

for Cl(11) and C(17) respectively. The separate six- and five-membered rings are planar to within 0.015 Å in (I) and to within 0.018 Å in (II). The corresponding dihedral angles between the rings are 1.0 and 1.7° for (I) and (II), and are not significantly different from zero.

A view of the molecular packing along [010] is in Fig. 2. The molecules are packed in layers parallel to the *ac* plane. There are no abnormally short contacts between the molecules.

The financial support of the Research Community of Slovenia is gratefully acknowledged.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 3116–3119

Struktur von Phenoxythiophosphoryldihydrazid

VON UDO ENGELHARDT

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, D-1000 Berlin, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 13. Juni 1979; angenommen am 14. September 1979)

Abstract. C₆H₁₁N₄OPS, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 6.349$ (2), $b = 7.457$ (2), $c = 11.339$ (3) Å, $\alpha = 76.99$ (9), $\beta = 77.61$ (9), $\gamma = 79.08$ (9)°, $D_m = 1.42$ (4), $Z = 2$, $D_c = 1.434$ Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and refined to $R = 0.034$. The N atoms in the α positions with respect to the P atom have an almost planar configuration, whereas the β N atoms are pyramidal. The P atom has a distorted tetrahedral environment.

Einleitung. In den von uns aus der Titelverbindung dargestellten konfigurationsisomeren Tetraazadiphosphacyclohexanen besitzen die konstitutionell äquivalenten Ringstickstoffatome zum Teil unterschiedliche sterische Umgebungen im kristallinen Zustand (Engelhardt & Hartl, 1975, 1976). Je zwei im Ring in 1,4-Position gegenüberliegende Stickstoffatome besitzen in beiden Isomeren unabhängig von der unterschiedlichen Ringkonformation eine trigonale ebene Umgebung, die beiden anderen in 2,5-Position dagegen eine abgeflacht pyramidale Anordnung der Substituenten. Bei einem Vergleich mit der Struktur einer in dieser Arbeit untersuchten, analogen offenkettigen Verbindung war interessant, ob und in welchem Mass auch hier unterschiedliche Hybridisierungszustände an den Stickstoffatomen der Hydrazidogruppen zu beobachten sein würden. Darüberhinaus war ein Vergleich der Torsionswinkel

References

- BARFIELD, M. & CHAKRABARTI, B. (1969*a*). *J. Am. Chem. Soc.* **91**, 4346–4352.
 BARFIELD, M. & CHAKRABARTI, B. (1969*b*). *Chem. Rev.* **69**, 757–778.
 DEWAR, M. J. S. & FAHEY, R. C. (1963). *J. Am. Chem. Soc.* **85**, 2704–2708.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KIRBY, P., SOLOWAY, S. B., DAVIES, J. H. & WEBB, S. B. (1970). *J. Chem. Soc. C*, pp. 2250–2253.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

um die N–N-Bindungen von Interesse, da diese in einer offenkettigen Verbindung nicht wie in den entsprechenden Ringen durch die Ringkonformation weitgehend festgelegt sind. Für viele azyklische Hydrazinderivate wurde als stabilste Konformation diejenige gefunden, bei der die freien Elektronenpaare an den benachbarten Stickstoffatomen ihre Haupttrichtungen in Ebenen einnehmen, die senkrecht aufeinander stehen (man vergleiche z.B.: Nelsen, Hollinsed & Calabrese, 1977, und die dort zitierte Literatur).

Die Verbindung wurde aus Phenoxythiophosphoryldichlorid und Hydrazinhydrat nach bekannten Methoden dargestellt und aus Ethanol umkristallisiert (Smp. 368 K) (Engelhardt & Scherer, 1976). Gitterkonstanten und Kristallsystem wurden aus Drehkristall-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen ermittelt. Die weiteren röntgenographischen Messungen wurden auf einem DEC PDP 15/40 gesteuerten Stoe-Vierkreisdiffraktometer mit Ni-gelilterter Cu $K\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 1.54179$ Å) vorgenommen. Genaue Gitterkonstanten wurden durch Vermessung hochindizierter Achsreflexe bestimmt. In einem Bereich $8,1 < 2\theta < 129,0^\circ$ wurden die integralen Intensitäten von 1707 kristallographisch unabhängigen Reflexen vermessen [θ - 2θ -Abtastung, Abtastbereich $\Delta 2\theta = (1,8 + 0,86 \text{ tg } \theta)^\circ$, Messzeiten zwischen 8 und 30 s pro Grad in Abhängigkeit von der Intensität, Schwächungsfilter bei hohen Intensitäten, Untergrundmessung mit je der

