

Table 4. Selected torsion angles

$\tau_1$	C(4)–C(5)–N(1)–C(13)	–162.1°	$\tau_9$	C(15)–N(2)–C(16)–C(17)	–177.7°
$\tau_2$	C(7)–C(12)–N(1)–C(13)	165.1	$\tau_{10}$	C(15)–N(2)–C(19)–C(18)	–179.0
$\tau_3$	C(5)–N(1)–C(13)–C(14)	143.4	$\tau_{11}$	C(19)–N(2)–C(16)–C(17)	–59.2
$\tau_4$	C(12)–N(1)–C(13)–C(14)	–64.1	$\tau_{12}$	C(16)–N(2)–C(19)–C(18)	60.9
$\tau_5$	N(1)–C(13)–C(14)–C(15)	158.0	$\tau_{13}$	N(2)–C(16)–C(17)–N(3)	58.7
$\tau_6$	C(13)–C(14)–C(15)–N(2)	–80.8	$\tau_{14}$	N(2)–C(19)–C(18)–N(3)	–59.3
$\tau_7$	C(14)–C(15)–N(2)–C(16)	–83.1	$\tau_{15}$	C(16)–C(17)–N(3)–C(20)	173.8
$\tau_8$	C(14)–C(15)–N(2)–C(19)	159.9	$\tau_{16}$	C(19)–C(18)–N(3)–C(20)	–174.2
			$\tau_{17}$	C(16)–C(17)–N(3)–C(18)	–56.4
			$\tau_{18}$	C(19)–C(18)–N(3)–C(17)	56.3

than is generally found, the range of C–S bonds in this group of compounds lying between 1.75 and 1.78 Å. However, a value of 1.734 (8) Å was reported for trifluorpromazine (Phelps & Cordes, 1974) and short C–S bonds [mean 1.733 (3) Å] were also observed in one member of the thioxanthone series, 2-chlorothioxanthone (Chu & Yang, 1976). The sum of the angles about N(1) is 354.3°; thus N(1) forms the apex of a flattened pyramid with C(6), C(12), C(13) as the base.

The molecular configuration and atomic numbering are illustrated in Fig. 1, drawn by *ORTEP* (Johnson, 1970). Table 3 shows that the benzene rings are planar within the limits of precision whereas S and N(1) lie asymmetrically out of the planes. The dihedral angle between the planes is 140.7°. Table 4 lists selected torsion angles, calculated by the method of Allen & Rogers (1969). It is interesting to note that  $\tau_3$  and  $\tau_4$  are close to the values found in 7-hydroxychlorpromazine (McDowell, 1977) but the remaining angles in the first column of Table 4 clearly relate the molecule to chlorpromazine. The values of  $\tau_9$ – $\tau_{18}$  demonstrate the symmetry of the piperazine ring. Fig. 2 (drawn by *PLUTO*, a program written by Dr W. D. S. Motherwell) illustrates the packing of the molecules in the unit cell. There are no abnormally short intermolecular contacts.

The author is indebted to the South African Council of Scientific and Industrial Research for a running-expenses grant and sincerely thanks Dr G. Gafner of the CSIR for the data-collection service.

#### References

- ALLEN, F. H. & ROGERS, D. (1969). *Acta Cryst.* B25, 1326–1330.  
*British Pharmaceutical Codex* (1973). P. 358. London: The Pharmaceutical Press.  
 CHU, S. S. C. & YANG, H. T. (1976). *Acta Cryst.* B32, 2248–2250.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321–324.  
 JOHNSON, C. K. (1970). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 MCDOWELL, J. J. H. (1977). *Acta Cryst.* B33, 771–774.  
 PHELPS, D. W. & CORDES, A. W. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2812–2816.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76. A Program for Crystal Structure Determination*. Univ. of Cambridge, England.  
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.  
 XRAY system (1972). Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland, revised 1974.

*Acta Cryst.* (1978). B34, 689–691

## Réexamen de la Structure du Complexe Hexaméthylènetétrathiofulvalène–Tétracyanoquinodiméthane

PAR D. CHASSEAU, G. COMBERTON, J. GAULTIER ET C. HAUW

Laboratoire de Cristallographie, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

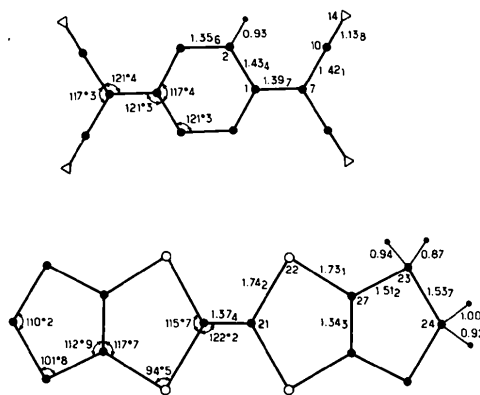
(Reçu le 19 septembre 1977, accepté le 6 octobre 1977)

