

The rather rigid molecular packing is shown in Fig. 3: each molecule is surrounded by twelve first-nearest neighbours, with Se—Se intermolecular contact distances ranging from 3.6 to 4.1 Å; some distances shorter than the sum of the van der Waals radii (Pauling, 1960) are indicated on the figure.

References

- CARAZZOLO, G. & MAMMI, M. (1967). *Makromol. Chem.* **100**, 28–40.
- FRANK, G. W. & DEGEN, P. J. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1815–1822.
- HENDRICKSON, J. B. (1967). *J. Am. Chem. Soc.* **89**, 7036–7043.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Vol. III, 2nd ed., pp. 201–209, 213–216. Birmingham: Kynoch Press.
- KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, **12**, 521–523.
- MAMMI, M., CARAZZOLO, G., VALLE, G. & DEL PRA, A. (1968). *Z. Kristallogr.* **127**, 401–414.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, 3rd ed., p. 260. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- RUSSO, M., MORTILLARO, L., CREDALI, L. & DE CHECCHI, C. (1966). *J. Polym. Sci.* 248–251.
- STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1970). The XRAY 70 system. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- VALLE, G., Busetti, V. & MAMMI, M. (1973). *Cryst. Struct. Commun.* **2**, 167–168.
- VALLE, G., PIAZZESI, A. & DEL PRA, A. (1972). *Cryst. Struct. Commun.* **1**, 289–292.
- VALLE, G., ZANOTTI, G. & DEL PRA, A. (1975). *Cryst. Struct. Commun.* **4**, 349–350.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 2636–2638

Acide Ethacrynique

PAR J. LAMOTTE, H. CAMPSTEYN, L. DUPONT ET M. VERMEIRE

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

(Reçu le 4 février 1978, accepté le 28 mars 1978)

Abstract. $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 13.244$ (3), $b = 15.162$ (3), $c = 7.434$ (2) Å, $\alpha = 105.86$, $\beta = 98.81$, $\gamma = 92.92^\circ$, $V = 1412$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.42$ g cm⁻³, $\mu(Cu K\alpha) = 42$ cm⁻¹, m.p. 215 °C. The structure was solved by direct methods and refined by least-squares calculations to a final $R = 0.06$ for 2483 observed reflexions. The asymmetric unit contains two independent molecules.

Introduction. Dans le cadre de nos recherches sur les diurétiques, nous avons déterminé la structure cristalline du principal représentant des acides carboxyliques diurétiques: l'acide éthacrynique (nomenclature commerciale: Edecrin®) (Fig. 1).

3534 réflexions uniques ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre à quatre cercles Hilger & Watts à la longueur d'onde $K\alpha$ du cuivre. Parmi celles-ci, 2543 ont été considérées comme observées [$I > 2\sigma(I)$]. La structure a été résolue en utilisant le programme *MULTAN* (Declercq, Germain, Main & Woolfson, 1973) et affinée par moindres carrés dans l'approximation des blocs diagonaux (Ahmed, Hall, Pippy & Saunderson, 1967) avec des facteurs de température

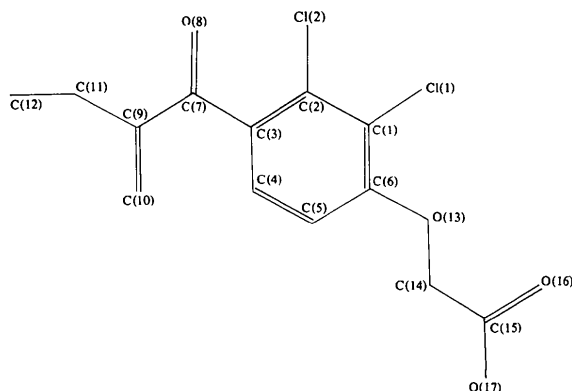


Fig. 1. Acide éthacrynique.

