

The authors thank SERC, the Department of Science and Technology, Government of India, for support. Their thanks are also due to the Chairman and Professor H. Manohar of the Department of Inorganic and Physical Chemistry for making their diffractometer available and to Mr I. I. Mathews for assistance in data collection. The help of Mr G. Sridhar Prasad in the preparation of the crystals is gratefully acknowledged.

References

- BHAT, T. N., SASISEKHARAN, V. & VIJAYAN, M. (1979). *Int. J. Pept. Protein Res.* **13**, 170–184.
- BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 891–895.
- CHIBA, A., UEKI, T., ASHIDA, T., SASADA, Y. & KAKUDO, M. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 863–870.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
- DERISSEN, J. L., ENDEMAN, H. J. & PEERDEMAN, A. F. (1968). *Acta Cryst.* **B34**, 1349–1354.
- HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
- IUPAC-IUB COMMISSION ON BIOCHEMICAL NOMENCLATURE (1970). *J. Mol. Biol.* **52**, 1–17.
- 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. of York, England, and Louvain, Belgium.
- RAO, S. T. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1718–1720.
- SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1981). *Int. J. Pept. Protein Res.* **18**, 348–351.
- SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1982a). *Acta Cryst.* **B38**, 287–289.
- SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1982b). *Acta Cryst.* **B38**, 1328–1330.
- SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1983). *Int. J. Pept. Protein Res.* **22**, 154–160.
- SALUNKE, D. M. & VIJAYAN, M. (1984). *Biochim. Biophys. Acta*, **798**, 175–179.
- SOMAN, J., SURESH, C. G. & VIJAYAN, M. (1988). *Int. J. Pept. Protein Res.* In the press.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- SUDHAKAR, V., BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 125–128.
- SUDHAKAR, V. & VIJAYAN, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 120–125.
- SURESH, C. G., RAMASWAMY, J. & VIJAYAN, M. (1986). *Acta Cryst.* **B42**, 473–478.
- SURESH, C. G. & VIJAYAN, M. (1983a). *Int. J. Pept. Protein Res.* **21**, 223–226.
- SURESH, C. G. & VIJAYAN, M. (1983b). *Int. J. Pept. Protein Res.* **22**, 129–143.
- SURESH, C. G. & VIJAYAN, M. (1983c). *Int. J. Pept. Protein Res.* **22**, 617–621.
- SURESH, C. G. & VIJAYAN, M. (1985). *Int. J. Pept. Protein Res.* **26**, 311–328, 329–336.
- VIJAYAN, M. (1980). *FEBS Lett.* **112**, 135–137.
- VIJAYAN, M. (1983). *Conformation in Biology*, edited by R. SRINIVASAN & R. H. SARMA, pp. 175–181. New York: Adenine Press.
- VIJAYAN, M. & SURESH, C. G. (1985). *Curr. Sci.* **54**, 771–780.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 1797–1800

TCNQ–Méthoxy-9 Ellipticine, Un Complexe par Transfert de Charge: Structure du Tétracyano-7,7,8,8 *p*-Quinodiméthane–Méthoxy-9 Diméthyl-5,11 6*H*-Pyrido[4,3-*b*]carbazole–Acétonitrile (1:1:1)

PAR B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale, UER de Médecine et Pharmacie, 34 rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Chimie Minérale Structurale, associé au CNRS UA 200 (Laboratoire de Physique), Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Paris V, 4 Avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France

ET J. C. DARAN

Laboratoire de Chimie des Métaux de Transition UA 419, Université Pierre et Marie Curie, 4 Place Jussieu, 75005 Paris, France

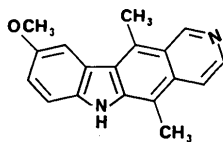
(Reçu le 30 novembre 1987, accepté le 5 avril 1988)

Abstract. [C₁₈H₁₆N₂O.C₁₂H₄N₄].C₂H₃N, *M_r* = 521.6, monoclinic, *P*2₁/*c*, *a* = 12.587 (2), *b* = 13.324 (2), *c* = 16.733 (2) Å, β = 105.18 (2)°, *V* = 2708.4 (7) Å³,

Z = 4, *D_x* = 1.28, *D_m* = 1.30 (2) Mg m⁻³, λ(Mo Kα) = 0.71069 Å, μ = 0.092 mm⁻¹, *F*(000) = 1088, room temperature, final *R* = 0.037, *wR* = 0.035 for 1816

independent reflections with $I > 2\sigma(I)$. The stacking sequence between electron acceptor and donor molecules alternates as follows: [TCNQ - 'ellipticine' - 'ellipticine' - TCNQ]_n. As expected from the bond lengths of the TCNQ molecule, the estimated charge transfer is about 0.10 electron.

