

rhombic  $b$  axis corresponds to the hexagonal  $c$  axis).

Although thermal expansivities are presented for only two members of the MnP-type compounds, the very low value along the  $c$  axis in comparison with that

along the  $a$  axis for both compounds is consistent with the hypothesis that structures tend towards more symmetric arrangements of constituents with increasing temperature (Cartz, 1968; Li & Peacor, 1968).

The assistance of Mrs P. G. Neiswander and Mr R. A. Trudo is gratefully acknowledged.

#### References

- BAUGHMAN, R. J. (1972). *Mater. Res. Bull.* **7**, 1–4.  
 CARTZ, L. (1968). In *Anisotropy in Single-Crystal Refractory Compounds*, Vol. I, pp. 383–398, edited by F. W. VAHL-DIEK and S. A. MERSOL. New York: Plenum Press.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1959). Vol. II. Birmingham: Kynoch Press.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.  
 LI, C. T. & PEACOR, D. R. (1968). *Z. Kristallogr.* **126**, 46–65.  
 LYNCH, R. W. & MOROSIN, B. (1971). *J. Appl. Cryst.* **4**, 352–356.  
 PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*. Ithaca: Cornell Univ. Press.  
 PFISTERER, H. & SCHUBERT, K. (1950). *Z. Metallk.* **41**, 358–367.  
 STEWART, J. M. (1971). *The X-ray System of Crystallographic Programs*, Computer Science Center, Univ. of Maryland.  
 WEAVER, H. T., KNAUER, R. C., QUINN, R. K. & BAUGHMAN, R. J. (1972). *Solid State Commun.* **11**, 453–455.  
 WYCKOFF, R. W. G. (1963). *Crystal Structures*, Vol. I. New York: John Wiley.

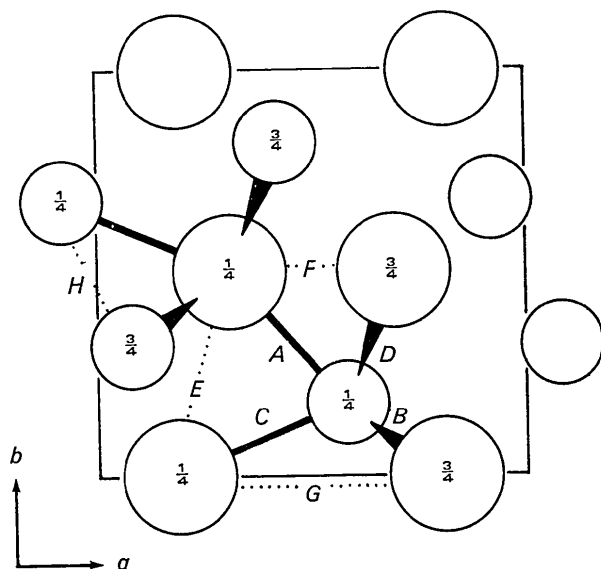


Fig. 2. A projection of PtSi and PtGe structures along the  $c$  axis; fractional heights indicated above projection plane; platinum atoms are represented as the larger circles.

*Acta Cryst.* (1973). **B29**, 1994

### Structure Cristalline de Composés Antituberculeux. IV.\* Structure Cristalline de l'Éthyl-2 Thiocarbamoyl-4 Pyridine

PAR M. ALLÉAUME ET F. LEROY

*Laboratoire de Cristallographie au CNRS, Faculté des Sciences, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France*

ET M. GADRET ET M. GOURSOLLE

*Laboratoire de Cristallographie, Faculté de Pharmacie, Université de Bordeaux II, Rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France.*

(Reçu le 9 mars 1973, accepté le 27 avril 1973)

2-Ethyl-4-thiocarbamoylpyridine ( $C_8N_2H_{10}S$ ) crystallizes in the monoclinic system, space group  $Cc$ , with cell dimensions  $a = 8.832$  (2),  $b = 14.996$  (4),  $c = 7.918$  (2) Å,  $\beta = 128.51$  (5)° and 4 molecules per cell. The refinement was carried out by least-squares calculations including anisotropic temperature factors. The final  $R$  value is 0.0292. The structure is made up of chains of molecules parallel to the (100) plane; the molecules are linked together by hydrogen bonds.

#### Introduction

Ce dérivé est utilisé en médecine humaine sous forme de chlorhydrate, soluble dans l'eau, et sous forme basique.

Nous avons, dans une précédente note (Colleter &

Gadret, 1968), rapporté la structure du chlorhydrate. C'est donc celle de la forme basique que nous nous proposons de décrire (Fig. 1).

#### Partie expérimentale

L'éthyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine cristallise très facilement dans différents solvants. Les cristaux utilisés

\* Partie III: *Acta Cryst.* (1970). **B26**, 151–1518.

ont été obtenus par évaporation d'une solution saturée dans l'acétone. Ce sont des petits prismes allongés suivant la direction *c*.

