

Among alkali isopolymolybdates, most of the known structures are based on infinite chains of $(\text{Mo}_n\text{O}_{3n+1})^{2-}$ anions, and the chains are of the same type for a definite value of n irrespective of the kind of alkali metal. The chains in the structures of $\text{Na}_2\text{Mo}_2\text{O}_7$ (Lindqvist, 1950, 1960; Seleborg, 1967b) and $\text{K}_2\text{Mo}_2\text{O}_7$ (Magarill & Klevtsova, 1971) consist of MoO_4 tetrahedra and MoO_6 octahedra, while those in $\text{K}_2\text{Mo}_3\text{O}_{10}$ (Seleborg, 1966; Gatehouse & Leverett, 1968) consist of square-pyramidal MoO_5 polyhedra and MoO_6 octahedra. Furthermore, those in $\text{K}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ and $\text{Rb}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ (Gatehouse & Leverett, 1971) are composed purely of MoO_6 octahedra. An exception is the structure of $\text{Li}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ (Gatehouse & Miskin, 1974), which is based on a three-dimensional framework. On the other hand, some alkali isopolytungstates seem to have quite different structures from those of the corresponding isopolymolybdates. For example, the structure of $\text{K}_2\text{W}_4\text{O}_{13}$ (Seleborg, 1967a) is based on a stack of six-membered rings of WO_6 octahedra, and has no similarity with that of $\text{K}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ (Gatehouse & Leverett, 1971). Though the structure of $\text{Li}_2\text{W}_2\text{O}_7$ cannot be compared with that of $\text{Li}_2\text{Mo}_2\text{O}_7$, since the phase $\text{Li}_2\text{Mo}_2\text{O}_7$ does not exist (under atmospheric pressure), it is interesting that it is quite different from that of $\text{Na}_2\text{W}_2\text{O}_7$ (Lindqvist, 1950; Okada, Morikawa, Marumo & Iwai, 1974) which is isostructural with $\text{Na}_2\text{Mo}_2\text{O}_7$.

The authors wish to express their gratitude to Professor Y. Iitaka, who kindly allowed them to use the diffractometer in his laboratory at the University of

Tokyo. Computations were carried out on HITAC 8700 at the Computer Centre of the Tokyo Institute of Technology.

References

- COPPENS, P. & HAMILTON, W. C. (1970). *Acta Cryst.* **A26**, 71–83.
- GATEHOUSE, B. M. & LEVERETT, P. (1968). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 1398–1405.
- GATEHOUSE, B. M. & LEVERETT, P. (1971). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 2107–2112.
- GATEHOUSE, B. M. & MISKIN, B. K. (1974). *J. Solid State Chem.* **9**, 247–254.
- GELSING, R. J. H., STEIN, H. N. & STEVELS, J. M. (1965). *Rec. Trav. Chim Pays-Bas*, **84**, 1452–1458.
- HOERMANN, F. (1928). *Z. anorg. allgem. Chem.* **177**, 145–186.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Vol. III, pp. 201–216. Birmingham: Kynoch Press.
- KLEVTSOV, P. V., KOZEEVA, L. P. & KLEVTSOVA, R. F. (1971). *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.* **7**, 1461–1462.
- LINDQVIST, I. (1950). *Acta Chem. Scand.* **4**, 1066–1074.
- LINDQVIST, I. (1960). *Acta Chem. Scand.* **14**, 960–960.
- MAGARILL, S. A. & KLEVTSOVA, R. F. (1971). *Kristallografiya*, **16**, 742–745.
- OKADA, K., MORIKAWA, H., MARUMO, F. & IWAI, S. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 1200–1201.
- SAKURAI, T. (1967). Universal Program System for Crystallographic Computations. Cryst. Soc. Japan.
- SELEBORG, M. (1966). *Acta Chem. Scand.* **20**, 2195–2201.
- SELEBORG, M. (1967a). *Chem. Commun.* pp. 1126–1127.
- SELEBORG, M. (1967b). *Acta Chem. Scand.* **21**, 499–504.
- SPITSYN, V. I. & KULESHOV, I. M. (1950). *Russ. J. Phys. Chem. (Engl. Trans.)*, **24**, 1197–1197.

Acta Cryst. (1975). **B31**, 1454

Structure Cristalline de la Rifampicine $\text{C}_{43}\text{N}_4\text{O}_{12}\text{H}_{58} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

PAR MICHEL GADRET, MICHEL GOURSOLLE, JEAN MICHEL LEGER ET J. CLAUDE COLLETER

Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie, Université de Bordeaux II, Rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France et Laboratoire de Cristallographie, associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 10 décembre 1974, accepté le 8 janvier 1975)

The three-dimensional structure of the antibiotic rifampicin, used in human medicine, has been solved by X-ray crystallographic analysis. Crystal data are: space group $P2_12_12_1$, $Z=4$; $a=17.508$, $b=19.943$, $c=13.896$ Å. The structure was determined by direct methods with the program *MULTAN*. The final R value is 0.0594. The five molecules of water of crystallization give a net of hydrogen bonds which are responsible for crystalline cohesion.

Introduction

Les rifamycines constituent un groupe important d'antibiotiques issus du métabolisme de *Streptomyces mediterranei*.

La rifampicine qui appartient à ce groupe est le seul utilisé en thérapeutique pour son activité tuberculostatique (Fig. 1).

La structure cristalline des rifamycines B ($\text{C}_{45}\text{H}_{53}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{I}$) et Y ($\text{C}_{45}\text{H}_{51}\text{N}_2\text{O}_{14}\text{I}$) ont déjà été décrites

à partir de dérivés *p*-iodanilide (Brufani, Fedeli, Giacomello & Vaciago, 1964, 1966). Le mécanisme d'action des rifamycines étant connu, il est intéressant, de déterminer avec précision la structure tridimensionnelle de la rifampicine ($C_{43}N_4O_{12}H_{58}$) qui est la molécule la plus active du groupe.

Partie expérimentale

La rifampicine se présente sous forme d'une poudre microcristalline rouge orangé, soluble dans l'éthanol, méthanol, DMF, chloroforme, dioxane, acétone. Les cristaux obtenus à partir d'une solution eau-méthanol présentent une grande instabilité dès qu'ils sont à l'air libre. Pour cette raison, ils ont été introduits dans un tube de verre scellé en présence d'huile de paraffine.

Les diagrammes de Bragg et de Weissenberg nous ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisés lors des mesures au diffractomètre.

Données cristallographiques

Système orthorhombique; groupe spatial $P2_12_12_1$; paramètres de la maille: $a=17,50$ (8), $b=19,94$ (3), $c=13,86$ (9) Å; $V=4877,44$ Å³; $D_m=1,18$, $D_c=1,20$ g cm⁻³; $Z=4$. Nombre de réflexions: 3528.

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 Cu $K\alpha$.

Détermination de la structure

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.

Tous les calculs ayant trait à cette structure ont été effectués sur ordinateur IRIS 80 de la CII.

Résolution de la structure

Elle a été menée à bien par les méthodes directes en utilisant le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1970).

Nous sommes heurtés très rapidement à la présence de deux 'îles moléculaires'.

Les relations Σ_2 relient les réflexions de l'espace réciproque les unes aux autres et permettent de fixer leurs phases relatives; elles définissent un ensemble de corrélations parmi les réflexions de l'espace réciproque. Si, comme on le suppose généralement dans les méthodes directes, les atomes sont répartis au hasard, il n'existe qu'un seul ensemble de corrélations.

En pratique, il n'en est jamais ainsi; il peut alors apparaître, dans certains cas, des sous-ensembles de réflexions 'fortement liées', ces sous-ensembles étant au contraire faiblement liés les uns aux autres, voire même complètement disjointes. On désigne ces sous-ensembles de corrélations sous le nom d'îles.

