

- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- KATZE, J. R. (1985). *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* **179**, 492–496.
- KINI, G. D., HENNEN, W. J. & ROBINS, R. K. (1987). *Nucleosides Nucleotides*, **6**, 581–587.
- KOO, G. C., JEWELL, M. E., MANYAK, C. L., SIGAL, N. H. & WICKER, L. S. (1988). *J. Immunol.* **140**, 3249–3252.
- LARSON, S. B., COTTAM, H. B. & ROBINS, R. K. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 942–944.
- RIZKALLA, B. H., ROBINS, R. K. & BROOM, A. D. (1969). *Biochim. Biophys. Acta*, **195**, 285–293.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Program for crystal structure solution. Univ. of Göttingen, Federal Republic of Germany.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- TAVALE, S. S. & SOBELL, H. M. (1970). *J. Mol. Biol.* **48**, 109–123.
- WEIGLE, W. O. (1987). *CRC Crit. Rev. Immunol.* **7**, 285–324.
- YAMAGATA, Y., FUKUMOTO, S., HAMADA, K., FUJIWARA, T. & TOMITA, K. (1983). *Nucleic Acids Res.* **11**, 6475–6486.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1983–1986

Structure d'un Nouvel Antibactérien: l'Acide Chloro-2 Dihydro-4,7 Éthyl-7 Oxo-4 Thiéno[2,3-*b*]pyridine Carboxylique-5

PAR G. BRAVIC ET M. COTRAIT

Laboratoire de Cristallographie, URA 144 du CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence CEDEX, France

ET J. BOMPART ET L. GIRAL

Laboratoire de Chimie Organique et Structurale, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, 34060 Montpellier CEDEX, France

(Reçu le 14 décembre 1988, accepté le 28 mars 1989)

Abstract. $C_{10}H_8ClNO_3S$, $M_r = 257.7$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 18.110$ (4), $b = 9.076$ (2), $c = 7.271$ (2) Å, $\alpha = 111.29$ (2), $\beta = 100.10$ (2), $\gamma = 94.75$ (2)°, $V = 1082$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.57$, $D_x = 1.583$ Mg m⁻³, $\lambda(Cu K\alpha) = 1.54178$ Å, Ni filter, $\mu = 4.793$ mm⁻¹, $F(000) = 528$, $T = 298$ K, $R = 0.049$ for 3451 observed reflections. The title compound, a powerful antibacterial agent, belongs to the well known quinolone family; bond lengths differ somewhat from those of oxolinic acid, another antibacterial agent, with the same 7-ethyl-4-oxopyridine-5-carboxylic acid moiety. The two independent molecules (I) and (II) of the title compound are very similar as far as bond lengths and angles are concerned. They give head-to-tail dimers with significant overlapping of their π clouds. Other intermolecular interactions are of the van der Waals type.

Introduction. L'acide oxolinique et, dans une moindre mesure, l'acide nalidixique ainsi que de nombreuses autres molécules possédant un noyau dihydro-4,7 éthyl-7 oxo-4 pyridine carboxylique-5, désignées sous le nom générique de quinolones, sont de puissants agents antibactériens mais présentent un spectre d'activité limité.

Ces composés causent un arrêt réversible de la synthèse de l'ADN par inhibition de l'ADN girase (Sugino, Peebles, Kreuzer & Cozzarelli, 1977; Gellert, Mizuuchi, O'Dea, Itoh & Tomizawa, 1977).

L'étude intensive entreprise sur les quinolones afin d'améliorer leur spectre d'activité a permis de développer plusieurs familles de composés (GESA XVIII, 1988; Crumplin, 1988). Nous nous sommes particulièrement intéressés à des dihydro-4,7 éthyl-7 oxo-4 thiéno[2,3-*b*]pyridines carboxylique-5 diversement substituées en position 2, en α de l'atome de soufre (Bompert, Giral, Malicorne & Puygrenier, 1987; Bompert, Giral & Malicorne, 1989).

