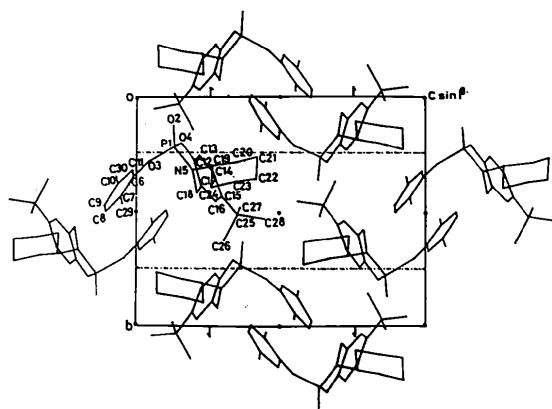


Table 2. Selected bond lengths (Å), bond angles (°) and torsion angles (°) for phosphorus compounds (1a)–(1e)

	(1a)					
	I	II	(1b)	(1c)	(1d)	(1e)
P(1)—O(2)	1.446 (3)	1.452 (3)	1.456 (2)	1.453 (3)	1.451 (3)	1.450 (1)
P(1)—O(3)	1.608 (3)	1.601 (4)	1.585 (3)	1.583 (2)	1.590 (3)	1.588 (1)
P(1)—O(4)	1.580 (3)	1.587 (3)	1.592 (2)	1.567 (2)	1.589 (2)	1.591 (1)
P(1)—N(5)	1.617 (4)	1.624 (3)	1.631 (3)	1.635 (3)	1.625 (3)	1.619 (1)
N(5)—C(18)	1.484 (5)	1.447 (6)	1.471 (4)	1.483 (4)	1.485 (5)	1.477 (2)
C(12)—O(4)	1.400 (5)	1.404 (5)	1.396 (4)	1.397 (3)	1.406 (3)	1.408 (2)
C(6)—O(3)	1.394 (6)	1.383 (5)	1.395 (4)	1.408 (3)	1.409 (4)	1.405 (2)
C(18)—N(5)—P(1)	118.3 (3)	122.7 (3)	113.3 (2)	116.5 (2)	113.2 (2)	114.7 (1)
N(5)—P(1)—O(4)	104.6 (2)	104.0 (2)	109.0 (1)	103.8 (1)	107.6 (1)	107.0 (1)
P(1)—O(4)—C(12)	122.1 (2)	118.4 (3)	120.2 (2)	124.4 (2)	122.5 (2)	121.7 (1)
N(5)—P(1)—O(3)	104.0 (3)	104.4 (2)	105.3 (1)	109.1 (1)	105.9 (1)	106.5 (1)
O(4)—P(1)—O(2)	110.8 (2)	112.2 (2)	111.8 (1)	114.0 (2)	112.1 (1)	112.5 (1)
O(3)—P(1)—O(2)	114.2 (2)	113.0 (2)	117.7 (1)	114.2 (1)	115.8 (1)	115.8 (1)
P(1)—O(3)—C(6)	119.7 (3)	123.7 (3)	123.1 (2)	121.8 (2)	122.7 (2)	124.6 (1)
N(5)—P(1)—O(3)—C(6)	177.6 (4)	170.4 (3)	−56.1 (3)	−89.7 (3)	−63.5 (3)	−57.4 (2)
O(4)—P(1)—O(3)—C(6)	62.6 (3)	74.7 (4)	−167.7 (2)	162.3 (2)	−174.5 (3)	−167.6 (1)
O(2)—P(1)—O(3)—C(6)	−47.5 (4)	−36.5 (4)	73.9 (3)	40.9 (3)	66.1 (3)	73.0 (2)
P(1)—O(3)—C(6)—C(7)	−82.1 (6)	−63.8 (6)	150.6 (3)	−78.8 (3)	131.3 (3)	147.5 (2)

Fig. 2. The packing of the molecule viewed down the *a* axis.

