ) pure: 1,47-1,48 Å (Lide, 1962). Le raccourcissement de

Tableau 1. Coordonnées fractionnaires ( $\times 10^4$ ) et les  $B_{\text{eq}}$  des atomes non-hydrogène, avec les écarts-type

$B_{\text{eq}} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$  où  $a_i$  est la constante de la maille directe.

|       | x          | y        | z        | $B_{\text{eq}}$ (Å <sup>2</sup> ) |
|-------|------------|----------|----------|-----------------------------------|
| C(1)  | 16658 (4)  | 1862 (2) | 5811 (3) | 4,6 (2)                           |
| C(2)  | 17201 (4)  | 1859 (2) | 5038 (3) | 4,6 (2)                           |
| C(3)  | 18129 (5)  | 2282 (2) | 4987 (4) | 6,0 (2)                           |
| C(4)  | 18502 (5)  | 2708 (2) | 5703 (4) | 6,1 (2)                           |
| C(5)  | 18057 (5)  | 2766 (2) | 6617 (4) | 6,6 (2)                           |
| C(6)  | 17193 (5)  | 2278 (2) | 6703 (4) | 5,8 (2)                           |
| C(7)  | 15627 (4)  | 1457 (2) | 5711 (3) | 5,1 (2)                           |
| C(8)  | 14810 (4)  | 1476 (2) | 6367 (3) | 4,8 (2)                           |
| C(9)  | 14006 (4)  | 943 (2)  | 6413 (3) | 4,5 (2)                           |
| C(10) | 14544 (4)  | 529 (2)  | 7324 (3) | 4,4 (2)                           |
| C(11) | 15658 (5)  | 646 (2)  | 8234 (4) | 6,3 (2)                           |
| C(12) | 16175 (6)  | 247 (2)  | 9056 (4) | 7,4 (2)                           |
| C(13) | 15546 (5)  | -279 (2) | 8986 (4) | 6,6 (2)                           |
| C(14) | 14405 (5)  | -401 (2) | 8066 (4) | 6,4 (2)                           |
| C(15) | 13934 (4)  | -5 (2)   | 7269 (4) | 5,9 (2)                           |
| C(16) | 17196 (10) | 3311 (3) | 6428 (8) | 12,2 (5)                          |
| C(17) | 19248 (9)  | 2807 (4) | 7645 (5) | 13,0 (4)                          |
| C(18) | 19752 (7)  | 3175 (3) | 4837 (6) | 9,2 (3)                           |
| O(1)  | 16874 (3)  | 1474 (1) | 4291 (3) | 5,9 (2)                           |
| O(2)  | 16980 (4)  | 2240 (2) | 7514 (3) | 8,7 (2)                           |
| O(3)  | 15333 (3)  | 1065 (1) | 4992 (3) | 6,2 (2)                           |
| O(4)  | 19309 (4)  | 3151 (2) | 5702 (3) | 8,0 (2)                           |
| C(19) | 10584 (4)  | 942 (2)  | 6137 (3) | 4,7 (2)                           |
| C(20) | 9453 (4)   | 635 (2)  | 5470 (4) | 5,1 (2)                           |
| C(21) | 8561 (4)   | 355 (2)  | 5855 (4) | 5,6 (2)                           |
| C(22) | 8829 (4)   | 356 (2)  | 6919 (4) | 5,6 (2)                           |
| C(23) | 9971 (5)   | 669 (2)  | 7724 (4) | 5,6 (2)                           |
| C(24) | 10757 (5)  | 1027 (2) | 7251 (4) | 5,7 (2)                           |
| C(25) | 11476 (4)  | 1143 (2) | 5692 (3) | 4,7 (2)                           |
| C(26) | 12859 (4)  | 1363 (2) | 6340 (3) | 4,8 (2)                           |
| C(27) | 13436 (4)  | 1814 (2) | 5835 (3) | 5,1 (2)                           |
| C(28) | 13385 (5)  | 2436 (2) | 6069 (4) | 5,7 (2)                           |
| C(29) | 13102 (11) | 2631 (3) | 6936 (6) | 10,5 (4)                          |
| C(30) | 13113 (12) | 3226 (3) | 7176 (7) | 13,0 (5)                          |
| C(31) | 13385 (8)  | 3604 (3) | 6525 (7) | 10,0 (4)                          |
| C(32) | 13446 (7)  | 3429 (3) | 5623 (7) | 9,3 (4)                           |
| C(33) | 13432 (7)  | 2839 (2) | 5372 (5) | 8,1 (3)                           |
| C(34) | 10959 (7)  | 211 (3)  | 8415 (7) | 10,8 (3)                          |
| C(35) | 9494 (7)   | 1043 (3) | 8411 (5) | 8,9 (3)                           |
| C(36) | 7011 (6)   | -268 (3) | 6678 (5) | 7,8 (3)                           |
| O(5)  | 9167 (3)   | 580 (2)  | 4451 (2) | 5,9 (2)                           |
| O(6)  | 11488 (5)  | 1408 (2) | 7814 (3) | 9,9 (2)                           |
| O(7)  | 11180 (3)  | 1093 (1) | 4686 (2) | 6,1 (2)                           |
| O(8)  | 8087 (4)   | 81 (2)   | 7352 (3) | 7,1 (2)                           |