Les diagrammes de Weissenberg et les clichés de précession nous ont permis de déterminer le groupe de symétrie et des valeurs approchées des paramètres cristallins, valeurs qui ont été précisées lors des mesures au diffractomètre.

Système monoclinique. Groupe spatial *Cc*.  $a = 8,832(2)$ ;  $b = 14,996(4)$ ;  $c = 7,918(2)$  Å;  $\beta = 128,51(5)^\circ$ ;  $V = 819,35$  Å<sup>3</sup>;  $D_m = 1,345$ ;  $D_c = 1,352$  g cm<sup>-3</sup>;  $Z = 4$ ; nombre de réflexions: 836 dont 833 observées.

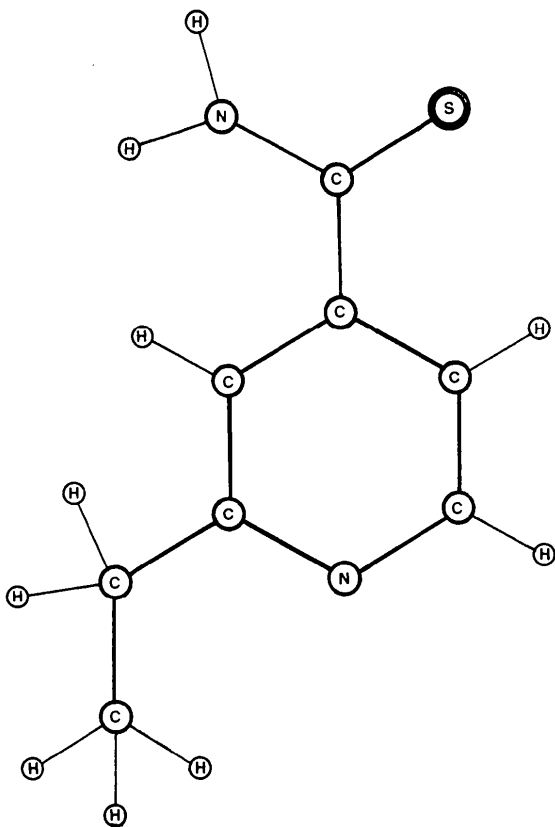


Fig. 1. Ethyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine.

Les intensités diffractées ont été mesurées sur diffractomètre automatique Siemens équipé d'un compteur à scintillations, en balayage  $\theta-2\theta$ , et en utilisant le rayonnement du cuivre filtré par du nickel.

Le principe de la mesure des intensités par la 'méthode des 5 points' est donné par le schéma de la Fig. 2. L'intensité s'écrit:

$$I = \frac{1}{2}(I_1 + I_3 + I_5) - (I_2 + I_4).$$

A chaque facteur de structure\* il a été attribué un poids absolu  $w$ , déduit de la statistique de comptage:

$$w = \frac{4Lp}{K_f K_t \sigma^2(I)} I,$$

où  $1/Lp$  est de facteur de Lorentz polarisation,  $K_f$  est le coefficient de filtre et  $K_t$  le coefficient de temps,  $\sigma^2(I)$  désigne l'écart quadratique moyen:

$$\sigma^2(I) = \frac{1}{4}(I_1 + I_3 + I_5) + I_2 + I_4 + (pI)^2$$

où  $p$  est le facteur d'appareil.

#### Détermination de la structure

Tous les calculs ayant trait à cette structure ont été effectués sur ordinateur IBM 360-44, en utilisant une version du programme de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966), adaptée au laboratoire.

Les facteurs de diffusion utilisés sont ceux des *International Tables for X-ray Crystallography* (1962) sauf pour l'hydrogène où les valeurs de Stewart, Davidson & Simpson (1965) ont été adoptées.

Pour le groupe *Cc*, les positions équivalentes des molécules dans la maille sont telles que seule la coordonnée  $y$  de l'atome lourd, c'est-à-dire ici le soufre, peut être déterminée à partir de la fonction de Patterson tridimensionnelle, les deux autres coordonnées  $x$  et  $z$

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la National Lending Library, Angleterre (Supplementary Publication No. SUP 30128). Des copies peuvent être obtenues en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique

Les coordonnées et les coefficients d'agitation thermique anisotrope sont multipliés par  $10^5$ .

