

Intéractions CH...O [avec: (i) x, y, z ; (ii) $\frac{1}{2}-x, -\frac{1}{2}+y, 1-z$; (iv) $\frac{1}{2}+x, \frac{1}{2}-y, 1+z$]:

O(10Aⁱ)...H(9ⁱⁱ): 2,364 Å
 C(10ⁱ)—O(10Aⁱ)...H(9ⁱⁱ) = 137,9° (8,0°)
 O(10Aⁱ)...H(9ⁱⁱ)—C(9ⁱⁱ) = 171,3° (12,0°)
 O(10Aⁱ)...H(7^{iv}): 2,553 Å
 C(10ⁱ)—O(10Aⁱ)...H(7^{iv}) = 139,6° (7,5°)
 O(10Aⁱ)...H(7^{iv})—C(7^{iv}) = 155,1° (11,0°)

Les auteurs (MED et PV) tiennent à remercier la Ligue Nationale Française Contre Le Cancer pour l'aide qu'elle leur a apportée notamment par l'attribution d'une Allocation de Recherche (MED).

Références

AVERBECK, D. (1984). *Proc. Soc. Invest. Dermatol.* **8**, 52–73.

AVERBECK, D. & MOUSTACCHI, E. (1979). *Mutation Res.* **68**, 133–148.
 AVERBECK, D., MOUSTACCHI, E. & BISAGNI, E. (1978). *Biochem. Biophys. Acta*, **518**, 464–481.
 BERKOVITCH-YELLIN, Z. & LEISEROWITZ, L. (1984). *Acta Cryst.* **B40**, 159–165.
 BRAVIC, G. & BIDEAU, J. P. (1978). *Cryst. Struct. Commun.* **7**, 633–636.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 DELETTRE, J., MORNON, J. P. & LEPRICARD, G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1430–1435.
 DUBERTRET, L., AVERBECK, D., ZAJDELA, F., BISAGNI, E., MOUSTACCHI, E., TOURAINE, R. & LATARJET, R. (1979). *Br. J. Dermatol.* **101**, 379–389.
 GABORIAU, F., VIGNY, P., AVERBECK, D. & BISAGNI, E. (1981). *Biochimie*, **63**, 899–905.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 QUEVAL, P. & BISAGNI, E. (1974). *Eur. J. Med. Chem.* **9**, 335–340.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 1851–1853

Structure du Méthyl-7 5H-Furo[3',2':6,7]chroméno[3,4-c]pyridinone-5

PAR JEAN DELETTRE

Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie, Université Pierre et Marie Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

MARIE-EVE DELAITRE

Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie, Université Pierre et Marie Curie, 75231 Paris CEDEX 05 et Laboratoire de Physique et Chimie Biomoléculaire, CNRS UA 198, Institut Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

PAUL VIGNY

Laboratoire de Physique et Chimie Biomoléculaire, CNRS UA 198, Institut Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

ET JACQUELINE MORON

Laboratoire de Synthèse Organique, CNRS UA 533, Institut Curie, 91405 Orsay CEDEX, France

(Reçu le 22 janvier 1986, accepté le 13 juillet 1986)

Abstract. C₁₅H₉NO₃, $M_r = 251.24$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 15.093$ (5), $b = 10.764$ (4), $c = 6.967$ (4) Å, $\beta = 100.48^\circ$, $V = 1113$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.50$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.54178$ Å, $F(000) = 520$, $\mu = 0.89$ mm⁻¹, room temperature, final $R = 0.08$ and $wR = 0.084$ for 2256 diffractometer data. The relatively high R value resulted from the poor quality and small size of the crystal. There are no unusual bond distances or angles. Intermolecular cohesion is mainly assured by CH...O, CH...N bonds and donor-acceptor π interactions.

Introduction. Les psoralènes sont largement utilisés comme agents photosensibilisateurs tant en biologie moléculaire que pour les applications thérapeutiques dans le traitement de désordres cutanés. Très tôt, leurs propriétés biologiques ont été reliées à leur aptitude à former des produits de photoaddition avec les acides nucléiques: produits de monoaddition mais surtout produits de bi-addition qui se forment dans la deuxième étape de la photoréaction et réalisent ainsi des pontages entre brins adjacents de l'ADN (Dall'Acqua, 1977). Outre l'intérêt thérapeutique potentiel, ces recherches

permettent d'appréhender les rôles respectifs des produits de mono- et bi-addition dans les processus de la mutagenèse et de la cancérogenèse.

