

the computations were carried out on the FACOM 270-30 computer at this Institute. Part of the cost of this research was met by a Scientific Research Grant from the Ministry of Education, to which the authors' thanks are due.

References

- BAGGIO, S. & BECKA, L. N. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 946-954.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- ITO, T. & SHIBATA, M. (1975). *Chem. Lett. (Japan)*, pp. 375-378.
 IWATA, M., NAKATSU, K. & SAITO, Y. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 2562-2571.
 MATSUMOTO, K. & KUROYA, H. (1972). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **45**, 1755-1759.
 OONISHI, I., SATO, S. & SAITO, Y. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 2256-2258.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175-3187.
 WILLIAMS, R. J., LARSON, A. C. & CROMER, D. T. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 858-864.

Acta Cryst. (1976). **B32**, 1188

Die Kristallstruktur von L.T.-GeS₂

VON G. DITTMAR UND HERBERT SCHÄFER

Eduard-Zintl-Institut für Anorganische Chemie, Technische Hochschule Darmstadt, 61 Darmstadt, Hochschulstrasse 4, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 11. August 1975; angenommen am 4. September 1975)

The structure of L.T.-GeS₂ has been redetermined. In contrast to an earlier determination it was found that the low-temperature modification of GeS₂ crystallizes in the monoclinic space group *Pc* with cell constants $a = 6.875$ (5), $b = 22.55$ (1), $c = 6.809$ (5) Å and $\beta = 120.45$ (5)°. The framework of distorted tetrahedra originally described was established in principle. The Ge-S distances are within the limits of 2.17 to 2.29 Å, being in agreement with the values of the other modifications. The final *R* value is 5.4%.

Einführung

Vom GeS₂ sind bisher drei Modifikationen beschrieben. Neben der Hochdruck-Hochtemperatur-Modifikation (Prewitt & Young, 1965) und der Hochtemperatur-Modifikation (Dittmar & Schäfer, 1975) wurde schon frühzeitig eine dritte nadelförmige Modifikation aufgefunden (Johnson & Wheatley, 1934), deren Struktur von Zachariasen untersucht wurde (Zachariasen, 1936). Die Kristalle wurden als pseudohexagonale orthorhombische Säulen in der Raumgruppe *Fdd2* beschrieben. Aus Oszillationsaufnahmen um die Prismenachse von Einkristallen wurden eine Anzahl von Reflexintensitäten abgeschätzt und mit trial-and-error-Verfahren ein bisher nicht wieder aufgefundener Strukturtyp eines Raumnetzverbandes aus GeS₄-Tetraedern abgeleitet. 1963 wurde jedoch für die gleiche Substanz auf Grund von Pulveraufnahmen ein deformierter CdJ₂-Typ vorgeschlagen (Ch'ün Hua, Pashinkin & Novoselova, 1963). Demnach hätten die Ge-Atome eine oktaedrische Umgebung. Nachdem aber bereits bei zwei Modifikationen tetraedrische Konfiguration gefunden wurde, erschien dieser Vorschlag nicht sehr wahrscheinlich. Andererseits beruht der Strukturvorschlag von Zachariasen auf, in Betracht der grossen Elementarzelle, verhältnismässig

wenigen Reflexen und enthält dazu einen extrem kurzen Ge-S-Abstand von 2,03 Å. Eine Neubestimmung der Struktur erschien daher notwendig.

Experimentelles

Es wurden Einkristalle von GeS₂ nach der von Johnson & Wheatley beschriebenen Methode im H₂S-Strom bei 800°C dargestellt. Dabei wurden schlanke, pseudo-hexagonale Prismen erhalten, die milchig weiss und sehr spröde waren. Weissenberg- (Cu K α , Ni-Filter) und Präzessions-Aufnahmen (Mo K α , Zr-Filter) ergaben ein reziprokes Gitter, das nur eine Gleitspiegelsebene (*h0l*-Reflexe nur vorhanden für $l = 2n$) zeigte. Somit sind nur die beiden Raumgruppen *P2/c* und *Pc* möglich. Die anderen von Zachariasen beschriebenen Symmetrie-Elemente der Raumgruppe *Fdd2* waren nur annäherungsweise erfüllt. Hierdurch wurde eine andere Aufstellung der Elementarzelle notwendig. In der Tabelle 1 sind die kristallographischen Daten der alten und neuen Aufstellung einander gegenübergestellt. Der Zusammenhang zwischen beiden Achsen-systemen ist in der Fig. 1 dargestellt. Die ausgebildeten Kristallflächen haben danach die Millerschen Indizes (100), (001), ($\bar{1}00$), (00 $\bar{1}$), (10 $\bar{1}$) und ($\bar{1}01$). Kopfflächen waren an den Kristallen nicht ausgebildet.

