

Fig. 3. Newman projections along the bonds: (a) S(1)–C(11), (b) S(2)–C(21), (c) C(7)–S(1), (d) C(10)–S(2).

Acta Cryst. (1986). **C42**, 1630–1632

Epoxy-8,16 Dihydro-8,16 Dinaphto[2,1-*b*:2',1'-*f*][dioxocinne-1,5]

PAR BERNARD BACHET, CLAUDE BRASSY ET CHRISTIAN GUIDI-MOROSINI

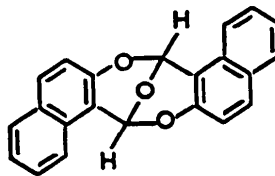
Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16, 4 Place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 15 avril 1986, accepté le 20 juin 1986)

Abstract. C₂₂H₁₄O₃, synthetic compound, $M_r = 326.4$, tetragonal, $P4_12_12$, $a = 11.069(5)$, $c = 12.418(5)$ Å, $V = 1521(2)$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.425(2)$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Ag } K\alpha) = 0.56083$ Å, $\mu = 0.7$ cm⁻¹, $F(000) = 680$, $T = 293$ K, $R = 0.058$ for 1158 unweighted reflections. Molecules have a twofold axis through the O(1) atoms. The geometries of the dioxocin and epoxy moieties in this compound and in 3,4,7,8-tetramethyl-*trans*-3,8;4,7-diepoxy-1,5-dioxocane are discussed. Bond lengths are shorter and bond angles greater in the title compound, owing to the presence of the naphthyl groups.

Introduction. Ce composé a été préparé en portant à ébullition une solution acétique d'*O*-hydroxy α -naphthalène en présence d'acide perchlorique anhydre (Andrieux, Bodo & Mohlo, 1973). C'est un produit de condensation, incolore, dont l'obtention a été aussi signalée au cours de synthèses de spirochromènes à partir d'une cétone $R\text{-CH}_2\text{-CO-CH}_2\text{-R}_1$ et d'hydroxy-2 α -naphaldéhyde-1 (Dzhaparidze,

Chubabriya & Mzhavanadze, 1976). L'étude structurale a été entreprise pour connaître la conformation non encore élucidée à notre connaissance d'un cycle dioxocinne avec un seul pont époxyde. Ce produit est d'autre part voisin d'un autre composé de condensation (dibromo-2,8 époxy-6,12 dihydro-6,12 diméthoxy-4,10 dibenzo[*b,f*][dioxocinne-1,5]) qui a montré des propriétés antidermatophytes et antibactériennes (Fiedler, 1964).



Partie expérimentale. Cristaux incolores, $F = 515$ K, $0,2 \times 0,2 \times 0,4$ mm. Paramètres cristallins obtenus sur diffractomètre automatique Philips PW 1100 avec 25

We thank Dr A. Rykowski for a sample of the compound. The intensities were measured in The Regional Laboratory of Physicochemical Analysis and Structure Research, Jagiellonian University, Kraków. This work was supported by project RP.II.10 from the Polish Ministry of Science and Higher Education.

References

- ALLEN, F. H. (1982). *Tetrahedron*, **38**, 2843–2853.
 BRÜCKNER, S., MALPEZZ, L., PROSYANIK, A. V., BONDARENKO, S. V. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 213–215, 215–219, 219–222.
 GOLINSKI, J., MAKOSZA, M. & RYKOWSKI, A. (1983). *Tetrahedron Lett.* **24**, 3279–3280.
 JASKÓLSKI, M. (1981a). *PLANE*. Program to calculate the mean plane through a set of N atoms. Department of Crystallography, A. Mickiewicz Univ., Poznań, Poland.
 JASKÓLSKI, M. (1981b). *GEOME*. Program to calculate geometrical features of molecules. Department of Crystallography, A. Mickiewicz Univ., Poznań, Poland.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 TRUEBLOOD, K. N. (1982). *THMB-6*, revised January 1982, Zürich.

réflexions $5 < 2\theta < 20^\circ$. Mesure des intensités par 'flying stepscan', angle de balayage de $1,20^\circ$, vitesse de scanning de 0,02 s par pas de $0,02^\circ\theta$, domaine d'exploration de $2\theta \leq 52^\circ$ ($h=0 \rightarrow 17$, $k=0 \rightarrow 17$, $l=0 \rightarrow 18$). Réflexions de référence 025, 253, 502. Variations respectives d'intensité 0,7, 0,8, 0,9%.

