

Fig. 2. Numérotation des atomes de la molécule de diméthylamino-4 méthyl-5 thiazolinethione-2.

groupement diméthylamino; les angles de torsion N(3)—C(4)—N(7)—C(8) et N(3)—C(4)—N(7)—C(9) sont en effet proches de 0° et 180° et, de plus, la somme des angles de valence autour de N(7) est égale à 359,9°.

Le cycle de la thiazoline adopte une conformation croisée: un axe binaire approximatif passe par N(3) et le milieu de la liaison S(1)—C(5). L'angle de torsion C(2)—S(1)—C(5)—C(4) n'est que de 6°; les atomes S(1) et C(5) ne s'écartent que relativement peu du plan formé par C(2), N(3) et C(4).

Le composé (II) semble adopter une conformation croisée du même type.

Acta Cryst. (1979). B35, 3070–3072

[*p*-(Diméthylamino-2 éthoxy)phényl]-1 *trans*-Diphényl-1,2 Butène-1 (Tamoxifène) (ICI-46474)

PAR G. PRECIGOUX, C. COURSEILLE, S. GEOFFRE AND M. HOSPITAL

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

(Reçu le 8 juin 1979, accepté le 1 août 1979)

Abstract. C₂₆H₂₉NO, monoclinic, C2/c, $a = 41.630(9)$, $b = 5.747(3)$, $c = 30.679(9)$ Å, $\beta = 142.9(1)^\circ$, $Z = 8$, $d_x = 1.11$ Mg m⁻³; $R = 0.057$ for 3944 reflections measured on a Siemens diffractometer using Cu K α radiation. The structure was solved by direct methods. The conformation of the molecule is similar to the observed conformations of other triphenylethylene derivatives.

Introduction. De nombreux dérivés du triphényléthylène présentent à la fois des propriétés oestrogènes

JPD et MH marquent leur gratitude respectivement au Fonds National (Belge) de la Recherche Scientifique et à l'Institut pour l'Encouragement de la Recherche Scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture pour les mandats et bourses dont ils ont bénéficié. Le diffractomètre a été acquis grâce à une subvention du Fonds de la Recherche Fondamentale Collective.

Références

- GHOSEZ, L. & HENRIET, M. (1979). Résultats non publiés.
 MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J. P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN 78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
 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*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
 SCHAUMANN, E., GRABLEY, S., SEIDEL, K. D. & KAUSCH, E. (1977). *Tetrahedron Lett.* 16, 1351–1354.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76*. Programme pour la détermination de structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 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.

et anti-oestrogènes (Terenius, 1971). C'est le cas du dérivé *cis* du tamoxifène décrit par Kilbourn & Owston (1970). Le dérivé *trans* (Fig. 1) ne présente chez certaines espèces animales, que des propriétés anti-oestrogènes (Sutherland, Mester & Baulieu, 1977).

Le tamoxifène cristallise par lente évaporation d'une solution dans le méthanol. Les cristaux ont l'apparence d'aiguilles de section rectangulaire. Le fragment utilisé pour les mesures avait des dimensions voisines de 0,5 × 0,2 × 0,1 mm.

Les paramètres de la maille cristalline ont été affinés

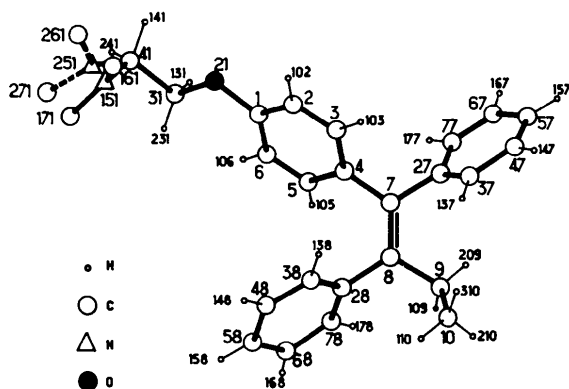


Fig. 1. Numérotation atomique.

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et facteurs de température équivalents