Introduction. La molécule tricyclique de carbazole (faible donneur d'électrons) forme avec le tétracyano-7,7,8,8 *p*-quinodiméthane ou TCNQ (fortement accepteur), un complexe par transfert de charge décrit par Kobayashi (1973). L'adjonction d'un cycle pyrimidinique ou pyridinique au noyau carbazole conduit à de nouvelles molécules du type 'DPC' (ou dihydro-5,6 pyrimidino[5,4-*c*]carbazole) ou du type ellipticine (diméthyl-5,11 6*H*-pyrido[4,3-*b*]carbazole). Ces molécules à activité antitumorale sont également susceptibles de former des complexes par transfert de charge avec le TCNQ. La synthèse et la structure cristalline du complexe TCNQ avec le 'DPC' ont été décrites par Nguyen-Huy Dung, Viossat, Lancelot & Robba (1986). Un nouveau complexe par transfert de charge formé par le TCNQ avec la méthoxy-9 ellipticine (en abrégé 'ellipticine' dans la suite du mémoire) vient d'être synthétisé et sa structure fait l'objet du présent mémoire.



Partie expérimentale. Après dissolution de 2 mmol d'ellipticine dans 20 ml d'acétonitrile à chaud et de 1 mmol de TCNQ dans 10 ml d'acétonitrile à chaud, les solutions obtenues sont mélangées. Après quelques minutes d'agitation, la solution est refroidie et évaporée lentement sous azote à température ambiante. Les cristaux noirs de forme parallélépipédique sont recueillis. L'analyse élémentaire indique un rapport TCNQ/ellipticine = 1 et met en évidence l'existence d'une molécule d'acétonitrile solvate.

Mesure de la masse volumique par flottaison; dimensions du cristal 275 × 225 × 200 μm; dimensions de la maille déterminées sur monocristal à partir de 25 réflexions avec le rayonnement Mo *K*α (13,12 ≤ θ ≤ 15,84°); diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius, balayage θ-2θ d'amplitude $s = 1,50 + 0,345 \text{ tg } \theta$; 1,5 < θ < 23°; -13 ≤ *h* ≤ 13, 0 ≤ *k* ≤ 14, 0 ≤ *l* ≤ 18; pas de corrections d'absorption; réflexions choisies pour contrôler les intensités $\bar{8}04$, $5\bar{1}7$ et $\bar{8}14$; nombre de réflexions indépendantes mesurées: 3764; nombre de réflexions considérées comme observées [$I > 2\sigma(I)$]: 1816; résolution de la structure: méthodes directes à l'aide de *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) et

