

Table 2. Bond lengths (Å) and angles (°) with e.s.d.'s in parentheses

C(2)—C(1)	1.363 (9)	C(11)—C(10)	1.437 (9)
C(12b)—C(11)	1.378 (9)	O(10)—C(10)	1.229 (7)
O(1)—C(1)	1.394 (7)	C(12)—C(11)	1.352 (8)
C(3)—C(2)	1.405 (9)	C(12a)—C(12)	1.407 (8)
O(2)—C(2)	1.374 (8)	C(12b)—C(12a)	1.493 (8)
C(4)—C(3)	1.383 (9)	O(13a)—C(13)	1.223 (8)
O(3)—C(3)	1.359 (8)	C(14)—C(13)	1.477 (10)
C(4a)—C(4)	1.380 (9)	N—C(13)	1.351 (8)
C(5)—C(4a)	1.495 (9)	C(1m)—O(1)	1.442 (10)
C(12b)—C(4a)	1.425 (8)	C(2m)—O(2)	1.430 (11)
C(6)—C(5)	1.543 (10)	C(3m)—O(3)	1.426 (9)
C(7)—C(6)	1.517 (9)	O(15)—C(15)	1.180 (8)
C(7a)—C(7)	1.553 (8)	C(16)—C(15)	1.477 (8)
N—C(7)	1.464 (8)	C(17)—C(16)	1.377 (9)
C(8)—C(7a)	1.446 (8)	C(21)—C(16)	1.394 (9)
C(12a)—C(7a)	1.386 (8)	C(18)—C(17)	1.385 (9)
C(9)—C(8)	1.329 (8)	C(19)—C(18)	1.351 (10)
O(9)—C(9)	1.406 (8)	C(20)—C(19)	1.365 (12)
C(10)—C(9)	1.448 (10)	C(21)—C(20)	1.381 (9)
C(15)—O(9)	1.342 (7)		
C(12b)—C(1)—C(2)	123.0 (6)	O(10)—C(10)—C(11)	119.3 (7)
O(1)—C(1)—C(2)	121.0 (6)	C(12)—C(11)—C(10)	130.0 (6)
O(1)—C(1)—C(12b)	115.8 (5)	C(12a)—C(12)—C(11)	133.9 (6)
C(3)—C(2)—C(1)	118.8 (6)	C(12)—C(12a)—C(7a)	124.6 (5)
O(2)—C(2)—C(1)	119.0 (6)	C(12b)—C(12a)—C(7a)	117.7 (5)
O(2)—C(2)—C(3)	121.6 (6)	C(12b)—C(12a)—C(12)	117.6 (5)
C(4)—C(3)—C(2)	119.2 (6)	C(4a)—C(12b)—C(1)	118.7 (5)
O(3)—C(3)—C(2)	116.7 (6)	C(12a)—C(12b)—C(1)	120.8 (5)
O(3)—C(3)—C(4)	124.0 (6)	C(12a)—C(12b)—C(4a)	120.5 (5)
C(4a)—C(4)—C(3)	122.3 (6)	C(14)—C(13)—O(13a)	123.6 (6)
C(5)—C(4a)—C(4)	122.6 (5)	N—C(13)—O(13a)	120.1 (6)
C(12b)—C(4a)—C(4)	118.1 (6)	N—C(13)—C(14)	116.3 (6)
C(12b)—C(4a)—C(5)	119.3 (5)	C(1m)—O(1)—C(1)	117.1 (5)
C(6)—C(5)—C(4a)	111.3 (5)	C(2m)—O(2)—C(2)	117.2 (6)
C(7)—C(6)—C(5)	113.1 (5)	C(3m)—O(3)—C(3)	117.2 (6)
C(7a)—C(7)—C(6)	110.2 (5)	C(13)—N—C(7)	121.7 (5)
N—C(7)—C(6)	109.9 (5)	O(15)—C(15)—O(9)	123.1 (6)
N—C(7)—C(7a)	114.2 (5)	C(16)—C(15)—O(9)	112.3 (5)
C(8)—C(7a)—C(7)	116.8 (5)	C(16)—C(15)—O(15)	124.6 (6)
C(12a)—C(7a)—C(7)	117.6 (5)	C(17)—C(16)—C(15)	122.5 (5)
C(12a)—C(7a)—C(8)	125.6 (5)	C(21)—C(16)—C(15)	117.7 (5)
C(9)—C(8)—C(7a)	132.0 (6)	C(21)—C(16)—C(17)	119.7 (5)
O(9)—C(9)—C(8)	115.0 (6)	C(18)—C(17)—C(16)	119.2 (6)
C(10)—C(9)—C(8)	131.0 (6)	C(19)—C(18)—C(17)	120.4 (7)
C(10)—C(9)—O(9)	113.5 (5)	C(20)—C(19)—C(18)	121.5 (6)
C(15)—O(9)—C(9)	116.4 (5)	C(21)—C(20)—C(19)	119.2 (6)
C(11)—C(10)—C(9)	119.9 (5)	C(20)—C(21)—C(16)	119.9 (6)
O(10)—C(10)—C(9)	120.8 (6)		

