

(C48–C50). This group was refined in two orientations with the same occupancy. H atoms of the calixarene have been included as riding atoms at calculated positions. The phenolic H atoms were found from a difference Fourier synthesis and were refined with isotropic thermal parameters. Ethanol H atoms and H atoms of the disordered *tert*-butyl group were not included.

The number of parameters refined was 1029 {scale factor, isotropic extinction factor [final value  $1.1 (9) \times 10^{-6}$ ], positional and anisotropic thermal parameters for the non-H atoms, positions and isotropic thermal parameters for the phenolic H atoms}. The structure was solved with *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) and refined by full-matrix least squares. Weights for each reflection in the refinement (on  $F$ ) were  $w = 4F_o^2/\sigma(F_o^2)$ ,  $\sigma(F_o^2) = \sigma^2(I) + (pF_o^2)^2$ ; the value of the instability factor  $p$  was determined as 0.03. Refinement converged at  $R = 0.080$ ,  $wR = 0.090$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.3$ ,  $S = 2.9$ . Maximum and minimum heights in the final difference map were 0.92 (near one of the ethanol molecules) and  $-0.70 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ , respectively. All calculations were performed with *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1983). Atomic scattering factors were taken from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Vol. IV). Atomic parameters are given in Table 1.\*

\* Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom parameters and bond lengths and angles involving H atoms have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 55094 (77 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: AB0181]

Bond distances and angles are given in Table 2. The atom numbering is shown in Fig. 1, which displays the two independent calixarene molecules present in the crystal. Both calixarene molecules have the cone conformation (Gutsche, 1989). This conformation is stabilized by almost linear hydrogen bonds from the phenolic H atoms to the O atoms of the ethoxy groups.

**Related literature.** Several crystal structures of different calixarenes have been reported. A recent review has been given by Andreotti & Ugozzoli (1990). To the best of our knowledge the title compound of this paper represents the first solid-state complex of a calix[4]arene with ethanol.

#### References

- ANDREOTTI, G. D. & UGOZZOLI, F. (1990). *Solid State Studies on Calixarenes*. In *Calixarenes, a Versatile Class of Macrocyclic Compounds*, edited by J. VICENS & V. BÖHMER. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers.
- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1983). *Structure Determination Package*. College Station, Texas, and Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
- DAM, J., HARKEMA, S. & FEIL, D. (1983). *Acta Cryst.* **B39**, 760–768.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- GHIDINI, E., UGOZZOLI, F., UNGARO, R., HARKEMA, S., ABU EL-FADL, A. & REINHOUDT, D. N. (1990). *J. Am. Chem. Soc.* **112**, 6979–6985.
- GUITSCH, C. D. (1989). *Calixarenes, Monographs in Supramolecular Chemistry*, Vol. 1, edited by J. F. STODDART. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 1851–1853

## Structure du 8-Chloro-11-(4-méthylpipérazin-1-yl)dibenzo[*b,f*]-1,4-thiazépine

PAR L. DUPONT ET O. DIDEBERG

*Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège, Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique*

ET J. F. LIÉGEAIS ET J. DELARGE

*Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, rue Fusch, 3–5, B-4000 Liège, Belgique*

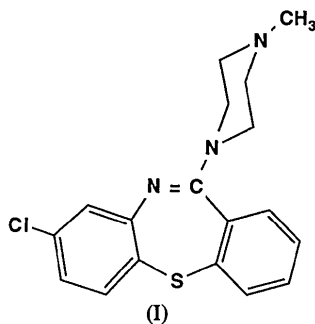
(Reçu le 21 novembre 1991, accepté le 21 janvier 1992)

**Abstract.** 8-Chloro-11-(4-methylpiperazin-1-yl)dibenzo[*b,f*][1,4]thiazepine,  $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$ ,  $M_r = 343.9$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 9.521 (3)$ ,  $b = 13.007 (4)$ ,  $c =$

