MATHEW, M. & PALENIK, G. J. (1974). *Acta Cryst.* B**30**, 2381–2385.
NEWCOMB, M. & CRAM, D. J. (1975). *J. Amer. Chem. Soc.* **97**, 1257–1259.
SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst.* B**24**, 63–76.
SHMUELI, U. (1972). *TMA. Thermal Motion Analysis*, Department of Chemistry, Tel-Aviv Univ., Tel-Aviv.
STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
STROUSE, C. E. (1975). To be published.
SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions.* Supplement. Spec. Publ. No. 18. London: The Chemical Society.
TRUTER, M. R. (1973). *Struct. Bond.* **16**, 71–111.
WALLWORK, S. C. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 758–759.

Acta Cryst. (1975). B**31**, 2600

Die Kristallstruktur von Bis-(*N,N'*-diäthylthioselenocarbamato)-kupfer(II)

VON J. KAISER, R. RICHTER UND J. SIELER

*Sektion Chemie der Karl-Marx-Universität, DDR-*701 *Leipzig, Liebigstrasse* 18, *DDR*

(*Eingegangen am* 19. *November* 1974; *angenommen am* 4. *April* 1975)

The crystal and molecular structure of bis-(*N,N'*-diethylthioselenocarbamato)copper(II) has been determined by single-crystal X-ray diffraction methods. The structure was solved by conventional Patterson and Fourier heavy-atom techniques followed by block-diagonal least-squares refinement which resulted in an *R* value of 0·13 for 2040 independent reflexions from Weissenberg photographs. The crystals are monoclinic with space group $P2_1/c$ and cell dimensions (Guinier data) $a=9{\cdot}575$ (6), $b=11{\cdot}245$ (6), $c=16{\cdot}791$ (8) Å, $\beta=112{\cdot}89$ (8)° and $Z=4$. The copper atom is located inside a tetragonal pyramid of chalcogen atoms which consists of two centrosymmetrically related molecules of the complex. Its position is 0·27 Å above the base of two sulphur and two selenium atoms in a *trans* position and 2·884 Å below a fifth atom (selenium) belonging to the second molecule of the pair. The other average bond distances are Se–C 1·82, S–C 1·83, C–N 1·36 and N–C 1·49 Å.

In den letzten Jahren wurden von Newman & White (1972), Peyronel, Pignedoli & Antolini (1972), Agre & Shugam (1972) und anderen Röntgenkristallstrukturanalysen von Dithiocarbamatkomplexen (Ligand dtc^-) mit Übergangsmetallen publiziert. Demgegenüber gibt es nur wenige Arbeiten (Bonamico & Dessy, 1971; Noordik & Smits, 1974) über Strukturbestimmungen von Diselenocarbamaten (Ligand dsc^-).

Tanaka & Sonoda (1971) sowie Heber, Kirmse & Hoyer (1972) synthetisierten Komplexe mit dem Liganden Thioselenocarbamat (tsc^-). Wir untersuchten das Bischelat $Cu(tsc)_2$, wobei im Laufe der Strukturbestimmung ein Teil der ursprünglich publizierten Kristalldaten (Kaiser, Hoyer & Höhne, 1972) korrigiert werden musste. Die Kristallstruktur von $Cu(tsc)_2$, deren Parameter nach dem letzten Ver-

Tabelle 1. *Atomkoordinaten und anisotrope Temperaturfaktoren* ($\times 10^4$) *für* $Cu(tsc)_2$ *mit Standardabweichungen* (*e.s.d.*) *in Klammern*

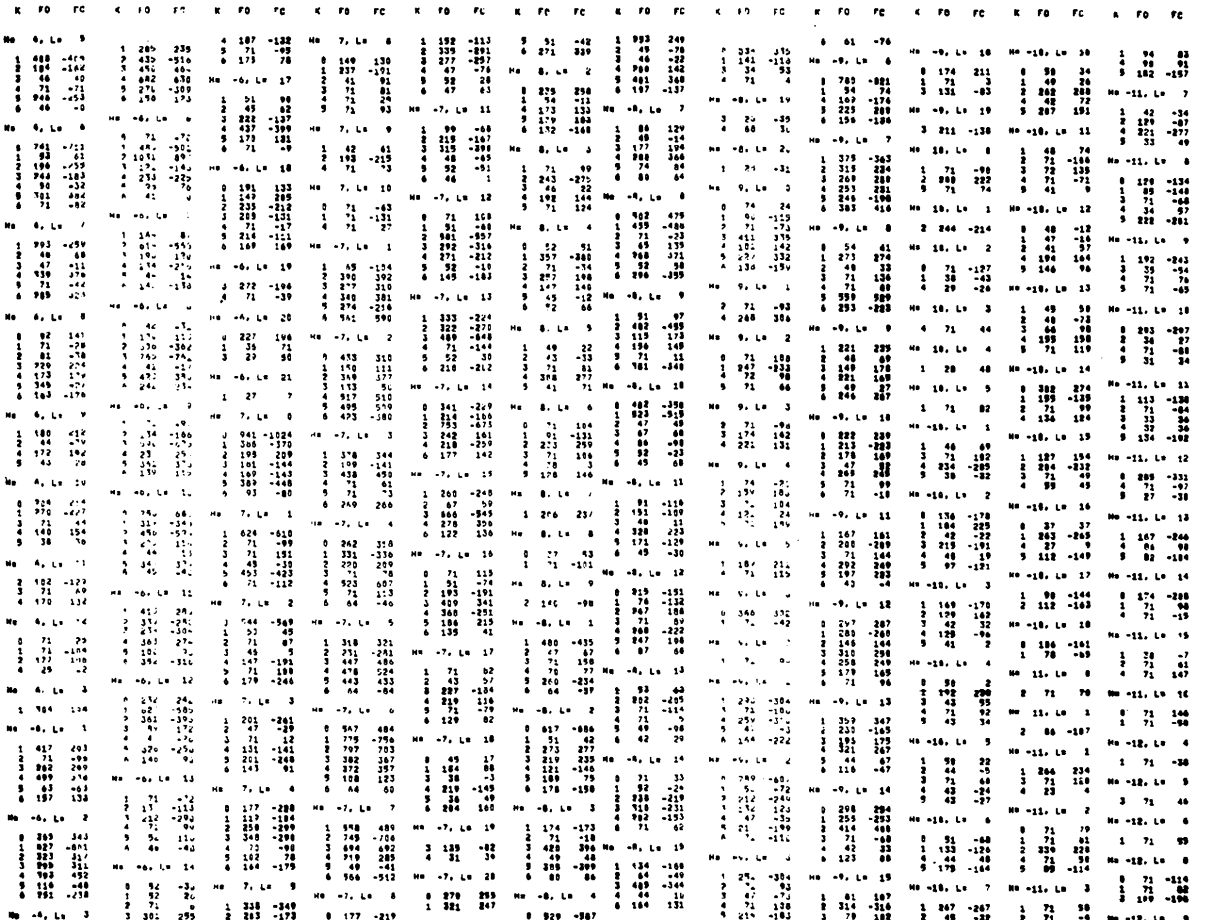
Die Temperaturkoeffizienten b_{ij} sind durch den Ausdruck $T=\exp[-(b_{11}h^2+b_{22}k^2+b_{33}l^2+b_{12}hk+b_{13}hl+b_{23}kl)]$ gegeben.

