

Table 3. Rigid-body analysis of the thermal motion of the di-*para*-anthracene moleculeT (Å²) and L (deg²) relative to **a**, **b** and **c**

$$T = \begin{pmatrix} 0.0379 (7) & -0.0077 (6) & -0.0023 (7) \\ & 0.0500 (6) & -0.0044 (6) \\ & & 0.0381 (8) \end{pmatrix}$$

$$L = \begin{pmatrix} 3.9 (3) & 0.0001 (1) & -0.0009 (1) \\ & 3.9 (6) & 0.0001 (1) \\ & & 7.4 (3) \end{pmatrix}$$

Principal axes of libration

	R.m.s. amplitude (°)	Direction cosines		
L_1	3.02	0.499	-0.035	-0.866
L_2	1.97	-0.170	-0.984	-0.058
L_3	1.45	-0.849	0.176	-0.497

between H atoms [*i.e.* H(3)⋯H(6) = 2.43 (3), H(1)⋯H(6) = 2.41 (3), and H(1)⋯H(7) = 2.49 (3) Å] and also between H and C atoms [*i.e.* C(7)⋯H(3) = 2.87 (3) and C(4)⋯H(9) = 2.91 (2) Å]. All the C⋯C intermolecular distances are longer than 3.7 Å.

The rigid-body motions of the di-*para*-anthracene molecule were determined from the thermal-ellipsoid data of all the C atoms by the method of Schomaker & Trueblood (1968). The results are given in Table 3. The librations are considerably anisotropic, with the largest principal axis lying almost on the C(9), C(10), C(9'), C(10') plane. These librational motions give rise to increases in the C—C bond lengths in the range of 0.0016 [for C(9)—C(10)] to 0.0028 Å [for C(9)—C(13)], which are not greater than one standard deviation of the measured bond length.

References

- EHRENBERG, M. (1966). *Acta Cryst.* **20**, 177–182.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 63–76.
 STEWART, J. M. (1976). XRAY 76 system. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 ZACHARIASEN, W. H. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 212–216.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 2493–2495

Structure de la Phénoxy-3 Thiolanone-2

PAR MARIE-CLAIRE BRIANSO

Laboratoire de Minéralogie—Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16,
4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

ET JACQUELINE GALSOMIAS, JEAN-PIERRE LERE-PORTE ET JEAN PETRISSANS

Laboratoire de Chimie Générale, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, place Eugène Bataillon,
34060 Montpellier, France

(Reçu le 10 octobre 1979, accepté le 27 mai 1980)

Abstract. C₁₀H₁₀O₂S, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 11.572 (3)$, $b = 10.353 (3)$, $c = 8.260 (2)$ Å, $\gamma = 108.50 (20)^\circ$, $Z = 4$. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement converged at $R = 0.096$ and $R_w = 0.064$ for all the 1514 observed reflexions. The five-membered thiolanone ring exhibits a structure very close to an envelope conformation. The C(2) substituent is located in an equatorial position.

Introduction. L'interprétation des données spectroscopiques relatives aux dérivés de la γ -thio-butylolactone (Lere-Porte, Galsomias & Petrisans, 1980) nous a conduit à déterminer la structure de la phénoxy-3 thiolanone-2 par diffraction des rayons X.

A notre connaissance, il existe peu d'études structurales consacrées au cycle thiolanone. Les déterminations effectuées antérieurement (Shefter, 1968; Freer & Kraut, 1965) ont permis néanmoins de montrer que la thiolphtalide est une molécule plane tandis que le chlorhydrate d'homocystéine présente une conformation de type enveloppe, le groupe NH₃⁺ occupant une position équatoriale. Les mesures d'intensité ont été effectuées au diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Cu K α . 1514 réflexions ont été mesurées. Les positions des atomes de C, O, S ont été déterminées à l'aide du programme *MULTAN 77* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977), celles des atomes H par série différence. Deux atomes H appartenant au cycle lactonique et au noyau