The benzene ring *D* of the benzoyl group is planar ($\chi^2 = 11.4 [= \sum(\delta/\sigma)^2]$, r.m.s.d. = 0.01 (1) Å, $\delta_{\max} = 0.017$ (8) Å for C(20)).

The geometry of the molecule is characterized by the angles between the normals to the following rings

$A-B = 43.7$ (4), $B-C = 36.3$ (4), $A-C = 52.1$ (4), $C-D = 59.8$ (4)° as well as by the twisting between ring *A* and ring *C*, given by the torsion angle C(12)—C(12a)—C(12b)—C(1) = -57.3 (4)°.

The molecular packing in the crystal is determined by the presence of one water molecule, which forms a relatively strong H bond with O(13a) [O—H(O1)⋯O(13a) = 2.741 (7) Å], and a short contact with O(1) [O—H(O3)⋯O(1) = 2.909 (6) Å]. The occupation factor for H(O2) and H(O3) is 0.5. No other short intermolecular distances below 3.20 Å are found.

Financial support from CSIC for pre-doctoral fellowship awarded to EM is gratefully acknowledged; the intensities were collected in the 'Servicio de Rayos X de la Generalitat de Catalunya y el CSIC'.

References

- ELGUERO, J., MULLER, R. A., BLADÉ-FONT, A., FAURE, R. & VINCENT, E. J. (1980). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **89** (3), 193–203.
- International Tables for X-ray Crystallography*. (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MIRAVILLES, C., RIUS, J., BLADÉ-FONT, A. & GERMAIN, G. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1709–1711.
- MIRAVILLES, C., SOLANS, X., BLADÉ-FONT, A., GERMAIN, G. & DECLERQ, J. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1782–1786.
- MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO78*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- RIUS, J., MOLINS, E., MIRAVILLES, C. & BLADÉ-FONT, A. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 839–842.
- SANTAVÝ, F. (1952). *Chem. Listy*, **46**, 280–289.
- SANTAVÝ, F. (1979). *Acta Univ. Palacki. Olomuc. Fac. Med.* **90**, 15–44.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 558–560

Structure d'Agents Mutagènes. V. Le Nitro-2 Naphtol[1,2-*b*]furanne, C₁₂H₇NO₃

PAR JEAN-PIERRE BIDEAU, GEORGES BRAVIC ET MICHEL COTRAIT

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline, LA 144 du CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence CEDEX, France

(Reçu le 19 juin 1984, accepté le 21 décembre 1984)

Abstract. $M_r = 213.2$, $P2_1/c$, $a = 6.500$ (1), $b = 19.866$ (4), $c = 7.375$ (3) Å, $\beta = 90.77$ (3)°, $V = 952.2$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.50$, $D_x = 1.487$ g cm⁻³, Cu $K\alpha$, $\lambda = 1.54184$ Å, $\mu = 10.3$ cm⁻¹, $F(000) = 440$,

$T = 298$ K, $R = 0.047$ for 1620 independent reflections. This is a weakly active mutagenic agent, whose geometry is close to that of 7-methoxy-2-nitronaphthol[2,1-*b*]furan (R7000) [Bravic, Bideau &

