

Refinement

Refinement on F^2 $R = 0.043$ $wR = 0.056$ $S = 1.83$

1116 reflections

172 parameters

All H-atom parameters refined

$$w = 1/\sigma(|F_o|)^2$$

$$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.18$$

$$\Delta\rho_{\max} = 0.20 \text{ e } \text{Å}^{-3}$$

$$\Delta\rho_{\min} = -0.16 \text{ e } \text{Å}^{-3}$$

Atomic scattering factors

from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Vol. IV)Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic thermal parameters (Å^2)
$$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j B_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
O1	0.1758 (2)	0.2595	0.8055 (2)	4.96 (5)
O2	0.3085 (1)	0.4909 (8)	0.4162 (2)	4.19 (5)
N	0.0909 (2)	-0.1105 (1)	0.0262 (4)	5.15 (8)
C1	0.1078 (2)	0.0007 (9)	0.4770 (3)	3.64 (6)
C2	0.0787 (2)	-0.1050 (9)	0.3179 (4)	3.99 (7)
C3	0.1247 (2)	-0.0100 (9)	0.1873 (3)	3.71 (6)
C4	0.2024 (2)	0.1912 (1)	0.2261 (3)	3.98 (7)
C4A	0.2312 (2)	0.2954 (9)	0.3890 (3)	3.43 (6)
C4B	0.1847 (2)	0.2071 (9)	0.5192 (3)	3.35 (6)
C5	0.4186 (2)	0.8063 (1)	0.5927 (4)	4.42 (8)
C6	0.4525 (2)	0.9362 (1)	0.7464 (4)	4.75 (8)
C7	0.4094 (2)	0.8761 (1)	0.8821 (4)	4.74 (8)
C8	0.3316 (2)	0.6806 (9)	0.8636 (4)	4.22 (8)
C8A	0.2956 (2)	0.5418 (9)	0.7090 (3)	3.52 (6)
C8B	0.3395 (2)	0.6089 (9)	0.5733 (3)	3.55 (6)
C9	0.2153 (2)	0.3284 (9)	0.6868 (3)	3.57 (6)

Table 2. Selected bond distances (Å) and angles ($^\circ$)

O1—C9	1.239 (3)	O2—C4A	1.366 (3)
O2—C8B	1.362 (3)	N—C3	1.363 (4)
C1—C2	1.352 (4)	C1—C4B	1.402 (4)
C2—C3	1.410 (4)	C3—C4	1.391 (4)
C4—C4A	1.376 (4)	C4A—C4B	1.403 (3)
C4B—C9	1.442 (3)	C5—C6	1.367 (4)
C5—C8B	1.392 (4)	C6—C7	1.380 (4)
C7—C8	1.374 (4)	C8—C8A	1.397 (4)
C8A—C8B	1.394 (4)	C8A—C9	1.454 (4)
C4A—O2—C8B	119.1 (2)	C2—C1—C4B	121.7 (3)
C1—C2—C3	121.0 (3)	N—C3—C2	119.9 (3)
N—C3—C4	121.5 (3)	C2—C3—C4	118.6 (3)
C3—C4—C4A	119.5 (3)	O2—C4A—C4	115.6 (2)
O2—C4A—C4B	121.9 (2)	C4—C4A—C4B	122.4 (2)
C1—C4B—C4A	116.8 (2)	C1—C4B—C9	122.7 (2)
C4A—C4B—C9	120.5 (2)	C6—C5—C8B	119.3 (3)
C5—C6—C7	121.2 (3)	C6—C7—C8	119.7 (3)
C7—C8—C8A	120.8 (3)	C8—C8A—C8B	118.4 (2)
C8—C8A—C9	122.0 (2)	C8B—C8A—C9	119.6 (2)
O2—C8B—C5	116.2 (2)	O2—C8B—C8A	123.1 (2)
C5—C8B—C8A	120.7 (3)	O1—C9—C4B	122.9 (2)
O1—C9—C8A	121.3 (2)	C4B—C9—C8A	115.8 (2)

Synthesis of the title compound was carried out by Friedel-Crafts reaction (Goldberg & Walker, 1953). The reaction mixture was purified by column chromatography on alumina and by heating with active charcoal in acetone. Single crystals suitable for X-ray diffraction were obtained from an ethanol solution by slow evaporation. Evaluation of SHG activity was carried out according to the technique of Kurtz & Perry (1968). Data were corrected for Lorentz and polarization effects in the usual way. Absorption corrections were not applied as the linear absorption coefficient was sufficiently small. The structure was solved by direct methods using *MULTAN78* (Main, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1978). Full-matrix least-squares refinement was performed with 16 anisotropic non-H atoms and

nine isotropic H atoms. All calculations were carried out on a HITAC M-200H computer at Hiroshima University using the structure analysis program system *UNICS3* (Sakurai & Kobayashi, 1979).