$14.116 (6) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 100.77 (1)^\circ$ ,  $V = 1717.4 (1) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.330 \text{ g cm}^{-3}$ , m.p. = 439–440 K,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 29.82 \text{ cm}^{-1}$ ,  $F(000) = 720$ ,  $T =$

293 (1) K,  $R = 0.035$  for 1740 observed reflections. The thiazepine is in a boat conformation. The dihedral angle between the two aromatic rings is  $105.3(1)^\circ$  and the distances between the *N*-methyl atom and the centres of these rings are  $5.977(4)$  and  $7.749(4)$  Å. There are no hydrogen bonds.

**Partie expérimentale.** Cristal du composé (I) incolore  $0,25 \times 0,30 \times 0,27$  mm obtenu par cristallisation dans un mélange méthanol (50% en volume)-acétone. Paramètres de la maille déterminés à partir



de 36 réflexions telles que  $29,9 \leq \theta \leq 39,5^\circ$ . Diffractomètre Siemens. Balayage  $\omega$ ,  $6,4 \leq 2\theta \leq 115,0^\circ$ ,  $-10 \leq h \leq 10$ ,  $0 \leq k \leq 14$ ,  $0 \leq l \leq 15$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $3777 \leq F_o(400) \leq 3869$  et  $2004 \leq F_o(040) \leq 2071$ . 2582 réflexions mesurées, 2339 réflexions uniques ( $R_{\text{int}} = 0,03$ ). Corrections de Lorentz, de polarisation, de décroissance et d'absorption (par méthode semi-empirique). Facteurs de transmission minimum et maximum: 0,48 et 0,56. Structure déterminée par méthodes directes avec *SHELXS86* (Sheldrick, 1986). Affinement des paramètres de position et des facteurs de température anisotrope des atomes C, N, Cl et S, basé sur les *F* (matrice entière) avec *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de *SHELX*. Les H placés

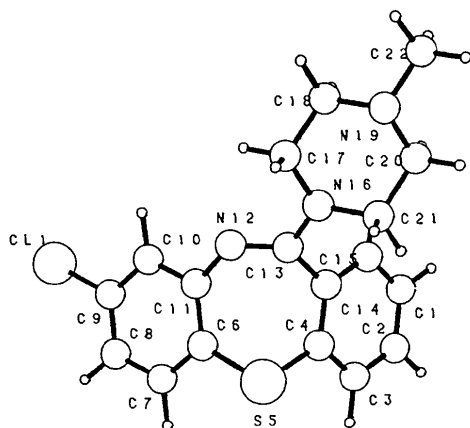


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives* ( $\times 10^4$ ) *et facteurs de température équivalents avec les écarts-type*

$$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
C1	2733 (3)	5263 (2)	6902 (2)	3.9 (1)
C2	3191 (3)	6115 (2)	7451 (2)	4.2 (1)
C3	2980 (3)	7082 (2)	7056 (2)	3.8 (1)
C4	2314 (3)	7207 (2)	6097 (2)	2.9 (1)
S5	1989 (1)	8454 (1)	5592 (1)	3.5 (1)
C6	90 (3)	8377 (2)	5394 (2)	2.9 (1)
C7	-659 (3)	9082 (2)	5846 (2)	3.6 (1)
C8	-2128 (3)	9063 (2)	5716 (2)	3.8 (1)
C9	-2843 (3)	8308 (2)	5131 (2)	3.4 (1)
C10	-2134 (3)	7607 (2)	4660 (2)	3.0 (1)
C11	-641 (3)	7620 (2)	4781 (2)	2.6 (1)
N12	-13 (2)	6958 (2)	4203 (1)	2.8 (1)
C13	1143 (3)	6445 (2)	4505 (2)	2.6 (1)
C14	1883 (3)	6349 (2)	5530 (2)	2.7 (1)
C15	2076 (3)	5370 (2)	5942 (2)	3.3 (1)
N16	1650 (2)	5812 (2)	3867 (1)	3.1 (1)
C17	836 (3)	5659 (2)	2890 (2)	3.4 (1)
C18	1022 (3)	4558 (2)	2592 (2)	3.5 (1)
N19	2521 (3)	4304 (2)	2651 (2)	3.3 (1)
C20	3299 (3)	4449 (2)	3632 (2)	3.6 (1)
C21	3157 (3)	5551 (2)	3952 (2)	3.4 (1)
C22	2691 (4)	3248 (3)	2327 (3)	5.2 (1)
C11	-4696 (1)	8239 (1)	4989 (1)	5.5 (1)