Tableau 1. Positions atomiques ($\times 10^4$) et facteurs de température des atomes lourds

	x	y	z	B_{eq} (\AA^2)
S	2534 (2)	2351 (2)	9124 (3)	4,7
O(2)	4138 (4)	-54 (4)	7129 (6)	4,5
O(1)	1731 (5)	114 (5)	7360 (8)	3,1
C(5)	3838 (5)	-1459 (5)	7194 (8)	3,4
C(2)	3793 (5)	642 (6)	8414 (8)	3,7
C(9)	2724 (6)	-3682 (6)	8102 (10)	4,7
C(6)	4511 (5)	-2002 (6)	6188 (8)	4,0
C(7)	4272 (6)	-3400 (7)	6146 (9)	4,8
C(10)	2927 (6)	-2278 (6)	8172 (9)	4,1
C(1)	2525 (6)	808 (6)	8086 (9)	4,8
C(4)	4143 (6)	2855 (7)	9716 (10)	5,0
C(8)	3367 (6)	-4268 (7)	7123 (9)	4,5
C(3)	4710 (6)	2067 (6)	8575 (10)	4,6

benzénique n'ont pu être localisés et les affinements se sont poursuivis avec huit atomes H sur dix. Le Tableau 1 donne les paramètres atomiques* affinés par méthode de moindres carrés avec matrice complète jusque $R = 0,096$ ($R_w = 0,064$) à l'aide du programme *AFFINE* (Bally, Delettré & Mornon, 1973).

Discussion. D'une façon générale les longueurs et angles de liaison du cycle thiolactonique (Fig. 1) sont comparables à ceux du chlorhydrate d'homocystéine (Freer & Kraut, 1965). On observe cependant: un raccourcissement de la liaison $C(1)=O(1)$, un pincement appréciable de l'angle $S-C(1)-C(2)$ et une différenciation entre les deux liaisons $C-S$ moins marquée que pour la thiolphthalide (Shefter, 1968) et le chlorhydrate d'homocystéine.

En ce qui concerne le substituant C_6H_5O , il apparaît que les longueurs de liaison $C-C$ et $C(5)-O(2)$ et

* Listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes et des coordonnées des atomes d'hydrogène non affinés ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35386: 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.

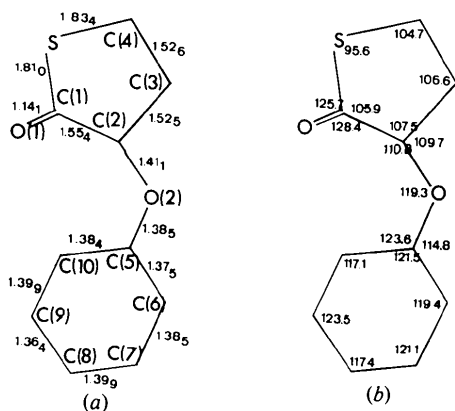


Fig. 1. (a) Longueurs de liaison (\AA), $\sigma = 0,008 \text{\AA}$. (b) Angles de valence ($^\circ$), $\sigma = 0,9^\circ$.

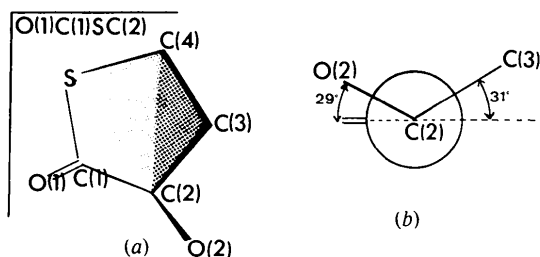


Fig. 2. (a) Représentation du plissement du cycle lactonique. (b) Représentation de Newman suivant la liaison $C(2)-C(1)$.