halben Messzeit der Intensitätsmessung auf beiden Seiten des Reflexes]. Der Kristall hatte die Form eines auf einer Seite abgekeilten Prismas ($ca\ 0,5 \times 0,3 \times 0,1$ mm; Kristallvolumen $0,0151\text{ mm}^3$). Zur Absorptionskorrektur wurde die Kristallgestalt durch neun Begrenzungsflächen beschrieben (acht Integrationspunkte in jeder Richtung; Programm *ABSCOR*, Burnham, 1966). Die Transmissionsfaktoren lagen bei $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 4,01\text{ mm}^{-1}$ im Bereich $0,344 < A < 0,642$. 118 Reflexe mit $I < 2\sigma_I$ wurden als unbeobachtet eingestuft. Ihnen wurde die Intensität des Messfehlers σ_I zugewiesen ($\sigma_I =$ statistischer Fehler der Gesamtzählrate $+ 0,03I$).

Die statistische Analyse der Verteilung der normalisierten Strukturparameter wies auf eine zentrosymmetrische Raumgruppe hin ($\langle |E| \rangle = 0,816$, $\langle |E|^2 - 1 \rangle = 0,931$, $|E| > 1 = 32,9\%$, $|E| > 2 = 4,3\%$, $|E| > 2,5 = 1\%$). Deshalb wurde für die weitere Strukturbestimmung die Raumgruppe $P\bar{1}$ mit zwei Molekülen in der Elementarzelle zugrunde gelegt. Das Phasenproblem wurde durch die Anwendung direkter Methoden mit Hilfe des Programms *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) gelöst. 250 Reflexe mit $|E| > 1,51$ und insgesamt 6 Reflexe im Startvorzeichensatz lieferten die Positionen aller Nichtwasserstoffatome mit Ausnahme eines Kohlenstoffatoms, dessen Lage geometrisch ermittelt und von Anfang an mit verfeinert wurde. Die sukzessive Verfeinerung der Lageparameter mit isotropen Temperaturfaktoren und anschließende Differenz-Fourier-Synthesen ergaben die Positionen von 6 der insgesamt 11 Wasserstoffatome ($R = 0,094$). Nach Lageverfeinerung der Nichtwasserstoffatome mit anisotropen Temperaturfaktoren konnten auch die restlichen Wasserstoffatome lokalisiert werden. Die endgültige Verfeinerung aller Parameter unter Minimalisierung von $\sum_i w_i (|F_{o_i}| - |F_{c_i}|)^2$ mit $w = \sigma_{F_o}^{-1} \{ \text{Berechnung: } \sigma_{F_o} = K\sigma_I / [2\sqrt{(\text{Lp } I)}]; \text{ mit } K = \text{Skalierungsfaktor, } \sigma_I = \text{Fehler der Intensitätsmessung, Lp} = \text{Lorentz- und Polarisationskorrekturfaktor} \}$ mit anisotropen und isotropen Temperaturfaktoren für Nichtwasserstoff- bzw. Wasserstoffatome und isotroper Extinktionskorrektur ($g = 4,28 \times 10^{-4}$, Larson, 1967) ergab einen endgültigen R -Wert von $0,034$ ($R_w = 0,037$). Es wurden die Atomformfaktoren für die neutralen Atome nach Cromer & Waber (1965) verwendet. Bei Schwefel und Phosphor wurden Real- und Imaginärteil der anomalen Dispersion berücksichtigt [f' und f'' aus *International Tables for X-ray Crystallography* (1962)]. Alle mit der Strukturermittlung und Verfeinerung zusammenhängenden Rechnungen wurden mit dem Programmsystem XRAY 76 (Stewart, Machin, Dickinson, Ammon, Heck & Flack, 1976) an der Rechenanlage CDC Cyber 175 des Grossrechenzentrums für die Wissenschaft Berlin (WRB) und an der CDC Cyber 72 der Zentraleinrichtung für Datenverarbeitung der Freien Universität Berlin (ZEDAT)

