

Fig. 2. Packing diagram looking along the *b* axis.

**Related literature.** The compound (+)-manzamine-*A*, which can be isolated from the sponge *Haliclona*, is an anti-tumour alkaloid. The structure here presented is that of an intermediate in the synthesis of (+)-manzamine-*A* as described by Brands (1990).

#### References

- BRANDS, K. M. J. (1990). *Studies Towards the Total Synthesis of Manzamine-A*. Thesis, Univ. of Amsterdam, The Netherlands.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- HALL, S. R. & STEWART, J. M. (1989). Editors. *XTAL2-6 Users Manual*. Univs. of Western Australia, Australia, and Maryland, USA.
- KINNEGING, A. J. & DE GRAAFF, R. A. G. (1984). *J. Appl. Cryst.* **7**, 364–366.
- 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. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.
- ZACHARIASEN, W. H. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 212–216.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 1557–1559

## Structure de l'Acide (*tert*-Butylamino-4 oxo-5 triazol-1,2,4 yle-1)acétique

PAR L. DUPONT, S. ENGLEBERT ET O. DIDEBERG

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

ET B. PIROTTE ET J. DELARGE

Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, Rue Fusch, 3-5, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 18 décembre 1990, accepté le 18 janvier 1991)

**Abstract.** (4-*tert*-Butylamino-5-oxo-1,2,4-triazol-1-yl)acetic acid,  $C_8H_{14}N_4O_3$ ,  $M_r = 214.2$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 8.275(2)$ ,  $b = 10.624(3)$ ,  $c = 12.086(3)$  Å,  $\beta = 97.89(2)^\circ$ ,  $V = 1052.4(1)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.352$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 0.792$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 456$ ,  $T = 294(1)$  K,  $R = 0.058$  for 1272 independent reflections. The triazolone ring deviates slightly from planarity [maximum deviation  $-0.016(3)$  Å] with a twist conformation defined by the Cremer and Pople puckering parameters  $Q = 0.026(3)$  Å,  $\varphi = 14(6)^\circ$ . C(2) and N(4) lie out of this mean plane [by  $0.396(3)$  and  $0.067(3)$  Å, respectively]. All O atoms participate in hydrogen bonding: N—H $\cdots$ O(=C) with N $\cdots$ O  $2.970(4)$ , N—H  $0.99(4)$ ,

O $\cdots$ H  $1.99(4)$  Å, N—H $\cdots$ O  $167(2)^\circ$ , and (C—)O—H $\cdots$ O (triazolone) with O $\cdots$ O  $2.639(3)$ , O—H  $1.05(4)$ , O $\cdots$ H  $1.59(3)$  Å, O—H $\cdots$ O  $174(2)^\circ$ .

**Partie expérimentale.** Cristal du composé (1) incolore  $0,2 \times 0,2 \times 0,5$  mm obtenu par cristallisation dans l'eau. Diffractomètre Siemens.

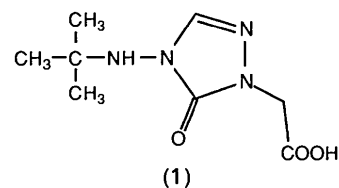


Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives ( $\times 10^4$ ) et facteurs de température équivalents avec les écarts-type

$$B_{eq} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{Å}^2)$
C1	129 (3)	1253 (3)	3343 (2)	4,8 (1)
C2	-337 (3)	218 (3)	2500 (2)	4,9 (1)
C3	3125 (3)	-182 (3)	1239 (2)	4,9 (1)
C4	1016 (3)	1103 (3)	969 (2)	4,4 (1)
C5	4439 (3)	2560 (3)	558 (2)	4,9 (1)
C6	5126 (4)	3271 (3)	-361 (3)	6,4 (1)
C7	3516 (4)	3453 (3)	1239 (3)	6,0 (1)
C8	5817 (4)	1914 (3)	1346 (3)	6,2 (1)
N1	800 (3)	163 (2)	1698 (2)	4,8 (1)
N2	2149 (3)	-613 (2)	1889 (2)	5,4 (1)
N3	2516 (3)	855 (2)	672 (2)	4,4 (1)
N4	3393 (3)	1560 (2)	-38 (2)	4,4 (1)
O1	-820 (2)	1294 (2)	4129 (2)	5,8 (1)
O2	1235 (3)	1968 (2)	3268 (2)	6,5 (1)
O3	41 (2)	1955 (2)	644 (2)	5,6 (1)

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

Les distances signalées par un astérisque sont susceptibles de correspondre à des liaisons hydrogène.

