

Table 2. Bond distances (Å) and angles (°)

Th—O(1)	2.404 (5)	C(6)—C(7)	1.528 (14)
Th—O(2)	2.398 (6)	C(7)—C(8)	1.398 (13)
Th—O(3)	2.405 (6)	C(8)—C(9)	1.381 (14)
Th—O(4)	2.366 (6)	C(9)—C(10)	1.517 (16)
Th—O(5)	2.417 (6)	C(11)—C(12)	1.524 (16)
Th—O(6)	2.430 (6)	C(12)—C(13)	1.376 (15)
Th—O(7)	2.410 (6)	C(13)—C(14)	1.433 (15)
Th—O(8)	2.388 (6)	C(14)—C(15)	1.533 (17)
O(1)—C(2)	1.300 (11)	C(16)—C(17)	1.525 (14)
O(2)—C(4)	1.260 (10)	C(17)—C(18)	1.388 (13)
O(3)—C(7)	1.255 (11)	C(18)—C(19)	1.392 (15)
O(4)—C(9)	1.277 (11)	C(19)—C(20)	1.529 (14)
O(5)—C(12)	1.260 (10)		
O(6)—C(14)	1.254 (11)		
O(7)—C(17)	1.273 (11)	C(21)—C(22)	1.390 (24)
O(8)—C(19)	1.269 (11)	C(21)—C(23)	1.401 (26)
C(1)—C(2)	1.508 (14)	C(22)—C(23)	1.324 (23)
C(2)—C(3)	1.399 (15)	C(21)—O(1)	3.695 (18)
C(3)—C(4)	1.378 (13)	C(22)—C(6)	3.923 (20)
C(4)—C(5)	1.517 (15)	C(23)—C(1)	3.935 (24)
O(1)—O(2)—O(7)	88.2 (2)	O(1)—C(2)—C(3)	124.2 (8)
O(2)—O(1)—O(8)	91.8 (2)	C(2)—C(3)—C(4)	123.8 (9)
O(1)—O(8)—O(7)	88.4 (2)	C(3)—C(4)—O(2)	124.8 (8)
O(2)—O(7)—O(8)	91.3 (2)	O(3)—C(7)—C(8)	124.0 (9)
O(3)—O(4)—O(6)	91.4 (2)	C(7)—C(8)—C(9)	124.0 (9)
O(4)—O(3)—O(5)	89.0 (2)	C(8)—C(9)—O(4)	124.0 (9)
O(3)—O(5)—O(6)	90.2 (2)	O(5)—C(12)—C(13)	125.2 (9)
O(4)—O(6)—O(5)	89.4 (2)	C(12)—C(13)—C(14)	123.0 (8)
O(1)—Th—O(2)	69.4 (2)	C(13)—C(14)—O(6)	123.8 (9)
O(3)—Th—O(4)	69.4 (2)	O(7)—C(17)—C(18)	124.7 (9)
O(5)—Th—O(6)	68.8 (2)	C(17)—C(18)—C(19)	123.8 (9)
O(7)—Th—O(8)	69.6 (2)	C(18)—C(19)—O(8)	124.4 (8)

approximately 16°. This uncommon feature might be due to the presence of the benzene molecules in the

crystal. The distances between the benzene C atoms and the rigid C—CH—C parts of the AA ligands show that the C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> molecule is somewhat closer to ligands 1 and 2 although none of these intramolecular distances is <3.7 Å.

I thank Dr Bert Allard for advice and encouragement and Dr Ove Lindgren for his interest and for valuable discussions. This work has been supported by the Swedish Natural Science Research Council (NFR Contract No. 2318).