3140 réflexions mesurées, espace moyenné de 1664 réflexions. $R_{\text{int}} = 0,064$. Corrections de Lorentz et de polarisation; absorption ignorée. Structure résolue par méthode de multiresolution (MULTAN77, Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Affinement des F_{obs} par moindres carrés et en matrice complète à l'aide du programme AFFINE: version modifiée de ORFLS (Busing, Martin & Levy, 1962) sur facteur d'échelle, position et agitation isotrope puis anisotrope des atomes de carbone et d'oxygène. Atomes d'hydrogène placés par série-différence, position et agitation thermique isotrope affinés; $R = 0,058$ pour 1158 réflexions telles que $|F_o| > 3\sigma(|F_o|)$, $\sin\theta/\lambda \leq 0,7834 \text{ \AA}^{-1}$, $|F_o(\text{relative})| > 16$, $w = 1$. $\Delta\rho =$

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) pour les atomes de carbone et d'oxygène et facteurs de température (Å^2)

Le facteur de température est donné par:

$$\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)].$$

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_{i=1,3} \beta_{ii}/a_i^2.$$

	x	y	z	B_{eq}
O(1)	547 (4)	547 (4)	0	3,8 (1)
C(1)	-631 (3)	668 (3)	436 (2)	3,3 (1)
O(2)	-1495 (2)	756 (2)	-423 (2)	3,7 (1)
C(2)	-1364 (3)	-149 (3)	-1164 (3)	3,1 (1)
C(3)	-2300 (3)	-256 (3)	-1923 (3)	3,6 (2)
C(4)	-2258 (3)	-1155 (4)	-2665 (3)	3,8 (2)
C(5)	-1294 (3)	-1990 (3)	-2683 (2)	3,2 (1)
C(6)	-1270 (4)	-2940 (4)	-3440 (3)	4,0 (2)
C(7)	-311 (4)	-3712 (4)	-3467 (3)	4,4 (2)
C(8)	659 (4)	-3577 (3)	-2746 (3)	4,2 (2)
C(9)	653 (3)	-2666 (3)	-1999 (3)	3,5 (1)
C(10)	-326 (3)	-1847 (3)	-1946 (2)	2,8 (1)
C(11)	-380 (3)	-896 (3)	-1181 (2)	2,8 (1)

Tableau 2. Principales distances interatomiques (Å) et principaux angles ($^\circ$)

O(1)—C(1)	1,418 (7)	C(5)—C(6)	1,411 (8)
C(1)—O(2)	1,436 (7)	C(5)—C(10)	1,418 (7)
O(2)—C(2)	1,369 (6)	C(6)—C(7)	1,362 (9)
C(2)—C(3)	1,406 (8)	C(7)—C(8)	1,406 (9)
C(2)—C(11)	1,368 (7)	C(8)—C(9)	1,370 (8)
C(3)—C(4)	1,357 (8)	C(9)—C(10)	1,414 (8)
C(4)—C(5)	1,412 (8)	C(10)—C(11)	1,419 (7)
<C—H>		1,01 (5)	
O(1)—C(1)—O(2)	109,6 (0,9)	C(6)—C(5)—C(10)	119,9 (1,1)
C(1)—O(2)—C(2)	112,3 (0,8)	C(5)—C(6)—C(7)	119,9 (1,3)
O(2)—C(2)—C(3)	115,8 (1,0)	C(6)—C(7)—C(8)	120,8 (1,4)
O(2)—C(2)—C(11)	122,5 (1,1)	C(7)—C(8)—C(9)	120,4 (1,3)
C(3)—C(2)—C(11)	121,8 (1,1)	C(8)—C(9)—C(10)	120,5 (1,2)
C(2)—C(3)—C(4)	119,4 (1,2)	C(5)—C(10)—C(9)	118,5 (1,0)
C(3)—C(4)—C(5)	121,2 (1,2)	C(5)—C(10)—C(11)	118,9 (1,0)
C(4)—C(5)—C(6)	120,9 (1,2)	C(9)—C(10)—C(11)	122,6 (1,1)
C(4)—C(5)—C(10)	119,2 (1,1)	C(2)—C(11)—C(10)	119,5 (1,0)