C2—C1	1,513 (4)	C6—C5	1,517 (4)
O1—C1	1,314 (3)	C7—C5	1,527 (4)
O2—C1	1,202 (3)	C8—C5	1,543 (4)
N1—C2	1,441 (4)	N4—C5	1,492 (4)
N2—C3	1,286 (4)	N2—N1	1,381 (4)
N3—C3	1,358 (3)	N4—N3	1,413 (3)
N1—C4	1,360 (3)	C4—O3	1,240 (3)
N3—C4	1,364 (3)	O2—N4 <sup>i</sup>	2,970 (3)*
		O3—O1 <sup>ii</sup>	2,639 (3)*
O1—C1—C2	112,8 (2)	N4—C5—C6	104,6 (2)
O2—C1—C2	122,3 (2)	N4—C5—C7	113,7 (2)
O2—C1—O1	124,9 (3)	N4—C5—C8	108,2 (2)
N1—C2—C1	110,7 (2)	C4—N1—C2	124,2 (2)
N3—C3—N2	112,1 (2)	N2—N1—C2	119,9 (2)
N3—C4—N1	103,5 (2)	N2—N1—C4	111,9 (2)
O3—C4—N1	127,2 (2)	N1—N2—C3	104,2 (2)
O3—C4—N3	129,3 (2)	C4—N3—C3	108,2 (2)
C7—C5—C6	110,5 (2)	N4—N3—C3	123,4 (2)
C8—C5—C6	110,7 (2)	N4—N3—C4	128,3 (2)
C8—C5—C7	109,0 (2)	N3—N4—C5	113,3 (2)

Code de symétrie: (i)  $x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ; (ii)  $x, \frac{1}{2} - y, -\frac{1}{2} + z$ .

Dimensions de la maille déterminée sur monocristal avec 45 réflexions telles que  $17,32 \leq \theta \leq 30,28^\circ$ . Balayage  $\omega/2\theta$ ,  $7,38 \leq 2\theta \leq 109,91^\circ$ ,  $-8 \leq h \leq 8$ ,  $0 \leq k \leq 11$ ,  $0 \leq l \leq 12$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $2571 \leq F_o(234) \leq 2685$ ,  $7818 \leq F_o(\bar{1}33) \leq 8046$ . 1429 réflexions mesurées, 1317 réflexions uniques ( $R_{int} = 0,02$ ). Corrections de Lorentz, de polarisation, de décroissance et d'absorption [par méthode semi-empirique: North, Phillips & Mathews (1968)]. Facteurs de transmission minimum et maximum: 0,78 et 0,84. Structure déterminée par méthode directe avec *SHELXS86* (Sheldrick, 1986). Affinement des paramètres de position et des facteurs de température anisotrope des atomes C, N et O, basé sur les *F* (matrice entière) avec *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de *SHELX*. Les H placés suivant une géométrie stan-

dard, exceptés ceux des NH et OH obtenus par Fourier différence. Facteurs de température *B* global pour les H des CH<sub>2</sub> et CH = 6,3 (4) Å<sup>2</sup>. Les *B* des autres H ont été fixés à la valeur du  $B_{eq}$  des atomes qui les lient. Facteur *R* final = 0,057 pour 1272 réflexions non nulles.  $wR = 0,082$  où  $w = (1/\sigma_F^2 + 0,0790F^2)$ .  $\Delta/\sigma$  des paramètres finals < 0,07. Limites des  $\Delta\rho$  dans la carte de Fourier différence finale: -0,29 et 0,20 e Å<sup>-3</sup>. Calcul des paramètres de Cremer-Pople avec le programme *PUCK2* (Luger & Bülow, 1983). Les paramètres atomiques finals sont donnés dans le Tableau 1.\* La liste des distances et des angles des liaisons se trouve dans le Tableau 2. La Fig. 1 montre une vue en perspective du composé avec la numérotation atomique. La Fig. 2 représente la structure cristalline.

**Littérature associée.** L'acide (*tert*-butylamino-4 oxo-5 triazol-1,2,4 yle-1)acétique est une molécule originale de synthèse étudiée dans le cadre d'une recherche d'inhibiteurs potentiels d'enzymes à sérine.

\* Les listes des facteurs de structures observés et calculés, des positions des atomes H, des paramètres d'agitation thermique anisotrope, de l'équation et des distances atomiques au plan triazolique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53932: 7 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.

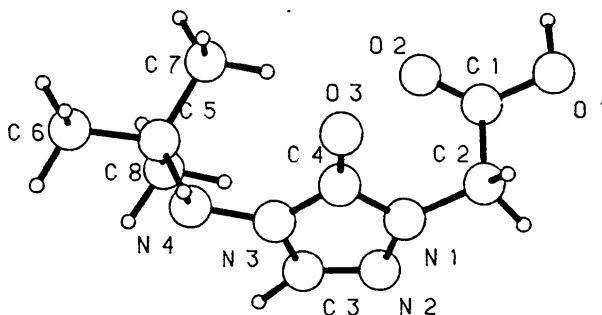


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

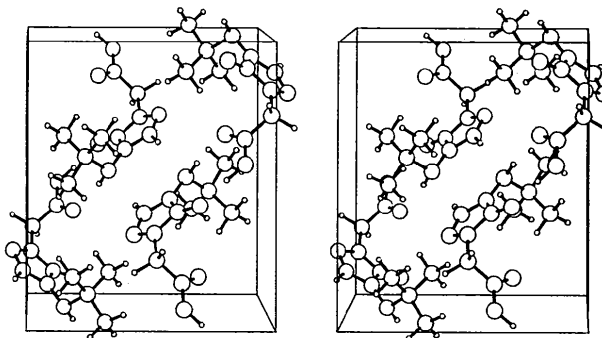


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure suivant *Ox*.