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom coordinates and bond distances and angles including those involving H atoms have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71282 (13 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: OH1020]

References

- Biswast, S. C. & Sen, R. K. (1982). *Indian J. Pure Appl. Phys.* **20**, 414–415.
 Goldberg, A. A. & Walker, H. A. (1953). *J. Chem. Soc.* pp. 1348–1357.
 Imanishi, Y., Itoh, Y., Kakuta, A. & Mukoh, A. (1990). *SPIE*, **1361**, 570–580.
 Kurtz, S. K. & Perry, T. T. (1968). *J. Appl. Phys.* **39**, 3798–3813.
 Main, P., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, 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.
 Sakurai, T. & Kobayashi, K. (1979). *Rep. Inst. Phys. Chem. Res.* **56**, 69–77.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2042–2045

Verfeinerung der Kristallstruktur des Tetraethylammoniumheptaiodids†

KARL-FRIEDRICH TEBBE UND THEO GILLES

Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln, Greinstraße 6, D-50939 Köln, Deutschland

(Eingegangen am 5. November 1992; angenommen am 20. April 1993)

Abstract

The long known structure of tetraethylammonium heptaiodide, Et_4NI_7 , has been largely confirmed. It consists of linear triiodide units I_3^- perpendicular to layers of iodine molecules I_2 . They are connected to the ends of the I_3^- ions forming a network of zigzag chains. The holes of this iodine network are filled with the now ordered cations, so the centrosymmetric space group $Abam$ has to be replaced by the noncentrosymmetric $Aba2$.

† Untersuchungen an Polyhalogeniden. 10. Teil 9: Tebbe & Krauss (1990).

Erläuterungen

Polyhalogenide von Tetraalkylammoniumionen sind seit mehr als einem Jahrhundert bekannt und schon damals zusammenfassend beschrieben worden (Geuther, 1887). Die Kristallstrukturen einiger Verbindungen wurden bereits mit Filmmethoden ermittelt, blieben aber ungenau und zum Teil unvollständig oder unsicher, insbesondere in den kationischen Bereichen (Havinga & Wiebenga, 1955, 1958; James, Hach, French & Rundle, 1955). Im Falle des Tetraethylammoniumheptaiodids war eine Unterscheidung zwischen den Raumgruppen *Abam* (Nr. 64 Standardaufstellung *Cmca*; fehlgeordnetes Kation) und *Aba2* (Nr. 41; starke Pseudosymmetrie) damals nicht sicher möglich (Havinga & Wiebenga, 1958). In der Raumgruppe *Aba2* gehören das Anion und das Kation zur Punktgruppe C_{2v} . In der Raumgruppe *Abam* haben diese dagegen die Symmetrie C_{2h} , so daß dort das tetraedrische Tetraethylammonium-Kation fehlgeordnet beschrieben werden muß (siehe auch Vincent, Knop, Linden, Cameron & Robertson, 1988).

Ziel der erneuten Untersuchung ist die endgültige Festlegung der Symmetrie und die Ermittlung genauerer Strukturparameter für dieses erste strukturell untersuchte und daher immer noch als Repräsentant geltende Heptaiodid.

Die hier vorgelegten Strukturdaten haben sich gegenüber den früher erschöpfend beschriebenen kaum verändert (Havinga & Wiebenga, 1955, 1958). Insbesondere bleibt die Iod-Teilstruktur im wesentlichen erhalten. Diese besteht aus symmetrischen, nahezu linearen Triiodidionen I_3^- , deren beide Enden äquidistant und annähernd orthogonal zu ihrer Achse durch jeweils zwei aufgeweitete Iodmoleküle I_2 mit sekundären Bindungsabständen (Alcock, 1972) vernetzt werden. Jedes Endatom erhält dadurch eine

