

Table 3. *Least-squares-planes calculations*

Distances of atoms from the planes are given in Å. Atoms not contributing to the plane are marked with an asterisk.

Plane 1: S(1)0.04 (1); O(3)−0.04 (1); S(11)0.04 (1); S(12)−0.04 (1); Mo(1)*0.69 (1)
 Plane 2: S(1)−0.10 (1); O(3)0.11 (1); S(21)−0.11 (1); S(22)0.10 (1); Mo(2)*0.69 (1)
 Plane 3: Mo(1), S(11), S(12), 0.00; P(1)*0.46 (1)
 Plane 4: Mo(2), S(21), S(22), 0.00; P(2)*0.21 (1)
 Plane 5: Mo(1), S(1), O(3)
 Plane 6: Mo(2), S(1), O(3)
 Plane 7: S(11), S(12), P(1)
 Plane 8: S(21), S(22), P(2)

Angles between planes (°) (mean e.s.d. 0.1°): 3/4 67.9; 3/5 51.0; 3/6 17.8; 3/7 21.4; 3/8 58.0; 4/5 18.5; 4/6 50.2; 4/7 47.4; 4/8 9.9; 5/6 33.2; 5/7 29.8; 5/8 10.4; 6/7 4.6; 6/8 40.4; 7/8 37.8

angle between the two MoOS moieties is 148.0°, compared to 146.8° in (I).

The structure of (I) may also be compared with the di- μ -sulphido analogue (II) (Atovmyan, Tkachev & Shchepinov, 1978). The Mo—S_{br} distance in (I) is slightly longer (2.351 *vs* 2.305 Å) and the metal–metal distance is shorter (2.690 *vs* 2.819 Å). Consequently, the Mo—S_{br}—Mo angle is more acute in (I) than in (II) [69.8 (1) *vs* 75.5°]. The Mo—O_{br} distance is 1.989 (10) Å and the Mo—O_{br}—Mo angle is 85.1 (4)°. The different dimensions involving Mo—O and Mo—S are probably due to the size difference between O and S rather than any change in the nature of the bonding. It is surprising therefore that the fold angles in the bridge are similar [146.8 (I), 144.8° (II)].

The remaining dimensions in the dimer are as expected and are equivalent to those in (II). The metal atoms are bonded to a terminal O [1.654 (8), 1.632 (8) Å] and to two S atoms from the bidentate

ligand [2.472 (3) to 2.505 (3) Å]. If we ignore Mo...Mo bonding, each Mo atom is five-coordinate square pyramidal with the terminal O atoms in axial positions. The Mo atoms are displaced 0.69, 0.69 Å out of the plane of the four equatorial atoms (3S, O) towards the terminal O atoms.

The MoS₂P four-membered rings are also puckered with the dihedral angles between the MoS₂ and S₂P planes 21.4 and 9.9°. Similar angles were found in (II), namely 21.9 and 9.0°, and we conclude, therefore, that the difference is due to packing effects. The other dimensions in the molecule are as expected. Details of least-squares planes are given in Table 3.

There are no intermolecular distances in the unit cell less than the sum of the van der Waals radii.

We thank A. W. Johans for his assistance with the crystallographic investigations. ARR thanks the SRC for support.

References

- ATOVMYAN, L. O., TKACHEV, V. V. & SHCHEPINOV, S. A. (1978). *Koord. Khim.* **4**, 610–618.
 BLACK, A. L., DUNSTER, R. W. & SANDERS, J. V. (1969). *Wear*, **13**, 119–125.
 DIRAND-COLIN, J., RICARD, L. & WEISS, R. (1976). *Inorg. Chim. Acta*, **18**, L21–L22.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
 SPIVAK, B. & DORI, Z. (1975). *Coord. Chem. Rev.* **17**, 99–162.