C(6)-C(5) [moyenne  $A-B$ : 1,511 (7);  $DC\alpha$ : 1,539 (3) Å] est également significatif. Dans une moindre mesure, on observe, toujours par rapport à  $DC\alpha$ , une diminution du caractère de double liaison de C(3)=C(4) et O(3)=C(7), un raccourcissement de O(1)-C(2) et C(1)-C(7), et un allongement de O(4)-C(4). Ces observations sont valables également pour les liaisons équivalentes dans la partie  $B$ . Les distances O(1)...O(3) = 2,433 (6) Å et O(5)...O(7) = 2,413 (6) Å des liaisons hydrogène intramoléculaires sont plus courtes que dans  $DC\alpha$  [ $d(O...O) = 2,445$  (2) Å], et les H atomes concernés ne participent pas, comme dans ce dernier, à une liaison bifurquée incluant un troisième atome O.

Il y a donc, par rapport à  $DC\alpha$ , une modification de la répartition des charges électroniques qui se manifeste également au niveau de la conformation du cycle C(1)-C(6). Celui-ci (plan moyen  $P2$ ) ainsi que son équivalent [C(19)C(20)...C(24): plan  $P3$ ] sont moins aplatis; les angles de torsion internes valent respectivement: C(6)-C(1)-C(2)-C(3):  $-7,8$  (5) [ $B$ :  $-6,9$  (5)],

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes H ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43606: 7 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.