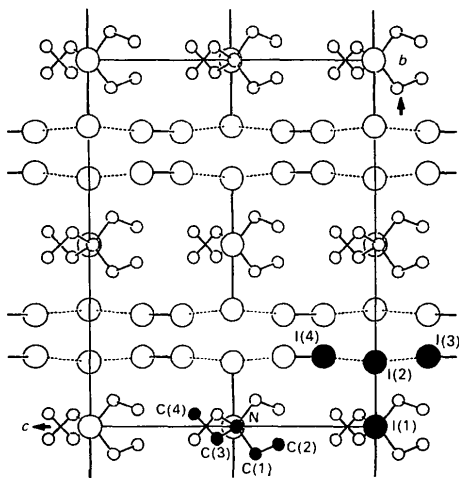


Fig. 1. Projektion der Kristallstruktur längs [100].

insgesamt trigonal pyramidale Umgebung. Beide Pyramiden sind über das Triiodidion als gemeinsame Kante vernetzt (Fig. 1). Die anionische Teilstruktur bleibt auch in der hier gewählten azentrischen Raumgruppe nahezu zentrosymmetrisch und bildet einen Schichtverband aus vernetzten Zickzack-Ketten. Der Bauverband läßt sich folglich als ${}^2[I_3^-(I_2)_{4/2}]$ beschreiben, so daß keine isolierten Heptaiodidionen erkennbar sind. Allein das Kation erzwingt eine Symmetrierniedrigung der gesamten Struktur, welche für dieses zu einer geordneten Beschreibung und gleichzeitig zu sinnvollen geometrischen Parametern führt. Für eine in der zentrosymmetrischen Beschreibung notwendige Aufspaltung der Kohlenstofflagen gibt es weder nach der Freigabe der Besetzungszahlen noch in den Restelektronendichten Hinweise.

Experimentelles

Kristalldaten

$M_r = 1018,584$
 Orthorhombisch
Aba2
 $a = 11,511 (3) \text{ \AA}$
 $b = 15,654 (5) \text{ \AA}$
 $c = 12,358 (5) \text{ \AA}$
 $V = 2226 (1) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 3,038 \text{ Mg m}^{-3}$
 Mo $K\alpha$ Strahlung
 $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$

Gitterparameter aus 24 Reflexen
 $\theta = 6,6 - 16,7^\circ$
 $\mu = 9,645 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 294 \text{ K}$
 Quaderförmig
 $0,23 \times 0,18 \times 0,15 \text{ mm}$
 Violett-schwarz
 Kristallquelle: Darstellung
 im stöchiometrischen
 Ansatz aus iodgesättigtem
 Ethanol

Datensammlung

Enraf-Nonius CAD-4
 Diffraktometer
 ω/θ Abtastung
 Absorptionskorrektur:
 empirisch
 $T_{\min} = 0,807, T_{\max} = 1,0$
 5106 gemessene Reflexe
 1321 unabhängige Reflexe
 1155 beobachtete Reflexe
 $[F_o > 4\sigma(F_o)]$

$R_{\text{int}} = 0,017$
 $\theta_{\max} = 27,5^\circ$
 $h = -20 \rightarrow 16$
 $k = 0 \rightarrow 16$
 $l = -14 \rightarrow 14$
 3 Kontrollreflexe
 Häufigkeit: 120 min
 Intensitätsschwankung:
 1%

Verfeinerung

Verfeinerung auf F
 $R = 0,0321$
 $wR = 0,0306$
 $S = 1,750$
 1155 Reflexe
 53 Parameter
 Nur H-Atom Temperaturfaktoren verfeinert
 $w = 1/[\sigma^2(F) + (0,0001|F|^2)]$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,001$

$\Delta\rho_{\max} = 0,71 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0,81 \text{ e \AA}^{-3}$
 Extinktionskorrektur: $|F^*| = |F|(1 - 10^{-4}g|F_c|^2/\sin\theta)$
 Extinktionskoeffizient: $g = 0,00015 (2)$
 Atomformfaktoren aus *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Bd. IV)