#### References

- ALLARD, B. (1972). *Acta Chem. Scand.* **26**, 3492–3504.  
 ALLARD, B. (1976). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **30**, 381–385.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 CRUICKSHANK, D. W. J. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, edited by J. S. ROLLETT, p. 114. Oxford: Pergamon Press.  
 DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390–397.  
 HOARD, J. L. & SILVERTON, J. V. (1963). *Inorg. Chem.* **2**, 235–243.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 LINDGREN, O. (1977). *BLOCK*, a crystallographic least-squares refinement program. Reports from the Department of Inorganic Chemistry, Göteborg 1977: 1.  
 SOLING, H. (1975). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **29**, 523–527.  
 SOLING, H. (1976). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **30**, 163–170.

*Acta Cryst.* (1978). **B34**, 3772–3775

## Structure du [1-6-η-(Benzoate de méthyle)]dicarbonylsélénocarbonylchrome\*

PAR JEAN-YVES SAILLARD ET DANIEL GRANDJEAN

Laboratoire de Cristallographie, LA au CNRS n° 254 UER 'SPM', Avenue du Maréchal Leclerc, 35042 Rennes CEDEX, France

(Reçu le 19 juin 1978, accepté le 26 septembre 1978)

**Abstract.** Cr(C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)(CO)<sub>2</sub>(CSe), C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>CrO<sub>4</sub>Se, triclinic, *P*1̄, *a* = 7.259 (3), *b* = 10.519 (7), *c* = 8.536 (5) Å, α = 89.50 (6), β = 96.00 (4), γ = 105.10 (6)°, *Z* = 2, *d*<sub>x</sub> = 1.78 Mg m<sup>-3</sup>. The structure was solved by the direct method. Full-matrix least-squares refinement converged at *R* = 0.111 and *R*'' = 0.108 for 2135 independent reflexions. It is shown that CSe is a stronger ligand than CS and CO.

**Introduction.** Cette structure se situe dans le cadre de l'étude de composés du type CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)Cr(CO)<sub>2</sub>(CX) (*X* = O, S, Se), les structures correspondant à *X* = O et S ayant été déjà publiées (Carter, McPhail & Sim, 1967; Saillard & Grandjean, 1976; Saillard, Le Borgne & Grandjean, 1975). Les échantillons étudiés ont été préparés suivant la méthode de Butler, Cozak & Stobart (1975). 4239 réflexions ont été mesurées sur diffractomètre Nonius CAD-4 avec: anticathode Mo, monochromateur au graphite, balayage

\* Etude Structurale de Dérivés du Chrome (0). V.

$\omega/2\theta$ , angle de balayage  $S = 130 + 35 \text{ tg } \theta$  (en  $\frac{1}{100}$  de degrés) ouverture du compteur  $D = 2,0 + 0,5 \text{ tg } \theta$  (en mm). Après moyenne des intensités équivalentes et rejet des plans tels que  $\sigma(I)/I > 3$ , 2135 réflexions indépendantes ont été conservées. Le monocristal étudié étant de faibles dimensions ( $\mu R_{\text{max}} = 0,78$ ), les corrections d'absorption ont été négligées. La structure a été déterminée par méthode directe à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). Les positions de tous les atomes non hydrogène ont ainsi pu être déterminées; comme attendu, la structure se révèle être isotype de celles de  $\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{C}_6\text{H}_5)\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CX})$  ( $X = \text{O}$  et  $\text{S}$ ). Les tests statistiques de distribution des facteurs de structure normalisés et distribution cumulative  $N(z)$  indiquent la présence d'un centre de symétrie, présence confirmée par l'impossibilité d'affiner la structure dans le groupe *P1*. Les cinq atomes d'hydrogène du cycle benzénique ont été placés dans des positions calculées et affinés lors du dernier cycle. Il a été jugé bon d'introduire ces atomes d'hydrogène, car l'omission de ceux-ci conduit généralement à une surestimation des longueurs de liaison C-C du cycle pouvant être gênante lors de la comparaison avec d'autres géométries moléculaires. L'affinement de la constante d'échelle, de tous les paramètres de position atomique, des facteurs d'agitation thermique anisotropes de tous les atomes non hydrogène conduit aux valeurs finales respectives des indices  $R$  et  $R''$  de 0,111 et 0,108 (les corrections de dispersion anormales ayant été faites pour les atomes

Tableau 1. Paramètres atomiques ( $\times 10^4$  pour les atomes non hydrogène,  $\times 10^3$  pour les atomes d'hydrogène) et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents ( $\text{Å}^2$ )

Les écarts types sont indiqués entre parenthèses.