Dans cette série, le dérivé chloré en position 2 du cycle thiényle se révèle être l'un des plus actifs par:

(a) Son activité bactéricide: la concentration minimale inhibitrice (CMI) vis-à-vis d' *E. coli*, de 1,56 $\mu\text{g ml}^{-1}$, est plus élevée que celle de l'acide nalidixique mais sensiblement moins que celle de l'acide oxolinique.

(b) Son inhibition de la biosynthèse de l'ADN (DI 50 = 42 $\mu\text{g ml}^{-1}$) est plus forte que celle des autres composés de la série et de l'acide nalidixique.

(c) Son activité vis-à-vis de l'ADN girase (DI 50 = 0,5 $\mu\text{g ml}^{-1}$) est plus grande que celle des autres composés de la série et presque autant que celle de l'acide nalidixique.

Ceci nous a conduits à aborder l'étude des relations structure-activité de cette famille de quinolones. Un de ses aspects réside dans l'étude des structures cristallines de cette série pour laquelle aucun résultat n'est disponible actuellement. Dans

Tableau 1. Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents B_{eq} (Å²)

	$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$			
	x	y	z	B_{eq}
N(1)	0,35034 (9)	0,1709 (2)	0,1740 (3)	3,53 (5)
C(2)	0,2869 (1)	0,2294 (2)	0,1289 (3)	3,62 (6)
C(3)	0,2189 (1)	0,1341 (3)	0,0192 (3)	3,50 (6)
C(4)	0,2112 (1)	-0,0377 (3)	-0,0553 (3)	3,57 (6)
C(5)	0,2903 (1)	-0,2605 (3)	-0,0518 (4)	4,02 (7)
C(6)	0,3618 (1)	-0,2713 (3)	0,0202 (4)	4,02 (7)
S(7)	0,42061 (3)	-0,08851 (6)	0,15698 (9)	3,82 (2)
C(8)	0,3453 (1)	0,0079 (2)	0,1116 (3)	3,36 (6)
C(9)	0,2793 (1)	-0,0969 (2)	-0,0002 (3)	3,39 (6)
C(11)	0,4241 (1)	0,2782 (3)	0,2822 (4)	4,09 (7)
C(21)	0,4423 (2)	0,3093 (3)	0,5006 (4)	5,21 (9)
C(13)	0,1533 (1)	0,2142 (3)	-0,0241 (4)	4,19 (7)
O(23a)	0,09024 (9)	0,1163 (2)	-0,1378 (3)	5,30 (6)
O(23b)	0,1562 (1)	0,3580 (2)	0,0380 (3)	5,55 (6)
O(14)	0,15035 (9)	-0,1296 (2)	-0,1619 (3)	4,93 (6)
Cl(16)	0,40106 (5)	-0,44221 (7)	-0,0112 (1)	5,49 (2)
N(1')	0,1572 (1)	-0,1814 (2)	0,3014 (3)	3,84 (6)
C(2')	0,2162 (1)	-0,2517 (3)	0,3483 (4)	3,87 (7)
C(3')	0,2829 (1)	-0,1682 (3)	0,4800 (3)	3,52 (6)
C(4')	0,2945 (1)	0,0039 (3)	0,5764 (3)	3,45 (6)
C(5')	0,2259 (1)	0,2433 (3)	0,5889 (4)	4,10 (7)
C(6')	0,1579 (1)	0,2673 (3)	0,5095 (4)	4,23 (8)
S(7')	0,09617 (3)	0,09345 (7)	0,34846 (9)	4,01 (2)
C(8')	0,1656 (1)	-0,0176 (2)	0,3897 (3)	3,47 (6)
C(9')	0,2314 (1)	0,0765 (2)	0,5216 (3)	3,41 (6)
C(11')	0,0848 (1)	-0,2776 (3)	0,1663 (4)	5,12 (8)
C(21')	0,0327 (2)	-0,3175 (4)	0,2787 (6)	6,9 (1)
C(13')	0,3443 (1)	-0,2584 (3)	0,5201 (4)	4,24 (7)
O(23a')	0,40707 (9)	-0,1707 (2)	0,6480 (3)	5,06 (6)
O(23b')	0,3379 (1)	-0,4030 (2)	0,4415 (3)	6,13 (7)
O(14')	0,35478 (8)	0,0849 (2)	0,7017 (3)	4,41 (5)
Cl(16')	0,12709 (4)	0,44767 (8)	0,5518 (1)	5,73 (3)

