

The isotropic extinction parameter $X = 4.48 \times 10^{-5}$ (Zachariasen, 1968). Atomic scattering factors and anomalous-dispersion corrections from Cromer & Waber (1974). Atomic coordinates are in Table 1.* Fig. 1 shows the molecular conformation of the complex. Bond distances and angles are listed in Table 2.

Related literature. The discovery of metallic conductivity in the complex of 2,2'-bis-1,3-dithiole (tetra-thiafulvalene) and tetracyanoquinodimethane (TTF-TCNQ) prompted a great interest in the synthesis

* Lists of structure amplitudes, anisotropic thermal parameters and H-atom coordinates have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 51838 (12 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

and properties of related organic charge transfer complexes (Pal, Gruner, Janossy & Solyon, 1977; Alcacer, 1980).

We thank Mrs Cynthia Lesh de S. for technical assistance.

References

- ALCACER, L. (1980). *The Physics and Chemistry of Low-Dimensional Solids*. Dordrecht: Reidel.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, p. 71 (scattering factors), p. 148 (anomalous dispersion). Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 Molecular Structure Corporation (1988). *TEXSAN. Structure Analysis Package*. MSC, 3200A Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
 PAL, L., GRUNER, G., JANOSSY, A. & SOLYON, J. (1977). *Organic Conductors and Semiconductors*. Berlin: Springer-Verlag.
 ZACHARIASEN, W. H. (1968). *Acta Cryst. A* **24**, 212–216.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1444–1446

(Chloro-5 indolyl-3)-2 Hydroxy-2 Indanedione-1,3 Oxyde de Diéthyle Monohydrate (1/1/1)

PAR N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

ET J. COURANT ET G. LE BAUT

Laboratoire de Chimie Thérapeutique, Faculté de Pharmacie, 1 Rue Gaston Veil, 44035 Nantes CEDEX, France

(Reçu le 25 janvier 1989; accepté le 28 mars 1989)

Abstract. C₁₇H₁₀ClNO₃·C₄H₁₀O·H₂O, $M_r = 403.9$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 8.080$ (2), $b = 7.167$ (2), $c = 19.174$ (8) Å, $\alpha = 109.00$ (4), $\beta = 93.07$ (3), $\gamma = 99.05$ (3)°, $V = 1030$ (2) Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.302$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$ Å, $\mu = 1.91$ mm⁻¹, $F(000) = 424$, $T = 295$ (1) K, $R = 0.044$ for 2097 independent reflections. All molecular parameters agree with those obtained for related compounds. The indolyl group is planar but, in the indanedione moiety, the five-membered ring shows significant deviations from planarity. The dihedral angle between the least-squares planes of the two groups is 79.95 (7)°. The chain of the diethyl ether molecule is also planar. The structure can be regarded as constituted of layers which spread out along the (001) planes. The molecules belonging to the same layer are linked together by hydrogen bonds O—H...O and N—H...O. 2-(5-Chloro-3-indolyl)-2-hydroxy-1,3-indanedione has anti-inflammatory properties. The present structure was solved

in order to compare its molecular geometry with those of 2-azaarylindane-1,2-diones which have similar activity.

Partie expérimentale. Préparation par condensation du chloro-5 indole sur la dihydroxy-2,2 indanedione-1,3 en milieu hétérogène eau-oxyde de diéthyle. Cristaux jaunes fondant à 461 K. Cristal lamellaire: 0,34 × 0,37 × 0,04 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que $12,92 \leq \theta \leq 32,39^\circ$. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. $0,023 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,550$ Å⁻¹. $-8 \leq h \leq 8$; $0 \leq k \leq 7$; $-21 \leq l \leq 19$. Réflexions de contrôle de l'intensité: 046, 025 et 035. Diminution de I au cours des mesures: 1,8%. $\sigma(I)/I$ moyen (contrôle): 0,0020. 2862 réflexions indépendantes mesurées, 765 réflexions inobservées [$I < 2\sigma(I)$]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H liés à O(9), C(19) et C(23): série de Fourier des ΔF . Autres H:

