

This work was supported jointly by the National Science Council of the Republic of China research grant NSC-74-0201-M002C-04 (YW), and by the Office of Health and Environmental Research, US Department of Energy, under contract DE-AC05-84OR21400 with the Martin Marietta Energy Systems, Inc. (CHW). We are grateful to Professor Ernest Bueding of the Johns Hopkins University for furnishing a sample of C₁₀H₈OS₃ and for his interest in our work. One of us (CHW) wishes to thank Dr C. R. Richmond, Associate Director of ORNL, for the arrangement of financial support.

References

BUEDING, E., DOLAN, P. & LEROY, J. P. (1982). *Res. Commun. Chem. Pathol. Pharmacol.* **37**, 293–303.
CAPASSO, S., MATTIA, C., MAZZARELLA, L. & PULITI, R. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 2080–2083.

CHEN, I. & WANG, Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1890–1892.
COPPENS, P., YANG, Y. W., BLESSING, R. H., COOPER, W. F. & LARSEN, F. K. (1977). *J. Am. Chem. Soc.* **99**, 760–766.
Enraf–Nonius (1979). *Structure Determination Package*. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
GABE, E. J. & LEE, F. L. (1981). *Acta Cryst.* **A37**, S339.
HIGASHI, L. S., LUNDEEN, M. & SEFF, K. (1978). *J. Am. Chem. Soc.* **100**, 8101–8106.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
KARLE, I. L., ESTLIN, J. A. & BRITTS, K. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 273–280.
SACERDOTI, M. & GILLI, G. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 327–329.
STEWART, J. M. & SZYMAŃSKI, J. T. (1979a). *Acta Cryst.* **B35**, 1967–1970.
STEWART, J. M. & SZYMAŃSKI, J. T. (1979b). *Acta Cryst.* **B35**, 1971–1974.
WANG, Y., LEE, P. L. & YEH, M. Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 1226–1228.
WEI, C. H. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1079–1082.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 1244–1246

(Acétamido-3 phényl-2 propylidène)-4,4' Bis(acétate de phényle), C₂₇H₂₇NO₅

PAR GILLES PRÉCIGOUX ET MICHEL HOSPITAL

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

ET JEAN-FRANÇOIS MIQUEL ET JACQUES GILBERT

Centre d'Etude et de Recherche de Chimie Organique Appliquée, 2 rue H. Dunant, 94320 Thiais, France

(Reçu le 3 décembre 1984, accepté le 26 avril 1985)

Abstract. $M_r = 445.5$, orthorhombic, $Pbca$, $a = 9.458$ (2), $b = 32.090$ (4), $c = 16.359$ (2) Å, $V = 4965$ (2) Å³, $Z = 8$, $D_x = 1.19$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5424$ Å, $\mu = 0.30$ mm⁻¹, $F(000) = 1728$, $T = 293$ K, $R = 0.053$ for 2212 observations. The relative angles between the aromatic rings are similar to those observed for triphenylethylene derivatives but the general shape of the molecule is very different. There are no unusual bond distances or angles. There is an intermolecular hydrogen bond [N...O(acetamido) 2.817 (7) Å].

Introduction. De nombreux dérivés du triphényl-éthylène, par exemple le clomiphène, chloro-2 [*p*-(diéthylamino-2 éthoxy)phényl]-1 diphényl-1,2 éthylène (Ernst & Hite, 1976), ou le tamoxifène [*p*-(diméthylamino-2 éthoxy)phényl]-1 *trans*-diphényl-1,2 butène-1 (Précigoux, Courseille, Geoffre & Hospital, 1979), sont connus pour leurs propriétés anti-estrogènes et sont utilisés en clinique en tant qu'inducteurs de l'ovulation (Klopper & Hall, 1971) ou dans le

traitement de cancers hormono dépendants (Legha & Carter, 1976). D'autre part, parmi les dérivés du triphényléthylène, certains sont de bons inhibiteurs de la prostaglandine synthétase tandis que les dérivés tels que le composé titre, dont la double liaison centrale est saturée, s'avèrent plutôt être de mauvais inhibiteurs (Gilbert, Miquel, Précigoux, Hospital, Raynaud, Michel & Crastes de Paulet, 1983).

L'analyse cristallographique de ce composé a été entreprise afin d'observer les modifications conformationnelles du squelette triphényléthylène introduites par la saturation de la double liaison centrale.