Tableau 1. Coordonnées atomiques

	x	y	z	<i>U</i> _{iso} (Å ²)
C(1)	0,5763 (3)	0,2913 (3)	0,3287 (2)	0,0483
N(2)	0,5353 (3)	0,2079 (2)	0,2905 (2)	0,0541
C(3)	0,4854 (3)	0,1432 (3)	0,3324 (2)	0,0567
C(4)	0,4768 (3)	0,1601 (3)	0,4101 (2)	0,0502
C(5)	0,5174 (3)	0,2671 (3)	0,5352 (2)	0,0394
N(6)	0,5782 (2)	0,3870 (2)	0,6507 (2)	0,0406
C(7)	0,6619 (3)	0,5369 (3)	0,7320 (2)	0,0484
C(8)	0,7145 (3)	0,6267 (3)	0,7278 (2)	0,0492
C(9)	0,7376 (3)	0,6571 (3)	0,6545 (2)	0,0471
C(10)	0,7093 (3)	0,5982 (3)	0,5839 (2)	0,0424
C(11)	0,6208 (3)	0,4088 (3)	0,4472 (2)	0,0377
C(12)	0,5744 (3)	0,3177 (3)	0,4104 (2)	0,0406
C(13)	0,5225 (3)	0,2481 (3)	0,4533 (2)	0,0395
C(14)	0,5672 (3)	0,3540 (3)	0,5704 (2)	0,0365
C(15)	0,6323 (3)	0,4782 (3)	0,6611 (2)	0,0392
C(16)	0,6573 (3)	0,5072 (2)	0,5869 (2)	0,0361
C(17)	0,6170 (3)	0,4263 (2)	0,5280 (2)	0,0346
C(18)	0,6734 (3)	0,4828 (3)	0,4026 (2)	0,0518
C(19)	0,4594 (3)	0,1987 (3)	0,5809 (2)	0,0570
O(20)	0,7885 (2)	0,7460 (2)	0,6465 (2)	0,0605
C(21)	0,8232 (4)	0,8083 (3)	0,7174 (3)	0,0703
C(31)	0,1358 (4)	0,2705 (4)	0,0359 (3)	0,0814
C(32)	0,0966 (6)	0,3545 (4)	-0,0199 (4)	0,1120
N(33)	0,1621 (4)	0,2018 (4)	0,0746 (3)	0,1182
C(51)	0,8194 (3)	0,2434 (3)	0,0986 (2)	0,0500
C(52)	0,8203 (3)	0,2176 (3)	0,1819 (3)	0,0540
C(53)	0,8665 (3)	0,1321 (3)	0,2167 (2)	0,0488
C(54)	0,9174 (3)	0,0635 (3)	0,1716 (2)	0,0447
C(55)	0,9148 (3)	0,0892 (3)	0,0878 (2)	0,0529
C(56)	0,8677 (3)	0,1744 (3)	0,0529 (2)	0,0548
C(57)	0,7740 (3)	0,3322 (3)	0,0638 (3)	0,0563
C(58)	0,9686 (3)	-0,0221 (3)	0,2074 (2)	0,0487
C(59)	1,0203 (4)	-0,0902 (3)	0,1640 (3)	0,0639
C(60)	0,9802 (3)	-0,0450 (3)	0,2926 (3)	0,0572
C(61)	0,7285 (4)	0,4018 (3)	0,1108 (3)	0,0729
C(62)	0,7772 (4)	0,3623 (3)	-0,0177 (3)	0,0690
N(63)	0,6949 (4)	0,4568 (3)	0,1502 (3)	0,1036
N(64)	0,7811 (4)	0,3887 (3)	-0,0815 (3)	0,0998
N(65)	1,0630 (4)	-0,1455 (3)	0,1309 (3)	0,0902
N(66)	0,9934 (3)	-0,0625 (3)	0,3610 (2)	0,0772

affinement basé sur les *F* à l'aide du programme *CRYSTALS* (Carruthers & Watkin, 1986). Les coordonnées des atomes d'azote, de carbone et d'oxygène et leurs facteurs d'agitation thermique, d'abord isotrope puis anisotrope affinés; les coordonnées des atomes d'hydrogène déterminées avec la série de Fourier des différences (*F*_o - *F*_c) ont été affinées ainsi que le facteur d'agitation thermique général *B* qui leur a été initialement affecté. *R* = 0,037, *wR* = 0,035 (*w* = 1); *S* = 2,2; valeur maximum du Δ/σ : 0,31; aucun résidu significatif sur la série de Fourier des différences; facteurs de diffusion utilisés de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) et corrigés de la dispersion; au cours de l'affinement, il a été tenu compte des corrections réelles de diffusion anormale pour C, N, O. Les dessins de la structure ont été effectués à l'aide du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Discussion. Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1;* les principales distances interatomiques et les angles de liaisons sont représentés dans le Tableau 2.

* 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 44925: 17 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 2. Distances interatomiques (Å) et angles (°)