Acta Cryst. (1981). **B37**, 1760–1762

Triméthyl-5,6,11 Pyrido[4,3-*b*]carbazole (Méthyl-6 Ellipticine)

PAR C. COURSEILLE, B. Busetta et G. Precigoux

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, Université de Bordeaux I, 33405 Talence, France

(Reçu le 21 avril 1980, accepté le 9 mars 1981)

Abstract. C₁₈H₁₆N₂, monoclinic, *P*2₁/*c*, *Z* = 4, *a* = 10.054 (6), *b* = 17.747 (8), *c* = 7.516 (5) Å, β = 93.40 (7)°; *R* = 0.07 for 2099 independent reflections. The ellipticine skeleton is almost planar and stacks along the *c* axis.

Introduction. La méthyl-6 ellipticine (Fig. 1) possède une activité antitumorale sur la leucémie expérimentale L 1210 (Le Pecq, Dat Xuong, Gosse & Paoletti, 1974).

Ce composé se fixe sur l'ADN par intercalation entre les paires de base et son étude cristallographique entre dans le cadre plus général d'une étude de diverses ellipticines qui pourrait préciser le modèle d'intercalation de cette série de molécules.

Ce composé a été synthétisé par l'équipe du Dr N. Dat Xuong à l'Institut de Chimie des substances naturelles du CNRS de Gif-sur-Yvette. Les cristaux utilisables pour l'analyse radiocristallographique, ont

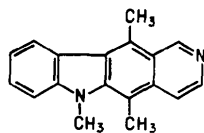


Fig. 1. Formule développée de la méthyl-6 ellipticine.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteur d'agitation thermique équivalent

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
C(1)	0,6673 (3)	0,2469 (2)	0,0184 (5)	7,4 (2)
N(2)	0,7381 (3)	0,3082 (2)	-0,0072 (5)	8,8 (2)
C(3)	0,6783 (4)	0,3745 (2)	0,0212 (6)	8,9 (2)
C(4)	0,5518 (4)	0,3832 (2)	0,0676 (5)	7,1 (2)
C(5)	0,3387 (3)	0,3254 (2)	0,1432 (4)	5,5 (2)
N(6)	0,1432 (2)	0,2435 (2)	0,2160 (4)	5,5 (2)
C(7)	0,0030 (4)	0,1293 (2)	0,2614 (5)	6,8 (2)
C(8)	0,0053 (4)	0,0522 (2)	0,2532 (6)	8,1 (2)
C(9)	0,1148 (4)	0,0131 (2)	0,2086 (6)	9,0 (2)
C(10)	0,2312 (4)	0,0500 (2)	0,1709 (5)	7,6 (2)
C(11)	0,4645 (3)	0,1801 (2)	0,0959 (4)	5,4 (2)
C(12)	0,5338 (3)	0,2484 (2)	0,0713 (4)	5,2 (2)
C(13)	0,4709 (3)	0,3188 (2)	0,0943 (4)	4,7 (2)
C(14)	0,2739 (3)	0,2577 (2)	0,1677 (4)	4,9 (2)
C(15)	0,3365 (3)	0,1851 (2)	0,1432 (4)	4,6 (2)
C(16)	0,2354 (3)	0,1279 (2)	0,1776 (4)	5,6 (2)
C(17)	0,1208 (3)	0,1663 (2)	0,2213 (4)	4,9 (2)
C(18)	0,2748 (4)	0,4013 (2)	0,1618 (5)	7,4 (2)
C(19)	0,5280 (4)	0,1029 (2)	0,0721 (5)	7,1 (2)
C(26)	0,0411 (3)	0,2997 (2)	0,2577 (5)	7,3 (2)