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_1$	$B_{11}$	$B_{22}$	$B_{33}$	$B_{23}$	$B_{13}$	$B_{12}$
N(1)	23838 (42)	23325 (17)	82703 (43)	2,817	1892	324	1812	-17	2630	-41
C(2)	22736 (46)	30289 (18)	71280 (50)	2,472	1524	278	1741	-117	2111	-35
C(3)	22846 (46)	29097 (18)	53919 (48)	2,626	1685	248	1744	-62	2359	-61
C(4)	23824 (42)	20507 (18)	47830 (48)	2,518	1358	257	1647	-115	1926	-50
C(5)	24717 (49)	13379 (19)	59580 (51)	3,005	2111	234	2116	-9	2986	-1
C(6)	24776 (48)	15111 (19)	76799 (51)	3,242	2024	301	1944	194	2682	-44
C(7)	23331 (45)	18948 (17)	28848 (50)	2,773	1454	242	1765	-3	2032	65
N(8)	29924 (45)	25361 (18)	23678 (45)	3,138	2385	321	2048	-243	3382	-364
S(9)	13976 (0)	9536 (4)	14188 (0)	3,060	2296	223	2160	-267	3153	-125
C(10)	20971 (55)	39272 (21)	78456 (60)	3,712	2499	314	2547	-199	3598	87
C(1)	20451 (57)	47321 (21)	66632 (66)	4,597	2998	265	3352	-334	4460	-137

Tableau 1 (suite)

	x	y	z	$B_i$
H(12)	21749 (441)	34221 (193)	45829 (496)	2,224
H(13)	24299 (524)	7352 (235)	53590 (592)	4,648
H(14)	25108 (594)	10033 (251)	86901 (678)	4,917
H(15)	29114 (795)	24785 (328)	11701 (837)	6,986
H(16)	36283 (595)	30460 (229)	32276 (686)	4,608
H(17)	32420 (683)	39792 (255)	95985 (705)	5,088
H(18)	08669 (601)	39116 (217)	77862 (671)	4,520
H(19)	09729 (568)	47158 (207)	51141 (640)	4,673
H(20)	33391 (740)	47686 (297)	67562 (861)	7,879
H(21)	21221 (479)	52765 (215)	73311 (566)	3,784

ayant des valeurs arbitraires. Les positions relatives par rapport au soufre, des atomes C(4), C(7), N(8), ont été obtenues sur cette même fonction de Patterson tridimensionnelle.

Des sections de Fourier, effectuées avec les phases de ces quatre atomes ont révélé immédiatement le reste de la molécule.

L'affinement par moindres carrés a été mené de la façon suivante:

(a) avec un schéma de pondération

$$w = 1, \text{ si } |F_o| < P, \quad P = \sqrt{\frac{F_o^2(\text{max})}{10}},$$

$$w = \left(\frac{P^2}{F_o}\right), \text{ si } |F_o| > P;$$

- 4 cycles d'affinement avec agitation thermique isotrope sur les atomes S, C, N:  $R=0,114$ ;

- 3 cycles d'affinement avec agitation thermique anisotrope sur ces mêmes atomes:  $R=0,0611$ .

(b) Localisation des atomes d'hydrogène par fonctions 'différence' tridimensionnelles de Cochran;

- correction d'extinction secondaire.

(c) En pondération absolue

- 4 cycles d'affinement avec agitation thermique isotrope sur les atomes d'hydrogène et agitation thermique anisotrope sur les autres atomes:  $R=0,0292$ .

Tableau 2. Distances interatomiques en Å

N(1)—C(2)	1,345
C(2)—C(3)	1,392
C(3)—C(4)	1,397
C(4)—C(5)	1,387
C(5)—C(6)	1,385
C(6)—N(1)	1,338
C(4)—C(7)	1,495
C(7)—S(9)	1,681
C(7)—N(8)	1,315
C(2)—C(10)	1,507
C(10)—C(11)	1,511
C(3)—H(12)	0,96
C(5)—H(13)	1,01
C(6)—H(14)	1,09
N(8)—H(15)	0,91
N(8)—H(16)	0,94
C(10)—H(17)	1,10
C(10)—H(18)	1,06
C(11)—H(19)	0,98
C(11)—H(20)	1,10
C(11)—H(21)	0,95

Tableau 3. Angles interatomiques

C(6)—N(1)—C(2)	118,30
C(3)—C(2)—N(1)	121,48
C(10)—C(2)—C(3)	123,56
C(10)—C(2)—N(1)	114,93
C(4)—C(3)—C(2)	119,94
C(5)—C(4)—C(3)	117,97
C(3)—C(4)—C(7)	121,47
C(5)—C(4)—C(7)	120,52
C(6)—C(5)—C(4)	118,66
N(1)—C(6)—C(5)	123,61
N(8)—C(7)—C(4)	117,25
S(9)—C(7)—C(4)	121,27
S(9)—C(7)—N(8)	121,43
C(11)—C(10)—C(2)	116,79
H(17)—C(10)—C(2)	108
H(18)—C(10)—C(2)	108
H(18)—C(10)—H(17)	100
H(18)—C(10)—C(11)	111
H(19)—C(11)—C(10)	113
H(20)—C(11)—C(10)	112
H(21)—C(11)—C(10)	112
H(20)—C(11)—H(19)	104
H(21)—C(11)—H(19)	113
H(21)—C(11)—H(20)	102
H(12)—C(3)—C(2)	120
H(12)—C(3)—C(4)	120
H(13)—C(5)—C(4)	114
H(13)—C(5)—C(6)	127
H(14)—C(6)—C(5)	125
H(14)—C(6)—H(1)	111
H(15)—N(8)—C(7)	120
H(15)—N(8)—H(16)	117
H(16)—N(8)—C(7)	123

