

## References

- HAMOR, T. A. & MARTIN, I. L. (1983). In *Progress in Medicinal Chemistry*, Vol. 20, edited by G. P. ELLIS & G. B. WEST, pp. 157–223. Amsterdam: Elsevier.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- KEMMISH, H. J. & HAMOR, T. A. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 475–478.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- SHELDRIK, G. M. (1978). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SZMUSZKOWICZ, J. (1973). German patent No. 2,262,653: *Chem. Abstr.* (1973), Vol. 79, 92299m.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 453–456

## Fumarate de Bis{[(1*H*-benzimidazolyl-1)-3 méthyl-1 propyl][hydroxy-2 (hydroxy-4 méthoxy-3 phényl)-2 éthyl]ammonium} Hexahydrate

PAR P. TOFFOLI ET N. RODIER

*Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques,  
5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France*

R. CEOLIN

*Laboratoire de Chimie Physique, Faculté de Pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnelé, 37042 Tours CEDEX,  
France*

K. DAO DUONG

*Service des Recherches Analytiques, Laboratoires Roger Bellon, 159 Avenue A. Peretti,  
92200 Neuilly sur Seine, France*

ET M. JOANNIC

*Service de Chimie, Rhône-Poulenc Santé, 90 Rue Marcel Bourdarias, 94143 Alfortville CEDEX, France*

(Reçu le 23 mars 1989, accepté le 8 juin 1989)

**Abstract.**  $2C_{20}H_{26}N_3O_3^+ \cdot C_4H_2O_4^{2-} \cdot 6H_2O$ ,  $M_r = 935.05$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 7.7568$  (6),  $b = 11.515$  (1),  $c = 14.749$  (2) Å,  $\alpha = 108.604$  (9),  $\beta = 103.234$  (8),  $\gamma = 94.758$  (8)°,  $V = 1197.9$  (5) Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $D_x = 1.296$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 0.787$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 500$ ,  $T = 295$  (1) K,  $R = 0.037$  for 3409 independent reflections. The benzimidazolyl group and the phenyl ring are planar. Their dihedral angle is 83.8 (5)°. The chain linking them is almost planar. The fumarate anion presents  $\bar{1}$  symmetry. Its two halves are in different planes, separated by a distance of 0.27 Å. The cations form layers which spread out along the (011) planes. Numerous O—H...O, N—H...O and O—H...N hydrogen bonds are involved in the cohesion of the structure.

**Introduction.** L'imoxitérol, bronchodilatateur bêta-mimétique, est un mélange (70:30) des deux  $\alpha$ -{[(1*H*-benzimidazolyl-1)-3 méthyl-1 propyl]aminométhyl}hydroxy-4 méthoxy-3 benzéneméthanol racémiques. L'étude cristallographique du fumarate du constituant minoritaire a été entreprise dans le but de

connaître les configurations *R* ou *S* des deux atomes de carbone asymétriques présents dans sa molécule. Elle a eu aussi pour objectif de préciser la géométrie de cette dernière et, ainsi, de faciliter la recherche d'éventuelles relations entre la structure et l'activité pharmacologique.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique: 0,12 × 0,15 × 0,40 mm. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que:  $15,70 \leq \theta \leq 41,58^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,023 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,578$  Å<sup>-1</sup>.  $0 \leq h \leq 8$ ,  $-13 \leq k \leq 13$ ,  $-16 \leq l \leq 15$ . Quelques réflexions *hkl* dont il était impossible de mesurer les intensités, ont été remplacées par les réflexions équivalentes  $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ . Réflexions de contrôle:  $\bar{1}32$ ,  $25\bar{3}$  et  $4\bar{1}\bar{5}$ . Variations non significatives des intensités au cours des mesures.  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0020. 3866 réflexions indépendantes mesurées, 457 inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme *MULTAN*11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Affinement basé

sur les *F*. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* de tous les atomes et  $\beta_{ij}$  de C, N et O. *B* de chaque H pris égal à  $B_{\text{eq}}$  de l'atome auquel il est lié augmenté de 1 Å<sup>2</sup>.  $R = 0,037$ , \*  $wR = 0,059$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 2,57$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,07$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,23$  (4) e Å<sup>-3</sup>. Coefficient d'extinction secondaire isotrope:  $g = 4,1$  (5) × 10<sup>-6</sup>. Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Angles des plans moyens: *BEST-PLANE PROGRAM* (Ito & Sugawara, 1983). Fig. 1: programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Angles de torsion: *ORFFE* (Busing, Martin & Levy, 1971).