Tableau 2. Longueurs de liaisons (Å) et angles de valence (°) avec leurs écarts-type

	Molécule (I)	Molécule (II)
N(1)—C(2)	1,342 (3)	1,343 (4)
C(2)—C(3)	1,369 (4)	1,364 (4)
C(3)—C(4)	1,437 (4)	1,438 (4)
C(4)—C(9)	1,435 (4)	1,432 (4)
C(8)—C(9)	1,378 (4)	1,378 (4)
N(1)—C(8)	1,369 (3)	1,370 (3)
N(1)—C(11)	1,485 (4)	1,476 (4)
C(11)—C(21)	1,477 (3)	1,455 (5)
C(3)—C(13)	1,488 (4)	1,483 (4)
C(13)—O(23a)	1,319 (4)	1,314 (4)
C(13)—O(23b)	1,208 (4)	1,211 (4)
C(4)—O(14)	1,259 (3)	1,261 (3)
C(5)—C(6)	1,333 (4)	1,334 (4)
C(5)—C(9)	1,432 (4)	1,429 (4)
C(6)—S(7)	1,734 (3)	1,735 (3)
S(7)—C(8)	1,726 (3)	1,726 (3)
C(6)—Cl(16)	1,715 (3)	1,711 (3)
C(2)—N(1)—C(8)	117,6 (2)	117,7 (2)
C(2)—N(1)—C(11)	121,4 (2)	121,2 (2)
C(8)—N(1)—C(11)	120,9 (2)	121,1 (2)
N(1)—C(11)—C(21)	112,4 (2)	111,9 (3)
N(1)—C(2)—C(3)	123,2 (2)	123,2 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	121,3 (2)	121,2 (2)
C(2)—C(3)—C(13)	117,8 (2)	118,5 (2)
C(4)—C(3)—C(13)	120,9 (2)	120,2 (2)
C(3)—C(13)—O(23a)	115,1 (2)	115,5 (3)
C(3)—C(13)—O(23b)	123,6 (3)	123,0 (3)
O(23a)—C(13)—O(23b)	121,3 (3)	121,5 (3)
C(3)—C(4)—C(9)	114,3 (2)	114,6 (2)
C(3)—C(4)—O(14)	123,0 (2)	123,0 (2)
C(9)—C(4)—O(14)	122,4 (2)	122,4 (2)
C(6)—C(5)—C(9)	111,6 (3)	111,5 (3)
C(4)—C(9)—C(5)	127,9 (2)	127,9 (2)
C(4)—C(9)—C(8)	120,5 (2)	120,2 (2)
C(5)—C(9)—C(8)	111,6 (2)	111,9 (2)
N(1)—C(8)—C(9)	123,0 (2)	123,0 (2)
N(1)—C(8)—S(7)	124,1 (2)	124,3 (2)
S(7)—C(8)—C(9)	112,9 (2)	112,7 (2)
C(5)—C(6)—Cl(16)	127,7 (2)	126,9 (2)
S(7)—C(6)—Cl(16)	117,8 (2)	118,6 (2)
C(5)—C(6)—S(7)	114,6 (2)	114,5 (2)
C(5)—S(7)—C(8)	89,2 (1)	89,3 (1)

un premier temps nous avons entrepris la détermination de la structure cristalline du composé chloré, que nous avons comparée à celle de l'acide oxolinique (Cygler & Huber, 1985).

Deux autres structures de quinolones ont été également résolues à ce jour: celle de l'acide nalidixique par Huber, Sake Gowda & Acharya (1980) et celle de l'acide amino-5 oxolinique par Czugler, Argay, Frank, Meszaros, Kutschabsky & Reck (1976).