Tabelle 1. *Relative Atomkoordinaten mit Standardabweichungen (Koordinaten der Nichtwasserstoffatome $\times 10^4$, der Wasserstoffatome $\times 10^3$)*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
P	1531 (1)	7787 (1)	8682 (1)
S	3457 (1)	9601 (1)	7868 (1)
O	1381 (3)	6285 (2)	7894 (2)
N(1)	2267 (4)	6224 (3)	9842 (2)
N(2)	2142 (6)	6839 (4)	10961 (2)
N(3)	-900 (4)	8900 (3)	9048 (2)
N(4)	-2593 (4)	7881 (3)	9756 (3)
C(1)	1157 (5)	6836 (3)	6643 (2)
C(2)	3011 (6)	6754 (4)	5757 (3)
C(3)	2784 (7)	7244 (5)	4529 (3)
C(4)	761 (7)	7768 (5)	4216 (3)
C(5)	-1071 (7)	7827 (5)	5121 (3)
C(6)	-874 (5)	7350 (4)	6351 (3)
H(1)	216 (4)	500 (4)	989 (3)
H(2)	438 (5)	645 (4)	598 (3)
H(3)	411 (6)	723 (4)	397 (3)
H(4)	62 (5)	814 (5)	338 (3)
H(5)	-247 (5)	826 (5)	493 (3)
H(6)	-212 (5)	738 (4)	693 (3)
H(7)	100 (5)	645 (4)	1147 (3)
H(8)	321 (6)	626 (5)	1128 (3)
H(9)	-114 (4)	1017 (4)	905 (3)
H(10)	-306 (4)	823 (4)	1051 (3)
H(11)	-369 (5)	812 (4)	943 (3)

durchgeführt. Die erhaltenen Lageparameter der Atome der asymmetrischen Einheit enthält Tabelle 1.*

Diskussion. Fig. 1 zeigt ein Modell der Elementarzelle mit zwei Molekülen und ihren nächsten Nachbarn in *b*- und *c*-Richtung (Zeichenprogramm *ORTEP*, Johnson, 1965). Für das Molekül in der asymmetrischen Einheit ist das Numerierungsschema angegeben. Die Umgebung um die α -Stickstoffatome N(1) und N(3) ist nahezu trigonal eben [Winkelsummen 355 (4) bzw. 357 (4) $^\circ$], während die β -Stickstoffatome N(2) und N(4) nahezu tetraedrische Winkel betätigen [Winkelsummen 320 (5) bzw. 327 (4) $^\circ$; mittlere Bindungswinkel 107 (3) bzw. 109 (3) $^\circ$]. Die Newman-Projektionen der N–N-Bindungen (Fig. 2) verdeutlichen dies ebenfalls und zeigen, dass die Wasserstoffatome der Hydrazidogruppen gestaffelt angeordnet sind. Die freien Elektronenpaare an benachbarten Stickstoffatomen (in den Newman-Projektionen jeweils in Gegenrichtung der Winkelhalbierenden der beiden übrigen Bindungen gezeichnet) bilden Torsionswinkel von 84 bzw. 93° . Das eingangs erwähnte, auch bei

* Eine Tabelle der beobachteten und berechneten Strukturparameter, Tabellen der Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome, der isotropen Temperaturfaktoren der Wasserstoffatome und der H–C–C-Winkel sind hinterlegt bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34765: 12 pp.). Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

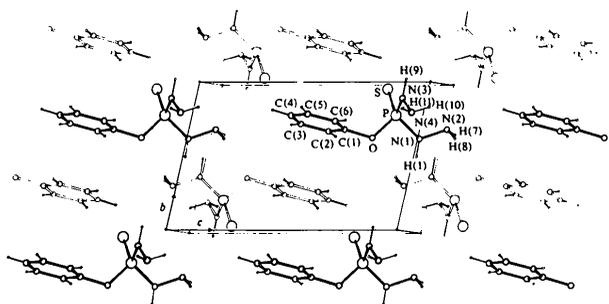


Fig. 1. Anordnung der Moleküle in der Elementarzelle und Nummerierungsschema für das Molekül der asymmetrischen Einheit [an C(2) bis C(6) gebundene H-Atome haben gleiche Nummern wie die entsprechenden C-Atome]. Die Zeichenebene liegt nahezu parallel zur *bc*-Ebene, die *a*-Achse zeigt vom Beschauer weg nach hinten; Verdrehung um *c*: -10° und um eine Achse senkrecht auf *c* in der Zeichenebene (positiv in *b*-Richtung): $+2^\circ$.

