

- GAUSE, G. F. (1975). *Antibiotics*, Vol. III, pp. 269–273. New York: Springer.
- GAUSE, G. F., PREOBRAZHENSAYA, T. P., IVANITSKAYA, L. P. & SVESHNIKOVA, M. A. (1969). *Antibiotiki (Moscow)*, **14**, 963–969.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- GLAUBIGER, D., KOHN, D. W. & CHARNEY, E. (1974). *Biochim. Biophys. Acta*, **361**, 303–311.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.
- HORWITZ, S. B. (1971). *Prog. Mol. Subcell. Biol.* **2**, 40–47.
- HURLEY, L. H. (1977). *J. Antibiot.* **30**, 349–370.
- KARIYONE, K., YAZAWA, H. & KOHSAKA, M. (1971). *Chem. Pharm. Bull.* **19**, 2289–2293.
- KOERNITGEN, C. & MARGULIS, T. N. (1977). *J. Pharm. Sci.* **66**, 1127–1131. New York: Springer.
- KOHN, K. W. (1975). *Antibiotics*, Vol. III, pp. 3–11. New York: Springer.
- LEIMGRUBER, W., BATCHO, A. D. & SCHENKER, F. (1965). *J. Am. Chem. Soc.* **87**, 5793–5796.
- LEIMGRUBER, W., STEFANOVIĆ, V., SCHENKER, F., KARR, A. & BERGER, J. (1965). *J. Am. Chem. Soc.* **87**, 5791–5793.
- LESSINGER, L. & MARGULIS, T. N. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 578–584.
- MESENTSEV, A. S., KULJAEVA, V. B. & RUBASHEVA, L. M. (1974). *J. Antibiot.* **27**, 866–873.
- TAKEUCHI, T., MIYAMOTO, M., ISHIZUKA, M., NAGANAWA, H., KONDO, S., HAMADA, M. & UMEZAWA, H. (1976). *J. Antibiot.* **29**, 93–96.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 2948–2952

Détermination de la Structure Cristalline et Moléculaire de l'Octahydro-1,2,3,4,5,6,7,8 Diisopropano-1,4 : 5,8 Diméthyl-4,5 Phényl-9 Acridine

PAR R. ROQUES

Laboratoire de Cristallographie de l'Université Nationale de Côte d'Ivoire, BP 4322, Abidjan, Côte d'Ivoire

J. SOTIROPOULOS

Laboratoire de Chimie Organique Appliquée, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31077 Toulouse CEDEX, France

ET J. P. DECLERCQ ET G. GERMAIN

Laboratoire de Chimie Physique et de Cristallographie, Université de Louvain, 1348-Louvain-la-Neuve, Belgique

(Reçu le 24 janvier 1979, accepté le 10 juillet 1979)

Abstract

The crystal structure of 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4 : 5,8-diisopropano-4,5-dimethyl-9-phenylacridine, $C_{27}H_{33}N$, $M_r = 371.5$, has been determined from three-dimensional data collected with Cu $K\alpha$ radiation. The crystals, $[\alpha]_D = +269.5^\circ$, are monoclinic, space group $P2_1$, with $a = 15.007(4)$, $b = 10.936(4)$, $c = 6.966(2)$ Å, $\beta = 100.01(2)^\circ$, $Z = 2$, $V = 1125.8$ Å³, $d_m = 0.95$, $d_c = 1.09$ Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods with *MULTAN 77* ($R = 8.2\%$ for 955 observed reflexions). This structure shows that during the reaction of ammonia with dibornanonylphenylmethane, ring closure is followed by unexpected dehydrogenation and the formation of a pyridine derivative. On the other hand, a coplanar arrangement of the benzene and pyridine rings is impossible due to steric effects. A twist angle of 51° has been found and π -electronic interaction across the coannular bond is greatly hindered.

