

Table 3. *Some similar molecules with elongation of the bond at the fusion of the two rings*

Compound	C(1)—C(6)	Reference
3-Hydroxy- <i>trans</i> -bicyclo[4.4.0]decane-1,3-carbolactone	1.562 (5) Å	<i>a</i>
3-Methoxy- <i>trans</i> -bicyclo[4.4.0]decane-1,3-carbolactone	1.558 (5)	<i>a</i>
Methyl 3-oxo- <i>trans</i> -bicyclo[4.4.0]decane-1-carboxylate	1.558 (3)	<i>a</i>
3-Oxo- <i>cis</i> -bicyclo[4.4.0]decane-1-carboxylic acid	1.557 (3)	<i>a</i>
1-Carboxy- <i>trans</i> -bicyclo[4.4.0]decane-3-one ethylene acetal	1.556 (8)	<i>b</i>
3-Amino-3-hydroxy- <i>trans</i> -bicyclo[4.4.0]decane-1-carboxylic acid lactam	1.553 (5)	<i>c</i>
<i>cis</i> -Perfluorobicyclo[4.4.0]decane-1,6-diol	1.581 (8)	<i>d</i>
5-Deoxy-5-hydroperoxy-5-epitelekin	1.557 (4)	<i>e</i>
<i>O</i> -Methylbaccharocephol	1.561 (9)	<i>f</i>
Present study	1.556 (5)	
	1.557 (6)	

References: (a) Chadwick & Dunitz (1979). (b) Chadwick & Dunitz (1978a). (c) Chadwick & Dunitz (1978b). (d) Hamor & Hamor (1976). (e) Appendino *et al.* (1984). (f) Rivera, Castillo & Rodriguez (1988).

bond. The two rings are folded as seen from Fig. 1 as well as from the torsion angles [C(5)—C(6)—C(1)—C(10) = 71.4 (4), 73.3 (3); C(3)—C(2)—C(1)—C(10) = -69.7 (4), -69.0 (5); C(5)—C(6)—C(7)—C(8) = -72.7 (4), -72.8 (4)°] and the non-bonded contacts [C(5)—C(10) = 3.164 (6), 3.186 (6); C(3)—C(10) = 3.180 (6), 3.195 (7); C(5)—C(8) = 3.190 (5), 3.181 (6) Å]. These values are similar in both molecules and are comparable with those of the decalin moiety in 5-epitelekin (Appendino, Calleri, Chiari & Viterbo, 1984).

The molecules in the unit cell are held together by two intermolecular hydrogen bonds [O(1')...O(2)(x,

y, 1 + z) = 2.956 (4); O(1)...O(2')(1 - x, y - ½, 1 - z) = 2.933 (4) Å].

## References

- APPENDINO, G., CALLERI, M., CHIARI, G. & VITERBO, D. (1984). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 903-907.
- BARTELL, L. S. (1959). *J. Am. Chem. Soc.* **81**, 3497-3498.
- CHADWICK, D. J. & DUNITZ, J. D. (1978a). *Acta Cryst.* **B34**, 965-968.
- CHADWICK, D. J. & DUNITZ, J. D. (1978b). *Acta Cryst.* **B34**, 968-970.
- CHADWICK, D. J. & DUNITZ, J. D. (1979). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 276-284.
- GANTZEL, P. K., SPARKS, R. A. & TRUEBLOOD, K. N. (1961). *LALS*. A program for the full-matrix refinement of positional and thermal parameters and scale factors. Univ. of California, USA.
- HAMOR, M. J. & HAMOR, T. A. (1976). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 383-387.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, 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. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO78*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- RIVERA, A. P., CASTILLO, M. & RODRIGUEZ, M. L. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 161-163.
- SALUNKE, A. M., PHADKE, A. S. & KULKARNI, S. N. (1988). Personal communication.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 825-828

## Structure de la Diacétylantioquine

PAR ANGÈLE CHIARONI ET CLAUDE RICHE

*Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, 91198-Gif sur Yvette CEDEX, France*