Pour résoudre ce problème, nous avons alors procédé de la façon suivante.

(1) Premier processus de convergence, avec des réflexions dont le $E > 1,6$, soit 456 réflexions, fournissait:

un Σ_α estimé: 7100,69;

une phase déterminée par Σ_1 : 16,0,2;

choix de l'origine:

13,7,9 $\pi/4$,

140 $\pi/2$,

11,0,9 $\pi/2$;

un symbole 14,6,1.

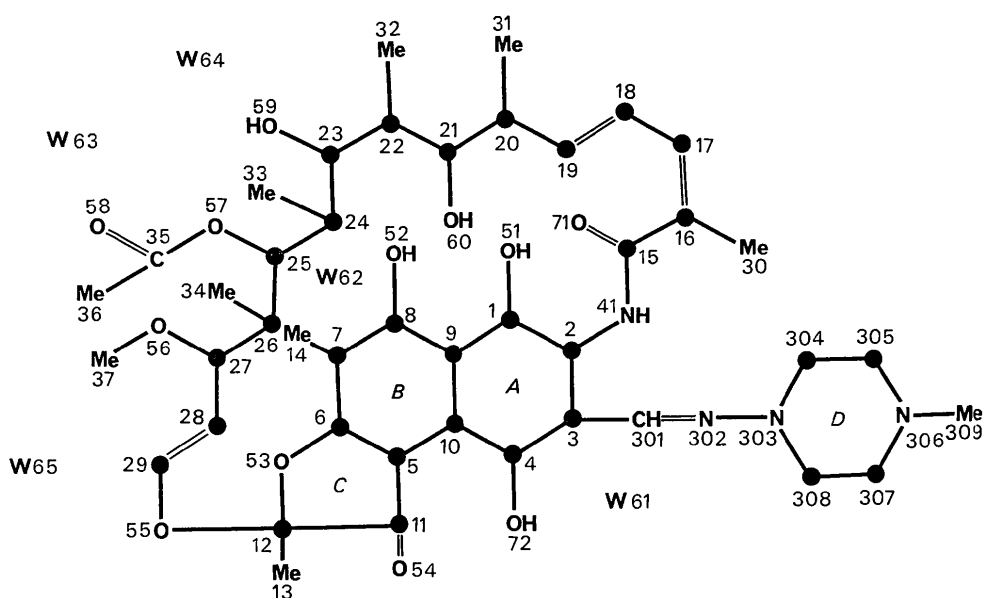


Fig. 1. Numérotation atomique.

(2) Génération des phases et affinement par la formule de la tangente. Des quatre solutions envisagées une seule paraissait acceptable:

la réflexion 14,6,1 a vu sa phase s'affiner de $\varphi=45$ à 73° ;

les figures de mérite sont les suivantes:

$$\sum\alpha = 6927,1;$$

$$\psi_0 = 269,5;$$

$$\text{RESID} = 35,81 \text{ (facteur résiduel de Karle)}$$

$$\text{d'où un ABSFOM} = 6927,1/7100,69 = 0,975.$$

(3) A la suite de cette génération, des sections de Fourier avec ces 456 E ont fourni la position de 32 atomes constituant la partie rigide de la molécule à savoir les cycles A, B, C, D soit: du C(1) au C(15), C(29), N(41), de O(51) à O(55), O(72), C(301), N(302), N(303), C(304), C(305), N(306), C(307), C(308) (Fig. 1).

Un calcul des F_c donne un facteur $R=0,48$.

(4) A ce stade il a été impossible de situer les atomes de la chaîne fixée entre les atomes O(55) et C(15).

(5) Après comparaison des valeurs F_o , F_c des différentes réflexions, on a procédé à un tri de la façon suivante. Les phases des réflexions pour lesquelles la valeur du F_c était en bon accord avec les F_o ont été considérées comme provenant principalement des cycles. Par contre, les autres étaient influencées de façon prépondérante par la chaîne. On se trouvait bien en présence de deux îles moléculaires.

35 réflexions ayant un excellent accord ont donc été ainsi triées et utilisées dans un nouveau processus de génération de phases.

Deux autres réflexions appartenant au deuxième île ont été prises comme symbole.

(6) Génération des phases et affinement par la formule de la tangente. Des 16 solutions possibles la meilleure présentait les figures de mérite suivantes:

$$\sum\alpha = 6967,7;$$

$$\psi_0 = 251,55;$$

$$\text{RESID} = 35,58;$$

$$\text{d'où un ABSFOM} = 6967,7/7100,69 = 0,981.$$

(7) Après section de Fourier en E , 38 atomes étaient situés: du C(1) au C(17), du C(27) au C(30), N(41), de O(51) à O(55), O(71), O(72), N(302), N(303), N(306), C(301), C(304), C(305), C(307), C(308), C(309). Un calcul de F_c donne un $R=0,46$.

Remarque: cette solution ressemble à la première avec une translation de $z=0,05$. D'autre part les deux bouts de la chaîne apparaissent.

(8) Section de Fourier en F_o . Tous les atomes paraissent, y compris les cinq molécules d'eau; au total 64 atomes. Un calcul de F_c donne un $R=0,32$.

Affinement de la structure

L'affinement de la structure, par la méthode des moindres carrés, a été conduit de la façon décrite dans le Tableau 1, avec le schéma de pondération suivant:

$$w = 1, \text{ si } |F_o| < P, P = \sqrt{F_o^2 \text{ max}/10};$$

$$w = (P^2/F_o), \text{ si } |F_o| > P.*$$

Tableau 1. Affinement de la structure

	R
Affinement avec agitation thermique isotrope sur les atomes C, O, N; après trois cycles	0,15
Localisation de 13 atomes d'hydrogène par fonction différence de Cochran après deux cycles	0,10
Localisation des autres atomes d'hydrogène, puis affinement avec agitation anisotrope sur les atomes de C, O, N après trois cycles	0,0594

Résultats

Le Tableau 2 comporte les coordonnées atomiques et les coefficients d'agitation thermique anisotrope et les coefficients d'agitation thermique isotrope pour les atomes d'hydrogène.

A partir de ces coordonnées, nous avons calculé les distances et les angles interatomiques dans une molécule.

Les Tableaux 3 et 4 donnent les distances interatomiques, les angles de liaisons et leurs écarts-type.

Il est à remarquer les faibles valeurs des écarts-type qui montrent la bonne résolution de la structure. Cette remarque est importante si on désire prendre en considération des liaisons hydrogène inhabituelles.

D'autre part, en utilisant le programme de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959), nous avons déterminé les plans moyens suivants.

Plan I: constitué par les atomes C(1) à C(12), C(14), N(41), O(51) à O(54), O(72), C(301).

Plan II: constitué par les atomes C(301), N(302), N(303), C(304), C(305), N(306), C(307) à C(309).

Plan III: constitué par les atomes C(16) à C(20), C(30).

Ils ont pour équation:

$$\text{Plan I: } 0,4050x + 0,9142y - 0,0146z - 5,8152 = 0.$$

$$\text{Plan II: } 0,3235x + 0,9344y + 0,1488z - 5,7820 = 0.$$

$$\text{Plan III: } 0,7611x - 0,6383y + 0,1157z - 1,5913 = 0.$$

Ces calculs amènent les remarques suivantes.

Tous les atomes définissant le plan (I) sont pratiquement dans ce plan exceptés les atomes O(54), O(72) et C(301) (Tableau 5).

Ceci montre la parfaite planéité de ces cycles A, B et C Quant à ceux définissant le plan (II), le Tableau 6 donne leur distance au plan.

La répartition des atomes de part et d'autre de ce plan d'une façon à peu près symétrique est en accord avec la forme chaise du cycle D .