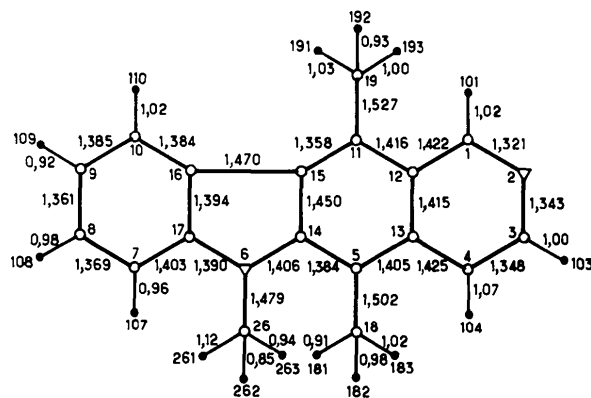
été obtenus par lente évaporation d'une solution dans le méthanol. 2099 réflexions indépendantes ont été mesurées sur un diffractomètre automatique Siemens avec la radiation $K\alpha$ du cuivre. Les dimensions du cristal utilisé pour les mesures sont $0,2 \times 0,1 \times 0,5$ mm; aucune correction d'absorption n'a été faite.

La structure a été déterminée par analyse de la fonction de Patterson et par des sections de Fourier successives. Les atomes d'hydrogène ont été localisés sur des séries de Fourier différences et incorporés dans l'affinement qui a été réalisé par une méthode de moindres carrés avec l'approximation du block diagonal.

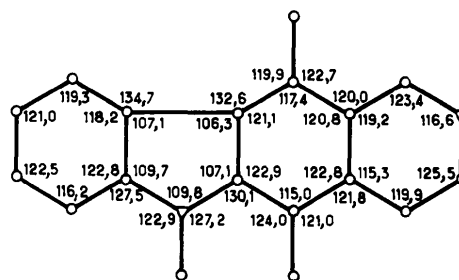
Les atomes de carbone et d'azote ont été affectés d'un tenseur d'agitation thermique et les atomes d'hydrogène d'un facteur d'agitation thermique moyen égal à celui de l'atome qui lui est lié.

Les facteurs de diffusion utilisés sont ceux donnés dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) pour les atomes de carbone et d'azote et ceux de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les atomes d'hydrogène.

L'affinement conduit à un facteur de reliabilité final de 0,07 en utilisant un schéma de pondération déterminé à partir des erreurs statistiques de comptage [$w = 1/\sigma^2(F_o)$].



(a)



(b)

 Fig. 2. (a) Distances (Å) ($\bar{\sigma}_{C-C, C-N} = 0,007$ Å, $\bar{\sigma}_{C-H, N-H} = 0,03$ Å) et (b) angles (°) ($\bar{\sigma} = 0,7^\circ$).

Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1.*

Discussion. Les distances et les angles de valence sont représentés sur la Fig. 2.

La plupart des longueurs de liaison observées ne sont pas significativement différentes de celles trouvées dans la molécule d'ellipticine (Courseille, Busetta & Hospital, 1974), seules les liaisons C(12)–C(13), C(8)–C(9), C(14)–N(6) et C(17)–N(6) présentent de légères différences (écart maximum de 0,03 Å). Au niveau des angles de valence on peut noter deux faibles écarts sur les angles C(14)–C(15)–C(18) et C(1)–C(12)–C(13) des molécules d'ellipticine et de méthyl-6 ellipticine (écart maximum de 3°).

L'ensemble des quatre cycles est pratiquement plan; les groupes méthyle en position 5 et 11 s'écartent du plan moyen [$\delta C(18) = -0,08$, $\delta C(19) = 0,06$ Å] alors que celui en position 6 reste pratiquement dans ce plan [$\delta C(26) = 0,01$ Å]. Le plus grand écart du groupe méthyle C(18) peut s'expliquer par la gêne stérique des

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36032: 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.

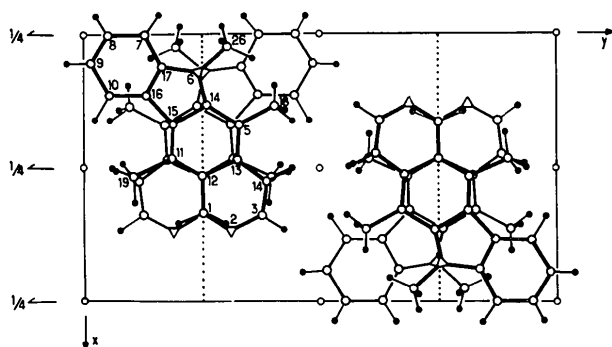


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe *c*.

deux groupements méthyles adjacents en position 5 et 6.