$\pm 0,3 \text{ e \AA}^{-3}$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,2$. Facteurs de diffusion atomique de *International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Calculs de contacts intermoléculaires et d'angles de torsion à l'aide du programme CANDIDE (Bally & Surcouf, 1976). Projection de la molécule et projection stéréoscopique à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965).

Discussion. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1 et les principales distances interatomiques et principaux angles dans le Tableau 2.* La Fig. 1 montre la molécule et la numérotation atomique utilisée, et la Fig. 2 une projection stéréoscopique de la maille.

Les molécules possèdent un axe binaire diagonal dans le plan ab et passant par l'oxygène de l'époxyde. Elles sont en contact de van der Waals; nous n'avons pas observé de distances intermoléculaires courtes. La molécule et surtout le cycle dioxocinne époxydé peuvent être caractérisés par les angles de torsion. Les géométries du cycle dioxocinne et de l'époxyde sont comparables à celles des mêmes éléments du *trans* tétraméthyl-3,4,7,8 diépoxy-3,8;4,7 dioxocanne-1,5 (Lazarini, 1976), seul composé avec un cycle dioxocinane mais deux époxydes dont la structure, à notre

* 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 Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43173: 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.

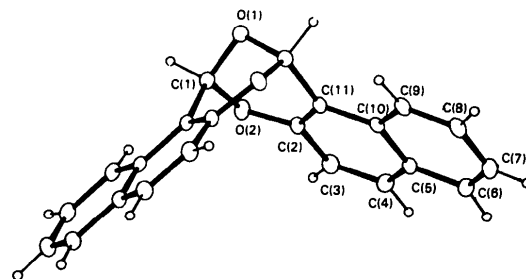


Fig. 1. Projection d'une molécule et désignation des atomes.

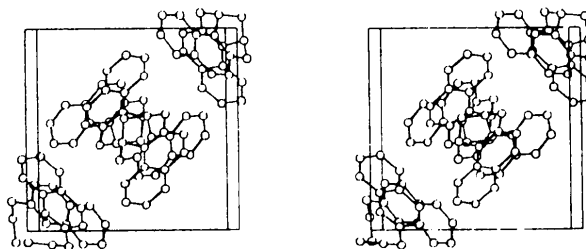


Fig. 2. Projection stéréoscopique de la maille selon l'axe c.

connaissance, ait été déterminée. Pour le composé étudié, les valeurs des longueurs de liaison sont plus courtes, celles des angles plus grandes que les valeurs correspondantes du produit cité. Ceci peut sans doute s'expliquer par la présence des cycles naphyles. Cependant les longueurs des liaisons et les angles montrent que la conjugaison entre les deux phényles reste faible.

C(1 ^b)—O(2 ^b)	1,436 (7) Å	C(1 ^b)—O(2 ^b)—C(2 ^b)	112,3 (8)°
C(2 ^b)—O(2 ^b)	1,369 (6) Å	O(2 ^b)—C(1 ^b)—C(11 ^h)	112,1 (8)°
C(1 ^b)—C(11 ^h)	1,512 (7) Å		

Code de symétrie: (i) *x*, *y*, *z*; (ii) *y*, *x*, $-z$.