L'hypothèse principale soutenant la recherche de psoralènes monofonctionnels s'est trouvée vérifiée lors de l'étude du psoralène-3-carboxylate d'éthyle (Queval & Bisagni, 1974) dont la structure cristalline est décrite dans l'article précédent (Delettré, Delaitre, Vigny & Bisagni, 1986). Ce composé présente des inconvénients secondaires qui n'ont pas permis de le retenir en vue d'un développement en photochimiothérapie. Une deux-

ième famille de psoralènes monofonctionnels a été obtenue plus récemment, dans laquelle les régions photoréactives sont bloquées chimiquement par un cycle pyridine: les pyridopsoralènes (Moron, Nguyen & Bisagni, 1983). Ce blocage s'est avéré efficace (Blais, Vigny, Moron & Bisagni, 1984) et cette famille présente des propriétés photobiologiques permettant d'envisager des développements ultérieurs en photomédecine (Dubertret *et al.*, 1985).

Nous présentons ici la structure cristalline du composé le plus important de cette famille, le méthyl-7 5*H*-furo[3',2':6,7]chroméno[3,4-*c*]pyridinone-5, plus communément appelé méthyl-7 pyrido[3,4-*c*]psoralène ou MPP, dont l'étude des mécanismes d'action est en cours aux niveaux photophysique, photochimique et photobiologique.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques fractionnaires* ($\times 10^4$) *du MPP avec leurs écarts-type entre parenthèses*

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \mathbf{a}_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> _{eq} (Å ²)
C(4a)	4521 (2)	2538 (3)	3042 (4)	2,4 (0,1)
O(6)	5990 (1)	1603 (2)	3273 (3)	2,8 (0,1)
C(11a)	4665 (2)	307 (2)	2395 (4)	2,2 (0,1)
C(7)	6214 (2)	-511 (3)	2798 (4)	2,6 (0,1)
C(10a)	4879 (2)	-1864 (3)	1920 (4)	2,7 (0,1)
C(6a)	5582 (2)	448 (3)	2787 (4)	2,2 (0,1)
C(11b)	4092 (2)	1405 (3)	2454 (4)	2,2 (0,1)
O(8)	6260 (2)	-2754 (2)	2271 (3)	3,6 (0,1)
C(7a)	5785 (2)	-1657 (3)	2326 (4)	2,6 (0,1)
C(5)	5481 (2)	2657 (3)	3433 (4)	2,7 (0,1)
C(2)	2693 (2)	2500 (3)	2146 (5)	3,5 (0,1)
N(3)	3099 (2)	3591 (3)	2776 (4)	3,5 (0,1)
C(4)	3984 (2)	3591 (3)	3190 (5)	3,1 (0,1)
C(1)	3163 (2)	1398 (3)	2020 (5)	3,0 (0,1)
C(11)	4283 (2)	-872 (3)	1902 (4)	2,4 (0,1)
O(5A)	5915 (2)	3593 (2)	3935 (4)	3,9 (0,1)
C(12)	7207 (2)	-335 (4)	3188 (6)	3,7 (0,1)
C(10)	4765 (3)	-3190 (3)	1539 (5)	3,5 (0,1)
C(9)	5594 (3)	-3650 (3)	1785 (5)	3,7 (0,1)

Tableau 2. *Longueurs des liaisons de valence* (Å) *et angles de valence* (°) *avec leurs écarts-type entre parenthèses*