anisotropes pour tous les atomes non-hydrogène. Les coordonnées des hydrogènes correspondent à des valeurs calculées, maintenues fixes sauf celles de H(1) et H(2) que l'on a laissé varier dans les deux derniers cycles d'affinement.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$, sauf pour les atomes d'hydrogène: $\times 10^3$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
Cl(1)	951 (1)	5784 (1)	5558 (2)
Cl(2)	3133 (1)	6631 (1)	7734 (2)
C(1)	1710 (4)	6443 (4)	4646 (7)
C(2)	2675 (4)	6807 (4)	5556 (7)
C(3)	3287 (4)	7341 (4)	4824 (8)
C(4)	2886 (4)	7485 (4)	3094 (9)
C(5)	1923 (4)	7117 (4)	2156 (8)
C(6)	1318 (4)	6585 (4)	2890 (8)
C(7)	4386 (4)	7668 (4)	5724 (8)
O(8)	5002 (3)	7118 (3)	5843 (7)
C(9)	4730 (5)	8667 (5)	6437 (10)
C(10)	4044 (6)	9249 (5)	6709 (14)
C(11)	5859 (6)	8913 (6)	6883 (12)
C(12)	6246 (8)	9883 (8)	7636 (15)
O(13)	353 (3)	6187 (3)	2077 (5)
C(14)	-77 (4)	6349 (4)	349 (8)
C(15)	-1143 (4)	5900 (4)	-281 (8)
O(16)	-1478 (3)	5313 (3)	459 (6)
O(17)	-1663 (3)	6133 (4)	-1615 (6)
Cl(51)	-5467 (1)	2265 (1)	-794 (3)
Cl(52)	-7594 (1)	1099 (1)	-2141 (4)
C(51)	-6472 (4)	2637 (4)	-2063 (8)
C(52)	-7405 (4)	2130 (4)	-2684 (8)
C(53)	-8199 (4)	2410 (4)	-3813 (8)
C(54)	-8008 (4)	3223 (4)	-4265 (9)
C(55)	-7078 (4)	3750 (4)	-3609 (8)
C(56)	-6294 (4)	3458 (4)	-2526 (8)
C(57)	-9230 (5)	1864 (4)	-4494 (10)
O(58)	-9723 (4)	1690 (4)	-3371 (7)
C(59)	-9646 (5)	1552 (5)	-6543 (11)
C(60)	-9068 (7)	1597 (6)	-7833 (11)
C(61)	-10753 (7)	1150 (7)	-7031 (14)
C(62)	-11308 (8)	1070 (9)	-8858 (20)
O(63)	-5343 (3)	3908 (3)	-1846 (5)
C(64)	-5066 (4)	4630 (4)	-2628 (8)
C(65)	-3942 (4)	4899 (4)	-2002 (8)
O(66)	-3566 (3)	5420 (3)	-2840 (6)
O(67)	-3438 (3)	4634 (3)	-720 (5)
H(1)	-245 (5)	500 (5)	-20 (10)
H(2)	-266 (5)	581 (5)	-223 (10)

Tableau 2. *Distances interatomiques* (Å)

	Molécule A	Molécule B
Cl(1)—C(1)	1,716 (6)	1,721 (6)
Cl(2)—C(2)	1,736 (6)	1,734 (6)
C(1)—C(2)	1,362 (8)	1,366 (8)
C(1)—C(6)	1,406 (8)	1,397 (8)
C(2)—C(3)	1,384 (8)	1,399 (8)
C(3)—C(4)	1,393 (8)	1,385 (9)
C(3)—C(7)	1,503 (8)	1,500 (9)
C(4)—C(5)	1,366 (8)	1,377 (9)
C(5)—C(6)	1,379 (8)	1,382 (8)
C(6)—O(13)	1,359 (6)	1,355 (7)
C(7)—O(8)	1,206 (8)	1,209 (8)
C(7)—C(9)	1,48 (1)	1,47 (1)
C(9)—C(10)	1,30 (1)	1,33 (1)
C(9)—C(11)	1,49 (1)	1,51 (1)
C(11)—C(12)	1,46 (1)	1,41 (2)
O(13)—C(14)	1,414 (7)	1,431 (7)
C(14)—C(15)	1,484 (8)	1,491 (8)
C(15)—O(16)	1,263 (7)	1,258 (7)
C(15)—O(17)	1,261 (7)	1,247 (7)