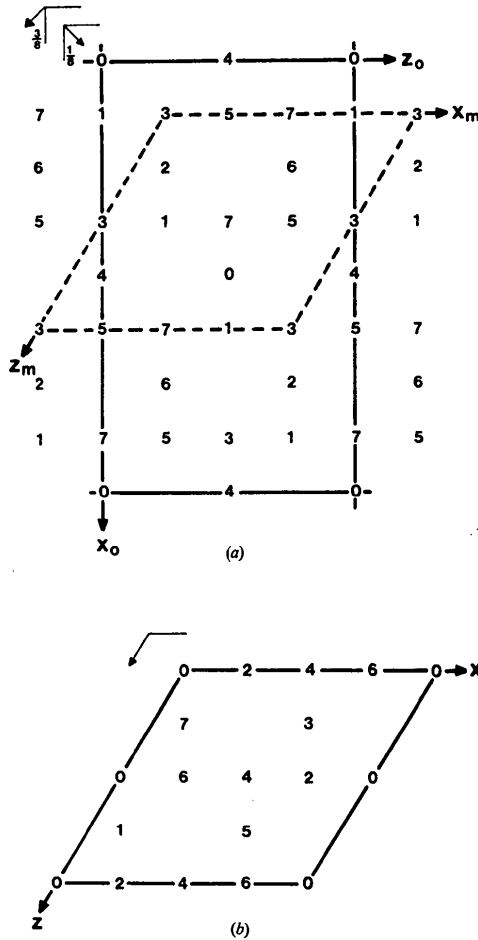


Fig. 1. Zusammenhang zwischen monoklinem Achsensystem und orthorhombischem Achsensystem nach Zachariasen (Lagen der Ge-Atome, Höhen angenähert in $b_0 \cdot n/8$.) (a) Wahl der monoklinen Zelle. (b) Transformation in die Standardaufstellung der Raumgruppe *Pc*.

Tabelle 1. Kristallographische Daten von L.T.-GeS₂

Raumgruppe	nach Zachariasen <i>Fdd2</i>	nach Dittmar und Schäfer <i>Pc</i>
<i>V</i>	1786,92 Å ³	910,01 Å ³
<i>a</i> ₀	11,66 Å	6,809 (5) Å
<i>b</i> ₀	22,34	22,55 (1)
<i>c</i> ₀	6,86	6,875 (5)
β		120,45 (5)°
ρ_{rs}	3,05 g cm ⁻³	2,99 g cm ⁻³
ρ_{exp}	3,01	
<i>Z</i>	24	12.

Strukturbestimmung

Die Reflexintensitäten wurden an einem säulenförmigen Kristall (Länge: 1,54; Durchmesser 0,07 mm) mit einem automatischen Stoe-Stadi-Zweikreisgoniometer (Mo *K* α -Strahlung mit Graphit-Monochromator) vermessen und in üblicher Weise für Weissenberggeometrie korrigiert. Reflexe, deren Intensitäten sich nach Abzug des Untergrundes zu ≤ 0 ergaben, wurden eliminiert. Es verblieben innerhalb eines Winkelbereichs von $2\theta \leq 60^\circ$ 2644 unabhängige Reflexe. Die Absorption wurde entsprechend der zylinderförmigen Kristallgestalt korrigiert ($\mu r = 3,87$), eine Extinctionskorrektur wurde nicht durchgeführt. Die hohen Maxima der dreidimensionalen Patterson-Synthese konnten vollständig gedeutet werden, wenn man die Ge-Lagen nach Zachariasen aus der Raumgruppe *Fdd2* in die Raumgruppe *Pc* transformiert (Fig. 1). Ebenso wurden die Schwefelparameter transformiert, die jedoch im Gegensatz zu den Ge-Lagen durch die nachfolgenden Fourier- und Differenz-Fouriersynthesen in manchen Fällen beträchtlich verschoben wurden (Fig. 2). Alle Atomlagen wurden sodann über least-squares-Cyclen optimiert und zuletzt noch eine anisotrope Temperaturkorrektur durchgeführt. Im Gegensatz zur H.T.-Modifikation liegt jedoch keine ausgeprägte Anisotropie vor. Eine ab-