l'angle $C(5)-O(2)-C(2)$ ont des valeurs voisines de celles que l'on prévoit pour ce type de motif (Goodwin, Przybylska & Robertson, 1950; DeLacy & Kennard, 1972; Smith, Kennard & White, 1976). De même, la liaison $C(5)-O(2)$ est plus courte que la liaison $C(2)-O(2)$ particularité structurale que l'on a attribuée à une délocalisation électronique (DeLacy & Kennard, 1972). L'examen de la Fig. 2 permet de constater que le cycle lactonique présente une conformation voisine d'une forme enveloppe. Les atomes O(1), C(1), S et C(2) sont coplanaires tandis que les atomes C(4) et C(3) sont respectivement situés à des distances de +0,20 et de +0,75 \AA du plan défini par O(1), C(1), S et C(2). Il est intéressant de noter que dans le cas du chlorhydrate d'homocystéine l'atome C(4) se trouve dans le plan O(1), C(1), C(2), S tandis que l'atome C(3) est à distance de 0,7 \AA . L'angle de plissement du cycle lactonique (angle défini par le plan moyen O(1), S, C(1), C(2), C(4) et le plan C(2), C(3), C(4) est de 44° , valeur voisine de celle déterminée pour le chlorhydrate d'homocystéine (42°). D'une façon générale, il semble donc que le plissement d'un cycle thiolactonique soit plus prononcé que celui d'une lactone oxygénée (38°) (Jeffrey, Rosenstein & Vlasse, 1967).

Conformément au résultat obtenu pour le chlorhydrate d'homocystéine, on constate que le substituant est en position équatoriale, l'angle de torsion $O(2)-C(2)-C(1)=O(1)$ est de 29° [cf. Fig. 2(b)].

Pour de nombreux composés comportant le motif $C-O-\phi$, la liaison $C-O$ se trouve pratiquement dans le plan du noyau benzénique (Goodwin, Przybylska & Robertson, 1950; DeLacy & Kennard, 1972; Smith, Kennard & White, 1976). Dans le cas présent, on peut penser que la proximité des atomes O(1) et H(C10) ($d = 2,6 \text{\AA}$) qui se trouvent en contact de van der Waals est à l'origine de la rotation du noyau benzénique qui fait un angle de 20° avec le plan $C(2)-O(2)-C(5)$.

Références

- BALLY, R., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1973). *AFFINE*. Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Univ. de Paris VI.
- DELACY, T. P. & KENNARD, C. H. (1972). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 2141-2147.

- FREER, S. T. & KRAUT, J. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 992–1002.
- GOODWIN, H., PRZYBYLSKA, M. & ROBERTSON, J. M. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 279–284.
- JEFFREY, G. A., ROSENSTEIN, R. D. & VLASSE, M. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 725–732.
- LERE-PORTE, J. P., GALSOMIAS, G. & PETRISSANS, J. (1980). En préparation.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
- SHEFTER, E. (1968). *J. Pharm. Sci.* **57**, 175–177.
- SMITH, G., KENNARD, H. L. & WHITE, A. (1976). *Aust. J. Chem.* **29**, 743–747.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 2495–2497

1,1,1-Triphenylethane

BY RICCARDO DESTRO, TULLIO PILATI AND MASSIMO SIMONETTA

Istituto di Chimica Fisica e Centro CNR, Università, Via Golgi 19, 20133 Milano, Italy

(Received 25 January 1980; accepted 20 June 1980)

Abstract. $C_{20}H_{18}$, $M_r = 258.4$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 7.208$ (1), $b = 16.734$ (1), $c = 12.622$ (1) Å, $\beta = 98.17$ (1)°, $Z = 4$, $D_m = 1.134$ (floatation), $D_x = 1.138$ Mg m⁻³, $\mu(Cu K\alpha) = 0.49$ mm⁻¹, $F(000) = 552$. Counter data collected with Cu $K\alpha$ radiation ($\lambda = 1.5418$ Å) were used to derive the structure by direct methods. Full-matrix least-squares refinement based on 2389 reflexions with $I > 2\sigma(I)_{c.s.}$ led to $R = 0.043$ and $R_w = 0.054$. The molecule shows the expected propeller-like conformation, with slight but significant deformations from ideal tetrahedral and trigonal geometry.