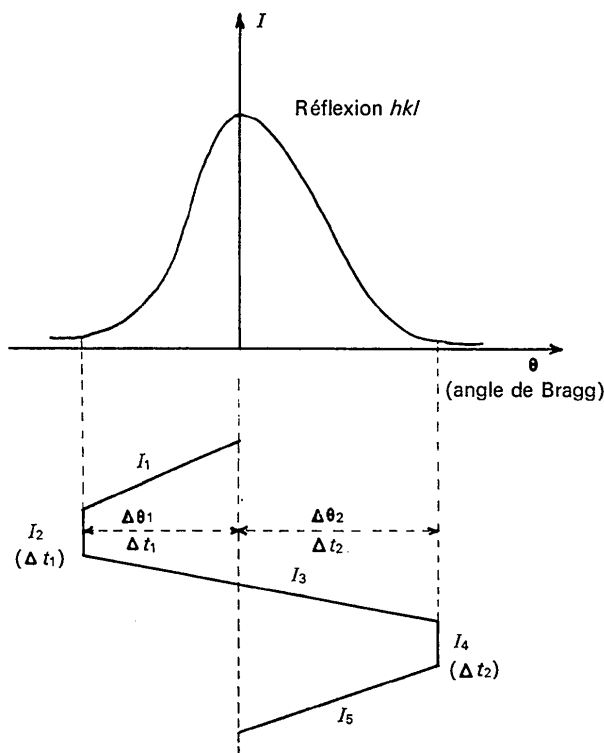


Fig. 2. Schéma de la mesure des intensités par la 'méthode des cinq points'.

### Résultats

Le Tableau 1 comporte:

- Les coordonnées atomiques suivies de l'écart type  $\sigma$  qu'il faut multiplier par  $10^{-5}$ .
- Les coefficients d'agitation anisotrope ou isotrope des différents atomes.

A partir de ces coordonnées nous avons calculé les distances et les angles interatomiques dans une molécule (Tableaux 2 et 3 et Figs. 3 et 4).

Tableau 4. Valeur moyenne de l'écart-type correspondant à chaque type de liaison ou d'angle

$\bar{\sigma}_C \approx 0,004 \text{ \AA}$	$\bar{\sigma}_{C-C} \approx 0,006 \text{ \AA}$	$\bar{\sigma}_{C-N-C} \approx 0,6^\circ$
$\bar{\sigma}_N \approx 0,004$	$\bar{\sigma}_{C-N} \approx 0,006$	$\bar{\sigma}_{C-C-N} \approx 0,6$
$\bar{\sigma}_S \approx 0,002$	$\bar{\sigma}_{S-C} \approx 0,005$	$\bar{\sigma}_{C-C-C} \approx 0,6$
$\bar{\sigma}_H \approx 0,05$	$\bar{\sigma}_{C-N} \approx 0,05$	$\sigma_{S-C-C} \approx 0,5$
		$\sigma_{S-C-N} \approx 0,5$
		$\bar{\sigma}_{H-C-C} \approx 5$
		$\bar{\sigma}_{H-C-H} \approx 7$

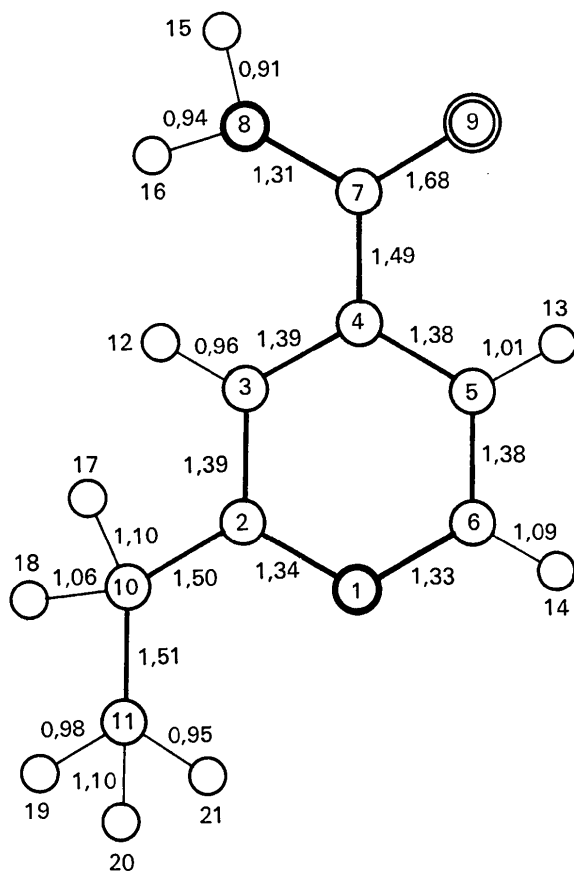


Fig. 3. Distances interatomiques en  $\text{\AA}$ .

