

La cohésion cristalline est assurée principalement par liaisons hydrogène. On note en particulier le transfert des protons des deux molécules HCl sur les atomes d'azote N(11) et N(511) et l'établissement de liaisons de type N—H...Cl. Les contacts de van der Waals correspondant à des distances inférieures à 3,5 Å sont rassemblés dans le Tableau 8.

Les auteurs remercient les Laboratoires Philips-Duphar qui leur ont fourni l'échantillon étudié.

#### Références

BUSETTA, B. (1976). *Acta Cryst.* A32, 359–362.

CLASSEN, V. (1963). *Proceedings of the First International Pharmacological Meeting, Stockholm, 1961*, Tome 7, pp. 265–270. Oxford: Pergamon Press.

Enraf-Nonius (1977). *CAD-4 Operation Manual*. Delft: Enraf-Nonius.

GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B26, 274–285.

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

LEGER, J. M., GADRET, M. & CARPY, A. (1980). *Mol. Pharmacol.* 17, 339–343.

LEGER, J. M., GOURSOLLE, M., GADRET, M. & CARPY, A. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1203–1208.

*Acta Cryst.* (1981). B37, 1930–1932

## Phénoxy-2 $\gamma$ -Butyrolactone

PAR JEAN-PIERRE LERE-PORTE ET JEAN PETRISSANS

*Laboratoire de Chimie Générale, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier, France*

ET MARIE-CLAIRE BRIANSO

*Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France*

(Reçu le 8 septembre 1980, accepté le 7 avril 1981)

**Abstract.** C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>, monoclinic,  $P2_1/a$ ,  $a = 20.045$  (4),  $b = 7.157$  (2),  $c = 6.290$  (3) Å,  $\beta = 102.42$  (20)°,  $Z = 4$ . The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement converged at  $R = 5.5\%$  and  $R' = 5.9\%$  for 1197 independent reflexions. The lactone ring exhibits an envelope conformation more flattened than previously reported for 2-phenoxy- $\gamma$ -thiobutyrolactone. The C(2) substituent is located in an equatorial position.

**Introduction.** Poursuivant l'étude structurale des dérivés des  $\gamma$ -butyrolactone (Lere-Porte, Galsomias & Petrisans, 1979) et  $\gamma$ -thiobutyrolactone (Brianso, Galsomias, Lere-Porte & Petrisans, 1980), nous présentons ici des données relatives à la phénoxy-2  $\gamma$ -butyrolactone obtenues par diffraction des RX.

Une analyse détaillée des documents bibliographiques (Benedetti, Ganis, Bombieri, Caglioti & Germain, 1975; Bryan & Shen, 1978; Destro & Colombo, 1979; Harlow & Simonsen, 1976; Jeffrey, Rosenstein & Vlasse, 1967; Kok, De Clercq, Vandewalle, Declercq, Germain & Van Meerssche, 1979; Thiessen & Hope, 1970) montre que le cycle lactonique

se présente généralement sous une conformation enveloppe, les atomes du groupement ester (C—O—CO—C) étant coplanaires; suivant la nature des substituants, l'angle\* de plissement du cycle varie de 20 à 60°.

Les intensités ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Cu  $K\alpha_1$  sélectionnée par un monochromateur au graphite. Les dimensions du cristal exprimées en mm étaient les suivantes: 0,75 × 0,48 × 0,30. Les réflexions (1646) ont été enregistrées en mode 'step-scan' ( $5^\circ < \theta < 60^\circ$ ) et corrigées des effets de Lorentz et de polarisation. Les écarts-type sur les intensités ont été calculés par statistique de comptage en tenant compte d'un facteur d'appareillage de 0,02. La résolution et l'affinement de la structure ont été effectués à l'aide de 1197 réflexions d'intensités égales ou supérieures au 1/400ème de l'intensité la plus forte. Les positions des atomes de carbone et d'oxygène ont été déterminées à l'aide du programme *MULTAN 77* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977); celles des

\* Angle calculé par nos soins.

Tableau 1. Positions atomiques ( $\times 10^4$ ) et facteurs de température des atomes lourds
$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j B_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{eq}$ ( $\text{\AA}^2$ )
O(1)	-244 (1)	-3005 (4)	2146 (4)	4,7 (0,1)
O(2)	217 (1)	-2634 (3)	5655 (3)	4,0 (0,1)
O(3)	-1385 (1)	-1246 (3)	3085 (3)	3,4 (0,1)
C(1)	-311 (1)	-2713 (4)	3960 (5)	3,3 (0,1)
C(2)	-974 (1)	-2371 (4)	4713 (4)	2,7 (0,1)
C(3)	-737 (2)	-1466 (5)	6929 (5)	3,5 (0,1)
C(4)	-18 (2)	-2245 (5)	7685 (5)	3,9 (0,1)
C(5)	-2084 (1)	-1308 (4)	2859 (5)	2,8 (0,1)
C(6)	-2409 (1)	-2122 (4)	4364 (5)	3,2 (0,1)
C(7)	-3123 (1)	-2084 (4)	3949 (6)	3,7 (0,1)
C(8)	-3494 (2)	-1259 (5)	2102 (6)	4,1 (0,1)
C(9)	-3160 (2)	-437 (5)	632 (6)	4,3 (0,1)
C(10)	-2449 (2)	-457 (4)	1000 (5)	3,6 (0,1)