0108-2701/89/091444-03\$03.00

© 1989 International Union of Crystallography

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotrope équivalents et écarts-type

$$B_{eq} = \frac{1}{3}(\beta_1 a^2 + \beta_2 b^2 + \beta_3 c^2 + \beta_{12} abc \cos \gamma + \beta_{13} acc \cos \beta + \beta_{23} bcc \cos \alpha).$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{Å}^2)$
C(1)	0,0802 (3)	0,6557 (3)	0,9500 (1)	3,32 (6)
C(2)	0,0856 (3)	0,5460 (3)	0,8670 (1)	2,90 (5)
C(3)	0,2667 (3)	0,5023 (3)	0,8655 (1)	3,09 (5)
C(3a)	0,3640 (3)	0,6349 (3)	0,9364 (1)	2,90 (5)
C(4)	0,5370 (3)	0,6744 (3)	0,9571 (1)	3,31 (6)
C(5)	0,5964 (3)	0,7935 (4)	1,0287 (2)	3,87 (6)
C(6)	0,4882 (4)	0,8688 (4)	1,0798 (2)	4,05 (7)
C(7)	0,3160 (3)	0,8314 (4)	1,0595 (2)	3,86 (6)
C(7a)	0,2554 (3)	0,7143 (3)	0,9869 (1)	3,09 (5)
O(8)	-0,0465 (2)	0,6907 (3)	0,9791 (1)	4,72 (5)
O(9)	-0,0300 (2)	0,3616 (2)	0,8378 (1)	3,77 (4)
O(10)	0,3141 (2)	0,3770 (3)	0,8158 (1)	4,04 (4)
N(11)	0,0488 (3)	0,9649 (3)	0,7985 (1)	4,34 (6)
C(12)	0,0422 (3)	0,8802 (3)	0,8523 (1)	3,46 (6)
C(13)	0,0713 (3)	0,6871 (3)	0,8245 (1)	3,01 (5)
C(13a)	0,0965 (3)	0,6520 (3)	0,7486 (2)	3,53 (6)
C(14)	0,1256 (4)	0,4858 (4)	0,6904 (2)	4,49 (7)
C(15)	0,1396 (4)	0,5067 (5)	0,6223 (2)	5,68 (9)
C(16)	0,1296 (5)	0,6850 (5)	0,6089 (2)	6,71 (9)
C(17)	0,0992 (5)	0,8472 (5)	0,6648 (2)	5,84 (8)
C(17a)	0,0813 (4)	0,8302 (4)	0,7343 (2)	4,17 (7)
Cl(18)	0,1727 (2)	0,3007 (2)	0,54842 (5)	8,89 (3)
C(19)	0,5867 (6)	0,7901 (6)	0,7301 (3)	8,4 (1)
C(20)	0,6167 (5)	0,6654 (6)	0,6541 (2)	7,7 (1)
O(21)	0,6277 (3)	0,4703 (4)	0,6536 (1)	6,73 (7)
C(22)	0,6614 (6)	0,3410 (7)	0,5848 (2)	8,9 (1)
C(23)	0,6700 (8)	0,1409 (8)	0,5898 (3)	12,8 (2)
O(24)	0,6639 (3)	0,3740 (4)	0,7822 (1)	6,31 (6)

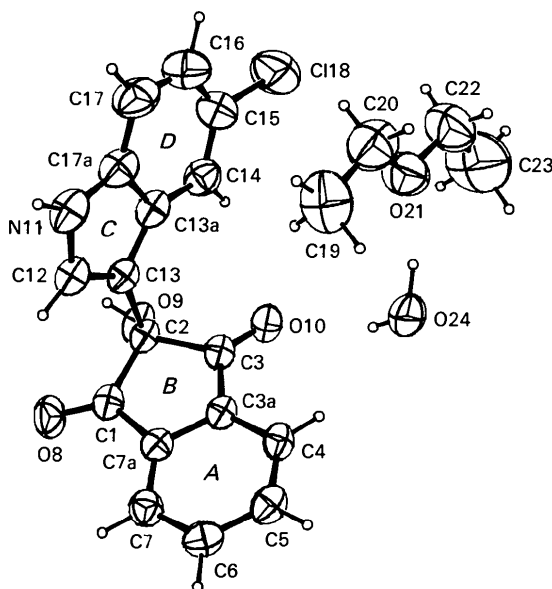


Fig. 1. Vue en perspective des molécules contenues dans l'unité asymétrique, numéros attribués à leurs atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

positions calculées. Affinement sur F , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Paramètres affinés: coordonnées de tous les atomes à l'exception de celles des atomes d'hydrogène de la

Tableau 2. Principales distances interatomiques (Å), angles des liaisons et écarts-type