## References

- FRIEDMAN, O. M., PAPANASTASSIOU, Z. B. & LEVI, R. S. (1963). *J. Med. Chem.* **6**, 82.
- JEFFREY, G. A., POPLER, J. A. & RADOM, L. (1972). *Carbohydr. Res.* **25**, 117–131.
- NARDELLI, M. (1983). *J. Comput. Chem.* **7**, 95–98.
- NUFFEL, P. VAN, LENSTRA, A. T. H. & GEISE, H. J. (1980). *Cryst. Struct. Commun.* **9**, 733–738.
- SELLADURAI, S. & SUBRAMANIAN, K. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 2221–2223.
- SELLADURAI, S., SUBRAMANIAN, K. & NAGARAJU, C. (1989). *Proc. Indian Acad. Sci. (Chem. Sci.)*, **101**, 519–527.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SHELDRICK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Program for the solution of crystal structures. Univ. of Göttingen, Germany.
- SUBRAMANIAN, K., SELLADURAI, S. & PONNUSWAMY, M. N. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1387–1389.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 1058–1060

## 12-Imino-12*H*-benzimidazo[2,1-*b*][1,3]benzothiazine

PAR N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

ET Y. METTEY ET J.-M. VIERFOND

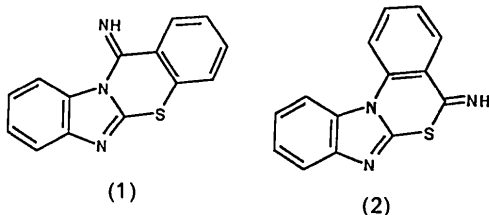
Laboratoire de Chimie organique, Faculté de Pharmacie, 34 Rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

(Reçu le 13 juillet 1990, accepté le 26 octobre 1990)

**Abstract.** C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>S, *M<sub>r</sub>* = 251.3, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>/*c*, *a* = 7.698 (1), *b* = 18.436 (4), *c* = 8.360 (2) Å, β = 107.09 (1)°, *V* = 1134.1 (8) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.472 Mg m<sup>−3</sup>, μ = 0.25 mm<sup>−1</sup>, λ(Mo *K*α) = 0.7107 Å, *F*(000) = 520, *T* = 293 (1) K, *R* = 0.035 for 1491 independent observed reflections. The molecule

is approximately planar. All bonds of the non-benzenic *B* and *C* rings have at least a partial  $\pi$  character. The molecules are linked to each other by a weak N—H...N hydrogen bond [3.225 (2) Å, 153 (2)°] and form infinite chains parallel to the *a* axis. The structure can also be regarded as constituted of layers of molecules which spread out along the  $y = 0$  and  $y = \frac{1}{2}$  planes.

**Introduction.** La réaction de condensation du 2-mercaptobenzimidazole et d'un halogénobenzonitrile donne un produit pour lequel on peut envisager les deux structures moléculaires représentées ci-dessous [(1) et (2)].



L'étude cristallographique de ce composé a été entreprise parce que les spectres de RMN de  $^1\text{H}$  et de  $^{13}\text{C}$  n'ont pas permis de choisir entre ces deux formules. Des cristaux ont été obtenus par évaporation lente d'une solution dans la pyridine.

**Partie expérimentale.** Cristal approximativement parallélépipédique:  $0,07 \times 0,22 \times 0,40$  mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions pour lesquelles  $5,55 \leq \theta \leq 16,95^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,617 \text{ \AA}^{-1}$ .  $0 \leq h \leq 9$ ,  $0 \leq k \leq 22$ ,  $-10 \leq l \leq 9$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $3\bar{1}1$ , 400 et  $0,1\bar{0}0$ . Variations non significatives de *I* au cours des mesures. 2228 réflexions indépendantes mesurées, 737 inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Pas de corrections d'absorption. Affinement basé sur les *F*. Programme à matrice entière. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, pp. 99, 149). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* de tous les atomes et  $\beta_{ij}$  de C, N et S. *B* de chaque H pris égal à  $B_{\text{eq}}$  de l'atome lié à H augmenté de  $1 \text{ \AA}^2$ .  $R = 0,035$ ,  $wR = 0,042$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $S = 1,429$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$ ,  $|\Delta\rho|_{\text{max}} = 0,15 (5) e \text{ \AA}^{-3}$ . Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976).

