

Crystal data

$C_{22}H_{31}N_2O_5S_2^+Cl^- \cdot H_2O$
 $M_r = 521.10$
 Orthorhombic
 $P2_12_12_1$
 $a = 10.5075 (15) \text{ \AA}$
 $b = 10.6251 (15) \text{ \AA}$
 $c = 23.407 (3) \text{ \AA}$
 $V = 2613.1 (6) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 1.325 \text{ Mg m}^{-3}$
 D_m not measured

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$
 Cell parameters from 25 reflections
 $\theta = 20\text{--}24^\circ$
 $\mu = 0.34 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 296 \text{ K}$
 Needle
 $0.63 \times 0.38 \times 0.32 \text{ mm}$
 Colorless

Data collection

Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer
 $3\theta/5\theta$ scans
 Absorption correction: none
 3482 measured reflections
 3482 independent reflections
 2786 reflections with $I > 2\sigma(I)$

$\theta_{\max} = 27.82^\circ$
 $h = -13 \rightarrow 13$
 $k = 0 \rightarrow 13$
 $l = 0 \rightarrow 30$
 3 standard reflections
 frequency: 83 min
 intensity decay: 0.16%

Refinement

Refinement on F^2
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.040$
 $wR(F^2) = 0.108$
 $S = 1.09$
 3482 reflections
 422 parameters
 H atoms: see below
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0461P)^2 + 0.7969P]$
 where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.017$

$\Delta\rho_{\max} = 0.24 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\min} = -0.27 \text{ e \AA}^{-3}$
 Extinction correction: none
 Scattering factors from *International Tables for Crystallography* (Vol. C)
 Absolute configuration: Flack (1983)
 Flack parameter = $-0.22 (10)$

Table 1. *Hydrogen-bonding data* (\AA)

O82...Cl ⁱ	2.990 (3)	O100...O82	3.315 (5)
N4...Cl	3.212 (3)	O100...Cl ⁱⁱⁱ	3.326 (5)
N4...O81 ⁱⁱ	2.866 (4)		

Symmetry codes: (i) $2 - x, y - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - z$; (ii) $2 - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$; (iii) $x - 1, y, z$.

H atoms, except for those in the ethoxy group, are refined isotropically. H19A and H19B are calculated based on C20A. Torsion angles as well as the occupancy factor for C20A and C20B were refined. The average bond length and the bond angles are in agreement with the accepted values. The absolute configuration of the molecule was chosen based on previous studies.

Data collection: *CAD-4 Operations Manual* (Enraf–Nonius, 1977). Cell refinement: *CAD-4 Operations Manual*. Data reduction: *PROCESS* in *MolEN* (Fair, 1990). Program(s) used to solve structure: *SIR* (Altomare *et al.*, 1994) (direct methods). Program(s) used to refine structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Molecular graphics: *ORTEPII* (Johnson, 1976). Software used to prepare material for publication: *CIF VAX* in *MolEN*.

We would like to thank Dr Phillip Fanwick for his assistance with the refinement of this structure. This

work is supported by the Purdue/Wisconsin Program on the Effect of Water on Molecular Mobility of Crystalline and Amorphous Solids.

Supplementary data for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: BK1260). Services for accessing these data are described at the back of the journal.

References

- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A., Burla, M. C., Polidori, G. & Camalli, M. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
 Enraf–Nonius (1977). *CAD-4 Operations Manual*. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
 Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
 Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.
 Gu, L., Strickley, R. G., Chi, L. H. & Chowhan, Z. T. (1990). *Pharm. Res.* **7**, 379–383.
 Hausin, R. J. & Coddling, P. W. (1991). *J. Med. Chem.* **34**, 511–517.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 Molecular Simulations Incorporated (1994). *QUANTA4.0*. Burlington, USA.
 Precigoux, G., Geoffre, S. & Leroy, F. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 1022–1024.
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
 Strickley, R. G., Visor, G. C., Lin, L. H. & Gu, L. (1989). *Pharm. Res.* **7**, 971–975.

Acta Cryst. (1997). **C53**, 1919–1921

Methyl 1-Benzyl-3-cyclohexyl-2-oxopyrrolidine-2-carboxylate

FATMA BEN AMOR, IMEN BELTAIF, RAFÂA BESBES ET HASSEN AMRI

Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisie. E-mail: sonia.zghal@cck.mrt.tn

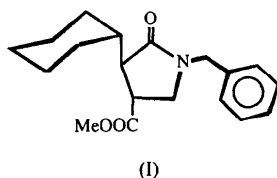
(Reçu le 9 avril 1997, accepté le 17 juillet 1997)

Abstract

In the crystal structure of the title compound, $C_{19}H_{25}NO_3$, the γ -lactam heterocyclic ring is planar. The cyclohexyl and methoxycarbonyl substituents are *trans*.