0567-7408/79/122948-05\$01.00

Introduction

L'action de l'ammoniac en solution alcoolique, en présence de chlorure d'ammonium sur le (+)-dibornanonylphénylméthane (Sotiropoulos, 1968) (Fig. 1), préparé à partir du (+)-camphre, conduit par une réaction d'hétérocyclisation à un produit solide dont les

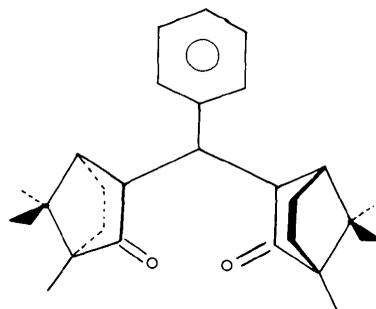


Fig. 1. Dibornanonylphénylméthane.

caractéristiques sont les suivantes: F : 438 K, $[\alpha]_D^{25} = +269,5^\circ$ (alcool $M/50$).

La structure attendue pour cet hétérocycle était celle de la Fig. 2.

Or l'analyse élémentaire fait apparaître un défaut d'hydrogène correspondant à deux atomes d'hydrogène par molécule: calculé pour $C_{27}H_{35}N$ (Fig. 2): C 86,86%; H 9,38%; calculé pour $C_{27}H_{33}N$: C 87,28%; H 8,94%; trouvé C 87,29%; H 8,92%.

Le spectre de résonance magnétique nucléaire confirme ce défaut et montre d'autre part que les six groupements méthyle de la molécule sont deux à deux équivalents. En effet on remarque dans le spectre trois pics bien séparés, à 0,55 p.p.m. pour les CH_3 numérotés 12 et 16, à 0,95 p.p.m. pour les CH_3 numérotés 13 et 17 et à 1,33 p.p.m. pour les CH_3 numérotés 14 et 18 (Fig. 3).

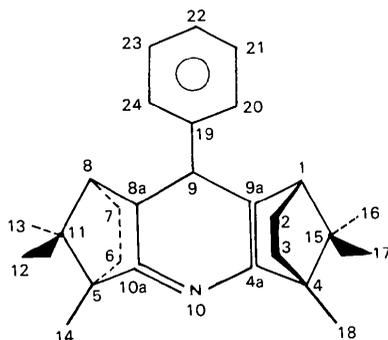


Fig. 2. Hétérocycle supposé obtenu par hétérocyclisation du dibornanonylphénylméthane en présence de NH_3 .

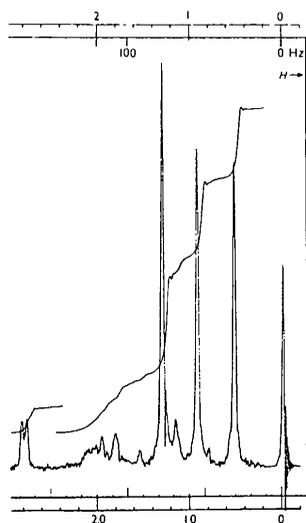


Fig. 3. Spectre de RMN de l'octahydro-1,2,3,4,5,6,7,8 diisopropano-1,4:5,8 diméthyl-4,5 phényl-9 acridine (protons aliphatiques).

Ces observations nous ont amenés à deux conclusions:

(1) L'hétérocycle préparé dans nos conditions expérimentales n'a pas la structure de la Fig. 2.

(2) La structure réelle de l'hétérocycle doit présenter une certaine symétrie pour expliquer les observations en résonance magnétique nucléaire.

Pour ces raisons nous avons entrepris la détermination de la structure cristalline de cet hétérocycle.

Détermination de la structure

Le spectre de diffraction a été enregistré sur un diffractomètre automatique à quatre cercles Syntex $P2_1$ (rayonnement $Cu K\alpha$). Pour un angle maximum de $2\theta = 114^\circ$ 1621 réflexions, corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation, ont été mesurées dont 955 ont une intensité suffisante pour être considérées comme observées [$I > 2,5\sigma(I)$].

