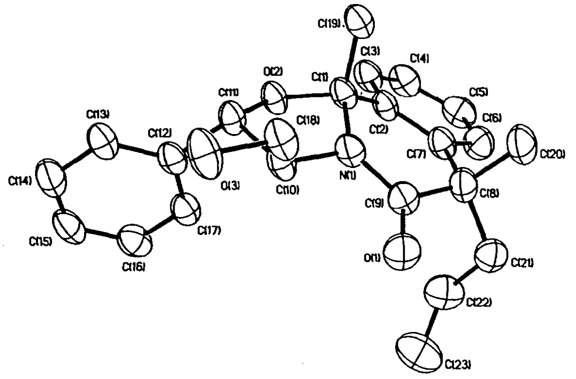

Fig. 1. The structure of $C_{23}H_{25}NO_3$ (50% probability thermal ellipsoids). H atoms have been omitted for clarity.

Related literature. Two compounds have been previously studied that contain five- and six-membered fused rings with an amide N atom at the bridgehead and an ether functionality in the five-membered ring bound to the other bridgehead atom: 3-benzyl-9-hydroxymethyl-3,6-dimethyl-8-phenyl-7,1-oxazabicyclo[4.3.0]nonan-2-one [(2), Meyers, Lefker, Wanner & Aitken (1986)]; 6,7,8,8aα-tetrahydro-2α-phenyl-5*H*-oxazolo[3,2-*a*]pyridin-3(2*H*)-one (Malmros & Wagner, 1977). In the structure of (1), hydrogen bonds from the hydroxymethyl O atom to the amide O atom link molecules of (1) into chains [O(1)—O(3$^{\rm i}$) 2·753 (3), O(1)—H(O3$^{\rm i}$) 1·74 (4) Å, O(1)—H(O3$^{\rm i}$)—O(3$^{\rm i}$) 176 (4)°; (i) $x-\frac{1}{2}, \frac{3}{2}-y, \frac{3}{2}-z$].

The out-of-plane deformation of the amide group in (1) and (2) can be described by three parameters: χ_N, χ_C and τ (Winkler & Dunitz, 1971). The deviation from planarity of the amide in (1) is significant, given that $\chi_N = 14·7$ and $\chi_C = 2·9°$. The torsional angles ω_1 [C(8)—C(9)—N(1)—C(10) = 172·5 (3)°] and ω_2 [O(1)—C(9)—N(1)—C(1) = −175·8 (3)°] added together give the twist angle $\tau = -3·3°$. N(1) is 0·07 Å out of the least-squares plane through the amide linkage and associated C atoms bound to the N atom [N(1), C(9), O(1), C(1) and C(10)]. Corresponding parameters in (2) are $\chi_N = 155·3$, $\chi_C = 1·0°$, $\omega_1 = 167·9$, $\omega_2 = -168·3°$ and $\tau = -0·4°$, and the amide N is 0·13 Å out of the corresponding plane. While the geometry at the amide N atom is non-planar in both (1) and (2), the degree of deformation is smaller in (1) possibly as a result of the fused benzene ring constraining the geometry of the unsaturated six-membered ring.

We acknowledge the support of the US National Science Foundation for the purchase of the Nicolet *R*3*m* diffractometer and computing system.

References

Larson, A. C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 664–665.
Malmros, G. & Wagner, A. (1977). *Cryst. Struct. Commun.* **6**, 553–556.
Meyers, A. I., Lefker, B. A., Wanner, K. T. & Aitken, R. A. (1986). *J. Org. Chem.* **51**, 1936–1938.
Sheldrick, G. M. (1983). *SHELXTL*. Revision 4, Nicolet XRD Corporation, Madison, Wisconsin, USA.
Winkler, F. K. & Dunitz, J. D. (1971). *J. Mol. Biol.* **59**, 169–182.
Wünsch, T. (1990). Private communication.