**Discussion.** Les coordonnées relatives des atomes de carbone, d'azote et d'oxygène sont rassemblées dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. L'unité asymétrique contient un demi-anion fumarate, un cation [1*H*-benzimidazolyl-1)-3 méthyl-1 propyl][hydroxy-2 (hydroxy-4-méthoxy-3 phényl)-2 éthyl]ammonium et trois molécules d'eau. Le cation se forme par transfert du proton de l'un des carboxyles de l'acide fumarique à l'atome d'azote du groupement aminométhyl. Les lettres utilisées pour nommer les cycles et les numéros attribués aux atomes du cation sont indiqués sur la Fig. 1.

L'ensemble des deux cycles *A* et *B* (groupement benzimidazolyl) et le cycle *C* sont pratiquement plans. Les distances des atomes qui les constituent à leurs plans moyens respectifs [plans *P(AB)* et *P(C)*] ne dépassent pas 0,010 (2) Å dans le premier cas et 0,005 (1) Å dans le second. L'angle dièdre *P(AB)P(C)* vaut 83,8 (5)°.

La chaîne qui unit N(3) (cycle *B*) à C(14) (cycle *C*) est aussi presque plane. Les distances de ses atomes à son plan moyen [plan *P(D)*] sont comprises entre 0,003 (1) et 0,151 (2) Å. Les valeurs des angles de torsion autour des liaisons qui relient C(8) à C(13) traduisent aussi cette quasi-planéité, car elles appartiennent à l'intervalle 166,6 (1)–177,8 (1)°. C(20) et O(21) sont situés de part et d'autre de *P(D)*, le premier à 1,303 (2) Å, le second à 0,702 (1) Å. Le plan du noyau benzimidazolyl est presque perpendiculaire au plan moyen de la chaîne, puisque le dièdre *P(AB)P(D)* mesure 82,1 (6)°. Ce fait paraît dû à l'encombrement de H(4) qui, grâce à la rotation du noyau *AB* autour de la liaison N(3)–C(8), s'éloigne des atomes d'hydrogène liés à C(8). L'angle

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des paramètres des atomes d'hydrogène, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens et des distances C–H, N–H et O–H ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52333: 26 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type*

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (abc\cos\gamma)\beta_{12} + (accos\beta)\beta_{13} + (bccos\alpha)\beta_{23}]$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}$ (Å <sup>2</sup> )
N(1)	0,8616 (2)	1,1460 (1)	0,08243 (9)	4,09 (3)
C(2)	0,8596 (2)	1,0348 (2)	0,0882 (1)	3,89 (3)
N(3)	0,7150 (2)	0,9935 (1)	0,11303 (8)	3,40 (3)
C(3a)	0,6124 (2)	1,0869 (1)	0,12528 (9)	3,28 (3)
C(4)	0,4502 (2)	1,0952 (2)	0,1494 (1)	4,28 (4)
C(5)	0,3853 (3)	1,2040 (2)	0,1538 (1)	5,18 (5)
C(6)	0,4773 (3)	1,2999 (2)	0,1364 (2)	5,51 (5)
C(7)	0,6370 (3)	1,2911 (2)	0,1119 (1)	4,66 (4)
C(7a)	0,7061 (2)	1,1818 (1)	0,1062 (1)	3,61 (3)
C(8)	0,6770 (2)	0,8747 (1)	0,1269 (1)	3,69 (3)
C(9)	0,7536 (2)	0,8862 (1)	0,2341 (1)	3,15 (3)
C(10)	0,7028 (2)	0,7685 (1)	0,2548 (1)	2,98 (3)
N(11)	0,8007 (2)	0,79242 (9)	0,36157 (7)	2,63 (2)
C(12)	0,7512 (2)	0,6983 (1)	0,4049 (1)	3,48 (3)
C(13)	0,8908 (2)	0,7202 (1)	0,5024 (1)	2,86 (3)
C(14)	0,8488 (2)	0,6319 (1)	0,55451 (9)	2,74 (3)
C(15)	0,7541 (2)	0,5114 (1)	0,50191 (9)	2,80 (3)
C(16)	0,7229 (2)	0,4307 (1)	0,55046 (9)	2,76 (3)
C(17)	0,7880 (2)	0,4689 (1)	0,6539 (1)	3,11 (3)
C(18)	0,8834 (2)	0,5875 (1)	0,7056 (1)	3,70 (3)
C(19)	0,9130 (2)	0,6686 (1)	0,6566 (1)	3,51 (3)
C(20)	0,7495 (3)	0,6538 (2)	0,1873 (1)	4,78 (4)
O(21)	0,9071 (2)	0,84488 (9)	0,56579 (7)	3,85 (2)
O(22)	0,7556 (2)	0,39190 (9)	0,70436 (7)	4,40 (3)
O(23)	0,6302 (2)	0,31177 (9)	0,50587 (7)	3,65 (2)
C(24)	0,5656 (3)	0,2659 (2)	0,4001 (1)	4,08 (4)
O(25)	0,1999 (1)	0,95534 (8)	0,53146 (7)	3,12 (2)
C(26)	0,2530 (2)	0,9176 (1)	0,45535 (9)	2,52 (3)
C(27)	0,4386 (2)	0,9682 (1)	0,4587 (1)	2,85 (3)
O(28)	0,1608 (1)	0,83672 (8)	0,37345 (7)	2,97 (2)
O(29)	0,9922 (2)	0,2964 (1)	0,98476 (9)	6,52 (4)
O(30)	0,7446 (3)	0,1495 (2)	0,8013 (1)	8,74 (5)
O(31)	0,7774 (3)	0,4717 (1)	0,9127 (1)	7,09 (4)