Le plan III n'a d'intérêt que pour calculer l'angle dièdre entre le départ de la chaîne et les cycles (plan I):

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30866: 53 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 2. Paramètres atomiques

Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique anisotrope sont $\times 10^4$.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
C(1)	3148 (3)	1972 (3)	2396 (4)	23 (2)	24 (2)	48 (3)	6 (3)	-8 (4)	2 (4)
C(2)	3716 (3)	1736 (3)	1775 (4)	26 (2)	25 (2)	39 (3)	-3 (3)	-9 (4)	3 (4)
C(3)	4415 (3)	1496 (3)	2126 (4)	25 (2)	18 (1)	48 (3)	-1 (3)	-2 (4)	-1 (3)
C(4)	4509 (3)	1434 (3)	3123 (4)	23 (2)	19 (1)	48 (3)	5 (3)	-7 (4)	2 (4)
C(5)	4035 (3)	1630 (3)	4806 (4)	24 (2)	18 (1)	39 (3)	3 (3)	-4 (4)	-2 (3)
C(6)	3442 (3)	1885 (3)	5385 (4)	28 (2)	19 (1)	41 (3)	-7 (3)	1 (4)	1 (4)
C(7)	2776 (3)	2150 (3)	5081 (4)	27 (2)	24 (2)	45 (3)	5 (3)	7 (4)	-7 (4)
C(8)	2671 (3)	2190 (3)	4058 (4)	24 (2)	22 (1)	51 (4)	3 (3)	-6 (4)	-3 (4)
C(9)	3264 (3)	1924 (3)	3407 (4)	26 (2)	19 (1)	46 (3)	0 (3)	-2 (4)	-2 (4)
C(10)	3956 (3)	1649 (3)	3760 (4)	24 (2)	17 (1)	44 (3)	0 (3)	-4 (4)	1 (3)
C(11)	4636 (3)	1459 (3)	5417 (4)	29 (2)	17 (1)	45 (3)	2 (3)	3 (4)	-4 (3)
C(12)	4386 (3)	1582 (3)	6447 (4)	28 (2)	21 (1)	42 (3)	-1 (3)	-15 (4)	7 (4)
C(13)	4354 (4)	959 (3)	7052 (5)	43 (2)	24 (2)	50 (4)	-2 (4)	-13 (5)	14 (4)
C(14)	2180 (4)	2436 (4)	5738 (5)	32 (2)	36 (2)	56 (4)	12 (4)	9 (5)	1 (5)
C(15)	2992 (3)	1565 (3)	278 (4)	26 (2)	27 (2)	43 (3)	3 (3)	3 (4)	0 (4)
C(16)	3008 (3)	1711 (3)	-793 (4)	22 (2)	35 (2)	48 (3)	1 (3)	-14 (4)	-2 (5)
C(17)	3341 (3)	2256 (4)	-1193 (5)	30 (2)	35 (2)	46 (4)	-2 (4)	-2 (5)	5 (5)
C(18)	3779 (3)	2789 (3)	-730 (5)	32 (2)	28 (2)	48 (4)	8 (3)	0 (5)	4 (4)
C(19)	4294 (4)	3144 (3)	-1198 (5)	32 (2)	33 (2)	50 (4)	-1 (4)	4 (5)	1 (5)
C(20)	4904 (3)	3594 (3)	-776 (5)	33 (2)	24 (2)	58 (4)	0 (3)	11 (5)	7 (4)
C(21)	4742 (3)	3810 (3)	257 (4)	31 (2)	27 (2)	46 (3)	3 (3)	9 (5)	14 (4)
C(22)	5399 (3)	4152 (3)	774 (5)	28 (2)	21 (1)	61 (4)	2 (3)	-3 (5)	17 (4)
C(23)	5234 (3)	4321 (3)	1827 (5)	33 (2)	22 (1)	53 (4)	-11 (3)	-3 (5)	9 (4)
C(24)	5067 (4)	3739 (3)	2521 (5)	37 (2)	21 (2)	51 (4)	-12 (3)	-10 (5)	9 (4)
C(25)	5125 (3)	3985 (3)	3568 (4)	33 (2)	21 (1)	51 (4)	-12 (3)	-10 (5)	9 (4)
C(26)	4698 (4)	3531 (3)	4295 (5)	36 (2)	23 (2)	56 (4)	-10 (3)	-19 (5)	11 (4)
C(27)	5036 (3)	3562 (3)	5306 (4)	36 (2)	20 (1)	46 (3)	0 (3)	-3 (5)	-3 (4)
C(28)	4701 (3)	3046 (3)	5970 (4)	35 (2)	19 (1)	52 (4)	-4 (3)	-3 (5)	0 (4)
C(29)	5139 (4)	2579 (3)	6353 (4)	36 (2)	22 (2)	47 (4)	-6 (3)	-4 (5)	3 (4)
C(30)	2600 (4)	1189 (4)	-1385 (5)	41 (3)	47 (3)	54 (4)	-27 (5)	-8 (5)	-19 (6)
C(31)	5671 (4)	3219 (4)	-880 (5)	37 (2)	36 (2)	68 (5)	6 (4)	16 (6)	-13 (5)
C(32)	5691 (4)	4775 (3)	237 (5)	40 (3)	27 (2)	71 (5)	-8 (4)	18 (6)	15 (5)
C(33)	5566 (5)	3118 (3)	2352 (5)	58 (3)	23 (2)	64 (4)	-5 (4)	-13 (6)	15 (5)
C(34)	3856 (4)	3696 (4)	4265 (6)	38 (3)	39 (2)	77 (5)	-17 (4)	-14 (6)	18 (6)
C(35)	6251 (4)	4609 (3)	4068 (6)	44 (3)	22 (2)	93 (6)	-14 (4)	-32 (7)	9 (5)
C(36)	7051 (5)	4546 (4)	4335 (8)	53 (3)	33 (2)	121 (8)	-14 (5)	-38 (9)	0 (7)
C(37)	5455 (6)	4381 (4)	6459 (6)	77 (5)	37 (3)	81 (6)	-21 (6)	-52 (9)	-34 (6)
N(41)	3605 (3)	1803 (3)	764 (3)	25 (2)	29 (1)	38 (3)	-2 (2)	-5 (3)	4 (3)
O(51)	2522 (2)	2261 (2)	2028 (3)	32 (1)	31 (1)	60 (3)	19 (2)	-19 (3)	6 (3)
O(52)	2079 (2)	2466 (2)	3704 (3)	31 (1)	37 (1)	60 (3)	26 (2)	-1 (4)	-7 (3)
O(53)	3621 (2)	1860 (2)	6350 (3)	31 (1)	27 (1)	34 (2)	1 (2)	2 (3)	2 (3)
O(54)	5301 (2)	1250 (2)	5243 (3)	30 (1)	30 (1)	50 (2)	13 (2)	-9 (3)	-10 (3)
O(55)	4864 (2)	2050 (2)	6918 (3)	37 (1)	22 (1)	41 (2)	-4 (2)	-9 (3)	5 (3)
O(56)	4912 (3)	4232 (2)	5695 (4)	61 (2)	21 (1)	75 (3)	-6 (3)	-21 (5)	-12 (3)
O(57)	5936 (2)	4014 (2)	3807 (3)	35 (1)	21 (1)	57 (3)	-11 (2)	-8 (3)	11 (3)
O(58)	5896 (3)	5116 (3)	4060 (6)	59 (3)	22 (1)	204 (8)	-10 (3)	-71 (8)	-1 (6)
O(59)	4582 (2)	4771 (2)	1910 (3)	38 (2)	23 (1)	60 (3)	-1 (2)	-2 (4)	5 (3)
O(60)	4080 (2)	4236 (2)	218 (3)	31 (1)	34 (1)	63 (3)	6 (2)	-1 (4)	-3 (3)
O(61)	2104 (7)	570 (5)	2390 (7)	165 (8)	72 (4)	159 (8)	-47 (10)	119 (14)	11 (10)
O(62)	1689 (3)	3821 (3)	3955 (4)	44 (2)	38 (2)	96 (4)	6 (3)	35 (5)	5 (4)
O(63)	1576 (5)	5223 (4)	3532 (5)	116 (5)	57 (3)	82 (4)	51 (6)	28 (8)	-4 (6)
O(64)	1420 (5)	5319 (4)	1602 (6)	97 (4)	49 (2)	112 (5)	35 (5)	-29 (8)	-20 (6)
O(65)	2081 (9)	4533 (6)	5727 (10)	185 (9)	77 (4)	236 (13)	13 (11)	-89 (21)	-61 (13)
O(71)	2471 (2)	1245 (2)	627 (3)	29 (1)	34 (1)	58 (3)	-9 (2)	2 (3)	7 (3)
O(72)	5183 (2)	1144 (2)	3412 (3)	27 (1)	29 (1)	51 (2)	15 (2)	-11 (3)	0 (3)
C(301)	5072 (3)	1335 (3)	1530 (4)	27 (2)	23 (1)	48 (3)	2 (3)	2 (4)	-6 (4)
N(302)	5126 (2)	1555 (2)	658 (4)	23 (1)	27 (1)	50 (3)	-2 (2)	5 (4)	-3 (3)
N(303)	5792 (3)	1463 (3)	133 (4)	22 (2)	30 (1)	48 (3)	0 (3)	1 (3)	3 (4)
C(304)	5600 (3)	1360 (3)	-882 (5)	25 (2)	33 (2)	51 (4)	8 (3)	7 (4)	1 (4)
C(305)	6305 (4)	1441 (4)	-1480 (5)	31 (2)	35 (2)	57 (4)	4 (4)	2 (5)	7 (5)
N(306)	6907 (3)	970 (3)	-1177 (4)	23 (2)	38 (2)	53 (3)	10 (3)	4 (4)	5 (4)
C(307)	7078 (4)	1073 (5)	-138 (5)	32 (2)	60 (3)	55 (4)	21 (5)	-4 (5)	-10 (6)
C(308)	6368 (4)	1011 (4)	457 (5)	36 (3)	48 (3)	61 (5)	21 (5)	-5 (6)	9 (6)
C(309)	7604 (4)	1034 (5)	-1767 (6)	32 (2)	51 (3)	68 (5)	13 (4)	18 (6)	3 (6)

