

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic temperature factors

$$U_{eq} = (U_{11} + U_{22} + U_{33})/3.$$

	x	y	z	$U_{eq}(\text{\AA}^2)$
Br	0.2500	0.2500	0.1240 (1)	0.0410 (2)
N	-0.2500	0.2500	0.5000	0.031 (1)
C	-0.2500	0.0926 (6)	0.3435 (6)	0.050 (1)
H(1)	-0.2500	-0.0195 (57)	0.4417 (46)	0.049 (11)
H(2)	-0.1482 (38)	0.0988 (40)	0.2515 (26)	0.061 (7)

Table 2. Dimensions in the cation; bond lengths (Å) and angles (°): *e.s.d's* are in parentheses

N—C	1.487 (4)	C—H(2)	0.93 (2)
C—H(1)	1.02 (4)		
C—N—C'	109.3 (2)	N—C—H(2)	105.7 (19)
C—N—C''	109.5 (2)	H(1)—C—H(2)	109.3 (19)
N—C—H(1)	112.7 (19)	H(2)—C—H(2')	114.1 (19)

Primed atom names indicate symmetry-related atoms.

plane, which we believe not to be the case). The H atoms, refined independently for both symmetry systems, give more acceptable bond dimensions in the higher-symmetry arrangement. We propose, therefore, that the correct space group for these crystals is *P4/nmm*, the same as previously determined for [NMe<sub>4</sub>]<sup>+</sup> perchlorate and hexafluorophosphate salts.

These structures of [NMe<sub>4</sub>]<sup>+</sup> salts have been described as distortions of the CsCl-type lattice (McCullough, 1964). A simple lattice defined only by the N atoms would be almost cubic; the bromide ions are removed from the sites of simple cubic packing along the unique, *c*, axis by interactions with the methyl groups of the cation. On one side along the *c* axis, the anion has close contacts with four H(1) atoms (related by the fourfold symmetry axis

at a distance of 2.98 (3) Å with the C—H...Br angle of 159 (2)°; these contacts might be described as 'weak hydrogen bonding'. In the opposite direction along *c*, the anion lies between the three H atoms of a methyl group in each of the four neighbouring cations such that the Br...H distances are 3.48 (3) and 3.58 (3) Å and the N—C...Br angles are 171.1 (2)°. H(2) also contacts a second anion at 3.36 (3) Å. These are interactions and dimensions very similar to those described by Cheban and co-workers; we suspect that their C—H...Br angle of 127° should read 157°, a value close to ours.

The simple lattice of the N atoms described above has dimensions  $a' = b' = 5.450$ ,  $c' = 5.498$  Å. Within the *ab* layer, the cations are related to their immediate neighbours by inversion centres, and distances between these adjacent cations have normal van der Waals values, *e.g.* C...C 3.734 (4), C...H 3.23 (4) and 3.31 (3) and H...H 2.51 (4) and 2.69 (4) Å. Cations in the columns parallel to the *c* axis are related only by cell translation and contacts between these cations are much weaker, *e.g.* the closest are C...C 4.149 (7), C...H 3.50 (2), H...H 2.82 (3) Å; the principal interactions along the *c* axis are those which have been described involving the bromide anion.

#### References

- ANDERSON, S. N., RICHARDS, R. L. & HUGHES, D. L. (1986). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 245–252.  
 CHEBAN, YU. M., DVORKIN, A. A., ROTARU, V. K. & MALINOVSKII, T. I. (1987). *Kristallografiya*, **32**, 1027–1028.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)  
 MCCULLOUGH, J. D. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1067–1070.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.  
 WANG, Y., CALVERT, L. D. & BROWNSTEIN, S. K. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1523.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1454–1457

## Structure du Diammonium-1,3 Propane *cyclo*-Tétraphosphate Dihydrate, [NH<sub>3</sub>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub>]<sub>2</sub>P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>·2H<sub>2</sub>O

PAR MOHAMED BDIRI ET AMOR JOUINI

Faculté des Sciences et Techniques, Département de Chimie, 5000 Monastir, Tunisie

(Reçu le 21 août 1989, accepté le 5 octobre 1989)