C(1)–C(2)–C(3)–C(4):  $-0,6$  (5) [*B*:  $-3,2$  (5)], C(2)–C(3)–C(4)–C(5):  $3,0$  (6) [*B*:  $4,1$  (6)], C(3)–C(4)–C(5)–C(6):  $3,1$  (6) [*B*:  $4,6$  (5)], C(4)–C(5)–C(6)–C(1):  $-11,3$  (5) [*B*:  $14,7$  (5)] et C(5)–C(6)–C(1)–C(2):  $13,8$  (5) $^\circ$  [*B*:  $15,9$  (5) $^\circ$ ]. Les paramètres de Cremer & Pople (1975) calculés avec le programme PUCK2 (Luger & Bülow, 1983) valent respectivement  $Q = 0,110$  (5) (moitié *A*) et  $0,136$  (5) Å (*B*),  $\theta = 61$  (3) (*A*) et  $65$  (3) $^\circ$  (*B*),  $\varphi = 313$  (3) (*A*) et  $304$  (3) $^\circ$  (*B*). La conformation type la plus proche est l'enveloppe ou demi-bateau, définie par  $0 < \theta < 90^\circ$  et  $\varphi = 300^\circ$ . Les quatre atomes du cyclobutane sont significativement hors de leur plan moyen *P1* avec les déviations suivantes: C(8):  $-0,151$  (5), C(9):  $0,141$  (5), C(26):  $-0,152$  (5) et C(27):  $0,158$  (5) Å. Les valeurs des angles de torsion caractérisant les positions relatives des substituants sur le cyclobutane sont:  $97,0$  (5) [C(7)–C(8)–C(9)–C(10): configuration *trans*],  $-92,1$  (4) [C(10)–C(9)–C(26)–C(25): *trans*],  $97,4$  (4) [C(25)–C(26)–C(27)–C(28): *trans*] et  $-92,1$  (4) $^\circ$  [C(28)–C(27)–C(8)–C(7): *trans*]. Elles définissent le stéréoisomère  $\epsilon$ . Suivant notamment Allen (1984), la géométrie du cycle butane peut être également définie par les quatre paramètres suivants: l'angle entre les normales aux plans C(8)C(9)C(27) et C(9)C(27)C(26) ( $\varphi$ ) qui vaut  $31,0$  (3) $^\circ$  [ou entre C(8)C(9)C(26) et C(8)C(26)C(27): même valeur de  $\varphi$ , dans les limites expérimentales], la valeur moyenne des quatre distances du cycle ( $d$ ),  $1,554$  (3) Å, celle des quatre angles ( $\theta$ ),  $87,9$  (2) $^\circ$ , et enfin la moyenne des deux distances C...C trans-annulaires ( $D$ ),  $2,153$  (3) Å. Dans DC $\alpha$  où le cyclobutane est plan par symétrie ( $\varphi = 0^\circ$ ), on observe  $d = 1,565$  (2) Å,  $\theta = 90,0$  (1) $^\circ$  et  $D = 2,213$  (2) Å. Les valeurs de tous ces paramètres et leur variation lorsqu'on passe d'un plan à un cycle déformé, sont conformes aux conclusions de Allen (1984) sur base de l'examen de 202 dérivés. On trouve les angles suivants entre les normales de quelques plans moyens: *P1*–*P4* [C(1)C(7)C(8)O(3)] =  $66,0$  (2) $^\circ$  et son équivalent dans la moitié *B* =  $77,4$  (2) $^\circ$ , *P1*–*P5* [C(10)C(11)...C(15)]

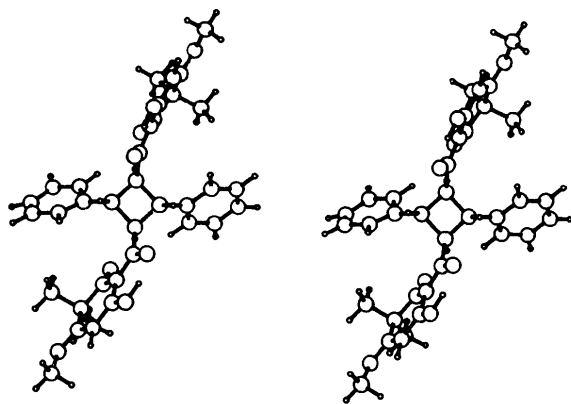


Fig. 2. Vue stéréographique du dicéropène- $\epsilon$ .

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles des liaisons ( $^\circ$ ) avec les écarts-type

