

SHORT STRUCTURAL PAPERS

Papers intended for publication under this heading must be in the format prescribed in Notes for Authors, *Acta Cryst.* (1973). B29, 154.

Acta Cryst. (1977). B33, 1577–1579

Méthoxy-2 Chloro-6 (Diméthylamino-3 propylamino)-9 Acridine

PAR C. COURSEILLE, S. GEOFFRE ET B. BUSETTA

*Laboratoire de Cristallographie et Physique Cristalline, associé au CNRS, Université de Bordeaux I,
351 cours de la Libération, Talence 33405, France*

ET J. BARBET

Département de Chimie, Ecole Polytechnique, 75230 Paris Cédex 05, France

(Reçu le 13 septembre 1976, accepté le 12 octobre 1976)

Abstract. $C_{19}H_{22}N_3Cl$, triclinic, $P\bar{1}$; $a = 12.011$ (8), $b = 11.840$ (8), $c = 9.007$ (7) Å; $\alpha = 133.58$ (9), $\beta = 106.55$ (9), $\gamma = 85.01$ (6)°; $M_r = 327.5$, $Z = 2$, $D_x = 1.24$ g cm⁻³. The structure was solved by direct methods, $R = 0.09$. The cohesion of the crystal is a result of van der Waals forces and superposition forces between the acridine rings.

Introduction. La détermination de cette structure (molécule I) entre dans le cadre de l'étude des intercalants de l'ADN que nous avons entreprise (Courseille, Geoffre, Hospital & Barbet, 1977; Courseille,

Leroy, Busetta & Barbet, 1977; Courseille, Leroy, Hospital & Barbet, 1977). Les cristaux ont été obtenus par lente évaporation d'une solution chloroformique. Les intensités de 3299 réflexions indépendantes ont été mesurées sur un diffractomètre automatique Siemens pour la radiation $Cu K\alpha$ ($\lambda = 1,5418$ Å).

La structure a été déterminée par méthodes directes en utilisant le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1970). Après affinement par moindres carrés des positions atomiques et des coefficients d'agitation thermique isotropes il a été possible de localiser la plupart des atomes d'hydrogène sur série différence.