Les coordonnées atomiques finales sont mentionnées dans le Tableau 1. L'indice *R* final* vaut 0,06 pour 2483 réflexions observées.

Discussion. L'unité asymétrique renferme deux molécules *A* et *B* indépendantes dont les distances interatomiques et les angles de valence ne diffèrent pas de façon significative. Les paramètres géométriques restent proches des valeurs attendues (Tableaux 2 et 3).

Les angles de torsion prennent des valeurs fort voisines dans les deux molécules, confirmant

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées calculées des atomes d'hydrogène, et la Fig. 3 ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 33495: 21 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 3. *Angles de valence* (°)

	Molécule A	Molécule B
Cl(1)—C(1)—C(2)	121,8 (4)	121,6 (5)
Cl(1)—C(1)—C(6)	118,1 (4)	118,0 (4)
Cl(2)—C(2)—C(1)	119,1 (4)	119,3 (4)
Cl(2)—C(2)—C(3)	119,0 (4)	119,4 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	117,5 (5)	117,6 (5)
C(2)—C(3)—C(7)	121,9 (5)	121,8 (5)
C(4)—C(3)—C(7)	120,2 (5)	120,5 (5)
C(3)—C(4)—C(5)	121,3 (6)	121,6 (6)
C(4)—C(5)—C(6)	120,9 (6)	120,2 (6)
C(1)—C(6)—C(5)	118,3 (5)	119,0 (5)
C(1)—C(6)—O(13)	116,0 (5)	115,8 (5)
C(5)—C(6)—O(13)	125,7 (5)	125,2 (5)
C(3)—C(7)—O(8)	120,2 (6)	120,4 (6)
C(3)—C(7)—C(9)	120,5 (5)	119,5 (6)
O(8)—C(7)—C(9)	119,3 (6)	120,1 (6)
C(7)—C(9)—C(10)	118,8 (7)	121,7 (7)
C(7)—C(9)—C(11)	115,8 (6)	114,5 (6)
C(10)—C(9)—C(11)	125,3 (7)	123,7 (8)
C(9)—C(11)—C(12)	118,5 (8)	118,8 (9)
C(6)—O(13)—C(14)	117,2 (4)	116,8 (4)
O(13)—C(14)—C(15)	109,8 (5)	108,1 (4)
C(14)—C(15)—O(16)	121,2 (5)	114,5 (5)
C(14)—C(15)—O(17)	115,1 (5)	121,4 (5)
O(16)—C(15)—O(17)	123,6 (5)	124,1 (5)

Tableau 4. *Distances intermoléculaires* <3,25 Å

Code de symétrie	(a)	(b)	(c)	(d)
(a)	$-x, 1-y, 1-z$		(c)	$-1-x, 1-y, -z$
(b)	$-x, 1-y, -z$		(d)	x, y, z
	Cl(1)—Cl(1)	(a)	3,217 Å	
	O(8)—C(56)	(b)	3,169	
	O(8)—O(63)	(b)	3,068	
	O(8)—C(64)	(b)	3,061	
	O(13)—O(16)	(b)	3,131	
	C(14)—O(58)	(c)	3,250	
	O(63)—C(65)	(c)	3,245	
	O(63)—O(67)	(c)	3,184	
	O(16)—H(1)···O(67)	(d)	2,665	
	O(66)—H(2)···O(17)	(d)	2,614	