Acta Cryst. (1991). C**47**, 1324–1326

(Benzimidazolyl-1)-3 Méthyl-1 *N*-(α-Méthylbenzyl)propylamine

Par N. Rodier

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

R. Céolin

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

et M. Joannic et M. Barreau

Service de Chimie, Rhône-Poulenc Santé, 13 *Quai Jules Guesde,* 94400 *Vitry sur Seine, France*

(*Reçu le* 2 *juillet* 1990; *accepté le* 26 *octobre* 1990)

Abstract. $C_{19}H_{23}N_3$, $M_r = 293·4$, monoclinic, $P2_1$, $a = 11·510$ (3), $b = 6·148$ (2), $c = 12·183$ (3) Å, $\beta = 94·12$ (1)°, $V = 859·9$ (7) Å^3, $Z = 2$, $D_x = 1·133$ Mg m^{-3}, λ(Mo $K\bar{\alpha}$) = 0·7107 Å, $\mu = 0·063$ mm^{-1}, $F(000) = 316$, $T = 294$ (1) K, $R = 0·035$ for 1363 independent observed reflections. All bond

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

$$B_{\text{éq}} = 4/3[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (ab\cos\gamma)\beta_{12} + (ac\cos\beta)\beta_{13} + (bc\cos\alpha)\beta_{23}].$$

	x	y	z	$B_{\text{éq}}$(Å^2)
N(1)	0,3712 (1)	0,250*	0,3398 (2)	4,75 (4)
C(2)	0,4360 (2)	0,1142 (5)	0,4068 (2)	5,28 (6)
N(3)	0,4758 (2)	−0,0560 (4)	0,3582 (2)	5,35 (5)
C(3a)	0,4330 (2)	−0,0323 (5)	0,2484 (2)	4,38 (5)
C(4)	0,4482 (2)	−0,1636 (5)	0,1576 (2)	5,61 (6)
C(5)	0,3967 (2)	−0,0992 (6)	0,0579 (2)	6,41 (7)
C(6)	0,3320 (2)	0,0905 (6)	0,0466 (2)	6,41 (7)
C(7)	0,3156 (2)	0,2238 (5)	0,1346 (2)	5,45 (6)
C(7a)	0,3677 (2)	0,1566 (5)	0,2360 (2)	4,27 (5)
C(8)	0,3094 (2)	0,4449 (5)	0,3706 (2)	5,37 (6)
C(9)	0,1829 (2)	0,4019 (5)	0,3905 (2)	4,61 (5)
C(10)	0,1087 (2)	0,6083 (5)	0,3928 (2)	4,85 (5)
N(11)	0,0917 (2)	0,7156 (4)	0,2864 (2)	5,20 (5)
C(12)	0,0280 (2)	0,6006 (5)	0,1973 (2)	4,59 (5)
C(13)	−0,0944 (2)	0,5450 (4)	0,2260 (2)	4,04 (5)
C(14)	−0,1633 (2)	0,6961 (5)	0,2751 (2)	4,70 (5)
C(15)	−0,2761 (2)	0,6461 (5)	0,2972 (2)	6,03 (7)
C(16)	−0,3217 (2)	0,4435 (6)	0,2711 (2)	6,87 (7)
C(17)	−0,2554 (2)	0,2919 (5)	0,2231 (2)	6,67 (7)
C(18)	−0,1424 (2)	0,3424 (5)	0,2006 (2)	5,34 (6)
C(19)	0,1585 (2)	0,7694 (6)	0,4770 (2)	7,58 (8)
C(20)	0,0253 (2)	0,7407 (6)	0,0945 (2)	7,00 (8)

* La coordonnée *y* de l'atome N(1) a été choisie arbitrairement.

Tableau 2. *Longueurs* (Å) *et angles des liaisons* (°)

N(1)—C(2)	1,354 (3)	C(9)—C(10)	1,531 (4)
N(1)—C(7a)	1,387 (3)	C(10)—N(11)	1,454 (3)
N(1)—C(8)	1,456 (3)	C(10)—C(19)	1,510 (4)
C(2)—N(3)	1,302 (4)	N(11)—C(12)	1,450 (3)
N(3)—C(3a)	1,399 (3)	C(12)—C(13)	1,515 (3)
C(3a)—C(4)	1,391 (4)	C(12)—C(20)	1,519 (4)
C(3a)—C(7a)	1,386 (4)	C(13)—C(14)	1,384 (3)
C(4)—C(5)	1,371 (3)	C(13)—C(18)	1,389 (4)
C(5)—C(6)	1,385 (5)	C(14)—C(15)	1,380 (3)
C(6)—C(7)	1,374 (4)	C(15)—C(16)	1,380 (5)
C(7)—C(7a)	1,396 (3)	C(16)—C(17)	1,363 (4)
C(8)—C(9)	1,516 (3)	C(17)—C(18)	1,383 (4)