Partie expérimentale. Le composé étudié avait été obtenu par Toshiyuki, Yuko & Katsumic (1983). Nous l'avons préparé en utilisant les modes opératoires simplifiés que nous avons mis au point et décrits (Bompert, Giral, Malicorne & Puygrenier, 1987; Bompert, Giral & Malicorne, 1989) avec un rendement de 75%. Spectre infrarouge: bandes caractéristiques à 1722 et 1610 cm⁻¹. Spectre RMN: (a) C₂H₅: 1,5 (triplet) et 4,4 p.p.m. (quartet), H₃ et H₆: 7,5 et 8,9 p.p.m.; (b) C₁₃(D₂O): C₄ à 172,77, C₁₀ à 172,28, C₈ à 149,18, C₆ à 142,92, C₉ à 131,12, C₂ à 125,89, C₅ à 123,66, C₃ à 122,44 p.p.m., CH₂ à 52,8 et CH₃ à 13,9 p.p.m.

Les cristaux ont été obtenus par évaporation d'une solution dans le diméthylformamide; dimensions 0,30 × 0,38 × 0,09 mm; D_m déterminé par flottation; 21 réflexions avec $\theta = 23-52^\circ$ pour la détermination des

paramètres cristallins; mesure des intensités diffractées sur diffractomètre AED-Siemens pour $(\sin\theta)/\lambda < 0,61 \text{ \AA}^{-1}$ ($h \leq 22$, $k \leq 10$, $l \leq 8$) avec un balayage $\theta-2\theta$.

4069 réflexions indépendantes, dont 3451 avec $I > 2,5\sigma(I)$ ont été retenues; la correction d'absorption a été effectuée par la méthode de Coppens, Leiserowitz & Rabinovich (1965), les facteurs de correction varient de 0,61 à 0,83; pas de décroissance des intensités des références 650, 660 et 626; la structure a été résolue grâce au programme MITHRIL (Gilmore, 1984); les paramètres atomiques ont été affinés par la méthode des moindres-carrés (bloc diagonal) avec des facteurs d'agitation thermique anisotrope pour les atomes C, N, O, S et Cl: $w(|F_o| - |F_c|)^2$ minimisés avec $w = w_o / \{1 + w_o[a(|F_o| - b)]^2\}$ avec $a = 0,1$ et $b = 10$ et $w_o^{1/2} = 2|F_o|/\sigma|F_o|^2$; facteurs de diffusion de Cromer & Waber (1974) pour les atomes C, N, O, S et Cl, de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les hydrogènes; hydrogènes placés en position théorique; den-

sité résiduelle ρ de 0,3 et $-0,2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$; $R = 0,049$, $wR = 0,060$, $S = 1,68$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,7$. L'unité asymétrique de la maille cristalline comporte deux molécules indépendantes désignées respectivement par (I) et par (II).

Discussion. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.* Les longueurs de liaison et angles de valence, rassemblés dans le Tableau 2, sont très proches pour les deux molécules indépendantes (I) et (II). Ils peuvent être comparés à ceux de l'acide oxolinique, mais seulement pour la partie dihydro-4,7 éthyl-7 oxo-4 pyridinecarboxylique-5. Les liaisons N(1)—C(8), C(4)—C(9) et C(8)—C(9) sont sensiblement plus courtes dans le cas présent que dans celui de l'acide oxolinique par suite de la nature différente du cycle accolé au cycle pyridinone (phényle pour l'acide oxolinique, thiényle dans le cas présent). La liaison N(1)—C(2) est plus courte que la liaison N(1)—C(8) dans le cycle pyridinone d'environ 0,03 Å présentement, au lieu de 0,06 Å dans le cas de l'acide oxolinique. La liaison C(11)—C(21) du groupement éthyle est présentement nettement plus courte, 1,47 Å en moyenne au lieu de 1,51 Å pour l'acide oxolinique.

En résumé, le remplacement d'un cycle thiényle par un cycle phényle change notablement certaines distance de la partie dihydro-4,7 éthyl-7 oxo-4 pyridinecarboxylique-5.

Le groupement OH de la fonction carboxylique est lié par une liaison hydrogène chélatée au groupement carbonyle: $d[\text{O}(14)\cdots\text{O}(23a)] = 2,524(3)$ et $2,501(3)$ Å, $d[\text{O}(14)\cdots\text{H}(33)] = 1,58(2)$ et $1,53(2)$ Å, $[\text{O}(14)\cdots\text{H}(33)\cdots\text{O}(23a)] = 155(2)$ et $161(2)^\circ$ respectivement pour les molécules (I) et (II). Ce type de chélation se retrouve pour les trois autres quinolones de structure connue.