(Reçu le 15 février 1989, accepté le 20 décembre 1989)

**Abstract.** 12',20-Di-*O*-acetylrodiasine, C<sub>41</sub>H<sub>44</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·½H<sub>2</sub>O, *M<sub>r</sub>* = 773.89, orthorhombic, *P*2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>, *a* = 11.138 (3), *b* = 14.461 (3), *c* = 26.464 (5) Å, *V* = 4262.5 Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.206 g cm<sup>-3</sup> (including water solvent), λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 6.56 cm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 1652, *T* = 291 K, *R* = 0.086 for 2297 observed reflections with *I* > 2.5σ(*I*). Antioquine is a new alkaloid extracted from *Pseudoxandra sclerocarpa*. The absolute configuration (1*S*,1'*R*) has been deduced from that of its diacetyl derivative. The molecule belongs to the small group of the bi(benzyltetrahydroisoquinoline) alkaloids with a biphenyl bond. In the crystal, the molecules are packed by means of an important network of hydrogen bonds including a large number of water molecules.

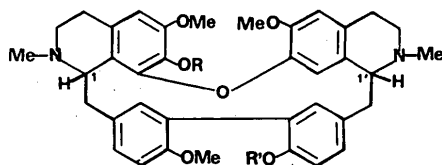
**Introduction.** L'antioquine (1) est l'alkaloïde majoritaire extrait des écorces d'une Annonacée, *Pseudoxandra sclerocarpa*, récoltée en Colombie.

Sa structure plane a été complètement élucidée par dégradation chimique et analyse des données spectrales, études spectroscopiques de RMN à haut champ. Il s'agit d'une bi(benzyltetrahydroisoquinoléine) à liaison biphenylique (Cortes, Saez, Hocquemiller, Cavé & Cavé, 1985).

Pour déterminer la stéréochimie des centres d'asymétrie C1 et C1', il a été fait appel au dichroïsme circulaire. L'existence d'une terminaison ascendante dans la courbe de DC entre 225 et 210 nm (Leet, Elango, Hussain & Shamma, 1983) a permis d'établir la configuration (1*S*), identique à

celle de la sécantioquine (Cortes, Saez, Hocquemiller & Cavé, 1984).

Pour lever l'indétermination subsistant au niveau de l'atome C1', l'étude par diffraction des rayons X de la structure d'un monocristal de diacétylantioquine (2) a été entreprise. De la configuration relative ainsi déterminée, on en a déduit la configuration absolue de la molécule (1*S*,1'*R*), et par suite celle de l'antioquine.



- (1) R = R' = H  
(2) R = R' = Ac

**Partie expérimentale.** Les cristaux ont été obtenus par recristallisations successives dans le méthanol ( $F = 438$  K). Cristal de  $0,5 \times 0,4 \times 0,3$  mm. Intensités mesurées sur diffractomètre Philips PW1100, monochromateur de graphite, radiation du cuivre, méthode de balayage  $\theta-2\theta$  jusqu'à  $\theta = 65^\circ$  ( $h:0 \rightarrow 13$ ,  $k:0 \rightarrow 16$ ,  $l:0 \rightarrow 30$ ).

23 réflexions d'axes telles que  $3,3 \leq \theta \leq 33,6^\circ$  utilisées pour la détermination précise des paramètres de la maille. 4088 réflexions enregistrées dont 2297 observées telles que  $I \geq 2,5\sigma(I)$ ,  $\sigma(I)$  dérivé des méthodes statistiques de comptage. Trois réflexions de référence mesurées toutes les deux heures ne montrent aucune décomposition du cristal dans le temps. Corrections de Lorentz-polarisation, absorption négligée. Structure résolue par les méthodes directes à l'aide du programme DEVIN (Riche, 1982) et recyclages de Fourier. Affinement des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique anisotropes par la méthode des moindres-carrés, matrice complète, à l'aide du programme SHELX76 (Sheldrick, 1976), minimisant la fonction  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$  où  $w = 1/\sigma^2(F_o)$ .