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}$
Cr	-166 (3)	2085 (2)	2122 (2)	3,5
Se	3623 (2)	583 (2)	2864 (2)	5,9
O(1)	-2624 (13)	-700 (9)	2137 (13)	7,4
O(2)	146 (19)	2343 (13)	5658 (13)	9,1
C(1)	-1708 (17)	375 (12)	2159 (16)	5,2
C(2)	-29 (20)	2237 (14)	4311 (16)	5,8
C(3)	1771 (14)	1330 (10)	2488 (12)	3,6
C(4)	-338 (23)	2477 (13)	-476 (14)	5,6
C(5)	1345 (18)	3296 (11)	286 (13)	4,5
C(6)	1258 (16)	4143 (11)	1526 (14)	4,3
C(7)	-569 (18)	4115 (12)	2006 (14)	4,6
C(8)	-2198 (16)	3283 (12)	1253 (16)	4,9
C(9)	-2072 (20)	2438 (13)	15 (16)	5,5
C(10)	3104 (19)	5049 (14)	2323 (19)	5,8
O(4)	2753 (14)	5748 (10)	3444 (12)	6,8
O(5)	4642 (15)	5026 (11)	1948 (14)	8,0
C(11)	4487 (25)	6700 (16)	4193 (21)	7,7
H(4)	-18 (16)	195 (12)	-134 (14)	
H(5)	253 (18)	325 (11)	-4 (13)	
H(7)	-61 (17)	464 (12)	287 (13)	
H(8)	-346 (18)	326 (11)	158 (13)	
H(9)	-333 (18)	177 (12)	-43 (13)	

Tableau 2. Distances interatomiques ( $\text{Å}$ ) et angles de liaisons ( $^\circ$ ) caractéristiques

C(4)-C(5)	1,40 (2)	Cr-C(1)	1,857 (10)
C(5)-C(6)	1,41 (2)	Cr-C(2)	1,867 (13)
C(6)-C(7)	1,42 (2)	Cr-C(3)	1,786 (11)
C(7)-C(8)	1,37 (2)	Cr...Se	3,514 (2)
C(8)-C(9)	1,41 (2)	Cr...O(1)	3,008 (7)
C(9)-C(4)	1,36 (3)	Cr...O(2)	3,012 (10)
C(6)-C(10)	1,52 (2)	C(1)-O(1)	1,15 (2)
C(10)-O(5)	1,20 (2)	C(2)-O(2)	1,15 (2)
C(10)-O(4)	1,30 (2)	C(3)-Se	1,73 (1)
O(4)-C(11)	1,48 (2)	C(4)-H(4)	0,96 (13)
Cr-C(4)	2,249 (11)	C(5)-H(5)	0,94 (13)
Cr-C(5)	2,209 (11)	C(7)-H(7)	0,93 (12)
Cr-C(6)	2,222 (10)	C(8)-H(8)	0,98 (14)
Cr-C(7)	2,229 (12)	C(9)-H(9)	1,03 (11)
Cr-C(8)	2,244 (12)	O(4)...H(7)	2,41 (11)
Cr-C(9)	2,241 (13)	O(5)...H(5)	2,60 (11)
C(9)-C(4)-C(5)	120,8 (1,1)	C(6)-C(10)-O(5)	121,3 (1,2)
C(4)-C(5)-C(6)	120,3 (9)	C(6)-C(10)-O(4)	111,1 (1,2)
C(5)-C(6)-C(7)	118,4 (9)	O(4)-C(10)-O(5)	127,5 (1,3)
C(6)-C(7)-C(8)	120,0 (8)	C(10)-O(4)-C(11)	113,2 (1,0)
C(7)-C(8)-C(9)	120,5 (1,0)	C(1)-Cr-C(2)	90,96 (57)
C(8)-C(9)-C(4)	119,9 (9)	C(1)-Cr-C(3)	84,47 (51)
H(4)-C(4)-C(5)	115,9 (5,1)	C(2)-Cr-C(3)	85,40 (54)
H(4)-C(4)-C(9)	123,3 (5,2)	O(1)-Cr-O(2)	92,38 (30)
H(5)-C(5)-C(6)	121,5 (5,0)	O(1)-Cr-Se	83,51 (16)
H(5)-C(5)-C(4)	118,2 (4,9)	O(2)-Cr-Se	84,15 (21)
C(10)-C(6)-C(7)	122,0 (1,2)	Cr-C(1)-O(1)	177,29 (72)
C(10)-C(6)-C(5)	119,6 (8)	Cr-C(2)-O(2)	176,82 (66)
H(7)-C(7)-C(8)	123,0 (5,0)	Cr-C(3)-Se	179,04 (65)
H(7)-C(7)-C(6)	117,8 (4,8)		
H(8)-C(8)-C(9)	119,2 (4,9)		
H(8)-C(8)-C(7)	120,3 (5,0)		
H(9)-C(9)-C(4)	123,2 (5,2)		
H(9)-C(9)-C(8)	116,8 (5,0)		