anderen offenkettigen Hydrazinderivaten beobachtete Bestreben, durch entsprechende Torsionswinkel von *ca* 90° die Wechselwirkung der freien Elektronenpaare möglichst gering zu halten, findet sich offensichtlich auch hier. Die endständigen Stickstoffatome der NH_2 -Gruppen befinden sich jeweils in *anti*-Konformation zum Sauerstoffatom bzw. Schwefelatom am Phosphor. Die Ebene $\text{P}-\text{O}-\text{C}(1)$ steht nahezu senkrecht auf der Ebene des Phenylrings [Interplanarwinkel $87,2(3)^\circ$]. Die tetraedrische Umgebung am Phosphoratom ist stark verzerrt.

Die $\text{N}-\text{N}$ -Bindungsabstände (Tabelle 2), im Molekül innerhalb der Standardabweichungen gleich, sind mit einem Mittelwert von $1,427(3) \text{ \AA}$ um rund $0,02 \text{ \AA}$ kürzer als in organischen Perhydro-*s*-tetrazinen oder im Hydrazin selbst: $1,447(3) \text{ \AA}$ für Hexahydro-1,4-dimethyl-*s*-tetrazin (Ansell & Erickson, 1975); $1,452(5) \text{ \AA}$ für 1,2,4,5-Tetrabenzyl-hexahydro-*s*-tetrazin (Spagna & Vaciago, 1978); $1,449 \text{ \AA}$ für Hydrazin in der Gasphase (Morino, Iijima & Murata, 1960); oder im 2,3-Dimethyl-2,3-diazatricyclo[8.4.0.0^{4,9}]tetradeka-9-en mit $1,450(3) \text{ \AA}$ {demgegenüber besitzt das 3,4-Dimethyl-3,4-diazabicyclo[4.4.0]-dekan mit $1,486(4) \text{ \AA}$ einen vergleichsweise grossen $\text{N}-\text{N}$ -Bindungsabstand} (Nelsen, Hollinsed & Calabrese, 1977). In allen diesen in neuerer Zeit untersuchten Verbindungen besitzen die beiden benachbarten Stickstoffatome eine trigonal pyramidale Umgebung mit Bindungswinkeln in der Nähe von Tetraederwinkeln. In den zyklischen anorganischen Thiophosphorsäure-Hydrazin-Derivaten hatten wir vor einiger Zeit dagegen ebenfalls vergleichsweise kurze $\text{N}-\text{N}$ -Bindungsabstände gefunden: $1,400(4) \text{ \AA}$ für *cis*- und $1,422(4) \text{ \AA}$ für *trans*-3,6-Diphenoxy-3,6-dithiooxo-1,2,4,5-tetraaza-3,6-diphosphacyclohexan (Engelhardt & Hartl, 1975, 1976). Zwei kürzlich untersuchte organische Hydrazin-Derivate, die auch je ein

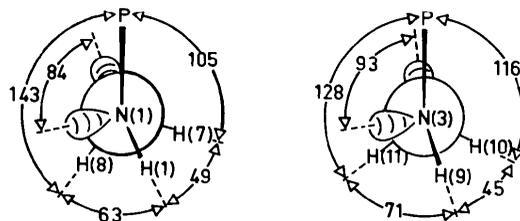


Fig. 2. Newman-Projektionen der $\text{N}-\text{N}$ -Bindungen. Blickrichtung links: von $\text{N}(1)$ nach $\text{N}(2)$ (verdeckt), rechts: von $\text{N}(3)$ nach $\text{N}(4)$ (verdeckt). Die Zahlenangaben sind Torsionswinkel in $^\circ$ (mittlere geschätzte Standardabweichung 2°).