**Discussion.** Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportés dans le Tableau 1, les longueurs et les

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

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}accos\beta + \beta_{23}bccos\alpha).$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}$ (Å <sup>2</sup> )
C(1)	1,1005 (3)	0,0643 (1)	0,3024 (3)	3,62 (5)
C(2)	1,1583 (3)	0,1257 (1)	0,3946 (3)	4,37 (6)
C(3)	1,0477 (3)	0,1589 (1)	0,4770 (3)	4,46 (6)
C(4)	0,8792 (3)	0,1308 (1)	0,4633 (3)	3,93 (5)
C(4a)	0,8188 (3)	0,0690 (1)	0,3688 (3)	2,95 (4)
S(5)	0,60007 (7)	0,04184 (4)	0,36243 (7)	3,76 (1)
C(5a)	0,5656 (3)	-0,0302 (1)	0,2271 (2)	2,93 (4)
N(6)	0,4091 (2)	-0,0637 (1)	0,1778 (2)	3,40 (4)
C(6a)	0,4366 (3)	-0,1194 (1)	0,0758 (3)	3,20 (5)
C(7)	0,3128 (3)	-0,1705 (1)	-0,0131 (3)	3,82 (5)
C(8)	0,3711 (3)	-0,2193 (1)	-0,1109 (3)	4,07 (6)
C(9)	0,5485 (3)	-0,2179 (1)	-0,1198 (3)	4,13 (6)
C(10)	0,6744 (3)	-0,1679 (1)	-0,0318 (3)	3,66 (5)
C(10a)	0,6146 (3)	-0,1184 (1)	0,0650 (2)	2,84 (4)
N(11)	0,6982 (2)	-0,05941 (9)	0,1644 (2)	2,73 (4)
C(12)	0,8791 (3)	-0,0345 (1)	0,1913 (2)	2,90 (4)
C(12a)	0,9300 (3)	0,0332 (1)	0,2879 (2)	2,76 (4)
N(13)	0,9785 (2)	-0,0740 (1)	0,1299 (2)	4,24 (4)

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles des liaisons (°)

C(1)—C(2)	1,369 (3)	C(6a)—C(7)	1,390 (3)
C(1)—C(12a)	1,405 (3)	C(6a)—C(10a)	1,399 (3)
C(2)—C(3)	1,385 (4)	C(7)—C(8)	1,376 (4)
C(3)—C(4)	1,370 (4)	C(8)—C(9)	1,390 (4)
C(4)—C(4a)	1,386 (3)	C(9)—C(10)	1,382 (3)
C(4a)—S(5)	1,743 (2)	C(10)—C(10a)	1,384 (3)
C(4a)—C(12a)	1,402 (3)	C(10a)—N(11)	1,405 (3)
S(5)—C(5a)	1,714 (2)	N(11)—C(12)	1,420 (2)
C(5a)—N(6)	1,308 (3)	C(12)—C(12a)	1,475 (3)
C(5a)—N(11)	1,386 (3)	C(12)—N(13)	1,269 (3)
N(6)—C(6a)	1,390 (3)		
C(2)—C(1)—C(12a)	121,8 (2)	C(7)—C(8)—C(9)	121,1 (2)
C(1)—C(2)—C(3)	120,0 (2)	C(8)—C(9)—C(10)	122,0 (2)
C(2)—C(3)—C(4)	119,8 (2)	C(9)—C(10)—C(10a)	116,7 (2)
C(3)—C(4)—C(4a)	120,6 (2)	C(6a)—C(10a)—C(10)	121,9 (2)
C(4)—C(4a)—S(5)	114,4 (2)	C(6a)—C(10a)—N(11)	105,0 (2)
C(4)—C(4a)—C(12a)	120,8 (2)	C(10)—C(10a)—N(11)	133,1 (2)
S(5)—C(4a)—C(12a)	124,8 (2)	C(5a)—N(11)—C(10a)	105,4 (2)
C(4a)—S(5)—C(5a)	101,8 (1)	C(5a)—N(11)—C(12)	127,7 (2)
S(5)—C(5a)—N(6)	121,6 (2)	C(10a)—N(11)—C(12)	126,9 (2)
S(5)—C(5a)—N(11)	124,2 (1)	N(11)—C(12)—C(12a)	116,8 (2)
N(6)—C(5a)—N(11)	114,2 (2)	N(11)—C(12)—N(13)	115,5 (2)
C(5a)—N(6)—C(6a)	104,5 (2)	C(12a)—C(12)—N(13)	127,7 (2)
N(6)—C(6a)—C(7)	128,6 (2)	C(1)—C(12a)—C(4a)	117,0 (2)
N(6)—C(6a)—C(10a)	111,0 (2)	C(1)—C(12a)—C(12)	118,9 (2)
C(7)—C(6a)—C(10a)	120,3 (2)	C(4a)—C(12a)—C(12)	124,2 (2)
C(6a)—C(7)—C(8)	117,9 (2)		

angles des liaisons dans le Tableau 2.\* La Fig. 1 représente la molécule et la Fig. 2 la projection de la structure sur la face (100). Les numéros attribués aux atomes et les lettres utilisées pour désigner les cycles sont indiqués sur la Fig. 1. Le plan moyen *P(A)* est