de chrome et de sélénium). Ces valeurs relativement élevées ainsi que celles des écarts types de positions atomiques sont probablement dues au fait que lors de la synthèse de  $\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{C}_6\text{H}_5)\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CSe})$ , la séparation totale de ce composé et de l'autre produit de la réaction  $\text{PPh}_3\text{Se}$  est très difficile d'où probablement une pureté imparfaite du monocristal étudié.

Le Tableau 1 donne les coordonnées des atomes, le Tableau 2 les distances interatomiques et angles de liaisons, le Tableau 3 les distances des atomes au plan moyen du cycle benzénique. La Fig. 1 montre une vue de la molécule en projection sur le plan du cycle.\*

**Discussion.** Seules les principales caractéristiques géométriques de la molécule seront discutées ici. L'ensemble des données structurales et spectroscopiques de  $\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{C}_6\text{H}_5)\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CX})$  ( $X = \text{O}, \text{S}$

\* 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 33926: 8 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. Distances (Å) des atomes au plan moyen défini par les six atomes du cycle benzénique

Equation du plan:  $-0,2140X + 0,7267Y - 0,6528Z - 2,2690 = 0$   
 ( $X, Y, Z$  sont les coordonnées en Å relatives aux axes orthogonaux  $a, c^* \times a, c^*$ ).

Cr	-1,742 (1)	C(8)	0,003 (12)
Se	-3,934 (1)	C(9)	-0,013 (13)
O(1)	-3,588 (9)	C(10)	0,001 (14)
O(2)	-3,518 (12)	O(4)	-0,000 (10)
C(1)	-2,886 (12)	O(5)	-0,051 (11)
C(2)	-2,840 (10)	C(11)	0,079 (17)
C(3)	-2,845 (10)	H(4)	0,04 (12)
C(4)	0,017 (12)	H(5)	-0,05 (12)
C(5)	-0,009 (11)	H(7)	-0,04 (12)
C(6)	0,001 (11)	H(8)	0,01 (12)
C(7)	0,001 (12)	H(9)	-0,10 (12)