*P(C)P(D)* [14,1 (7)°] indique, par contre, que le plan du noyau phényle et celui de la chaîne ont des orientations relativement voisines.

Les distances C–C entre atomes voisins ont pour longueurs extrêmes 1,371 (3) et 1,399 (2) Å dans le cycle *A* [moyenne: 1,386 (4) Å], 1,379 (2) et 1,399 (2) Å dans le cycle *C* [moyenne: 1,387 (4) Å]. Les valeurs des angles valenciels endocycliques (Tableau 2) expriment un allongement du cycle *A* dans la direction C(4)–C(7). Cette déformation est due aux tensions existant dans le cycle *B*. Dans ce dernier, N(1)–C(2) [1,310 (2) Å] est une 'double' liaison dont les électrons  $\pi$  sont partiellement délocalisés sur C(2)–N(3) [1,352 (2) Å] en raison de leur conjugaison avec le doublet non partagé de N(3). Il en résulte, d'une part que N(1)–C(2) est un peu plus grande que les 'doubles' liaisons C=N présentes dans le bisantrène [1,273 (7) et 1,260 (4) Å] (Bates, Roberts, Siahaan, Gnanasambandan & Yalkowsky, 1986) et que la distance indiquée par Pauling (1960) entre les atomes de carbone et d'azote doublement liés (1,287 Å), d'autre part que C(2)–N(3) est comparable aux distances C–N rencontrées dans la pyridine (1,3402 Å) (Bak, Hansen-Nygaard & Rastrup-Andersen, 1958). Les longueurs de N(1)–C(7a) [1,390 (2) Å] et de N(3)–C(3a) [1,380 (2) Å] expriment la conjugaison des électrons  $\pi$  du noyau *A* avec les doublets libres de N(1) et de

Tableau 2. Distances interatomiques (Å), angles valenciels (°), angles des liaisons hydrogène (°) et écarts-type

Les longueurs et les angles des liaisons hydrogène sont signalés par un astérisque.