La précision des résultats s'exprime de la façon suivante. Pour une position atomique, on obtient 3 écarts-type  $\sigma(x)$ ,  $\sigma(y)$ ,  $\sigma(z)$  correspondant aux trois directions du cristal. Ces valeurs exprimées en  $\text{\AA}$  sont du même ordre de grandeur et on pourrait admettre pour cet écart type une fonction sphérique de rayon  $\sigma(x)$ . Mais on obtient une meilleure approximation en prenant comme rayon de cette distribution sphérique:

$$\sigma(A) = \frac{\sigma(x) + \sigma(y) + \sigma(z)}{3}$$

C'est ainsi que nous avons calculé l'écart-type pour chaque atome et rapporté la déviation standard moyenne correspondant à chaque type d'atome (Tableau 4).

A partir de ces valeurs nous avons évalué la variance des distances interatomiques:

$$\sigma^2(AB) = \sigma^2(A) + \sigma^2(B)$$

et celle des angles interatomiques:

$$\sigma^2(\alpha) = \frac{\sigma^2(A)}{AB^2} + \sigma^2(B) \left( \frac{1}{AB^2} - \frac{2 \cos \alpha}{AB \cdot BC} + \frac{1}{BC^2} \right) + \frac{\sigma^2(C)}{BC^2}$$

puis noté sur le Tableau 4 la valeur moyenne de  $\sigma$  correspondant à chaque type de liaison ou d'angle.

Soulignons quelques caractères constants des molécules de cette série (Tableau 5) (Colleter & Gadret 1967, 1968; Colleter, Gadret & Goursolle, 1970).

- Les distances C-N du noyau pyridinique sont les plus courtes du cycle.

- La liaison C(7)-N(8) du groupe thiocarbamoyl présente une longueur qui lui confère un caractère de double liaison d'environ 0,60. Trueblood, Goldish & Donohue (1961) donne 1,41  $\text{\AA}$  pour la liaison simple.

- D'après le diagramme donné par Abraham (1956), la distance C(7)-S(9) correspond à un caractère de double liaison de 0,70 environ.

- La distance C(4)-C(7) indique un caractère de double liaison inférieur à 0,20.

On constate donc une certaine délocalisation électronique dans tout ce groupement thiocarbamoyl explicable par la proximité du noyau pyridique.

D'autre part, en utilisant le programme de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959), nous avons déterminé les équations des trois plans moyens les plus intéressants:

plan I constitué par les atomes N(1), C(2), C(3), C(4) C(5), C(6);

Tableau 5. Distances en  $\text{\AA}$

	N(1)-C(2)	N(1)-C(6)	C(7)-N(8)	C(7)-S(9)	C(4)-C(7)
Ethyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine	1,35	1,34	1,32	1,68	1,49
Thiocarbamoyl-4 pyridine	1,36	1,32	1,32	1,65	1,49
Ethyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine, HCl	1,35	1,33	1,29	1,69	1,48
Propyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine	1,36	1,35	1,33	1,67	1,51

plan II constitué par les atomes C(2), C(10), C(11);  
plan III constitué par les atomes C(4), C(7), N(8),  
S(9).

Ils ont pour équation:

$$\begin{aligned} \text{I: } & 0,7853x + 0,0569y + 0,6163z + 1,7930 = 0, \\ \text{II: } & 0,7484x + 0,0660y + 0,6598z + 2,0758 = 0, \\ \text{III: } & 0,6874x - 0,4191y + 0,5929z + 0,2913 = 0. \end{aligned}$$

Les écarts des atomes aux plans I et II sont donnés  
par le Tableau 6.

Tableau 6. Distances aux plans moyens en Å

	I	II
N(1)	0,004	0,048
C(2)	-0,006	0,000
C(3)	0,003	-0,071
C(4)	0,002	-0,114
C(5)	-0,005	-0,081
C(6)	0,002	0,006
C(7)	-0,032	
C(10)	-0,056	
C(11)	-0,016	
H(12)	-0,030	
H(13)	-0,080	
H(14)	-0,022	

Ces résultats montrent d'une part que le cycle pyridinique (plan I) est plan, d'autre part que la chaîne éthyle se situe pratiquement dans le plan de ce cycle.

