

The O(1)···O(2) [2.592 (3) Å] and O(3)···O(4) [2.587 (3) Å] distances seem to indicate the presence of intramolecular H bonds with O—H···O angles of 141 (4) and 143 (5)°, respectively. There is also a weak interaction O(3)···O(2)( $\frac{1}{2} + x$ ,  $\frac{1}{2} + y$ ,  $\frac{1}{2} + z$ ), 3.373 (3) Å, with an O—H···O angle of 130 (4)°.

#### References

FEUTRILL, G. I., RASTON, C. L. & WHITE, A. H. (1978). *Aust. J. Chem.* **31**, 555–559.  
*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., DECLERCQ, 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. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 MARTÍNEZ-RIPOLL, M. & CANO, F. H. (1975). *PESOS. A Computer Program for the Automatic Treatment of Weighting Schemes*. Instituto Rocasolano, CSIC, Madrid, Spain.  
 NARDELLI, M. (1980). *PARST*. Istituto di Chimica Generale, Univ. Parma, Italy.  
 RODRIGUEZ, J. G., SMITH-VERDIER, P., FLORENCIO, F. & GARCÍA-BLANCO, S. (1984). *J. Mol. Struct.* **112**, 101–109.  
 RODRIGUEZ, J. G., VILCHES, J., SMITH-VERDIER, P. & GARCÍA-BLANCO, S. (1983). *Tetrahedron*, **39**, 190–201.  
 STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1970). The XRAY70 system. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.  
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1799–1801

## Nitro-2 Tétrahydro-6,7,8,9 Naphto[2,1-*b*]furanne

PAR JEAN-PIERRE BIDEAU, GEORGES BRAVIC ET MICHEL COTRAIT

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline, UA 114 au CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence CEDEX, France

(Reçu le 15 janvier 1985, accepté le 2 août 1985)

**Abstract.** C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>, mutagenic agent,  $M_r = 217.2$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 10.968$  (2),  $b = 7.291$  (1),  $c = 7.395$  (3) Å,  $\alpha = 92.57$  (3),  $\beta = 94.89$  (3),  $\gamma = 119.56$  (2)°,  $V = 509.9$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_m = 1.42$ ,  $D_x = 1.4152$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 9.7$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 228$ ,  $T = 298$  K, final  $R = 0.043$  for 1513 independent observed reflections. The nitro group is practically coplanar with the benzofuran system. Stacking forces resulting from  $\pi$ - $\pi$  interactions between parallel molecules play an important role in crystal cohesion.

**Introduction.** Dans la série des naphtofurannes de synthèse (Royer & Buisson, 1980; Cavier, Buisson, Lemoine & Royer, 1981) le méthoxy-7 nitro-2 naphto-[2,1-*b*]furanne (R7000), dont la structure cristalline a été déterminée récemment (Bravic, Bideau & Courseille, 1982), est le plus puissant des agents mutagènes connus (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 analogues du R7000, 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*] et

[2,3-*b*]furannes respectivement dénommés R6998 et R7105 (Bideau, Bravic, Cotrait & Courseille, 1983a,b) du méthyl-1 nitro-2 naphto[2,1-*b*]furanne ou R7371 (Bideau, Bravic & Cotrait, 1984) et du nitro-2 naphto[1,2-*b*]furanne ou R6614 (Bideau, Bravic & Cotrait, 1985). Le composé présentement étudié est le R7325, composé moyennement actif, qui est un analogue hydrogéné de l'homocycle extérieur des naphtofurannes précédents.

**Partie expérimentale.** Synthèse par l'équipe du Pr Royer (Institut Curie, Paris);  $D_m$  par flottation; prismes de couleur jaune orangée (benzène + méthanol) 0,2 × 0,2 × 0,3 mm; diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4, monochromateur en graphite; 17 réflexions avec  $\theta > 30^\circ$  pour détermination des paramètres;  $h_{\max} = 12$ ,  $k_{\max} = 7$ ,  $l_{\max} = 8$ ; balayage  $\omega - 2\theta$ ,  $\Delta\theta = (0,8 + 0,15 \text{ tg}\theta)^\circ$ , ouverture détecteur (1,3 + 0,5 tg $\theta$ ) mm;  $2\theta < 120^\circ$ ;  $\frac{1}{2}$  Ewald sphère; correction Lp; absorption négligée; pas de décroissance des intensités de référence (201 et I12) avec le temps; 1513 réflexions indépendantes dont 1023 avec  $I > 3\sigma(I)$ ; méthodes directes, programme MULTAN80 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980); affinement  $B_i$  puis  $\beta_{ij}$  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; densité résiduelle  $\Delta\rho$  de 0,3 et  $-0,2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ ; poursuite de l'affinement jusqu'à  $R = 0,043$ ,  $wR = 0,052$ ,  $S = 1,188$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,21$ .

**Discussion.** Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.\* La Fig. 1 est une projection de la structure le long de l'axe  $Oz$ .