Tableau 2 (suite)

	x	y	z	B
H(170)	3280 (34)	2272 (33)	-1852 (46)	5,0
H(180)	3659 (35)	2927 (32)	1 (45)	5,0
H(190)	4349 (35)	3100 (32)	-1863 (47)	5,1
H(200)	4950 (34)	3968 (32)	-1106 (46)	5,1
H(210)	4552 (35)	3363 (32)	699 (46)	5,0
H(220)	5798 (34)	3879 (32)	748 (48)	5,0
H(230)	5718 (36)	4550 (33)	2043 (46)	5,1
H(240)	4532 (35)	3603 (33)	2401 (47)	5,0
H(250)	4905 (36)	4403 (32)	3599 (46)	5,0
H(260)	4713 (34)	3002 (32)	4078 (47)	4,9
H(270)	5611 (36)	3476 (32)	5229 (46)	4,9
H(280)	4137 (35)	3049 (32)	6121 (47)	4,9
H(290)	5760 (35)	2597 (32)	6242 (46)	5,0
H(904)	5381 (35)	934 (32)	-894 (48)	5,1
H(410)	4050 (34)	1978 (32)	442 (48)	5,0
H(901)	5529 (35)	1059 (32)	1744 (47)	5,1
H(914)	5258 (35)	1679 (32)	-933 (46)	5,0
H(905)	6151 (35)	1321 (33)	-2001 (47)	5,1
H(915)	6512 (34)	1849 (32)	-1414 (45)	5,1
H(907)	7577 (35)	792 (32)	157 (46)	5,1
H(917)	7240 (36)	1477 (31)	-25 (45)	5,0
H(908)	6216 (36)	610 (32)	425 (47)	5,1
H(918)	6500 (35)	1000 (33)	1245 (46)	5,2
H(310)	6093 (35)	3433 (32)	-425 (47)	5,1
H(311)	5687 (35)	2741 (31)	-594 (46)	5,2
H(312)	5797 (35)	3195 (32)	-1501 (47)	5,2
H(320)	6137 (36)	5000 (31)	598 (48)	5,1
H(321)	5977 (36)	4601 (32)	-351 (47)	5,2
H(322)	5297 (35)	5101 (32)	159 (47)	5,0
H(130)	4814 (35)	750 (32)	6965 (46)	5,0
H(131)	4287 (37)	1071 (33)	7696 (47)	5,1
H(132)	3952 (36)	652 (32)	6876 (47)	5,1
H(909)	7781 (35)	1351 (31)	-1440 (46)	5,1
H(390)	2901 (36)	796 (32)	-1322 (44)	5,1
H(391)	2100 (36)	1098 (32)	-1104 (46)	5,0
H(392)	2571 (35)	1311 (32)	-2068 (47)	5,2
H(330)	6051 (36)	3259 (33)	2284 (46)	5,2
H(331)	5566 (36)	2817 (33)	2911 (45)	5,0
H(332)	5441 (34)	2889 (32)	1748 (47)	5,1
H(360)	7281 (36)	4401 (31)	3789 (46)	5,2
H(361)	7292 (34)	4957 (32)	4518 (47)	5,3
H(362)	7148 (37)	4241 (32)	4850 (45)	5,1
H(340)	3698 (35)	3402 (33)	3736 (46)	5,2
H(341)	3596 (36)	3575 (32)	4868 (45)	5,2
H(342)	3779 (35)	4173 (32)	4121 (47)	5,3
H(370)	5027 (36)	4552 (33)	6722 (47)	5,2
H(371)	5879 (35)	4380 (32)	6878 (48)	5,3
H(372)	5602 (36)	4649 (31)	5877 (48)	5,3
H(140)	1946 (35)	2080 (31)	5996 (46)	5,2
H(141)	2410 (34)	2698 (32)	6260 (45)	5,3
H(142)	1817 (35)	2722 (32)	5397 (46)	5,2
H(919)	7484 (35)	1018 (33)	-2269 (47)	5,1
H(929)	8000 (36)	667 (32)	-1701 (47)	5,2
H(510)	2277 (35)	1903 (32)	2038 (46)	5,2
H(520)	1761 (35)	2153 (32)	3841 (45)	5,2
H(720)	5388 (35)	1468 (32)	3605 (47)	5,2
H(600)	3847 (36)	3903 (32)	408 (47)	5,2
H(590)	4229 (35)	4455 (32)	1680 (48)	5,2

$\varphi = 106^\circ$. Quant à l'angle dièdre entre les plans I et II, il a pour valeur $\varphi' = 10^\circ 6'$.

Ces deux angles apparaissent nettement sur la projection (001) que nous avons volontairement stylisée. On constate que la chaîne carbonée et le squelette cyclique rigide occupent deux directions de l'espace bien distinctes, presque perpendiculaires. On retrouve une conformation assez voisine dans l'actinomycine D (Jain & Sobell, 1972).