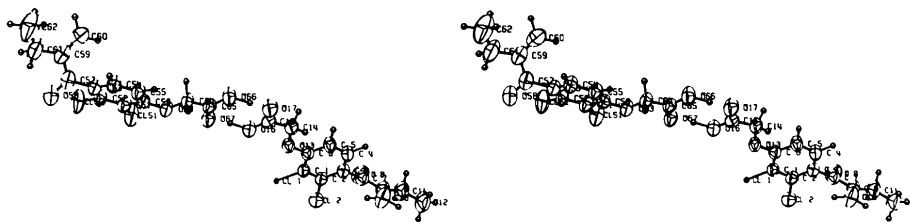


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la conformation.

l'hypothèse d'une même conformation, représentée dans la Fig. 2.

Le cycle benzène de la molécule *A* forme un plan contenant O(13) et Cl(1) dans la limite des déviations standard, et Cl(2) et C(7) à 0,1 Å près. Les atomes C(7), O(13), Cl(1) et Cl(2) de la molécule *B* sont distants de moins de 0,1 Å du plan du cycle benzène de cette molécule.

Le Tableau 4 rassemble les distances intermoléculaires inférieures à 3,25 Å. On remarquera le contact Cl(1)—Cl(1) de 3,217 Å et les liaisons hydrogène courtes entre les deux molécules de l'unité asymétrique, formant des angles O(16)—H—O(17) de 173°. La Fig. 3* montre une vue stéréoscopique de

* La Fig. 3 a été déposée. Voir la note précédente.

l'empilement des molécules dans la maille. L'angle entre les plans C(15)—O(16)—O(17) des molécules *A* et *B* est de 6°.

Les auteurs remercient MM les Professeurs J. Toussaint et C. L. Lapière pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & SAUNDERSON, C. P. (1967). NRC Crystallographic Programs for the IBM 360 System. National Research Council, Ottawa, Canada.
DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1973). *Acta Cryst.* **A29**, 231–234.

Acta Cryst. (1978). **B34**, 2638–2640

Dimethyl 6',7'-Dimethyl-3'-oxospiro[oxirane-2,4'-tricyclo[3.3.0.0^{2,8}]oct[6]ene]-1',8'-dicarboxylate

BY OVE LINDGREN

Department of Inorganic Chemistry, Chalmers University of Technology and the University of Gothenburg, PO Box, S-402 20 Göteborg, Sweden

(Received 17 February 1978; accepted 29 March 1978)

Abstract. C₁₅H₁₆O₆, *M_r* = 292.3, monoclinic *P*2₁/*a*, *Z* = 4, *a* = 14.714 (6), *b* = 6.133 (2), *c* = 17.462 (7) Å, β = 112.5 (1)°. The structure was refined to an *R* of 0.036 for 1307 observed reflexions. The structure proposed from other evidence is confirmed. There are no unusually short intermolecular distances.

Introduction. The colourless, compact prismatic crystals were supplied by Dr H.-D. Becker (Department of Organic Chemistry, University of Gothenburg). A specimen 0.4 × 0.6 × 0.4 mm was mounted on a Syntex *P*2₁ diffractometer. A θ–2θ time-variable scan technique was used, 2θ_{max} being 100°, with a scan

speed varying between 3.0 and 30.0° min⁻¹. Graphite-monochromatized Cu Kα radiation (λ = 1.5418 Å) was used to measure 1476 reflexions, 1307 of which were retained when an observed–unobserved cut-off at 4.0σ(*I*) [σ(*I*) from counting statistics] was employed. The systematic absences, 0*k*0, *k* = 2*n* + 1 and *h*0*l*, *h* = 2*n* + 1, uniquely determine the space group as *P*2₁/*a*. No absorption correction was made.

The structure was solved with *MULTAN* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1974) from 200 *E* values, 1600 Σ₂ relations and 16 sets of phases, and refined with anisotropic temperature factors for the non-hydrogen atoms. The final *R* value was 0.036 for