\* 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 42398: 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.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et paramètres d'agitation thermique isotrope équivalents pour les atomes C et O*

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
O(1)	0,6906 (2)	0,1257 (3)	0,7216 (3)	4,1 (1)
C(2)	0,6499 (3)	-0,0791 (5)	0,6675 (4)	3,9 (1)
C(3)	0,5122 (3)	-0,2160 (5)	0,6639 (4)	3,9 (1)
C(4)	0,5548 (3)	0,2902 (5)	0,8179 (4)	4,4 (1)
C(5)	0,4209 (3)	0,2433 (5)	0,8468 (4)	4,4 (1)
C(6)	0,1604 (3)	0,0055 (6)	0,8571 (4)	5,1 (1)
C(7)	0,0526 (4)	-0,2211 (7)	0,8736 (6)	6,5 (2)
C(8)	0,0531 (4)	-0,3661 (6)	0,7290 (5)	6,2 (1)
C(9)	0,1959 (3)	-0,3573 (5)	0,7314 (5)	5,0 (1)
C(10)	0,3180 (3)	-0,1339 (4)	0,7612 (4)	3,8 (1)
C(11)	0,3026 (3)	0,0366 (5)	0,8210 (4)	4,0 (1)
C(12)	0,4545 (3)	-0,0887 (4)	0,7305 (4)	3,6 (1)
C(13)	0,5672 (3)	0,1174 (4)	0,7605 (4)	3,6 (1)
N(21)	0,7599 (3)	-0,1153 (4)	0,6199 (3)	4,7 (1)
O(22)	0,7256 (3)	-0,2987 (4)	0,5668 (4)	6,2 (1)
O(23)	0,8808 (2)	0,0356 (4)	0,6349 (3)	6,0 (1)

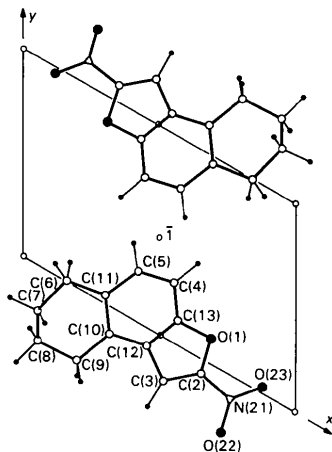


Fig. 1. Projection de la structure le long de l'axe  $Oz$ .

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

O(1)–C(2)	1,359 (3)	C(10)–C(12)	1,407 (3)
C(2)–C(3)	1,339 (3)	C(6)–C(11)	1,512 (4)
C(3)–C(12)	1,436 (3)	C(6)–C(7)	1,502 (4)
C(12)–C(13)	1,388 (3)	C(7)–C(8)	1,472 (4)
O(1)–C(13)	1,380 (3)	C(8)–C(9)	1,534 (4)
C(4)–C(13)	1,385 (3)	C(9)–C(10)	1,504 (3)
C(4)–C(5)	1,373 (4)	C(2)–N(21)	1,423 (3)
C(5)–C(11)	1,412 (3)	N(21)–O(22)	1,231 (3)
C(10)–C(11)	1,392 (3)	N(21)–O(23)	1,227 (3)
O(1)–C(2)–C(3)	114,7 (2)	C(7)–C(8)–C(9)	113,1 (2)
C(2)–C(3)–C(12)	104,9 (2)	C(8)–C(9)–C(10)	112,2 (2)
C(3)–C(12)–C(13)	105,7 (2)	C(9)–C(10)–C(11)	122,3 (2)
O(1)–C(13)–C(12)	110,9 (2)	C(10)–C(11)–C(6)	121,2 (2)
C(13)–C(4)–C(5)	114,9 (2)	C(5)–C(11)–C(6)	118,8 (2)
C(4)–C(5)–C(11)	123,8 (2)	C(9)–C(10)–C(12)	120,8 (2)
C(5)–C(11)–C(10)	120,0 (2)	C(3)–C(12)–C(10)	133,7 (2)
C(11)–C(10)–C(12)	116,9 (2)	O(1)–C(13)–C(4)	125,3 (2)
C(10)–C(12)–C(13)	120,6 (2)	O(1)–C(2)–N(21)	115,3 (2)
C(12)–C(13)–C(4)	123,7 (2)	C(3)–C(2)–N(21)	130,1 (2)
C(11)–C(6)–C(7)	113,7 (2)	C(2)–N(21)–O(22)	116,7 (2)
C(6)–C(7)–C(8)	111,7 (2)	C(2)–N(21)–O(23)	118,6 (2)
C(2)–O(1)–C(13)	103,8 (2)	O(22)–N(21)–O(23)	124,7 (2)

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 de molécules homologues. Ceux des homocycles intérieur (benzyle) et extérieur (tétrahydrobenzyle) ne peuvent, par contre, être comparés aux cycles naphyles précédemment observés pour les nitro-2 naphtofurannes. Si l'homocycle intérieur accolé au noyau furanne ne présente aucune anomalie, par contre dans l'homocycle extérieur, la liaison commune avec l'homocycle intérieur est beaucoup plus courte que les autres liaisons, ce qui conduit à une déformation par rapport au noyau cyclohexyle.