**Abstract.** (C<sub>3</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>·2H<sub>2</sub>O,  $M_r = 504.20$ , orthorhombic, *Pbca* ( $D_{2h}^{15}$ ),  $a = 14.627$  (1),  $b = 13.391$  (1),  $c = 10.068$  (1) Å,  $V = 1972.0$  (5) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.633$ ,  $D_x = 1.698$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Ag K}\alpha) = 0.5608$  Å,  $\mu = 0.233$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1056$ ,  $T =$

298 K. The structure was solved by the Patterson method and refined to a final *R* of 0.040 for 2530 observed independent reflections. Centrosymmetric and distorted P<sub>4</sub>O<sub>12</sub> ring anions are located around the origin. They are linked in layers by hydrogen

bonds to four organic groups and four water molecules. The layers are located in the planes  $z = 0$  and  $\frac{1}{2}$ . The structure is an antiferrotype type where the  $P_4O_{12}^{4-}$  anions generate tetrahedral cavities enclosing organic cations. The intermolecular hydrogen-bonding contacts  $O(W) \cdots H \cdots O-P$  provide a linkage between two  $P_4O_{12}$  rings belonging to two successive layers.

**Introduction.** Depuis peu d'années, les composés résultants de l'interaction entre les amines aliphatiques et les acides phosphoriques tels que  $H_3PO_4$ ,  $H_2P_2O_7$ ,  $H_3P_3O_9$ ,  $H_4P_4O_{12}$ , ont été intensément étudiés. L'analyse bibliographique systématique portant sur ces composés intermédiaires entre la chimie minérale et la chimie organique révèle trois caractéristiques: (i) contrairement aux monophosphates et diphosphates où l'anion peut exister sous forme acide tels que  $HPO_4^{2-}$  dans  $[NH_3-(CH_2)_2-NH_3]HPO_4$  (Averbuch-Pouchot & Durif, 1987),  $H_2PO_4^-$  dans  $[NH_3-(CH_2)_2-NH_3](H_2PO_4)_2$  (Kamoun, Jouini, Kamoun & Daoud, 1989),  $HP_2O_7^{3-}$  dans  $[NH_3-(CH_2)_2-NH_3]_3HP_2O_7 \cdot 2H_2O$  (Kamoun, Jouini, Dabbabi & Daoud, 1990), aucun *cyclo*-phosphate organique connu ne renferme un anion acide; (ii) tous les *cyclo*-phosphates décrits sont obtenus soit par la méthode de Boullé (1941) soit par une méthode appelée 'directe' utilisant l'acide *cyclo*-tétraphosphorique maintenu à basse température (Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel, 1988b); (iii) la molécule d'éthylène diamine constitue jusqu'à présent, la plus longue chaîne aliphatique observée dans les *cyclo*-tétraphosphates organiques de structure déterminée.

Récemment, des cristaux de  $M^1_2[NH_3-(CH_2)_2-NH_3]_2P_4O_{12} \cdot 2H_2O$  ( $M^1 = Na, K$ ) ont pu être préparés en utilisant la méthode d'échange d'ions (Bdiri & Jouini, 1989a; Jouini, 1989). Le présent travail concerne le diammonium-1,3 propane *cyclo*-tétraphosphate dihydrate  $[NH_3-(CH_2)_3-NH_3]_2P_4O_{12} \cdot 2H_2O$  dont la préparation chimique, effectuée par la même méthode d'échange d'ions, et les caractéristiques cristallographiques ont été décrites (Bdiri & Jouini, 1989b). Il est à noter qu'il s'agit du premier *cyclo*-tétraphosphate associé à une amine aliphatique de chaîne plus longue que l'éthylène diamine.

**Partie expérimentale.** Dimension du cristal  $0,15 \times 0,25 \times 0,30$  mm; Philips PW 1100. Monochromateur: graphite. Domaine de mesure  $3$  à  $30$  ( $\theta$ )°; type de balayage  $\omega$ ; domaine de balayage  $(1,2 + 0,2 \tan \theta)$ °; vitesse de balayage  $0,03^\circ s^{-1}$ ; paramètres cristallins obtenu avec 25 réflexions ( $10 < \theta < 15^\circ$ ); réflexions de référence: 944,  $\bar{9}44$ ,  $9\bar{4}4$ ; variation négligeable; temps total de mesure du fond continu fixé à 10 s; nombre de réflexions mesurées 3151: ( $hkl$ );  $h_{max} = 26$ ,  $k_{max} = 26$ ,  $l_{max} = 18$ ); correction de Lorentz-