Description de la molécule

Comme on peut le voir sur les projections (100) et (001) (Figs. 2, 3) il existe deux parties très différentes: - une chaîne aliphatique; - une partie rigide cyclique à laquelle il faut

Tableau 3. Distances interatomiques (Å)

C(1)—C(2)	1,397 (8)	C(18)—H(180)	1,072 (63)
C(2)—C(3)	1,402 (8)	C(19)—H(190)	0,934 (65)
C(3)—C(4)	1,402 (8)	C(20)—H(200)	0,879 (65)
C(4)—C(10)	1,381 (8)	C(21)—H(210)	1,132 (64)
C(9)—C(10)	1,418 (8)	C(22)—H(220)	0,887 (62)
C(9)—C(8)	1,474 (8)	C(23)—H(230)	1,008 (64)
C(8)—C(7)	1,435 (8)	C(24)—H(240)	0,989 (61)
C(7)—C(6)	1,348 (8)	C(25)—H(250)	0,917 (64)
C(6)—C(5)	1,409 (8)	C(26)—H(260)	1,099 (64)
C(5)—C(10)	1,461 (8)	C(27)—H(270)	1,027 (63)
C(5)—C(11)	1,393 (8)	C(28)—H(280)	1,011 (61)
C(11)—C(12)	1,517 (8)	C(29)—H(290)	1,098 (61)
C(12)—O(53)	1,457 (7)	N(41)—H(410)	0,964 (62)
C(12)—C(13)	1,500 (8)	C(304)—H(904)	0,932 (63)
C(11)—O(54)	1,260 (7)	C(304)—H(914)	0,875 (62)
C(7)—C(14)	1,499 (9)	C(301)—H(901)	1,016 (63)
C(8)—O(52)	1,273 (7)	C(305)—H(905)	0,810 (65)
C(1)—O(51)	1,340 (7)	C(305)—H(915)	0,895 (64)
C(4)—O(72)	1,374 (7)	C(307)—H(907)	1,116 (63)
C(2)—N(41)	1,425 (7)	C(307)—H(917)	0,868 (63)
N(41)—C(15)	1,353 (7)	C(308)—H(908)	0,844 (64)
C(15)—O(71)	1,215 (7)	C(308)—H(918)	1,120 (64)
C(15)—C(16)	1,517 (9)	C(309)—H(909)	0,838 (63)
C(16)—C(30)	1,506 (10)	C(309)—H(919)	0,730 (66)
C(16)—C(17)	1,352 (9)	C(309)—H(929)	1,012 (64)
C(17)—C(18)	1,460 (9)	C(31)—H(310)	1,062 (63)
C(18)—C(19)	1,318 (9)	C(31)—H(311)	1,034 (63)
C(19)—C(20)	1,513 (9)	C(31)—H(312)	0,892 (65)
C(20)—C(31)	1,545 (9)	C(32)—H(320)	1,031 (64)
C(20)—C(21)	1,524 (9)	C(32)—H(321)	1,018 (65)
C(21)—O(60)	1,439 (7)	C(32)—H(322)	0,954 (62)
C(21)—C(22)	1,518 (8)	C(13)—H(130)	0,915 (62)
C(22)—C(32)	1,537 (9)	C(13)—H(131)	0,930 (66)
C(22)—C(23)	1,529 (9)	C(13)—H(132)	0,965 (64)
C(23)—C(24)	1,537 (9)	C(30)—H(390)	0,948 (64)
C(24)—C(33)	1,534 (9)	C(30)—H(391)	0,976 (64)
C(24)—C(25)	1,539 (9)	C(30)—H(392)	0,983 (66)
C(25)—O(57)	1,459 (7)	C(33)—H(330)	0,898 (63)
O(57)—C(35)	1,358 (9)	C(33)—H(331)	0,982 (64)
C(35)—C(36)	1,455 (12)	C(33)—H(332)	0,980 (65)
C(35)—O(58)	1,186 (9)	C(36)—H(360)	0,907 (64)
C(25)—C(26)	1,549 (9)	C(36)—H(361)	0,958 (64)
C(26)—C(34)	1,512 (9)	C(36)—H(362)	0,954 (64)
C(26)—C(27)	1,525 (9)	C(34)—H(340)	0,981 (65)
C(27)—O(56)	1,457 (7)	C(34)—H(341)	0,984 (63)
O(56)—C(37)	1,456 (11)	C(34)—H(342)	0,980 (64)
C(27)—C(28)	1,501 (8)	C(37)—H(370)	0,900 (65)
C(29)—O(55)	1,401 (7)	C(37)—H(371)	0,944 (64)
O(55)—C(12)	1,414 (7)	C(37)—H(372)	1,004 (66)
O(53)—C(6)	1,379 (7)	C(14)—H(140)	0,894 (63)
C(3)—C(301)	1,452 (8)	C(14)—H(141)	0,981 (63)
C(301)—N(302)	1,292 (8)	C(14)—H(142)	0,975 (63)
N(302)—N(303)	1,389 (6)	O(51)—H(510)	0,832 (63)
N(303)—C(304)	1,464 (8)	O(52)—H(520)	0,859 (62)
C(304)—C(305)	1,497 (9)	O(72)—H(720)	0,786 (64)
C(305)—N(306)	1,474 (9)	O(60)—H(600)	0,823 (64)
N(306)—C(307)	1,489 (9)	O(59)—H(590)	0,940 (64)
C(307)—C(308)	1,497 (10)	O(61)—O(51)	3,486 (11)
C(308)—N(303)	1,425 (9)	O(62)—O(52)	2,808 (7)
N(306)—C(309)	1,476 (9)	O(64)—O(63)	2,703 (10)
C(23)—O(59)	1,455 (7)	O(63)—O(62)	2,866 (9)
C(28)—C(29)	1,318 (8)	O(62)—O(65)	2,925 (15)
C(17)—H(170)	0,922 (65)		

Tableau 4. Angles interatomiques (°)