Le noyau benzofuranne est parfaitement plan; les atomes d'oxygène O(22) et O(23) s'en écartent respectivement de 0,040 (4) et 0,043 (4) Å, l'angle de torsion autour de la liaison C(2)–N(21) étant proche de 2°.

On peut également souligner l'agitation thermique relativement élevée du groupe  $\text{NO}_2$  comparé au reste de la molécule.

La cohésion cristalline est assurée par quelques interactions de type van der Waals et surtout par des interactions dues au recouvrement des orbitales  $\pi$  (forces de stacking) de molécules parallèles et superposées (centre  $\bar{1}$ ); leur distance interplanaire est très courte: 3,37 (1) Å, à comparer aux valeurs 3,35 et 3,38 Å trouvées respectivement pour le graphite (Kitaigorodskii, 1973) et le benzopérylène (Trotter, 1959).

La molécule dont la structure chimique se différencie quelque peu de celle des molécules déjà étudiées, possède néanmoins une certaine activité biologique (Hofnung, 1985). On peut se demander dans ces conditions si cette dernière ne réside pas en grande partie dans le changement de la répartition des charges du noyau nitrofuranne, induite par la présence de

substituants. En effet, des calculs de charges atomiques partielles par des méthodes semi-quantique (Cotrait, Bideau, Buisson & Royer, 1985) semblent bien montrer l'importance de la présence et de la nature 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. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 558–560.
- 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. (1985). *Eur. J. Med. Chem.* Soumis.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Tome IV, édité par J. A. IBERS & W. C. HAMILTON. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- HOFNUNG, M. (1985). *Eur. J. Med. Chem.* Sous presse.
- KITAIGORODSKII, A. I. (1973). *Molecular Crystals and Molecules*, p. 12. London, New York: Academic Press.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. 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.
- TROTTER, J. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 889–892.
- WEILL-THÉVENET, N., BUISSON, J. P., ROYER, R. & HOFNUNG, M. (1981). *Mutat. Res.*, **88**, 355–362.

*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1801–1804

## Structure of *trans*-5-Iodo-5-isopropyl-1,3-diphenyl-1 $\lambda^6$ ,3 $\lambda^6$ ,2,4,6,5 $\lambda^5$ -dithiatriazaphosphorine 1,3-Dioxide

BY A. MEETSMA

*Molecular Structure Department, University of Groningen, Nijenborgh 16, 9747 AG Groningen, The Netherlands*

A. L. SPEK\* AND R. OLTHOF-HAZEKAMP

*Vakgroep Algemene Chemie, afdeling Kristal- en Structuurchemie, University of Utrecht, Padualaan 8, 3508 TB Utrecht, The Netherlands*

AND H. WINTER, J. C. VAN DE GRAMPPEL AND J. L. DE BOER

*Department of Inorganic Chemistry, University of Groningen, Nijenborgh 16, 9747 AG Groningen, The Netherlands*

(Received 8 July 1985; accepted 29 July 1985)

**Abstract.** C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>IN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>PS<sub>2</sub>,  $M_r = 493.33$ , orthorhombic,  $Pna2_1$ ,  $a = 16.895(1)$ ,  $b = 10.589(1)$ ,  $c = 10.513(1)$  Å,  $V = 1880.8(3)$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.742$  g cm<sup>-3</sup>,  $Mo K\alpha$ ,  $\lambda = 0.71073$  Å,  $\mu = 19.9$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 976$ ,  $T = 295$  K,  $R = 0.036$  for 1363 observed reflections with  $I > 2.5\sigma(I)$ . The inorganic ring skeleton possesses a twist-boat conformation with the phenyl substituents in *trans* positions. The endocyclic bond lengths reflect double-bond character caused by  $d_\pi-p_\pi$  overlap |S(1)–N(2) 1.602(6), N(2)–S(2) 1.580(6), S(2)–N(3) 1.554(5), N(3)–P 1.608(6), P–N(1) 1.610(6), N(1)–S(1) 1.558(5) Å|.

\* Author to whom correspondence should be addressed.

**Introduction.** In the scope of our investigations into the reactivity of six-membered cyclothiaphosphazenes towards organometallic reagents, reactions of *trans*-NPCI<sub>2</sub>(NSOPH)<sub>2</sub> with (Bu<sub>3</sub>PCuI)<sub>4</sub><sup>i</sup>PrMgCl were carried out following Allcock & Harris (1979, 1981). Treatment of the reaction mixture with 2-propanol gave *trans*-NP(H)<sup>i</sup>Pr(NSOPH)<sub>2</sub>, which was converted into the title compound by reaction with iodine in tetrachloromethane. Although analogous compounds, *i.e.* NPIR(NPCI<sub>2</sub>)<sub>2</sub> ( $R = \text{alkyl}$ ), are known (Allcock & Harris, 1981) this communication presents the crystal structure determination of the first example of a cyclothiaphosphazene containing an I atom. The present work was undertaken in order to examine the