(1) Des séries de Fourier-différence successives ont montré: la présence d'un désordre de position du groupe méthyle porté par l'atome d'azote N2', qui peut occuper deux positions C16' et C16'' - la valeur affinée de leur facteur d'occupation s'établit pour chacune d'elle à 0,5 - d'où deux positions possibles de poids égal pour le doublet libre de l'atome d'azote. Il en résulte des ellipsoïdes d'anisotropie thermique d'amplitude plus élevée pour les atomes N2', C3' et C4' ( $U_{eq}$  de 7,8, 9,1 et 9,7 Å<sup>2</sup>) que pour les atomes semblables de l'autre moitié de la molécule ( $U_{eq}$  de 4,3, 5,5 et 5,5 Å<sup>2</sup>).

(2) L'existence de sept molécules relativement agitées de solvant de cristallisation dont cinq statistiques (leur facteur d'occupation affiné converge à

0,5), toutes traitées comme des molécules d'eau. Leur assemblage dans le cristal explique totalement le désordre observé.

Tous les atomes d'hydrogène de la molécule ont été introduits dans l'affinement à 1,00 Å de l'atome porteur, et affectés d'un facteur de température isotrope équivalent à celui de cet atome.

Dans ces conditions la valeur finale du facteur *R* conventionnel est de 0,085 [ $wR = 0,110$ , schéma final de pondération:  $w = 1/\sigma^2(F_o) + 0,0245 F_o^2$ ].

Sur la série différence finale  $\Delta\rho$  compris entre  $-0,30$  et  $0,36$  e Å<sup>-3</sup> et max.  $\Delta/\sigma = 0,4$ . Les facteurs de diffusion atomique utilisés sont extraits des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Les coordonnées atomiques sont reportées dans le Tableau 1, les distances et les angles de valence et les angles de torsion dans le Tableau 2.\*

**Discussion.** La Fig. 1 donne une vue en perspective de la molécule avec la numérotation des atomes. La molécule, constituée de deux moitiés réunies par un pont oxygène O7' et une liaison biphenylique C11—C11', présente un aspect globulaire avec une cavité centrale délimitée par un grand cycle flexible à seize chaînons.

Si on respecte la configuration *S* de l'atome C1, établie par corrélations chimiques à partir de la structure de la sécantioquine, cette étude établit sans ambiguïté la configuration *R*, inverse de la précédente, pour l'atome de carbone C1'. On en déduit ainsi la configuration absolue (1*S*,1'*R*) de la molécule diacétylée et celle, par conséquent de l'antioquine elle-même.

Les angles de torsion permettent d'en décrire complètement la conformation. Des valeurs différentes concernant les angles équivalents apparaissent entre les deux moitiés isoquinoléines traduisant des différences de conformation. Ainsi, le cycle contenant l'atome d'azote N2 adopte la forme demi-chaîne du cyclohexène, les atomes N2 et C3 s'écartant respectivement de 0,29 (1) et  $-0,36$  (1) Å du plan des quatre autres atomes, le groupe méthyle C16 en position axiale étant placé à 1,77 (1) Å de ce plan. Dans l'autre moitié, ce cycle adopte la forme enveloppe du cyclohexène, l'atome d'azote N2' se situant à 0,63 (1) Å du plan des cinq autres atomes, les méthyles statistiques C16' et C16'' respectivement en position axiale et équatoriale, étant placés à 1,99 (2) et 0,74 (2) Å de ce plan. Les deux plans isoquinoléines sont tournés l'un par rapport à l'autre

\* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées des atomes d'hydrogène et de coefficients d'anisotropie thermique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 52551: 14 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tableau 1. *Coordonnées* ( $\times 10^4$ ) *des atomes non-hydrogène et facteurs de température isotropes équivalents* ( $\text{Å}^2 \times 10^3$ )