	x	y	z	b_{11}	b_{22}	b_{33}	b_{23}	b_{13}	b_{12}
Cu(1)	1933 (3)	319 (3)	652 (2)	141 (4)	78 (6)	43 (1)	−12 (3)	65 (3)	−15 (6)
Se(2)	3441 (3)	2187 (3)	1081 (2)	178 (4)	120 (5)	57 (1)	−9 (3)	85 (3)	−16 (6)
S(3)	2019 (4)	625 (5)	2057 (2)	76 (4)	13 (8)	20 (1)	−9 (4)	22 (4)	−13 (7)
S(4)	2583 (5)	−313 (6)	−487 (3)	128 (5)	20 (9)	30 (2)	−13 (5)	74 (5)	−36 (9)
Se(5)	730 (3)	−1698 (3)	315 (2)	164 (3)	108 (5)	45 (1)	−1 (3)	69 (4)	−5 (5)
N(6)	372 (2)	270 (2)	276 (1)	116 (23)	111 (32)	45 (7)	−17 (22)	54 (21)	−29 (38)
N(7)	139 (1)	−265 (2)	−101 (1)	92 (16)	38 (26)	27 (5)	−13 (16)	36 (14)	2 (27)
C(8)	313 (2)	194 (2)	207 (1)	99 (19)	36 (33)	30 (6)	26 (20)	47 (18)	−17 (34)
C(9)	465 (2)	375 (3)	277 (2)	211 (35)	40 (48)	67 (12)	−34 (33)	112 (33)	−99 (57)
C(10)	357 (2)	244 (3)	359 (1)	121 (39)	123 (39)	31 (9)	−45 (26)	32 (24)	−76 (45)
C(11)	358 (3)	480 (3)	243 (2)	208 (41)	124 (50)	68 (13)	−74 (37)	92 (38)	−16 (64)
C(12)	486 (3)	160 (3)	418 (2)	147 (42)	151 (51)	72 (14)	−22 (38)	53 (39)	−52 (67)
C(13)	156 (2)	−170 (2)	−50 (1)	119 (22)	36 (35)	36 (7)	3 (22)	60 (20)	−17 (38)
C(14)	214 (2)	−267 (3)	−164 (1)	179 (29)	77 (42)	38 (10)	−2 (29)	93 (27)	−29 (50)
C(15)	43 (3)	−375 (3)	−100 (1)	149 (30)	76 (44)	55 (10)	−9 (29)	74 (28)	−3 (50)
C(16)	107 (3)	−242 (3)	−257 (2)	194 (37)	115 (48)	47 (12)	−42 (35)	63 (34)	−133 (61)
C(17)	139 (3)	−480 (3)	−52 (2)	197 (37)	134 (46)	62 (12)	−14 (35)	116 (35)	54 (60)