C(1)—C(2)	1,535 (3)	N(11)—C(17a)	1,362 (3)
C(1)—C(7a)	1,481 (3)	C(12)—C(13)	1,375 (3)
C(1)—O(8)	1,214 (3)	C(13)—C(13a)	1,424 (4)
C(2)—C(3)	1,544 (3)	C(13a)—C(14)	1,404 (3)
C(2)—O(9)	1,416 (2)	C(13a)—C(17a)	1,414 (4)
C(2)—C(13)	1,505 (4)	C(14)—C(15)	1,370 (5)
C(3)—C(3a)	1,476 (3)	C(15)—C(16)	1,396 (6)
C(3)—O(10)	1,205 (3)	C(15)—Cl(18)	1,750 (5)
C(3a)—C(4)	1,391 (3)	C(16)—C(17)	1,366 (4)
C(3a)—C(7a)	1,386 (3)	C(17)—C(17a)	1,390 (5)
C(4)—C(5)	1,372 (3)	C(19)—C(20)	1,497 (6)
C(5)—C(6)	1,383 (4)	C(20)—O(21)	1,412 (5)
C(6)—C(7)	1,384 (4)	O(21)—C(22)	1,412 (5)
C(7)—C(7a)	1,384 (3)	C(22)—C(23)	1,480 (8)
N(11)—C(12)	1,356 (4)	O(24)—O(10)	2,935 (3)*
O(9)···O(24)	2,666 (3)*	O(24)—O(21)	2,782 (4)*
N(11)···O(9)	2,877 (3)*		
C(2)—C(1)—C(7a)	108,1 (2)	C(12)—N(11)—C(17a)	109,5 (2)
C(2)—C(1)—O(8)	125,2 (2)	N(11)—H(11)···O(9)	175 (3)*
C(7a)—C(1)—O(8)	126,7 (2)	N(11)—C(12)—C(13)	109,9 (2)
C(1)—C(2)—C(3)	102,0 (2)	C(2)—C(13)—C(12)	126,8 (2)
C(1)—C(2)—O(9)	113,8 (2)	C(2)—C(13)—C(13a)	126,8 (2)
C(1)—C(2)—C(13)	109,9 (2)	C(12)—C(13)—C(13a)	106,3 (3)
C(3)—C(2)—O(9)	108,8 (2)	C(13)—C(13a)—C(14)	134,2 (3)
C(3)—C(2)—C(13)	107,8 (2)	C(13)—C(13a)—C(17a)	106,8 (2)
O(9)—C(2)—C(13)	113,8 (2)	C(14)—C(13a)—C(17a)	118,9 (3)
C(2)—C(3)—C(3a)	107,3 (2)	C(13a)—C(14)—C(15)	117,7 (3)
C(2)—C(3)—C(10)	124,9 (2)	C(14)—C(15)—Cl(18)	123,2 (3)
C(3a)—C(3)—O(10)	127,8 (2)	C(14)—C(15)—Cl(18)	118,6 (3)
C(3)—C(3a)—C(4)	129,2 (2)	C(16)—C(15)—Cl(18)	118,2 (3)
C(3)—C(3a)—C(7a)	110,0 (2)	C(15)—C(16)—C(17)	119,8 (3)
C(4)—C(3a)—C(7a)	120,7 (2)	C(16)—C(17)—C(17a)	118,5 (3)
C(3a)—C(4)—C(5)	118,0 (2)	N(11)—C(17a)—C(13a)	107,4 (3)
C(4)—C(5)—C(6)	121,5 (2)	N(11)—C(17a)—C(17)	130,7 (3)
C(5)—C(6)—C(7)	120,7 (2)	C(13a)—C(17a)—C(17)	121,8 (2)
C(6)—C(7)—C(7a)	118,1 (2)	C(19)—C(20)—O(21)	109,1 (4)
C(1)—C(7a)—C(3a)	109,6 (2)	O(20)—C(21)—C(22)	114,0 (3)
C(1)—C(7a)—C(7)	129,5 (2)	O(21)—C(22)—C(23)	109,9 (4)
C(3a)—C(7a)—C(7)	120,9 (2)	O(24)—H(24)···O(10)	159 (4)*
O(9)—H(9)···O(24)	166 (2)*	O(24)—H(24)···O(21)	161 (3)*

Code de symétrie: (i) $-1 + x, y, z$; (ii) $x, 1 + y, z$.

* Liaison hydrogène.

molécule d'oxyde de diéthyle (agitation thermique très élevée), β_{ij} de Cl, O, N et C. $B(H) = B_{eq}$ de l'atome porteur = 1 Å^2 . $R = 0,044$, $wR = 0,052$, $w = 1/\sigma^2(F)$, $S = 1,72$, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,07$, $|\Delta\rho|_{\max} = 0,18 \text{ e Å}^{-3}$. Programmes de calcul du système *SDP* (Frenz, 1982). Angles des plans moyens: *BEST-PLANE PROGRAM* (Ito & Sugawara, 1983). Angles de torsion: *ORFFE* (Busing, Martin & Levy, 1964). Fig. 1 et 2: *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Les coordonnées atomiques et les facteurs de température isotropes équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1, les principales distances interatomiques et les angles des liaisons dans le Tableau 2.* La Fig. 1

* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 51867: 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.