Tabelle 2. Atomparameter ($\times 10^4$) und Temperaturfaktoren von L.T.-GeS₂

Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert als

$$\exp[-2\pi^2(h^2a^{*2}U_{11} + k^2b^{*2}U_{22} + l^2c^{*2}U_{33} + hka^*b^*U_{12} + hla^*c^*U_{13} + klb^*c^*U_{23}) \times 10^{-4}].$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> ₁₁	<i>U</i> ₂₂	<i>U</i> ₃₃	<i>U</i> ₂₃	<i>U</i> ₁₃	<i>U</i> ₁₂
Ge(1)	0	9880 (1)	5000	36 (2)	36 (1)	29 (1)	-3 (1)	16 (1)	-1 (1)
Ge(2)	2513 (7)	7375 (1)	5020 (7)	34 (2)	39 (2)	26 (1)	1 (1)	9 (1)	2 (1)
Ge(3)	4957 (8)	5131 (1)	9983 (9)	33 (1)	29 (1)	32 (1)	-1 (1)	18 (1)	-4 (1)
Ge(4)	7436 (7)	7624 (1)	1 (7)	37 (2)	32 (1)	26 (1)	-1 (1)	12 (1)	-3 (1)
Ge(5)	1359 (7)	8749 (1)	2484 (7)	34 (1)	30 (1)	33 (1)	-1 (1)	16 (1)	-2 (1)
Ge(6)	6392 (7)	6248 (1)	7509 (8)	37 (2)	32 (1)	30 (1)	0 (1)	14 (1)	-2 (1)
S(1)	287 (1)	9504 (3)	154 (1)	33 (3)	33 (3)	29 (3)	4 (3)	11 (3)	-2 (3)
S(2)	153 (2)	8976 (3)	569 (1)	54 (5)	41 (3)	31 (3)	5 (3)	23 (3)	9 (3)
S(3)	377 (1)	7990 (4)	347 (2)	44 (4)	43 (4)	41 (4)	5 (3)	21 (3)	14 (3)
S(4)	883 (1)	6979 (3)	843 (2)	42 (4)	34 (3)	49 (4)	-9 (3)	30 (4)	-7 (3)
S(5)	781 (1)	5519 (3)	636 (2)	36 (4)	47 (4)	57 (6)	-11 (4)	24 (4)	-2 (3)
S(6)	764 (1)	9995 (3)	127 (1)	42 (4)	37 (3)	21 (3)	6 (3)	17 (3)	4 (3)
S(7)	832 (2)	8517 (3)	921 (2)	48 (5)	41 (4)	41 (4)	5 (3)	8 (4)	-4 (3)
S(8)	380 (1)	7536 (3)	865 (1)	38 (4)	48 (4)	32 (3)	0 (3)	19 (3)	0 (3)
S(9)	873 (1)	7460 (3)	365 (1)	30 (3)	39 (3)	32 (4)	11 (3)	13 (3)	5 (3)
S(10)	304 (1)	6441 (3)	433 (1)	37 (4)	31 (3)	36 (4)	-3 (3)	6 (3)	8 (3)
S(11)	611 (2)	6056 (3)	54 (1)	69 (6)	27 (3)	38 (4)	-1 (3)	28 (5)	-3 (3)
S(12)	262 (1)	5075 (3)	124 (2)	38 (4)	38 (3)	38 (4)	-3 (3)	18 (3)	-9 (3)

schliessende Differenzfourier-Synthese war konturlos und gab keinerlei Hinweise auf zusätzliche Atome in der Zelle. Der endgültige gewichtete R -Wert [$R = \sum w \cdot |F_o - F_c| / \sum w \cdot F_o$ mit $w = 1/(\Delta F)^2$] ergab sich zu 0,054. Alle Rechnungen wurden mit Hilfe der IBM 370/168 Version des Sheldrick-Programm-Systems (unveröffentlicht) durchgeführt. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der Tabelle 2 zusammengefasst.*