La structure a été résolue par le système de programme *MULTAN 77* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). La synthèse de Fourier effectuée sur l'ensemble de phases possédant le plus petit ψ_0 a révélé 27 atomes. La position des autres atomes a pu être déterminée par synthèses de Fourier successives. Les coordonnées de ces atomes font nettement apparaître deux demi-molécules en position spéciale. L'axe d'ordre 2 passe par les atomes N(10), C(9-19-22) (Fig. 2).

Affinement

L'affinement par moindres carrés avec matrice complète a été effectué au moyen du programme *XRAY 72* (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972). Le poids de chaque réflexion a été calculé d'après la relation proposée par Cruickshank (1965):

$$W = (6,56 + |F_o| + 0,0139|F_o|^2)^{-1}.$$

Quatre cycles d'affinement avec paramètres d'agitation thermique isotrope nous ont donné un $R = 14,3\%$. Une série de Fourier différence a permis de localiser 28 atomes d'hydrogène.

Trois cycles d'affinement avec paramètres d'agitation thermique anisotrope nous ont donné un indice résiduel 8,2%. Pour les atomes d'hydrogène, seules les positions ont été affinées et nous leur avons attribué un coefficient d'agitation thermique: $B = 4,0 \text{ \AA}^2$.*

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des distances interatomiques des liaisons C-H ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34680: 13 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.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques (C et N × 10⁴ et H × 10³)*

| | Molécule 1 | | | | Molécule 2 | | | |
|---------|------------|------------|-----------|-----------------------------------|------------|------------|-----------|-----------------------------------|
| | x | y | z | B _{eq} (Å ²) | x | y | z | B _{eq} (Å ²) |
| C(1) | 1538 (10) | 8939 (14) | 2521 (23) | 2,35 | 6703 (11) | 1146 (17) | 1891 (28) | 3,50 |
| C(2) | 1345 (11) | 8590 (16) | 4571 (27) | 4,24 | 7325 (11) | 1479 (17) | 435 (28) | 3,94 |
| C(3) | 1307 (11) | 7189 (21) | 4502 (25) | 4,40 | 7274 (12) | 2872 (21) | 369 (28) | 5,12 |
| C(4) | 1502 (11) | 6841 (14) | 2419 (25) | 3,41 | 6620 (11) | 3201 (16) | 1843 (28) | 3,92 |
| C(4a) | 656 (10) | 7361 (14) | 1088 (23) | 3,67 | 5716 (9) | 2716 (14) | 841 (23) | 3,10 |
| C(9) | 0 (0) | 9289 (20) | 0 (0) | 3,38 | 5000 (0) | 763 (20) | 0 (0) | 3,51 |
| C(9a) | 680 (10) | 8594 (14) | 1079 (26) | 2,76 | 5723 (11) | 1447 (14) | 930 (28) | 3,26 |
| N(10) | 0 (0) | 6644 (17) | 0 (0) | 4,39 | 5000 (0) | 3416 (17) | 0 (0) | 4,07 |
| C(15) | 2158 (9) | 7875 (18) | 2100 (23) | 3,57 | 6874 (9) | 2195 (17) | 3374 (21) | 3,27 |
| C(16) | 2426 (11) | 7935 (21) | 90 (25) | 4,65 | 6275 (13) | 2070 (25) | 4976 (30) | 6,06 |
| C(17) | 3059 (10) | 7851 (20) | 3596 (22) | 4,55 | 7859 (10) | 2267 (20) | 4524 (22) | 4,59 |
| C(18) | 1741 (12) | 5572 (17) | 2172 (30) | 4,66 | 6649 (12) | 4534 (18) | 2448 (27) | 4,79 |
| C(19) | 0 (0) | 10627 (23) | 0 (0) | 4,14 | 5000 (0) | -634 (19) | 0 (0) | 2,17 |
| C(20) | 120 (12) | 11293 (18) | 1760 (28) | 4,93 | 5246 (11) | -1231 (16) | 1704 (27) | 4,53 |
| C(21) | 87 (12) | 12603 (20) | 1675 (29) | 5,44 | 5222 (13) | -2475 (18) | 1772 (31) | 5,04 |
| C(22) | 0 (0) | 13260 (22) | 0 (0) | 5,20 | 5000 (0) | -3071 (25) | 0 (0) | 5,41 |
| H(1) | 178 (9) | 989 (15) | 254 (20) | | 663 (9) | 16 (15) | 173 (20) | |
| H(2) | 187 (9) | 910 (14) | 545 (22) | | 775 (9) | 137 (14) | 90 (20) | |
| H'(2) | 71 (8) | 886 (14) | 461 (20) | | - | - | - | |
| H(3) | 92 (9) | 688 (16) | 483 (18) | | 714 (9) | 329 (13) | -86 (19) | |
| H'(3) | 183 (9) | 705 (13) | 544 (20) | | - | - | - | |
| H(16) | 271 (8) | 720 (15) | 3 (17) | | 611 (8) | 253 (16) | 489 (20) | |
| H'(16) | 199 (9) | 835 (13) | -55 (19) | | 594 (8) | 190 (13) | 473 (19) | |
| H(17) | 316 (9) | 821 (14) | 495 (19) | | 819 (8) | 225 (14) | 358 (18) | |
| H'(17) | 343 (8) | 820 (15) | 320 (19) | | 786 (8) | 260 (13) | 553 (19) | |
| H''(17) | 343 (8) | 685 (15) | 388 (19) | | - | - | - | |
| H(18) | 242 (9) | 518 (15) | 258 (21) | | 640 (9) | 443 (13) | 347 (20) | |
| H'(18) | 122 (9) | 531 (14) | 257 (20) | | 660 (9) | 490 (14) | 103 (20) | |
| H''(18) | 166 (9) | 553 (14) | 96 (22) | | 729 (9) | 467 (13) | 283 (21) | |
| H(20) | - | - | - | | 518 (9) | -88 (15) | 283 (23) | |
| H(21) | 13 (8) | 285 (14) | 285 (19) | | 529 (11) | -282 (18) | 283 (23) | |
| H(22) | 0 (0) | 402 (20) | 0 (0) | | 500 (0) | -376 (24) | 0 (0) | |