Molécule d'ellipticine'		Molécule de TCNQ	
C(1)–N(2)	1,318 (5)	C(51)–C(52)	1,434 (6)
C(1)–C(12)	1,418 (5)	C(51)–C(56)	1,429 (6)
N(2)–C(3)	1,363 (6)	C(51)–C(57)	1,375 (5)
C(3)–C(4)	1,353 (6)	C(52)–C(53)	1,340 (5)
C(4)–C(13)	1,419 (5)	C(53)–C(54)	1,437 (6)
C(5)–C(13)	1,411 (5)	C(54)–C(55)	1,436 (6)
C(5)–C(14)	1,374 (5)	C(54)–C(58)	1,369 (5)
C(5)–C(19)	1,497 (6)	C(55)–C(56)	1,342 (6)
N(6)–C(14)	1,385 (4)	C(57)–C(61)	1,429 (7)
N(6)–C(15)	1,382 (4)	C(57)–C(62)	1,433 (7)
C(7)–C(8)	1,379 (6)	C(58)–C(59)	1,421 (6)
C(7)–C(15)	1,388 (5)	C(58)–C(60)	1,429 (6)
C(8)–C(9)	1,393 (6)	C(59)–N(65)	1,138 (7)
C(9)–C(10)	1,385 (5)	C(60)–N(66)	1,136 (6)
C(9)–O(20)	1,370 (5)	C(61)–N(63)	1,139 (8)
C(10)–C(16)	1,386 (5)	C(62)–N(64)	1,137 (7)
C(11)–C(12)	1,416 (5)		
C(11)–C(17)	1,386 (5)	Molécule d'acétonitrile	
C(11)–C(18)	1,491 (6)	C(31)–C(32)	1,458 (8)
C(12)–C(13)	1,431 (5)	C(31)–N(33)	1,120 (8)
C(14)–C(17)	1,434 (5)		
C(15)–C(16)	1,412 (5)		
C(16)–C(17)	1,459 (4)		
O(20)–C(21)	1,420 (5)		
Molécule d'ellipticine'		Molécule de TCNQ	
N(2)–C(1)–C(12)	125,0 (4)	C(1)–C(12)–C(13)	116,6 (3)
C(1)–N(2)–C(3)	117,3 (3)	C(11)–C(12)–C(13)	121,9 (3)
N(2)–C(3)–C(4)	123,6 (4)	C(4)–C(13)–C(5)	121,8 (3)
C(3)–C(4)–C(13)	120,2 (4)	C(4)–C(13)–C(12)	117,3 (3)
C(13)–C(5)–C(14)	115,8 (3)	C(5)–C(13)–C(12)	121,0 (3)
C(13)–C(5)–C(19)	122,7 (3)	C(5)–C(14)–N(6)	127,0 (3)
C(14)–C(5)–C(19)	121,5 (3)	C(5)–C(14)–C(17)	124,3 (3)
C(14)–N(6)–C(15)	108,8 (3)	N(6)–C(14)–C(17)	108,7 (3)
C(8)–C(7)–C(15)	118,0 (4)	N(6)–C(15)–C(7)	128,0 (3)
C(7)–C(8)–C(9)	120,7 (3)	N(6)–C(15)–C(16)	110,2 (3)
C(8)–C(9)–C(10)	121,4 (3)	C(7)–C(15)–C(16)	121,8 (3)
C(8)–C(9)–O(20)	123,2 (3)	C(10)–C(16)–C(15)	119,2 (3)
C(10)–C(9)–O(20)	115,3 (4)	C(10)–C(16)–C(17)	134,9 (3)
C(9)–C(10)–C(16)	118,9 (4)	C(15)–C(16)–C(17)	105,9 (3)
C(12)–C(11)–C(17)	116,9 (3)	C(11)–C(17)–C(14)	120,1 (3)
C(12)–C(11)–C(18)	122,4 (3)	C(11)–C(17)–C(16)	133,5 (3)
C(17)–C(11)–C(18)	120,7 (3)	C(14)–C(17)–C(16)	106,4 (3)
C(11)–C(12)–C(11)	121,5 (3)	C(9)–O(20)–C(21)	118,2 (3)
Molécule de TCNQ		Molécule de TCNQ	
C(52)–C(51)–C(56)	118,1 (3)	C(51)–C(57)–C(61)	120,5 (4)
C(52)–C(51)–C(57)	121,0 (4)	C(51)–C(57)–C(62)	122,1 (4)
C(56)–C(51)–C(57)	121,0 (4)	C(61)–C(57)–C(62)	117,2 (4)
C(51)–C(52)–C(53)	121,2 (4)	C(54)–C(58)–C(59)	122,4 (4)
C(52)–C(53)–C(54)	121,0 (4)	C(54)–C(58)–C(60)	121,8 (4)
C(53)–C(54)–C(55)	117,5 (3)	C(59)–C(58)–C(60)	115,6 (3)
C(53)–C(54)–C(58)	121,7 (4)	C(58)–C(59)–N(65)	178,6 (6)
C(55)–C(54)–C(58)	121,0 (4)	C(58)–C(60)–N(66)	177,4 (4)
C(54)–C(55)–C(56)	121,5 (4)	C(57)–C(61)–N(63)	177,9 (4)
C(51)–C(56)–C(55)	120,8 (4)	C(57)–C(62)–N(64)	178,0 (5)
Molécule d'acétonitrile		Molécule d'acétonitrile	
C(32)–C(31)–N(33)	175,2 (6)		

L'unité asymétrique comprend une molécule d'ellipticine' (atomes numérotés de 1 à 27), une molécule d'acétonitrile (de 31 à 33) et une molécule de TCNQ (de 51 à 66). La numérotation des atomes du complexe est indiquée sur la Fig. 1.