Tableau 2. *Distances* (Å) *et angles des liaisons* ( $^\circ$ ) *avec les écarts-type*

C2—C1	1,375 (4)	C11—C10	1,400 (3)
C15—C1	1,390 (4)	N12—C11	1,396 (3)
C3—C2	1,376 (4)	C13—N12	1,290 (3)
C4—C3	1,393 (4)	C14—C13	1,492 (3)
S5—C4	1,774 (3)	N16—C13	1,372 (3)
C14—C4	1,390 (3)	C15—C14	1,397 (4)
C6—S5	1,780 (3)	C17—N16	1,464 (3)
C7—C6	1,388 (4)	C21—N16	1,458 (3)
C11—C6	1,406 (4)	C18—C17	1,512 (4)
C8—C7	1,376 (4)	N19—C18	1,452 (4)
C9—C8	1,379 (4)	C20—N19	1,455 (3)
C10—C9	1,378 (4)	C22—N19	1,466 (4)
C11—C9	1,740 (3)	C21—C20	1,515 (4)
C15—C1—C2	120,4 (3)	C13—N12—C11	124,0 (2)
C3—C2—C1	120,1 (2)	C14—C13—N12	125,6 (2)
C4—C3—C2	120,4 (2)	N16—C13—N12	118,5 (2)
S5—C4—C3	120,7 (2)	N16—C13—C14	115,2 (2)
C14—C4—C3	119,8 (2)	C13—C14—C4	121,7 (2)
C14—C4—S5	119,5 (2)	C15—C14—C4	119,4 (2)
C6—S5—C4	96,2 (1)	C15—C14—C13	118,8 (2)
C7—C6—S5	119,0 (2)	C14—C15—C1	119,8 (2)
C11—C6—S5	120,5 (2)	C17—N16—C13	120,7 (2)
C11—C6—C7	120,5 (2)	C21—N16—C13	123,2 (2)
C8—C7—C6	121,6 (3)	C21—N16—C17	112,6 (2)
C9—C8—C7	118,0 (2)	C18—C17—N16	108,8 (2)
C10—C9—C8	121,9 (3)	N19—C18—C17	111,3 (2)
C11—C9—C8	118,9 (2)	C20—N19—C18	110,2 (2)
C11—C9—C10	119,2 (2)	C22—N19—C18	111,1 (2)
C11—C10—C9	120,7 (2)	C22—N19—C20	110,7 (2)
C10—C11—C6	117,3 (2)	C21—C20—N19	110,4 (2)
N12—C11—C6	125,1 (2)	C20—C21—N16	109,7 (2)
N12—C11—C10	117,2 (2)		

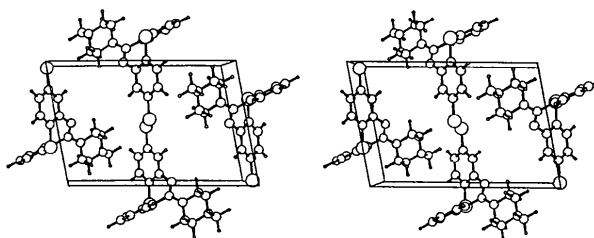


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure suivant  $0y$ .