$U_{eq} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$

	x	y	z	$U_{eq}$
C1	4387 (9)	1812 (6)	5522 (3)	52 (9)
N2	3972 (6)	2161 (5)	6025 (3)	54 (7)
C3	4445 (10)	1620 (8)	6439 (3)	69 (11)
C4	4124 (9)	595 (8)	6411 (3)	69 (11)
C4A	4319 (8)	216 (7)	5899 (3)	55 (9)
C5	4375 (9)	-784 (7)	5849 (4)	66 (11)
C6	4468 (9)	-1166 (7)	5368 (4)	59 (10)
O6	4542 (7)	-2077 (5)	5269 (3)	83 (8)
C7	4516 (10)	-590 (7)	4954 (4)	69 (11)
O7	4774 (8)	-997 (5)	4473 (3)	73 (8)
C8	4453 (8)	357 (6)	5010 (3)	49 (9)
C1A	4376 (8)	749 (6)	5483 (3)	46 (8)
C9	5559 (9)	3154 (7)	5113 (3)	55 (9)
C10	4858 (8)	3209 (7)	4681 (3)	50 (9)
C11	4798 (8)	4013 (7)	4398 (3)	50 (9)
O12	5435 (9)	4796 (7)	4565 (3)	56 (10)
C12	5346 (6)	5555 (5)	4251 (3)	73 (7)
C13	6172 (10)	4741 (8)	4965 (4)	67 (11)
C14	6133 (10)	3928 (8)	5248 (4)	64 (11)
C15	5599 (8)	2237 (7)	5391 (3)	53 (9)
C16	2625 (9)	2170 (8)	6035 (4)	74 (11)
C17	4559 (13)	-2689 (8)	5691 (5)	99 (16)
C18	6097 (12)	6341 (8)	4386 (5)	93 (15)
C19	3897 (15)	-1169 (7)	4174 (4)	74 (13)
O19	2821 (9)	-1031 (6)	4303 (3)	97 (10)
C20	4211 (13)	-1535 (7)	3677 (4)	85 (13)
C1'	3750 (11)	1524 (7)	2820 (4)	71 (12)
N2'	3940 (13)	942 (7)	2359 (3)	98 (14)
C3'	5164 (14)	939 (12)	2212 (5)	114 (20)
C4'	6056 (14)	596 (13)	2602 (4)	121 (21)
C4A'	5646 (11)	794 (7)	3143 (3)	70 (12)
C5'	6417 (10)	536 (8)	3534 (4)	72 (12)
C6'	6060 (8)	617 (7)	4042 (4)	54 (9)
O6'	6718 (6)	442 (5)	4453 (3)	70 (7)
C7'	4858 (10)	867 (6)	4125 (3)	58 (10)
O7'	4380 (6)	991 (4)	4609 (2)	60 (6)
C8'	4080 (9)	1138 (6)	3735 (3)	52 (9)
C1A'	4534 (10)	1140 (6)	3239 (3)	55 (10)
C9'	3699 (9)	3224 (7)	3122 (3)	60 (10)
C10'	4354 (9)	3348 (7)	3542 (3)	60 (10)
C11'	4089 (8)	3989 (6)	3914 (3)	53 (9)
C12'	3079 (9)	4525 (7)	3854 (4)	60 (10)
O12'	2774 (6)	5130 (5)	4233 (2)	63 (7)
C13'	2388 (9)	4414 (8)	3422 (4)	66 (11)
C14'	2654 (11)	3766 (7)	3063 (4)	67 (11)
C15'	4063 (11)	2540 (7)	2708 (4)	72 (12)
C16'	3521 (22)	50 (18)	2441 (9)	88 (7)
C16''	3103 (26)	1191 (20)	1955 (10)	108 (8)
C17'	7910 (11)	260 (11)	4407 (5)	103 (17)
C18'	2643 (10)	6038 (8)	4140 (5)	80 (14)
O18'	2709 (10)	6374 (5)	3725 (4)	107 (11)
C19'	2514 (13)	6573 (9)	4634 (5)	95 (15)
W1	5106 (14)	3735 (11)	6525 (5)	187 (5)
W2	5763 (16)	5531 (12)	6360 (6)	216 (6)
W3	4842 (32)	3865 (26)	7517 (13)	215 (13)
W4	1831 (25)	1879 (19)	1898 (10)	179 (10)
W5	2388 (32)	-700 (26)	2643 (13)	228 (13)
W6	4151 (43)	6265 (29)	6956 (14)	260 (14)
W7	3292 (36)	2709 (29)	7842 (14)	249 (15)