**Abstract.** HMTTF–TCNQ, orthorhombic, *Pmna*,  $a = 12.462$  (4),  $b = 3.901$  (2),  $c = 21.597$  (6) Å,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.54$  g cm<sup>-3</sup>; in agreement with previously published work by Greene, Mayerle, Schumaker, Castro,

Chaikin, Etemad & La Placa [*Solid State Commun.* (1976), 20, 943–946]. The cell constants and intensity data were collected with an Enraf–Nonius CAD-4 automatic diffractometer, Cu  $K\alpha$  radiation and a

Tableau 1. Coordonnées atomiques ( $\times 10^4$ ; pour H  $\times 10^3$ )

	x	y	z
C(1)	5000 (0)	7008 (15)	550 (2)
C(2)	5983 (2)	5946 (10)	264 (2)
C(7)	5000 (0)	9009 (14)	1087 (2)
C(10)	5973 (3)	10077 (11)	1369 (1)
N(14)	6757 (3)	10923 (11)	1593 (2)
C(21)	0 (0)	744 (14)	288 (2)
S(22)	1184 (1)	1735 (3)	679 (0)
C(23)	1011 (3)	4707 (11)	1923 (2)
C(24)	0 (5)	5809 (14)	2278 (3)
C(27)	539 (3)	3283 (10)	1331 (1)
H(32)	664 (3)	656 (9)	44 (2)
H(33)	142 (3)	319 (9)	210 (2)
H(43)	149 (3)	651 (9)	182 (2)
H(34)		484 (9)	266 (2)
H(44)		838 (9)	231 (2)

Fig. 1. Distances (Å) et angles ( $^{\circ}$ ) interatomiques.

graphite monochromator. The final  $R$  value was 0.04 for 1132 measured reflexions. Bond lengths and angles are similar to those observed in related crystal structures. Thermal motion was investigated.

**Introduction.** Greene *et al.* (1976) ont publié la structure de HMTTF-TCNQ en faisant beaucoup de réserves sur la qualité du cristal ayant servi à la mesure en diffraction X. Ces auteurs ont même exprimé quelques doutes quant au système cristallographique et au groupe spatial; ils suggèrent dans leur article de reprendre l'étude cristallographique bien qu'ils affirment qu'au niveau de l'organisation rien de fondamental ne doit changer.

La synthèse et la cristallisation de ce composé ont été réalisées au Laboratoire de Chimie Structurale Organique de l'Université de Montpellier. Les cristaux se présentent sous forme de petites plaquettes noires à éclat métallique. Maille et intensités diffractées ont été mesurées sur un diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius avec la radiation  $\text{Cu } K\alpha$ . Les clichés de diffraction X présentent de très fines et faibles traînées de dispersion sur certaines rangées parallèles à  $(00l)$ , en particulier celles pour lesquelles  $k = 1$ . Nous avons mesuré les réflexions  $hkl$  et  $\bar{h}kl$  et avons calculé les intensités moyennes. Le facteur de reliabilité final ainsi obtenu est  $R = 0,04$  pour 1132 réflexions indépendantes. Les coordonnées des atomes sont consignés dans le Tableau 1.\* Les longueurs de liaison et les angles de valence sont donnés sur la Fig. 1.

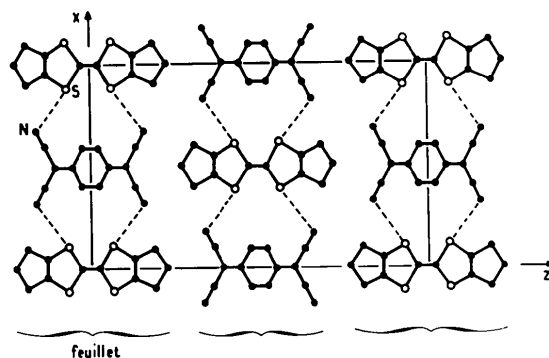


Fig. 2. Organisation structurale.

**Discussion.** Les écarts types sont de 0,004 Å pour les liaisons C-C et C-N, de 0,003 Å pour les liaisons C-S; ils sont de  $0,3^{\circ}$  pour les angles que font ces liaisons entre elles. Pour les liaisons C-H, ils valent 0,03 Å.

A partir des longueurs de liaisons du TCNQ, nous pouvons évaluer selon la méthode développée par Flandrois & Chasseau (1977), le transfert de charge à 0,54. Du fait de la position particulière du TCNQ, aucune moyenne n'a pu être effectuée sur les longueurs de liaison considérées, ce qui diminue la précision du résultat.