Tabelle 1. *Atomlagen und isotrope Temperaturkoeffizienten* (\AA^2)
$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j.$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
I(1)	0	0	0	0,0547 (2)
I(2)	-0,07430 (5)	0,17850 (3)	0,0015 (3)	0,0678 (2)
I(3)	0,15769 (17)	0,19313 (10)	-0,1799 (3)	0,0628 (7)
I(4)	0,15789 (17)	0,19361 (12)	0,1807 (3)	0,0648 (6)
N	0	0	0,4884 (13)	0,041 (2)
C(1)	0,0413 (8)	-0,0741 (6)	0,4212 (8)	0,054 (2)
C(2)	0,1310 (13)	-0,0481 (10)	0,3395 (14)	0,075 (4)
C(3)	-0,0977 (9)	-0,0331 (7)	0,5575 (9)	0,065 (3)
C(4)	-0,1535 (14)	0,0348 (12)	0,6391 (17)	0,091 (5)

Tabelle 2. *Bindungslängen* (\AA) *und Bindungswinkel* ($^\circ$)

I(1)—I(2)	2,922 (1)	N—C(1)	1,50 (1)
I(2)—I(4')	3,479 (4)	N—C(3)	1,51 (1)
I(2)—I(3)	3,494 (4)	C(1)—C(2)	1,50 (2)
I(3)—I(4)	2,734 (4)	C(3)—C(4)	1,60 (2)
I(2)—I(1)—I(2')	179,27 (15)	C(1)—N—C(1')	113,3 (11)
I(1)—I(2)—I(4')	81,03 (5)	C(1)—N—C(3)	106,5 (6)
I(1)—I(2)—I(3)	80,49 (5)	C(1)—N—C(3')	110,0 (5)
I(4')—I(2)—I(3)	79,44 (8)	C(3)—N—C(3')	110,5 (11)
I(4)—I(3)—I(2)	176,29 (7)	N—C(1)—C(2)	112,2 (9)
I(3')—I(4')—I(2)	175,90 (7)	N—C(3)—C(4)	115,5 (10)

Darstellung der Substanz im stöchiometrischen Ansatz [2,2 g (8,55 mmol) Et_4NI und 6,6 g (26,0 mmol) I_2] in mit Iod gesättigtem Ethanol, Züchtung von Einkristallen durch Umkristallisieren in einem H-förmigen Glasrohr längs eines Temperaturgefälles von 298 nach 293 K zwischen den unteren Enden. Röntgenographische Voruntersuchung eines Kristalls mit der Weissenberg Technik {[001], ($hk0$), ($hk1$)}, Bestätigung der früher angegebenen (Havinga & Wiebenga, 1955, 1958) Gitterkonstanten und der Lauesymmetrie.

Festheftung eines quaderförmigen Kristalls mit Siliconfett in einer anschließend zugeschmolzenen Glaskapillare; zunächst Versuch einer unabhängigen Strukturlösung in der Raumgruppe *Abam* durch Anwendung der 'Direkten Methoden' zur Lösung des Phasenproblems; Entnahme der Iodatome aus der *E*-Map und nach deren isotroper Verfeinerung ($R_F = 0,107$) Ermittlung der Kohlenstoff- und Stickstoffatome aus Differenz-Fourier-Synthesen, Fixierung der Besetzungszahl der Kohlenstoffatome auf 0,5 (Fehlordnung) und isotrope Verfeinerung aller Atome ($R_F = 0,077$), danach anisotrope Verfeinerung der Iodlagen ($R_F = 0,039$) mit anschließender Berücksichtigung der Wasserstofflagen in starren Methyl- und Methylengruppen idealer Geometrie ($R_F = 0,036$) nach der Methode der kleinsten Quadrate, Hinweis über die Bindungsabstände N—C von 1,66 und 1,42 \AA auf eine in *Abam* notwendige, aber unerlaubte Fixierung des Stickstoffatoms auf der speziellen Lage $(0,0, \frac{1}{2})$, unabhängige Lösung des Phasenproblems durch Anwendung der 'Direkten Methoden' in der Raumgruppe *Ab2*, Entnahme der Schweratome aus der *E*-Map, Verschiebung der Koordinaten entlang der *z* Achse und Fixierung des zentralen Iodatoms der I_3^- Einheit auf $z = 0$, um eine weitgehende Übereinstimmung der Lageparameter mit denen der parallelen Rechnung in der Raumgruppe *Abam* zu erreichen, zunächst isotrope Verfeinerung der Iodlagen ($R_F = 0,101$) und Entnahme der Kohlenstoff- und Stickstoffatome aus Differenz-Fourier-Synthesen. Danach isotrope Verfeinerung aller Atome ($R_F = 0,073$), dann anisotrope Verfeinerung der Iodlagen ($R_F = 0,036$) nach der Methode der kleinsten Quadrate und anschließend Korrektur der sekundären

Extinktionseffekte ($R_F = 0,032$), keine Restdichten auf den Lagen des gespiegelten Kations erkennbar, wegen der starken Pseudosymmetrie der anionischen Teilstruktur allerdings hohe Korrelationen zwischen den Iodpaaren und eine nur geringfügig bessere Beschreibung des Bildes als des Spiegelbildes der Struktur möglich.