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, 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 53693: 15 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

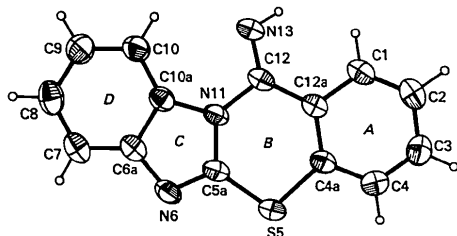


Fig. 1. Dessin de la molécule, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

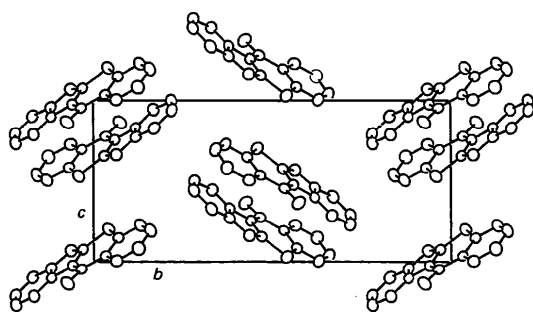


Fig. 2. Projection de la structure sur la face (100).

calculé avec tous les atomes constituant le cycle *A*. Il en est de même respectivement pour les plans moyens  $P(B)$ ,  $P(C)$ ,  $P(D)$  et  $P(ABCD)$ .

Les cycles *C* et *D* sont plans et le cycle *A* pratiquement plan ( $\chi^2 = 87$ ). Par contre, la planéité de l'hétérocycle *B* et celle de la molécule ne sont qu'approximatives. En effet, les distances à  $P(B)$  des atomes du cycle *B* atteignent 0,050 (2) Å et celles à  $P(ABCD)$  de l'ensemble des atomes des quatre cycles 0,148 (2) Å. La distance de N(13) à  $P(ABCD)$  est égale à 0,298 (2) Å.

C(12)—N(13) [1,269 (3) Å] est une double liaison. Il en est de même, dans le cycle *C*, de C(5a)—N(6) [1,308 (3) Å]. Les longueurs des autres liaisons des cycles *B* et *C* (Tableau 2) indiquent un caractère  $\pi$  partiel pour S(5)—C(5a), N(6)—C(6a) et les trois liaisons issues de N(11) et un caractère  $\pi$  très partiel pour C(4a)—S(5) et C(12)—C(12a). Les distances C—C entre atomes voisins ont pour longueurs extrêmes 1,369 (3) et 1,405 (3) Å dans le cycle *A* [moyenne 1,386 (6) Å], 1,376 (4) et 1,399 (3) dans le cycle *D* [moyenne 1,387 (3) Å]. Les valeurs des angles valencielles endocycliques expérimentent l'allongement du cycle *B* dans la direction S(5)C(12) et celui du cycle *D* dans la direction C(7)C(10). Ces déformations sont dues aux tensions existant dans le cycle *C* auxquelles s'ajoute, dans le cas du cycle *B*, l'hybridation  $sp^3$  tronquée de l'hétéroatome.

La liaison hydrogène N(13)—H(13)···N(6') [3,225 (2) Å, 153 (2)°] [(i) 1 + x, y, z] unit deux molécules qui se déduisent l'une de l'autre par la translation *a*. Ainsi, les molécules forment des chaînes infinies parallèles à l'axe *a*. La Fig. 2 montre que la structure peut aussi être considérée comme formée de couches de molécules que s'étendent au voisinage des plans  $y = 0$  et  $y = \frac{1}{2}$ .

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 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.

## 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. (1991). C47, 1060–1062*

### Structure of Hexaaquachromium(III) Nitrate Trihydrate

BY D. LAZAR, B. RIBÁR, V. DIVJAKOVIĆ AND Cs. MÉSZÁROS

*Institute of Physics, University of Novi Sad, 21000 Novi Sad, Dr Ilije Djuričića 4, Yugoslavia*

(Received 27 June 1990; accepted 6 November 1990)

**Abstract.**  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 400.1$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 13.967$  (1),  $b = 9.6528$  (9),  $c = 10.981$  (1) Å,  $\beta = 95.41^\circ$ ,  $V = 1473.87$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.802$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 6.71$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 828$ , final  $R = 0.030$  for 2567 unique reflections. The structure comprises two crys-