Tableau 2 (suite)

O7—C19	1,28 (2)	C7—O7'	1,40 (1)
C8—C1A	1,38 (1)	C7—C8'	1,40 (1)
C8—O7'	1,40 (1)	C8—C1A'	1,41 (1)
C9—C10	1,39 (1)	C9—C10'	1,34 (1)
C9—C1A	1,34 (1)	C9—C14'	1,41 (2)
C9—C15	1,52 (1)	C9—C15'	1,51 (1)
C10—C11	1,38 (1)	C10—C11'	1,38 (1)
C11—C12	1,41 (1)	C11—C12'	1,38 (1)
C11—C11'	1,51 (1)	C12—O12'	1,37 (1)
C12—O12	1,38 (1)	C12—C13'	1,39 (1)
C12—C13	1,34 (1)	O12—C18'	1,34 (1)
O12—C18	1,46 (1)	C13—C14'	1,37 (1)
C13—C14	1,40 (2)	C18—O18'	1,20 (2)
C19—O19	1,26 (2)	C18—C19'	1,52 (2)
N2—C1—C1A	113,2 (7)	N2—C1'—C1A'	107,9 (9)
N2—C1—C15	109,8 (7)	N2—C1'—C15'	110,4 (9)
C1A—C1—C15	113,2 (7)	C1A'—C1'—C15'	111,1 (9)
C1—N2—C3	112,3 (7)	C1'—N2'—C3'	111,2 (11)
C1—N2—C16	109,1 (7)	C1'—N2'—C16'	110,3 (13)
C3—N2—C16	110,8 (7)	C1'—N2'—C16''	111,5 (14)
N2—C3—C4	113,8 (8)	C3'—N2'—C16'	111,3 (14)
C3—C4—C4A	111,7 (8)	C3'—N2'—C16''	114,4 (15)
C4—C4A—C5	117,4 (8)	C16'—N2'—C16''	97,4 (17)
C4—C4A—C1A	123,1 (9)	N2'—C3'—C4'	116,4 (13)
C5—C4A—C1A	119,4 (8)	C3'—C4'—C4A'	112,3 (12)
C4A—C5—C6	118,9 (9)	C4'—C4A'—C5'	117,4 (10)
C5—C6—O6	124,8 (9)	C4'—C4A'—C1A'	121,0 (10)
C5—C6—C7	119,3 (9)	C5—C4A'—C1A'	121,4 (10)
O6—C6—C7	115,8 (9)	C4A'—C5'—C6'	120,8 (10)
C6—O6—C17	117,2 (9)	C5'—C6'—O6'	127,4 (9)
C6—C7—O7	117,8 (9)	C5'—C6'—C7'	116,2 (9)
O6—C7—C8	121,0 (9)	O6'—C6'—C7'	116,3 (8)
O7—C7—C8	120,9 (9)	C6'—O6'—C17'	119,9 (9)
C7—O7—C19	118,4 (9)	C6'—C7'—O7'	122,7 (8)
C7—C8—C1A	120,5 (8)	C6'—C7'—C8'	122,9 (9)
C7—C8—O7'	124,8 (8)	O7'—C7'—C8'	113,8 (8)
C1A—C8—O7'	114,5 (7)	C8—O7'—C7'	125,9 (7)
C1—C1A—C4A	121,0 (8)	C7'—C8'—C1A'	117,8 (8)
C1—C1A—C8	118,1 (8)	C1'—C1A'—C4A'	121,5 (9)
C4A—C1A—C8	120,8 (8)	C1'—C1A'—C8'	118,4 (8)
C10—C9—C14	116,2 (9)	C4A'—C1A'—C8'	120,1 (9)
C10—C9—C15	117,9 (8)	C10'—C9'—C14'	117,8 (9)
C14—C9—C15	126,0 (9)	C10'—C9'—C15'	122,4 (9)
C9—C10—C11	121,5 (8)	C14'—C9'—C15'	119,8 (9)
C10—C11—C12	118,8 (8)	C9'—C10'—C11'	124,3 (9)
C10—C11—C11'	117,8 (8)	C11—C11'—C10'	120,6 (8)