Datenreduktion mit dem Programmsystem *SDP-Plus* (Frenz, 1978). Strukturlösung mit *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Verfeinerung mit *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Auswertung der Strukturdaten mit *ORFFE4* (Busing, Martin, Levy, Brown, Johnson & Thiessen, 1977) und *PARST* (Nardelli, 1983). Zeichnung der Struktur mit *SCHAKAL88* (Keller, 1988). Kontrolle der Auslöschungsbedingungen und Erstellung der Tabellen mit *KRISTALL-ST* (Tebbe, 1992) und Berechnung des theoretischen Pulverdiagramms mit *LAZY PULVERIX* (Yvon, Jeitschko & Parthé, 1977). Rechenanlagen Atari ST unter *TOS* des Instituts für Anorganische Chemie, PDP 11/23+ unter *RSX11M* der Chemischen Institute und IBM 3084-Q unter *VM/XASP* mit *CMS* des Rechenzentrums der Universität zu Köln.

Diese Arbeit wurde durch den Fonds der Chemischen Industrie und die Deutsche Forschungsgemeinschaft gefördert. Wir danken den Genannten für die Unterstützung.

Die Liste der Strukturamplituden, der anisotropen Temperaturkoeffizienten, der H-Atom-Koordinaten und der geometrischen Parameter sind bei dem British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71279: 15 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF Aktenzeichen: SE1023]

Literatur

- Alcock, N. W. (1972). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* **15**, 1–58.
- Busing, W. R., Martin, K. O., Levy, H. A., Brown, G. M., Johnson, C. K. & Thiessen, W. E. (1976). *ORFFE4*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VSTA.
- Frenz, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP – a Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Solution. Computing in Crystallography*, herausgegeben von H. Schenk, R. Olthof-Hazekamp, H. van Koningsveld & G. C. Bassi, S. 64–71. Delft Univ. Press.
- Geuther, A. (1887). *Lieb. Ann.* **240**, 66–92.
- Havinga, E. E. & Wiebenga, E. H. (1955). *Proc. K. Ned. Akad. Wet. Ser. B*, **58**, 412–414.
- Havinga, E. E. & Wiebenga, E. H. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 733–737.
- James, W. J., Hach, R. J., French, D. & Rundle, R. E. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 814–818.
- Keller, E. (1988). *SCHAKAL88. Fortran Program for the Graphical Representation of Molecular and Crystallographic Models*. Univ. Freiburg, Deutschland.
- Nardelli, M. (1983). *Comput. Chem.* **7**, 95–98.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. Cambridge, England.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. A Program for the Solution of Crystal Structures*. Univ. Göttingen, Deutschland.
- Tebbe, K. -F. (1992). *KRISTALL-ST. Ein Programmsystem zur Erstellung von Eingabefiles, Tabellen und Pulverdiagrammen*. Univ. Köln, Deutschland.
- Tebbe, K. -F. & Krauss, N. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 878–880.

Vincent, B. R., Knop, O., Linden, T., Cameron, S. & Robertson, K. N. (1988). *Can. J. Chem.* **66**, 3060–3069.
 Yvon, K., Jeitschko, W. & Parthé, E. (1977). *J. Appl. Cryst.* **10**, 73–74.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2045–2046

Methyl 4-(Benzylamino)-6-methyl-2-oxo-3-cyclohexene-1-carboxylate, $C_{16}H_{19}NO_3$

MACIEJ KUBICKI† AND PENELOPE W. CODDING

Departments of Chemistry and of Pharmacology and Therapeutics, University of Calgary, 2500 University Drive NW, Calgary, Alberta, Canada T2N 1 N4