N(1)—C(2)	1,310 (2)	C(15)—C(16)	1,379 (2)
N(1)—C(7a)	1,390 (2)	C(16)—C(17)	1,399 (2)
C(2)—N(3)	1,353 (2)	C(16)—O(23)	1,367 (1)
N(3)—C(3a)	1,380 (2)	C(17)—C(18)	1,380 (2)
N(3)—C(8)	1,463 (2)	C(17)—O(22)	1,369 (2)
C(3a)—C(4)	1,387 (3)	C(18)—C(19)	1,385 (2)
C(3a)—C(7a)	1,399 (2)	O(23)—C(24)	1,427 (2)
C(4)—C(5)	1,376 (3)	O(25)—C(26)	1,244 (2)
C(5)—C(6)	1,388 (3)	C(26)—C(27)	1,491 (2)
C(6)—C(7)	1,371 (3)	C(26)—O(28)	1,271 (1)
C(7)—C(7a)	1,394 (3)	C(27)—C(27 <sup>i</sup> )	1,308 (2)
C(8)—C(9)	1,514 (2)	N(11)···O(25 <sup>i</sup> )	2,830 (1)*
C(9)—C(10)	1,523 (2)	N(11)···O(28 <sup>ii</sup> )	2,752 (2)*
C(10)—N(11)	1,508 (2)	O(21)···O(25 <sup>ii</sup> )	2,737 (2)*
C(10)—C(20)	1,507 (2)	O(22)···O(28 <sup>iii</sup> )	2,714 (1)*
N(11)—C(12)	1,489 (2)	O(29)···N(1 <sup>iv</sup> )	2,840 (2)*
C(12)—C(13)	1,521 (2)	O(29)···O(31 <sup>v</sup> )	2,829 (2)*
C(13)—C(14)	1,514 (2)	O(30)···O(28 <sup>vi</sup> )	2,884 (2)*
C(13)—O(21)	1,418 (2)	O(30)···O(29)	2,834 (2)*
C(14)—C(15)	1,396 (2)	O(31)···O(22)	2,873 (2)*
C(14)—C(19)	1,382 (2)	O(31)···O(29)	3,016 (3)*
C(2)—N(1)—C(7a)	104,3 (2)	C(13)—C(14)—C(19)	119,5 (1)
N(1)—C(2)—N(3)	114,1 (2)	C(15)—C(14)—C(19)	118,7 (1)
C(2)—N(3)—C(3a)	106,5 (1)	C(14)—C(15)—C(16)	121,0 (1)
C(2)—N(3)—C(8)	126,7 (1)	C(15)—C(16)—C(17)	119,9 (1)
C(3a)—N(3)—C(8)	126,7 (2)	C(15)—C(16)—O(23)	125,4 (1)
N(3)—C(3a)—C(4)	131,8 (2)	C(17)—C(16)—O(23)	114,7 (1)
N(3)—C(3a)—C(7a)	105,2 (1)	C(16)—C(17)—C(18)	119,0 (2)
C(4)—C(3a)—C(7a)	123,1 (2)	C(16)—C(17)—O(22)	121,2 (1)
C(3a)—C(4)—C(5)	115,6 (2)	C(18)—C(17)—O(22)	119,8 (1)
C(4)—C(5)—C(6)	122,2 (2)	C(17)—C(18)—C(19)	120,9 (1)
C(5)—C(6)—C(7)	122,0 (2)	C(14)—C(19)—C(18)	120,6 (1)
C(6)—C(7)—C(7a)	117,3 (2)	C(16)—O(23)—C(24)	117,4 (1)
N(1)—C(7a)—C(3a)	109,9 (1)	O(25)—C(26)—C(27)	118,91 (9)
N(1)—C(7a)—C(7)	130,3 (2)	O(25)—C(26)—O(28)	124,7 (1)
C(3a)—C(7a)—C(7)	119,8 (2)	C(27)—C(26)—O(28)	116,3 (1)
N(3)—C(8)—C(9)	111,1 (1)	N(11)—H(11)···O(25 <sup>i</sup> )	166 (2)*
C(8)—C(9)—C(10)	113,3 (1)	N(11)—H(11)···O(28 <sup>ii</sup> )	171 (1)*
C(9)—C(10)—N(11)	106,34 (9)	O(21)—H(21)···O(25 <sup>ii</sup> )	169 (2)*
C(9)—C(10)—C(20)	113,8 (1)	O(22)—H(22)···O(28 <sup>iii</sup> )	164 (2)*
N(11)—C(10)—C(20)	110,3 (1)	O(29)—H(29)···N(1 <sup>iv</sup> )	161 (2)*
C(10)—N(11)—C(12)	116,68 (9)	O(29)—H(29)···O(31 <sup>v</sup> )	168 (2)*
N(11)—C(12)—C(13)	109,3 (1)	O(30)—H(30)···O(29)	177 (3)*
C(12)—C(13)—C(14)	113,4 (1)	O(30)—H(30)···O(28 <sup>vi</sup> )	178 (2)*
C(12)—C(13)—O(21)	109,1 (1)	O(31)—H(31)···O(22)	171 (2)*
C(14)—C(13)—O(21)	110,0 (1)	O(31)—H(31)···O(29)	154 (2)*
C(13)—C(14)—C(19)	121,8 (1)		

Code de symétrie: (i)  $1-x, 2-y, 1-z$ ; (ii)  $1+x, y, z$ ; (iii)  $1-x, 1-y, 1-z$ ; (iv)  $x, -1+y, 1+z$ ; (v)  $2-x, 1-y, 2-z$ .

