

Fig. 1. Stereobild des NH_4SnF_3 (Sn: Kugeln mit schwarzem Segment; N: Kugeln mit 2 Grosskreisen; H: nicht gezeichnet).

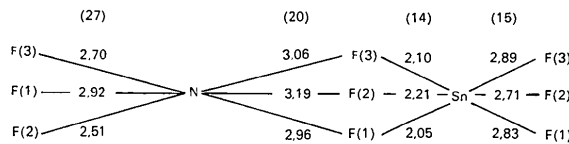


Fig. 2. Bindungsabstände (Standardabweichungen in Klammern) in Å.

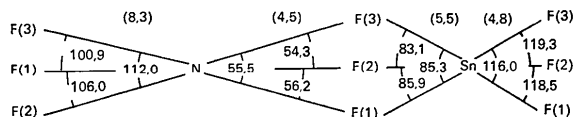


Fig. 3. Bindungswinkel (Standardabweichungen in Klammern).

liegt der Stickstoff der NH_4 -Gruppe. Die spitzen F–N–F-Bindungswinkel (Fig. 3) von im Mittel 55° zeigen, dass hier keine normale F–H–N-Brückenbindung vorliegen kann. Es wird vielmehr ein Wasserstoffatom im Zentrum der drei Fluoratome und des Stickstoffatoms eine Mehrzentrenwasserstoffbrückenbin-

dung bilden. Die drei übrigen Wasserstoffatome des NH_4 -Ions sind dann in $109,5^\circ$ entfernten Richtungen zu erwarten. Dort liegen in der Tat Fluoratome weiterer SnF_3 -Gruppen. N–F-Abstände von im Mittel $2,71$ Å sprechen für eine N–H–F-Brückenbindung; in der Wurtzit-Struktur des NH_4F betragen sie $2,707$ und $2,709$ Å (Morosin, 1970). Die Ammoniumionen verknüpfen daher die SnF_3 -Gruppen durch Wasserstoffbrückenbindungen zu einem dreidimensionalen Gerüst.

Benutzt man bei der Bestimmung der Elementarzelle $[110]$ als Drehachse, so wird leicht eine orthorhombische Zelle vorgetäuscht, die mit der von Donaldson & O'Donoghue (1964) angegebenen praktisch übereinstimmt.

Diese Arbeit: $[110]=9,55$, $b=6,507$, $c=6,859$ Å, $\gamma=89^\circ$. Donaldson & Donoghue (1964): $a=9,43$, $b=6,62$, $c=6,80$ Å, $\gamma=90^\circ$.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte die Arbeit durch eine Sachbeihilfe.

Literatur

- BERGERHOFF, G. & GOOST, L. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 19–23.
 BERGERHOFF, G., GOOST, L. & SCHULTZE-RHONHOF, E. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 803–807.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 DONALDSON, J. D. & O'DONOGHUE, J. D. (1964). *J. Chem. Soc.* S. 271–275.
 GOOST, L. & BERGERHOFF, G. (1967). *Naturwissenschaften*, **54**, 248–249.
 McDONALD, R. R., LARSON, A. C. & CROMER, D. T. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1104–1108.
 MOROSIN, B. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1635–1637.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 633

1,3,5,7-Tetraoxa-9-azacyclodecanon-(10)

VON D. KOBELT UND E. F. PAULUS

Farbwerke Hoechst AG, vormals Meister Lucius & Brüning, 6230 Frankfurt (Main) 80, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 27. Januar 1972; angenommen am 2. November 1972)

Abstract. Monoclinic, $P2_1/c$, racemic, $a=7,44$ (1), $b=8,16$ (1), $c=13,34$ (1) Å, $\beta=118,3$ (3)°, $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_5$, $Z=4$, $M=163,1$, $\rho_x=1,517$ g cm $^{-3}$. In the crystals the molecules lie in layers parallel to the ac plane and are held together by $\text{NH}\cdots\text{O}$ hydrogen bonds. The carbonyl group is not planar.

Einführung. Die Röntgenintensitäten wurden auf einem automatischen Einkristalldiffractometer (Fa. Siemens) nach Prof. W. Hoppe vermessen (online-Be-

trieb; Fünfwertmessung; Mo- $K\alpha$ -Strahlung; $\theta_{\text{max}}=28^\circ$; 1573 Reflexe beobachtet, weitere 156 Reflexe wurden infolge Nichterreichen einer Mindestintensität nicht zu Ende gemessen). Systematische Auslöschungen zeigten die Reflexe $h0l$ für $l=2n+1$ und $0k0$ für $k=2n+1$. Das Strukturproblem wurde mit den Methoden der direkten Phasenbestimmung (Germain & Woolfson, 1968; Germain, Main & Woolfson, 1970) gelöst. Die Strukturparameterverfeinerung wurde nach der Methode der Kleinsten Quadrate mit vollständiger

Matrix durchgeführt. Der R -Wert ($R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} \cdot 100\%$)* beträgt 4,4% (1573 Reflexe). Die Berechnungen erfolgten auf einer IBM 360/40 G mit dem von uns entwickelten Programmsystem *SER*.