Introduction. The present work is part of a systematic investigation of the effects of overcrowding on the conformation of substituted ethanes; the molecular geometry of pentaphenylethane has been previously reported (Destro, Pilati & Simonetta, 1978). A sample of 1,1,1-triphenylethane, in the form of colourless crystals, was kindly supplied by Professor G. Olah. Cell dimensions were obtained by a least-squares fit to the $\sin^2 \theta$ values of 59 reflexions measured on a diffractometer. The space group $P2_1/n$ was indicated by the absences $h0l$ with $h + l$ odd and $0k0$ with k odd. The density was measured by floatation in a dilute K_2HgI_4 solution. For the data collection a crystal of dimensions $0.40 \times 0.25 \times 0.20$ mm was mounted on a computer-controlled four-circle diffractometer using graphite-monochromatized Cu $K\alpha$ radiation and a variable $\theta-2\theta$ scan technique. The background was counted for half the total scanning time at each end of the scan range. Two standard reflexions were checked after every 48 intensity measurements; they showed no appreciable trend. In the range of measurements ($2\theta_{max}$

Table 1. Atomic coordinates ($\times 10^4$; for H $\times 10^3$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
C(1)	2404 (2)	8049 (1)	8289 (1)
C(2)	916 (3)	7831 (2)	7319 (1)
C(3)	3588 (2)	8743 (1)	7947 (1)
C(4)	3874 (2)	9449 (1)	8518 (1)
C(5)	4981 (3)	10055 (1)	8202 (2)
C(6)	5827 (3)	9968 (1)	7310 (2)
C(7)	5584 (3)	9275 (1)	6728 (2)
C(8)	4464 (3)	8665 (1)	7038 (1)
C(9)	3668 (2)	7326 (1)	8618 (1)
C(10)	5567 (3)	7406 (1)	8963 (1)
C(11)	6668 (4)	6754 (2)	9306 (1)
C(12)	5899 (6)	6011 (2)	9307 (2)
C(13)	4017 (7)	5916 (1)	8968 (2)
C(14)	2905 (4)	6563 (1)	8625 (2)
C(15)	1405 (2)	8299 (1)	9235 (1)
C(16)	2050 (3)	8079 (1)	10280 (1)
C(17)	1169 (3)	8338 (1)	11122 (1)
C(18)	-377 (3)	8814 (1)	10945 (2)
C(19)	-1043 (3)	9037 (1)	9922 (2)
C(20)	-168 (2)	8786 (1)	9077 (1)
H(2A)	1 (3)	744 (1)	753 (2)
H(2B)	23 (3)	835 (1)	696 (2)
H(2C)	152 (3)	757 (1)	678 (2)
H(4)	332 (2)	953 (1)	918 (1)
H(5)	520 (3)	1055 (1)	867 (2)
H(6)	671 (3)	1037 (1)	708 (2)
H(7)	611 (3)	917 (1)	608 (2)
H(8)	431 (3)	815 (1)	661 (1)
H(10)	611 (3)	793 (1)	899 (1)
H(11)	801 (3)	686 (1)	954 (2)
H(12)	668 (3)	557 (1)	953 (2)
H(13)	341 (3)	539 (2)	894 (2)
H(14)	156 (3)	650 (1)	841 (2)
H(16)	315 (2)	772 (1)	1043 (1)
H(17)	162 (3)	817 (1)	1180 (2)
H(18)	-106 (3)	902 (1)	1148 (2)
H(19)	-212 (3)	940 (1)	979 (2)
H(20)	-63 (3)	897 (1)	835 (2)