Strukturbeschreibung

Wie bereits aus der Herleitung des Strukturvorschlags ersichtlich, bleibt trotz der Symmetrierniedrigung das Bauschema nach Zachariasen prinzipiell erhalten. Danach sind die Ge-Atome tetraedrisch von Schwefelatomen umgeben. Die GeS₄-Einheiten sind über gemeinsame Ecken zu leicht verdrehten Zweiereinfachketten verknüpft, die parallel zur [101] (Fig. 3a) bzw. zur c -Achse (Fig. 3b) verlaufen. Längs der Identitätsperiode in b -Richtung sind 4 solche Ketten übereinandergestapelt, die abwechselnd jeweils um den monoklinen Winkel von 120,4° gegeneinander verdreht sind. Entsprechende Ketten längs der a -Achse fehlen jedoch, so dass die pseudohexagonale Symmetrie der Kristallform nur vorgetäuscht wird und im Feinbau keine Entsprechung findet. Die in der b -Richtung aufeinanderfolgenden Ketten sind jeweils um $c/2$ (Kette || [101]) bzw. um $a/2$ (Kette || [001]) gegeneinander versetzt. Zwei nebeneinander liegende S-Atome von benachbarten Kettentetraedern bilden mit zwei entsprechenden Atomen der verdreht darüber bzw. darunter liegenden Ketten die Ecken eines verbrückenden GeS₄-Tetraeders (Fig. 3). Es resultiert der Raumnetzverband, der in Fig. 4 und 5 dargestellt ist.

Die GeS₄-Tetraeder sind nicht regulär. Die beobachteten Ge-S-Atomabstände (Tabelle 3) schwanken zwischen den Grenzen von 2,171 bis 2,287 Å um den Mittelwert von 2,224 Å, der mit den entsprechenden Werten der beiden anderen Modifikationen und mit der Summe der Paulingschen Tetraederradien mit 2,22 Å gut übereinstimmt. Von den 6 symmetrieunabhängigen GeS₄-Tetraedern bilden 4 die oben beschriebenen Ketten. Innerhalb dieser Tetraeder findet man, dass der S-S-Abstand längs der Kettenrichtung besonders kurz ist und im Mittel bei 3,408 Å liegt. Demgegenüber schwanken alle anderen Abstände in den Grenzen von 3,465 bis 3,941 Å. Der S-Ge-S-Tetraederwinkel über den verkürzten Kanten wird im Mittel zu 100,3° gefunden. Alle anderen Bindungswinkel am Ge-Atom liegen zwischen 102,6° und 127,3°, die Bindungswinkel am Schwefel zwischen 99,8° und 102,8° (Tabelle 3). Der Vergleich mit der H.T.-Modifikation zeigt, dass die dort gefundene Schichtstruktur sich auch mit Zweiereinfachketten beschreiben lässt, diese

jedoch über Ge₂S₆-Doppeltetraeder zu Schichten vernetzt sind. Diese Schichten sind dann nur noch über van der Waals-Bindungen einander zugeordnet, so dass eine Schichtstruktur mit einer ausgeprägten Spaltbarkeit senkrecht zur Schichtnormalen beobachtet wird. Die Bindungsabstände und Bindungs-

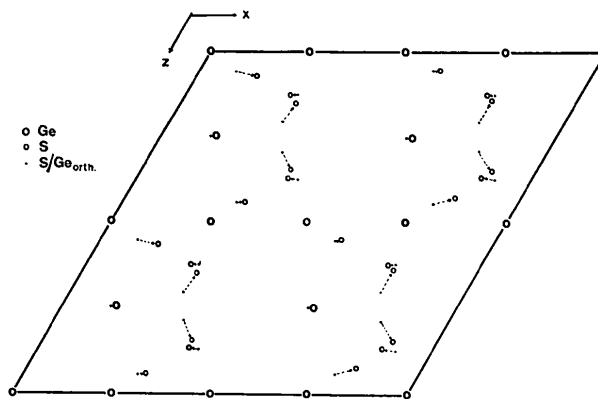


Fig. 2. Verschiebung der Atome aus den orthorhombischen Ausgangslagen.

