

bonds in an unsymmetrically flattened boat are somewhat shorter because of the attractive effect of the positive charge. Since C(3) is only 0.162 (3) Å from the N(2)—N(4)—C(8) plane [and C(6) 0.151 (3) Å from N(1)—C(5)—C(10)], near sp^2 hybridization at C(3) [and C(6)] is indicated. The symmetry of the system is further evident from a comparison of the distances of related atoms from the C(7)—N(1)—N(4)—C(9) plane (0.002–0.003 Å): N(2) 0.283 (2) vs N(5) 0.272 (3) Å, C(3) 0.443 (3) vs C(6) 0.406 (3) Å, C(8) 0.584 (4) vs C(10) 0.519 (4) Å; similarly using the C(10)—C(6)—C(3)—C(8) plane (0.005–0.011 Å): N(1) 1.131 (3) vs N(4) 1.117 (3) Å, N(2) 1.169 (3) vs N(5) 1.177 (3) Å, C(7) 2.399 (4) vs C(9) 2.392 (4) Å.

We thank Drs H. Kohn and D. Hoskin for useful discussions. We also are grateful to the National Institutes of Health and McNeil Pharmaceutical for grants that supported this investigation.

Acta Cryst. (1984). **C40**, 2078–2079

Struktur von 1,8-Di-2-pyridyl-3,6-dithiaoctan, $C_{16}H_{20}N_2S_2$

VON ALFONSO CASTINEIRAS UND MARIA V. PAREDES

Departamento de Química Inorganica, Facultad de Farmacia, Universidad de Santiago, Santiago de Compostela, Spanien

UND WOLFGANG HILLER

Institut für Anorganische Chemie der Universität Tübingen, Auf der Morgenstelle 18, D-7400 Tübingen, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 19. März 1984; angenommen am 18. August 1984)

Abstract. $M_r = 304.48$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 15.189$ (3), $b = 4.825$ (9), $c = 11.833$ (2) Å, $\beta = 107.64$ (1)°, $V = 826.3$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.224$ g cm⁻³, Mo $K\alpha$, $\lambda = 0.71073$ Å, $\mu = 3.015$ cm⁻¹, $F(000) = 324$, $T = 293$ K, final $R = 0.057$ for 1032 significant [$I > 2\sigma(I)$] reflections. In the crystal structure the molecule exhibits the form of a chain, the pyridine rings being *trans* orientated. There are no unusual bond distances or angles.

Einleitung. 1,8-Di-2-pyridyl-3,6-dithiaoctan (bpdto) kann als vierzähliger N,S,S',N' - und als zweizähliger N,N' -Chelatligand fungieren (Castineiras, Molleda, Masaguer & Coto, 1983). Im Rahmen unserer Untersuchungen über Komplexe von Kobalt(II) mit bpdto (Castineiras, Hiller, Strähle, Paredes & Sordo, 1984) als Modellsubstanzen für die homogene Katalyse berichten wir im folgenden über die Kristallstruktur des Chelatliganden bpdto.

0108-2701/84/122078-02\$01.50

References

- CORFIELD, P. W. R., DOEDENS, R. J. & IBERS, J. A. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 197–204.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.2A. Birmingham: Kynoch Press.
 FRENZ, B. A. (1983). *Enraf-Nonius Structure Determination Package; SDP Users Guide*, version of 6 January, 1983.
 HOSKIN, D. H. (1981). PhD Thesis. The Pennsylvania State Univ.
 HOSKIN, D. H., WOODEN, G. P. & OLOFSON, R. A. (1982). *J. Org. Chem.* **47**, 2858–2861.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KOHN, H. & OLOFSON, R. A. (1972). *J. Org. Chem.* **37**, 3504–3509.
 MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
 SKORIANETZ, W. & KOVATS, E. (1972). *Helv. Chim. Acta*, **55**, 1404–1414.