Partie expérimentale. Cristallisation par évaporation d'une solution (1/1) méthanol/propanol-2. Cristal de dimensions 0,1 × 0,3 × 0,3 mm. Diffractomètre Nonius CAD-4; monochromateur de graphite. Paramètres de la maille affinés par moindres carrés en utilisant 25 réflexions ($\theta_{\text{max}} = 54^\circ$). Corrections de Lorentz et de polarisation, absorption ignorée. 4213 réflexions indépendantes mesurées pour $2 \leq 2\theta \leq 140^\circ$, $0 \leq h \leq 11$,

$0 \leq k \leq 36$, $0 \leq l \leq 19$. Réflexion de contrôle 251; variation maximale de 3,6% autour de la valeur initiale. Seuil d'observation: $I > 2,5\sigma(I)$. Méthodes directes: programme *MULTAN78* (Main, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1978); $213 E > 2,00$. L'affinement sur F (block diagonal) du facteur d'échelle, des paramètres de positions et des facteurs d'agitation thermique anisotrope (β_{ij}) (ou isotrope pour les atomes d'hydrogène localisés à partir de synthèses ΔF) converge jusqu'à $R = 0,053$, $wR = 0,059$, $S = 1,39$. Minimisation de $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ avec $\sqrt{w} = 1$ si $|F_o| < p$ et $\sqrt{w} = p/F_o$ si $|F_o| > p$ avec $p = |F_o|^2(\max.) / 10|^{1/2}$. $(\Delta/\sigma)_{\max}$ pour les x, y, z des C, N et des O 0,82. Résidu maximum de la synthèse ΔF 0,15 e Å⁻³. Facteurs de diffusion tirés de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) pour C, N et O et de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour H.

Discussion. Les coordonnées atomiques sont reportées dans le Tableau 1* et les longueurs et angles de liaison dans le Tableau 2. La molécule est schématisée sur la Fig. 1.

Les longueurs de liaison entre atomes de carbone hybridés sp^3 et sp^2 correspondent aux valeurs généralement observées. En particulier, les distances C(7)–C(19) 1,527 (5) et C(13)–C(33) 1,519 (5) Å n'indiquent pas l'existence de conjugaison entre les cycles aromatiques. Les plans moyens des deux cycles phényles adjacents font entre eux un angle égal à 77,6 (6)° comparable à ceux observés pour les dérivés du triphényléthylène. Les cycles en position 'trans' font également un angle voisin de ceux rencontrés pour les triphényléthylènes [51,5 (5)°] (Précigoux, Hospital, Leroy, Delbarre & Roques, 1982). Si l'orientation

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs 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 42210: 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.

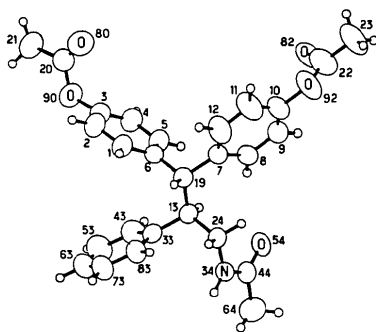


Fig. 1. Vue schématique de la molécule et numérotation des atomes C, N et O.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et paramètres d'agitation thermique isotrope équivalente

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

	x	y	z	$B_{eq}(\text{Å}^2)$
C(1)	3738 (4)	3847 (1)	5770 (2)	5,0 (1)
C(2)	3793 (5)	3867 (1)	6622 (2)	5,4 (1)
C(3)	4880 (4)	3669 (1)	7005 (2)	5,1 (1)
C(4)	5886 (5)	3449 (1)	6589 (3)	5,7 (1)
C(5)	5818 (4)	3433 (1)	5740 (2)	5,0 (1)
C(6)	4750 (4)	3634 (1)	5323 (2)	4,1 (1)
C(7)	3371 (4)	3398 (1)	4110 (2)	4,2 (1)
C(8)	2131 (4)	3597 (1)	3883 (2)	4,7 (1)
C(9)	931 (4)	3373 (1)	3667 (2)	5,1 (1)
C(10)	973 (4)	2947 (1)	3684 (3)	5,4 (1)
C(11)	2178 (5)	2740 (1)	3906 (3)	7,2 (2)
C(12)	3368 (5)	2968 (1)	4110 (3)	6,4 (2)
C(13)	4910 (4)	4067 (1)	4035 (2)	4,0 (1)
C(19)	4709 (4)	3623 (1)	4390 (2)	4,1 (1)
C(20)	4717 (4)	3392 (1)	8336 (3)	5,8 (1)
C(21)	4951 (6)	3485 (2)	9220 (3)	8,2 (3)
C(22)	-1435 (5)	2732 (2)	3746 (3)	7,6 (2)
O(80)	4285 (4)	3072 (1)	8075 (2)	7,9 (2)
O(82)	-1698 (4)	2979 (1)	4253 (3)	9,6 (3)
O(90)	5014 (4)	3724 (1)	7874 (2)	6,6 (2)
O(92)	-168 (3)	2697 (1)	3431 (2)	7,3 (2)
C(23)	-2454 (5)	2426 (2)	3427 (4)	8,9 (3)
C(33)	6253 (4)	4261 (1)	4374 (2)	4,2 (1)
C(43)	6176 (5)	4550 (1)	5000 (3)	6,3 (2)
C(53)	7404 (6)	4714 (2)	5344 (3)	7,8 (2)
C(63)	8688 (6)	4596 (2)	5062 (3)	7,7 (2)
C(73)	8790 (5)	4317 (2)	4437 (3)	6,9 (2)
C(83)	7581 (5)	4149 (1)	4097 (3)	5,5 (1)
C(24)	4922 (4)	4051 (1)	3088 (2)	4,3 (1)
N(34)	5020 (3)	4468 (1)	2730 (2)	4,6 (1)
C(44)	3899 (4)	4715 (1)	2671 (2)	4,8 (1)
O(54)	2727 (3)	4608 (1)	2933 (2)	5,4 (1)
C(64)	4143 (6)	5134 (1)	2276 (3)	7,6 (2)