|                   |            |                   |            |
|-------------------|------------|-------------------|------------|
| C(2)–C(1)         | 1,396 (6)  | C(20)–C(19)       | 1,407 (6)  |
| C(6)–C(1)         | 1,480 (6)  | C(24)–C(19)       | 1,461 (6)  |
| C(7)–C(1)         | 1,435 (6)  | C(25)–C(19)       | 1,415 (6)  |
| C(3)–C(2)         | 1,434 (6)  | C(21)–C(20)       | 1,433 (7)  |
| O(1)–C(2)         | 1,293 (5)  | O(5)–C(20)        | 1,298 (5)  |
| C(4)–C(3)         | 1,335 (7)  | C(22)–C(21)       | 1,356 (7)  |
| C(5)–C(4)         | 1,507 (7)  | C(23)–C(22)       | 1,486 (6)  |
| O(4)–C(4)         | 1,360 (6)  | O(8)–C(22)        | 1,338 (6)  |
| C(6)–C(5)         | 1,511 (7)  | C(24)–C(23)       | 1,512 (7)  |
| C(16)–C(5)        | 1,541 (10) | C(34)–C(23)       | 1,545 (8)  |
| C(17)–C(5)        | 1,490 (9)  | C(35)–C(23)       | 1,512 (7)  |
| O(2)–C(6)         | 1,215 (6)  | O(6)–C(24)        | 1,235 (6)  |
| C(8)–C(7)         | 1,491 (6)  | C(26)–C(25)       | 1,509 (6)  |
| O(3)–C(7)         | 1,280 (5)  | O(7)–C(25)        | 1,279 (5)  |
| C(9)–C(8)         | 1,535 (5)  | C(27)–C(26)       | 1,521 (6)  |
| C(27)–C(8)        | 1,596 (6)  | C(9)–C(26)        | 1,563 (6)  |
| C(10)–C(9)        | 1,494 (6)  | C(28)–C(27)       | 1,488 (6)  |
| C(11)–C(10)       | 1,378 (6)  | C(29)–C(28)       | 1,405 (8)  |
| C(15)–C(10)       | 1,399 (6)  | C(33)–C(28)       | 1,346 (6)  |
| C(12)–C(11)       | 1,391 (7)  | C(30)–C(29)       | 1,422 (9)  |
| C(13)–C(12)       | 1,389 (7)  | C(31)–C(30)       | 1,360 (10) |
| C(14)–C(13)       | 1,404 (7)  | C(32)–C(31)       | 1,317 (9)  |
| C(15)–C(14)       | 1,359 (7)  | C(33)–C(32)       | 1,415 (8)  |
| O(4)–C(18)        | 1,436 (7)  | O(8)–O(36)        | 1,427 (6)  |
| C(6)–C(1)–C(2)    | 118,0 (4)  | C(24)–C(19)–C(20) | 117,2 (4)  |
| C(7)–C(1)–C(2)    | 118,6 (4)  | C(25)–C(19)–C(20) | 118,2 (4)  |
| C(7)–C(1)–C(6)    | 123,4 (4)  | C(25)–C(19)–C(24) | 124,6 (4)  |
| C(3)–C(2)–C(1)    | 123,5 (4)  | C(21)–C(20)–C(19) | 123,4 (4)  |
| O(1)–C(2)–C(1)    | 121,6 (4)  | O(5)–C(20)–C(19)  | 121,1 (4)  |
| O(1)–C(2)–C(3)    | 114,9 (4)  | O(5)–C(20)–C(21)  | 115,5 (4)  |