Experimentelles. Farblose Kristallnadeln von bpdto wurden durch Umsetzung von 1,2-Ethandithiol mit 2-Vinylpyridin erhalten (Goodwin & Lions, 1960). Die Substanz kristallisiert in schlechter Qualität. Kristallgröße 0,9 × 0,15 × 0,1 mm, Buerger-Präzessionsaufnahmen: monoklin, $P2_1/c$. Vierkreisdiffraktometer CAD-4 von Enraf-Nonius, Mo $K\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator. Ermittlung der Gitterkonstanten anhand von 25 genau zentrierten Reflexen hoher Beugungswinkel ($3^\circ < \theta < 27^\circ$). Registrierung der Intensitäten mit $2\theta/\theta$ -scan, $\theta_{\max} = 31^\circ$. Keine signifikante Änderung der Intensitäten der Kontrollreflexe im Verlauf der Messung. $h + 22$, $k \pm 7$, $l \pm 17$. 3599 gemessene Reflexe, 2629 unabhängige Reflexe, 1032 Reflexe mit einer Intensität $I > 2\sigma(I)$, die für die Verfeinerung verwendet wurden. LP-Korrektur, Extinktionskorrektur, auf eine Absorptionskorrektur wurde verzichtet. Strukturaufklärung mit *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980); H-Atomlagen wurden einer

© 1984 International Union of Crystallography

Tabelle 1. Lageparameter, äquivalente isotrope und isotrope Temperaturparameter (\AA^2) (Standardabweichungen in Klammern)

Die H-Atomlagen wurden nur mit isotropen Temperaturfaktoren verfeinert. Für die restlichen Atome sind die isotropen äquivalenten Temperaturparameter angegeben. $B_{\text{äq}} = \frac{1}{3}[B_{11}a^*{}^2 + \dots + B_{12}a^*b^*\cos\gamma + \dots]$.

	x	y	z	$B_{\text{äq}}/B_{\text{iso}}$
S	0,43634 (8)	0,1891 (3)	0,0900 (1)	4,84 (2)
N	0,1444 (3)	0,542 (1)	0,0926 (4)	6,0 (1)
C(1)	0,5159 (3)	0,4374 (9)	0,0606 (4)	4,1 (1)
C(2)	0,3540 (3)	0,423 (1)	0,1226 (4)	4,7 (1)
C(3)	0,2804 (3)	0,261 (1)	0,1565 (4)	5,7 (1)
C(4)	0,2120 (3)	0,456 (1)	0,1844 (4)	4,2 (1)
C(5)	0,2221 (4)	0,539 (1)	0,2973 (4)	6,3 (1)
C(6)	0,1584 (4)	0,727 (2)	0,3165 (5)	8,8 (2)
C(7)	0,0886 (4)	0,812 (1)	0,2214 (5)	8,6 (2)
C(8)	0,0837 (4)	0,721 (1)	0,1148 (6)	7,9 (2)
H(11)	0,534 (2)	0,574 (8)	0,127 (3)	4 (1)
H(12)	0,575 (2)	0,356 (9)	0,075 (3)	5 (1)
H(21)	0,321 (3)	0,50 (1)	0,049 (4)	6 (1)
H(22)	0,385 (3)	0,52 (1)	0,193 (4)	7 (1)
H(31)	0,321 (4)	0,20 (1)	0,243 (5)	11 (2)
H(32)	0,250 (4)	0,18 (1)	0,072 (5)	12 (2)
H(5)	0,271 (3)	0,46 (1)	0,369 (4)	9 (2)
H(6)	0,165 (3)	0,76 (1)	0,397 (4)	8 (1)
H(7)	0,066 (4)	0,87 (2)	0,270 (6)	15 (2)
H(8)	0,039 (3)	0,77 (1)	0,044 (4)	9 (2)

 Tabelle 2. Ausgewählte Abstände (\AA), Winkel ($^\circ$) und Torsionswinkel ($^\circ$) (Standardabweichungen in Klammern).

Der Index i entspricht der äquivalenten Position $\bar{x}_i, \bar{y}_i, \bar{z}_i$.