Tabelle 2. *Beobachtete und berechnete Strukturfaktoren*

K	FO	FC
H= 0, L= 1		
1	2702	2216
2	521	-496
3	396	-381
4	410	-342
5	1087	1073
6	873	-870
H= 0, L= 2		
0	1643	1578
1	1723	-1430
2	341	342
3	198	86
4	148	101
5	1615	-1536
6	1218	1194
H= 0, L= 3		
1	904	581
2	261	-293
3	259	-387
4	398	-326
5	883	448
6	946	-970
H= 0, L= 4		
0	741	283
1	129	-188
2	902	919
3	34	-94
4	454	-456
5	1117	-1153
6	683	636
H= 0, L= 5		
1	928	414
2	218	196
3	556	-597
4	1269	-1240
5	557	-510
6	693	-581
H= 0, L= 6		
0	1441	-1479
1	1038	1132
2	394	-298
3	1365	-1358
4	868	-820
5	1031	-1021
6	71	46
H= 0, L= 7		
1	1198	-1182
2	465	439
3	749	-738
4	1372	-1357
5	243	-233
6	71	61
H= 0, L= 8		
0	446	-504
1	1187	1144
2	1438	-1377
3	221	-205
4	257	-143
5	53	-45
6	282	-344
H= 0, L= 9		
1	998	-477
2	787	794
3	608	-629
4	150	-191
5	141	-71
6	396	359
H= 0, L= 10		
0	189	-128
1	398	397
2	442	-427
3	71	139
4	97	-108
5	176	-139
6	919	-948
H= 0, L= 11		
1	836	-484
2	186	188
3	71	132
4	48	-45
5	164	-189
6	187	-197
H= 0, L= 12		
0	794	-798
1	213	-198
2	71	-11
3	811	808
5	148	-138
6	86	-124
H= 0, L= 13		
1	840	-243
2	470	461
3	462	431
5	780	-249
6	347	376
H= 0, L= 14		
0	310	-247
1	367	272
2	681	570
3	274	277
5	186	218
6	89	-132
H= 0, L= 15		
1	239	289
2	187	118
3	481	466
5	89	-118
6	161	134
H= 0, L= 16		
0	288	-157
1	144	164
2	330	341
3	282	-230
H= 0, L= 17		
1	47	-59
2	58	-12
3	150	170
H= 1, L= 0		
0	888	872
1	887	-884
2	963	475
3	180	-97
4	419	-414
5	1149	-1186
6	594	623
H= 1, L= 1		
1	292	[illegible]
2	71	[illegible]
3	297	[illegible]
4	920	-983
5	[illegible]	[illegible]
6	513	-577
H= 1, L= 2		
0	446	347
1	924	921
2	226	-195
3	[illegible]	-193
4	532	-605
5	373	-352
6	731	691
H= 1, L= 3		
1	[illegible]	-143
2	1914	1930
3	765	-825
4	1293	-1193
5	373	-296
6	715	644
H= 1, L= 4		
0	983	498
1	1372	1379
2	292	-331
3	675	-824
4	127	-239
5	152	-246
6	98	93
H= 1, L= 5		
1	94	-119
2	544	504
3	782	-704
4	1114	-1070
5	330	275
6	71	115
H= 1, L= 6		
0	71	-11
1	672	780
2	417	-862
3	119	-103
4	133	129
5	349	-310
6	111	125
H= 1, L= 7		
1	353	-385
2	736	720
3	373	-380
4	276	287
5	204	247
6	389	397
H= 1, L= 8		
0	219	167
1	302	229
2	151	94
3	856	791
4	264	269
5	144	-189
6	247	-250
H= 1, L= 9		
1	299	237
2	71	36
3	826	882
4	136	147
5	199	-281
6	221	-193
H= 1, L= 10		
0	493	-526
1	103	-97
2	785	749
3	71	-8
4	42	74
5	416	-397
6	227	-196
H= 1, L= 11		
1	303	-219
2	138	177
3	689	669
4	227	-243
5	238	-236
H= 1, L= 12		
0	465	-443
1	552	586
2	444	426
3	169	-161
4	168	161
5	147	157
6	93	-119
H= 1, L= 13		
1	260	147
2	133	183
3	534	487
4	71	-145
5	116	-116
6	78	46
H= 1, L= 14		
0	54	-24
1	76	-103
2	267	287
3	189	-199
4	71	163
5	186	-186
6	329	-327
H= 1, L= 15		
1	71	-141
2	190	-281
5	46	-92
6	179	-198
H= 1, L= 16		
0	279	-340
1	173	-139
2	164	-195
6	118	-83
H= 1, L= 17		
1	288	-283
H= 1, L= 18		
0	179	-181
H= -1, L= 1		
1	1484	1505
2	272	274
3	855	-801
4	369	-306
5	568	643
6	784	773
H= -1, L= 2		
0	2813	2822
1	597	-536
2	154	-179
3	1802	-985
4	71	182
5	71	-31
6	654	797
H= -1, L= 3		
1	1254	1201
2	71	135
3	1311	-1336
4	399	-365
5	1517	1424
6	425	-365
H= -1, L= 4		
0	1323	1497
1	382	-212
2	1523	-1426
3	363	291
4	374	484
5	224	-291
6	462	448
H= -1, L= 5		
1	718	707
2	167	72
3	461	-426
4	71	57
5	233	317
6	463	-539
H= -1, L= 6		
0	787	722
1	347	-359
2	23	19
3	24	-5
4	566	-482
5	1072	-1020
6	153	192
H= -1, L= 7		
1	183	-98
2	398	-251
3	369	-289
4	687	-761
5	331	-388
6	641	-681
H= -1, L= 8		
0	1472	-1428
1	789	798
2	365	-392
3	312	-273
4	989	-913
5	694	-685
6	301	257
H= -1, L= 9		
1	990	-897
2	876	825
3	197	-183
4	488	-624
5	405	-308
6	523	432
H= -1, L= 10		
0	320	-347
1	1186	1281
2	224	-276
3	71	-156
4	289	-328
5	94	60
6	179	-289
H= -1, L= 11		
1	142	-71
2	728	661
3	281	-303
4	481	-569
5	64	-58
6	421	431
H= -1, L= 12		
0	69	76
1	386	375
2	588	-585
3	41	-8
4	133	203
5	228	-286
6	261	-286
H= -1, L= 13		
1	329	-296
2	428	433
3	88	-81
4	71	-82
5	163	174
6	218	177
H= -1, L= 14		
0	285	-260
1	255	236
2	248	258
3	468	486
4	284	194
5	222	287
6	46	54
H= -1, L= 15		
1	[illegible]	[illegible]