polarisation, aucune correction d'absorption. La structure a été déterminée par exploitation de la fonction de Patterson et synthèses de Fourier successives;  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$  minimisée. Les derniers cycles d'affinement par moindres carrés à matrice complète sont effectués à l'aide de 2530 réflexions indépendantes correspondant à  $F_o > 3\sigma_F$ . Pour tous les affnements un schéma de pondération unitaire a été utilisé, facteurs de diffusion atomique pour les atomes neutres et termes de dispersion  $f'$  et  $f''$  extraits de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); programmes *SDP* (Enraf-Nonius, 1980); calculs effectués sur PDP 11/34;  $D_m$  pycnométrie, liquide utilisé: toluène. Une synthèse de 'Fourier différence' permet de localiser la totalité des atomes d'hydrogène. Nombre de réflexions par paramètre  $> 14$ . Pas de correction d'extinction secondaire; coordonnées atomiques, coefficients de température isotrope pour les atomes d'hydrogène, anisotrope pour les non hydrogène affinés;  $R = 0,040$ ;  $wR = 0,041$ ;  $S = 1,218$ ;  $\Delta\rho_{max} = 0,473 e \text{ \AA}^{-3}$ ;  $(\Delta/\sigma)_{max} = 0,00$  aux derniers cycles d'affinement.

**Discussion.** La Fig. 1 représente la projection de l'ensemble de l'arrangement atomique sur le plan  $ab$ . Les coordonnées atomiques finales et les coefficients de température isotrope sont rassemblés dans le Tableau 1.\* Le Tableau 2 résume les distances ( $\text{\AA}$ ) et angles ( $^\circ$ ) des liaisons mis en jeu dans la structure.

Comme pour tous les *cyclo*-phosphates résultants de l'interaction entre les acides *cyclo*-phosphoriques et les amines d'une manière générale, l'anion *cyclo*-tétraphosphate  $P_4O_{12}^{4-}$  est ici non acide. Les cycles  $P_4O_{12}$  sont centrosymétriques et localisés autour du centre de symétrie placé en position 4(a), origine de la maille. En outre, le groupement  $P_4O_{12}$  de cette structure présente une forte déformation du carré formé par les quatre atomes de phosphore. Les valeurs des angles P—P—P  $81$  et  $99^\circ$  ( $84$  et  $96^\circ$ ) dans la structure sont comparées à celles, données entre parenthèses, relatives aux mêmes angles observés dans  $[NH_3CH_2COOH]_4P_4O_{12}$  (Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel, 1988a) présentant jusqu'ici la déformation la plus accentuée. Contrairement à ce qui est observé dans les *cyclo*-tétraphosphates inorganiques, l'anion cyclique  $P_4O_{12}^{4-}$ , associé à une molécule organique, possède souvent une symétrie propre et une déformation prononcée.

\* Les listes des facteurs de structure, la géométrie du groupement  $NH_3-(CH_2)_3-NH_3$ , des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52745: 22 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.

Du point de vue symétrie, la structure de ce sel découle de celle de l'antifluorine *Fm3m*. En effet, en considérant les relations de groupe à sous-groupe, le groupe spatial *Pbca* ( $D_{2h}^{15}$ ) est un sous-groupe de *Pa3* (Ben Ghozlen et Mlik, 1983) lequel est un sous-groupe de *Fm3m*. Ainsi ce sel est du type antifluorine étant donné que les anions P<sub>4</sub>O<sub>12</sub><sup>4-</sup> qui occupent les sommets et les centres des faces ménagent des cavités tétraédriques où se situent les cations organiques.