S—C(1)	1,809 (5)	S—C(1)—C(1 ⁱ)	114,3 (5)
S—C(2)	1,809 (5)	C(1)—S—C(2)	100,0 (2)
C(1)—C(1 ⁱ)	1,495 (11)	S—C(2)—C(3)	110,5 (4)
C(2)—C(3)	1,512 (8)	C(2)—C(3)—C(4)	110,5 (5)
C(3)—C(4)	1,512 (7)	C(3)—C(4)—C(5)	121,2 (6)
C(4)—C(5)	1,358 (8)	C(3)—C(4)—N	115,6 (6)
C(5)—C(6)	1,394 (12)	C(5)—C(4)—N	123,2 (6)
C(6)—C(7)	1,355 (13)	C(4)—C(5)—C(6)	118,3 (8)
C(7)—C(8)	1,315 (12)	C(5)—C(6)—C(7)	117,9 (8)
C(8)—N	1,347 (9)	C(6)—C(7)—C(8)	120,0 (9)
N—C(4)	1,315 (7)	C(7)—C(8)—N	123,9 (9)
		C(8)—N—C(4)	116,7 (7)
C(1)—S—C(2)—C(3)	177,4 (8)	S—C(2)—C(3)—C(4)	179,7 (8)

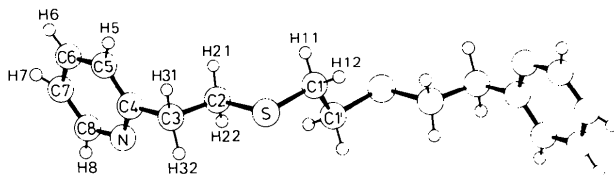


Fig. 1. Molekülstruktur und Atombezeichnung von bpdto.

Differenzfouriersynthese entnommen und in die Verfeinerung einbezogen; anisotrope Temperaturparameter für alle Atome (ausser H); $R = 0,057$, $R_w = 0,056$, 132 Parameter; $\sum w|\Delta F^2|$ minimalisiert; $w = 1/\sigma^2(F_o)$; $S = 0,844$; $\Delta\rho < 10,355 |e \text{\AA}^{-3}$, max. $(\Delta/\sigma) < 0,035$. Die Atomformfaktoren entstammen den *International Tables for X-ray Crystallography* (Cromer & Waber, 1974). Alle Rechnungen wurden mit Hilfe des *Structure Determination Package* (Frenz, 1982) auf einem Digital PDP 11/60 Computer durchgeführt.

Diskussion. Die Lageparameter und äquivalenten isotropen Temperaturfaktoren sind in Tabelle 1, die wichtigsten Atomabstände und Winkel in Tabelle 2 aufgeführt.* Die Struktur des Moleküls ist in Fig. 1 dargestellt.

Im festen Zustand besteht die gestreckte Dithiooctan-Kette aus zwei symmetrischen Hälften, die durch ein Inversionszentrum miteinander verknüpft sind. Die Pyridinringe stehen in *trans*-Stellung zueinander. Die S—C-Bindungsabstände sind in guter Übereinstimmung mit den Werten, wie sie auch in den Thioethern $(\text{CH}_3)_2\text{S}$ und $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{S}$ (Sutton, 1965) gefunden werden. Die weiteren C—C-Bindungsabstände entsprechen ebenfalls den Erwartungswerten.

* Die Liste der Strukturparameter, die Tabelle der anisotropen Temperaturparameter, eine vollständige Liste der Atomabstände und -winkel sowie eine Liste der Torsionswinkel sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39687: 16 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Literatur

- CASTINEIRAS, A., HILLER, W., STRÄHLE, J., PAREDES, M. V. & SORDO, J. (1984). *Acta Cryst.* Im Druck.
- CASTINEIRAS, A., MOLLEDA, C., MASAGUER, J. R. & COTO, V. (1983). *Transition Met. Chem.* **8**, 129–131
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Bd. IV, Tabelle 2.2B. Birmingham: Kynoch Press.
- FRENZ, B. A. (1982). *SDP-Plus, Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft.
- GOODWIN, H. A. & LIONS, F. (1960). *J. Am. Chem. Soc.* **82**, 5013–5023
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. York, England und Louvain, Belgien.
- SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. London: The Chemical Society.