2	276	[illegible]
3	348	374
4	388	372
5	51	-32
6	119	125
H= -1, L= 16		
0	186	141
1	93	-6
2	514	582
3	46	60
4	228	179
5	71	-92
6	179	-180
H= -1, L= 17		
1	91	73
2	71	-67
3	240	393
4	121	-144
5	135	-46
6	71	[illegible]
H= -1, L= 18		
0	143	-131
1	45	49
2	255	226
3	71	-67
4	157	169
5	36	-32
6	71	49
H= -1, L= 19		
1	38	76
3	310	246
4	71	0
5	26	-12
H= -1, L= 20		
0	128	145
1	71	6
3	71	-47
H= 2, L= 0		
0	1554	-1452
1	2812	2860
2	1286	-1186
3	1927	-1884
4	1564	-1567
5	431	-386
6	442	417
H= 2, L= 1		
1	1876	-1830
2	1337	1428
3	1698	-1614
4	1146	-1145
5	98	-83
6	498	428
H= 2, L= 2		
0	308	369
1	1562	1564
2	1817	-1945
3	143	141
4	319	-249
5	143	-22
6	288	-314
H= 2, L= 3		
1	319	-350
2	789	841
3	921	-1073
4	71	-222
5	75	23
6	388	374
H= 2, L= 4		
0	257	276
1	144	158
2	1203	-1165
3	443	577
4	219	206
5	408	-422
6	448	-495
H= 2, L= 5		
1	725	-651
2	839	824
3	482	-362
4	257	170
5	71	-135
6	274	276
H= 2, L= 6		
0	979	-943
1	294	197
2	611	695
3	1283	1161
4	145	113
5	71	82
6	269	248
H= 2, L= 7		
1	511	379
2	654	673
3	917	854
4	572	494
5	198	-202
6	408	564
H= 2, L= 8		
0	139	-36
1	559	561
2	1352	1351
3	36	-47
4	197	218
5	219	244
6	131	-124
H= 2, L= 9		
1	342	297
2	169	198
3	907	920
4	417	-440
5	71	-182
6	178	187
H= 2, L= 10		
0	131	-91
1	483	379
2	494	592
3	282	-380
4	349	387
5	98	-27
6	46	126
H= 2, L= 11		
1	138	167
2	184	149
3	491	533
4	48	-32
5	195	279
6	168	137
H= 2, L= 12		
0	612	585
1	58	-87
2	183	122
3	47	-61
4	497	463
5	52	69
6	386	-345
H= 2, L= 13		
1	287	187
2	389	-318
3	338	339
5	50	-60
6	386	-384
H= 2, L= 14		
0	287	-280
1	367	-359
2	46	49
3	169	-156
4	71	68
5	235	-323
6	222	-167
H= 2, L= 15		
1	328	-298
2	234	-222
5	123	-110
6	193	-214
H= 2, L= 16		
0	428	-393
1	224	-179
2	38	-16
H= 2, L= 17		
1	36	-56
H= 2, L= 18		
0	141	-154
H= -2, L= 1		
1	505	-401
2	199	164
3	482	-483
4	1845	1908
5	544	-560
6	539	465
H= -2, L= 2		
0	305	-305
1	724	664
2	228	339
3	127	84
4	1090	-1081
5	1513	1368
6	405	343
H= -2, L= 3		
1	365	490
2	71	35
3	431	-384
4	404	322
5	45	14
6	864	915
H= -2, L= 4		
0	549	625
1	839	863
2	348	-386
3	232	-391
4	148	-74
5	992	932
6	817	805
H= -2, L= 5		
1	1563	1561
2	684	608
3	481	-469
4	444	363
5	1813	1033
6	1034	930
H= -2, L= 6		
0	2546	2570
1	1381	1243
2	175	-180
3	329	331
4	858	790
5	543	455
6	235	270
H= -2, L= 7		
1	1716	1705
2	271	201
3	71	-200
4	291	-365
5	978	1021
6	71	-63
H= -2, L= 8		
0	1920	1837
1	676	-591
2	71	-18
3	71	109
4	585	447
5	1186	-1053
6	433	401
H= -2, L= 9		
1	479	452
2	126	-55
3	71	24
4	408	-498
5	432	381
6	595	-690
H= -2, L= 10		
0	238	188
1	168	109
2	241	198
3	283	247
4	71	-165
5	538	-598
6	368	355
H= -2, L= 11		
1	71	49
2	599	597
3	233	146
4	524	-669
5	275	-264
6	188	-121
H= -2, L= 12		
0	163	-303
1	467	599
2	928	988
3	619	-572
4	288	-428
5	529	-558
6	71	148
H= -2, L= 13		
1	224	-217
2	95	169
3	281	-231
4	856	-856
5	134	-72
6	184	-182
H= -2, L= 14		
0	419	-358
1	547	559
2	475	-433
3	355	-358
4	49	-43
5	216	-188
6	46	26
H= -2, L= 15		
1	343	-334
2	359	343
3	282	-216
4	86	-84
5	[illegible]	-22
6	161	104
H= -2, L= 16		
0	64	82
1	262	276
2	219	[illegible]
3	71	111
4	274	164
5	49	-41
6	322	-291
H= -2, L= 17		
1	51	-38
2	45	-11
3	44	59
4	45	-85
5	127	-123
6	83	-56
H= -2, L= 18		
0	252	-217
1	221	-139
2	42	-44
3	40	21
4	71	9
5	71	-178
6	71	-107
H= -2, L= 19		
1	265	-242
3	195	87
4	88	86
5	71	-68
H= -2, L= 20		
0	287	-301
1	34	26
3	71	143
H= -2, L= 21		
1	19	29
H= 3, L= 0		
0	140	-110
1	726	724
2	1543	-1657
3	334	325
4	103	127
5	467	-425
6	107	-108
H= 3, L= 1		
1	81	-155
2	811	770
3	656	-597
4	293	219
5	174	221
6	78	-8
H= 3, L= 2		
0	203	-256
1	210	281
2	71	24
3	425	472
4	413	-321
5	375	-291
6	508	-537
H= 3, L= 3		
1	915	-479
2	438	548
3	603	667
4	487	-388
5	676	-657
6	372	-442
H= 3, L= 4		
0	1190	-1142
1	358	433
2	652	609
3	71	74
4	32	-16
5	412	-296
6	115	96
H= 3, L= 5		
1	425	-294
2	919	845
3	921	676
4	171	-225
5	285	-315
6	595	534
H= 3, L= 6		
1	711	685
2	680	694
3	188	118
4	125	178
5	173	154
6	109	-291
H= 3, L= 7		
1	386	252
2	249	288
3	595	594
4	503	-514
5	201	-238
6	803	811
H= 3, L= 8		