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å) und -winkel ($^\circ$) mit Standardabweichungen

P-S	1,939 (3)	C(1)-C(2)	1,375 (4)
P-O	1,609 (3)	C(2)-C(3)	1,389 (5)
P-N(1)	1,636 (3)	C(3)-C(4)	1,368 (6)
P-N(3)	1,624 (3)	C(4)-C(5)	1,377 (5)
N(1)-N(2)	1,426 (4)	C(5)-C(6)	1,387 (5)
N(3)-N(4)	1,429 (4)	C(6)-C(1)	1,363 (5)
O-C(1)	1,415 (3)		
		N(1)-H(1)	0,92 (3)
C(2)-H(2)	0,93 (4)	N(3)-H(9)	0,93 (3)
C(3)-H(3)	0,94 (3)	N(2)-H(7)	0,88 (3)
C(4)-H(4)	0,94 (4)	N(2)-H(8)	0,83 (4)
C(5)-H(5)	0,94 (4)	N(4)-H(10)	0,92 (3)
C(6)-H(6)	0,92 (3)	N(4)-H(11)	0,83 (4)
S-P-O	115,6 (1)	O-C(1)-C(2)	118,4 (3)
S-P-N(1)	117,7 (1)	O-C(1)-C(6)	119,5 (3)
S-P-N(3)	108,2 (1)	C(1)-C(2)-C(3)	118,3 (4)
O-P-N(1)	94,5 (1)	C(2)-C(3)-C(4)	120,5 (3)
O-P-N(3)	108,4 (1)	C(3)-C(4)-C(5)	120,0 (3)
N(1)-P-N(3)	111,8 (1)	C(4)-C(5)-C(6)	120,2 (4)
P-N(1)-N(2)	117,1 (2)	C(5)-C(6)-C(1)	118,8 (3)
P-N(1)-H(1)	120 (2)	C(6)-C(1)-C(2)	122,1 (3)
N(2)-N(1)-H(1)	118 (2)	N(1)-N(2)-H(7)	107 (3)
P-N(3)-N(4)	119,2 (2)	H(7)-N(2)-H(8)	105 (3)
P-N(3)-H(9)	122 (2)	N(1)-N(2)-H(8)	108 (3)
N(4)-N(3)-H(9)	116 (2)	H(10)-N(4)-H(11)	105 (3)
P-O-C(1)	121,0 (1)	N(3)-N(4)-H(11)	112 (2)
		N(3)-N(4)-H(10)	110 (2)

Stickstoffatom mit nahezu trigonal ebener und ein benachbartes mit nahezu tetraedrischer Umgebung enthalten, besitzen ähnlich kurze $\text{N}-\text{N}$ -Bindungsabstände: $1,410(1)$ und $1,416(3) \text{ \AA}$ für die beiden Hydrazidogruppen des Kohlendioxidhydrazids (Ottersen, 1979); $1,420(5) \text{ \AA}$ für 2-[1-(4-Chinazolinyl)-hydrazino]ethanol-hydrochlorid (Cameron & Freer, 1979). $\text{N}-\text{N}$ -Einfachbindungsabstände vom Typ $\text{N}(sp^2)-\text{N}(sp^3)$ liegen demnach zwischen solchen vom Typ $\text{N}(sp^3)-\text{N}(sp^3)$ und solchen vom Typ $\text{N}(sp^2)-\text{N}(sp^2)$, wie sie z.B. mit durchschnittlich $1,39 \text{ \AA}$ in ringförmigen und offenkettigen Schwefel-Hydrazin-Verbindungen gefunden wurden (Linke & Kalker, 1976, 1977a,b,c,d).