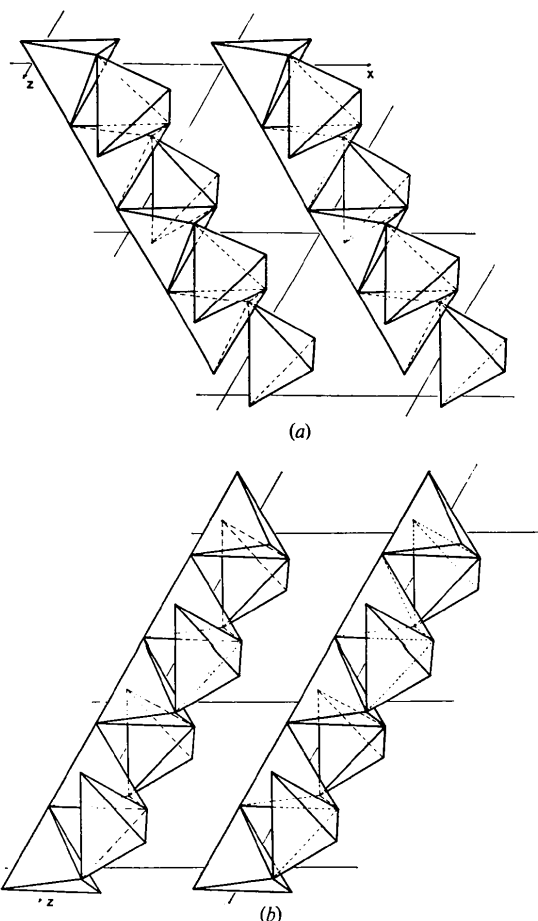


Fig. 3. (a) Tetraederketten längs [010]. (b) Tetraederketten längs [001].

* Die Liste der Strukturfaktoren ist bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31356: 17 pp., 1 microfiche) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

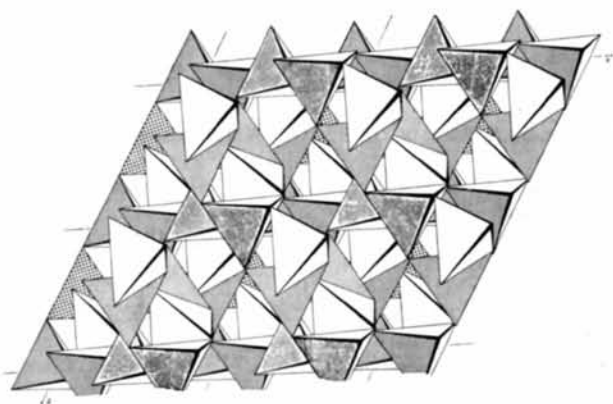


Fig. 4. Projektion des Tetraederraumnetzes auf (010).

winkel bezüglich der Hauptvalenzen sind aber in beiden Modifikationen weitgehend analog.

In allen bekannten GeS_2 -Modifikationen haben somit die Ge-Atome, wie auch in den bisher strukturell gesicherten Thiogermanaten (Krebs & Pohl, 1971; Krebs, Pohl & Schiwy, 1970; Fenner & Mootz, 1974; Olivier-Fourcade, Philipott, Ribes & Maurin, 1972, 1973; Jumes, Olivier-Fourcade, Vermot-Gaud-Daniel, Ribes, Philipott & Maurin, 1974; Ribes, Olivier-Fourcade, Philipott & Maurin, 1974), die Koordinationszahl 4. Die Koordinationszahl 6 des Ge(IV) gegenüber Schwefel konnte bisher bei keiner Verbindung gefunden werden.

Herrn Dr.-Ing. E. Oeser danken wir für wertvolle Hinweise zur Benutzung der neuen Version des Sheldrick-Programms.

Tabelle 3. Abstände und Winkel im L.T.- GeS_2 Ge-S-Abstände (in $\text{\AA} \pm 0,008 \text{\AA}$)

Ge(1)-S(1)	2,197	Ge(2)-S(3)	2,173	Ge(3)-S(11)	2,195
-S(2)	2,232	-S(10)	2,229	-S(5)	2,240
-S(6)	2,228	-S(9)	2,287	-S(12)	2,267
-S(6)	2,212	-S(8)	2,194	-S(12)	2,171
Ge(4)-S(7)	2,245	Ge(5)-S(7)	2,211	Ge(6)-S(10)	2,264
-S(4)	2,285	-S(2)	2,188	-S(11)	2,214
-S(9)	2,208	-S(1)	2,250	-S(5)	2,247
-S(8)	2,194	-S(3)	2,237	-S(4)	2,203

S-S-Abstände im Tetraeder (in $\text{\AA} \pm 0,008 \text{\AA}$)