0	62	17
1	289	323
2	817	273
3	518	-454
4	389	418
5	328	-287
6	141	-218
H= 3, L= 9		
1	288	-261
2	221	-173
3	43	67
4	71	-183
5	258	197
6	46	-44
H= 3, L= 10		
0	141	-192
1	141	-138
2	143	-148
3	219	180
4	243	218
5	71	113
6	187	-153
H= 3, L= 11		
1	52	-56
2	164	-157
3	928	194
4	381	368
5	71	-148
6	219	-119
H= 3, L= 12		
0	337	-292
1	435	-369
2	291	403
3	47	44
4	48	-64
5	49	-70
6	219	-207
H= 3, L= 13		
1	273	-221
2	259	-244
3	90	103
5	144	-161
6	170	-130
H= 3, L= 14		
0	502	-370
1	173	-133
2	42	-92
3	41	-19
4	41	-19
5	146	140
H= 3, L= 15		
1	128	-75
2	37	40
H= 3, L= 16		
0	71	74
H= 3, L= 17		
1	110	111
H= -3, L= 1		
1	723	-686
2	649	-558
3	1209	-1204
4	1495	1389
5	489	476
6	183	-9
H= -3, L= 2		
0	294	-273
1	1206	-1233
2	717	-832
3	914	923
4	579	-481
5	1204	1057
6	149	-102
H= -3, L= 3		
1	934	709
2	198	-347
3	424	-448
4	1228	1102
5	925	-149
6	179	-173
H= -3, L= 4		
0	289	156
1	1805	-961
2	415	302
3	555	690
4	446	-463
5	157	192
6	554	576
H= -3, L= 5		
1	227	213
2	119	-41
3	71	-110
4	958	377
5	759	166
6	419	386
H= -3, L= 6		
0	785	866
1	482	742
2	302	319
3	191	76
4	926	-239
5	936	874
6	913	873
H= -3, L= 7		
1	1389	1328
2	975	494
3	864	185
4	71	-78
5	437	404
6	650	659
H= -3, L= 8		
0	2818	2757
1	769	657
2	228	145
3	918	-384
4	835	432
5	193	-148
6	379	389
H= -3, L= 9		
1	997	960
2	83	79
3	379	-469
4	985	-983
5	988	981
6	147	-131
H= -3, L= 10		
0	1184	1294
1	180	-57
2	489	-398
3	888	-870
4	180	269
5	728	-668
6	688	997
H= -3, L= 11		
1	315	354
2	52	24
3	930	-488
4	140	-149
5	498	471
6	624	-534
H= -3, L= 12		
0	233	388
1	193	-198
2	158	162
3	184	174
4	282	-218
5	673	-648
6	133	113
H= -3, L= 13		
1	71	-6
2	71	39
3	239	-268
4	623	-521
5	376	-295
6	495	-587
H= -3, L= 14		
0	550	-490
1	276	235
2	311	-273
3	586	-495
4	234	-293
5	669	-530
6	46	-37
H= -3, L= 15		
1	657	-596
2	106	143
3	247	-265
4	385	-382
5	311	-277
6	44	-16
H= -3, L= 16		
0	678	-598
1	374	383
2	283	-264
3	47	47
4	371	-247
5	70	42
6	[illegible]	-86
H= -3, L= 17		
1	238	-236
2	377	344
3	71	-112
4	71	-72
5	172	-198
6	370	[illegible]
H= -3, L= 18		
0	45	-97
1	250	214
2	205	-147
3	41	-37
4	41	-37
5	41	[illegible]
6	223	-212
H= -3, L= 19		
1	320	-176
3	36	-23
4	35	-53
5	34	72
H= -3, L= 20		
0	243	-211
1	36	-11
3	260	176
H= -3, L= 21		
1	26	-32
H= 4, L= 0		
0	659	-633
1	302	252
2	1474	1260
3	1310	1285
4	391	-396
5	101	[illegible]
6	137	171
H= 4, L= 1		
1	784	623
2	652	609
3	1649	1567
4	71	-65
5	193	-263
6	257	245
H= 4, L= 2		
0	71	-157
1	772	817
2	1347	1446
3	550	-434
4	376	329
5	297	-324
6	106	-64
H= 4, L= 3		
1	219	276
2	307	432
3	950	1009
4	786	-774
5	104	132
6	215	256
H= 4, L= 4		
0	71	74
1	1140	1047
2	476	454
3	495	-577
4	544	691
5	289	179
6	157	-149
H= 4, L= 5		
1	552	441
2	274	238
3	660	673
4	280	-274
5	71	86
6	167	-232
H= 4, L= 6		
0	510	365
1	236	-232
2	242	196
3	271	-281
4	787	691
5	565	-594
6	621	-642
H= 4, L= 7		
1	187	-175
2	430	-419
3	94	171
4	547	-516
5	156	-151
6	568	-598
H= 4, L= 8		
0	814	-882
1	522	-515
2	152	-116
3	44	-81
4	47	-89
5	459	-468
6	193	-122
H= 4, L= 9		
1	549	-558
2	153	-176
4	156	158
5	246	-272
6	234	-232
H= 4, L= 10		
0	689	-577
1	249	-229
2	159	94
3	191	175
4	184	-232
5	51	29
6	211	-240
H= 4, L= 11		
1	271	-312
2	217	-169
3	71	46
4	71	-29
5	313	-378
H= 4, L= 12		
0	387	-397
1	51	39
2	71	-135
3	291	-305
4	139	-218
5	133	115
H= 4, L= 13		
1	267	-310
2	41	-96
3	212	-189
H= 4, L= 14		
0	42	-66
1	71	-15
2	177	-164
4	33	-7
H= 4, L= 15		
1	102	85
H= 4, L= 16		
0	211	284
H= -4, L= 1		
1	197	-193
2	771	-783
3	218	146
4	619	-673
5	65	78
6	524	-465
H= -4, L= 2		
0	254	333
1	125	-119
2	1111	-1098
3	501	-557
4	323	347
5	215	239
6	115	48
H= -4, L= 3		
1	96	-57
2	552	-572
3	847	-535
4	292	315
5	332	318
6	199	-163
H= -4, L= 4		
0	602	564
1	707	-689
2	1208	-1214
3	225	-98
4	166	-141
5	71	-7
6	274	-282
H= -4, L= 5		
1	254	-246
2	1218	-1118
3	1211	-1379
4	318	288
5	33	21
6	759	-666
H= -4, L= 6		
0	109	91
1	940	-998
2	1294	-1236
3	469	642
4	506	-487
5	232	-199
6	521	394
H= -4, L= 7		
1	624	-545
2	96	-149
3	1057	-965
4	1014	958
5	36	-31
6	89	36
H= -4, L= 8		