Diskussion der Ergebnisse. Durch Reaktion von Chlorsulfonylisocyanat mit Trioxan entsteht eine kristalline Verbindung der Zusammensetzung $C_5H_8ClNO_7S$. Durch Hydrolyse kann der Chlorsulfonylrest durch ein Wasserstoffatom ersetzt werden (Claus, Friedrich & Jensen, 1971). N.m.r.-infrarot- und massenspektroskopische Untersuchungen liessen auf einen Zehnring mit 5 Kohlenstoff-, 1 Stickstoff- und 4 Sauerstoffringatomen schliessen. Um diesen Strukturvorschlag zu prüfen und um die Konformation des Moleküls zu bestimmen, führten wir eine Röntgenstrukturanalyse durch.

Die Ergebnisse der Strukturanalyse sind in den Fig. 1 und 2 und in den Tabellen 1–4 wiedergegeben. Die Tabelle der beobachteten und berechneten Strukturamplituden liegt als Supplementary Publication No. SUP 30038 vor.† Die Standardabweichungen sind je-

* Die Atomformfaktoren wurden der Literatur (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962) entnommen. Die Korrekturen für anomale Streuung wurden auch durchgeführt.

† Die Abschriften lassen sich erhalten von The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

Tabelle 1. Atomkoordinaten

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
O(1)	0,6415 (2)	0,8202 (1)	0,7416 (1)
O(2)	0,3476 (2)	0,6968 (1)	0,7173 (1)
O(3)	0,0347 (2)	0,8300 (1)	0,6040 (1)
O(4)	0,1961 (2)	0,8169 (1)	0,4941 (1)
O(5)	0,2490 (2)	0,5551 (2)	0,4599 (1)
N(1)	0,5142 (2)	0,7304 (2)	0,5493 (1)
C(1)	0,6017 (3)	0,8630 (2)	0,6304 (2)
C(2)	0,4745 (3)	0,8374 (2)	0,7620 (1)
C(3)	0,1452 (3)	0,7193 (3)	0,6942 (2)
C(4)	0,0111 (2)	0,7793 (2)	0,4989 (1)
C(5)	0,3161 (2)	0,6887 (2)	0,5001 (1)
H(1)	0,600 (4)	0,651 (3)	0,556 (2)
H(2)	0,506 (4)	0,958 (3)	0,604 (2)
H(3)	0,730 (4)	0,895 (3)	0,641 (2)
H(4)	0,395 (4)	0,943 (3)	0,726 (2)
H(5)	0,527 (4)	0,838 (3)	0,843 (3)
H(6)	0,088 (4)	0,613 (3)	0,674 (2)
H(7)	0,135 (4)	0,763 (3)	0,758 (3)
H(8)	0,986 (4)	0,656 (3)	0,488 (2)
H(9)	0,905 (4)	0,851 (3)	0,444 (2)

Tabelle 2. Isotrope und anisotrope Temperaturfaktoren (\AA^2)

	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}	B
O(1)	2,63 (5)	4,16 (5)	3,09 (6)	0,15 (9)	0,83 (6)	-0,31 (8)	3,34 (5)
O(2)	3,26 (5)	3,01 (5)	3,26 (6)	0,02 (6)	1,17 (6)	0,38 (8)	3,26 (5)
O(3)	3,04 (5)	3,86 (5)	3,87 (6)	0,53 (9)	1,60 (9)	-0,35 (8)	3,50 (5)
O(4)	3,16 (5)	2,80 (5)	3,37 (6)	0,41 (6)	1,42 (6)	0,19 (8)	3,11 (5)
O(5)	3,80 (5)	3,49 (5)	4,20 (6)	-0,17 (9)	1,63 (9)	-1,34 (8)	3,86 (6)
N(1)	3,25 (5)	3,46 (5)	3,48 (6)	0,17 (9)	1,85 (9)	-0,65 (12)	3,27 (6)
C(1)	3,25 (7)	3,57 (8)	3,65 (6)	-0,45 (11)	1,88 (12)	-0,54 (12)	3,26 (6)
C(2)	3,50 (7)	4,10 (8)	2,71 (6)	-0,43 (11)	1,39 (12)	-0,61 (12)	3,37 (6)
C(3)	3,64 (7)	4,85 (8)	3,48 (6)	-0,39 (13)	1,76 (12)	0,23 (12)	3,88 (7)
C(4)	2,61 (5)	3,78 (8)	3,31 (6)	0,30 (11)	0,95 (9)	-0,23 (12)	3,37 (6)
C(5)	3,38 (7)	3,01 (5)	2,38 (6)	0,36 (11)	1,42 (9)	-0,12 (12)	2,75 (6)

weils in Klammern in Einheiten der letzten aufgeführten Dezimalstelle angegeben. Die isotropen Temperaturfaktoren in Tabelle 2 stellen die Werte dar, wie sie sich zu Beginn der Verfeinerung der anisotropen Temperaturfaktoren ergeben hatten.

