

Fig. 2. ORTEP drawings of (a) molecule A and (b) molecule B. The mirror plane through the adamantane moiety lies parallel to the plane of the paper. Note the difference in the projections of the phenyl rings.

long to be symmetric, and the existence of the third approach suggests disordered arrangements of the two active H atoms. The relatively high thermal motions of these H atoms indicate such a tendency, but no detailed analysis has been made. The difference electron-density map did not reveal a reasonable H atom position for the third approach.

The diffraction data used in this study were collected at the Brookhaven National Laboratory. One of the authors (W. J. le Noble) wishes to acknowledge support by the National Science Foundation (NSF-CHE-7512847).

Acta Cryst. (1979). **B35**, 2271–2273

Bis(*p*-méthoxyphényl)-3,3 Phényl-2 Acrylonitrile

PAR Y. BARRANS, G. PRÉCIGOUX ET M. HOSPITAL

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 33405 Talence, France

ET A. SEKERA ET F. MIQUEL

Centre d'Etudes et de Recherches de Chimie Organique Appliquée, rue H. Dunant, 94320 Thiais, France

(Reçu le 2 septembre 1978, accepté le 3 mai 1979)

Abstract. $C_{23}H_{19}NO_2$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 8.595(1)$, $b = 9.379(1)$, $c = 22.602(2)$ Å, $\beta = 92.85^\circ$, $V = 1819.4$ Å³, $Z = 4$, $d_c = 1.224$ Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and refined by least-squares procedures to a final R of 0.035 using 2740 independent observed reflexions. The angles between the three aromatic rings are nearly the same as those found in other triphenylethylenes.

0567-7408/79/092271-03\$01.00

Table 4. 5-Phenyladamantanes: dihedral angles between the phenyl plane and the mirror through the adamantane cage

Substituents on C(2)		Angles (°)	Reference
<i>anti</i> to phenyl	<i>syn</i> to phenyl		
–Cl	–C≡CH	62.5	<i>a</i>
–C≡CH	Cl	65.5	<i>a</i>
–C≡CH	OH	10.4	<i>b</i>
–C≡CH	OH	44.5	
–C=CHCl (Cl <i>anti</i> to phenyl)		3.6	<i>c</i>

References: (a) Lin *et al.* (1979). (b) This work. (c) Okaya *et al.* (1978).

References

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- DOMENICANO, A., VACIAGO, A. & COULSON, C. A. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 221–234.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LIN, S. Y., OKAYA, Y., CHIOU, D. M. & LE NOBLE, W. J. (1979). To be published.
- NOBLE, W. J. LE, CHIOU, D. M., MALUSZYŃSKA, H. & OKAYA, Y. (1977). *Tetrahedron Lett.* pp. 3865–3868.
- OKAYA, Y., MALUSZYŃSKA, H., CHIOU, D. M. & LE NOBLE, W. J. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3434–3436.

Introduction. Certains dérivés du triphényléthylène (tamoxifène, broparestrol) sont utilisés en thérapeutique et possèdent des affinités biochimiques intéressantes pour le récepteur cytoplasmique des oestrogènes. Il nous a semblé possible d'envisager l'utilisation de cette propriété biochimique pour la mise au point d'un substrat synthétique de chromatographie d'affinité pour purifier le récepteur. Par ailleurs, l'analyse radio-

© 1979 International Union of Crystallography

cristallographique de nombreuses molécules oestrogènes de squelette stéroïdique ou non avait permis de proposer une 'géométrie oestrogène' susceptible de se fixer sur le récepteur (Hospital, Busetta, Courseille & Précigoux, 1975). Guidé par ce modèle et par les résultats tant pharmacologiques que biochimiques déjà obtenus sur des molécules voisines, le choix pour le substrat de base s'est porté sur la série du triphényl-éthylène et notamment sur la molécule de bis(*p*-hydroxyphényl)-3,3 phényl-2 acrylonitrile. Son coefficient d'affinité pour le récepteur cytoplasmique est important (Miquel, Sekera & Chaudron, 1978).

Le dérivé méthoxylé cristallise convenablement. La structure a été entreprise pour vérifier que la conformation de ces molécules s'adapte bien au modèle proposé.

Les cristaux ont été obtenus par lente évaporation d'une solution dans l'acétone. La détermination des paramètres de maille et la mesure des intensités diffractées ont été faites sur diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius, avec la radiation $K\alpha$ du cuivre monochromatisée ($\lambda\alpha_1 = 1,5405 \text{ \AA}$). 3800 réflexions indépendantes ont été mesurées et 2740 ont été considérées comme observées avec la restriction: $I > 3\sigma(I)$. La structure a été résolue par méthodes directes à l'aide du programme SIR (Giacovazzo, 1977; Busetta, 1978).