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) avec leurs écarts-type et les facteurs d'agitation thermique équivalents (\AA^2), atomes d'hydrogènes exceptés

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
O(1)	0,8037 (2)	0,1675 (1)	0,6662 (2)	4,1 (1)
C(2)	0,7299 (4)	0,1040 (1)	0,6420 (4)	4,4 (1)
C(3)	0,5366 (4)	0,1016 (1)	0,5751 (4)	4,6 (1)
C(4)	0,2984 (4)	0,2035 (2)	0,4873 (4)	4,9 (1)
C(5)	0,2983 (4)	0,2714 (2)	0,4833 (4)	5,0 (1)
C(6)	0,4656 (5)	0,3819 (2)	0,5477 (4)	5,4 (2)
C(7)	0,6305 (6)	0,4181 (2)	0,6096 (5)	6,1 (2)
C(8)	0,8103 (5)	0,3857 (2)	0,6720 (4)	5,3 (2)
C(9)	0,8199 (4)	0,3172 (1)	0,6734 (4)	4,5 (1)
C(10)	0,6443 (4)	0,2085 (1)	0,6099 (4)	3,9 (1)
C(11)	0,4783 (4)	0,1699 (1)	0,5536 (4)	4,1 (1)
C(12)	0,4698 (4)	0,3109 (1)	0,5458 (4)	4,4 (1)
C(13)	0,6511 (4)	0,2785 (1)	0,6120 (3)	3,8 (1)
N(21)	0,8678 (4)	0,0512 (1)	0,6880 (4)	5,6 (1)
O(23)	1,0394 (3)	0,0651 (1)	0,7465 (4)	7,0 (1)
O(22)	0,8032 (4)	-0,0066 (1)	0,6672 (4)	7,6 (1)

Courseille (1982). *Cryst. Struct. Commun.* **11**, 409–412], probably the most effective mutagenic agent. The molecule is practically planar.

Introduction. Dans la série des naphtofuranne de synthèse (Royer & Buisson, 1980; Cavier, Buisson, Lemoine & Royer, 1981) le méthoxy-7 nitro-2 naphto[2,1-*b*]furanne (R 7000), dont la structure cristalline a été déterminée récemment (Bricic, Bideau & Courseille, 1982), semble être un agent mutagène particulièrement efficace (Weill-Thévenet, Buisson, Royer & Hofnung, 1981). Dans le but d'établir des relations structure-activité nous avons entrepris l'étude structurale d'une série de molécules homologues du R7000 possédant un noyau naphtofuranique et dont certaines présentent des propriétés bactéricides et protozoocides remarquables (Cavier, Buisson, Lemoine & Royer, 1981). Nous avons récemment présenté les structures cristallines des méthoxy-8 nitro-2 naphto[2,1-*b*]furanne et -[2,3-*b*]furanne respectivement dénommés R6698 et R7105 (Bideau, Bricic, Cotrait & Courseille, 1983a,b) et du méthyl-3 nitro-2 naphto[2,1-*b*]furanne ou R7371 (Bideau, Bricic & Cotrait, 1984). La molécule présentement étudiée est le R6614, composé très peu actif qui se distingue par l'absence de substituant sur le noyau naphtofuranique.

Partie expérimentale. Synthèse par l'équipe de R. Royer (Institut Curie, Paris); D_m par flottation; aiguilles de couleur jaune (benzène) $0,3 \times 0,2 \times 0,5$ mm; diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4, monochromateur en graphite; 19 réflexions avec $\theta > 30^\circ$ pour détermination des paramètres; $h_{\text{max}} = 7$, $k_{\text{max}} = 23$, $l_{\text{max}} = 8$; balayage $\omega - 2\theta$, $\Delta\theta = (0,8 + 0,14 \text{ tg } \theta)^\circ$, ouverture détecteur: $(1,3 + 1,0 \text{ tg } \theta)$ mm; $2\theta < 130^\circ$; $\frac{1}{4}$ de la sphère d'Ewald; correction Lp; absorption négligée ($\mu R = 0,30$); pas de décroissance des intensités de référence (111; 032 et 102) avec le temps; 1620 réflexions indépendantes dont

