

Table 2. Bond lengths (Å) and valence angles (°)

C(1)—C(2)	1.532 (3)	C(1)—C(1')	1.302 (4)
C(1)—C(10')	1.527 (3)	C(2)—C(3)	1.531 (3)
C(2)—C(7)	1.521 (3)	C(3)—C(4)	1.506 (3)
C(4)—C(5)	1.515 (3)	C(4)—C(8)	1.521 (3)
C(5)—C(6)	1.518 (4)	C(6)—C(7)	1.519 (4)
C(6)—C(9)	1.512 (3)	C(8)—C(10)	1.524 (3)
C(9)—C(10)	1.523 (3)	C(10)—C(1')	1.527 (3)
C(2)—C(1)—C(1')	122.6 (2)	C(2)—C(1)—C(10')	115.0 (2)
C(1')—C(1)—C(10')	122.4 (2)	C(1)—C(2)—C(3)	113.1 (2)
C(1)—C(2)—C(7)	113.1 (2)	C(3)—C(2)—C(7)	110.6 (2)
C(2)—C(3)—C(4)	114.0 (2)	C(3)—C(4)—C(5)	109.3 (2)
C(3)—C(4)—C(8)	113.6 (2)	C(5)—C(4)—C(8)	109.0 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	108.9 (2)	C(5)—C(6)—C(7)	109.3 (2)
C(5)—C(6)—C(9)	109.4 (2)	C(7)—C(6)—C(9)	113.3 (2)
C(2)—C(7)—C(6)	114.0 (2)	C(4)—C(8)—C(10)	114.0 (2)
C(6)—C(9)—C(10)	113.8 (2)	C(8)—C(10)—C(9)	110.7 (2)
C(8)—C(10)—C(1')	113.0 (2)	C(9)—C(10)—C(1')	113.5 (2)

1351 reflections, $S = 1.622$; $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.010$, $(\Delta/\sigma)_{\text{av}} = 0.002$; largest peaks in the final difference map of $+0.15$ and $-0.13 \text{ e } \text{Å}^{-3}$; $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ minimized with $w = [\sigma^2(F_o) + 0.000223F_o^2]^{-1}$; all computer programs supplied by Nicolet for Desktop 30 Microclipse and Nova 4 configuration (Nicolet Instrument Corporation, 1986); atomic scattering factors and anomalous-dispersion corrections from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). The X-ray parameters were used in a molecular-mechanics calculation (Allinger & Yuh, 1980). Table 1 lists atomic positional parameters and U_{eq} values while Table 2 lists interatomic distances and valence angles.* The structure and atomic numbering of (1) are shown in Fig. 1.

Related literature. The lack of chemical reactivity of bis(homoadamantane) with singlet oxygen and epoxidizing agents (Meijer & Wynberg, 1981) and with

* Lists of H-atom coordinates, anisotropic thermal parameters and structure factors have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 44287 (11 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 2466–2468

N-(N'-Phenylsulfamoyl)oxazolidinone-2

PAR BERNARD BONNAUD, ROBERT VIANI, BERNADETTE AGOH, BARBARA DELAUNAY, GEORGES DEWINTER ET JEAN-LOUIS MONTERO

Département de Physique, Université d'Abidjan, 04 BP 322, Abidjan 04, Côte d'Ivoire

ET JEAN-PIERRE AYCARD

Laboratoire de Chimie Organique Structurale, Université de Provence, 13397 Marseille CEDEX 13, France

(Reçu le 29 avril 1987, accepté le 29 juillet 1987)

Abstract. 2-Oxo-3-oxazolidinesulfonanilide, $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$, $M_r = 242.29$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.217$ (3), $b = 7.653$ (2), $c = 12.503$ (6) Å, $\beta =$

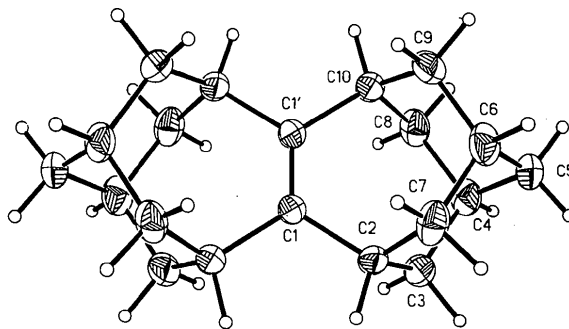


Fig. 1. Drawing of the title compound. Thermal ellipsoids are drawn at the 25% probability level. H atoms are represented by spheres of arbitrary size.