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
C(1)	9237 (1)	3046 (7)	9096 (2)	4,0
C(2)	9275 (1)	1080 (7)	8880 (2)	4,2
C(3)	8963 (1)	894 (6)	8171 (2)	4,2
C(4)	8608 (1)	2642 (6)	7666 (2)	3,9
C(5)	8586 (1)	4618 (7)	7900 (2)	4,2
C(6)	8900 (1)	4836 (7)	8613 (2)	4,1
C(7)	8275 (1)	2419 (7)	6903 (2)	4,2
C(8)	7750 (1)	2898 (7)	6322 (2)	4,4
C(9)	7437 (2)	2962 (9)	5561 (2)	5,6
C(10)	7021 (2)	1048 (11)	5080 (2)	7,5
O(21)	9553 (1)	3071 (5)	9805 (1)	4,9
C(31)	9525 (1)	5093 (8)	10051 (2)	5,1
C(41)	9852 (2)	4626 (9)	10808 (2)	6,1
C(27)	8585 (1)	1713 (7)	6841 (2)	4,7
C(37)	8482 (2)	-338 (9)	6508 (2)	6,6
C(47)	8784 (2)	-925 (10)	6464 (3)	7,5
C(57)	9182 (2)	529 (11)	6757 (3)	7,8
C(67)	9291 (2)	2526 (11)	7092 (3)	7,4
C(77)	8996 (2)	3136 (9)	7142 (2)	6,0
C(28)	7435 (1)	3391 (7)	6383 (2)	4,3
C(38)	7428 (1)	1825 (7)	6717 (2)	5,0
C(48)	7128 (2)	2267 (8)	6765 (2)	5,9
C(58)	6836 (2)	4279 (9)	6480 (3)	6,5
C(68)	6835 (2)	5831 (9)	6143 (3)	7,3
C(78)	7130 (2)	5392 (8)	6090 (2)	6,4
C(271)	9469 (6)	4292 (33)	11133 (9)	9,7
C(171)	9190 (3)	4228 (20)	10650 (5)	7,5
N(251)	9714 (5)	3243 (28)	11039 (7)	10,2
N(151)	9519 (2)	3095 (11)	10737 (3)	5,2
C(261)	9952 (5)	1494 (23)	11487 (6)	6,7
C(161)	9621 (4)	955 (18)	10845 (6)	8,5

par moindres carrés à partir de 16 mesures ($15 < \theta < 40^\circ$) effectuées sur un diffractomètre automatique Siemens.

La structure a été déterminée par méthode directe à l'aide du programme SIR (Giacovazzo, 1977; Busetta, 1978). L'affinement par moindres carrés ('block-diagonal') a conduit à un facteur résiduel égal à 0,057 calculé en tenant compte de toutes les réflexions non

nulles. L'affinement a porté également sur les paramètres thermiques anisotropes pour les atomes de C, N et O. Les atomes d'hydrogène ont été localisés à partir de sections 'différences', à l'exception de ceux portés par le groupement terminal diméthylamine.

Les facteurs de diffusion utilisés sont ceux des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) pour les atomes de carbone, d'azote et d'oxygène et ceux de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les atomes d'hydrogène.

Le schéma de pondération utilisé lors de l'affinement est le suivant: $\sqrt{w} = 1$ si $|F_o| < P$ et $\sqrt{w} = P/F_o$ si $|F_o| > P$ avec $P = \sqrt{[F_o^2(\max.)/10]}$.

Les coordonnées finales des atomes sont reportées sur le Tableau 1.*

Discussion. Le groupement terminal diméthylamine occupe deux positions statistiques avec des probabilités respectives voisines de 0,40 [C(271), N(251), C(261)] et 0,60 [C(171), N(151), C(161)] correspondant à une torsion autour d'un axe C(31)–C(41). Mis à

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes et des coordonnées des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34662: 29 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.

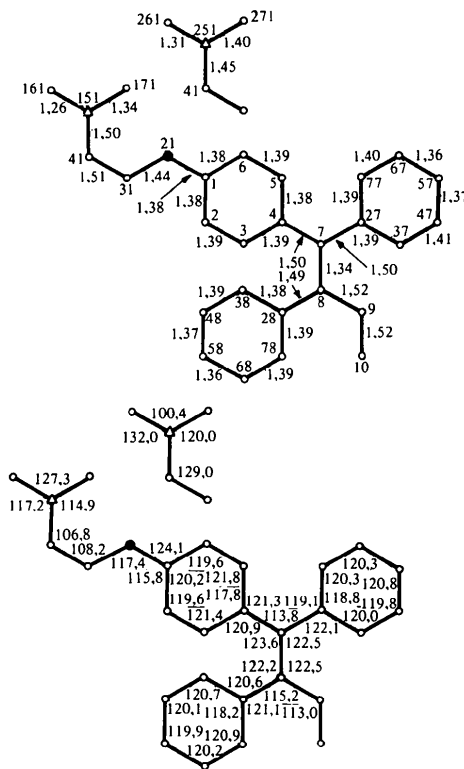


Fig. 2. Distances interatomiques (Å) ($\sigma = 0,01$ Å) et angles de valence ($^\circ$) ($\sigma = 0,9^\circ$).

part ce groupement diméthylamine dont le désordre et l'agitation thermique importante rendent imprécise la localisation de deux atomes de carbone et de l'atome d'azote, les distances interatomiques et les angles de valence sont en accord avec les grandeurs théoriques et avec les valeurs rapportées par Kilbourn & Owston (1970) pour le dérivé *cis*. Ces distances et angles sont reportés sur la Fig. 2.