Tableau 2. *Distances interatomiques (Å)*

| Molécule 1 | | Molécule 2 | | Molécule 1 | | Molécule 2 | | Molécule 1 | | Molécule 2 | |
|------------|----------|------------|-------------|------------|----------|-------------|----------|------------|--|------------|--|
| C(1)-C(2) | 1,55 (2) | 1,54 (2) | C(4)-C(15) | 1,54 (2) | 1,53 (2) | C(15)-C(16) | 1,52 (2) | 1,56 (2) | | | |
| C(1)-C(9a) | 1,54 (2) | 1,54 (2) | C(4)-C(18) | 1,45 (2) | 1,52 (3) | C(15)-C(17) | 1,56 (2) | 1,56 (2) | | | |
| C(1)-C(15) | 1,55 (2) | 1,54 (2) | C(4a)-N(10) | 1,38 (2) | 1,39 (2) | C(19)-C(20) | 1,41 (2) | 1,35 (2) | | | |
| C(2)-C(3) | 1,53 (3) | 1,53 (2) | C(4a)-C(9a) | 1,35 (2) | 1,37 (2) | C(20)-C(21) | 1,44 (3) | 1,36 (3) | | | |
| C(3)-C(4) | 1,58 (2) | 1,58 (2) | C(9)-C(9a) | 1,38 (2) | 1,38 (2) | C(21)-C(22) | 1,36 (2) | 1,38 (2) | | | |
| C(4)-C(4a) | 1,54 (2) | 1,51 (2) | C(9)-C(19) | 1,46 (3) | 1,53 (3) | | | | | | |