suyant une géométrie standard. Facteur de température  $B$  global affiné pour les H = 4,7 (2) Å<sup>2</sup>, excepté les H du méthyl où  $B$  global = 7,6 (5) Å<sup>2</sup>. Facteur  $R$  final = 0,035 pour 1740 réflexions observées [ $I > 2,5\sigma(I)$ ].  $wR = 0,041$  où  $w = 1/[\sigma^2(F) + 0,0034F^2]$ .  $\Delta/\sigma$  des paramètres finals  $\leq 0,05$ . Limites des  $\Delta\rho$  dans la carte de Fourier-différence finale:  $-0,30$  et  $0,13$  e Å<sup>-3</sup>. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.\* La liste des distances et des angles des liaisons se trouve dans le Tableau 2. La Fig. 1 montre une vue en perspective de la molécule avec la numérotation atomique. La Fig. 2 représente la structure cristalline.

\* Les listes des facteurs de structure calculés et observés, les facteurs d'agitation thermique anisotrope, les coordonnées des atomes H et des paramètres des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55076: 10 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: PA0271]

**Littérature associée.** La structure du composé (I) a été réalisée dans le cadre de notre étude sur les récepteurs à dopamine. Voir par exemple la structure de la clothiapine (Sbit, Dupont, Dideberg, Liégeois & Delarge, 1987). Des analogues hétérocycliques originaux sont en voie d'expérimentation.

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour l'assistance technique, le FNRS pour le crédit alloué au programme de recherche dont ce travail constitue une partie ainsi que la firme SANDOZ - Bâle (Suisse) qui a fourni l'échantillon.

#### Références

- SBIT, M., DUPONT, L., DIDEBERG, O., LIÉGEOIS, J.-F. & DELARGE, J. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 720-722.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.  
 SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Programme pour la résolution des structures cristallines. Univ. de Göttingen, Allemagne.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 1853-1855

## Structure of Xindongnin B

BY JIN-LING WANG,\* LI-JUAN ZHANG AND FANG-MING MIAO

*Chemistry Department of Tianjin Normal University, Tianjin, People's Republic of China*

HAN-DONG SUN

*Laboratory of Phytochemistry, KunMing Institute of Botany, Academia Sinica, KunMing, YunNan, People's Republic of China*

AND YUN-HUAI GONG

*Southwest Forestry College, KunMing, YunNan, People's Republic of China*

(Received 11 September 1991; accepted 11 November 1991)

**Abstract.** *ent-3 $\beta$ ,7 $\beta$ ,11 $\beta$ -Trihydroxy-15-oxokaur-16-en-6 $\alpha$ -yl acetate*, C<sub>22</sub>H<sub>32</sub>O<sub>6</sub>,  $M_r = 392.50$ , orthorhombic,  $P2_12_12_1$ ,  $a = 6.739$  (5),  $b = 16.963$  (6),  $c = 17.094$  (6) Å,  $V = 1954.0$  (3) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.334$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5410$  Å,  $\mu = 7.431$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 848$ , room temperature, final  $R = 0.039$  for 1055 observed reflections. The structure is composed of discrete molecules held together by hydrogen bonding. Each molecule contains three cyclohexane rings (*A*, *B*, *C*) in chair conformations, with the rings connected *trans* to each other. One five-membered ring is bridged by two C atoms to

form an  $\alpha$ -methylenecyclopentanone ring (*D*) with two unsaturated side groups. The five-membered ring has an envelope configuration with a C atom at the flap. This arrangement plays a key role in the anti-neoplastic activity of the compound.

**Experimental.** Single crystals suitable for X-ray work were crystallized from ethanol solution. A transparent crystal (0.2 × 0.3 × 0.3 mm) was used for X-ray measurements on an Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer using graphite-monochromated Cu  $K\alpha$  radiation. Cell dimensions were obtained from least-squares refinement of 25 reflections in the interval  $15.7 < \theta < 29.7^\circ$ . The intensities of 1944 reflections

\* To whom correspondence should be addressed.