C(1)—C(2)—C(3)	121,47 (31)	C(26)—C(25)—O(57)	110,07 (28)
C(2)—C(3)—C(4)	118,45 (30)	C(25)—O(57)—C(35)	119,37 (30)
C(3)—C(4)—C(10)	121,59 (31)	O(57)—C(35)—O(58)	121,92 (44)
C(4)—C(10)—C(9)	119,91 (30)	O(58)—C(35)—C(36)	125,52 (48)
C(10)—C(9)—C(1)	119,24 (30)	O(57)—C(35)—C(36)	112,56 (41)
C(9)—C(1)—C(2)	119,08 (31)	C(26)—C(25)—C(24)	113,50 (30)
C(2)—C(1)—O(51)	119,47 (31)	C(25)—C(24)—C(33)	111,45 (32)
O(51)—C(1)—C(9)	121,40 (31)	C(33)—C(24)—C(23)	113,96 (32)
C(1)—C(9)—C(8)	118,82 (30)	C(24)—C(23)—O(59)	105,49 (29)
C(4)—C(10)—C(5)	124,26 (30)	C(24)—C(23)—C(22)	117,98 (31)
C(10)—C(4)—O(72)	123,14 (30)	O(59)—C(23)—C(22)	111,12 (29)
O(72)—C(4)—C(3)	115,27 (29)	C(23)—C(22)—C(32)	110,46 (31)
C(4)—C(3)—C(301)	116,77 (30)	C(23)—C(22)—C(21)	114,14 (31)
C(301)—C(3)—C(2)	124,70 (31)	C(32)—C(22)—C(21)	112,63 (32)
C(3)—C(2)—N(41)	119,54 (30)	C(22)—C(21)—O(60)	111,26 (30)
N(41)—C(2)—C(1)	118,71 (30)	C(22)—C(21)—C(20)	115,60 (31)
O(53)—C(12)—O(55)	109,56 (26)	O(60)—C(21)—C(20)	106,34 (29)
C(8)—C(9)—C(10)	121,88 (30)	C(21)—C(20)—C(31)	112,72 (32)
C(9)—C(10)—C(5)	115,81 (29)	C(21)—C(20)—C(19)	113,66 (32)
C(10)—C(5)—C(6)	119,22 (29)	C(31)—C(20)—C(19)	106,84 (32)
C(5)—C(6)—C(7)	126,94 (32)	C(20)—C(19)—C(18)	127,61 (36)
C(6)—C(7)—C(8)	116,24 (31)	C(19)—C(18)—C(17)	122,19 (36)
C(7)—C(8)—C(9)	119,85 (30)	C(18)—C(17)—C(16)	129,09 (36)
C(9)—C(8)—O(52)	119,41 (31)	C(17)—C(16)—C(15)	124,39 (34)
O(52)—C(8)—C(7)	120,72 (32)	C(17)—C(16)—C(30)	122,42 (35)
C(8)—C(7)—C(14)	119,52 (31)	C(30)—C(16)—C(15)	113,19 (32)
C(14)—C(7)—C(6)	124,12 (33)	C(16)—C(15)—O(71)	120,40 (32)
C(7)—C(6)—O(53)	121,01 (30)	C(16)—C(15)—N(41)	114,06 (30)
O(53)—C(6)—C(5)	112,02 (28)	O(71)—C(15)—N(41)	125,51 (33)
C(6)—C(5)—C(11)	107,32 (29)	C(15)—N(41)—C(2)	124,56 (29)
C(11)—C(5)—C(10)	133,14 (30)	N(41)—C(2)—C(1)	118,71 (30)
C(6)—O(53)—C(12)	108,18 (24)	N(41)—C(2)—C(3)	119,54 (30)
O(53)—C(12)—C(11)	103,89 (26)	C(16)—C(17)—H(170)	112,71 (2,41)
C(12)—C(11)—C(5)	108,49 (28)	H(170)—C(17)—C(18)	118,18 (2,41)
C(5)—C(11)—O(54)	131,41 (32)	C(17)—C(18)—H(180)	120,03 (2,05)
O(54)—C(11)—C(12)	120,08 (30)	H(180)—C(18)—C(19)	117,64 (2,06)
O(53)—C(12)—C(13)	109,47 (28)	C(18)—C(19)—H(190)	120,63 (2,39)
C(13)—C(12)—C(11)	113,95 (29)	H(190)—C(19)—C(20)	111,46 (2,39)
C(2)—C(3)—C(301)	124,70 (31)	C(19)—C(20)—H(200)	111,46 (2,51)
C(3)—C(301)—N(302)	121,15 (32)	H(200)—C(20)—C(21)	105,63 (2,51)
C(301)—N(302)—N(303)	120,65 (29)	H(200)—C(20)—C(31)	106,35 (2,51)
N(302)—N(303)—C(304)	109,33 (27)	C(20)—C(21)—H(210)	110,08 (1,96)
N(302)—N(303)—C(308)	120,76 (30)	H(210)—C(21)—C(22)	108,58 (1,96)
C(308)—N(303)—C(304)	112,31 (31)	H(210)—C(21)—O(60)	104,40 (1,96)
N(303)—C(304)—C(305)	109,23 (31)	C(21)—C(22)—H(220)	107,52 (2,53)
C(304)—C(305)—N(306)	111,29 (32)	H(220)—C(22)—C(23)	108,95 (2,53)
C(305)—N(306)—C(307)	109,39 (31)	H(220)—C(22)—C(32)	102,37 (2,53)
C(305)—N(306)—C(309)	112,21 (32)	C(22)—C(23)—H(230)	103,00 (2,23)
C(309)—N(306)—C(307)	111,17 (33)	H(230)—C(23)—O(59)	110,86 (2,23)
N(306)—C(307)—C(308)	110,94 (37)	H(230)—C(23)—C(24)	108,38 (2,23)
C(307)—C(308)—N(303)	111,08 (37)	C(23)—C(24)—H(240)	106,29 (2,25)
C(13)—C(12)—O(55)	107,98 (28)	H(240)—C(24)—C(33)	107,03 (2,25)
C(11)—C(12)—O(55)	111,88 (27)	H(240)—C(24)—C(25)	107,95 (2,25)
C(12)—O(55)—C(29)	116,18 (26)	C(24)—C(25)—H(250)	107,90 (2,42)
O(55)—C(29)—C(28)	123,93 (33)	H(250)—C(25)—O(57)	111,18 (2,42)
C(29)—C(28)—C(27)	120,39 (33)	H(250)—C(25)—C(26)	107,28 (2,42)
C(28)—C(27)—C(26)	112,75 (30)	C(25)—C(26)—H(260)	111,78 (2,03)
C(27)—C(26)—C(25)	112,99 (30)	H(260)—C(26)—C(34)	103,02 (2,03)
C(28)—C(27)—O(56)	110,08 (29)	H(260)—C(26)—C(27)	106,39 (2,03)
C(27)—O(56)—C(37)	111,09 (33)	C(26)—C(27)—H(270)	106,07 (2,17)
C(27)—C(26)—C(34)	113,27 (33)	H(270)—C(27)—O(56)	109,79 (2,17)
C(34)—C(26)—C(25)	108,94 (32)	H(270)—C(27)—C(28)	109,34 (2,17)
C(27)—C(28)—H(280)	120,28 (2,20)	H(130)—C(13)—H(131)	110,36 (3,43)
H(280)—C(28)—C(29)	119,33 (2,20)	H(131)—C(13)—H(132)	107,63 (3,37)
C(28)—C(29)—H(290)	119,72 (2,01)	H(130)—C(13)—H(132)	108,56 (3,36)
H(290)—C(29)—O(55)	116,34 (2,00)	C(16)—C(30)—H(390)	104,98 (2,32)
C(15)—N(41)—H(410)	122,42 (2,31)	C(16)—C(30)—H(391)	109,63 (2,29)
H(410)—N(41)—C(2)	112,44 (2,31)	C(16)—C(30)—H(392)	112,40 (2,28)
C(3)—C(301)—H(901)	125,24 (2,21)	H(390)—C(30)—H(391)	107,99 (3,24)
H(901)—C(301)—N(302)	113,59 (2,21)	H(391)—C(30)—H(392)	112,61 (3,21)
N(303)—C(304)—H(904)	103,81 (2,40)	H(390)—C(30)—H(392)	108,85 (3,23)

Tableau 4 (suite)