Tableau 3. *Angles de valence (°)*

| Molécule 1 | | Molécule 2 | | Molécule 1 | | Molécule 2 | | Molécule 1 | | Molécule 2 | |
|------------------|---------|------------|-------------------|------------|---------|--------------------|---------|------------|--|------------|--|
| C(2)-C(1)-C(9a) | 106 (1) | 108 (1) | C(15)-C(4)-C(18) | 121 (1) | 120 (1) | C(4)-C(15)-C(16) | 116 (1) | 117 (1) | | | |
| C(2)-C(1)-C(15) | 102 (1) | 103 (1) | C(4)-C(4a)-N(10) | 124 (1) | 125 (1) | C(17)-C(15)-C(1) | 112 (1) | 115 (1) | | | |
| C(9a)-C(1)-C(15) | 99 (1) | 100 (1) | C(4)-C(4a)-C(9a) | 111 (1) | 109 (1) | C(17)-C(15)-C(16) | 106 (1) | 105 (1) | | | |
| C(1)-C(2)-C(3) | 103 (1) | 103 (1) | N(10)-C(4a)-C(9a) | 126 (1) | 125 (1) | C(1)-C(15)-C(16) | 114 (1) | 112 (1) | | | |
| C(4)-C(3)-C(2) | 105 (1) | 104 (1) | C(9a)-C(9)-C(19) | 123 (1) | 123 (1) | C(9)-C(19)-C(20) | 121 (1) | 119 (1) | | | |
| C(3)-C(4)-C(4a) | 102 (1) | 103 (1) | C(1)-C(9a)-C(9) | 133 (1) | 134 (1) | C(19)-C(20)-C(21) | 119 (2) | 121 (2) | | | |
| C(3)-C(4)-C(15) | 100 (1) | 100 (1) | C(1)-C(9a)-C(4a) | 105 (1) | 103 (1) | C(20)-C(21)-C(22) | 124 (2) | 116 (2) | | | |
| C(3)-C(4)-C(18) | 115 (1) | 114 (1) | C(9)-C(9a)-C(4a) | 122 (1) | 121 (1) | C(8a)-C(9)-C(9a) | 114 (1) | 114 (1) | | | |
| C(4a)-C(4)-C(15) | 97 (1) | 99 (1) | C(4)-C(15)-C(17) | 113 (1) | 115 (1) | C(10a)-N(10)-C(4a) | 110 (1) | 114 (1) | | | |
| C(4a)-C(4)-C(18) | 118 (1) | 117 (1) | C(4)-C(15)-C(1) | 96 (1) | 94 (1) | | | | | | |

Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1. Les distances interatomiques et les angles de valence sont portés dans les Tableaux 2 et 3. Les angles de torsion, suivant la convention de Klyne & Prelog

(1960), sont consignés dans le Tableau 4. La Fig. 4 représente la vraie structure de l'hétérocycle et la Fig. 5 en donne une vue exécutée avec le programme ORTEP (Johnson, 1965).

Tableau 4. Angles de torsion (°)

| | Molécule 1 | Molécule 2 |
|-------------------------|------------|------------|
| C(2)—C(1)—C(9a)—C(9) | 108 (1) | 100 (1) |
| C(3)—C(4)—C(4a)—N(10) | -112 (1) | -108 (1) |
| C(15)—C(4)—C(4a)—N(10) | 146 (1) | 149 (1) |
| C(18)—C(4)—C(4a)—N(10) | 16 (1) | 18 (1) |
| C(3)—C(4)—C(15)—C(17) | 63 (1) | 65 (1) |
| C(4a)—C(4)—C(15)—C(17) | 166 (1) | 171 (1) |
| C(18)—C(4)—C(15)—C(17) | -65 (1) | -61 (1) |
| C(19)—C(9)—C(9a)—C(1) | 2 (1) | 10 (1) |
| C(9a)—C(9)—C(19)—C(20) | -52 (2) | 49 (2) |
| C(9)—C(19)—C(20)—C(21) | -178 (2) | 178 (2) |
| C(19)—C(20)—C(21)—C(22) | -4 (2) | 5 (2) |
| N(10)—C(4a)—C(9a)—C(9) | 3 (1) | 5 (1) |

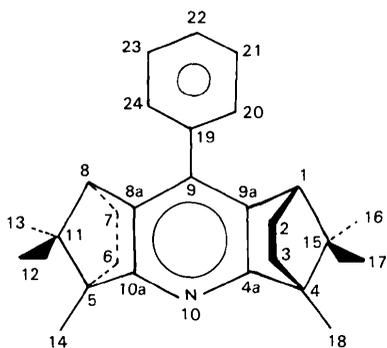


Fig. 4. Octahydro-1,2,3,4,5,6,7,8 diisopropano-1,4:5,8 diméthyl-4,5 phényl-9 acridine.