Les paramètres atomiques et thermiques (anisotropes pour les atomes C, N et O, et isotropes pour les

atomes d'hydrogène) ont été affinés jusqu'à une valeur de R de 0,035. Les atomes d'hydrogène ont été introduits en position théorique pour ceux des cycles aromatiques et placés à l'aide de série de Fourier-différences pour ceux des groupements méthyles. Le schéma de pondération utilisé pour l'affinement est le suivant:

$$\sqrt{w} = 1 \quad \text{si } |F_o| < p \quad \text{et} \quad \sqrt{w} = \frac{p}{F_o} \quad \text{si } |F_o| > p$$

$$\text{avec } p = \sqrt{\frac{F_o^2 \max}{10}}$$

Les coefficients de diffusion sont ceux des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) pour les atomes C, N et O et ceux de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les atomes d'hydrogène.

Les coordonnées atomiques sont fournies sur le Tableau 1.*

Discussion. La numérotation atomique, les distances et angles interatomiques sont indiqués sur la Fig. 1. Le raccourcissement des liaisons C(4)—C(7), C(7)—C(27), C(8)—C(28) et C(8)—C(9) montre qu'il existe une certaine conjugaison entre les cycles aromatiques, la double et la triple liaison. Le système central de la molécule n'est pas plan; les atomes C(9) et C(27) s'écartent de $-0,2$ et $0,2 \text{ \AA}$ du plan moyen constitué par les atomes C(4), C(7), C(8) et C(28). Les angles existant entre les différents plans moyens sont

Tableau 1. Coordonnées atomiques avec écarts-type ($\times 10^4$)

	x	y	z	$B_{\text{eq}} (\text{\AA}^2)$
C(1)	6452 (2)	3323 (2)	2265 (1)	2,5
C(2)	7745 (2)	2451 (2)	2342 (1)	2,9
C(3)	8073 (2)	1480 (2)	1904 (1)	2,9
C(4)	7152 (2)	1369 (2)	1382 (1)	2,3
C(5)	5837 (2)	2243 (2)	1320 (1)	2,7
C(6)	5485 (2)	3197 (2)	1755 (1)	3,1
C(7)	7554 (2)	0321 (2)	0923 (1)	2,1
C(8)	7438 (2)	0631 (2)	0334 (1)	2,2
C(9)	7601 (2)	-0491 (2)	-0096 (1)	2,6
N(10)	7696 (2)	-1330 (2)	-0459 (1)	4,1
O(11)	6035 (1)	4340 (1)	2661 (0)	3,7
C(21)	7047 (2)	4547 (2)	3174 (1)	4,7
C(27)	8089 (2)	-1091 (2)	1145 (1)	2,2
C(37)	9406 (2)	-1749 (2)	0939 (1)	2,6
C(47)	9949 (2)	-3037 (2)	1169 (1)	2,7
C(57)	9165 (2)	-3688 (2)	1615 (1)	2,2
C(67)	7835 (2)	-3056 (2)	1825 (1)	2,5
C(77)	7320 (2)	-1769 (2)	1599 (1)	2,6
O(87)	9620 (1)	-4923 (1)	1891 (1)	3,6
C(97)	10970 (2)	-5623 (2)	1696 (1)	4,0
C(28)	7159 (2)	2075 (2)	0071 (1)	2,4
C(38)	8025 (2)	3240 (2)	0275 (1)	2,5
C(48)	7751 (2)	4580 (2)	0040 (1)	2,7
C(58)	6622 (2)	4776 (2)	-0410 (1)	3,9
C(68)	5775 (2)	3621 (2)	-0624 (1)	3,7
C(78)	6045 (2)	2277 (2)	-0389 (1)	2,6

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes et des coordonnées calculées des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34510: 26 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

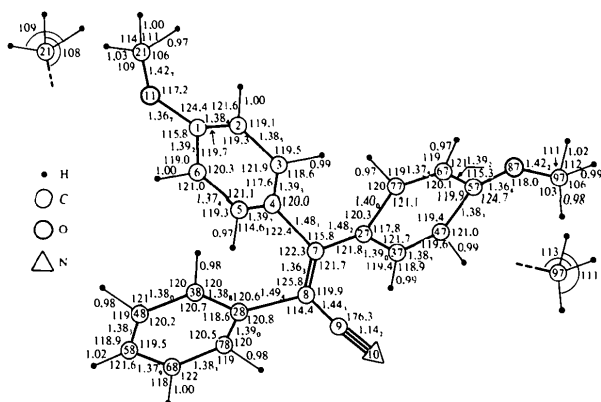


Fig. 1. Numérotation des atomes, longueurs (Å) et angles (°) de liaisons. L'écart-type moyen est de 0,006 Å sur les liaisons C—C, C—N et C—O, de 0,3° sur les angles correspondants, de 0,07 Å sur les liaisons C—H.

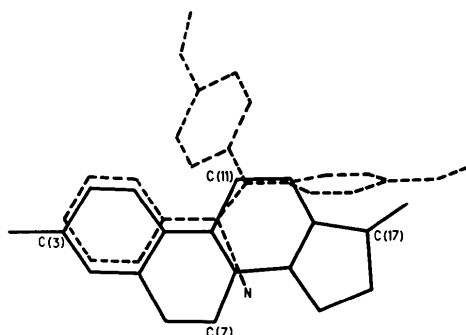


Fig. 2. Modèle de superposition moléculaire: oestradiol-triphényl-éthylène.