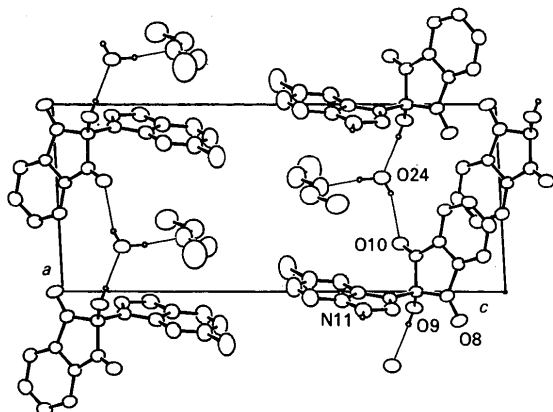


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [010]. Seuls sont représentés les atomes d'hydrogène qui participent à des liaisons hydrogène. La liaison N(11)—H(11)···O(9^b) n'apparaît pas sur la figure.

indique les numéros attribués aux atomes de l'unité asymétrique et les lettres utilisées pour désigner les cycles. La Fig. 2 représente la structure vue selon [010].

Littérature associée. Structure de l'acide (indolyl-3)-acétique (Chandrasekhar & Raghunathan, 1982). Structure cristalline et moléculaire de l'(hydroxy-4 benzyl) pindolol (Weber & Petcher, 1977). Ester méthylique de l'acide α -(indolyl-3)-3 nitro-2 acrylique (Andrianov, Struchkov & Babievsky, 1982). Ethyl-2 phényl-2 indanedione-1,3 (Bravic, Gaultier & Hauw, 1974). Indanedione-1,3 (Bravic, Bechtel, Gaultier & Hauw, 1976). Etude par diffraction

neutronique du nitro-2 indanedione-1,3 dihydrate (Selenius & Lundgren, 1980). Structure de deux acyl-2 indanediones-1,3 (Korp, Bernal & Lemke, 1980).

Références

- ANDRIANOV, V. G., STRUCHKOV, YU. T. & BABIEVSKY, K. K. (1982). *Cryst. Struct. Commun.* **11**, 31–34.
- BRASIC, G., BECHTEL, F., GAULTIER, J. & HAUW, C. (1976). *Cryst. Struct. Commun.* **5**, 1–4.
- BRASIC, G., GAULTIER, J. & HAUW, C. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 219–222.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- CHANDRASEKHAR, K. & RAGHUNATHAN, S. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2534–2535.
- FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *BEST-PLANE PROGRAM*, 3^e version (BP7C). Institut de Recherches en Physique et en Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- KORP, J. D., BERNAL, I. & LEMKE, T. L. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 428–434.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- SELENIUS, C.-O. & LUNDGREN, J.-O. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3172–3175.
- WEBER, H. P. & PETCHER, T. J. (1977). *Helv. Chim. Acta*, **60**, 1398–1402.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1446–1448

Structures of Sulfur Analogues of Precocenes. III. 6-Methoxy-2,2-dimethyl-2H-1-benzothiopyran 1,1-Dioxide

BY C. A. DE SIMONE, J. ZUKERMAN-SCHPECTOR AND E. E. CASTELLANO

*Instituto de Física e Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Caixa Postal 369,
13560 São Carlos, SP, Brazil*

AND J. TERCIO B. FERREIRA AND V. CATANI

*Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, Caixa Postal 676,
13560 São Carlos, SP, Brazil*

(Received 23 February 1989; accepted 31 March 1989)

Abstract. C₁₂H₁₄O₃S, $M_r = 238.31$, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 6.629$ (2), $b = 17.233$ (3), $c = 10.494$ (3) Å, $\beta = 92.45$ (3)°, $V = 1197.7$ (9) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.321$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu =$

0.21 mm⁻¹, $F(000) = 504$, $T = 298$ K, $R = 0.043$ for 1595 observed reflections. The S atom is tetrahedral with a dihedral angle between planes C—S—C and O—S—O of 89.1 (1)°. The S—C(sp²) and S—C(sp³)

0108-2701/89/091446-03\$03.00

© 1989 International Union of Crystallography