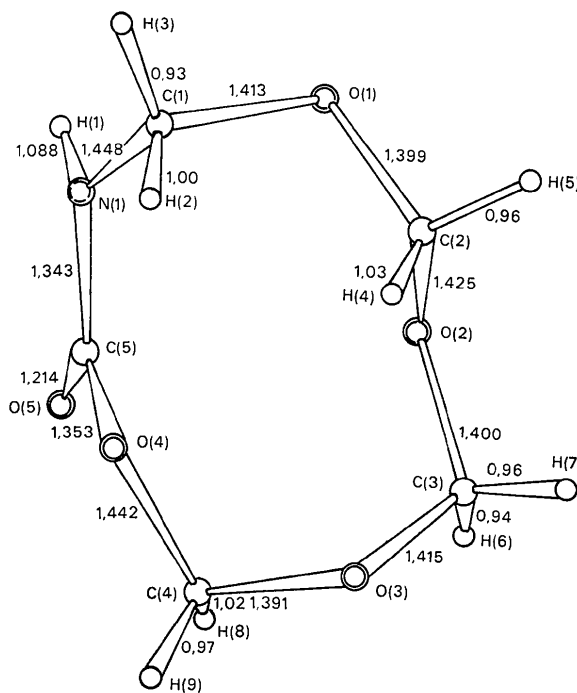


Fig. 1. Projektion des Moleküls auf die Kleinste-Quadrat-Ebene des Moleküls. Standardabweichung σ : O-C: 0,002; N-C: 0,002; N-H: 0,03; C-H: 0,03 Å. Längenangaben in Å.

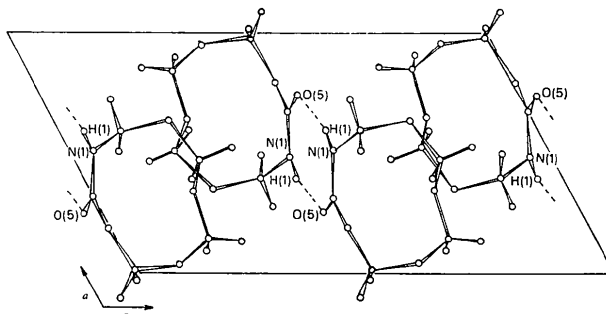


Fig. 2. Projektion des Elementarzelleninhaltes auf die *ac*-Ebene.

Tabelle 3. Bindungswinkel

C(1)–O(1)–C(2)	114,6 (1) ^o
C(2)–O(2)–C(3)	114,7 (1)
C(3)–O(3)–C(4)	114,3 (1)
C(4)–O(4)–C(5)	116,8 (1)
C(1)–N(1)–C(5)	123,8 (1)
C(1)–N(1)–H(1)	115,1 (18)
C(5)–N(1)–H(1)	116,0 (18)
O(1)–C(1)–N(1)	113,3 (1)
O(1)–C(1)–H(2)	108,6 (16)
O(1)–C(1)–H(3)	102,6 (17)
N(1)–C(1)–H(2)	109,0 (15)
N(1)–C(1)–H(3)	112,9 (17)
H(2)–C(1)–H(3)	110,3 (22)
O(1)–C(2)–O(2)	108,1 (1)
O(1)–C(2)–H(4)	111,1 (15)
O(1)–C(2)–H(5)	107,2 (16)
O(2)–C(2)–H(4)	110,9 (14)
O(2)–C(2)–H(5)	108,3 (15)
H(4)–C(2)–H(5)	111,1 (21)
O(2)–C(3)–O(3)	113,7 (1)
O(2)–C(3)–H(6)	103,4 (16)
O(2)–C(3)–H(7)	112,7 (16)
O(3)–C(3)–H(6)	109,9 (17)
O(3)–C(3)–H(7)	105,2 (16)
H(6)–C(3)–H(7)	112,1 (23)
O(3)–C(4)–O(4)	108,4 (1)
O(3)–C(4)–H(8)	111,6 (16)
O(3)–C(4)–H(9)	104,2 (16)
O(4)–C(4)–H(8)	108,4 (15)
O(4)–C(4)–H(9)	106,9 (16)
H(8)–C(4)–H(9)	117,0 (24)
O(4)–C(5)–O(5)	123,2 (1)
O(4)–C(5)–N(1)	111,9 (1)
O(5)–C(5)–N(1)	124,8 (1)