Während die P–N-Bindungsabstände im Mittel um rund 0,02 bis 0,03 Å kürzer sind als in den analogen Ringverbindungen, wo für $r[\text{P}–\text{N}(sp^2)]$ 1,645 (3) Å (*cis*-Isomeres) und 1,656 (4) Å (*trans*-Isomeres) gefunden wurden (Engelhardt & Hartl, 1975, 1976), ist der P–S-Bindungsabstand im Phenoxythiophosphoryldihydrazid um rund 0,03 Å und der P–O-Bindungsabstand um rund 0,01 Å länger. Einige intermolekulare S...H-Kontakte sind deutlich kürzer als die Summe der van-der-Waals-Radien von Wasserstoff und Schwefel nach Pauling (1973) von 3,05 Å: S...H(10)(\bar{x} , 2– y , 2– z) = 2,66 (3) Å; S...H(11)($x+1$, y , z) = 2,72 (3) Å. Intermolekulare N...H-Wasserstoffbrückenbindungen verknüpfen die Hydrazingruppen so, dass die azideren α -ständigen Wasserstoffatome als Elektronenpaar-Akzeptoren, die basischeren β -Stickstoffatome als Elektronenpaar-Donatoren fungieren: N(4)...H(1)(\bar{x} , 1– y , 2– z) = 2,07 (3) Å, mit N(4)...N(1)(\bar{x} , 1– y , 2– z) = 2,965 (4) Å; N(2)...H(9)(\bar{x} , 2– y , 2– z) = 2,20 (3) Å mit N(2)...N(3)(\bar{x} , 2– y , 2– z) = 3,124 (4) Å.

Die Wasserstoffbrücken vernetzen die Moleküle schichtartig parallel zur (001)-Ebene. Die Schichten sind durch in Richtung der *b*-Achse sich erstreckende Stapel von Phenylringen miteinander verzahnt.

Wir danken den Herren Kollegen des Instituts für Kristallographie der Freien Universität Berlin für ihre Unterstützung bei den Messungen und für die Bereitstellung einiger Rechenprogramme. Dem Fonds der Chemischen Industrie gilt unser Dank für finanzielle Unterstützung.

Literatur

- ANSELL, G. B. & ERICKSON, J. L. (1975). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, S. 270–271.
- BURNHAM, C. W. (1966). *Am. Mineral.* **51**, 159–164.
- CAMERON, A. F. & FREER, A. A. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1507–1509.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
- ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2098–2105.
- ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1133–1138.
- ENGELHARDT, U. & SCHERER, G. (1976). *Z. Naturforsch. Teil B*, **31**, 1553–1561.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Bd. III, S. 213. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, revised. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LARSON, A. C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 664–669.
- LINKE, K.-H. & KALKER, H. G. (1976). *Chem. Ber.* **109**, 76–81.
- LINKE, K.-H. & KALKER, H. G. (1977a). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **432**, 193–202.
- LINKE, K.-H. & KALKER, H. G. (1977b). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **433**, 133–139.
- LINKE, K.-H. & KALKER, H. G. (1977c). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **434**, 157–164.
- LINKE, K.-H. & KALKER, H. G. (1977d). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **434**, 165–170.
- MORINO, Y., IJIMA, T. & MURATA, Y. (1960). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **33**, 46–48.
- NELSEN, S. F., HOLLINSE, W. C. & CALABRESE, J. C. (1977). *J. Am. Chem. Soc.* **99**, 4461–4467.
- OTTERSEN, T. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 373–378.
- PAULING, L. (1973). *Die Natur der chemischen Bindung*, 3. Aufl. Weinheim: Verlag Chemie.
- SPAGNA, R. & VACIAGO, A. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 993–995.
- STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The XRAY system – version of March 1976. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 3119–3122

(±)-3-Bis(phenylsulfinyl)methyl-1,2-dimethylcyclopropene

BY HEIKO BECKHAUS, MICHIO KIMURA, WILLIAM H. WATSON,
CLIFFORD G. VENIER AND BISERKA KOJIĆ-PRODIĆ*

Department of Chemistry, Texas Christian University, Fort Worth, Texas 76129, USA

(Received 21 June 1979; accepted 4 September 1979)

Abstract. C₁₈H₁₈O₂S₂, $M_r = 330.47$, orthorhombic, *Pbca*, $a = 20.711$ (9), $b = 15.761$ (7), $c = 10.740$ (3) Å, $V = 3506$ (2) Å³, $Z = 8$, $d_c = 1.252$ Mg m⁻³, $\mu =$

2.73 mm⁻¹. Full-matrix least-squares refinement (non-hydrogen atoms anisotropic, H atoms isotropic) based on 2535 reflexions led to a final *R* of 0.078. The geometries around the two S atoms are pyramidal (tetrahedral when the lone pair is considered) and the molecules exhibit *R,R* and *S,S* stereochemistries which

* Current address: Institut 'Ruder Bošković', PO Box 1016, Zagreb, Yugoslavia.