Tableau 1. Paramètres atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
C(1)	-886 (5)	7897 (6)	8717 (10)	57 (4)	102 (8)	313 (20)	58 (10)	93 (15)	188 (22)
C(2)	-1787 (5)	7299 (7)	8678 (11)	56 (5)	121 (9)	325 (21)	66 (10)	102 (16)	206 (23)
C(3)	-1779 (5)	5902 (7)	8222 (10)	55 (4)	122 (9)	266 (18)	28 (10)	99 (15)	182 (22)
C(4)	-820 (5)	5121 (6)	7810 (10)	56 (4)	96 (8)	303 (19)	35 (9)	94 (15)	184 (21)
C(5)	3143 (5)	5032 (6)	6935 (11)	51 (4)	97 (8)	353 (21)	39 (9)	105 (16)	181 (23)
C(6)	4006 (5)	5773 (7)	7014 (10)	59 (5)	114 (8)	321 (21)	39 (10)	111 (16)	199 (23)
C(7)	3882 (5)	7170 (6)	7576 (10)	59 (4)	102 (8)	251 (18)	-6 (9)	64 (14)	154 (21)
C(8)	2886 (5)	7863 (6)	8014 (10)	59 (5)	91 (8)	313 (20)	12 (9)	99 (16)	151 (21)
N(9)	1005 (4)	7840 (5)	8342 (8)	54 (4)	87 (6)	305 (16)	38 (8)	95 (13)	167 (17)
C(10)	1148 (4)	4894 (6)	7194 (9)	48 (4)	86 (7)	202 (16)	23 (8)	44 (13)	129 (18)
C(11)	136 (4)	5689 (6)	7722 (9)	49 (4)	91 (7)	208 (16)	30 (9)	58 (13)	136 (19)
C(12)	146 (4)	7121 (6)	8254 (9)	51 (4)	85 (7)	226 (16)	30 (9)	58 (13)	132 (19)
C(13)	1986 (5)	7122 (6)	7952 (9)	55 (4)	83 (7)	206 (16)	16 (9)	58 (13)	120 (18)
C(14)	2083 (4)	5684 (6)	7365 (9)	50 (4)	84 (7)	207 (16)	23 (8)	53 (13)	124 (18)
O(23)	-2749 (4)	5439 (5)	8284 (9)	69 (4)	155 (7)	515 (19)	70 (8)	219 (14)	340 (21)
C(24)	-2801 (6)	4019 (8)	7825 (13)	81 (6)	181 (12)	425 (27)	23 (13)	124 (20)	376 (31)
Cl(27)	4975 (1)	8048 (2)	7558 (3)	73 (1)	140 (2)	423 (6)	8 (3)	150 (5)	264 (6)
N(30)	1264 (4)	3508 (5)	6600 (9)	52 (4)	85 (6)	378 (18)	27 (8)	86 (13)	222 (19)
C(31)	365 (5)	2219 (6)	5632 (10)	58 (4)	84 (7)	341 (21)	28 (9)	94 (16)	184 (21)
C(32)	822 (5)	652 (6)	4181 (11)	78 (5)	79 (8)	347 (22)	20 (10)	118 (18)	145 (22)
C(33)	1946 (6)	562 (7)	5405 (12)	93 (6)	125 (9)	455 (27)	104 (12)	208 (21)	314 (28)
N(34)	2996 (4)	1405 (6)	5833 (9)	67 (4)	132 (8)	315 (17)	69 (9)	122 (14)	218 (20)
C(35)	3320 (7)	1514 (10)	3868 (14)	108 (7)	257 (16)	443 (30)	95 (18)	258 (25)	402 (38)
C(36)	3967 (7)	1727 (11)	7517 (15)	87 (7)	277 (18)	515 (35)	120 (18)	163 (26)	396 (43)

Tableau 1 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
H(101)	-847 (46)	8828 (62)	8984 (86)	3,5	H(233)	1981 (60)	-511 (80)	4771 (111)	6,8
H(102)	-2561 (65)	7916 (87)	8932 (122)	8,1	H(124)	-3494 (60)	4033 (80)	8304 (112)	6,9
H(104)	-841 (42)	4259 (57)	7586 (80)	2,8	H(224)	-2137 (59)	4063 (79)	8728 (110)	6,6
H(105)	3221 (45)	4047 (61)	6756 (85)	3,5	H(324)	-2648 (82)	3224 (109)	6488 (152)	12,1
H(106)	4759 (54)	5333 (73)	6736 (102)	5,6	H(135)	3780 (60)	1116 (80)	3902 (112)	7,0
H(108)	2862 (53)	8924 (71)	8292 (99)	5,2	H(235)	3614 (66)	-474 (88)	3665 (124)	8,1
H(130)	2074 (49)	3343 (65)	6745 (91)	4,2	H(335)	2679 (62)	193 (83)	2808 (117)	7,4
H(131)	186 (45)	2406 (61)	6963 (85)	3,5	H(136)	3835 (58)	2444 (78)	9078 (109)	6,6
H(231)	-412 (51)	2166 (68)	4793 (95)	4,8	H(236)	4283 (80)	630 (106)	7178 (151)	12,0
H(132)	189 (57)	-254 (77)	3752 (105)	6,1	H(336)	4638 (69)	2289 (93)	7395 (130)	9,1
H(232)	905 (53)	456 (71)	2888 (98)	5,3					
H(133)	1818 (50)	976 (67)	6853 (93)	4,5					

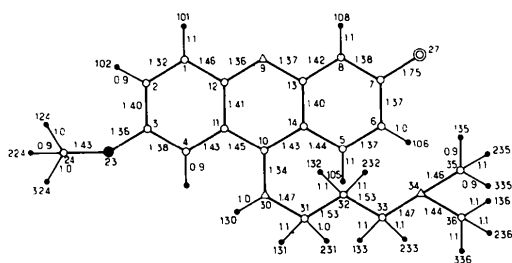


Fig. 1. Distances (Å) et angles (°) interatomiques.