L'organisation de la structure est représentée sur la Fig. 3.

L'élément de base de cet édifice cristallin est l'existence de piles infinies dans la direction *c*. Il faut noter que ces piles sont formées par la superposition de

molécules homologues par le plan de glissement: les plans moyens des molécules font entre eux un angle de 2° . La surface de recouvrement entre les noyaux ellipticine est importante et la distance moyenne interplanaire est alternativement de 3,50 et 3,55 Å le long d'une pile (Fig. 3).

La cohésion entre les piles est réalisée par de faibles contacts de van der Waals: $C(8)(x,y,z) \cdots C(9)(-x,-y,-z) = 3,79(1)$; $C(9)(x,y,z) \cdots C(9)(-x,-y-z) = 3,81(1)$; $C(7)(x,y,z) \cdots N(2)(-1+x, \frac{1}{2}-y, \frac{1}{2}+z) = 3,45(1)$ Å.

Références

- COURSEILLE, C., Busetta, B. & Hospital, M. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2628–2631.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, pp. 202–207. Birmingham: Kynoch Press.
 LE PECQ, J. B., DAT XUONG, N., GOSSE, C. & PAOLETTI, C. (1974). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, 71(12), 5078–5082.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.

Acta Cryst. (1981). B37, 1762–1764

anti-8-*tert*-Butoxy-*exo*-3,3-diphenyl-2-(*p*-toluenesulfonamidomethyl)-tricyclo[3.2.1.0^{2,4}]octane

By S. F. PAVKOVIC AND P. G. SANTANGELO

Department of Chemistry, Loyola University of Chicago, Chicago, Illinois 60626, USA

(Received 31 October 1980; accepted 9 March 1981)

Abstract. $C_{32}H_{37}NO_3S$, $M_r = 515.2$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 14.8226(6)$, $b = 10.7633(4)$, $c = 18.5221(8)$ Å, $\beta = 99.71(1)^\circ$, $V = 2912.7(3)$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.176$, $D_m = 1.17(1)$ Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and converged to a conventional R of 0.074 for the 335 parameters varied and 3391 reflections used in the refinement. With respect to the tricyclooctane portion of the molecule the *tert*-butoxy group at bridgehead position 8 is *anti* to the phenyl group at position 3, and the contact distance between a bridgehead C and the nearest phenyl carbon C(20) capable of participating in a long-range aryl migration is 2.916(6) Å.

Introduction. The title compound is a member of a series being investigated in a kinetics study of solvolysis reactions involving long-range aryl migration accompanied by electrocyclic ring openings (Wilt, Malloy, Mookerjee & Sullivan, 1974). The compound was prepared by treatment of the corresponding amine with *p*-toluenesulfonyl chloride in aqueous dimethylform-

amide, and large crystals were obtained upon cooling a hexane/chloroform solution of the solid (courtesy of Dr V. A. Curtis). The structure determination was undertaken to identify molecular parameters which could influence the mechanism of reaction in the long-range aryl-migration process.

A fragment of approximate dimensions 0.37 × 0.33 × 0.26 mm was cut from a larger crystal and mounted nearly parallel to the *b* axis. The crystal has systematic absences ($0k0$, k odd; $h0l$, l odd) characteristic of space group $P2_1/c$. ω scans of several intense reflections taken with a small take-off angle and an open detector displayed band widths at half-height of less than 0.1° . Cell constants were determined by a least-squares fit of 12 reflections ($68 < |2\theta| < 76^\circ$) measured at 21° with Cu $K\alpha$ radiation [$\lambda(\text{Cu } K\alpha_1) = 1.54050$, $\lambda(\text{Cu } K\alpha_2) = 1.54433$ Å]. The density was estimated from neutral buoyancy in a chlorobenzene/1,2-dichlorobenzene mixture.

Intensities were measured with a Picker FACS-I automated diffractometer and Ni-filtered Cu radiation