C12—C11—C11'	123,4 (8)	C11—C11'—C12'	121,0 (8)
C11—C12—O12	114,5 (8)	C10'—C11'—C12'	118,0 (9)
C11—C12—C13	120,6 (9)	C11'—C12'—O12'	118,5 (9)
O12—C12—C13	124,5 (9)	C11'—C12'—C13'	119,0 (9)
O12—C12—C18	115,6 (8)	O12'—C12'—C13'	122,5 (9)
C12—C13—C14	117,1 (9)	C12'—O12'—C18'	121,0 (8)
C9—C14—C13	125,2 (10)	C12'—C13'—C14'	122,1 (10)
C1—C15—C9	115,9 (7)	C9'—C14'—C13'	118,8 (10)
O7—C19—O19	121,8 (11)	C1'—C15'—C9'	114,7 (9)
O7—C19—C20	116,3 (11)	O12'—C18'—O18'	123,6 (11)
O19—C19—C20	121,9 (11)	O12'—C18'—C19'	110,4 (10)
		O18'—C18'—C19'	125,7 (11)
C1A—C1—N2—C3	41,7 (8)	C5'—C6'—C7'—C8'	-7,8 (9)
C1—N2—C3—C4	-57,8 (9)	C6'—C7'—C8'—C1A'	1,0 (9)
N2—C3—C4—C4A	46,1 (9)	C7'—C8'—C1A'—C4A'	6,9 (9)
C3—C4—C4A—C1A	-20,6 (9)	C5'—C6'—O6'—C17'	8,1 (10)
C4—C4A—C1A—C1	7,3 (8)	O6'—C6'—C7'—O7'	4,2 (8)
C4A—C1A—C1—N2	-17,0 (8)	C15—C1—C1A—C8	-69,6 (9)
C8—C1A—C4A—C5	1,8 (9)	C1—C1A—C8—O7'	-7,8 (7)
C1A—C4A—C5—C6	-1,0 (9)	C1A—C8—O7'—C7'	154,7 (11)
C4A—C5—C6—C7	0,6 (9)	C8—O7'—C7'—C8'	136,4 (11)
C5—C6—C7—C8	-1,1 (10)	O7'—C7'—C8'—C1A'	172,8 (11)
C6—C7—C8—C1A	1,8 (9)	C7'—C8'—C1A'—C1'	-173,7 (12)
C7—C8—C1A—C4A	-2,2 (9)	C8'—C1A'—C1'—C15'	96,4 (11)
C5—C6—O6—C17	-1,8 (9)	C1A'—C1'—C15'—C9'	-70,3 (10)
C8—C7—O7—C19	-88,2 (11)	C1'—C15'—C9'—C10'	80,0 (11)
C7—O7—C19—C20	176,6 (14)	C15'—C9'—C10'—C11'	176,7 (13)
O7—C7—C8—O7'	13,9 (9)	C9'—C10'—C11'—C11	173,5 (13)
C7—C8—O7'—C7'	-29,6 (9)	C10'—C11'—C11—C10	-56,0 (9)
C8—O7'—C7'—C6'	-51,8 (9)	C12—C11—C11'—C12'	-66,3 (10)
C1A'—C1'—N2'—C3'	-58,4 (11)	C11'—C11—C10—C9	175,5 (12)
C1'—N2'—C3'—C4'	58,4 (13)	C11—C10—C9—C15	-178,3 (12)
N2'—C3'—C4'—C4A'	-30,6 (12)	C10—C9—C15—C1	-51,8 (9)
C3'—C4'—C4A'—C1A'	7,3 (11)	C9—C15—C1—C1A	143,8 (10)
C4'—C4A'—C1A'—C1'	-12,6 (10)	C9—C15—C1—N2	-88,6 (9)
C4A'—C1A'—C1'—N2'	36,9 (10)	C11'—C11—C12—O12	0,9 (8)
C8'—C1A'—C4A'—C5'	-7,8 (10)	C13—C12—O12—C18	-1,7 (9)
C1A'—C4A'—C5'—C6'	0,6 (10)	C13'—C12'—O12'—C18'	-58,8 (10)
C4A'—C5'—C6'—C7'	7,0 (10)	C12—O12'—C18'—C19'	-170,4 (13)