Tableau 2. Positions atomiques ( $\times 10^3$ ) et facteurs de température des atomes d'hydrogène

	x	y	z	B ( $\text{\AA}^2$ )
H(C2)	-122 (2)	-382 (5)	482 (5)	2,7
H(C3)	-71 (2)	3 (5)	674 (6)	3,5
H'(C3)	-104 (2)	-172 (5)	797 (6)	3,5
H(C4)	36 (2)	-116 (5)	851 (6)	3,9
H'(C4)	0 (2)	-346 (5)	843 (6)	3,9
H(C6)	-216 (2)	-280 (5)	576 (6)	3,2
H(C7)	-337 (2)	-284 (5)	502 (6)	3,7
H(C8)	-397 (2)	-120 (5)	179 (6)	4,0
H(C9)	-342 (2)	26 (5)	-79 (6)	4,3
H(C10)	-220 (2)	26 (5)	-4 (6)	3,6

atomes d'hydrogène par synthèse Fourier différence. Les positions atomiques, les facteurs d'agitation thermique anisotrope des atomes lourds ainsi que les facteurs d'agitation thermique isotrope des atomes d'hydrogène ont été affinés à l'aide du programme *AFFINE* (Bally, Delettré & Mornon, 1973). Lors des derniers cycles d'affinement les atomes d'hydrogène ont été affectés d'un facteur d'agitation thermique isotrope égal à celui de leur atome porteur. L'affinement a convergé pour  $R = 5,5\%$  et  $R' = 5,9\%$ . \* Nous avons utilisé les valeurs des facteurs de diffusion données dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

Les positions atomiques sont reportées dans les Tableaux 1 et 2.

**Discussion.** Le cycle lactonique adopte une conformation enveloppe (Fig. 1); les atomes O(1), C(1), C(2), O(2), C(4) sont coplanaires et l'atome C(3) est

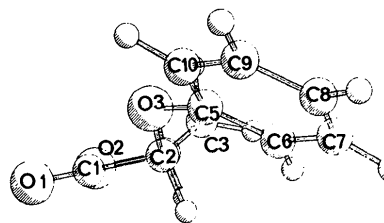
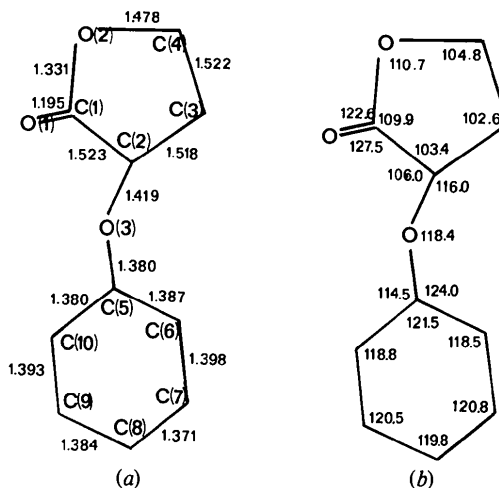


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule dans la direction C(2), C(4).

Fig. 2. (a) Longueurs de liaison ( $\text{\AA}$ ) ( $\sigma = 0,004 \text{\AA}$ ). (b) Angles de valence ( $^\circ$ ), ( $\sigma = 0,5^\circ$ ).

situé à  $0,46 \text{\AA}$  de ce plan. L'angle de plissement, angle défini par le plan moyen O(1), C(1), C(2), O(2), C(4) et le plan C(2), C(3), C(4), est de  $29^\circ$ , valeur plus faible que celle trouvée pour l'homologue soufré ( $\varphi = 44^\circ$ ) (Briano, Galsomias, Lere-Porte & Petrisans, 1980). Les paramètres géométriques du cycle lactonique (Fig. 2) sont comparables à ceux déjà publiés pour les autres lactones (Bryan & Shen, 1978; Destro & Colombo, 1979; Harlow & Simonsen, 1976; Benedetti *et al.*, 1975). La liaison C(1)-O(2) est plus courte que la liaison O(2)-C(4), différenciation déjà mise en évidence pour des molécules analogues (Merlino, 1971). Notons aussi le pincement de l'angle O(1)-C(1)-O(2) par rapport à l'angle O(1)-C(1)-C(2), particularité structurale que l'on retrouve dans toutes les molécules comportant le motif lactonique.