S(1)-S(6)	3,742	S(3)-S(9)	3,733	S(5)-S(12)	3,774
S(2)-S(6)	3,711	S(8)-S(10)	3,673	S(12)-S(11)	3,703
S(1)-S(6)	3,678	S(8)-S(3)	3,669	S(5)-S(11)	3,693
S(2)-S(6)	3,651	S(10)-S(3)	3,619	S(5)-S(12)	3,643
S(1)-S(2)	3,521	S(10)-S(9)	3,595	S(11)-S(12)	3,465
S(6)-S(6)	3,404	S(8)-S(9)	3,427	S(12)-S(12)	3,421
S(8)-S(4)	3,755	S(2)-S(7)	3,941	S(5)-S(11)	3,788
S(9)-S(4)	3,755	S(2)-S(1)	3,797	S(10)-S(11)	3,750
S(9)-S(7)	3,748	S(3)-S(1)	3,596	S(10)-S(4)	3,718
S(8)-S(7)	3,673	S(7)-S(3)	3,585	S(4)-S(11)	3,555
S(4)-S(7)	3,554	S(7)-S(1)	3,498	S(5)-S(10)	3,520
S(8)-S(9)	3,378	S(2)-S(3)	3,463	S(5)-S(4)	3,509

Bindungswinkel am Ge (in Grad $\pm 0,3$ Grad)

S(1)-Ge(1)-S(6)	115,5	S(3)-Ge(2)-S(9)	113,6	S(5)-Ge(3)-S(12)	117,6
S(2)-Ge(1)-S(6)	113,2	S(8)-Ge(2)-S(10)	112,3	S(12)-Ge(3)-S(11)	107,9
S(1)-Ge(1)-S(6)	113,1	S(8)-Ge(2)-S(3)	114,3	S(5)-Ge(3)-S(11)	112,8
S(2)-Ge(1)-S(6)	109,9	S(10)-Ge(2)-S(3)	110,6	S(5)-Ge(3)-S(12)	112,2
S(1)-Ge(1)-S(2)	105,3	S(10)-Ge(2)-S(9)	105,6	S(11)-Ge(3)-S(12)	105,1
S(6)-Ge(1)-S(6)	100,1	S(8)-Ge(2)-S(9)	99,8	S(12)-Ge(3)-S(12)	100,8
S(8)-Ge(4)-S(4)	114,0	S(2)-Ge(5)-S(7)	127,3	S(5)-Ge(6)-S(11)	116,2
S(9)-Ge(4)-S(4)	113,4	S(2)-Ge(5)-S(1)	108,0	S(10)-Ge(6)-S(11)	113,7
S(9)-Ge(4)-S(7)	114,6	S(3)-Ge(5)-S(1)	106,5	S(10)-Ge(6)-S(4)	112,7
S(8)-Ge(4)-S(7)	111,7	S(7)-Ge(5)-S(3)	107,4	S(4)-Ge(6)-S(11)	107,2
S(4)-Ge(4)-S(7)	103,4	S(7)-Ge(5)-S(1)	103,3	S(5)-Ge(6)-S(10)	102,6
S(8)-Ge(4)-S(9)	100,3	S(2)-Ge(5)-S(3)	103,0	S(5)-Ge(6)-S(4)	104,1

Bindungswinkel am S (in Grad $\pm 0,3$ Grad)

Ge(1)-S(6)-Ge(1)	101,9	Ge(1)-S(1)-Ge(5)	100,5	Ge(3)-S(3)-Ge(5)	102,5
Ge(3)-S(12)-Ge(3)	102,2	Ge(1)-S(2)-Ge(5)	102,8	Ge(3)-S(5)-Ge(6)	100,4
Ge(2)-S(8)-Ge(4)	102,1	Ge(2)-S(10)-Ge(6)	100,1	Ge(4)-S(4)-Ge(6)	99,8
Ge(2)-S(9)-Ge(4)	101,3	Ge(3)-S(11)-Ge(6)	102,6	Ge(4)-S(7)-Ge(5)	101,8

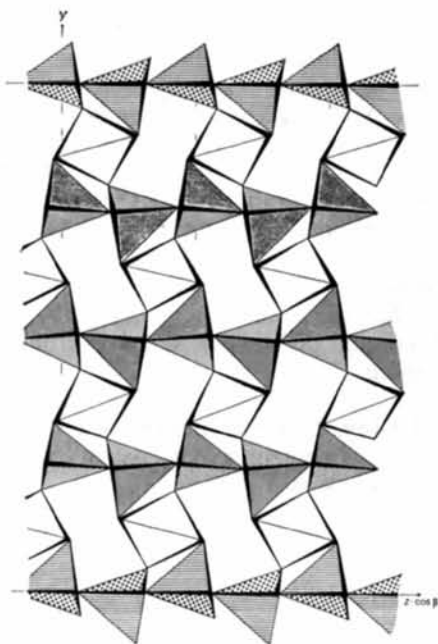


Fig. 5. Projektion des Tetraederraumnetzes längs [100].

