

of hydrogen bonds plays an important role in building up the crystal structure in a way similar to that in benzylglutamic acid (Ashida, Sasada & Kakudo, 1967).

The present results have confirmed that the conformation of actinobolin proposed by Antosz, Nelson, Herald & Munk (1970) and that of bactinobolin proposed by Kondo, Horiuchi, Hamada, Takeuchi & Umezawa (1979) are essentially correct.

References

ANTOSZ, F. J., NELSON, D. B., HERALD, D. L. J. & MUNK, M. E. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 4933–4942.
ASHIDA, T., SASADA, Y. & KAKUDO, M. (1967). *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **40**, 476–487.

International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV, pp. 72–98. Birmingham: Kynoch Press.

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.

JOHNSON, P. L., FRANK, J. K. & PAUL, I. C. (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 5377–5385.

KONDO, S., HORIUCHI, Y., HAMADA, M., TAKEUCHI, T. & UMEZAWA, H. (1979). *J. Antibiot.* **32**, 1069–1071.

MUNAKATA, T., SAKAI, J., MATSUKI, H. & ISAGAI, K. (1978). Patent pending.

PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, 3rd ed. Ithaca: Cornell Univ. Press.

SAKURAI, T., IWASAKI, H., WATANABE, Y., KOBAYASHI, K., BANDO, Y. & NAKAMICHI, Y. (1974). *Rikagaku Kenkyusho Hokoku*, **50**, 75–91 (in Japanese).

Acta Cryst. (1980). **B36**, 3131–3133

Octaméthylène-3,4;3',4' Tétrathia-2,2',5,5' Fulvalène-Diméthoxy-2,5 Tétracyano-7,7,8,8 *p*-Quinodiméthane (OMTTF-DIMEOTCNQ)

PAR DANIEL CHASSEAU ET CHRISTIAN HAUW

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

(Reçu le 8 février 1980, accepté le 9 juin 1980)

Abstract. C₁₄H₁₆S₄·C₁₄H₈N₄O₂, monoclinic, *P*2₁/*c*, *a* = 7.097 (2), *b* = 9.426 (2), *c* = 21.266 (4) Å, β = 93.92 (5)°, *V* = 1419.3 Å³, *Z* = 2, *F*(000) = 600, *M_r* = 576, *d_c* = 1.348 Mg m⁻³, μ(Cu Kα) = 3.22 mm⁻¹. The structure was solved by the heavy-atom method and refined to an *R* of 0.071 for the 2477 independent diffractometer-observed reflections. OMTTF and DIMEOTCNQ are alternately stacked along the [100] direction, the average perpendicular separation between the molecular planes is 3.53 Å. Bond lengths in DIMEOTCNQ show that the constituent molecules in this compound are essentially neutral. The electrical conductivity of this compound measured on single crystals is σ = 6 × 10⁻⁸ Ω⁻¹ mm⁻¹.

Introduction. Les cristaux d'OMTTF-DIMEOTCNQ ont été préparés au Laboratoire de Chimie Structurale Organique de l'Université de Montpellier; la synthèse de OMTTF a été réalisée selon un schéma réactionnel classique dans ce type de composé substitué, celle de DIMEOTCNQ selon la méthode décrite par Wheland & Martin (1975); le complexe a été cristallisé par combinaison de diffusion et évaporation. L'échantillon utilisé pour la mesure par diffraction X est un