On ne connaît pas à ce jour de structure cristalline possédant un cycle thiényle substitué par un chlore en α du soufre, pouvant servir de référence. Les distances C—S (1,73 Å en moyenne) et C—Cl (1,71 Å en moyenne) sont très proches de celles habituellement observées (Polycarpe, Chanh, Cotrait, Gaultier & Haget, 1983).

Quelques remarques peuvent être faites concernant les angles de valence:

(a) Au niveau de la fonction carboxylique l'angle C(2)—C(3)—C(13) est inférieur de 3° à l'angle C(4)—C(3)—C(13); l'angle C(3)—C(13)—O(23a) vaut 115° alors que l'angle C(3)—C(13)—O(23b)

vaut 123° . Cette dissymétrie peut être attribuée à la contrainte exercée par la liaison hydrogène chélatée.

(b) On observe de même une dissymétrie importante des angles C—C—Cl, au niveau du cycle thiényle: l'angle C(5)—C(6)—Cl(16) vaut 127° contre 118° pour l'angle S(7)—C(6)—Cl(16).

La partie cyclique des deux molécules (atomes 1 à 9) est pratiquement plane. Les oxygènes des groupes COOH s'écartent de moins de 0,05 Å de leur plan moyen respectif; l'angle de torsion autour de la liaison C(3)—C(13) ne dépasse pas 3° . L'atome de chlore de la molécule (I) s'écarte curieusement de 0,1 Å de ce plan. Les molécules indépendantes (I) et (II) sont dans des positions voisines de la centrosymétrie, seule en diffère l'orientation des groupements éthyle, les angles de torsion C(2)—N(1)—C(11)—C(21) valant respectivement 90° et 100° . Le tracé ORTEP (Johnson, 1965) de la molécule (I) est représenté à titre d'exemple sur la Fig. 1.

On peut considérer que les deux molécules indépendantes (I) et (II), disposées tête-bêche et pratiquement parallèles, forment des dimères avec superposition importante des parties cycliques par

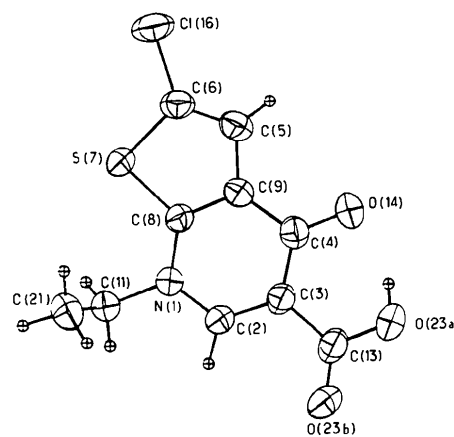


Fig. 1. Tracé ORTEP de la molécule (I): exemple de numérotation atomique.

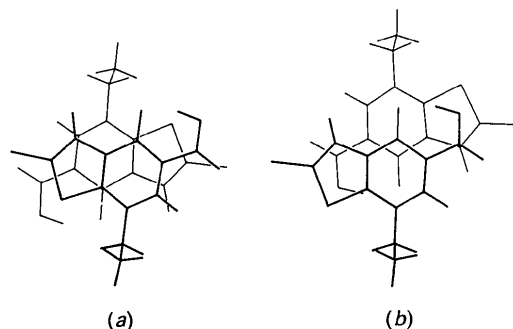


Fig. 2. Recouvrements moléculaires: (a) entre les molécules (I) et (II), (b) entre les molécules (II) et (I)+c. La différence de recouvrement montre clairement le regroupement des molécules par paires.

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres des atomes d'hydrogène et des paramètres d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52107: 26 pp.). On peut obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

recouvrement des nuages π et à une distance moyenne de 3,3 Å. Ces dimères forment des chaînes selon la direction de l'axe c par recouvrement entre les molécules (II) et (I) + c séparées par une distance plus grande de 3,5 Å (Fig. 2). La cohésion cristalline est essentiellement assurée par de multiples interactions de van der Waals.