L'organisation structurale (Fig. 2) est la même que celle donnée par les précédents auteurs. Nous noterons cependant que les distances interplanaires sont légèrement différentes: nous trouvons 3,26 entre plans TCNQ au lieu de 3,23 Å, de 3,55 entre plans HMTTF au lieu de 3,57 Å. Nous avons utilisé pour le TCNQ le plan moyen des huit atomes du squelette quinonique d'équation  $0,8333y - 0,5529z = 1,6253$  et pour HMTTF le plan moyen des 10 atomes du squelette

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 33073: 14 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

TTF d'équation  $-0,9122y - 0,4097z = 0$ . Les angles d'inclinaison de ces plans par rapport au plan (010) sont respectivement 33,6 et 24,2°; les modes de recouvrement sont les mêmes que ceux rencontrés dans la structure du TTF-TCNQ (Kistenmacher, Phillips & Cowan, 1974).

Greene *et al.* (1976) ont trouvé un résidu moléculaire de 8% dans une position plan symétrique par rapport au plan (010). Nous avons calculé une série différence en fin d'affinement et nous avons confirmé l'existence de densité électronique résiduelle. Nous avons pu l'évaluer à un taux de 5% en introduisant dans l'affinement des facteurs d'occupation. Le facteur *R* final reste inchangé et les modifications apportées aux paramètres atomiques sont insignifiantes. L'existence d'une macule rend compte du résidu.

Les piles de TCNQ et de HMTTF sont strictement ordonnées et enchaînées par liaisons S...N fortes (quatre par molécule, S...N = 3,25 Å); leur succession dans la direction cristallographique *a* est rigoureuse. Elles forment des feuillets (001) ne se reproduisant pas de façon régulière créant donc de légères traînées.

Selon Weger & Friedel (1977) dans le cas du TTF-TCNQ les approches S...N doivent favoriser les échanges électroniques entre les piles de TCNQ et de TTF. Dans le cas présent le calcul des tenseurs de translation et de rotation autour des axes d'inertie des

molécules indique que le TCNQ vibre comme un corps rigide. Dans la direction S...N l'amplitude de la translation est 0,13 Å, celle de la rotation 1,5°, soit 0,12 Å. L'amplitude de la translation dans la direction normale au plan moléculaire est de 0,13 Å.

Le mouvement de la molécule HMTTF dans la direction S...N s'exprime uniquement en terme de translation: son amplitude est 0,14 Å. L'amplitude de la translation dans la direction normale au plan moléculaire est 0,17 Å.

Nous remercions Mme Toreilles, MM Fabre et Giral du Laboratoire de Chimie Structurale Organique de Montpellier pour la préparation des échantillons cristallins et l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

#### Références

- FLANDROIS, S. & CHASSEAU, D. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2744-2750.  
 GREENE, R. L., MAYERLE, J. J., SCHUMAKER, R., CASTRO, G., CHAIKIN, P. M., ETEMAD, S. & LA PLACA, S. J. (1976). *Solid State Commun.* 20, 943-946.  
 KISTENMACHER, T. J., PHILLIPS, T. E. & COWAN, D. O. (1974). *Acta Cryst.* B30, 763-768.  
 WEGER, M. & FRIEDEL, J. (1977). *J. Phys. (Paris)*, 38, 241-259.

*Acta Cryst.* (1978). B34, 691-693

## 2,5-Dimethyl-1,2-diselenolo[1,5-*b*][1,2]oxaselenole

BY V. BUSETTI, G. VALLE AND R. BARDI

*Istituto di Chimica Organica, Università di Padova, and Biopolymer Research Center, CNR, 35100 Padova, Italy*

(Received 21 June 1977; accepted 26 August 1977)

**Abstract.** C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>OSe<sub>2</sub>, *M<sub>r</sub>* = 266.1, monoclinic, *P*<sub>2</sub><sub>1</sub>/*c*, *a* = 4.45 (1), *b* = 10.89 (1), *c* = 17.58 (2) Å, β = 95.93 (5)°, *U* = 848.1 Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>o</sub>* = 2.0 (by flotation), *D<sub>c</sub>* = 2.08 g cm<sup>-3</sup>, μ(Cu *K*α) = 110 cm<sup>-1</sup>. The molecule is nearly planar and bond lengths indicate that the electronic distribution is not simply described by a ketonic formula.

**Introduction.** Crystals were prepared by Traverso (1958). Data were collected with Ni-filtered Cu *K*α radiation by the multiple-film equi-inclination Weissenberg method for layers *Ok*l to 4*kl*, and 1395 reflections

were observed. For interlayer scaling, *hnl* reflections (recorded on precession photographs with Zr-filtered Mo *K*α radiation) were used. The structure was solved by Patterson and Fourier methods and refined anisotropically by a full-matrix least-squares program to *R* = 0.10. The *ORFLS* program (Busing, Martin & Levy, 1962), as adapted in the XRAY 70 system (1970), on an IBM 7094/7040 DCS computer, was applied; the weighting scheme was  $w = \{1 + [(k|F_o| - b)/a]^2\}^{-1}$  with  $a = 8|F_{\min}| = 32$ ,  $b = 5|F_{\min}| = 20$  and  $k = 0.8$ . The atomic scattering factors were obtained from *International Tables for X-ray Crystallography* (1968), and,