L'angle des plans I et II confirme ceci:  $3,87^\circ$ .

Les plans I et II font un angle  $\varphi = 28,32^\circ$ . La rotation du groupement C(7), N(8), S(9) autour de la liaison C(4)-C(7) est due à l'encombrement du soufre. La distance S(9)-H(13) = 2,67 Å est inférieure à la somme des rayons de van der Waals (3 Å).

Signalons que cette rotation s'effectue malgré le caractère de double liaison de la liaison C(4)-C(7) = 1,49 Å.

Ceci semble être un élément constant des molécules de cette série. Il se retrouve dans d'autres structures voisines comme le *p*-aminobenzamide (Alléaume & Decap 1965), le benzamide (Penfold & White, 1959) (Tableau 7).

Tableau 7. Angles ( $^\circ$ )

	$\varphi$
Ethyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine	28
Propyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine	34
Thiocarbamoyl-4 pyridine	38
<i>p</i> -Aminobenzamide	28
Benzamide	28

### Organisation de la structure

Les Tableaux 8 et 9 donnent respectivement les différentes liaisons hydrogène et les principales distances inférieures à 3,80 Å entre molécules voisines.

#### (1) Structure des couches moléculaires

Les molécules sont organisées en feuillets parallèles au plan (100) (Fig. 5); la cohésion au sein de chaque

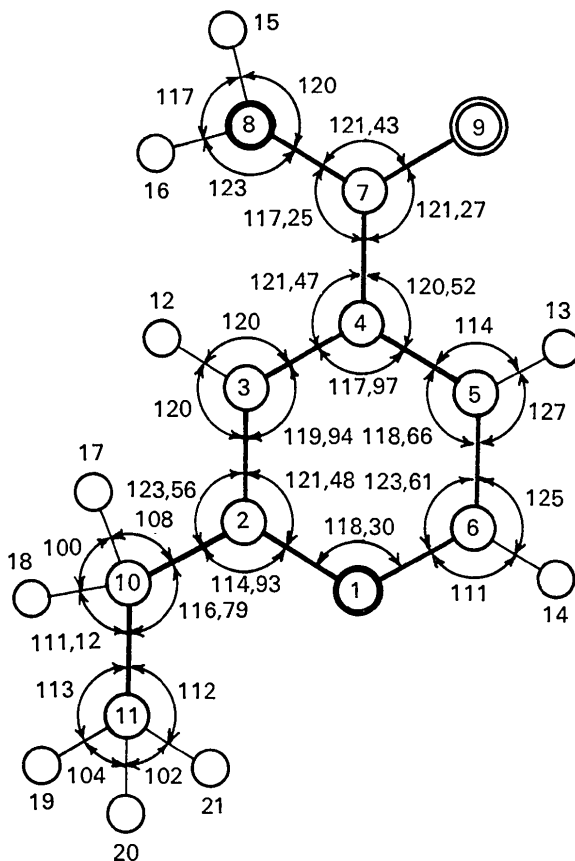


Fig. 4. Angles des liaisons en degrés et centièmes.

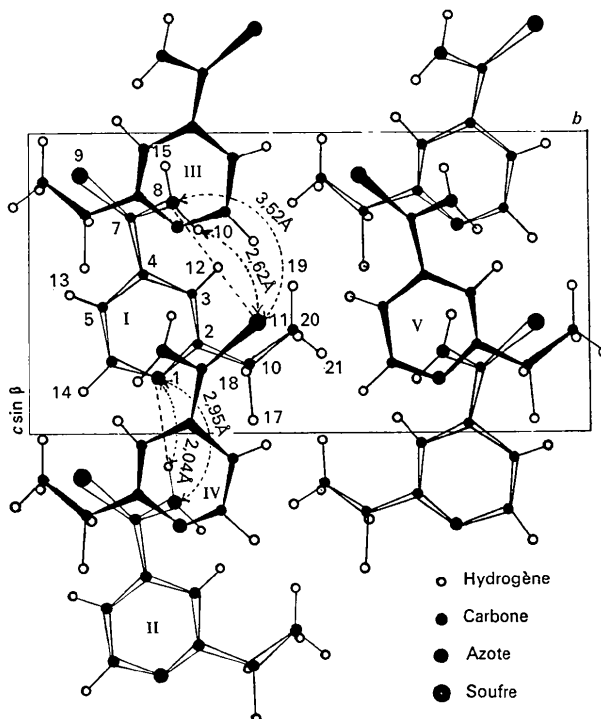


Fig. 5. Projection de la structure parallèlement à [100].