Références

- BOMPART, J., GIRAL, L. & MALICORNE, G. (1989). *Eur. J. Med. Chem.* Sous presse.
- BOMPART, J., GIRAL, L., MALICORNE, G. & PUYGRENIER, M. (1987). *Eur. J. Med. Chem.* **22**, 139–145.
- COPPENS, P., LEISEROWITZ, L. & RABINOVICH, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035–1038.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Tome IV, édité par J. A. IBERS & W. C. HAMILTON. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht, Pays-Bas.)
- CRUMPLIN, G. C. (1988). *Rev. Infect. Dis.* **10**, S2–S8.
- CYGLER, M. & HUBER, C. P. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 1052–1055.
- CZUGLER, M., ARGAY, GY., FRANK, J., MESZAROS, Z., KUTSCHABSKY, L. & RECK, G. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 3124–3126.
- GELLERT, M., MIZUUCHI, K., O'DEA, M. H., ITOH, T. & TOMIZAWA, J. (1977). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, **74**, 4772–4776.
- GESA XVIII (1988). *Quinolones*. Cannes.
- GILMORE, C. J. (1984). *J. Appl. Cryst.* **17**, 42–46.
- HUBER, C. P., SAKE GOWDA, D. S. & ACHARYA, K. R. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 497–499.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- POLYCARPE, C., CHANH, N. B., COTRAIT, M., GAULTIER, J. & HAGET, Y. (1983). *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **101**, 143–154.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- SUGINO, A., PEEBLES, C. L., KREUZER, K. N. & COZZARELLI, N. R. (1977). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, **74**, 4767–4771.
- TOSHIYUKI, Y., YUKO, M. & KATSUMIC, M. (1983) *Takeda Kenkyusho Ho*, **42**, 297–307.

SHORT-FORMAT PAPERS

Contributions intended for publication under this heading should follow the format given in the Checklist for Authors [*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1–4].

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1986–1988

Structure of Hexaamminecobalt(III) Chloride Hexachlorotellurate(IV) 1·64-Water

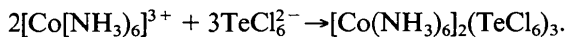
BY A. DU BOIS AND W. ABRIEL*

Institut für Anorganische Chemie und SFB 173 der Universität, Callinstr. 9, D-3000 Hannover 1,
Federal Republic of Germany

(Received 6 April 1989; accepted 3 July 1989)

Abstract. [Co(NH₃)₆]Cl(TeCl₆)·1·64H₂O, $M_r = 566.43$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 7.808$ (4), $b = 10.932$ (5), $c = 11.094$ (7) Å, $\alpha = 100.98$ (6), $\beta = 89.8$ (1), $\gamma = 105.01$ (3)°, $V = 896.9$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 2.122$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 33.83$ cm⁻¹, $F(000) = 556$, $T = 293$ K, $R = 0.0412$ for 2113 reflexions ($F > 3\sigma_F$). The TeCl₆²⁻ anions show a distorted octahedral structure with three short Te—Cl distances (mean 2.46 Å) and three longer Te—Cl distances (mean 2.61 Å). The idealized point symmetry of the anion is $3m$. Due to the noncentrosymmetric crystal field this static distortion conforms to the symmetry rules for the stereochemistry of the lone-pair electrons in AX_6E systems.

Experimental. TeO₂ was dissolved in concentrated hydrochloric acid. Upon addition of a solution of [Co(NH₃)₆]Cl₃ (prepared according to Brauer, 1981), the following reaction was expected:



With a twofold excess of TeO₂ single crystals of orange color grew from the clear solution. An energy dispersive X-ray analysis yielded a Te/Co ratio of 1:1 and a Te/Cl ratio of about 1:8. These results contradicted the above reaction.

The crystal used for the data collection was placed in a capillary in order to protect it from moisture. The instability of the crystals (due to a loss of crystal water) prevented a longer-lasting lattice examination by film methods. The intensity variation of standard reflexions during the diffractometer measurements

* Author to whom correspondence should be addressed. Present address: Institut für Anorganische Chemie der Universität, PO Box 397, D-8400 Regensburg, Federal Republic of Germany.