0	400	-328
1	216	-215
2	244	318
3	639	607
4	993	-938
5	672	589
6	472	469
H= -4, L= 9		
1	350	347
2	384	277
3	438	-371
4	103	-62
5	251	-174
6	494	468
H= -4, L= 10		
0	778	714
1	382	416
2	111	35
3	468	-488
4	313	-322
5	162	157
6	549	515
H= -4, L= 11		
1	229	233
2	388	487
3	578	-612
4	71	-145
5	579	548
6	303	291
H= -4, L= 12		
0	857	984
1	615	584
2	543	-587
3	71	-83
4	292	262
5	506	421
6	325	268
H= -4, L= 13		
1	569	539
2	388	258
3	115	-160
4	197	97
5	348	237
6	192	134
H= -4, L= 14		
0	878	886
1	58	-36
2	71	-33
3	65	76
4	212	168
5	412	-365
6	46	-44
H= -4, L= 15		
1	185	142
2	47	-27
3	48	-74
4	348	-250
5	73	97
6	274	-285
H= -4, L= 16		
0	288	-268
1	54	-13
2	83	-27
3	95	143
4	205	-79
5	422	-315
6	216	177
H= -4, L= 17		
1	71	-89
2	277	213
3	71	119
4	71	-18
5	46	-47
6	71	96
H= -4, L= 18		
0	118	-180
1	389	245
2	328	234
3	42	29
4	71	-73
5	41	-34
6	71	-94
H= -4, L= 19		
1	44	48
3	157	141
4	358	-271
5	153	-187
H= -4, L= 20		
0	171	-110
1	282	186
3	286	-191
H= -4, L= 21		
1	187	-181
H= 5, L= 0		
0	248	165
1	1860	1078
2	1095	987
3	248	-311
4	437	393
5	282	259
6	293	-321
H= 5, L= 1		
1	469	418
2	269	336
3	678	661
4	775	-731
5	117	147
6	382	483
H= 5, L= 2		
0	71	124
1	149	184
2	153	175
3	221	-236
4	449	508
5	143	-174
6	71	-36
H= 5, L= 3		
1	71	69
2	173	113
3	486	532
4	897	159
5	478	417
6	128	-174
H= 5, L= 4		
0	71	3
1	378	-343
2	344	339
3	319	292
4	472	412
5	47	-14
6	468	-389
H= 5, L= 5		
1	91	32
2	277	-209
3	622	632
4	71	7
5	312	-323
6	435	-416
H= 5, L= 6		
0	534	-511
1	349	-342
2	174	216
3	258	-242
4	67	95
5	398	-328
6	383	-279
H= 5, L= 7		
1	535	-494
2	214	-262
3	253	205
4	49	-17
5	327	-282
6	222	-231
H= 5, L= 8		
0	781	-648
1	53	-22
2	71	73
3	67	97
4	58	-59
5	136	161
6	89	-59
H= 5, L= 9		
1	107	-118
2	48	-12
4	48	118
5	204	-204
6	232	162
H= 5, L= 10		
0	53	-92
1	52	-7
2	71	118
3	143	-127
4	46	-58
5	184	45
6	87	-171
H= 5, L= 11		
1	49	-60
2	179	-187
3	71	-187
4	71	-79
5	42	52
H= 5, L= 12		
0	64	-33
1	141	-142
2	255	-222
4	37	45
H= 5, L= 13		
1	39	-38
H= 5, L= 14		
0	71	164
2	26	56
4	71	14
H= -5, L= 1		
1	384	261
2	953	-881
3	853	810
4	71	-113
5	253	-237
6	842	-792
H= -5, L= 2		
0	1023	-924
1	611	-622
2	318	409
3	799	-668
4	59	-79
5	151	-63
6	118	152
H= -5, L= 3		
1	631	-503
2	458	-517
3	199	-286
4	34	-4
5	459	-418
6	258	-256
H= -5, L= 4		
0	484	-346
1	33	-29
2	290	-149
3	412	-398
4	345	-346
5	493	457
6	71	-68
H= -5, L= 5		
1	357	-303
2	444	-478
3	663	-696
4	156	-149
5	137	-177
6	89	71
H= -5, L= 6		
0	376	348
1	551	-478
2	1395	-1305
3	449	-392
4	351	-248
5	67	96
6	181	-130
H= -5, L= 7		
1	984	-812
2	473	-515
3	1473	-1448
4	418	387
5	283	257
6	132	187
H= -5, L= 8		
0	143	131
1	825	-808
2	1159	-1059
3	959	872
4	624	-526
5	414	435
6	393	335
H= -5, L= 9		
1	39	-61
2	79	-84
3	696	-656
4	1308	1275
5	62	61
6	71	129
H= -5, L= 10		
0	399	248
1	163	-264
2	71	34
3	393	364
4	244	-284
5	475	510
6	176	118
H= -5, L= 11		
1	266	234
2	39	-38
3	71	-118
4	203	303
5	67	-69
6	259	241
H= -5, L= 12		
0	288	164
1	327	381
2	283	228
3	42	4
4	71	-115
5	482	366
6	671	568
H= -5, L= 13		
1	621	592
2	497	446
3	48	45
4	71	183
5	497	310
6	552	484
H= -5, L= 14		
0	977	907
1	463	344
2	341	236
3	147	145
4	335	320
5	283	149
6	166	113
H= -5, L= 15		
1	797	721
2	63	138
3	139	161
4	313	-371
5	447	381
6	109	78
H= -5, L= 16		
0	749	647
1	93	138
2	95	64
3	358	-281
4	351	222
5	498	-372
6	187	171
H= -5, L= 17		
1	103	177
2	46	32
3	45	-17
4	347	-267
5	398	299
6	255	-234
H= -5, L= 18		
0	196	158
1	71	15
2	43	-16
3	71	99
4	41	93
5	292	-238
6	71	71
H= -5, L= 19		
3	71	89
4	194	-169
5	35	-97
H= -5, L= 20		
0	171	-124
1	38	51
3	225	-190
H= -5, L= 21		
1	163	-164
H= 6, L= 0		
0	345	316
1	319	-277
2	195	-166
3	249	-163
4	482	387
5	887	-841
6	395	-364
H= 6, L= 1		
1	982	-584
2	466	-388
3	71	93
4	154	-156
5	71	88
6	497	-465
H= 6, L= 2		
0	875	-876
1	391	-378
2	167	-169
3	198	225
4	71	-63
5	162	-197
6	280	-249
H= 6, L= 3		
1	439	-387
2	112	-142
3	295	283
4	252	314
5	531	-548
6	114	-86
H= 6, L= 4		
0	894	-961
1	223	-183
2	448	433
3	63	-42
4	363	-432
5	72	-17
6	247	-266