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles (°) de liaisons intramoléculaires

C(1)–C(2)	1,397 (6)	C(13)–C(24)	1,551 (5)
C(1)–C(6)	1,383 (5)	C(20)–C(21)	1,493 (7)
C(2)–C(3)	1,360 (6)	C(20)–O(80)	1,186 (6)
C(3)–C(4)	1,367 (6)	C(20)–O(90)	1,336 (5)
C(3)–O(90)	1,438 (5)	C(22)–O(82)	1,174 (7)
C(4)–C(5)	1,391 (6)	C(22)–O(92)	1,309 (6)
C(5)–C(6)	1,379 (5)	C(22)–C(23)	1,472 (8)
C(6)–C(19)	1,528 (5)	C(24)–N(34)	1,464 (5)
C(7)–C(8)	1,385 (5)	C(33)–C(43)	1,383 (6)
C(7)–C(12)	1,380 (6)	C(33)–C(83)	1,384 (6)
C(7)–C(19)	1,527 (5)	N(34)–C(44)	1,328 (5)
C(8)–C(9)	1,389 (6)	C(43)–C(53)	1,394 (7)
C(9)–C(10)	1,366 (6)	C(44)–O(54)	1,237 (5)
C(10)–C(11)	1,368 (6)	C(44)–C(64)	1,510 (6)
C(10)–O(92)	1,408 (5)	C(53)–C(63)	1,354 (7)
C(11)–C(12)	1,384 (7)	C(63)–C(73)	1,362 (7)
C(13)–C(19)	1,551 (5)	C(73)–C(83)	1,382 (6)
C(13)–C(33)	1,519 (5)		
C(2)–C(1)–C(6)	121,6 (4)	C(6)–C(19)–C(13)	110,4 (3)
C(1)–C(2)–C(3)	117,8 (4)	C(7)–C(19)–C(13)	115,1 (3)
C(2)–C(3)–C(4)	122,5 (4)	C(21)–C(20)–O(80)	125,0 (4)
C(2)–C(3)–O(90)	117,7 (4)	C(21)–C(20)–O(90)	111,0 (4)
C(4)–C(3)–O(90)	119,6 (4)	O(80)–C(20)–O(90)	124,0 (4)
C(3)–C(4)–C(5)	118,9 (4)	O(82)–C(22)–O(92)	122,1 (5)
C(4)–C(5)–C(6)	120,7 (4)	O(82)–C(22)–C(23)	124,2 (5)
C(1)–C(6)–C(5)	118,4 (3)	O(92)–C(22)–C(23)	113,7 (4)
C(1)–C(6)–C(19)	121,5 (3)	C(13)–C(24)–N(34)	116,6 (3)
C(5)–C(6)–C(19)	120,1 (3)	C(13)–C(33)–C(43)	120,1 (3)
C(8)–C(7)–C(12)	117,3 (4)	C(13)–C(33)–C(83)	122,2 (3)
C(8)–C(7)–C(19)	124,4 (3)	C(43)–C(33)–C(83)	117,7 (4)
C(12)–C(7)–C(19)	118,2 (3)	C(24)–N(34)–C(44)	121,6 (3)
C(7)–C(8)–C(9)	121,5 (4)	C(33)–C(43)–C(53)	120,6 (4)
C(8)–C(9)–C(10)	119,2 (4)	N(34)–C(44)–O(54)	121,7 (4)
C(9)–C(10)–C(11)	121,0 (4)	N(34)–C(44)–C(64)	116,2 (4)
C(9)–C(10)–O(92)	122,8 (4)	O(54)–C(44)–C(64)	122,2 (4)
C(11)–C(10)–O(92)	116,1 (4)	C(43)–C(53)–C(63)	120,2 (5)
C(10)–C(11)–C(12)	119,0 (4)	C(53)–C(63)–C(73)	120,3 (5)
C(7)–C(12)–C(11)	122,0 (4)	C(63)–C(73)–C(83)	120,1 (4)
C(19)–C(13)–C(33)	110,1 (3)	C(33)–C(83)–C(73)	121,1 (4)
C(19)–C(13)–C(24)	110,1 (3)	C(3)–O(90)–C(20)	116,3 (3)
C(33)–C(13)–C(24)	111,8 (3)	C(10)–O(92)–C(22)	122,4 (4)
C(6)–C(19)–C(7)	109,4 (3)		