La protonation de la diamine-1,3 propane conduit au dication NH<sub>3</sub><sup>+</sup>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub><sup>+</sup> qui n'admet aucune symétrie locale. Le squelette de ce dernier s'oriente selon les directions moyennes [110] et [1 $\bar{1}$ 0]. Chaque groupement organique se lie, suivant ces directions, par l'intermédiaire des liaisons hydrogène N—H...O à deux cycles P<sub>4</sub>O<sub>12</sub> et à deux molécules d'eau, de sorte qu'il y a formation d'une structure en couches de plans moyens (001) et (002). Chaque molécule d'eau de la maille se greffe, d'une part, à deux molécules organiques par les liaisons hydrogène du type N—H...O et, d'autre part, à deux cycles appartenant à deux couches successives, par l'intermédiaire des liaisons hydrogène du type OW—H...O—P, assurant ainsi la cohésion entre les couches de l'édifice cristallin. Dans cette situation, le cycle P<sub>4</sub>O<sub>12</sub> se trouve engagé, par l'intermédiaire de tous ses atomes d'oxygène extérieur, dans des liaisons hydrogène appartenant à quatre groupements organiques et quatre molécules d'eau (Fig. 2). Aucun atome d'oxygène de liaison OL n'est impliqué

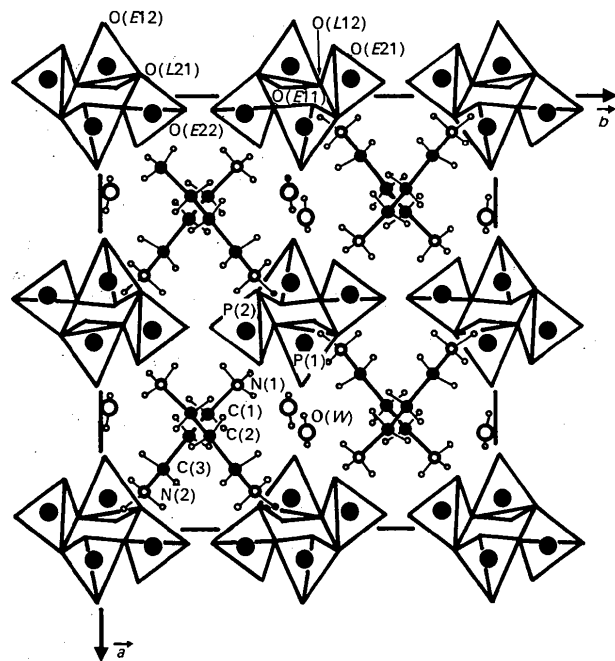


Fig. 1. Projection de la structure de [NH<sub>3</sub>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub>]<sub>2</sub>·P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>·2H<sub>2</sub>O sur le plan *ab*.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique équivalents  $B_{eq}$  (Å<sup>2</sup>) dans [NH<sub>3</sub>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub>]<sub>2</sub>P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>·2H<sub>2</sub>O

$$B_{eq} = 4/3 \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{eq}$
P(1)	0,42810 (4)	0,48113 (4)	0,19170 (5)	1,457 (7)
P(2)	0,04033 (4)	0,36608 (4)	0,49027 (5)	1,546 (7)
O(E11)	0,9810 (1)	0,4606 (1)	0,1864 (2)	2,17 (3)
O(E12)	0,3280 (1)	0,4907 (1)	0,1999 (2)	2,34 (3)
O(L12)	0,4480 (1)	0,3979 (1)	0,0822 (2)	1,92 (3)
O(L21)	0,5281 (1)	0,0803 (1)	0,3700 (2)	2,03 (3)
O(E21)	0,1196 (1)	0,4076 (1)	0,4197 (2)	2,20 (6)
O(E22)	0,9663 (1)	0,7582 (1)	-0,0155 (2)	2,85 (3)
O(W)	0,2802 (1)	0,5229 (2)	0,4559 (2)	2,91 (4)
N(1)	0,3346 (1)	0,6555 (1)	0,6654 (2)	2,07 (3)
N(2)	0,0843 (1)	0,6089 (2)	0,0752 (2)	2,12 (3)
C(1)	0,7307 (2)	0,2718 (2)	0,2789 (2)	2,17 (4)
C(2)	0,2135 (2)	0,7775 (2)	0,6150 (2)	1,87 (3)
C(3)	0,3585 (2)	0,1567 (2)	0,1768 (3)	2,35 (4)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles des liaisons (°) dans [NH<sub>3</sub>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub>]<sub>2</sub>P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>·2H<sub>2</sub>O