Tabelle 2 (*Fort.*)



feinerungszyklus in Tabelle 1 angegeben sind, nimmt in einer Reihe von Kristalldaten (Kimura, Yasuoka, Kasai & Kakudo, 1972), (Wijnhoven, Bosman & Beurskens, 1972) eine Mittelstellung zwischen $Cu(dtc)_2$ (Bonamico, Dessy, Mugnoli, Vaciago & Zambonelli, 1965) und $Cu(dsc)_2$ (Bonamico & Dessy, 1971) ein und ist isostrukturell mit den genannten Verbindungen. Die beobachteten und berechneten Strukturfaktoren sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Die Struktur des $Cu(tsc)_2$ ist aus diskreten Molekülen aufgebaut. Die asymmetrische Einheit enthält ein Molekül. Jedoch haben die über die Symmetriezentren der Raumgruppe verbundenen Moleküle einen relativ geringen Abstand voneinander und bilden Paare, eine Struktureigenschaft, die auch an anderen Biskomplexen der Liganden dsc^- und dtc^- beobachtet wurde. Es liegen keine Dimeren vor (Newman, Raston & White, 1973).

In Tabelle 3 sind die Bindungslängen und -winkel des Moleküles $Cu(tsc)_2$ angegeben. Die intramolekularen Cu–S- bzw. Cu–Se-Bindungen in beiden Molekülhälften sind nicht signifikant verschieden. Ihre Mittelwerte sind gegenüber den reinen Dithio- bzw. Diselenoverbindungen um 0,03 Å bzw. 0,07 Å länger, während die Se–C-Bindungslänge auf Grund des partiellen Doppelbindungscharakters mit 1,82 Å kürzer als eine Se–C-Einfachbindung ist. Die S–C-Bindung ist mit 1,83 Å länger als bisher gefundene S–C-Bindungslängen vergleichbarer Substanzen. Das IR-Spektrum liefert im Rahmen seiner Aussagekräftigkeit einen Hinweis auf eine Bindungsaufweitung. Wir finden für die (C=S)-Bande eine Verschiebung nach

Tabelle 3. *Intramolekülare Abstände* (Å) *und Winkel* (°) *für* $Cu(tsc)_2$ *mit Standardabweichungen* (*e.s.d.*) *in Klammern*