Tableau 2. Angles de quelques plans moyens caractéristiques

Cycle		Entre	Angle (°)	Entre	Angle (°)
A	C(28) à C(78)	A et B	54	A et D	54
B	C(27) à C(77)	A et C	81	B et D	54
C	C(1) à C(6)	B et C	70	C et D	46
Plan					
D	C(4)–C(7)–C(8)–C(28)			C et E	4
E	C(1)–O(11)–C(21)			B et F	2
F	C(57)–O(87)–C(97)				

reportés sur le Tableau 2. Ces angles sont proches de ceux trouvés pour les autres dérivés du triphényl-éthylène: broparestrol (Fornies-Marquina, Courseille, Busetta & Hospital, 1972) et tamoxifène *cis* (Kilbourn & Owston, 1970). La position relative des cycles

Acta Cryst. (1979). B35, 2273–2276

4-[(4-Bromophenyl)methyl]-1,4-epoxy-1-phenyl-1*H*-2,3-benzodioxepin-5(4*H*)-one

BY J. D. OLIVER,* D. F. MULLICA, W. O. MILLIGAN, J. KARBAN, J. L. McATEE JR AND J. S. BELEW

Department of Chemistry, Baylor University, Waco, Texas 76703, USA

(Received 27 February 1979; accepted 30 May 1979)

Abstract. C₂₂H₁₅BrO₄, *M_r* = 423.3, monoclinic, *P*2₁/*a*, *a* = 12.224 (4), *b* = 8.960 (3), *c* = 17.074 (4) Å, β = 96.83 (2)°, *V* = 1856.8 Å³, *Z* = 4, μ = 2.21 mm⁻¹, *D_x* = 1.51, *D_m* = 1.49 (1) Mg m⁻³. Full-matrix least-squares refinement of 1048 unique reflections yielded *R* = 0.049. The five- and the six-atom rings of the bicyclic system exist in the half-chair and envelope conformations, respectively. The seven-atom ring of the bicyclic system consists of two planar segments which intersect to form an angle of 106°.

* On sabbatical leave from the Department of Chemistry, West Texas State University, Canyon, Texas 79015, USA.

0567-7408/79/092273-04\$01.00

aromatiques peut être considérée en première approximation comme une constante géométrique des triphényl-éthylènes (Fig. 2). Le modèle proposé pour le squelette de la molécule oestrogène (Hospital, Busetta, Courseille & Précigoux, 1975) est en accord avec cette géométrie. Il doit donc y avoir une possibilité d'utiliser la molécule étudiée comme substrat d'une colonne d'affinité. Pour cela elle doit être attachée sur une résine par un 'bras' fixé sur l'atome d'azote N(10). Sur le modèle oestrogène cette position est voisine de la position C(7) de l'oestradiol qui est accessible sans entraîner une modification notable de l'affinité pour le récepteur (Bucourt *et al.*, 1978).

Références

- BUCOURT, R., TORELLI, V., VIGNAU, M., RICHARD-FOY, H., GEYNET, C., SECCO-MILLET, C. & BAULIEU, E. E. (1978). *J. Biol. Chem.* **253**, 8221–8228.
- BUSETTA, B. (1978). *Acta Cryst.* A34, S44.
- FOURNIES-MARQUINA, J. M., COURSEILLE, C., BUSETTA, B. & HOSPITAL, M. (1972). *Cryst. Struct. Commun.* **1**, 261.
- GIACOVAZZO, C. (1977). *Acta Cryst.* A33, 933–944.
- HOSPITAL, M., BUSETTA, B., COURSEILLE, C. & PRÉCIGOUX, G. (1975). *J. Steroid Biochem.* **6**, 221–225.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press.
- KILBOURN, B. T. & OWSTON, P. G. (1970). *J. Chem. Soc. B*, pp. 1–5.
- MIQUEL, J. F., SEKERA, A. & CHAUDRON, T. (1978). *C. R. Acad. Sci. Sér. C*, **286**, 151–154.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

Introduction. The synthesis and X-ray structure of an unusually stable secondary ozonide has recently appeared (Karbon, McAtee, Belew, Mullica, Milligan & Korp, 1978). In connection with our interest in the geometrical details of stable ozonides, the crystal structure determination of the ozonide (I) made from 2-[(4-bromophenyl)methyl]-3-phenylinden-1-one is reported.

Crystals of the title compound, hereinafter referred to as OZOBR, were obtained by slow evaporation of an ethanol solution. A tablet-like crystal (0.35 × 0.33 × 0.091 mm) was mounted on a glass fiber and transferred to an Enraf–Nonius CAD-4 autodiffractometer. © 1979 International Union of Crystallography