Comme dans le cas de la phénoxy-2  $\gamma$ -thiobutyrolactone (Briano, Galsomias, Lere-Porte & Petrisans, 1980), le substituant OPh occupe une position équatoriale (Fig. 1). D'une façon générale, les longueurs et angles de liaison de ce groupement déterminés pour les phénoxy-2  $\gamma$ -butyrolactone et  $\gamma$ -thiobutyrolactone sont comparables. En particulier, on peut noter que dans les deux molécules la liaison C(5)-O(3) est plus courte que la liaison C(2)-O(3). En outre, de la confrontation des données structurales, il ressort que

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36114: 10 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.

dans le cas de la molécule oxygénée, l'angle dièdre O(3)—C(2)—C(1)=O(1) est plus ouvert (39 au lieu de 29°) et que l'angle formé par le noyau benzénique et le plan C(5), O(3), C(2) est plus faible (10 au lieu de 20°). Notons enfin l'ouverture appréciable de l'angle O(3)—C(2)—C(3) (116°), particularité structurale que l'on ne retrouve pas pour d'autres lactones comportant une liaison C—O en  $\alpha$  du carbonyle (Jeffrey, Rosenstein & Vlasse, 1967; Kim, Jeffrey, Rosenstein & Corfield, 1967).

### Références

- BALLY, R., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1973). *AFFINE*. Laboratoire de Minéralogie—Cristallographie, Univ. de Paris VI, France.
- BENEDETTI, E., GANIS, P., BOMBIERI, G., CAGLIOTI, L. & GERMAIN, G. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 1097–1100.
- BRIANSO, M. C., GALSOMIAS, J., LERE-PORTE, J. P. & PETRISSANS, J. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2493–2495.
- BRYAN, R. F. & SHEN, M. S. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 327–329.
- DESTRO, R. & COLOMBO, A. (1979). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 2, pp. 896–899.
- HARLOW, R. L. & SIMONSEN, S. H. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2137–2144.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press.
- JEFFREY, G. A., ROSENSTEIN, R. D. & VLASSE, M. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 725–732.
- KIM, S. H., JEFFREY, G. A., ROSENSTEIN, R. D. & CORFIELD, P. W. R. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 733–743.
- KOK, P., DE CLERCQ, P., VANDEWALLE, M., DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G. & VAN MEERSSCHE, M. (1979). *Tetrahedron Lett.* **22**, 2063–2066.
- LERE-PORTE, J. P., GALSOMIAS, J. & PETRISSANS, J. (1979). Réunion de la section méditerranéenne de la Société de Chimie Physique, Barcelone.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOLFSON, 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-la-Neuve, Belgique.
- MERLINO, S. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 2491–2492.
- THIESSEN, W. E. & HOPE, H. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 554–562.

*Acta Cryst.* (1981). **B37**, 1932–1935

## Structure of Xanthomegnin

BY VICKY L. HIMES\*

*Department of Chemistry, The Catholic University of America, Washington, DC 20064 and the National Bureau of Standards, Washington, DC 20234, USA*

ALAN D. MIGHELL

*Center for Materials Science, National Bureau of Standards, Washington, DC 20234, USA*

AND SAMUEL W. PAGE AND MICHAEL E. STACK

*Bureau of Foods, Food and Drug Administration, Washington, DC 20204, USA*

(Received 5 January 1981; accepted 7 April 1981)

**Abstract.** C<sub>30</sub>H<sub>22</sub>O<sub>12</sub>,  $M_r = 574.49$ , tetragonal,  $P4_32_12$ ,  $a = 8.126$  (1),  $c = 38.281$  (4) Å,  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.50$  (2) (floatation),  $D_x = 1.510$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 0.958$  mm<sup>-1</sup>;  $R = 0.034$  for 1270 observed reflections. X-ray analysis has revealed that xanthomegnin is a naphtho-[2,3-*c*]pyran-8-yl dimer. A crystallographic twofold axis relates the two halves of the molecule. In each half of the molecule there is one intramolecular hydrogen bond.

\* From a dissertation to be submitted to the Graduate School, The Catholic University of America, Washington, DC 20064, in partial fulfillment of the requirements for the PhD degree in chemistry.

**Introduction.** Xanthomegnin, a metabolite of pathogenic fungi, was first isolated from *Trichophyton megnini* and was assigned the dimeric structure (1) on the basis of degradation studies and chemical and spectroscopic evidence (Just, Day & Blank, 1963; Ng, Just & Blank, 1969). Xanthomegnin has also been isolated from *T. violaceum* (Ng, Just & Blank, 1969), *T. rubrum* (Wirth, Beesley & Anand, 1965), *Microsporum cookei* (Ito, Kawai & Nozawa, 1973), *Aspergillus sulphureus*, *A. melleus* (Durley, MacMillan, Simpson, Glen & Turner, 1975; Simpson, 1977), *A. ochraceus*, *Penicillium cyclopium* and *P. viridicatum* (Stack & Mislivec, 1978; Stack, Eppley, Dreifuss & Pohland, 1977). Subsequent studies of xanthomegnin