$\text{Br}_2\text{-CCl}_4$ and other reagents (Gill & Hands, 1971) has been discussed. Gerson, Lopez, Akaba & Nelson (1981) investigated the ease of electron loss and the stability of the resulting cation.

We thank The Welch Foundation (P-074) and the TCU Research Fund for financial support. We thank Professor Paul Bartlett and Dr David Morton for the sample.

References

- ALLINGER, N. L. & YUH, Y. H. (1980). *MM2* with *MMPI* subroutines for IBM PC. Updated by L. C. ROHREN (1984); adapted by J. J. GAJEWSKI & K. E. GILBERT from copy supplied by O. NELSON & C. SCOTT OWEN. Obtained from Serena Software, 489 Serena Lane, Bloomington, IN 47401, USA.
- GERSON, F., LOPEZ, J., AKABA, R. & NELSON, S. F. (1981). *J. Am. Chem. Soc.* **103**, 6716–6722.
- GILL, G. B. & HANDS, D. (1971). *Tetrahedron Lett.* pp. 181–184.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- MEIJER, E. W. & WYNBERG, H. (1981). *Tetrahedron Lett.* pp. 785–788.
- Nicolet Instrument Corporation (1986). *SHELXTL* for Desktop 30 (Microclipse), PN269-1040340, April, 1986. Nicolet XRD Corporation, Cupertino, CA, USA.

96.59 (3)°, $V = 1066$ (4) Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.50$ (2), $D_x = 1.510 \text{ Mg m}^{-3}$, $\text{MoK}\alpha$ radiation, $\lambda = 0.7107$ Å, $\mu = 2.53 \text{ mm}^{-1}$, $F(000) = 504$, $T = 295 \text{ K}$, final $R =$

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents [$\sigma(B_{eq}) = 0,4 \text{ \AA}^2$]

$$B_{eq} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
O1	4902 (2)	4199 (2)	-1553 (2)	4,9
C2	4553 (2)	3058 (3)	-859 (2)	3,7
O2	5190 (2)	1937 (3)	-440 (2)	5,8
N3	3376 (2)	3336 (2)	-724 (2)	3,5
C4	2876 (3)	4749 (5)	-1386 (3)	5,7
C5	3946 (3)	5413 (3)	-1873 (2)	4,3
S	2680 (1)	2202 (1)	161 (0)	3,3
O4	1478 (2)	2789 (2)	-37 (2)	4,3
OB	3352 (2)	2407 (2)	1185 (1)	4,9
N'	2748 (2)	183 (2)	-151 (2)	3,3
C1'	2096 (2)	-507 (3)	-1113 (2)	2,9
C2'	2596 (2)	-521 (3)	-2072 (2)	4,1
C3'	1957 (3)	-1244 (4)	-2975 (2)	5,2
C4'	831 (3)	-1942 (4)	-2915 (2)	5,4
C5'	355 (3)	-1939 (4)	-1955 (3)	4,9
C6'	977 (2)	-1218 (3)	-1049 (2)	3,8

Tableau 2. Longueurs de liaison (\AA) et angles de valence ($^\circ$)

C2—O1	1,322 (3)	N'—S	1,597 (2)
C5—O1	1,440 (3)	C1'—N'	1,435 (3)
O2—C2	1,198 (3)	C2'—C1'	1,381 (3)
N3—C2	1,367 (3)	C6'—C1'	1,379 (3)
C4—N3	1,436 (3)	C3'—C2'	1,382 (4)
S—N3	1,669 (2)	C4'—C3'	1,382 (5)
C5—C4	1,496 (4)	C5'—C4'	1,368 (4)
O4—S	1,416 (2)	C6'—C5'	1,376 (4)
OB—S	1,417 (2)		
C5—O1—C2	109,9 (2)	N'—S—O4	109,6 (1)
O2—C2—O1	123,6 (2)	N'—S—OB	107,0 (1)
N3—C2—O1	110,1 (2)	C1'—N'—S	121,8 (1)
N3—C2—O2	126,4 (2)	C2'—C1'—N'	120,9 (2)
C4—N3—C2	111,4 (2)	C6'—C1'—C2'	120,6 (2)
S—N3—C2	122,2 (2)	C6'—C1'—N'	118,5 (2)
S—N3—C4	126,3 (2)	C3'—C2'—C1'	119,3 (2)
C5—C4—N3	102,2 (2)	C4'—C3'—C2'	120,1 (3)
C4—C5—O1	106,0 (2)	C5'—C4'—C3'	119,9 (3)
O4—S—N3	103,1 (1)	C6'—C5'—C4'	120,7 (3)
OB—S—N3	107,4 (1)	C5'—C6'—C1'	119,3 (2)
OB—S—O4	121,3 (1)	N'—H'—S	54 (2)
N'—S—N3	107,6 (1)		

0.037 for 1739 observed reflections. The two moieties of the molecule, the benzenic and the planar pentacyclic part, are staggered at an angle of 69.8° around the S—N' bond.