'Ellipticine'

Les conformations respectives des cycles pyridinique (*A*), benzénique (*B*), pyrrolique (*C*) et benzénique (*D*) ne diffèrent pas de façon significative de celles décrites dans le diméthyl-5,11 6*H*-pyrido[4,3-*b*]carbazole (Courseille, Busetta & Précigoux, 1981). L'écart maximum entre les distances homologues est inférieur à 0,032 Å [au niveau des atomes C(8) et C(9)]. Quant aux angles homologues, l'écart maximum est de 3,1°

[au niveau des atomes C(5), C(14) et C(6)]. Les quatre cycles sont pratiquement plans. La déviation maximale s'observe au niveau de l'atome C(14) qui s'écarte de 0,019(3) Å du plan moyen *P*₂ du cycle *B*. Les angles dièdres entre les plans de deux cycles consécutifs sont compris entre 1,32 et 2,35°. La présence du groupement méthoxy en position 9 ne modifie pas de façon significative la géométrie du tétrahétérocycle. Ce groupement méthoxy est situé sensiblement dans le plan moyen *P*₄ du noyau benzénique *D*.

TCNQ

Les distances et angles de liaisons sont tout à fait comparables à ceux observés dans le complexe du TCNQ avec le DPC (Nguyen-Huy Dung *et al.*, 1986). La conformation du noyau quinonique, bien que très proche de la planéité, s'apparente au type chaise dans le complexe TCNQ–DPC, tandis qu'il est du type bateau dans le complexe TCNQ–'ellipticine'. D'autre part, les atomes d'azote des quatre groupements CN terminaux sont situés du même côté et très nettement en dehors du plan moyen du cycle quinonique, avec une déviation comprise entre 0,115 et 0,318 Å. La raison de la courbure de ce noyau quinonique n'est pas évidente. Elle a déjà été signalée par Shaanan & Shmueli (1980) dans le complexes TCNQ–BQ (où BQ désigne la 7,8-benzoquinoline) avec une déviation maximale de 0,34 Å pour des atomes d'azote terminaux du groupement CN et une courbure du cycle quinonique s'apparentant au type bateau.

L'importance de la charge portée par le TCNQ a été évaluée par la méthode de Kistenmacher, Emge, Bloch & Cowan (1982) à partir du rapport $c/(b+d)$ des longueurs de liaison caractéristiques du TCNQ. Par comparaison avec les valeurs calculées dans le TCNQ libre (Long, Sparks & Trueblood, 1965) et dans le complexe DPC–TCNQ, le transfert de charge dans le complexe étudié est voisin de 0,10 électron. Dans le complexe carbazole–TCNQ, ce transfert vaut 0,05 électron (Kobayashi, 1973). La vue stéréoscopique (Fig. 2) montre que le complexe à transfert de charge est formé de couches doubles de molécules d'ellipticine'

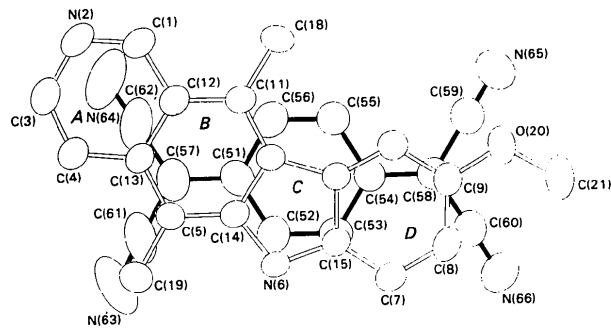


Fig. 1. Recouvrement des molécules de méthoxy-9 ellipticine' et de TCNQ avec numérotation des atomes.

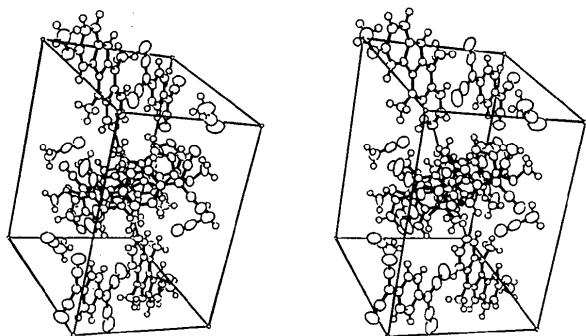


Fig. 2. Vue stéréoscopique de l'empilement moléculaire avec représentation des liaisons hydrogène.

prises en sandwich entre deux molécules de TCNQ suivant la séquence d'empilement de type alterné [TCNQ – 'ellipticine' – 'ellipticine' – TCNQ]_n.