L'accès en synthèse à ce type de structure hétérocyclique peu banale sera décrit dans une prochaine publication.

Nous remercions M. M. Vermeire pour l'assistance technique. Une partie du travail (synthèse) a été réalisée alors que l'un de nous (BP) bénéficiait d'un mandat d'aspirant du Fonds National de la Recherche Scientifique Belge.

## References

- LUGER, P. & BÜLOW, R. (1983). *J. Appl. Cryst.* **16**, 431–432.  
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.  
 SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Programme pour la résolution des structures cristallines. Univ. de Göttingen, Allemagne.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 1559–1561

## Structure of (4*S*,5*S*,7*S*,8*S*)-11-Hydroxy-1(10)-guaïen-8-yl (1*S*)-1-Phenylethylcarbamate

BY JETTE SANDHOLM JENSEN AND ELSE LEMMICH

*Department of Organic Chemistry, Royal Danish School of Pharmacy, DK-2100 Copenhagen, Denmark*

AND MICHAEL GAJHEDE

*Department of Physical Chemistry, The H.C. Ørsted Institute, University of Copenhagen, DK-2100 Copenhagen, Denmark*

(Received 12 July 1990; accepted 20 December 1990)

**Abstract.** (1) [3*S*-(3 $\alpha$ ,3 $\alpha$ ,5 $\alpha$ ,6 $\beta$ )]-1,2,3,3a,4,5,6,7-Octahydro-3,8-dimethyl-5-(1-hydroxy-1-methylethylidene)azulen-6-yl (1*S*)-1-phenylethylcarbamate, C<sub>24</sub>H<sub>35</sub>NO<sub>3</sub>, *M<sub>r</sub>* = 385.55, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>, *a* = 8.388 (2), *b* = 18.520 (5), *c* = 14.132 (3) Å,  $\beta$  = 98.71 (2)°, *V* = 2170 (2) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.180 (2) g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda$ (Mo *K* $\alpha$ ) = 0.71073 Å,  $\mu$  = 0.715 cm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 840, *T* = 110 K, final *R* = 0.051 for 3360 unique observed reflections. The asymmetric unit contains molecules of approximately the same conformation, only the arrangement of the phenyl rings is slightly different. An intramolecular hydrogen bond is observed in both molecules, O(16)—O(19) = 2.80 (1) Å, O(16)—H(16A)—O(19) = 165 (1)° and O(16')—O(19') = 2.84 (1) Å, O(16')—H(16')—O(19') = 172 (1)°. The cycloheptene moiety adopts a twisted conformation which is a low energy conformer according to Allinger & Sprague [*J. Am. Chem. Soc.* (1972), **94**, 5734–5747]. The cyclopentane moiety adopts a slightly distorted envelope conformation. A search for CC(C)OC(=O)NC(C)C fragments in the Cambridge Structural Database (release of July, 1989), giving a total of 82 molecules, showed a planar arrangement of the urethane fragments [OC(=O)N], the arrangement being *trans-trans* in 75 molecules and *trans-cis* in 7 molecules. The *trans-trans* arrangement is also favoured in the present compound.

**Experimental.** (I) was prepared from (4*S*,5*S*,7*S*,8*S*)-1(10)-guaïen-8,11-diol and (S)-(-)-1-phenylethylisocyanate (Lemmich, Smitt, Jensen & Christensen (1991)). Crystallization from ether–petroleum ether gave colourless plates, m.p. 401–402 K.  $[\alpha]_D^{20}$  = +11.2°. Crystal dimensions 0.1 × 0.3 × 0.4 mm. Preliminary film data indicated the space groups *P*2<sub>1</sub> or *P*2<sub>1</sub>/*m*, with the reflections *hkl*: *h* + *l* = 2*n* + 1 systematically weak but observable. *P*2<sub>1</sub> was chosen since the crystals are chiral. Diffraction data were collected on an Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer. The crystal was cooled to 110 ± 0.8 K in a stream of N<sub>2</sub> gas. Unit-cell dimensions were determined from a least-squares fit of 25 reflections, well distributed in reciprocal space, 15 <  $\theta$  < 21°. 7518 reflections were measured with  $\omega/2\theta$  scans, 2 $\theta$  ≤ 50.0°, *hkl* ranges: *h*: 0 → 9, *k*: -21 → 21, *l*: -16 → 16. Three reflections (10 $\bar{3}$ , 032 and 020) were measured every 2.8 h to check for decay of the crystal, which decay was not observed. The intensity data were corrected for Lorentz–polarization effects but not for absorption. They were averaged to 6078 independent reflections [*R*<sub>int</sub>(*I*) = 0.034], 3360 of which with *F<sub>o</sub>*<sup>2</sup> > 3.0 $\sigma$ (*F<sub>o</sub>*<sup>2</sup>) were considered observed. The structure was solved by direct methods using *SHELXS86* (Sheldrick, 1990) and least-squares refined on *F* with the *SDP* package (Enraf–Nonius, 1981). The H atoms were located and included in