Partie expérimentale. Résultat de la cyclisation d'un β -haloéthoxycarbonylsulfamide (Montero, Agoh, Dewinter, Delaunay & Imbach, 1983) aux propriétés alkylantes. Cristal parallélépipédique $0,25 \times 0,15 \times 0,15$ mm, D_m mesurée par flottaison, diffractomètre Nonius CAD-4, balayage $\theta-2\theta$, $\theta \leq 34^\circ$, paramètres de la maille obtenus à partir de 25 réflexions avec $19 < \theta < 28^\circ$, pas de correction d'absorption. Valeur maximale de $\sin\theta/\lambda = 0,78 \text{ \AA}^{-1}$, $h-14-14$, $k 0-10$, $l 0-16$, réflexion de référence $04\bar{1}$ mesurée toutes les 48 mesures, pas de variation significative, réflexion $10\bar{7}$

mesurée toute les 150 mesures pour contrôle de positionnement. 2586 réflexions indépendantes mesurées, 1739 observées, 847 inobservées [$I < 2,5\sigma(I)$].

Structure déterminée par les méthodes directes (MULTAN80; Main *et al.*, 1980) et affinée par moindres carrés (SHELX76; Sheldrick, 1976). Quantité minimisée $\sum(|F_o| - |F_c|)^2$ sans pondération. Hydrogènes déterminés par Fourier différence, affinement anisotrope pour les atomes lourds, pas d'affinement pour les atomes d'hydrogène. Valeur finale de $R = 0,037$, $wR = 0,045$, $w = 1/[\sigma^2(F_o) + 0,002F_o^2]$; $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,124$. Pour le dernier calcul de Fourier différence $(\Delta\rho)_{\max} = 0,29$, $(\Delta\rho)_{\min} = -0,31 \text{ e \AA}^{-3}$; facteurs de diffusion atomique issus de SHELX76.*

* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées des atomes d'hydrogènes, des facteurs d'agitation thermique, des courtes distances interatomiques, des angles de valence impliquant des hydrogènes et des angles dièdres, de même que la figure de l'empilement moléculaire selon a et mettant en évidence les interactions de type O...H ont été déposés au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44225: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

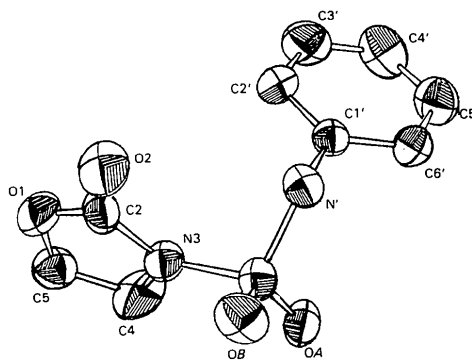


Fig. 1. Vue et numérotation de la molécule.

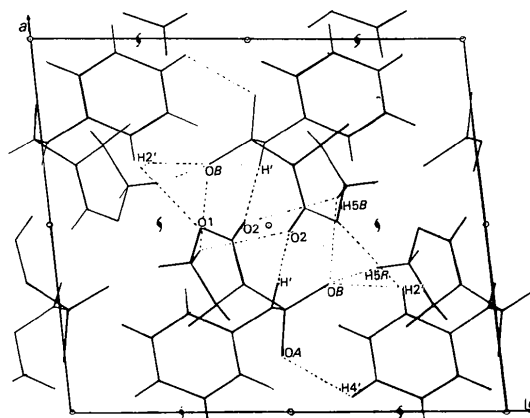


Fig. 2. Empilement moléculaire selon b mettant en évidence les interactions avec les hydrogènes.