relative des cycles aromatiques apparaît tout à fait comparable à celle des triphényléthylènes, la conformation globale de la molécule est néanmoins très différente. En effet si les atomes C(7) et C(33) devaient être dans le plan C(6)–C(19)–C(13) pour un triphényléthylène, ils sont ici observés de part et d'autre de ce plan à des distances importantes, respectivement égales à 1,141 (4) et 1,157 (5) Å.

La chaîne acétamidométhyle ne présente pas un allongement maximum. Sa conformation peut être expliquée par la présence d'une liaison hydrogène N(34)(x, y, z)–O(54)(½ + x, y, ½ – z); la distance N–O est égale à 2,817 (7) Å.

Références

ERNST, S. & HITE, G. (1976). *Acta Cryst.* B32, 291–293.

Acta Cryst. (1985). C41, 1246–1249

10-(4-Methoxyphenyl)pyrido[3,2-b][1,4]benzothiazine, C₁₈H₁₄N₂OS

BY PATRICE DE MEESTER AND SHIRLEY S. C. CHU*

School of Engineering and Applied Science, Southern Methodist University, Dallas, Texas 75275, USA

AND MISA V. JOVANOVIĆ AND EDWARD R. BIEHL

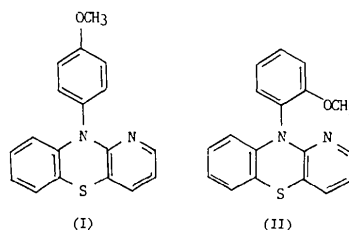
Department of Chemistry, Southern Methodist University, Dallas, Texas 75275, USA

(Received 9 October 1984; accepted 26 April 1985)

Abstract. $M_r = 306.38$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 13.680$ (4), $b = 10.982$ (2), $c = 11.782$ (3) Å, $\alpha = 101.63$ (2), $\beta = 116.24$ (2), $\gamma = 70.97$ (2)°, $V = 1497.4$ (7) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.359$, $D_m = 1.35$ g cm⁻³ (by flotation), $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 2.09$ cm⁻¹, $F(000) = 640$, $T = 295$ K, final $R = 0.051$ for 3529 observed reflections. There are two crystallographically independent molecules in an asymmetric unit of the unit cell. The pyridobenzothiazine ring is folded with the central ring in a boat conformation. The folding angles are 157.1 (1) and 155.2 (1)° for the two crystallographically independent molecules. The 10-(4-methoxyphenyl) substituent is in a boat-equatorial conformation with respect to the central ring of the tricyclic ring system.

Introduction. The determination of the title compound (I) is one of a series of heteroarylphenothiazines under study in this laboratory. The purpose of this study is to determine the effects of the different substituents on the conformation and reactivity (Chiou, Reeves & Biehl,

1976) of the heteroarylphenothiazines. The crystal structure of 10-(2-methoxyphenyl)pyrido[3,2-b][1,4]-benzothiazine (II) has been determined (de Meester, Chu, Jovanovic & Biehl, 1984). The objective of the present study is to provide information on the effect of the methoxy substituent occupying different positions of the 10-phenyl ring.



Experimental. Colorless, flat needles of (I) recrystallized from a solution of 15% CH₂Cl₂ – 85% absolute ethanol, unit-cell parameters by least-squares analysis of 15 reflections with 2θ values in range 20–34° measured on the diffractometer, $P\bar{1}$ confirmed from

* To whom correspondence should be addressed.