N(3). Les liaisons simples N—C et C—C formées par les atomes de la chaîne qui unit les cycles B et C peuvent être considérées comme normales. L'interaction des électrons  $\pi$  du noyau C avec les doublets libres de O(22) et de O(23) explique que C(16)—O(23) [1,367 (1) Å] et C(17)—O(22) [1,369 (2) Å] soient sensiblement plus courtes que C(13)—O(21) [1,418 (2) Å] et O(23)—C(24) [1,427 (2) Å]. Des liaisons C—O ayant pratiquement les mêmes longueurs que les premières ou que les secondes existent, par exemple, dans l'hydroxy-7 diméthoxy-2,8 phénanthrènequinone-1,4 (Bartsch, Schmalte, Jarchow, Hausen & Schulz, 1986) ou dans la *p,p'*-diméthoxy-benzophénone (Wyckoff, 1971).

Le milieu de C(27)—C(27<sup>i</sup>) est centre de symétrie pour l'ion fumarate. Le groupement O(25)—C(26)[O(28)]—C(27) est plan, car la somme des

angles formés par les liaisons issues de C(26) est égale à 360° aux incertitudes près. Toutefois, l'ion fumarate n'est pas plan. La distance des atomes de l'une des moitiés au plan moyen de l'autre moitié est d'environ 0,27 Å. C(27)—C(27<sup>i</sup>) [1,308 (2) Å] paraît un peu courte si on la compare à la liaison éthylénique présente dans l'hydrogénomaleate de potassium (1,348 Å) (Wyckoff, 1966). Par contre, C(26)—C(27) [1,491 (2) Å] est voisine de son homologue dans le même composé (1,498 Å). De même, les deux distances C—O du groupement carboxylique [1,244 (2) et 1,271 (2) Å] sont du même ordre que les longueurs moyennes calculées par Marsh & Donohue (1967) pour les mêmes distances dans les zwitterions formés par les acides aminés (1,252 et 1,253 Å).

Les atomes de carbone C(10) et C(13) ont un environnement asymétrique. Dans la molécule représentée par la Fig. 1, C(10) présente la configuration *R* et, compte tenu de la présence du groupement CH<sub>2</sub>—N sur le noyau benzénique, C(13) la configuration *S*. Dans la molécule déduite de la précédente

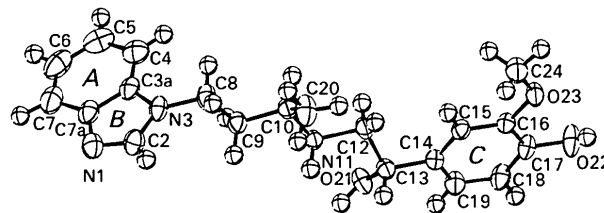


Fig. 1. Vue en perspective du cation [(1*H*-benzimidazolyl)-3 méthyl-1 propyl]hydroxy-2 (hydroxy-4 méthoxy-3 phényl)-2 éthyl]ammonium, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

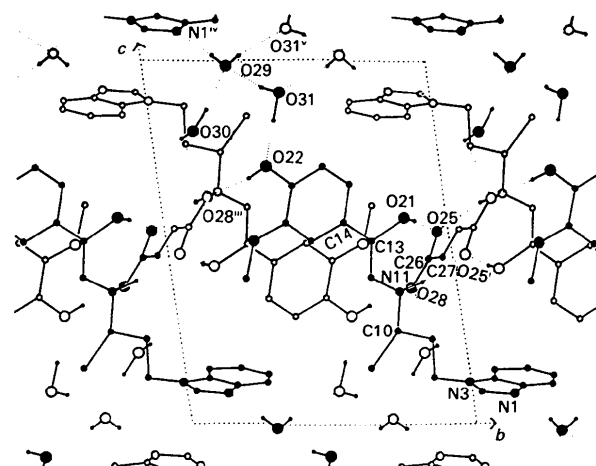


Fig. 2. Dessin de la structure vue parallèlement à l'axe *a*, numéros des atomes de l'ion fumarate et des atomes d'oxygène des molécules d'eau. Les traits en pointillé correspondent aux liaisons hydrogène. Seule N(11)—H(11)···O(28<sup>iii</sup>) n'a pu être représentée.

par centrosymétrie, les configurations des mêmes atomes sont donc respectivement *S* et *R*.