1120 avec $I > 3\sigma(I)$; méthodes directes, programme MULTAN80 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980); affinement B_i puis β_{ij} des atomes C, N, O par moindres carrés (blocs diagonaux); CII Mini-6/92, minimisation de $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ avec $w = 1$ si $F_o < p$ et $w = p^2/F_o^2$ si $F_o > p$ où $p = (F_o \text{ max}/10)^{1/2}$; facteurs de diffusion de Cromer & Waber (1974) pour C, N et O, de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les hydrogènes, placés en position théorique; $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,8$; densité résiduelle de 0,3 et $-0,2 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$; poursuite de l'affinement jusqu'à $R = 0,047$, $wR = 0,052$, $S = 1,255$.

Discussion. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.* La Fig. 1 est une projection de la structure parallèlement à l'axe Ox, et la Fig. 2 est un tracé SNOOPI de la molécule. Les longueurs de liaison et angles de valence (Tableau 2) du noyau nitro-2 naphtofuranne sont en très bon accord avec ceux observés dans les structures précitées. Ceux du noyau naphtyle en diffèrent quelque peu: le branchement du noyau nitro-2 naphtofuranne est présentement de type [1,2-*b*] et non de type [2,1-*b*] (cas des composés R7000, R6998, et R7371). Le noyau nitro-2 naphtofuranne est pratiquement plan; l'équation de son plan moyen est $-0,3762x - 0,0019y + 0,9265z = 2,6097$.

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39924: 12 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.

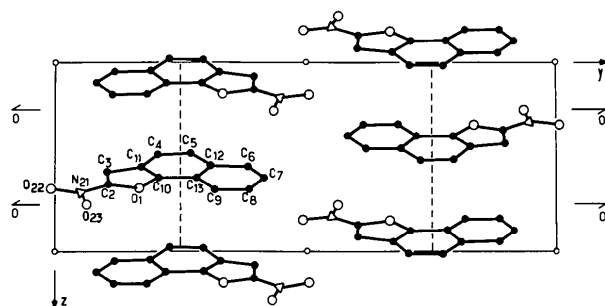


Fig. 1. Projection de la structure parallèlement à l'axe Ox.

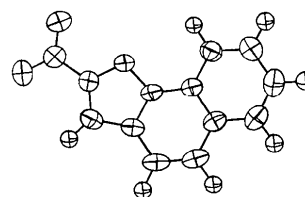


Fig. 2. Tracé SNOOPI (Davies, 1983) de la molécule projetée sur son plan moyen.

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles (°) de liaison avec leurs écarts-type

O(1)—C(2)	1,361 (3)	C(13)—C(10)	1,391 (4)
C(2)—C(3)	1,344 (4)	C(12)—C(6)	1,411 (4)
C(3)—C(11)	1,418 (4)	C(6)—C(7)	1,365 (5)
C(11)—C(10)	1,383 (4)	C(7)—C(8)	1,406 (5)
O(1)—C(10)	1,377 (3)	C(8)—C(9)	1,363 (4)
C(4)—C(11)	1,427 (4)	C(9)—C(13)	1,409 (4)
C(4)—C(5)	1,350 (4)	C(2)—N(21)	1,419 (4)
C(5)—C(12)	1,433 (4)	N(21)—O(23)	1,222 (3)
C(12)—C(13)	1,423 (4)	N(21)—O(22)	1,231 (3)
O(1)—C(2)—C(3)	114,0 (2)	C(7)—C(8)—C(9)	119,8 (3)
C(2)—C(3)—C(11)	104,7 (2)	C(8)—C(9)—C(13)	120,4 (2)
C(3)—C(11)—C(10)	106,8 (2)	C(9)—C(13)—C(12)	120,0 (2)
C(11)—C(10)—O(1)	110,1 (2)	C(13)—C(12)—C(6)	117,6 (2)
C(10)—O(1)—C(2)	104,2 (2)	C(5)—C(12)—C(6)	122,2 (2)
C(11)—C(4)—C(5)	118,3 (2)	C(9)—C(13)—C(10)	124,9 (2)
C(4)—C(5)—C(12)	122,6 (2)	O(1)—C(10)—C(13)	124,2 (2)
C(5)—C(12)—C(13)	120,0 (2)	C(3)—C(11)—C(4)	134,6 (2)
C(12)—C(13)—C(10)	114,9 (2)	O(1)—C(2)—N(21)	115,7 (2)
C(13)—C(10)—C(11)	125,5 (2)	C(3)—C(2)—N(21)	130,2 (2)
C(10)—C(11)—C(4)	118,4 (2)	C(2)—N(21)—O(23)	119,1 (2)
C(12)—C(6)—C(7)	121,0 (3)	C(2)—N(21)—O(22)	116,5 (2)
C(6)—C(7)—C(8)	120,8 (3)	O(22)—N(21)—O(23)	124,2 (2)