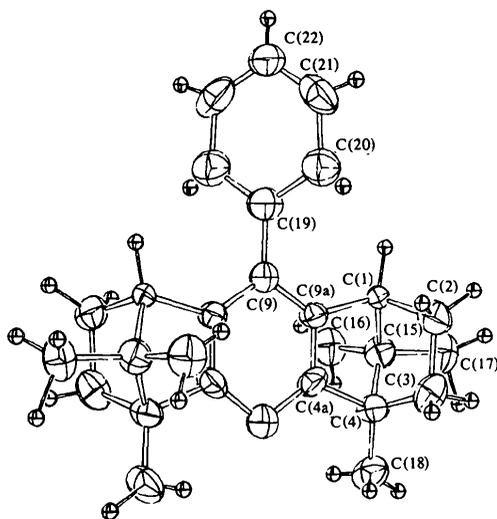


Fig. 5. Vue d'une molécule obtenue par ORTEP (Johnson, 1965).

Discussion

Nous observons en premier lieu la planéité du cycle central azoté, son aromaticité et l'absence des atomes d'hydrogène sur les atomes de carbone C(8a) et C(9).

La très faible torsion du cycle pyridinique central [N(10)—C(4a)—C(9a)—C(9), Tableau 4] du même ordre de grandeur que celle du noyau phényle [C(19)—C(20)—C(21)—C(22)], les longueurs de liaisons C(4a)—N(10) (1,38 Å), C(4a)—C(9a) (1,35 Å), C(9a)—C(9) (1,38 Å) (Tableau 2) et les angles de valence C(9)—C(9a)—C(4a) (121–122°), N(10)—C(4a)—C(9a) (125–126°) (Tableau 3) sont la preuve suffisante de l'aromaticité de ce cycle et de sa planéité.

La réaction d'hétérocyclisation que nous avons réalisée est par conséquent accompagnée d'une réaction d'aromatation inattendue.

La présence du cycle pyridinique et de l'axe de symétrie d'ordre 2 explique ainsi aisément la symétrie suggérée par les spectres de résonance magnétique nucléaire. Un autre point à souligner est la rotation du noyau phényle autour de la liaison C(9)—C(19). La rotation du noyau phényle est imposée par l'encombrement des atomes d'hydrogène liés aux atomes de carbone C(1) et C(20); la distance entre les atomes d'hydrogène devient ainsi égale ou supérieure à deux fois le rayon de van der Waals (2,81 Å valeur mesurée).

Il est toutefois intéressant de remarquer que dans les deux molécules présentes dans la maille les angles de torsion, dus à cette rotation du noyau aromatique, sont de même grandeur mais de signe opposé [C(9a)—C(9)—C(19)—C(20), pour la molécule 1: -52°, et pour la molécule 2: 49° (Tableau 4)]. Nous avons donc dans la maille deux conformères dont l'existence est probablement due à l'empilement cristallin.

La rotation du noyau phényle limite évidemment la délocalisation électronique dans le système phényle-cycle pyridinique. C'est en effet ce que nous observons dans le spectre d'absorption dans l'ultra-violet: $\lambda_{\max} = 293$ nm, $\epsilon_{\max} = 7500$ (alcool) alors que dans la phényl-4 pyridine où aucune contrainte ne déforme autant le système conjugué, l'absorptivité pour la même bande à $\lambda_{\max} = 257$ nm est de 16 000 (Maggiolo & Russel, 1951) dans des conditions analogues. Rappelons enfin que la pyridine présente une bande d'absorption à $\lambda_{\max} = 253$ nm avec $\epsilon_{\max} = 3600$ (alcool) (Bliznyukov & Reznikov, 1955).