La Fig. 2 montre que les cations forment des couches qui se développent au voisinage des plans (011). Dans une même couche, près de l'axe [100], se trouvent deux noyaux benzimidazolyl qui se correspondent par un centre de symétrie. La distance entre leurs plans moyens est d'environ 3,47 Å, c'est-à-dire comparable à celle qui sépare deux couches consécutives d'atomes de carbone dans le graphite. En outre, un dessin représentant les deux noyaux, vus selon la normale à *P*(*AB*), permet de constater qu'ils se recouvrent partiellement, un atome d'azote de l'un d'eux se superposant au noyau benzénique de l'autre. Autrement dit, à l'état cristallisé, les cations tendent à former des dimères. Les distances les plus courtes entre les atomes des deux groupements benzimidazolyl sont C(3a)—C(3a<sup>vi</sup>) [3,529 (2) Å], N(3)—C(4<sup>vi</sup>) [3,557 (2) Å] et C(2)—C(4<sup>vi</sup>) [3,534 (2) Å] [(vi): 1—*x*, 2—*y*, —*z*]. De nombreuses liaisons hydrogène participent aussi à la cohésion de la structure (Fig. 2).

Ainsi, les cations sont associés aux anions par les liaisons N(11)—H(11)⋯O(25<sup>i</sup>), N(11)—H'(11)⋯O(28<sup>iii</sup>), O(21)—H(21)⋯O(25<sup>ii</sup>) et O(22)—H(22)⋯O(28<sup>iii</sup>). Entre les molécules d'eau s'établissent les liaisons O(29)—H(29)⋯O(31<sup>v</sup>), O(30)—H(30)⋯O(29) et O(31)—H(31)⋯O(29). Les molécules d'eau sont unies aux anions par O(30)—H'(30)⋯O(28<sup>iii</sup>) et aux cations par O(29)—H(29)⋯N(1<sup>iv</sup>) et par O(31)—H'(31)⋯O(22). Les longueurs et les angles de ces liaisons sont rapportés dans le Tableau 2. A une exception près, leurs longueurs sont comprises entre 2,714 (1) et 2,884 (2) Å et leurs angles entre 161 (2) et

178 (2)°. L'exception est constituée par O(31)—H(31)⋯O(29) [3,016 (3) Å, 154 (2)°].

#### Références

- BAK, B., HANSEN-NYGAARD, L. & RASTRUP-ANDERSEN, J. (1958). *J. Mol. Spectrosc.* **2**, 361–368.
- BARTSCH, H.-H., SCHMALLE, H. W., JARCHOW, O. H., HAUSEN, B. M. & SCHULZ, K. H. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 322–324.
- BATES, R. B., ROBERTS, S. A., SIAHAAN, T. J., GNANASAMBANDAN, T. & YALKOWSKY, S. H. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 186–188.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1971). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates Inc., College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, Tableaux 2.2B, p. 99 et 2.3.1, p. 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *BEST-PLANE PROGRAM*, 3<sup>e</sup> version (*BP7C*). The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. 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.
- MARSH, R. E. & DONOHUE, J. (1967). *Adv. Protein Chem.* **22**, 235–256.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, 3<sup>e</sup> éd., p. 228. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- WYCKOFF, R. W. G. (1966). *Crystal Structures*, Tome 5, p. 552. New York: Interscience.
- WYCKOFF, R. W. G. (1971). *Crystal Structures*, Tome 6, partie 2, p. 34. New York: Interscience.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 456–458

## Structure of *N*<sup>1</sup>,*N*<sup>1</sup>-(3-Oxapentamethylene)-*N*<sup>2</sup>-phenylacetamide

By E. CISZAK\*

*Institute of Chemistry, Pedagogical University, ul. Oleska 48, 45-052 Opole, Poland*

AND M. JASKÓLSKI AND Z. KOSTURKIEWICZ

*Department of Crystallography, A. Mickiewicz University, ul. Grunwaldzka 6, 60-780 Poznań, Poland*

(Received 24 February 1989; accepted 18 May 1989)

**Abstract.** *N*-(1-Morpholinoethylidene)aniline,  $C_{12}H_{16}N_2O$ ,  $M_r = 204.27$ , orthorhombic, *Pbca*,  $a = 9.970$  (1),  $b = 33.715$  (3),  $c = 6.687$  (1) Å,  $V = 2247.8$  (5) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_m = 1.20$ ,  $D_x = 1.21$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.54178$  Å,  $\mu = 5.43$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) =$

880, room temperature,  $R = 0.043$  for 1362 observed reflexions. The molecule has a *trans* [*N*<sup>2</sup> (*E*)] configuration. The N=C(—C)—N amidine group is non-planar. The morpholine ring is in a chair conformation. The amidine bond lengths C—N<sup>1</sup> and C=N<sup>2</sup> are differentiated: 1.371 (2) and 1.283 (2) Å, respectively.

\* To whom correspondence should be addressed.