| C(4)–C(3)–C(2)    | 119,6 (4)  | C(22)–C(21)–C(20) | 119,7 (4)  |
| C(5)–C(4)–C(3)    | 124,1 (4)  | C(23)–C(22)–C(21) | 123,4 (4)  |
| O(4)–C(4)–C(3)    | 125,2 (5)  | O(8)–C(22)–C(21)  | 123,6 (4)  |
| O(4)–C(4)–C(5)    | 110,7 (4)  | O(8)–C(22)–C(23)  | 113,0 (4)  |
| C(6)–C(5)–C(4)    | 114,3 (4)  | C(24)–C(23)–C(22) | 114,3 (4)  |
| C(16)–C(5)–C(4)   | 108,2 (5)  | C(34)–C(23)–C(22) | 107,1 (4)  |
| C(16)–C(5)–C(6)   | 105,7 (5)  | C(34)–C(23)–C(24) | 105,0 (4)  |
| C(17)–C(5)–C(4)   | 109,3 (5)  | C(35)–C(23)–C(22) | 110,0 (4)  |
| C(17)–C(5)–C(6)   | 108,6 (5)  | C(35)–C(23)–C(24) | 109,6 (4)  |
| C(17)–C(5)–C(16)  | 110,7 (7)  | C(35)–C(23)–C(34) | 110,7 (5)  |
| C(5)–C(6)–C(1)    | 119,1 (4)  | C(23)–C(24)–C(19) | 120,1 (4)  |
| O(2)–C(6)–C(1)    | 122,5 (4)  | O(6)–C(24)–C(19)  | 121,7 (4)  |
| O(2)–C(6)–C(5)    | 118,4 (4)  | O(6)–C(24)–C(23)  | 118,1 (4)  |
| C(8)–C(7)–C(1)    | 123,9 (4)  | C(26)–C(25)–C(19) | 124,4 (4)  |
| O(3)–C(7)–C(1)    | 119,5 (4)  | O(7)–C(25)–C(19)  | 119,9 (4)  |
| O(3)–C(7)–C(8)    | 116,5 (4)  | O(7)–C(25)–C(26)  | 115,3 (4)  |
| C(9)–C(8)–C(7)    | 119,3 (4)  | C(27)–C(26)–C(25) | 118,1 (3)  |
| C(27)–C(8)–C(7)   | 115,1 (2)  | C(25)–C(26)–C(9)  | 114,9 (3)  |
| C(27)–C(8)–C(9)   | 88,0 (3)   | C(27)–C(26)–C(9)  | 89,7 (3)   |
| C(10)–C(9)–C(8)   | 120,7 (3)  | C(28)–C(27)–C(26) | 121,3 (4)  |
| C(26)–C(9)–C(8)   | 87,2 (3)   | C(26)–C(27)–C(8)  | 86,5 (3)   |
| C(26)–C(9)–C(10)  | 120,1 (3)  | C(28)–C(27)–C(8)  | 119,5 (4)  |
| C(11)–C(10)–C(9)  | 122,2 (4)  | C(29)–C(28)–C(27) | 122,1 (4)  |
| C(15)–C(10)–C(9)  | 120,4 (3)  | C(33)–C(28)–C(27) | 120,8 (4)  |
| C(15)–C(10)–C(11) | 117,4 (4)  | C(33)–C(28)–C(29) | 116,5 (5)  |
| C(12)–C(11)–C(10) | 121,5 (5)  | C(30)–C(29)–C(28) | 121,4 (6)  |
| C(13)–C(12)–C(11) | 120,1 (5)  | C(31)–C(30)–C(29) | 117,8 (7)  |
| C(14)–C(13)–C(12) | 118,9 (4)  | C(32)–C(31)–C(30) | 120,6 (6)  |
| C(15)–C(14)–C(13) | 119,7 (4)  | C(33)–C(32)–C(31) | 121,5 (6)  |
| C(14)–C(15)–C(10) | 122,5 (4)  | C(32)–C(33)–C(28) | 119,8 (3)  |
| C(18)–O(4)–C(4)   | 117,3 (4)  | C(36)–O(8)–C(22)  | 118,8 (4)  |