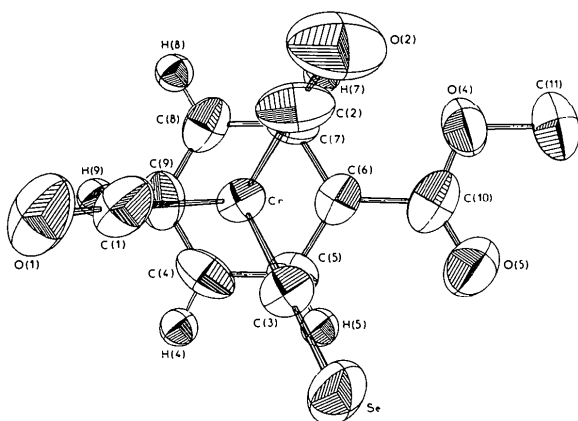


Fig. 1. Vue de la molécule en projection sur le plan du cycle benzénique.

et Se) sera interprété par ailleurs (Saillard, Caillet & Grandjean, 1978). le trépied  $\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CSe})$  se trouve en position éclipsée presque parfaite par rapport aux atomes de carbone du cycle situés en *ortho* et *para* du groupement ester, les angles d'écart à l'éclipse étant respectivement de 1,7, 5,4 et 2,5° relativement aux atomes C(5), C(7) et C(9). L'atome de sélénium éclipse le même atome de carbone C(5) que l'atome de soufre dans le composé thiocarbonylé correspondant. Si la symétrie ternaire du trépied est presque parfaite dans le composé tricarbonylé correspondant, celle-ci est détruite ici par la présence du groupement CSe, les angles  $\text{C}(\text{O})-\text{Cr}-\text{C}(\text{Se})$  étant significativement inférieurs à 90° (moyenne 84,99°). Cependant le plan des atomes de carbone du trépied reste parallèle au plan moyen du cycle (angle entre les deux plans: 1,1°). La distance  $\text{Cr}-\text{C}(\text{Se})$  (1,786 Å) est plus courte que la distance  $\text{Cr}-\text{C}(\text{S})$  dans le composé thiocarbonylé correspondant alors que les distances  $\text{Cr}-\text{cycle}$  et  $\text{Cr}-\text{O}$  dans ce dernier composé semblent légèrement plus courtes que dans le composé sélénocarbonylé. On peut en conclure que le groupement CSe a un effet encore

plus fortement liant que CS (et donc que CO). Le renforcement de la liaison  $\text{Cr}-\text{C}(\text{Se})$  se faisant au détriment des liaisons  $\text{Cr}-\text{C}(\text{O})$  et  $\text{Cr}-\text{cycle}$ .

L'étude comparative de l'empilement moléculaire des composés  $\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{C}_6\text{H}_5)\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CX})$  ( $X = \text{O}, \text{S}$  et  $\text{Se}$ ) (le Tableau 4 résume les principales interactions intermoléculaires) permet de faire deux remarques: (a) Si la substitution dans le composé tricarbonylé du groupement CO par un groupement CS ou CSe plus volumineux, se fait toujours sur C(3)-O(3) c'est parce que d'une part O(3) a un environnement moins 'compact' que O(1) et surtout O(2) [ $\text{O}(1)-\text{O}(2^{\text{VII}}) = 3,40$  Å;  $\text{O}(2)-\text{O}(4^{\text{X}}) = 3,32$  Å], et que d'autre part O(3) possède le plus d'interactions liantes avec les atomes d'hydrogène environnants. (b) Lorsque X passe de O à S et Se les interactions répulsives O-O deviennent nettement plus importantes; il en est de même à un degré moindre, pour les interactions O-X si l'on tient compte de la différence des rayons atomiques de O, S et Se. Par contre les interactions liantes O-H et X-H sont dans l'ensemble du même ordre de grandeur dans les trois composés. Il résulte de cela une agitation thermique plus importante lorsque  $X = \text{S}$  et surtout lorsque  $X = \text{Se}$ , ce qui se traduit par des facteurs de