Cu(1)–Se(2)	2,491 (4)	C(13)–N(7)	1,35 (3)
Cu(1)–Se(5)	2,508 (4)	N(6)—C(9)	1,47 (4)
Cu(1)–S(3)	2,354 (4)	N(6)—C(10)	1,48 (3)
Cu(1)–S(4)	2,339 (5)	N(7)—C(14)	1,49 (3)
Se(2)–C(8)	1,82 (2)	N(7)—C(15)	1,54 (3)
Se(5)–C(13)	1,82 (2)	C(9)—C(11)	1,52 (4)
S(3)—C(8)	1,82 (2)	C(10)–C(12)	1,56 (4)
S(4)—C(13)	1,84 (2)	C(14)–C(16)	1,52 (3)
C(8)—N(6)	1,37 (3)	C(15)–C(17)	1,52 (4)
Se(2)–Cu(1)–S(3)	78,3 (1)	Se(5)–C(13)–N(7)	120 (2)
S(4)—Cu(1)–Se(5)	77,6 (2)	C(8)—N(6)—C(10)	121 (2)
Cu(1)–Se(2)–C(8)	81,7 (6)	C(13)–N(7)—C(15)	123 (2)
Cu(1)–Se(5)–C(13)	82,8 (6)	C(8)—N(6)—C(9)	124 (2)
Cu(1)–S(3)—C(8)	85,8 (6)	C(13)–N(7)—C(14)	120 (2)
Cu(1)–S(4)—C(13)	87,4 (7)	C(9)—N(6)—C(10)	116 (2)
Se(2)–C(8)—S(3)	114 (1)	C(14)–N(7)—C(15)	117 (2)
S(4)—C(13)–Se(5)	112 (1)	N(6)—C(10)–C(12)	112 (2)
S(3)—C(8)—N(6)	125 (2)	N(7)—C(15)–C(17)	113 (2)
S(4)—C(13)–N(7)	128 (2)	N(6)—C(9)—C(11)	107 (2)
Se(2)–C(8)—N(6)	121 (2)	N(7)—C(14)–C(16)	114 (2)

niederen Wellenzahlen (907 cm^{-1}) gegenüber der im reinen $Cu(dtc)_2$ zu beobachtenden und für die (C=Se)-Bande eine Verschiebung nach höheren Wellenzahlen (840 cm^{-1}) gegenüber der im reinen $Cu(dsc)_2$ (830 cm^{-1}) gemessenen Wellenzahl. Jensen & Krishnan (1970) geben für die Lage der (C=S)- und (C=Se)-Bande vergleichbarer Verbindungen Werte von 910–915 cm^{-1} bzw. 820–830 cm^{-1} an. Die Bindungslängen zeigen, dass der Bindungsausgleich durch Delokalisierung im Chelatring behindert wird. Die Se–C-Bindung besitzt starken Doppelbindungs-, die S–C-Bindung Einfachbindungscharakter. Für die C–N-Bindung finden wir in Übereinstimmung mit einer Reihe von Dithiocarbamaten einen Wert von 1,36 Å.

Die Autoren danken den Herren Dr R. Heber und Dr R. Kirmse für fördernde Diskussionen und ihr stetes Interesse an dieser Arbeit.

Literatur

AGRE, V. M. & SHUGAM, E. A. (1972). *Zh. Strukt. Khim.* **13**, 660–664.

BONAMICO, M. & DESSY, G. (1971). *J. Chem. Soc.* S. 264–269.

BONAMICO, M., DESSY, G., MUGNOLI, A., VACIAGO, A. & ZAMBONELLI, L. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 886–897.

HEBER, R., KIRMSE, R. & HOYER, E. (1972). *Z. anorg. allgem. Chem.* **293**, 159–167.

JENSEN, K. A. & KRISHNAN, V. (1970). *Acta Chem. Scand.* **24**, 1088–1090.

KAISER, J., HOYER, E. & HÖHNE, E. (1972). *Z. Chem.* **12**, 118–119.

KIMURA, T., YASUOKA, N., KASAI, N. & KAKUDO, M. (1972). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **45**, 1649–1654.

NEWMAN, P. W. G., RASTON, C. L. & WHITE, A. H. (1973). *J. Chem. Soc.* S. 1332–1335.

NEWMAN, P. W. G. & WHITE, A. H. (1972). *J. Chem. Soc.* S. 1460–1463.

NOORDIK, J. H. & SMITS, J. M. M. M. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 253–256.

PEYRONEL, G., PIGNEDOLI, A. & ANTOLINI, L. (1972). *Acta Cryst.* B**28**, 3596–3600.

TANAKA, T. & SONODA, N. (1971). *Inorg. Chem.* **10**, 2337–2339.

WIJNHOVEN, J. G., BOSMAN, W. P. J. H. & BEURSKENS, P. T. (1972). *J. Cryst. Mol. Struct.* **2**, 7–15.

Acta Cryst. (1975). B**31**, 2603

The Crystal Structure of Tetramethyl-*p*-phenylene Ditoluene-*p*-sulphonate

BY M. W. WIECZOREK

Technical University, 36 *Zwirki Street*, 90–924 *Lódź*, *Poland*

AND N. G. BOKIY AND YU. T. STRUCHKOV

Institute of Elemento-Organic Compounds, *Academy of Sciences*, *Moscow*, *U.S.S.R.*

(*Received* 3 *January* 1975; *accepted* 21 *April* 1975)

A complete X-ray investigation was carried out for tetramethyl-*p*-phenylene ditoluene-*p*-sulphonate, $C_{24}H_{26}O_6S_2$. The compound crystallizes in the triclinic system with $a=8{\cdot}791_5$, $b=11{\cdot}109_1$, $c=7{\cdot}405_1$ Å, $\alpha=112{\cdot}53$, $\beta=120{\cdot}40$, $\gamma=86{\cdot}35°$, $V=568{\cdot}44$ Å^3, $\varrho_{calc}=1{\cdot}393$, $\varrho_{obs}=1{\cdot}381$ g cm^{-3}, $N=1$, space group $P\bar{1}$. X-ray data were obtained on an automatic four-circle Hilger–Watts diffractometer. Least-squares full-matrix refinement of the structure with the use of isotropic temperature factors led to $R=9{\cdot}0$ %.

Introduction

Adams and co-workers (1940–1961) observed restricted rotation around the C–N bond in a series of suitably substituted aryl amines. Böhm & Zamłyński (1967) anticipated a similar phenomenon in the series of diesters of dihydroxybenzenes. On the basis of model considerations, they supposed that as for amines restricted rotation should lead to the occurrence of stable rotamers. However, despite very careful separa-