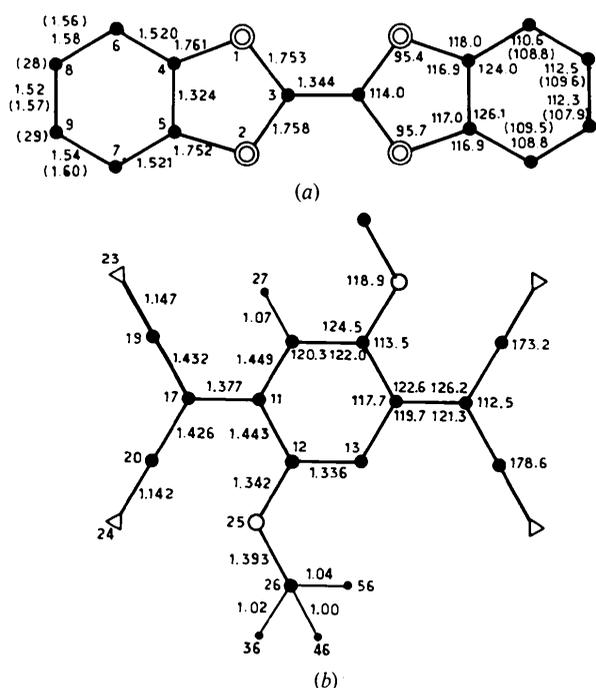
monocristal de couleur noire de dimensions 0,35 × 0,2 × 0,15 mm.

Les intensités de 3149 réflexions indépendantes (2477 observées) ont été mesurées sur diffractomètre automatique Nonius CAD-4 muni d'un monochromateur au graphite, en utilisant la radiation Cu Kα. Ces intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz et polarisation, mais aucune correction d'absorption n'a été effectuée. Les facteurs de diffusion des atomes S, O, N et C sont extraits des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) tandis que pour les atomes d'hydrogène ont été retenues les valeurs de Stewart, Davidson & Simpson (1965).

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd, l'analyse de la fonction de Patterson ayant permis de placer les atomes de soufre. L'affinement de la structure a été conduit de la façon suivante: affinement avec agitation thermique isotrope (*R* = 0,15) puis anisotrope (*R* = 0,08) des positions des atomes S, N, O, C (les atomes de carbone des groupes méthylènes présentent un désordre de position; seuls les paramètres de position, d'agitation thermique isotrope ainsi que le taux d'occupation ont été affinés), introduction des atomes d'hydrogène du

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$, pour $H \times 10^3$) et B_i (\AA^2)

	x	y	z	B_i
S(1)	163 (2)	2320 (1)	41 (1)	5,0
S(2)	436 (2)	136 (1)	1032 (1)	5,1
C(3)	124 (6)	507 (4)	221 (2)	4,2
C(4)	535 (6)	2901 (4)	826 (2)	4,8
C(5)	649 (6)	1912 (5)	1269 (2)	4,9
C(6)	675 (8)	4493 (5)	933 (3)	6,1
C(7)	952 (8)	2223 (6)	1970 (2)	6,2
C(8)	1470 (17)	4775 (13)	1635 (6)	7,2
C(28)	351 (15)	4832 (12)	1636 (5)	6,3
C(9)	588 (17)	3801 (13)	2103 (6)	7,2
C(29)	1656 (16)	3826 (12)	2061 (5)	6,6
C(11)	5298 (5)	1014 (4)	488 (2)	3,8
C(12)	5238 (6)	-486 (4)	622 (2)	4,0
C(13)	4950 (6)	-1452 (4)	165 (2)	4,1
C(17)	5595 (6)	2021 (5)	954 (2)	4,5
C(19)	5669 (7)	3501 (5)	805 (2)	5,5
C(20)	5869 (7)	1757 (5)	1614 (2)	5,6
N(23)	5744 (8)	4687 (4)	699 (2)	7,6
N(24)	6098 (7)	1688 (5)	2149 (2)	7,5
O(25)	5471 (5)	-791 (3)	1239 (1)	5,3
C(26)	5321 (9)	-2197 (5)	1430 (3)	7,3
H(27)	490	-257	24	4,0
H(36)	566	-244	189	6,0
H(46)	401	-257	133	6,0
H(56)	621	-282	118	6,0



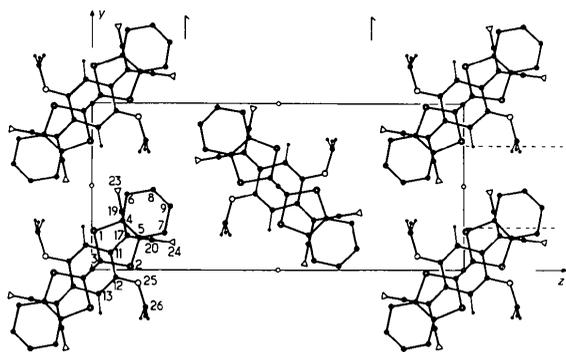


Fig. 2. Projection de la structure selon la direction a.