C(2)—N(1)—C(7a)	105,8 (2)	C(8)—C(9)—C(10)	113,7 (2)
C(2)—N(1)—C(8)	127,6 (2)	C(9)—C(10)—N(11)	113,5 (2)
C(7a)—N(1)—C(8)	126,4 (2)	C(9)—C(10)—C(19)	111,8 (2)
N(1)—C(2)—N(3)	114,7 (2)	N(11)—C(10)—C(19)	109,2 (3)
C(2)—N(3)—C(3a)	103,9 (2)	C(10)—N(11)—C(12)	118,3 (2)
N(3)—C(3a)—C(4)	130,2 (2)	N(11)—C(12)—C(13)	111,4 (2)
N(3)—C(3a)—C(7a)	110,0 (2)	N(11)—C(12)—C(20)	108,7 (2)
C(4)—C(3a)—C(7a)	119,8 (2)	C(13)—C(12)—C(20)	110,7 (2)
C(3a)—C(4)—C(5)	117,8 (3)	C(12)—C(13)—C(14)	121,3 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	121,8 (3)	C(12)—C(13)—C(18)	120,8 (2)
C(5)—C(6)—C(7)	121,9 (2)	C(14)—C(13)—C(18)	117,9 (2)
C(6)—C(7)—C(7a)	116,1 (3)	C(13)—C(14)—C(15)	120,7 (3)
N(1)—C(7a)—C(3a)	105,5 (2)	C(14)—C(15)—C(16)	120,3 (3)
N(1)—C(7a)—C(7)	131,8 (2)	C(15)—C(16)—C(17)	120,0 (3)
C(3a)—C(7a)—C(7)	122,7 (2)	C(16)—C(17)—C(18)	119,7 (3)
N(1)—C(8)—C(9)	113,0 (2)	C(13)—C(18)—C(17)	121,4 (3)

lengths and angles agree with those obtained for related compounds. The benzimidazolyl group and the phenyl ring are each planar and their least-squares planes make an angle of 83·3°. Commercial (*R*)-α-methylbenzylamine was used for synthetizing the title compound, the structure of which displays the same configuration at its two asymmetric C atoms. Therefore, the second one is also in the *R* configuration. The structure can be regarded as being constituted of layers of molecules parallel to the (001) plane, its cohesion being due to van der Waals interactions.

Partie expérimentale. Cristal approximativement parallélépipédique: 0,20 × 0,22 × 0,35 mm. Diffractomètre Enraf–Nonius CAD-4. Dimensions de la maille déterminées sur monocristal avec 25 réflexions telles que $7{,}71 \le \theta \le 13{,}98°$. $0{,}039 \le (\sin\theta)/\lambda \le 0{,}628$ Å^{-1}. Balayage $\theta/2\theta$ d'amplitude $s(°) = 0{,}85 + 0{,}35\operatorname{tg}\theta$. $0 \le h \le 14$, $0 \le k \le 7$, $-15 \le l \le 15$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $42\bar{1}$, 122 et $32\bar{2}$. Variations non significatives de I au cours des mesures. 1964 réflexions indépendantes mesurées,

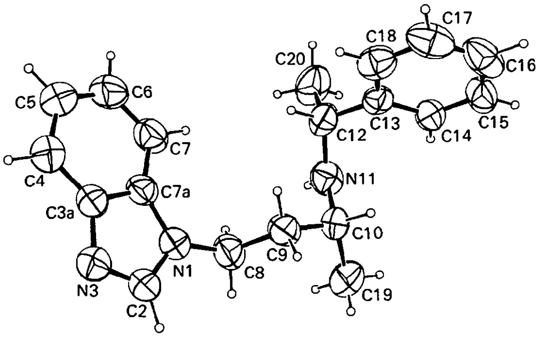

Fig. 1. Dessin de la molécule vue en perspective et numéros attribués à ses atomes.

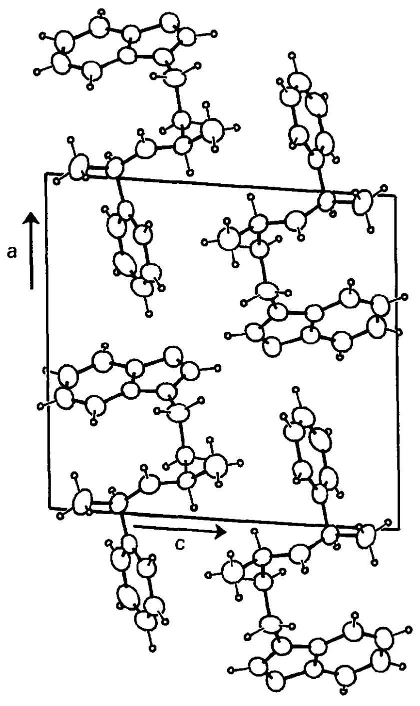

Fig. 2. Représentation de la structure vue selon [010].