L'anion cyclique (P<sub>4</sub>O<sub>12</sub>)<sup>4-</sup>

Tétraèdre P(1)O<sub>4</sub>

P(1)	O(E11)	O(E12)	O(L12)	O(L21)
O(E11)	1,476 (2)	119,4 (1)	110,4 (1)	105,5 (1)
O(E12)	2,545 (2)	1,472 (2)	106,3 (1)	110,4 (1)
O(L12)	2,523 (2)	2,455 (2)	1,595 (2)	103,8 (1)
O(L21)	2,450 (2)	2,523 (2)	2,515 (2)	1,600 (2)

Tétraèdre P(2)O<sub>4</sub>

P(2)	O(E21)	O(E22)	O(L21)	O(L12)
O(E21)	1,469 (2)	120,5 (1)	110,3 (1)	110,3 (1)
O(E22)	2,553 (3)	1,471 (2)	106,5 (1)	106,6 (1)
O(L21)	2,511 (2)	2,453 (2)	1,590 (2)	100,9 (1)
O(L12)	2,514 (2)	2,457 (2)	2,454 (2)	1,593 (2)

P(1)—P(2)	2,9026 (8)	(× 2)
P(2)—P(1)	2,9176 (8)	(× 2)
P(2)—P(1)—P(2)	81,02 (2)	(× 2)
P(1)—P(2)—P(1)	98,98 (2)	(× 2)
P(1)—O(L12)—P(2)	131,1 (1)	
P(2)—O(L21)—P(1)	132,3 (1)	

Le groupement NH<sub>3</sub>—(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>—NH<sub>3</sub>

N(1)—C(1)	1,476 (3)	N(1)—C(1)—C(2)	111,9 (2)
C(1)—C(2)	1,497 (3)	C(1)—C(2)—C(3)	110,1 (2)
C(2)—C(3)	1,508 (3)	C(2)—C(3)—N(2)	111,5 (2)
C(3)—N(2)	1,468 (3)		

Les liaisons hydrogène

	N—H	O—H	H...O	N—O	O—O	N—H...O	O—H...O
N(1)—H(1N1)...O(E22)	0,84 (3)	1,97 (3)	2,807 (3)	173 (3)			
N(2)—H(2N1)...O(E21)	0,87 (3)	1,94 (3)	2,778 (3)	161 (3)			
N(1)—H(3N1)...O(W)	0,89 (3)	2,01 (3)	2,870 (3)	162 (3)			
N(2)—H(1N2)...O(W)	0,78 (3)	2,17 (3)	2,913 (3)	160 (3)			
N(2)—H(2N2)...O(E11)	0,94 (3)	1,80 (3)	2,735 (3)	172 (3)			
N(2)—H(3N2)...O(E22)	0,83 (3)	1,97 (3)	2,794 (3)	169 (3)			
O(W)—H(W1)...O(E21)	0,67 (3)	2,21 (3)	2,834 (3)	155 (3)			
O(W)—H(W2)...O(E12)	0,79 (3)	1,93 (3)	2,706 (3)	168 (3)			
H(W1)—O(W)—H(W2)	112 (3)						

dans les liaisons hydrogène. Ce fait est à rapprocher de celui observé dans les *cyclo*-phosphates inorganiques où les atomes d'oxygène OL ne participent pas aux polyèdres de coordination des cations associés.

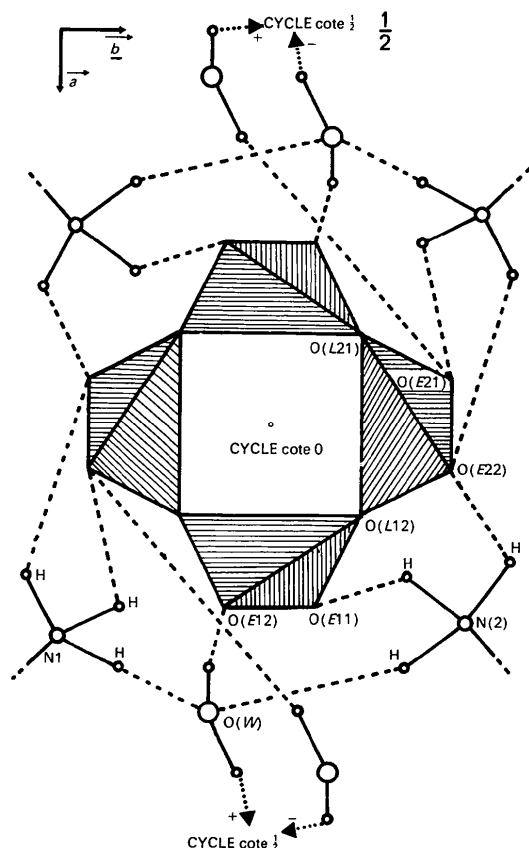


Fig. 2. Représentation schématique, dans une couche, des liens du cycle  $P_4O_{12}$  aux groupements organiques et aux molécules d'eau.