Commentaire

La structure de α -cyclohexyl- β -methoxycarbonyl- γ -lactame, (I), a été établie par diffraction des rayons X sur monocristal afin de déterminer la configuration de la molécule et surtout la disposition des deux atomes



d'hydrogène vicinaux des deux carbones asymétriques du groupement γ -lactame. Le groupement γ -lactame est pratiquement plan (r.m.s. $\Delta = 0,098 \text{ \AA}$), l'écart maximal par rapport au plan moyen est observé pour C3 [0,131 (2) \AA]. Cette conformation est rencontrée dans des composés ayant des groupements hétérocycliques proches (Chiaroni, Riche & Langlois, 1995; Lynch, Hulme, Magnus & Davis, 1995). Les hydrogènes portés par les carbones asymétriques respectifs C2 et C3 du groupement γ -lactame sont en *trans*, ils se trouvent de part et d'autre du plan moyen à des distances respectives de celui-ci: $-1,01 (2)$ et $1,01 (2) \text{ \AA}$. De même, les atomes de carbone C12 du cyclohexyl et C18 du carbonyle, liés à C2 et C3 sont en *trans* l'un par rapport à l'autre et s'éloignent respectivement de celui-ci de $0,843 (4)$ et $-0,766 (4) \text{ \AA}$. L'hydrogène de C12 est en *gauche* par rapport à l'hydrogène de C2, il dévie du plan du γ -lactame de $0,55 (2) \text{ \AA}$. Les groupements cyclohexyl et phényl sont en position équatoriale et de part et d'autre de ce plan. L'atome d'oxygène du carbonyle C18=O2 présente une certaine délocalisation: il est partagé en deux sites avec des taux d'occupation de $0,68$ et $0,32$ (a séparés par $\sim 0,7 \text{ \AA}$).

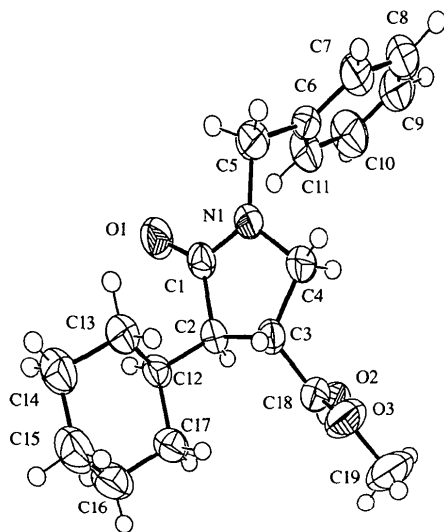


Fig. 1. Vue perspective de C₁₉H₂₅NO₃. Les ellipsoïdes ont 50% de probabilité.

Partie expérimentale

Dans un ballon muni d'un réfrigérant, on introduit 10 mmol de l'itaconate substitué et 21 mmol de benzylamine dans 10 ml d'un mélange méthanol-eau (9/1). Le mélange réactionnel est

maintenu sous reflux pendant 2 h. A la fin de la réaction, on évapore le solvant, le résidu obtenu est purifié sur colonne à base de gel de silice avec l'hexane-acétate d'éthyle (8/2) comme éluant. Le produit désiré est obtenu avec un rendement de 55%.

Données cristallines

C₁₉H₂₅NO₃
M_r = 315,40
 Triclinique
P $\bar{1}$
a = 6,286 (2) \AA
b = 7,698 (2) \AA
c = 18,144 (5) \AA
 α = 90,65 (2) $^\circ$
 β = 91,92 (3) $^\circ$
 γ = 96,51 (3) $^\circ$
V = 871,7 (4) \AA^3
Z = 2
D_x = 1,202 Mg m⁻³
D_m non mesurée

Collection des données

Diffractomètre CAD-4
 Balayage $\omega/2\theta$
 Pas de correction
 d'absorption
 3323 réflexions mesurées
 3071 réflexions
 indépendantes
 1830 réflexions avec
 $I > 2\sigma(I)$

Affinement

Affinement à partir des F^2
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,053$
 $wR(F^2) = 0,150$
S = 1,055
 3071 réflexions
 318 paramètres
 Tous les paramètres des
 atomes d'hydrogène
 affinés
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0815P)^2 + 0,0593P]$
 où $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0,71070 \text{ \AA}$
 Paramètres de la maille à
 l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 8-16^\circ$
 $\mu = 0,081 \text{ mm}^{-1}$
T = 293 (2) K
 Plaquette
 0,58 × 0,22 × 0,22 mm
 Incolore

R_{int} = 0,030
 $\theta_{\text{max}} = 24,97^\circ$
 $h = -7 \rightarrow 7$
 $k = 0 \rightarrow 9$
 $l = -21 \rightarrow 21$
 1 réflexion de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité:
 16,7%

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,043$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,189 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,242 \text{ e \AA}^{-3}$
 Correction d'extinction:
 SHELXL93 (Sheldrick,
 1993)
 Coefficient d'extinction:
 0,038 (7)
 Facteurs de diffusion des
 International Tables for
 Crystallography (Vol. C)

Tableau 1. Selected geometric parameters (\AA , $^\circ$)