Literatur

- CH'ÜN-HUA, L., PASHINKIN, A. S. & NOVOSELOVA, A. V. (1963). *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, **151**, 1335–1338.
- DITTMAR, G. & SCHÄFER, H. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2060–2064.
- FENNER, J. & MOOTZ, D. (1974). *Naturwissenschaften*, **61**, 127.
- JOHNSON, W. C. & WHEATLEY, A. C. (1934). *Z. anorg. allgem. Chem.* **216**, 273.
- JUMES, J. C., OLIVIER-FOURCADE, J., VERMOT-GAUD-DANIEL, F., RIBES, M., PHILIPPOT, E. & MAURIN, M. (1974). *Rev. Chim. Minér.* **11**, 13–16.
- KREBS, B. & POHL, S. (1971). *Z. Naturforsch.* **26b**, 853–854.
- KREBS, B., POHL, S. & SCHIWY, W. (1970). *Angew. Chem. Int. Ed.* **11**, 897–898.
- OLIVIER-FOURCADE, J., PHILIPPOT, E., RIBES, M. & MAURIN, M. (1973). *J. Solid State Chem.* **8**, 195–205.
- OLIVIER-FOURCADE, J., PHILIPPOT, E., RIBES, M. & MAURIN, M. (1972). *Rev. Chim. Minér.* **9**, 757–770.
- PREWITT, C. T. & YOUNG, H. S. (1965). *Science*, **149**, 535–537.
- RIBES, P. M., OLIVIER-FOURCADE, J., PHILIPPOT, E. & MAURIN, M. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1391–1395.
- ZACHARIASEN, W. H. (1936). *J. Chem. Phys.* **4**, 618–619.

Acta Cryst. (1976). **B32**, 1192

The Crystal and Molecular Structure of (NPCl₂)₂NSOCl at -140°C

BY F. VAN BOLHUIS AND J. C. VAN DE GRAMPSEL

Departments of Structural and Inorganic Chemistry, University of Groningen, Zernikelaan, Paddepoel, Groningen, The Netherlands

(Received 18 August 1975; accepted 14 September 1975)

Crystals of (NPCl₂)₂NSOCl are orthorhombic, space group *P2₁2₁2₁* with *a* = 7.461 (5), *b* = 8.359 (4) and *c* = 16.228 (8) Å at -140°C. The unit cell contains four molecules (NPCl₂)₂NSOCl. The structure was solved by conventional Patterson and Fourier techniques. The coordinates and anisotropic temperature factors were refined by a full-matrix least-squares analysis of 2309 independent reflexions, measured by an Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer (Mo *K*α radiation) at -140°C. The *R* index is 5.0%. The molecules contain a six-membered ring of P, N and S in the sequence -P-N-P-N-S-N-. The ring has a boat conformation. Mean bond lengths with the standard deviation for the individual values in parentheses are: N-S 1.557 (3), S-Cl 2.048 (1), S-O 1.422 (3), P-Cl 1.976 (1) Å. The N-P bond lengths in the segment P-N-P have a mean value of 1.574 (3) Å; in the segment P-N-S the mean N-P bond length is 1.606 (3) Å. The π bonding system of (NPCl₂)₂NSOCl is discussed in comparison with that of NPCl₂(NSOCl)₂ and a comparison of the molecular arrangements in the structures of these compounds and NPCl₂(NSOF)₂ is given.

Introduction

Within the scope of our investigations on the structure and reactivity of ring systems containing P, S and N atoms we recently prepared a compound with formula (NPCl₂)₂NSOCl (Baalmann, Velvis & van de Grampsel, 1972). From the close resemblance of the infrared spectrum of this compound with that of NPCl₂(NSOCl)₂ we arrived at a cyclic structure, consisting of two

NPCl₂ groups and one NSOCl group. In order to verify this assumption a determination of the crystal structure of (NPCl₂)₂NSOCl was undertaken.

Experimental

(NPCl₂)₂NSOCl was prepared by thermal decomposition of the mixture obtained by reaction of [Cl₃P=N-PCl₃]⁺[PCl₆]⁻ with sulphamic acid (Baalmann *et al.*,