N(303)—C(304)—H(914)	97,74 (2,52)	C(24)—C(33)—H(330)	107,50 (2,49)
H(904)—C(304)—C(305)	115,26 (2,41)	C(24)—C(33)—H(331)	111,84 (2,27)
H(914)—C(304)—C(305)	116,12 (2,52)	C(24)—C(33)—H(332)	112,32 (2,26)
H(904)—C(304)—H(914)	112,33 (3,47)	H(330)—C(33)—H(331)	106,01 (3,35)
C(304)—C(305)—H(905)	100,95 (2,77)	H(331)—C(33)—H(332)	113,08 (3,19)
C(304)—C(305)—H(915)	112,06 (2,44)	H(330)—C(33)—H(332)	105,51 (3,35)
H(905)—C(305)—N(306)	107,73 (2,77)	C(35)—C(36)—H(360)	104,06 (2,46)
H(915)—C(305)—N(306)	105,09 (2,44)	C(35)—C(36)—H(361)	114,73 (2,35)
H(905)—C(305)—H(915)	119,71 (3,68)	C(35)—C(36)—H(362)	114,77 (2,38)
H(306)—C(309)—H(909)	93,96 (2,64)	H(360)—C(36)—H(361)	107,38 (3,37)
N(306)—C(309)—H(919)	106,82 (3,09)	H(361)—C(36)—H(362)	105,55 (3,31)
N(306)—C(309)—H(929)	116,94 (2,23)	H(360)—C(36)—H(362)	110,22 (3,39)
H(909)—C(309)—H(919)	131,08 (4,07)	C(26)—C(34)—H(340)	99,49 (2,27)
H(919)—C(309)—H(929)	104,65 (3,80)	C(26)—C(34)—H(341)	111,91 (2,25)
H(909)—C(309)—H(929)	104,18 (3,44)	C(26)—C(34)—H(342)	110,55 (2,28)
N(306)—C(307)—H(907)	116,32 (2,00)	H(340)—C(34)—H(341)	111,18 (3,18)
N(306)—C(307)—H(917)	111,65 (2,54)	H(341)—C(34)—H(342)	110,45 (3,19)
H(907)—C(307)—C(308)	113,92 (2,01)	H(340)—C(34)—H(342)	112,86 (3,20)
H(917)—C(307)—C(308)	104,48 (2,54)	C(28)—C(37)—H(370)	93,64 (2,54)
C(307)—C(308)—H(908)	108,11 (2,66)	C(28)—C(37)—H(371)	118,47 (2,40)
C(307)—C(308)—H(918)	111,74 (2,00)	C(28)—C(37)—H(372)	113,37 (2,26)
H(908)—C(308)—N(303)	111,15 (2,66)	H(370)—C(37)—H(371)	113,88 (3,50)
H(918)—C(308)—N(303)	117,89 (2,00)	H(371)—C(37)—H(372)	107,22 (3,29)
C(20)—C(31)—H(310)	110,81 (2,11)	H(370)—C(37)—H(372)	109,71 (3,40)
C(20)—C(31)—H(311)	115,69 (2,13)	C(7)—C(14)—H(140)	105,03 (2,46)
C(20)—C(31)—H(312)	109,31 (2,49)	C(7)—C(14)—H(141)	111,46 (2,23)
H(310)—C(31)—H(311)	97,05 (2,97)	C(7)—C(14)—H(142)	112,35 (2,27)
H(311)—C(31)—H(312)	108,43 (3,26)	H(140)—C(14)—H(141)	108,30 (3,30)
H(310)—C(31)—H(312)	115,27 (3,25)	H(141)—C(14)—H(142)	108,42 (3,16)
C(22)—C(32)—H(320)	111,53 (2,19)	H(140)—C(14)—H(142)	111,21 (3,33)
C(22)—C(32)—H(321)	106,08 (2,21)	C(1)—O(51)—H(510)	92,80 (2,63)
C(22)—C(32)—H(322)	111,44 (2,34)	C(8)—O(52)—H(520)	97,41 (2,52)
H(320)—C(32)—H(321)	99,63 (3,09)	C(4)—O(72)—H(720)	98,35 (2,81)
H(321)—C(32)—H(322)	119,79 (3,21)	C(21)—O(60)—H(600)	84,84 (2,70)
H(320)—C(32)—H(322)	107,78 (3,19)	C(23)—O(59)—H(590)	94,37 (2,41)
C(12)—C(13)—H(130)	105,72 (2,43)	H(907)—C(307)—H(917)	98,18 (3,21)
C(12)—C(13)—H(131)	110,27 (2,45)	H(908)—C(308)—H(918)	95,57 (3,30)
C(12)—C(13)—H(132)	114,27 (2,34)		

Tableau 5. Distances au plan moyen I en Å

O(54)	0,1165
O(72)	-0,1238
C(301)	0,1843

Tableau 6. Distances au plan II en Å

C(301)	-0,1043
N(302)	0,1553
N(303)	0,2523
C(304)	-0,2571
N(306)	-0,3049
C(307)	0,1991
C(308)	-0,1965
C(309)	0,0871

rattacher le substituant méthyl-4 pipérazinyl sur le C(3).

Ce cycle pipérazinique dont les longueurs de liaisons sont voisines de 1,45 Å et les angles correspondants voisins de 109° possède une forme chaise. Cette conformation se retrouve dans des molécules de cette taille en particulier des antibiotiques qui possèdent un hétérocycle hexagonal comme la grisorixine (Alléaume & Hickel, 1972), la monensine (Pinkerton & Steinrauf, 1970).

Tableau 7. Principales liaisons hydrogène (Å)

Code de symétrie	I	x	y	z
II		x	y	1+z
III		$x + \frac{1}{2}$	$\frac{1}{2} - y$	\bar{z}
IV		$x + \frac{1}{2}$	$\frac{1}{2} - y$	1-z
V		$\frac{1}{2} - x$	1-y	$\frac{1}{2} + z$
VI		1-x	$\frac{1}{2} + y$	$\frac{1}{2} - z$
N(302, I)—N(41, I)				2,71 (2)
N(41, I)—O(51, I)				2,74 (2)
N(41, I)—O(71, I)				2,28 (4)
O(51, I)—O(52, I)				2,48 (8)
O(71, I)—O(51, I)				2,81 (2)
O(52, I)—O(62, I)				2,80 (8)
O(53, I)—O(55, I)				2,34 (5)
O(54, I)—O(55, I)				2,92 (4)
O(54, I)—O(72, I)				2,56 (1)
O(56, I)—O(57, I)				3,20 (7)
O(57, I)—O(58, I)				2,22 (8)
O(59, I)—O(60, I)				2,72 (7)
O(61, I)—O(71, I)				2,86 (8)
O(62, I)—O(63, I)				2,86 (6)
O(62, I)—O(65, I)				2,92 (5)
O(63, I)—O(64, I)				2,70 (3)
N(306, I)—O(64, III)				2,77 (2)
O(54, I)—O(62, IV)				2,67 (7)
O(56, I)—O(64, V)				2,79 (8)
O(63, I)—O(60, V)				2,82 (3)
O(65, I)—O(64, V)				2,90 (6)
O(65, I)—O(60, V)				3,26 (5)
O(59, I)—O(72, VI)				2,80 (5)

On aurait pu s'attendre pour la chaîne aliphatique à observer uniquement des positions atomiques 'statistiques' ou bien des atomes très agités, mal définis. Il n'en est rien.

La rigidité de cette chaîne est due à la mise en jeu de liaisons hydrogène internes (Tableau 7) qui interviennent à quatre endroits différents.

1 - Au niveau de cette chaîne uniquement: O(55)-O(54); O(59)-O(60); O(57)-O(58) qui est particulièrement courte; N(41)-O(71) très courte également. Ces contacts assurent la rigidité propre de la chaîne. Sa position par rapport à la partie cyclique est assurée par une deuxième série de liaisons hydrogène.

2 - Entre la chaîne et les cycles: N(41)-N(302); N(41)-O(51); O(71)-O(51); O(53)-O(55) qui est courte. Enfin, cet assemblage moléculaire est dû également aux molécules d'eau de cristallisation.

3 - Entre la molécule et l'eau de cristallisation: O(61)-O(71); O(62)-O(63); O(62)-O(65); O(63)-O(64); O(52)-O(62).

4 - Notons également des liaisons hydrogène entre hydroxyles voisins, ou hydroxyle et carbonyle des cycles: O(51)-O(52); O(54)-O(72).

Organisation de la structure

Cette structure est formée par des couches composées de feuillets moléculaires. Les molécules constituant ces feuillets [projection (100)] apparaissent sensiblement parallèles à la direction *c* selon leur plus grande dimension (Figs. 2 et 3).

Le feuillet contenant les molécules à la cote *x* et celui contenant celles à la cote $\frac{1}{2} + x$ constituent une couche moléculaire.

De même le feuillet contenant les molécules à la cote $1 - x$ et celui contenant celles à la cote $\frac{1}{2} - x$ forment également une couche moléculaire.

Cohésion cristalline

Elle s'effectue à trois niveaux.

(1) Dans un même feuillet. Elle est assurée par des contacts de van der Waals O(53, I)-C(17, II); O(55, I)-C(19, II) (Tableau 8).

(2) Au sein d'une couche moléculaire. Les feuillets sont reliés par des liaisons plus courtes, type liaison hydrogène: N(306, I)-O(64, III); O(54, I)-O(62, IV).