N1—C1—C2	109,1 (2)	C1—N1—C4	113,8 (2)
C1—C2—C3	104,2 (2)	C1—N1—C5	124,7 (2)
C4—C3—C2	104,5 (2)	C4—N1—C5	121,2 (2)
N1—C4—C3	103,4 (2)		
N1—C1—C2—C3	7,9 (2)	C2—C3—C4—N1	22,2 (2)
C1—C2—C3—C4	-18,5 (2)	C3—C4—N1—C1	-18,9 (3)
C12—C2—C3—C18	95,2 (2)	C4—N1—C1—C2	7,1 (3)

Collection des données: CAD-4 EXPRESS (Duisenberg, 1992; Macicek & Yordanov, 1992). Affinement des paramètres de la maille: CAD-4 EXPRESS. Réduction des données: MolEN (Fair, 1990). Programme(s) pour la solution de la structure: SHELXS86 (Sheldrick, 1985). Programme(s) pour l'affinement

de la structure: *SHELXL93*. Graphisme moléculaire: *ORTEPII* (Johnson, 1976). Logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL93*.

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: CF1182). Les processus d'accès à ces archives est donné au dos de la couverture.

Références

- Chiaroni, A., Riche, C. & Langlois, N. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 1859–1861.
- Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
- Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Lynch, V. M., Hulme, C., Magnus, P. & Davis, B. E. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 2598–2601.
- Macicek, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.

Acta Cryst. (1997). **C53**, 1921–1923

3-Deoxy-D-fructose

WALTER A. SZAREK,^a ALEKSANDER W. ROSZAK,^{a†}
GISELLE M. CRONE^a AND OLIVIER R. MARTIN^b

^aDepartment of Chemistry, Queen's University, Kingston, Ontario, Canada K7L 3N6, and ^bDepartment of Chemistry, State University of New York, Binghamton, NY 13902-6016, USA. E-mail: szarekw@chem.queensu.ca

(Received 10 February 1997; accepted 24 June 1997)

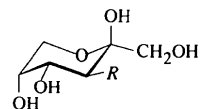
Abstract

The title compound, 3-deoxy-D-erythro-hexulose (3-deoxy-D-fructose), C₆H₁₂O₅, crystallizes from ethanol as the β-D-pyranose form in the ²C₅ conformation. Significant differences from β-D-fructopyranose (D-fructose) are observed in the hydrogen-bonding scheme. The primary hydroxyl group is hydrogen bonded internally to the ring oxygen in D-fructose, while it forms an intermolecular bond to the analogous oxygen of another molecule in the 3-deoxy analog. In both molecules, the hydroxyl group attached to anomeric carbon is a strong hydrogen-bond donor; it is also a hydrogen-bond acceptor in D-fructose, but not in 3-deoxy-D-fructose.

† Current address: Protein Crystallography, Department of Chemistry, University of Glasgow, Glasgow G12 8QQ, Scotland.

Comment

As part of continuing studies on the origin of the intense sweetness of D-fructose, (1), we have reported the preparation, the solution composition, and an evaluation of the sweet taste of the 3-deoxy analog of D-fructose, namely, 3-deoxy-D-erythro-hexulose, (2) (Szarek *et al.*, 1995). Compound (2) was found to be sweet, a result that indicated that the hydroxyl group at C3 is not an essential function of the glycoflore of D-fructose. In order to detect structural features such as intramolecular hydrogen bonding (Woods, Szarek & Smith, 1990) that may be responsible for the sweet taste of (2) and to identify possible structural differences with D-fructose, the crystal structure of (2) was also determined.



(1) 1βp; R=OH

(2) 2βp; R=H

3-Deoxy-D-fructose crystallizes from ethanol solution as the β-D-pyranose form (2βp) in a ²C₅ chair conformation (Fig. 1), *i.e.* the same structural entity as the preponderant form of (2) in aqueous solution (Szarek *et al.*, 1995). The Cremer & Pople (1975) puckering parameters for 2βp [$\theta = 177.5$ (3), $\varphi = 108$ (6)°, $Q = 0.556$ (3), $q_2 = 0.026$ (3) and $q_3 = -0.555$ (3) Å] indicate a nearly ideal chair conformation. As shown by the average torsion angle around the ring [55.6° for the title molecule *versus* 55.2° for β-D-fructopyranose (Takagi & Jeffrey, 1977)], the removal of the hydroxyl group at C3 does not change significantly the degree of puckering of the ring. The hydroxymethyl group is oriented +*sc* (*gauche*) with respect to O6, as in 1βp; the torsion angle O1—C1—C2—O6 is -62.4 (3) in (2) and -61.4° in (1).

Comparison of bond lengths and angles between the title molecule and D-fructose [from X-ray (Kanters

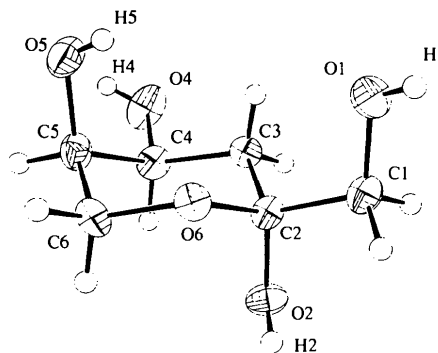


Fig. 1. View of the title molecule showing the labeling scheme. Displacement ellipsoids are shown at the 50% probability level and H atoms are drawn as spheres of arbitrary size.