Aucun atome, y compris ceux du groupe $-\text{NO}_2$, ne s'en éloigne de plus de 0,03 Å; l'angle de torsion moyen autour de la liaison C(2)—N(21) est de $-0,5^\circ$.

La cohésion du cristal est assurée par de multiples interactions de type van der Waals et par des interactions de recouvrement des orbitales π (forces de stacking) de molécules parallèles (centres $\bar{1}$) et superposées, correspondant à une distance interplanaire de 3,35 Å.

Elle présente une grande analogie structurale (longueurs et angles de liaisons, arrangement moléculaire) avec celles dont la structure cristalline est actuellement connue.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 560–567

Refinement of the α -Modification of 9,9'-Bifluorenylidene, $\text{C}_{26}\text{H}_{16}$, and Structure Analyses of the β -Modification, the 2:1 Pyrene Complex, $2(\text{C}_{26}\text{H}_{16})\cdot\text{C}_{16}\text{H}_{10}$, and the 2:1 Perylene Complex, $2(\text{C}_{26}\text{H}_{16})\cdot\text{C}_{20}\text{H}_{12}$

BY JUNG-SI LEE* AND S. C. NYBURG

Department of Chemistry, University of Toronto, Toronto, Canada M5S 1A1

(Received 12 July 1984; accepted 14 November 1984)

Abstract. Room temperature, Cu $K\alpha$ radiation, $\lambda = 1.5418$ Å. (i) α -Modification of 9,9'-bifluorenylidene (BFL) {a refinement of that based on photographic data

* Present address: Department of Chemistry, Tamkang University, Tam sui, Taiwan 241.

On peut se demander dans ces conditions si son activité biologique ne résulte pas en définitive d'un changement dans la répartition des charges du noyau naphtofuranne induit par la présence de substituants et notamment des groupements méthoxy. En effet des calculs de charges par des méthodes semi-quantiques (Cotrait, Bideau, Buisson & Royer, 1984) semblent bien montrer l'importance de la nature et de la position de ces substituants sur cette distribution.

Références

- BIDEAU, J.-P., BRAVIC, G. & COTRAIT, M. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1948–1950.
- BIDEAU, J.-P., BRAVIC, G., COTRAIT, M. & COURSEILLE, C. (1983a). *Acta Cryst.* **C39**, 1101–1103.
- BIDEAU, J.-P., BRAVIC, G., COTRAIT, M. & COURSEILLE, C. (1983b). *Acta Cryst.* **C40**, 322–324.
- BRAVIC, G., BIDEAU, J.-P. & COURSEILLE, C. (1982). *Cryst. Struct. Commun.* **11**, 409–412.
- CAVIER, R., BUISSON, J.-P., LEMOINE, J. & ROYER, R. (1981). *Eur. J. Med. Chem.* **16**, 73–76.
- COTRAIT, M., BIDEAU, J.-P., BUISSON, J. P. & ROYER, R. (1984). Résultats non publiés.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). Dans *International Tables for X-ray Crystallography*, Tome IV, édité par J. A. IBERS & W. C. HAMILTON, Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- DAVIES, E. K. (1983). Communication privée.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- ROYER, R. & BUISSON, J. P. (1980). *Eur. J. Med. Chem.* **2**, 275–278.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- WEIL-THÉVENET, N., BUISSON, J. P., ROYER, R. & HOFNUNG, M. (1981). *Mutat. Res.* **88**, 355–362.