Les angles observés entre les plans des cycles phényles restent également en accord avec les résultats antérieurs. Les cycles en position *trans* par rapport à la double liaison centrale font entre eux un angle de 59°, alors que l'on observe 61° pour le broparoestrol (Fornies-Marquina, Courseille, Busetta & Hospital, 1972) et un angle variant de 59 à 70° pour les formes solvatées du diéthylstilboestrol (Busetta, Courseille & Hospital, 1973). Il faut noter cette analogie entre la conformation des cycles en position *trans* du tamoxifène et de la molécule de diéthylstilboestrol 'dissymétrique à cycles croisés' (Precigoux, 1978) (Fig. 3). Les valeurs rapportées par Kilbourn & Owston (1970) pour le dérivé *cis* sont sensiblement plus élevées (67 et 73°).

Les cycles portés par le même carbone font entre eux un angle égal à 87°, plus élevé que celui observé dans le cas du broparoestrol (78°).

La cohésion cristalline est assurée uniquement par un ensemble de forces de van der Waals. Il n'existe pas de recouvrement intermoléculaire au niveau des cycles aromatiques.

Nous remercions les laboratoires ICI qui nous ont fourni le composé étudié ainsi que le professeur E. E. Baulieu pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 3072–3074

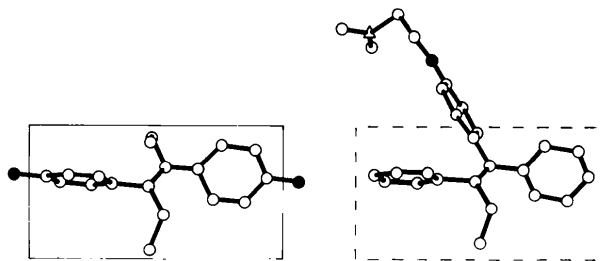


Fig. 3. Conformations des molécules de diéthylstilboestrol (dissymétrique à cycles croisés) et de tamoxifène (*trans*).

Références

- BUSETTA, B. (1978). *Acta Cryst.* **A34**, S44–S45.
 BUSETTA, B., COURSEILLE, C. & HOSPITAL, M. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2456–2462.
 FORNIES-MARQUINA, J. M., COURSEILLE, C., BUSETTA, B. & HOSPITAL, M. (1972). *Cryst. Struct. Commun.* **1**, 261–264.
 GIACOVAZZO, C. (1977). *Acta Cryst.* **A33**, 933–944.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, pp. 202–207. Birmingham: Kynoch Press.
 KILBOURN, B. I. & OWSTON, P. G. (1970). *J. Chem. Soc. B*, pp. 1–5.
 PRECIGOUX, G. (1978). Thèse, Univ. de Bordeaux I.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 SUTHERLAND, R., MESTER, J. & BAULIEU, E. E. (1977). *Nature (London)*, **267**, 434–435.
 TERENIUS, L. (1971). *Acta Endocrinol. (Copenhagen)*, **66**, 431–447.

5-Iodocytidine

BY MOSTAFA M. RADWAN AND H. R. WILSON

Carnegie Laboratory of Physics, University of Dundee, Dundee DD1 4HN, Scotland

(Received 24 July 1979; accepted 13 August 1979)

Abstract. C₉H₁₂IN₃O₅, orthorhombic, *P*2₁2₁2₁, *a* = 8.565 (5), *b* = 8.312 (5), *c* = 18.027 (10) Å, *U* = 1283.4 Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.915 Mg m⁻³. Diffractometer data, Mo *K*α radiation. Final *R* = 0.103 for 1589 unique reflexions. The molecule is in the *anti* conformation and the C(5′)–O(5′) bond is in the *gauche-gauche* conformation. The sugar pucker is C(3′)-*endo*–C(2′)-*exo* relative to the mean plane of the ring.

Introduction. Crystals were obtained by slow evaporation of an aqueous solution of 5-iodocytidine.

The intensities of 1592 unique reflexions were measured on a Stoe two-circle diffractometer with graphite-monochromatized Mo *K*α radiation. Reflexions were considered unobservable if the counts were less than the background count. Two crystals mounted about *a* and *c* were used for data collection. The crystals were small and no absorption corrections were applied.

The structure was determined by the heavy-atom method. Full-matrix least-squares refinement of the positional and isotropic thermal parameters was made for 1589 reflexions. The reflexions 110, 200 and 020