C(4a)—C(11b)	1,406 (6)	C(7)—C(12)	1,485 (8)
C(4a)—C(5)	1,429 (7)	C(10a)—C(7a)	1,364 (7)
C(4a)—C(4)	1,407 (7)	C(10a)—C(11)	1,393 (7)
O(6)—C(6a)	1,401 (5)	C(10a)—C(10)	1,456 (7)
O(6)—C(5)	1,386 (6)	C(11b)—C(1)	1,379 (7)
C(11a)—C(6a)	1,369 (6)	O(8)—C(7a)	1,385 (6)
C(11a)—C(11b)	1,469 (6)	O(8)—C(9)	1,390 (7)
C(11a)—C(11)	1,410 (6)	C(5)—O(5A)	1,218 (6)
C(7)—C(6a)	1,405 (6)	C(2)—N(3)	1,360 (7)
C(7)—C(7a)	1,403 (7)	C(2)—C(1)	1,393 (8)
C(11b)—C(4a)—C(5)	122,0 (0,9)	C(4a)—C(11b)—C(11a)	117,6 (0,9)
C(11b)—C(4a)—C(4)	118,6 (0,9)	C(4a)—C(11b)—C(1)	117,7 (0,9)
C(5)—C(4a)—C(4)	119,4 (1,0)	C(11a)—C(11b)—C(1)	124,7 (1,0)
C(6a)—O(6)—C(5)	121,2 (0,8)	C(7a)—O(8)—C(9)	104,1 (0,8)
C(6a)—C(11a)—C(11b)	118,9 (0,9)	C(7)—C(7a)—C(10a)	126,5 (1,1)
C(6a)—C(11a)—C(11)	120,1 (0,9)	C(7)—C(7a)—O(8)	122,4 (1,0)
C(11b)—C(11a)—C(11)	121,0 (0,9)	C(10a)—C(7a)—O(8)	111,1 (0,9)
C(6a)—C(7)—C(7a)	111,1 (0,9)	C(4a)—C(5)—O(6)	118,0 (0,9)
C(6a)—C(7)—C(12)	124,7 (1,1)	C(4a)—C(5)—O(5A)	127,0 (1,1)
C(7a)—C(7)—C(12)	124,2 (1,1)	O(6)—C(5)—O(5A)	115,0 (0,9)
C(7a)—C(10a)—C(11)	119,8 (1,0)	N(3)—C(2)—C(1)	123,3 (1,2)
C(7a)—C(10a)—C(10)	106,2 (0,9)	C(4a)—C(4)—N(3)	124,1 (1,1)
C(11)—C(10a)—C(10)	134,0 (1,1)	C(11b)—C(1)—C(2)	119,4 (1,1)
O(6)—C(6a)—C(11a)	122,1 (0,9)	C(11a)—C(11)—C(10a)	116,9 (0,9)
O(6)—C(6a)—C(7)	112,4 (0,8)	O(8)—C(9)—C(10)	113,3 (1,1)
C(11a)—C(6a)—C(7)	125,5 (1,0)		

Partie expérimentale. Le cristal, de mauvaise qualité, a été obtenu difficilement par évaporation lente dans le toluène. Cristal de dimensions 0,1 × 0,1 × 0,3 mm. Diffractomètre Philipps PW 1100, monochromateur graphite; 2465 réflexions indépendantes ont été mesurées; 209 inobservées; seuil d'observation $I > \sigma(I)$; $(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0,635 \text{ \AA}^{-1}$; $-19 \leq h \leq 19$, $0 \leq k \leq 13$, $0 \leq l \leq 8$. Réflexions de contrôle: 602, 060, 512, variations maximales de 3% autour de la valeur moyenne.

Corrections de Lorentz-polarisation, pas de corrections d'absorption. Résolution par méthodes directes: programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971); facteurs de diffusion atomique (Cromer & Mann, 1968); affinement en matrice complète: programme *AFFINE* (Delettré, Moron & Lepicard, 1980) converge jusqu'à $R = 0,080$, $wR = 0,084$; minimisation de $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ avec $w = 1/\sigma^2$; atomes H localisés sur section de Fourier-différence et affinés; coefficients d'agitation thermique anisotrope pour tous les atomes sauf H. Résidu de densité électronique sur sections de Fourier-différence finales $1,60 \text{ e \AA}^{-3}$; $(\Delta/\sigma)_{\text{max}}$ pour les *x*, *y*, *z* des C, N, O: 0,6. Les coordonnées atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1,* et les valeurs des distances interatomiques et des angles de liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 donne une vue de la molécule.

Discussion. Il n'y a pas d'angles ou de liaisons intramoléculeaires inhabituels quand on compare les résultats obtenus avec des structures connues de molécules voisines (Bravic & Bideau, 1978, 1979,

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres d'agitation thermique anisotrope, et des angles de valence des atomes C, N, O, et des coordonnées et facteurs d'agitation thermique des atomes H, ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43247: 16 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.

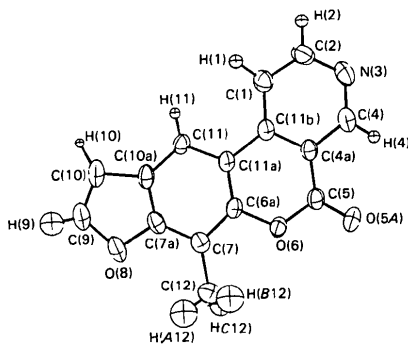


Fig. 1. Tracé ORTEP (Johnson, 1965) de la molécule de MPP. Les ellipsoïdes sont représentés à 50% de probabilité.

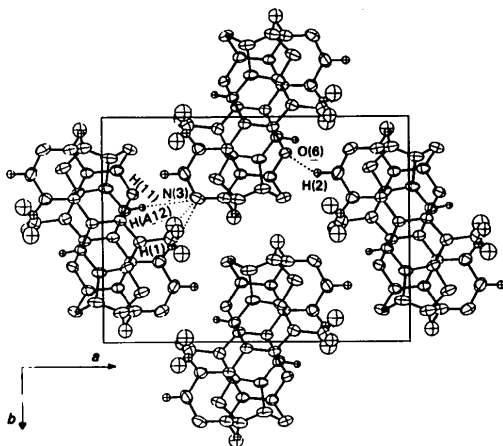


Fig. 2. Projection de la structure parallèlement à l'axe Oz . Les contacts $C-H\cdots O$ et $C-H\cdots N$ sont représentés en pointillés.