Les paramètres atomique sont rassemblés dans le Tableau 1, les distances et les angles dans le Tableau 2. La Fig. 1 montre la molécule et la Fig. 2 l'empilement moléculaire. La molécule représentée en Fig. 1 se caractérise par la planéité du cycle pentagonal dans lequel l'azote N3 a un net caractère sp^2 favorable à une conjugaison partielle du système O1C2O2N3. Celle-ci se traduit par une diminution des longueurs de liaisons autour de C2 par rapport aux valeurs standards (*Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*, 1958). Nous devons aussi noter une différence notable entre les liaisons S—N3 et S—N' [$\Delta l = 0,066$ (3) Å] et la valeur de 68,9 (8)° de l'angle dièdre N3SN'C1'.

Nous devons enfin signaler l'existence d'une forte liaison hydrogène intermoléculaire entre l'hydrogène H'

d'une molécule et l'oxygène O2 de la molécule inverse. La distance entre ces deux atomes est de 2,21 (3) Å.

Références

- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- MONTERO, J. L., AGOH, B., DEWINTER, J. F., DELAUNAY, B. & IMBACH, H. (1983). *Tetrahedron Lett.* p. 3091.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
- Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. (1958). Publication Spécial n°. 11. London: The Chemical Society.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 2468–2469

Structure of 1,3,2-Dithiazole-4-thione

By R. T. OAKLEY AND H. KOENIG

Guelph-Waterloo Centre for Graduate Work in Chemistry, Guelph Campus, Department of Chemistry and Biochemistry, University of Guelph, Guelph, Ontario, Canada N1G 2W1

AND A. W. CORDES

Department of Chemistry and Biochemistry, University of Arkansas, Fayetteville, AR 72701, USA

(Received 13 July 1987; accepted 30 July 1987)

Abstract. C_2HNS_3 , $M_r = 135.2$, monoclinic, $P2_1/m$, $a = 5.990$ (1), $b = 6.422$ (1), $c = 6.058$ (1) Å, $\beta = 100.79$ (1)°, $V = 228.9$ (1) Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.96$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 13.8$ cm⁻¹, $F(000) = 136$, $T = 293$ K, $R = 0.039$ for 534 unique observed reflections. All of the atoms of the molecule lie on a mirror plane of the lattice. The five-membered —SNSCC— ring has SN, SC, and CC bond distances of 1.588 (4) and 1.621 (4), 1.648 (5) and 1.717 (4), and 1.420 (5) Å, respectively. The *exo* CS bond is 1.668 (4) Å.

Experimental. Compound prepared by the reaction of S_4N_4 with $SiMe_2CCSiMe_3$. The intense-blue crystal used for data collection was obtained by sublimation *in vacuo*. Data crystal $0.11 \times 0.19 \times 0.25$ mm mounted on a glass fiber. Intensities measured with an Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer using ω - 2θ scans of 4 to 16° min⁻¹ in θ . Unit cell determined from least-squares analysis of angle data for 25 reflections with $17 < 2\theta < 24^\circ$. Absorption correction based on φ scans varied from 0.94 to 1.00. Data collected to $(\sin \theta)/\lambda$ of 0.75 Å⁻¹, $-9 < h < 9$, $-10 < k < 0$, $0 < l < 9$. Three

standard reflections (20 $\bar{3}$, $\bar{1}30$, 202) decreased less than 0.7% over 8.0 h of data collection. 916 reflections measured, 848 unique ($R_{\text{int}} = 0.01$), 314 reflections with $I < 3\sigma(I)$ considered unobserved. Solved by Patterson and Fourier methods. Full-matrix least squares minimized $\sum w(\Delta F)^2$. H atom refined isotropically and other atoms anisotropically for a total of 40 variables. $R = 0.039$, $wR = 0.055$, $S = 1.53$, where

Table 1. Fractional atomic coordinates and isotropic thermal parameters (Å²)

	x	z	B or B_{eq}
S(1)	0.2406 (2)	-0.2081 (2)	3.32 (2)
S(2)	0.1822 (2)	0.2206 (2)	3.51 (3)
S(3)	0.6701 (2)	0.4313 (2)	3.26 (2)
N	0.0636 (8)	-0.0429 (8)	4.0 (1)
C(1)	0.4650 (7)	0.2034 (7)	2.38 (8)
C(2)	0.4830 (8)	-0.0270 (8)	2.87 (9)
H	0.650 (9)	-0.05 (1)	4 (1)

The H atom was refined isotropically. All atoms have y coordinates of 0.25 (mirror plane). Equivalent isotropic thermal parameter defined as: $B_{\text{eq}} = \frac{1}{3}[a^2B(1,1) + b^2B(2,2) + c^2B(3,3) + ac(\cos \beta)B(1,3)]$.