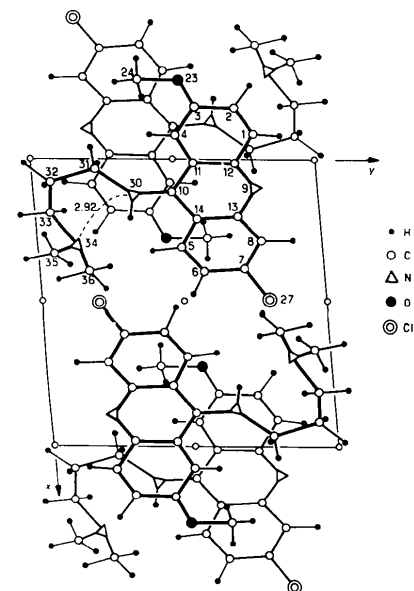
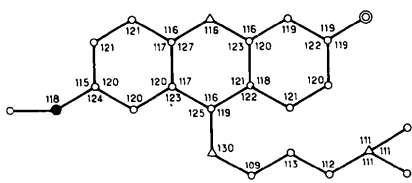


Fig. 2. Projection de la structure suivant Oz.

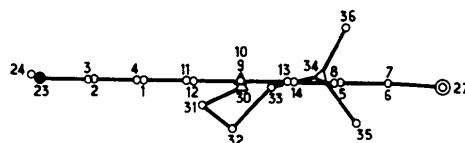


Fig. 3. Projection de la structure parallèle au plan du noyau acridine.

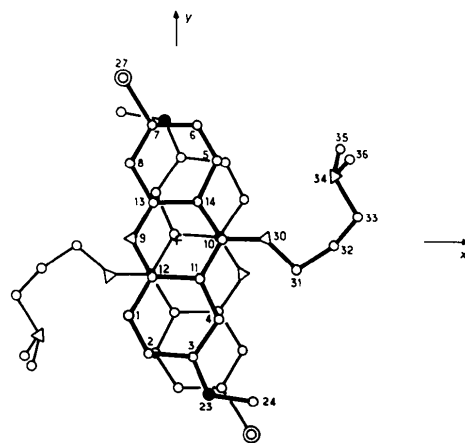


Fig. 4. Superposition des noyaux acridine.

Le facteur de reliabilité final est 0,09.* Les coordonnées et les facteurs de température des atomes sont reportés dans le Tableau 1.

Discussion. Les distances interatomiques et les angles de valence sont reportés sur la Fig. 1. La Fig. 2 donne la projection de la structure selon *c*. La conformation du noyau acridine est très proche de celle des molécules chargées (quinacrine) (Courseille, Busetta &

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32225: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Hospital, 1973). Cependant on peut noter une ouverture des angles N(9)–C(12)–C(11) et N(9)–C(13)–C(14) (127 et 125 au lieu de 120 et 121° pour la quinacrine) accompagnée d'une fermeture des angles C(12)–N(9)–C(13) et C(11)–C(10)–C(14) (115 au lieu de 122 et 118° pour la quinacrine) comme nous l'avons déjà observé pour différents dimères de l'acridine non chargé (Courseille, Geoffre, Hospital & Barbet, 1977; Courseille, Leroy, Busetta & Barbet, 1977; Courseille, Leroy, Hospital & Barbet, 1977).

Le noyau acridine est légèrement déformé au niveau du cycle pyridinique central; les deux cycles phényles latéraux qui restent plans font un angle dièdre de 2° alors qu'il est de 8° pour la quinacrine.