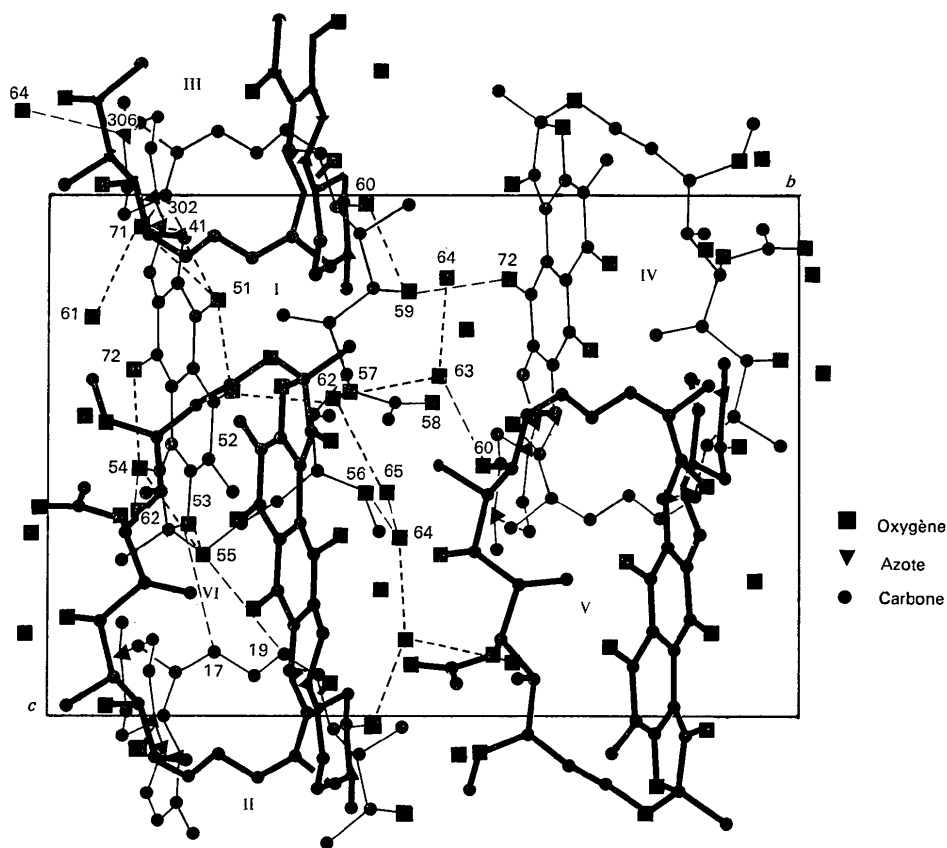


Fig. 2. Projection (100) de la structure. — — — Liaisons interatomiques intermoléculaires. - - - - Liaisons interatomiques intramoléculaires.

Tableau 8. Distances interatomiques (Å) entre molécules inférieures à 3,80 Å

O(53, I)—C(17, II)	3,53 (8)
O(55, I)—C(19, II)	3,55 (1)
C(31, I)—O(71, III)	3,34 (5)
N(304, I)—O(64, III)	3,77 (9)
C(305, I)—O(51, III)	3,43 (9)
C(305, I)—O(62, III)	3,54 (4)
C(305, I)—O(64, III)	3,52 (0)
C(309, I)—O(51, III)	3,42 (4)
C(309, I)—O(60, III)	3,40 (5)
C(309, I)—O(62, III)	3,45 (0)
C(309, I)—O(64, III)	3,41 (0)
C(29, I)—O(52, IV)	3,39 (9)
C(37, I)—O(64, V)	3,34 (3)
C(32, I)—O(54, VI)	3,48 (1)
C(36, I)—O(61, VI)	3,48 (0)
C(36, I)—O(71, VI)	3,49 (0)
O(58, I)—C(3, VI)	3,25 (3)
O(58, I)—N(41, VI)	3,48 (5)
O(58, I)—O(71, VI)	3,66 (5)
O(58, I)—C(301, VI)	3,07 (5)
O(63, I)—C(307, VI)	3,66 (2)
O(65, I)—C(309, VI)	3,36 (9)

(3) Entre les couches moléculaires. Ce sont là encore des liaisons hydrogène qui interviennent: O(56, I)—O(64, V); O(63, I)—O(60, V); O(65, I)—O(64, V); O(59, I)—O(72, VI).

Il est à remarquer que l'eau ne joue pas de rôle dans la constitution des feuillettes; elle s'intercale entre les couches moléculaires en assurant ainsi la cohésion entre feuillettes et couches moléculaires.

L'importance du rôle de l'eau explique la très grande fragilité des cristaux dès qu'ils sont placés à l'air libre.

Conclusions

Wehrli, Knüsel, Schmid & Staehelin (1968) et Wehrli & Staehelin (1969) ont prouvé que la rifampicine agissait en inhibant la RNA polymérase et cela d'une façon sélective. De même, l'action de l'actinomycine D s'explique de la même façon. Or, Jain & Sobell (1972) et Sobell & Jain (1972) ont apporté la preuve de l'activité de l'actinomycine D en montrant qu'elle s'intercalait entre deux paires de bases du DNA.

On peut remarquer, en conclusion, qu'il existe une certaine analogie entre les structures de ces deux antibiotiques. Ce rapprochement est en accord avec ce que Sobell (1974) affirme: 'The first of these features, intercalation, is used in binding a large variety of drugs and antibiotics to DNA helix'.

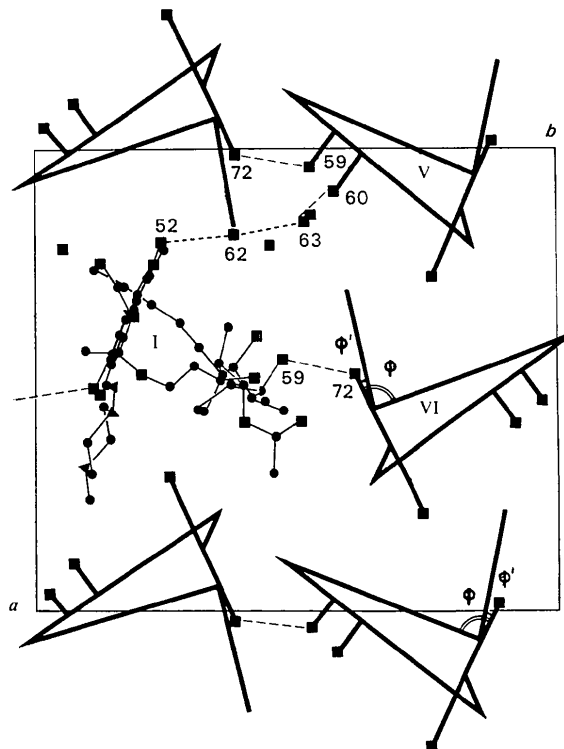


Fig. 3. Projection (001) de la structure.

Références

- ALLÉAUME, M. & HICKEL, D. (1972). *Chem. Commun.* pp. 175–176.
- BRUFANI, M., FEDELI, W., GIACOMELLO, G. & VACIAGO, A. (1964). *Experientia*, **20**, 339–342.
- BRUFANI, M., FEDELI, W., GIACOMELLO, G. & VACIAGO, A. (1966). *Atti. Accad. Nazl. Lincei Rend. Classe Sci. Fis. Mat. Nat.* **40**, 548–552.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274–285.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JAIN, S. C. & SOBELL, H. M. (1972). *J. Mol. Biol.* **68**, 1–20.
- PINKERTON, M. & STEINRAUF, L. K. (1970). *J. Mol. Biol.* **49**, 533–546.
- SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600–604.
- SOBELL, H. M. (1974). *Sci. Amer.* August, pp. 82–91.
- SOBELL, H. M. & JAIN, S. C. (1972). *J. Mol. Biol.* **68**, 21–34.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3178.
- WEHRLI, W., KNÜSEL, F., SCHMID, K. & STAEHELIN, M. (1968). *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.* **62**, 667–673.
- WEHRLI, W. & STAEHELIN, M. (1969). *Biochim. Biophys. Acta*, **182**, 24–29.