Tableau 4. Tableau récapitulatif des distances intermoléculaires (Å) les plus courtes relativement à la molécule (I) ( $x, y, z$ ) dans  $\text{CH}_3\text{CO}_2(\text{C}_6\text{H}_5)\text{Cr}(\text{CO})_2(\text{CX})$  ( $X = \text{O}, \text{S}, \text{Se}$ )

	X = O	X = S	X = Se
O(1)-O(2 <sup>VII</sup> )	3,40	3,29	3,26
O(1)-X <sup>XI</sup>	3,43	3,40	3,45
O(1)-X <sup>IV</sup>	3,46	4,05	>4,00
O(2)-X <sup>VII</sup>	3,69	3,74	3,85
O(2)-O(4 <sup>X</sup> )	3,32	3,35	3,41
O(5)-O(5 <sup>XII</sup> )	3,77	3,54	3,42
O(1)-H(4 <sup>IX</sup> )	2,83	2,87	2,83
O(1)-H(9 <sup>IX</sup> )	2,52	2,94	3,07
O(1)-C(11 <sup>VIII</sup> )	3,50	[O(1)-H(3) = 2,54]	3,55
O(2)-C(11 <sup>VI</sup> )	3,69	[O(2)-H(3) = 3,13]	3,74
O(2)-C(11 <sup>X</sup> )	3,61	[O(2)-H(2) = 2,98]	3,63
O(2)-H(4 <sup>III</sup> )	2,64	2,69	2,62
X-C(11 <sup>VI</sup> )	3,49	[O(3)-H(2) = 3,00]	3,61
X-H(4 <sup>IV</sup> )	3,04	3,18	3,31
X-H(8 <sup>II</sup> )	2,98	3,16	3,31
X-H(9 <sup>IV</sup> )	2,82	3,09	3,20
O(5)-H(5 <sup>XII</sup> )	2,75	2,82	2,98
O(5)-H(8 <sup>II</sup> )	2,78	2,65	2,62
O(5)-C(11 <sup>VI</sup> )	3,69	[O(5)-H(1) = 2,87]	3,72
C(5)-C(7 <sup>V</sup> )	3,40	3,40	3,47
C(9)-C(10 <sup>V</sup> )	3,44	3,46	3,49

Les chiffres romains sont relatifs aux molécules équivalentes suivantes:

(II)	$x + 1, y, z$	(VIII)	$x - 1, y - 1, z$
(III)	$x, y, z + 1$	(IX)	$\bar{x} - 1, \bar{y}, \bar{z}$
(IV)	$\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$	(X)	$\bar{x}, \bar{y} + 1, \bar{z} + 1$
(V)	$\bar{x}, \bar{y} + 1, z$	(XI)	$x - 1, y, z$
(VI)	$\bar{x} + 1, \bar{y} + 1, \bar{z} + 1$	(XII)	$\bar{x} + 1, \bar{y} + 1, \bar{z}$
(VII)	$\bar{x}, \bar{y}, \bar{z} + 1$		

température forts dans le composé sélénié [ $B$  isotopes équivalents:  $O(2) = 9,1$ ;  $O(5) = 8,0 \text{ \AA}^2$ ] et d'autre part une variation décroissante des températures de fusion lorsque  $X$  passe de  $S$  à  $O$  (respectivement  $98$  et  $79^\circ$ ). Le point de fusion du composé sélénié n'est pas mesurable du fait de sa décomposition et la valeur indiquée dans la littérature ( $458 \text{ K}$  décomposition) (Butler *et al.*, 1975) ne sous semble pas correcte.

Nous remercions P. Le Meaux et G. Jaouen du laboratoire de Chimie des Organométalliques de Rennes, pour la préparation des échantillons.