Parmi toutes les liaisons hydrogène du type  $N-H\cdots O-P$  ou  $OW-H\cdots O-P$  deux seulement  $N(2)-H\cdots O(E11)$  et  $OW-H\cdots O(E12)$  sont courtes (cf. Tableau 2) et considérées fortes selon le critère portant sur les distances  $N\cdots O$  et  $O\cdots O$  inférieures à

2,75 Å (Brown, 1976; Blessing, 1986). Le domaine de variation des distances  $N(O)\cdots O$  est considérable: 2,706 (3)–2,913 (3) Å à cause de l'existence, dans ces liaisons hydrogène, de deux types de donneurs:  $N(O)-H$  forts et  $N(O)-H$  faibles. La structure contient huit donneurs (six NH et deux OH) et cinq accepteurs (quatre OE et un OW). Les atomes d'oxygène extérieur du tétraèdre  $P(1)O_4$  jouent le rôle de simple accepteur, alors que ceux du tétraèdre  $P(2)O_4$  et la molécule d'eau interviennent comme double accepteurs. Ce fait est en accord avec la force relative des liaisons hydrogène dans lesquelles sont engagés les atomes simplement ou doublement accepteurs.

#### Références

- AVERBUCH-POUCHOT, M. T. & DURIF, A. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1894–1896.  
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1988a). *Acta Cryst.* **C44**, 888–890.  
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1988b). *Acta Cryst.* **C44**, 1189–1191.  
 BDIRI, M. & JOUINI, A. (1989a). *C. R. Acad. Sci. Sér. II*, **308**, 1345–1348.  
 BDIRI, M. & JOUINI, A. (1989b). *C. R. Acad. Sci. Sér. II*, **309**, 881–885.  
 BEN GHOZLEN, M. H. & MLIK, Y. (1983). *J. Phys. C*, **16**, 4365–4369.  
 BLESSING, R. H. (1986). *Acta Cryst.* **B42**, 613–621.  
 BOULLÉ, A. (1941). *C. R. Acad. Sci.* **206**, 517–519.  
 BROWN, I. D. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 24–31.  
 Enraf–Nonius (1980). *Structure Determination Package*. Enraf–Nonius, Delft, Pays-Bas.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)  
 JOUINI, A. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1877–1879.  
 KAMOUN, S., JOUINI, A., DABBABI, M. & DAUD, A. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 420–422.  
 KAMOUN, S., JOUINI, A., KAMOUN, M. & DAUD, A. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 481–482.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1457–1461

## Structure of 10,10',11,11'-Tetrahydro-5,5'-bis-5H-dibenzo[a,d]cycloheptenyldiene

BY G. SHOHAM,\* S. COHEN, R. M. SUISSA AND I. AGRANAT

*Institute of Chemistry, The Hebrew University of Jerusalem, Jerusalem 91904, Israel*

(Received 30 November 1988; accepted 18 September 1989)

**Abstract.**  $C_{30}H_{24}$ ,  $M_r = 384.53$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 19.679$  (4),  $b = 10.009$  (1),  $c = 10.896$  (1) Å,  $\beta = 100.41$  (1)°,  $V = 2111$  (1) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.21$  g cm<sup>-3</sup>, Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71069$  Å,  $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.34$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 816.0$ , room tem-

perature,  $R = 0.065$  for 3343 independent reflections. The molecule adopts the *anti*-folded conformation with folding angles of 57.0 (3) and 58.6 (3)° for the two tricyclic halves. The expected overcrowding of the molecule is partially relieved by a combination of *anti*-folding, pyramidalization of the central bridging carbons, and twisting of the central double bond.

\* To whom correspondence should be addressed.