1980,*a,b*; Dall'acqua, Benetollo & Bombieri, 1981). La cohésion du cristal est renforcée par des interactions $CH\cdots O$ et $CH\cdots N$ [dont l'importance a été mise en évidence par Berkovitch-Yellin & Leiserowitz (1984)], ainsi que par des interactions résultant du recouvrement des orbitales π de molécules parallèles et super-

posées (forces de 'stacking'), la distance entre plans moyens de molécules étant de 3,42 Å (cf. la Fig. 2).

Intéactions $CH\cdots O$ et $CH\cdots N$: $O(6^i)\cdots H(2^{iv})$: 2,78; $N(3^i)\cdots H(1^{ii})$: 2,735; $N(3^i)\cdots H(11^{ii})$: 2,853; $N(3^i)\cdots H(A12^v)$: 2,884 Å avec: (i) x, y, z ; (ii) $\frac{1}{2}-x, \frac{1}{2}+y, \frac{1}{2}-z$; (iii) $-x, -y, -z$; (iv) $\frac{3}{2}+x, \frac{3}{2}-y, \frac{3}{2}+z$; (v) $\frac{1}{2}+x, \frac{3}{2}+y, \frac{1}{2}+z$.

Les auteurs (MED et PV) tiennent à remercier la Ligue Nationale Française Contre le Cancer pour l'aide qu'elle leur a apportée notamment par l'attribution d'une Allocation de Recherche (MED).

Références

- BERKOVITCH-YELLIN, Z. & LEISEROWITZ, L. (1984). *Acta Cryst.* **B40**, 159–165.
- BLAIS, J., VIGNY, P., MORON, J. & BISAGNI, E. (1984). *Photochem. Photobiol.* **39**, 145–156.
- BRASIC, G. & BIDEAU, J. P. (1978). *Cryst. Struct. Commun.* **7**, 633–636.
- BRASIC, G. & BIDEAU, J. P. (1979). *Cryst. Struct. Commun.* **8**, 695–698.
- BRASIC, G. & BIDEAU, J. P. (1980*a*). *Cryst. Struct. Commun.* **9**, 243–246.
- BRASIC, G. & BIDEAU, J. P. (1980*b*). *Cryst. Struct. Commun.* **9**, 705–708.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- DALL'ACQUA, F. (1977). *Research in Photobiology*, édité par A. CASTELLANI, pp. 245–255. New York et Londres: Plenum.
- DALL'ACQUA, F., BENETOLLO, F. & BOMBIERI, G. (1981). *Cryst. Struct. Commun.* **10**, 505–509.
- DELETTRE, J., DELAITRE, M. E., VIGNY, P. & BISAGNI, E. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 1849–1851.
- DELETTRE, J., MORNON, J. P. & LEPICARD, G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1430–1435.
- DUBERTRET, L., AVERBECK, D., BISAGNI, E., MORON, J., MOUSTACCHI, E., BILLARDON, C., PAPADOPOULOU, D., NOCENTINI, D., VIGNY, P., BLAIS, J., BENSASSON, R., RONFART-HARET, J. C., LAND, E. J., ZAJDELA, F. & LатарJET, R. (1985). *Biochimie*, **67**, 417–422.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- MORON, J., NGUYEN, C. H. & BISAGNI, E. (1983). *J. Chem. Soc. Perkin. Trans.* **1**, pp. 225–229.
- QUEVAL, P. & BISAGNI, E. (1974). *Eur. J. Med. Chem.* **9**, 335–340.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 1853–1856

An Unexpected Product from the Oxidation of Uric Acid in Anhydrous Methanol

BY R. FAGGIANI AND C. J. L. LOCK

Laboratories for Inorganic Medicine, Institute for Materials Research, McMaster University, Hamilton, Ontario, Canada L8S 4M1

(Received 14 May 1986; accepted 13 July 1986)

Abstract. 5-Ureido-5-methoxybarbituric acid, $C_6H_8N_4O_5$, $M_r = 216.2$, orthorhombic, P_{can} , $a = 7.907(2)$, $b = 17.686(4)$, $c = 12.207(2)$ Å, $V =$

$1707(1)$ Å³, $Z = 8$, $D_x = 1.68$ Mg m⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu(Mo K\alpha) = 0.1592$ mm⁻¹, $F(000) = 896$, $T = 293$ K, $R = 0.0565$, 1092 unique reflections. The