*Acta Cryst.* (1978). B34, 3775–3777

## Structure of a 3-Acetylindoleindolin-2-one Dimer

BY AKIKO ITAI AND YOICHI IITAKA

*Faculty of Pharmaceutical Sciences, University of Tokyo, Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113, Japan*

AND AKINORI KUBO

*Meiji College of Pharmacy, Nozawa, Setagaya-ky, Tokyo 154, Japan*

(Received 31 May 1978; accepted 4 July 1978)

**Abstract.**  $C_{22}H_{18}N_2O_4$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 12.561$  (6),  $b = 8.857$  (4),  $c = 8.644$  (4)  $\text{\AA}$ ,  $\alpha = 80.39$  (5),  $\beta = 103.72$  (7),  $\gamma = 107.28$  (7) $^\circ$ ,  $Z = 2$ . The final  $R$  value is 0.05 for 1701 observed reflexions. The molecule adopts a folded conformation.

**Introduction.** On heating (*E*)-3-acetylindoleindolin-2-one (I) at  $100^\circ\text{C}$  in toluene solutions for 24 hours, a dimeric product (II) and a novel regioisomeric dimer (III) are produced. The chemical structure of compound (II) has been determined by Banfield, Johnson & Katner (1966), while that of the dimer (III) has only been proposed, on the basis of proton and  $^{13}\text{C}$  magnetic resonance spectroscopic analyses, as shown in Fig. 1 (Kubo, Nakai, Nozoye, Itai & Iitaka, 1978) and the stereochemistry of the compound remained undetermined.

The present X-ray study has been undertaken in order to elucidate the configuration and conformation of (III).

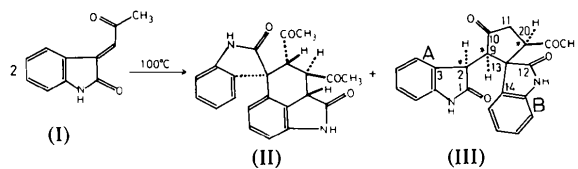


Fig. 1. Reaction scheme.

## Références

- BUTLER, I. J., COZAK, D. & STOBART, S. R. (1975). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* p. 103.  
 CARTER, O. L., MCPHAIL, A. T. & SIM, G. A. (1967). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1619–1625.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.  
 SAILLARD, J. Y., CAILLET, P. & GRANDJEAN, D. (1978). En préparation.  
 SAILLARD, J. Y. & GRANDJEAN, D. (1976). *Acta Cryst.* B32, 2285–2289.  
 SAILLARD, J. Y., LE BORGNE, G. & GRANDJEAN, D. (1975). *J. Organomet. Chem.* 94, 409–416.

The compound (III) was recrystallized from methanol solution as colorless prisms, m.p.  $267$ – $270^\circ\text{C}$ . Intensity data were measured on a Philips PW 1100 automatic diffractometer using  $\text{Cu } K\alpha$  radiation monochromated by a graphite plate. The  $2\theta$ – $\theta$  scanning technique was adopted with a scan speed of  $0.1^\circ \text{ s}^{-1}$  in  $\theta$ . Three standard reflexions were measured every two hours, but no significant change was observed. Background was measured at each end of the scan range for half the total scan time. A total of 1707 non-zero independent reflexions were collected out of 2600 possible reflexions within a  $2\theta$  angle of  $120^\circ$ . Intensities were then corrected for Lorentz and polarization factors, but no correction was applied for either absorption or extinction. The structure was solved by the direct method using *MULTAN* (Main, Woolfson, Lessinger, Germain & Declercq, 1974).

All the 28 non-hydrogen atoms were located on an  $E$  map and their parameters were refined by several cycles of block-diagonal least-squares calculations. H atoms were obtained from a difference electron density map. Subsequent refinements assuming anisotropic thermal parameters for non-hydrogen atoms and isotropic ones for H atoms gave the final  $R$  factor of 0.05. The weighting system was:  $\sqrt{w} = 1.0$  when  $F_o < 15.0$ ;  $\sqrt{w} = 15.0/F_o$  when  $F_o \geq 15.0$ . Atomic scattering factors for C, N and O atoms were those given in *International Tables for X-ray Crystallography* (1962) as SX-6, 7 and 8 and for H atoms those