La chaîne amino-aliphatique présente une chélation intramoléculaire entre N(30) et N(34): N(30)···N(34) 2,92 Å, N(30)–H(130)···N(34) 136°.

Cette chélation entraîne un repliement de la chaîne amino-aliphatique et la place dans un plan assez proche de celui du noyau acridine (Fig. 3).

La cohésion cristalline est assurée dans la direction *c* par des liaisons de superposition entre les noyaux acridine: deux noyaux acridine homologues par un centre de symétrie sont distants de 3,56 Å avec une surface de recouvrement importante et forment ainsi des dimères de superposition (Fig. 4). La cohésion entre deux dimères différents n'est assurée que par de faibles liaisons de van der Waals.

Références

- COURSEILLE, C., BUSETTA, B. & HOSPITAL, M. (1973). *Acta Cryst.* B29, 2349–2355.
 COURSEILLE, C., GEOFFRE, S., HOSPITAL, M. & BARBET, J. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1573–1576.
 COURSEILLE, C., LEROY, F., BUSETTA, B. & BARBET, J. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1570–1572.
 COURSEILLE, C., LEROY, F., HOSPITAL, M. & BARBET, J. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1565–1569.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B26, 274–285.

Acta Cryst. (1977). B33, 1579–1581

Yttrium–Gold–Antimony Y₃Au₃Sb₄

BY A. E. DWIGHT

Department of Physics, Northern Illinois University, DeKalb, Illinois 60115, USA

(Received 18 October 1976; accepted 7 December 1976)

Abstract. Y₃Au₃Sb₄, cubic, $I\bar{4}3d$, $cI40$, $a = 9.818$ (1) Å, $Z = 4$, $D_m = 9.35$, $D_x = 9.42$ g cm⁻³. Y in 12(*a*), Au in 12(*b*), Sb in 16(*c*), $x = 0.088 \pm 0.002$. Y has four close Au neighbors and four close Sb neighbors.

Introduction. Debye–Scherrer diffraction patterns (Cu $K\alpha$ radiation, Ni filter) of an equiatomic YAuSb alloy contained lines of a b.c. cube with faint extra lines. Other alloys of closely related compositions were prepared, from which the single phase composition was found to be Y₃Au₃Sb₄. It was established that the unit-cell constant was invariant (*e.g.* no substitution of Au for Sb is possible). Examination of the extinctions revealed *hhl* reflections only when $2h + l = 4n$. These conditions are met only by space groups $I\bar{4}3d$ and $Ia3d$. The latter is eliminated by the requirement $0kl: k, l = 2n$ (the 310 line is present).

The measured density of the alloy indicated four formula weights (Y₁₂Au₁₂Sb₁₆) to the unit cell, which fits the 12(*a*), 12(*b*) and 16(*c*) sites of $I\bar{4}3d$. Assignment of elements to sites was made by trial intensity calculations (Yvon, Jeitschko & Parthé, 1969) with atomic

scattering factors (Moore, 1963). Intensity calculations were also made with the assumed Pu₂C₃-type structure (Zachariasen, 1952) in which Sb was placed in 16(*c*) sites, and Y and Au in 24(*d*) sites. Intensities for the four trial structures are given in Table 1. A reasonable fit between observed and calculated intensities was found only with the placement of Y in 12(*a*), Au in 12(*b*) and Sb in 16(*c*).

The only variable atomic positional parameter, x , of the 16(*c*) sites, was determined by a graphical method in which calculated intensities (Yvon, Jeitschko & Parthé, 1969) were plotted on a log scale against x . For a group of adjacent reflections, $x = 0.088 \pm 0.002$ gave best agreement with observed intensities. The (001) projection of the unit cell is shown in Fig. 1. Interatomic distances and the number of neighbors are given in Table 2.

Discussion. The lanthanides from Nd through Lu (except Pm, Eu and Yb) form compounds isotypic with Y₃Au₃Sb₄. Sc failed to form this structure. Unit-cell constants are given in Table 3.