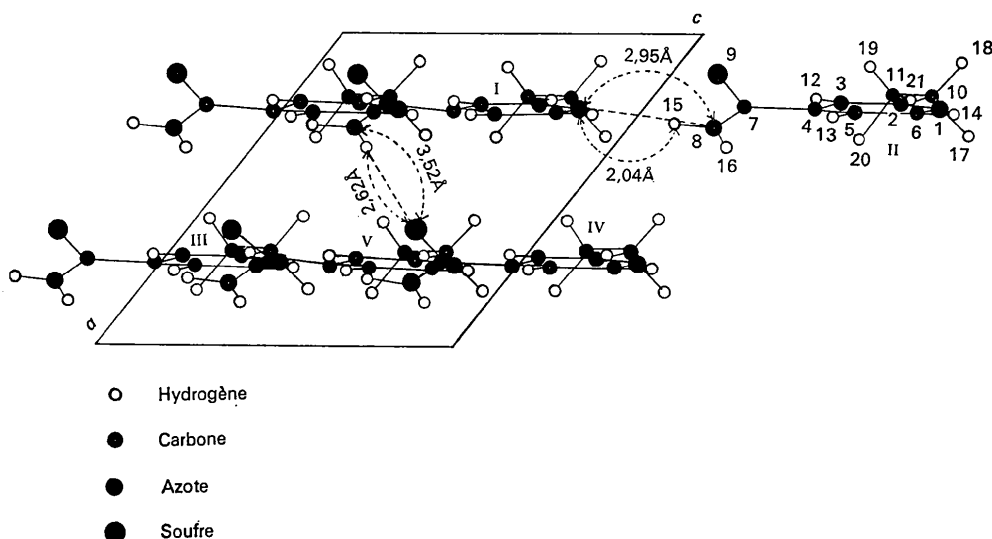


Fig. 6. Projection de la structure parallèlement à [010].

feuillelet étant assurée essentiellement par deux types de liaisons:

– par des liaisons hydrogène du type N(1,I)···N(8,

Tableau 8. *Liaisons hydrogène*

Code de symétrie:

I	$x$	$y$	$z$
II	$x$	$y$	$z+1$
III	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}-y$	$z-\frac{1}{2}$
IV	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}-y$	$\frac{1}{2}+z$
V	$\frac{1}{2}+x$	$\frac{1}{2}+y$	$z$

Atome	de la molécule	à l'atome	de la molécule	Distance
N(1)	I	N(8)	II	2,95
N(1)	I	H(15)	II	2,04
N(8)	I	S(9)	IV	3,52
N(16)	I	S(9)	IV	2,62

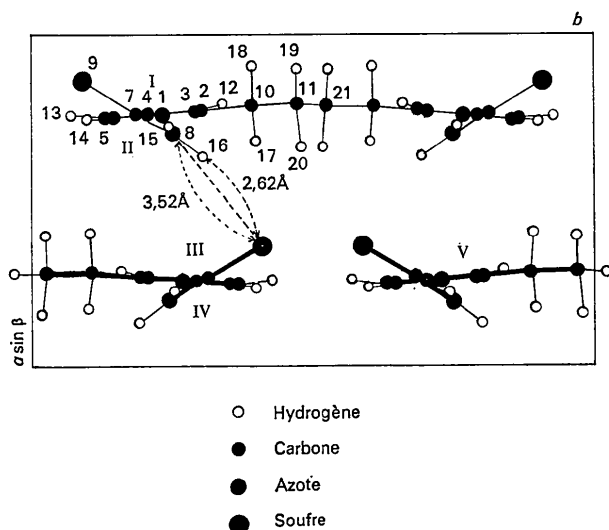


Fig. 7. Projection de la structure parallèlement à [001].

Tableau 9. *Distances interatomiques entre molécules voisines inférieures à 3,80 Å*

Atome	de la molécule	à l'atome	de la molécule	Distance
N(1)	I	S(9)	II	3,74 Å
C(6)	I	S(9)	II	3,73
N(8)	I	N(1)	III	3,48
C(5)	III	S(9)	V	3,64
C(6)	III	S(9)	V	3,79

II) sensiblement parallèles à l'axe [001] (Figs. 5 et 7).

– par des contacts de van der Waals C(5,III)···S(9,V) et C(6,III)···S(9,V) dont la direction moyenne est celle de l'axe [010] (Fig. 6).

## (2) Cohésion entre feuillets

La cohésion entre feuillets est due aux liaisons hydrogène du type N(8,I)···S(9,IV) (Figs. 5 et 6).

## Conclusion

L'éthyl-2 thiocarbamoyl-4 pyridine cristallise dans un groupe différent (*Cc*) de celui généralement rencontré pour les dérivés inférieurs ou supérieurs de la thiocarbamoyl-4 pyridine (*P2<sub>1</sub>/c*). Cette différence n'entraîne aucun changement dans la conformation de la partie commune à ces molécules (cycle pyridinique et groupe-thiocarbamoyle).