Nous remercions les personnes suivantes du Laboratoire de Chimie Appliquée aux Corps Organisés du Muséum national d'Histoire naturelle de Paris: le Dr Meyer-Dayan qui nous a fourni les cristaux nécessaires à l'étude, les Drs Deschamps-Vallet et Jossang qui nous ont procuré des renseignements bibliographiques.

Acta Cryst. (1986). C42, 1632–1634

Absolute Configuration of Natural Methionine Sulfoximine

BY B. CHEVRIER AND D. MORAS

Laboratoire de Cristallographie, IBMC, Université Louis Pasteur, 15 rue René Descartes, 67084 Strasbourg CEDEX, France

V. L. R. JEANNODA

Service de Biologie Végétale et Biochimie, EES Sciences, BP 906-Tananarive 101. Madagascar

AND E. E. CREPPY AND G. DIRHEIMER

Laboratoire de Toxicologie et Biologie Moléculaires, IBMC et Faculté de Pharmacie, Université Louis Pasteur, 15 rue René Descartes, 67084 Strasbourg CEDEX, France

(Received 6 December 1985; accepted 22 April 1986)

Abstract. (2*S*,5*S*)-2-Amino-4-(*S*-methylsulfonylimidoyl)-butanoic acid, C₅H₁₂N₂O₃S, *M_r* = 180.2, orthorhombic, *P*2₁2₁2₁, *a* = 5.3472 (4), *b* = 9.3990 (8), *c* = 16.155 (1) Å, *U* = 811.9 (2) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.47 g cm⁻³, *D_m* not measured, λ = 1.5418 Å, μ(Cu Kα) = 32.3 cm⁻¹, *F*(000) = 384, *R* = 0.028 and *wR* = 0.037 for 1494 observed data. The absolute structure reveals the (2*S*,5*S*) configuration. In the crystal lattice, the packing is maintained by hydrogen bonds. Redissolved crystals exhibit toxicity towards mice and *Bacillus subtilis*.

Introduction. Methionine sulfoximine was found for the first time in 'agenised' flour (Mellanby, 1946; Bentley, McDermott, Moran, Pace & Whitehead, 1950). It was shown to be formed by the action of nitrogen trichloride (an improving agent for flour) on wheat proteins. It

induces convulsions in several mammalian species and also inhibits the growth of various living organisms. In addition it was found to be a potent inhibitor of glutamine synthetases from different organisms (Meister, 1974; Jeannoda, Rakoto-Ranoromalala, Valisolalao, Creppy & Dirheimer, 1985). We recently identified the neurotoxic compound cnestine (formerly called glabrin) (Jeannoda, Creppy & Dirheimer, 1984) from the Madagascan plants of the Connaraceae family *Cnestis glabra*, *C. polyphylla* and *Rourea orientalis* as *S*-(3-amino-3-carboxypropyl)-*S*-methyl sulfoximine (Jeannoda, Valisolalao, Creppy & Dirheimer, 1985). The present paper describes the crystallographic structure of this natural methionine sulfoximine.

Experimental. Methionine sulfoximine was isolated from root barks of *C. glabra*, *C. polyphylla* and *R.*

Références

- ANDRIEUX, J., BODO, B. & MOHLO, D. (1973). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 3421–3427.
- BALLY, R. & SURCOUF, E. (1976). Communication interne.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- DZHAPARIDZE, K. G., CHUBABRIYA, M. Y. & MZHAVANADZE, I. A. (1976). *Izv. Akad. Nauk. Gruz. SSR. Ser. Khim.* 2(3), 210–214.
- FIEDLER, H. (1964). *Arch. Pharm. (Paris)*, 297(4), 226–235.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Tome III. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LAZARINI, F. (1976). *Cryst. Struct. Commun.* 5, 489–492.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J.-P. (1977). *MULTAN. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.