La comparaison des ϵ de ces trois produits montre que le système conjugué de l'hétérocycle étudié ici, fortement déformé, est le siège d'une faible délocalisation électronique.

Conclusion

La détermination de la structure cristalline de cet hétérocycle nous a donc permis de mettre en évidence, un élément original de cette molécule [absence de deux atomes d'hydrogène en C(8a) et C(9)] et sa formation dans des conditions apparemment défavorables pour une déshydrogénation, lui permettant ainsi d'acquérir localement l'aromaticité et par là même une plus grande stabilité.

Nous remercions l'Office Central de Mécanographie d'Abidjan qui nous a permis d'effectuer les calculs sur ses ordinateurs IBM 370-145. L'un de nous (JPD) remercie le Fonds National de la Recherche Scientifique pour le mandat de Chargé de Recherches dont il bénéficie.

Références

BLIZNYNKOV, V. I. & REZNIKOV, V. M. (1955). *Zh. Obshch. Khim.* **25**, 401–410.
 CRUICKSHANK, D. W. J. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, édité par J. S. ROLLETT, pp. 113, 114. Oxford: Pergamon Press.

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, révisé. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, **16**, 521–523.
 MAGGIOLIO, A. & RUSSEL, P. (1951). *J. Chem. Soc.* pp. 3297–3300.
 MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
 SOTIROPOULOS, J. (1968). Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques. Univ. Paul Sabatier, Toulouse, France. No. 334, pp. 15–18.
 STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.

Acta Cryst. (1979). B35, 2952–2957

Bisphenol Flukicides. I. Crystal Structures of 2,2'-Ethylidenebis(4-chloro-6-nitrophenol) and 2,2'-Isopropylidenebis(4-chloro-6-nitrophenol)

BY D. G. HAY AND M. F. MACKAY

Department of Physical Chemistry, La Trobe University, Bundoora, Victoria, Australia, 3083

(Received 15 May 1979; accepted 20 July 1979)

Abstract

2,2'-Ethylidenebis(4-chloro-6-nitrophenol), C₁₄H₁₀Cl₂N₂O₆, is monoclinic, space group *P2₁/c*, with *a* = 9.859 (13), *b* = 12.557 (10), *c* = 12.451 (6) Å, β = 94.46 (7)°, *Z* = 4. 2,2'-Isopropylidenebis(4-chloro-6-nitrophenol), C₁₅H₁₂Cl₂N₂O₆, is monoclinic space group *C2/c*, with *a* = 13.785 (2), *b* = 13.077 (5), *c* = 9.291 (3) Å, β = 97.81 (3)°, *Z* = 4. Both structures were deduced from Mo Kα intensities measured on a diffractometer. The ethane structure was determined by direct methods and refined to an *R* of 0.065 for 1218 observed terms. The heavy-atom method was used to solve the isopropane structure, which was refined to an *R* of 0.049 for 1051 observed terms. In the ethane structure, the Cl atoms lie on the same side of the molecular skeleton and the dihedral angle between the phenyl rings is 92.4°. In the isopropane structure, however, the phenyl rings are mutually inclined at 77.4° and the Cl atoms lie on opposite sides of the molecular skeleton which has twofold symmetry.

Introduction

5,5'-Dichloro-3,3'-dinitro-2,2'-biphenyldiol (I), otherwise known as menichlopholan, is an effective curative

for *Fasciola hepatica* (liver-fluke) infection in sheep and cattle (Burrows, 1973). Menichlopholan uncouples oxidative phosphorylation in warm-blooded animals (van Miert & Groeneveld, 1969) and it is probable that the effectiveness of the compound against liver-flukes is due to the same effect. The related compound, 2,2'-methylenebis(4-chloro-6-nitrophenol) (II), has been shown to be an effective fasciolicide; similarly, 2,2'-ethylidenebis(4-chloro-6-nitrophenol) (III) exhibits