Outre les caractères structuraux propres à la molécule elle-même, on retrouve une certaine analogie dans l'organisation générale de la structure (Colleter, Gadret & Goursolle, 1970), en particulier un réseau de liaisons identiques responsable de la cohésion cristalline.

Travail effectué grâce au concours de la Fondation pour la Recherche Médicale Française.

## Références

- ABRAHAMS, S. C. (1956). *Quart. Rev.* **10**, 407–410.
- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). Communication personnelle.
- ALLÉAUME, M. & DECAP, J. (1965). *C. R. Acad. Sci. Paris.* **260**, 5790–5792.
- COLLETER, J. C. & GADRET, M. (1967). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **9**, 3463–3469.
- COLLETER, J. C. & GADRET, M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 513–519.
- COLLETER, J. C., GADRET, M. & GOURSOLLE, M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1510–1518.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Volume III. Birmingham: Kynoch Press.
- PENFOLD, B. R. & WHITE, J. C. B. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 130–135.
- SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600–604.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3178.
- TRUEBLOOD, K. N., GOLDISH, E. & DONOHUE, J. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 1009–1017.

*Acta Cryst.* (1973). **B29**, 2000

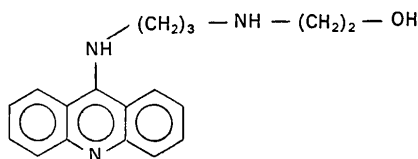
## 2-[3-(9-Acridinylamino)-propylamino]ethanol (ICR-449-OH), an Analogue of a Mutagen

BY JENNY PICKWORTH GLUSKER, BARBARA GALLEN AND H. L. CARRELL

*The Institute for Cancer Research, Fox Chase Center for Cancer and Medical Sciences, Philadelphia, Pennsylvania 19111, U.S.A.*

(Received 21 March 1973; accepted 16 April 1973)

Crystals of 2-[3-(9-acridinylamino)-propylamino]ethanol (ICR 449-OH),  $C_{18}N_3OH_{21}$ , are monoclinic, space group  $P2_1/a$  with  $Z=4$ , F.W. 295.4, cell dimensions  $a=15.618$  (2),  $b=10.281$  (1),  $c=9.713$  (1) Å,  $\beta=102.61^\circ$  (1),  $V=1522.0$  (3) Å<sup>3</sup>. The calculated and measured densities are 1.29 and 1.27 g cm<sup>-3</sup> respectively. The structural formula is:



Three-dimensional diffractometer data were collected with Cu  $K\alpha$  radiation. Of the 2764 reflections scanned, 1039 were below the threshold of measurement. The structure was solved by direct methods and refined by a full-matrix least-squares procedure to the final residual  $R=0.046$ . All hydrogen atoms were located from a difference map and were refined isotropically. The acridine ring is not planar, the angle between the planes of the two outer rings being  $12.50^\circ$ . The ring nitrogen atom is hydrogen bonded to the hydroxyl group of another molecule and there is an internal hydrogen bond between the two nitrogen atoms of the side chain.

### Experimental

Deep yellow crystals of ICR 449-OH were provided by Drs R. M. Peck, R. K. Preston & H. J. Creech of this Institute (Creech, Preston, Peck, O'Connell & Ames, 1972). The crystal data are summarized in Table 1. A roughly ellipsoidally-shaped crystal,  $0.16 \times 0.16 \times 0.20$  mm, was used to collect three-dimensional data on a Syntex automated diffractometer with monochromatic Cu  $K\alpha$  radiation and the variable  $\theta-2\theta$  scan technique. Intensities were measured for 2764 reflections. The raw data were corrected for intensity loss, presumably due to radiation damage, by means of a linear plot derived from the change in intensity of the measured standard reflections as a function of time of exposure (17% over 92 hr). Values for  $\sigma(F)$  were derived from counting statistics and measured instrumental uncertainties. The

formula used was  $\sigma(F) = (F/2)\{\sigma^2(I)/I^2 + \delta^2\}^{1/2}$  where  $\sigma(I)$  is derived from counting statistics alone and  $\delta$  is the measured instrumental uncertainty. There were 1039 reflections for which the measured intensity,  $I_{obs}$ , was less than  $2.33\sigma(I)$ . For these reflections, when  $I_{obs} \geq \sigma(I)$ , the measured value of  $I_{obs}$  was used in computing  $F$  and when  $I_{obs} < \sigma(I)$ ,  $F$  was computed using the value  $0.77\sigma(I)$ . The intensity data were converted to structure amplitudes by application of Lorentz and polarization factors and an ellipsoidal absorption correction (Johnson, 1963), and placed on an absolute scale with a Wilson plot.

### Structure determination and refinement

The structure was determined by direct methods by means of the program *MULTAN* (Main, Woolfson &