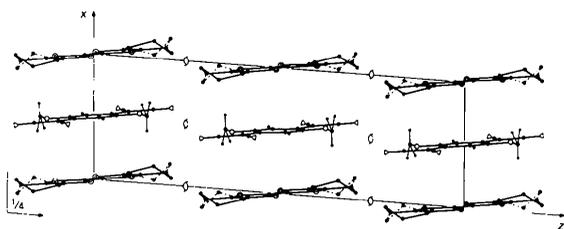


Fig. 3. Projection de la structure selon la direction b.

1974), HMTTF-TCNQ (Chasseau, Comberton, Gaultier & Hauw, 1978) ou TTTF-TCNQ (Chasseau, Gaultier, Hauw, Fabre, Giral & Torreilles, 1978). Le cycle octaméthylène est tel que chaque atome de la liaison C(8)-C(9) se trouve de part et d'autre du plan moyen [ou C(28)-C(29)], sensiblement symétrique par rapport à ce plan.

DIMEOTCNQ. La symétrie de la molécule est sensiblement conservée; il convient toutefois de noter les écarts ($\approx 6^\circ$) aux valeurs moyennes habituellement trouvées des angles C(11)-C(17)-C(20), C(19)-C(17)-C(20) et C(17)-C(20)-N(24); la raison en est assurément moléculaire; la gêne stérique due à la présence de l'atome d'oxygène du groupement méthoxy. Le degré de transfert de charge calculé par la méthode de Flandrois & Chasseau (1977) appliquée aux longueurs de liaison non corrigées des effets de libration a la valeur indicative de 0,08 e. Cette valeur faible témoigne bien d'un complexe moléculaire et s'accorde

avec les valeurs des longueurs de liaisons de la molécule d'OMTTF. La molécule est sensiblement plane, même l'atome de carbone C(26) du groupement méthoxy ne s'écarte pas de plus de 0,1 Å du plan moyen.

L'organisation structurale est illustrée Figs. 2 et 3; elle est caractérisée par l'existence de colonnes parallèles dans lesquelles alternent donneurs (OMTTF) et accepteurs (DIMEOTCNQ). Les molécules sont quasi parallèles ($\alpha \approx 1^\circ$), la distance interplanaire est 3,53 Å; les normales à leur plan font avec la direction a un angle voisin de 5° . Le mode de superposition est tel que la double liaison centrale du noyau fulvalène se projette au milieu de la diagonale du cycle quinonique qui se trouve dans le prolongement de C(11)-C(17). Entre colonnes, les interactions sont de type van der Waals; il n'existe pas, en particulier, de contacts courts S...N comme dans les complexes conducteurs de la même série.

Ces remarques, tant sur le transfert de charge que sur l'organisation structurale, s'accordent fort bien avec le comportement électrique isolant de ce composé.

Nous remercions Mme Torreilles, MM Fabre, Giral et Vigroux du Laboratoire de Chimie Structurale Organique de Montpellier pour la préparation des échantillons cristallins et l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Références

- CHASSEAU, D., COMBERTON, G., GAULTIER, J. & HAUW, C. (1978). *Acta Cryst.* B34, 689-691.
- CHASSEAU, D., GAULTIER, J., HAUW, C., FABRE, J. M., GIRAL, L. & TORREILLES, E. (1978). *Acta Cryst.* B34, 2811-2818.
- FLANDROIS, S. & CHASSEAU, D. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2744-2750.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 72-98. Birmingham: Kynoch Press.
- KISTENMACHER, T. J., PHILLIPS, T. E. & COWAN, D. O. (1974). *Acta Cryst.* B30, 763-768.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175-3187.
- WHELAND, A. C. & MARTIN, E. L. (1975). *J. Org. Chem.* 40, 3101-3109.