Tableau 2. *Distances interatomiques* (Å), *angles de valence* (°) *et angles de torsion* (°)

C1—N2	1,50 (1)	C19—C20	1,46 (2)
C1—C1A	1,54 (1)	C1'—N2'	1,50 (1)
C1—C15	1,52 (1)	C1'—C1A'	1,52 (1)
N2—C3	1,45 (1)	C1'—C15'	1,54 (1)
N2—C16	1,50 (1)	N2'—C3'	1,42 (2)
C3—C4	1,53 (2)	N2'—C16'	1,39 (3)
C4—C4A	1,48 (1)	N2'—C16''	1,46 (3)
C4A—C5	1,45 (1)	C3'—C4'	1,52 (2)
C4A—C1A	1,35 (1)	C4'—C4A'	1,53 (1)
C5—C6	1,39 (1)	C4A'—C5'	1,40 (2)
C6—O6	1,35 (1)	C4A'—C1A'	1,36 (2)
C6—C7	1,38 (1)	C5'—C6'	1,41 (1)
O6—C17	1,42 (1)	C6'—O6'	1,34 (1)
C7—O7	1,43 (1)	C6'—C7'	1,40 (1)
C7—C8	1,38 (1)	O6'—C17'	1,36 (1)

d'un angle dièdre de  $69(1)^\circ$ , les deux phényles liés en C11 et C11' d'un angle de  $-56(1)^\circ$ . On remarque également que les groupes méthoxy se placent dans le

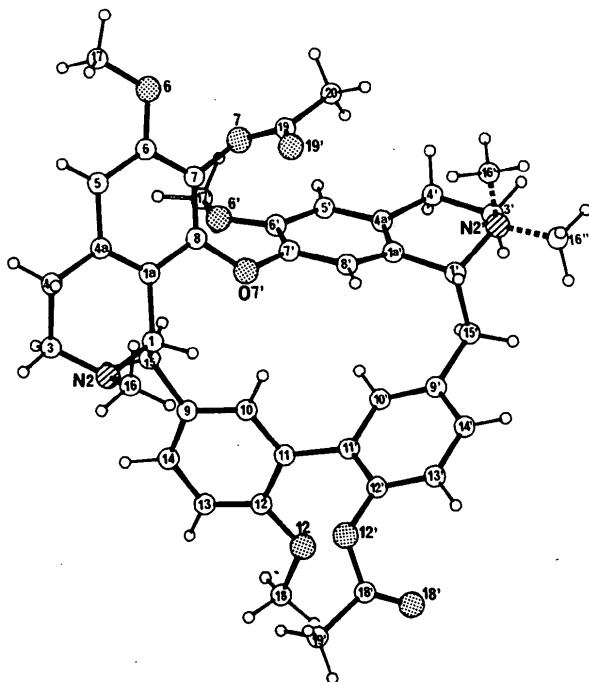


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule.