Le recouvrement entre les molécules d'ellipticine' homologues par le centre de symétrie est assez faible, la distance entre plans moyens correspondants est de 3,503 Å. En revanche, le recouvrement entre les molécules de TCNQ et d'ellipticine' est plus important, essentiellement au niveau du noyau carbazole; la distance entre les plans moyens y est plus courte et vaut 3,237 Å. Cette dernière valeur, relativement faible, laisse supposer une interaction de transfert de charge non négligeable, par comparaison avec la valeur de 3,34 Å entre les plans moyens homologues calculée par Kobayashi (1973) dans le complexe carbazole–TCNQ. Les couches doubles TCNQ–'ellipticine', homologues par le plan de glissement *c*, sont approximativement parallèles au plan (120) et (120). Elles sont liées entre elles, au niveau des molécules d'ellipticine' par la liaison hydrogène N(6)–H(6)⋯N(2') [2,833 (4) Å et 168 (3)°; code de symétrie: (i) $x, \frac{1}{2}-y, \frac{1}{2}+z$]. La cohésion cristalline est en outre assurée par

des liaisons intermoléculaires mettant en jeu non seulement les molécules de TCNQ et d'ellipticine', mais encore la molécule d'acétonitrile solvate, dont la plus courte distance C(32)–O(20^{iv}) vaut 3,206 (8) Å [code de symétrie: (iv) $1-x, -\frac{1}{2}+y, \frac{1}{2}-z$].

En conclusion, l'adjonction du cycle pyridinique au noyau carbazole conduit, lors de la complexation avec le TCNQ à un transfert de charge plus important que dans le cas de l'adjonction du cycle pyrimidinique. Cependant, ce transfert reste très limité par suite de la disposition alternée des molécules de donneur et d'accepteur d'électrons.

Nous exprimons nos remerciements à la Société SANOFI qui a mis gracieusement à notre disposition la méthoxy-9 ellipticine.

Références

- CARRUTHERS, B. & WATKIN, D. W. J. (1986). *CRYSTALS*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. Oxford, Angleterre.
- COURSEILLE, C., Busetta, B. & PRÉCIGOUX, G. (1981). *Acta Cryst.* B37, 1760–1762.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- KISTENMACHER, T. J., EMGE, T. J., BLOCH, A. N. O. & COWAN, D. O. (1982). *Acta Cryst.* B38, 1193–1199.
- KOBAYASHI, H. (1973). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 46, 2675–2683.
- LONG, R. E., SPARKS, R. A. & TRUEBLOOD, K. N. (1965). *Acta Cryst.* 18, 932–939.
- 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. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- NGUYEN-HUY DUNG, VIOSSAT, B., LANCELLOT, J. C. & ROBBA, M. (1986). *Acta Cryst.* C42, 843–847.
- SHANANAN, B. & SHMUELI, U. (1980). *Acta Cryst.* B36, 2076–2082.

Acta Cryst. (1988). C44, 1800–1803

Structure of 3,3,5'-Tribromo-2,2'-bithiophene

BY GLORIA J. PYRKA AND QUINTUS FERNANDO*

Department of Chemistry, University of Arizona, Tucson, Arizona 85721, USA

AND MICHIKO B. INOUE AND MOTOMICHI INOUE

CIPM, Universidad de Sonora, AP130, Hermosillo, Sonora, Mexico

(Received 7 December 1987; accepted 25 April 1988)

Abstract. C₈H₃Br₃S₂, *M_r* = 402.99, monoclinic, *P*2₁, *a* = 3.995 (1), *b* = 12.254 (2), *c* = 10.951 (1) Å, β =

97.47°, *V* = 531.5 (1) Å³, *Z* = 2, *D_x* = 2.519 Mg m⁻³, λ(Mo *K*α) = 0.71073 Å, μ = 11.60 mm⁻¹, *F*(000) = 376, *T* = 296 K, *R* = 0.031 for 960 independent reflections. The dihedral angle between the two rings is

* To whom correspondence should be addressed.