601 inobservées $[I < 2\sigma(I)]$. Méthodes directes, programme *MULTAN*11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et série de Fourier des ΔF. Affinement basé sur les F, programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, Tableaux 2.2B, p. 99 et 2.3.1, p. 149). Paramètres affinés: x, y, z de tous les atomes et β_{ij} de C et N. $B(\mathrm{H}) = B_{\mathrm{éq}}$ de l'atome lié à H + 1 Å^2. $R = 0{,}035$, $wR = 0{,}038$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1{,}31$, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0{,}01$, $|\Delta\rho|_{\max} = 0{,}09\ (2)$ e Å^{-3}. Coefficient d'extinction secondaire isotrope: $g = 1{,}8\ (3) \times 10^{-6}$. Programmes de calcul du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Angles de torsion: *ORFFE* (Busing, Martin & Levy, 1964). Fig. 1 et 2: *ORTEP*II (Johnson, 1976).

Le composé étudié est un intermédiaire de synthèse. Sa molécule contient deux atomes de carbone asymétriques qui ont la même configuration. Celle-ci est *R* pour l'un d'entre eux dans le réactif utilisé au cours de la synthèse. La résolution de la structure permet donc d'affirmer que le deuxième atome de carbone présente aussi la configuration *R*.

Les coordonnées relatives et les facteurs de température isotropes équivalents des atomes de carbone et d'azote sont rapportés dans le Tableau 1,* les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les numéros attribués aux atomes sont indiqués sur la Fig. 1. La Fig. 2 représente la structure vue selon [010].

Littérature associée. α-Phényl-α-éthylacétate de phényl-1 éthylammonium *n* (Brianso, 1978). Mandélate de phényl-1 éthylammonium (Brianso, Leclercq & Jacques, 1979). Structures atomiques et moléculaires des sels diastéréoisomers des α-phényl-α-méthylacétates de phényl-1 éthylammonium *p* et *n* (Brianso, 1976). Fumarate de bis{[(1*H*-benzimidazolyl-1)-3 méthyl-1 propyl] [hydroxy-2 (hydroxy-4 méthoxy-3 phényl)-2 éthyl] ammonium} hexahydrate (Toffoli, Rodier, Céolin, Dao Duong & Joannic, 1990).

---

* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des distances des atomes aux plans moyens, des distances interatomiques intermoléculaires et des angles de torsion ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53700:15 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.

Références

B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU et Enraf–Nonius, Delft, Pays-Bas.

Brianso, M.-C. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 3040–3045.

Brianso, M.-C. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 679–680.

Brianso, M.-C., Leclercq, M. & Jacques, J. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 2751–2753.

Busing, W. R., Martin, K. O. & Levy, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, E.-U.

Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*II. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.

Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *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.

Toffoli, P., Rodier, N., Céolin, R., Dao Duong, K. & Joannic, M. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 453–456.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 1326–1328

Structure of 6,7-Dimethyl-2,3-diphenylquinoxaline

By K. Woźniak, T. M. Krygowski and S. Filipek

Department of Chemistry, Warsaw University, ul. Pasteura 1, 02-093 *Warszawa, Poland*

(*Received* 1 *March* 1990; *accepted* 16 *November* 1990)

Abstract. $C_{22}H_{18}N_2$, $M_r = 310{\cdot}4$, orthorhombic, $Pbca$, $a = 8{\cdot}013\ (2)$, $b = 20{\cdot}003\ (4)$, $c = 20{\cdot}846\ (4)$ Å, $V = 3341$ Å^3, $Z = 8$, $D_x = 1{\cdot}234$ g cm^{-3}, $\lambda(\mathrm{Mo}\ K\alpha) = 0{\cdot}71069$ Å, $\mu = 0{\cdot}677$ cm^{-1}, $F(000) = 1312$, $T = 291$ K, $R = 0{\cdot}0667$ for 1855 unique reflections. The molecule has dihedral angles of 22·2 (1) and 48·1 (1)° between the best planes of the phenyl rings and the quinoxaline parent. Energy calculations, taking into account the mutual dependence of the twist out of the quinoxaline plane by the two phenyl groups, give the optimal conformation when both groups have torsion angles that are 60°. The twists from this calculated conformation to the experimental one incur about 4·0 kcal mol^{-1}. They are a result of packing forces which are usually estimated to 2 kcal mol^{-1}. (1 kcal mol^{-1} ≡ 4·2 kJ mol^{-1}.)

0108-2701/91/061326-03$03.00