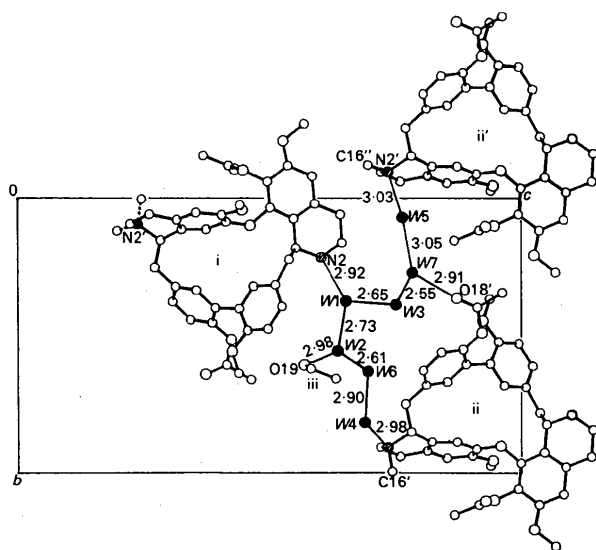


Fig. 2. Schéma des liaisons hydrogène (l'atome C16 axial est complètement caché par l'atome N2, les méthyles C16' et C16'' ont été distingués).

plan du phényle qu'ils substituent, tandis que les groupements acétates plus volumineux ressortent de ce plan [angles de  $-88(1)$  et  $-59(1)^\circ$ ].

La Fig. 2 représente le schéma des liaisons hydrogène assurant la cohésion des molécules dans le cristal.

Trois molécules d'eau, liées directement par liaison hydrogène au doublet libre des atomes d'azote, sont d'abord apparues sur une série-différence: W1 située à  $2,92(2)$  Å de N2, W4 et W5 (de poids 0,5) placées respectivement à  $2,98(3)$  et  $3,03(4)$  Å de N2', présentes dans la maille selon que le groupe méthyle occupe la position C16' ou C16''.

Quatre autres molécules d'eau ont ensuite été localisées sur des séries-différence successives: W2 (de poids 1,0) et W3 (de poids 0,5) rattachées à W1, [ $W1 \cdots W2 = 2,73(2)$ ,  $W1 \cdots W3 = 2,65(4)$  Å] puis W6 et W7 (de poids 0,5) rattachées à W4 et W5 [ $W4 \cdots W6 = 2,90(5)$ ,  $W5 \cdots W7 = 3,05(5)$  Å] et aux molécules précédentes. Les distances courtes  $W2 \cdots W6$  de  $2,61(5)$  Å et  $W3 \cdots W7$  de  $2,55(5)$  Å observées s'expliquent par l'agitation thermique élevée de ces molécules.

Il en résulte des chaînes de molécules d'eau reliant entre elles par liaisons hydrogène les différentes molécules de la maille (i et ii, iii et iv). Ces chaînes sont encore stabilisées par deux autres liaisons hydrogène s'établissant entre les molécules d'eau W2 et W7 et les atomes O19 et O18' des groupes acétates des molécules les plus proches, comme le suggèrent les distances de  $2,98$  et  $2,91$  Å observées. Cependant l'agitation thermique relativement élevée des sept molécules d'eau et le désordre statistique de cinq d'entre elles, n'ont pas permis d'en repérer les atomes d'hydrogène et d'établir avec certitude la relation donneur-accepteur.

Les auteurs remercient le Dr R. Hocquemiller et le Professeur A. Cavé de leur avoir confié cette étude et de l'intérêt qu'ils y ont porté.

#### Références

- CORTES, D., SAEZ, J., HOCQUEMILLER, R. & CAVÉ, A. (1984). *C. R. Acad. Sci. Sér. B*, **298**, 591-594.
- CORTES, D., SAEZ, J., HOCQUEMILLER, R., CAVÉ, A. & CAVÉ, AD. (1985). *J. Nat. Prod.* **48**, 76-85.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, pp. 99-149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- LEET, J. E., ELANGO, V., HUSSAIN, S. F. & SHAMMA, M. (1983). *Heterocycles*, **20**, 425-429.
- RICHE, C. (1982). Programme DEVIN. Seventh European Crystallographic Meeting, Jerusalem, Abstract p. 25.
- SHELDRIK, G. M. (1976). SHELX76. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.