

Zuschriften sind kurze vorläufige Berichte über Forschungsergebnisse aus allen Gebieten der Chemie. Vom Inhalt der Arbeiten muß zu erwarten sein, daß er aufgrund seiner Bedeutung, Neuartigkeit oder weiten Anwendbarkeit bei sehr vielen Chemikern allgemeine Beachtung finden wird. Autoren von Zuschriften werden gebeten, bei Einreichung ihrer Manuskripte der Redaktion mitzuteilen, welche Gründe in diesem Sinne für eine vorzügliche Veröffentlichung sprechen. Die gleichen Gründe sollen im Manuskript deutlich zum Ausdruck kommen. Manuskripte, von denen sich bei eingehender Beratung in der Redaktion und mit auswärtigen Gutachtern herausstellt, daß sie diesen Voraussetzungen nicht entsprechen, werden den Autoren mit der Bitte zurückgesandt, sie in einer Spezialzeitschrift erscheinen zu lassen, die sich direkt an den Fachmann des behandelten Gebietes wendet.

Tiefemperatur-Röntgenstrukturanalyse von 1-Benzothiepin

Von Noritake Yasuoka, Yasushi Kai, Nobutami Kasai, Toshio Tatsuoka und Ichiro Murata^[*]

Die Struktur des Thiepinringes war bisher wegen der thermischen Instabilität der Thiepine nicht bekannt; Derivate des stabilen *S,S*-Dioxids sind dagegen gut untersucht^[1,2]. Wir berichten hier über die Röntgenstrukturanalyse von 1-Benzothiepin bei -140°C .

1-Benzothiepin (*1*) (Darstellung siehe ^[3]) wurde an einer Aluminiumoxidsäule (mit 5% Wasser deaktiviert, Hexan, -20°C) chromatographiert und anschließend aus Hexan bei -60°C umkristallisiert. Die blaßgelben Plättchen, $F_p = 23.5\text{--}24.5^{\circ}\text{C}$, wurden auf einem automatischen Rigaku-Einkristalldiffraktometer mit $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung untersucht. Zur Kühlung diente flüssiger Stickstoff.

(*1*) ist monoklin, $a = 12.843(9)$, $b = 6.187(2)$, $c = 10.685(5)$ Å, $\beta = 107.45(4)^{\circ}$, Raumgruppe $P2_1/n$ (Nr. 14), $d_{\text{ber}} = 1.34\text{ g cm}^{-3}$ für $Z = 4$.

Die Struktur wurde mit einer direkten Methode (MULTAN-Programm) aufgeklärt. Im Anfangsstadium der Verfeinerung ergaben sich für die isotropen Temperaturfaktoren im Thiepinring höhere Werte als für diejenigen im Benzolring; das deutet auf Unregelmäßigkeiten hin. Nach Differenz-Fourier-Synthesen ist die Anwesenheit von 15% einer spiegelbildlichen Form des Moleküls (*1*) plausibel. Dieses Modell einer partiell ungeordneten Struktur ließ sich einschließlich der Wasserstoffatome (mit isotropen Temperaturfaktoren) bis $R = 0.069$ verfeinern (1586 beobachtete Reflexe).

Abbildung 1 zeigt die Molekülstruktur; C(2), C(3), C(6) und C(7) liegen in einer Ebene. Die Ähnlichkeit mit der Struk-