Tabelle 4. Torsionswinkel im Zehnring

C(1)–O(1)–C(2)–O(2)	80,8 ^o
O(1)–C(2)–O(2)–C(3)	–158,4
C(2)–O(2)–C(3)–O(3)	67,1
O(2)–C(3)–O(3)–C(4)	63,3
C(3)–O(3)–C(4)–O(4)	–80,8
O(3)–C(4)–O(4)–C(5)	108,2
C(4)–O(4)–C(5)–N(1)	–149,6
O(4)–C(5)–N(1)–C(1)	26,4
C(5)–N(1)–C(1)–O(1)	79,9
N(1)–C(1)–O(1)–C(2)	–85,1

Die Äther-Sauerstoff-Kohlenstoffabstände sind anomal kurz. In der Literatur (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962; Kobelt, Paulus & Kunstmann, 1972) werden Werte zwischen 1,43 und 1,45 Å angegeben. Die Urethangruppierung C(1)–N(1)H(1)–C(5)O(4)O(5) ist nicht eben. N(1) und H(1) weichen 0,18 bzw. 0,17 Å in der einen Richtung und C(1) 0,19 Å in der anderen Richtung von der Kleinste-Quadrat-Ebene durch die erwähnte Atomgruppierung ab. Gleichbedeutend damit ist, dass N(1) 0,16 Å über der Ebene C(1)H(1)C(5) liegt. Ebenso ist die Carbonsäureamidgruppierung C(5)O(4)O(5)–N(1) im ma-

thematisch statistischen Sinne als nicht eben zu bezeichnen [$\chi^2 = 240,3$; $\chi^2(0,99) = 11,3$ (Hamilton, 1961)], obwohl die grösste Abweichung [C(5)] von der Kleinste-Quadrat-Ebene durch die 4 Atome nur 0,02 Å beträgt. Dies zeigt sich auch im Doppelbindungsanteil der C(5)–N(1)-Bindung; der Bindungsabstand ist geringfügig grösser als man erwarten sollte.

Durch Einbau der Urethangruppe in den 10-gliedrigen Ring ist für die Ester-Amidgruppierung die energetisch günstige *trans-trans*-Konfiguration nicht mehr möglich, es bildet sich eine *trans-cis*-Konfiguration aus. Einen Eindruck von der Gesamtkonformation des Moleküls vermittelt Fig. 1 und Tabelle 4. Es ist eine Art 'gestörte Kronenform'. Da 4 zusammenhängende Ringatome [C(1), N(1), C(5), O(4)] in etwa in einer Ebene liegen, kann sich schon von der Zahl der Ringglieder her keine reine Kronenform ausbilden. Von der Urethangruppe bildet sich nach beiden Seiten die 'Krone' bis O(2)–C(3) aus, wo sie dann unterbrochen wird.

Im Kristall sind die Moleküle in zur *ac*-Ebene parallelen Schichtebenen angeordnet (Fig. 2). Der Schichtebenenabstand beträgt $b/2$. Der Kristallaufbau kann so interpretiert werden, dass zwei enantiomorphe Moleküle, die durch 2 Wasserstoffbrückenbindungen an der Carbonsäureamidgruppe miteinander verbunden sind, um ein Symmetriezentrum ein 'Übermolekül' bilden und dass das entstandene Gebilde eine spezielle Lage einnimmt. Der Abstand der durch eine Wasserstoffbrücke verbundenen Atome N(1) und O(5) beträgt $2,959 \pm 0,002$ Å, der Winkel O(5)–H(1)–N(1) 168° . In der Literatur (Pauling, 1968) werden für starke N–H...O-Wasserstoffbrückenbindungen, wie z.B. in Proteinen, $2,79 \pm 0,12$ Å und für schwache, wie z.B. in Harnstoff, 3,03 Å angegeben.

Herrn Professor Dr M. Mootz (Stuttgart) danken wir für die Durchführung der Torsionswinkelberechnungen.

Literatur

- CLAUSS, K., FRIEDRICH, H.-J. & JENSEN, H. (1971). Unveröffentlichte Arbeiten.
 GERMAIN, G., MAIN, R. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B26, 274–285.
 GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1968). *Acta Cryst.* B25, 91–96.
 HAMILTON, W. C. (1961). *Acta Cryst.* 14, 185–189.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Birmingham: Kynoch Press.
 KOBELT, D., PAULUS, E. F. & KUNSTMANN, W. (1972). *Acta Cryst.* B28, 1319–1324.
 PAULING, L. (1968). *Die Natur der chemischen Bindung*, S. 463–467. Verlag Chemie: Weinheim.