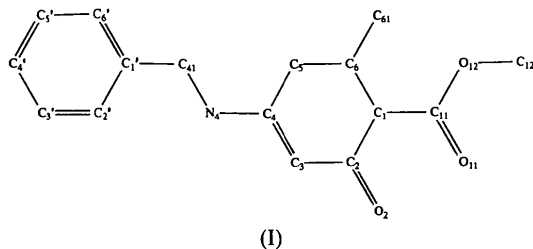
(Received 23 February 1993; accepted 14 June 1993)

Abstract

The cyclohexene ring adopts an almost ideal sofa conformation. The bond lengths of the C=C—C=O fragment indicate strong conjugation through these bonds. Other planar fragments of the molecule, *i.e.* the phenyl ring and the ester group, make angles of 60.82 (4) and 75.20 (6)°, respectively, with the plane of the cyclohexene ring. The methyl substituent occupies an equatorial position. In the crystal structure, the intermolecular N—H...O hydrogen bonds form infinite chains of molecules along the [010] direction.

Comment

The title compound (I) has been found to exhibit anticonvulsant activity with a remarkable lack of neurotoxicity. The protective index, PI (defined as the ratio of the median toxic dose, TD₅₀, to the median effective dose, ED₅₀), was found to be 7.7 in mice and 18.7 in rats (Edafiohgo *et al.*, 1992). These values compare favourably with the respective values for currently marketed anticonvulsants.



† On leave from the Department of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Grunwaldzka 6, 60-780 Poznań, Poland.

The cyclohexene ring exists in a sofa conformation with atoms C1–C5 almost perfectly coplanar and the largest deviation from the least-squares plane being 0.006 (1) Å; atom C6 deviates 0.618 (2) Å from this plane. A small value for the asymmetry parameter ΔC_3^3 (Duax & Norton, 1975) of 0.75 indicates only minor distortion from an ideal sofa conformation. Also, the values of the intra-annular torsion angles are close to the values calculated by Bucourt & Hainaut (1965) for this conformation. The bond lengths C2—O2 and C3—C4 are significantly lengthened while the bond C2—C3 is shortened in comparison with typical values for an O=C—C=C group (Allen *et al.*, 1987; Abell, Allen, Bugg, Doyle & Raithby, 1988), and the fragment O2—C2—C3—C4—N4 is nearly planar. These features indicate significant conjugation in this fragment. The phenyl ring is planar with a maximum deviation of 0.006 (1) Å. The angle between the plane of the ester group O11=C11—O12—C12 and the plane of phenyl ring is 45.68 (7)°. The methyl group (C61) is in an equatorial position, as indicated by the values of the torsion angles C4—C5—C6—C61 and C2—C1—C6—C61 of -173.3 (1) and 172.9 (1)°, respectively. In the crystal structure, the molecules are connected by N4—H4...O2(*x*, $-1 + y$, *z*) hydrogen bonds [N...O 2.930 (1), H...O 2.13 (1) Å, N—H...O 162 (1)°] to form infinite chains.

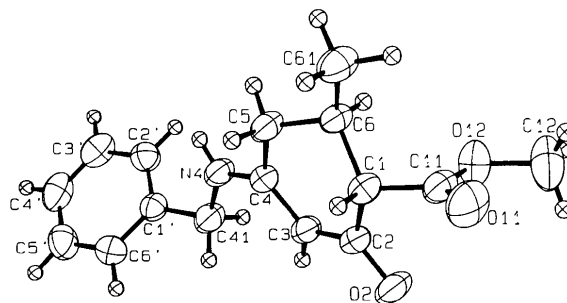


Fig. 1. Thermal ellipsoid representation of the molecule (Johnson, 1976) with the atomic numbering scheme. Anisotropic ellipsoids are drawn at the 50% probability level; H atoms are represented as spheres of arbitrary radii.

Experimental

Crystal data

$C_{16}H_{19}NO_3$
 $M_r = 273.32$
 Monoclinic
 $P2_1/n$
 $a = 8.9562$ (4) Å
 $b = 7.1033$ (3) Å
 $c = 22.7440$ (10) Å
 $\beta = 90.017$ (4)°
 $V = 1446.94$ (11) Å³
 $Z = 4$

$D_x = 1.255$ Mg m⁻³
 Cu $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 1.54178$ Å
 Cell parameters from 25 reflections
 $\theta = 30.30$ – 53.55 °
 $\mu = 0.701$ mm⁻¹
 $T = 293$ (2) K
 Plate
 $0.35 \times 0.35 \times 0.10$ mm
 Colourless