=  $54,0$  (2) et  $64,6$  (2) $^\circ$  (*B*), *P2*–*P4* =  $11,5$  (2) et  $13,3$  (3) $^\circ$  (*B*). Il n'y a pas de liaison hydrogène intermoléculaire.

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour l'étude préliminaire et les mesures diffractométriques.

#### Références

- ALLEN, F. H. (1984). *Acta Cryst.* **B40**, 64–72.  
 CREMER, D. & POPLER, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.  
 HALLAS, G. (1965). Dans *Organic Stereochemistry*, p. 157. Londres: McGraw-Hill.

- LIDE, D. R. (1962). *Tetrahedron*, **17**, 125–134.  
 LUGER, P. & BÜLOW, R. (1983). *J. Appl. Cryst.* **16**, 431–432.  
 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.  
 MARKHAM, K. R., VILAIN, C., WOLLENWEBER, E., DIETZ, V. H. & SCHILLING, G. (1985). *Z. Naturforsch. Teil C*, **40**, 317–320.  
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. C. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.  
 SBIT, M., DUPONT, L., DIDEBERG, O. & VILAIN, C. (1987). *Acta Cryst.* **C43**. A publier.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.  
 VILAIN, C., HUBERT, A. J., DUPONT, L., MARKHAM, K. R. & WOLLENWEBER, E. (1986). En préparation.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 728–729

## Nicotinoylglycine, a Metabolic Product

BY S. KRISHNASWAMY AND VASANTHA PATTABHI\*

*Department of Crystallography and Biophysics,† University of Madras, Guindy Campus, Madras 600 025, India*

AND T. N. GURU ROW

*Physical Chemistry Division, National Chemical Laboratory, Pune 411 000, India*

(Received 25 March 1986; accepted 3 December 1986)

**Abstract.** Glycine-*N*-(3-pyridinylcarbonyl),  $C_8H_8N_2O_3$ ,  $M_r = 180.16$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 4.934$  (1),  $b = 8.052$  (1),  $c = 10.518$  (2) Å,  $\alpha = 101.11$  (1),  $\beta = 102.71$  (2),  $\gamma = 95.05$  (2)°,  $V = 396.3$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_m$ (floatation) = 1.49 (1),  $D_x = 1.510$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda$ (Mo  $K\alpha$ ) = 0.7107 Å,  $\mu = 0.075$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 188$ ,  $T = \sim 298$  K,  $R = 0.028$  for 777 observed reflections. The pyridine ring is not protonated and is planar. The peptide torsion  $\omega = -177.1$  (2)°. The packing of the molecules is stabilized by one O–H...N, one N–H...O and three C–H...O hydrogen bonds.

**Introduction.** Nicotinoylglycine is a metabolic product of the vitamin B complex component niacin. It is formed by the condensation of glycine with niacin. A wide variety of pharmacological properties have been associated with this compound. The primary amongst these is the lowering of serum cholesterol levels (Burger, 1970). The structure determination of this molecule forms part of a programme of work on metabolites and drugs.

**Experimental.** Sample from Sigma Chemicals Ltd, USA. Crystals from slow evaporation of an aqueous solution. Crystal size 0.15 × 0.10 × 0.50 mm. Unit-cell refinement using  $\theta$  values of 40 reflections with  $20 \leq \theta \leq 24^\circ$ . Data collected on an Enraf–Nonius

CAD-4 diffractometer,  $2\theta_{\max} = 48^\circ$ ,  $-5 \leq h \leq 5$ ,  $-8 \leq k \leq 7$ ,  $0 \leq l \leq 11$ . Three standard reflections monitored every 2000 s of radiation time showed no appreciable variation in intensity. Data corrected for Lorentz and polarization effects. No absorption correction. 777 reflections with  $F \geq 3\sigma(F)$  observed, out of 1244 reflections. Structure solved by direct methods using *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980), in the space group *P1* after repeated trials. Origin shifted to centre of symmetry before refinement. Full-matrix refinement on  $F$  with *SHELX76* (Sheldrick, 1976). H atoms located by difference synthesis. Refinement with H atoms isotropic and non-H atoms anisotropic.  $R = 0.028$ ,  $wR = 0.031$ ,  $S = 1.27$  for 150 parameters.  $w = [\sigma^2(F_o) + 0.0002F_o^2]^{-1}$ .  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.005$ , final difference map peak  $< 0.15$  e Å<sup>-3</sup>.  $R$  with unobserved reflections = 0.089. Atomic scattering factors those of *SHELX76* (Sheldrick, 1976).

**Discussion.** The coordinates and equivalent thermal factors of non-H atoms are listed in Table 1‡ and a view of the molecule is shown in Fig. 1. The average e.s.d.'s in bond lengths and bond angles are 0.002 Å and 0.2° respectively. The bond lengths and bond angles are

‡ Lists of anisotropic thermal factors for non-H atoms, coordinates and isotropic thermal factors of H atoms, and observed and calculated structure factors have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 43579 (8 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

\* To whom correspondence should be addressed.

† Contribution No. 696 from the Department of Crystallography and Biophysics, University of Madras, Guindy Campus, Madras 600 025, India.