

between the double bonds C(3)—C(4') and C(4)—C(5). The torsion angle C(4')—C(3)—C(4)—C(5) is $-178.3(3)^\circ$. The considerable double-bond character in the C(3)—C(4) bond is indicated by the shortening of this bond by 0.053 \AA compared with the C(2)—C(3) bond length.

There are no intramolecular interactions between the phenyl ring C(5')—C(10') and the butyrate residue. The butyrate group is almost perpendicular to the phenyl ring, dihedral angle $100.2(7)^\circ$. The angle between the best planes through the pyrrolidone ring and the carboxylic ester group is $7.9(6)^\circ$.

The arrangement of the molecules in the unit cell is shown in Fig. 2. Two pyrrolidone groups are self-paired across the centre of inversion at $(\frac{1}{2}, 0, 0)$ by a pair of N(1)—H(1)···O(2) hydrogen bonds. The N(1)···O(2) and H(1)···O(2) distances are $2.837(3)$ and $1.93(2) \text{ \AA}$ and the N(1)—H(1)···O(2) angle is $177(2)^\circ$. There are two intramolecular C—H···C and C—H···N interactions involving C(11) and C(7) which are at $3.040(4)$ and $2.933(3) \text{ \AA}$ from C(4) and N(1), respectively. These two interactions stabilize the orientation of the phenyl ring C(6)—C(11) around the C(5)—C(6) bond, the dihedral angle between this phenyl ring and the pyrrolidone ring being $176.2(6)^\circ$. The dimer-like units are held in the crystal by van der Waals forces.

We are greatly indebted to Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México, CONACYT, for financial support, Project No. PCCBBNA-021262. We also thank Mr Abelardo Cuellar for technical assistance.

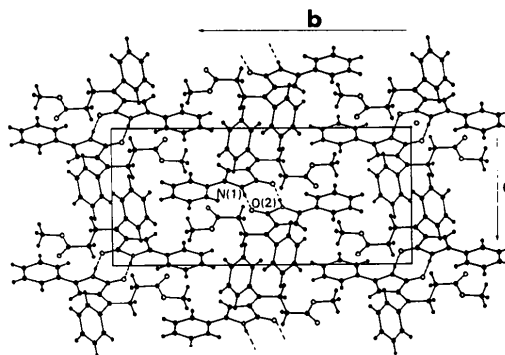


Fig. 2. Packing arrangement of the title compound (1) as viewed along a. Broken lines indicate the intermolecular hydrogen bonds.

References

- BOER, TH. J. DE & BACKER, H. J. (1963). *Organic Syntheses*, Coll. Vol. 4, edited by N. RABJOHN, pp. 250–253. New York: John Wiley.
- BRISSE, F. & SYGUSCH, J. (1974). *Acta Cryst.* B30, 480–486.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- LEDNICER, D. & MITSCHER, L. A. (1980). *The Organic Chemistry of Drug Synthesis*, Vol. 2, pp. 232–237.
- SHELDRIK, G. M. (1981). *Nicolet SHELXTL Operations Manual*, revision 3. Nicolet XRD Corporation, Cupertino, California.
- SOMERVILLE, L. F. & ALLEN, C. F. H. (1943). *Organic Syntheses*, Coll. Vol. 2, edited by A. H. BLATT, pp. 81–83. London: John Wiley.
- SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. Spec. Publ. No. 18. London: The Chemical Society.
- XOCOYOTL, J. S. (1986). BSc Thesis. Univ. Autónoma de Puebla, Puebla, Mexico.

Acta Cryst. (1986). C42, 1830–1833

Gesättigter Anorganischer Phosphor(V)-Hydrazin-Sechsring mit Twist-Konformation

VON UDO ENGELHARDT UND KONRAD GIERSDORF

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, Fabeckstrasse 34–36, D-1000 Berlin 33, Bundesrepublik Deutschland

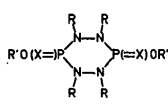
(Eingegangen am 26. November 1985; angenommen am 8. Juli 1986)

Abstract. 1,5-Dimethyl-3-dimethylamino-3-oxo-6-phenoxy-1,2,4,5-tetraaza-3 λ^3 ,6 λ^5 -diphosphacyclohexane 6-sulfide, C₁₀H₁₉N₅O₂P₂S, $M_r = 335.307$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 20.356(2)$, $b = 9.213(1)$, $c = 8.868(1) \text{ \AA}$, $V = 1663.1(5) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $D_x = 1.339 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 704$, $\mu = 35.65 \text{ cm}^{-1}$, $R = 0.026$ ($wR = 0.029$) for 1577 unique contributing reflections. Ni-filtered Cu $K\alpha$, $\lambda = 1.54179 \text{ \AA}$, $T =$

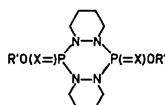
293 K. The title compound has been synthesized in our laboratory as a potential antitumor agent and as a precursor for corresponding compounds with aziridyl substituents at ring phosphorus atoms. The molecule is the Z isomer with a twist conformation of the ring, interplanar angles: PNNP $+71.6(3)$ and $+61.8(3)^\circ$, NNPN $-21.9(3)$ to $-40.5(3)^\circ$ [mean value $-32(7)^\circ$]. The substituents at P are in equatorial

positions. Bond distances: N—N 1.419 (4) (mean), P—O 1.601 (2), P=O 1.469 (3), P—N 1.644 (5) (mean), P=S 1.919 (1) Å.

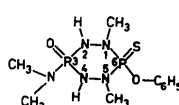
Einleitung. Gesättigte anorganische Phosphor(V)-Hydrazin-Heterocyclen besitzen als Sechsringe je nach Substituenten an Stickstoff oder Phosphor entweder die normale Sessel-Konformation oder eine bisher als außergewöhnlich angesehene Twist-Konformation (Engelhardt & Stronburg, 1985; und die dort zitierte Literatur). *N*-tetramethylierte Verbindungen liegen in den bisher untersuchten Fällen (1a) stets in der Twist-Konformation vor, während im Falle der nicht *N*-methylierten Verbindungen (1b) und der Verbindungen (2) die *trans*-Isomeren (*E*-Isomeren) die Sessel-Konformation, die *cis*-Isomeren (*Z*-Isomeren) dagegen die Twist-Konformation aufweisen. Diese Arbeit berichtet erstmals über die Struktur einer Verbindung (3) mit nur zwei Methylgruppen an den Ring-Stickstoffatomen und einem Dimethylamino-Substituenten am Phosphor.



(1a) R=Me
(1b) R=H
R' Ph, Me, Et



(2) X=S, O



(3)

Experimentelles. Die Titelverbindung entsteht bei der Umsetzung von äquimolaren Mengen an Bis(1-methylhydrazido)thiophosphorsäure-*O*-phenylester und Dimethylamidophosphorsäuredichlorid in Gegenwart von überschüssigem Triethylamin als Base in Tetrahydrofuran als Lösungsmittel (Giersdorf, 1985). Beim Einengen des Lösungsmittels nach Abtrennen des ausgefallenen Triethylaminhydrochlorids fällt ein Rohprodukt an, das ein Gemisch von *Z*- und *E*-Isomeren von (3) enthält. Das in *n*-Hexan leichter lösliche Isomere wurde durch Extraktion im Soxhlet abgetrennt. Es blieb beim Abziehen des Lösungsmittels als zersetzliches Öl zurück und konnte nicht zur Kristallisation gebracht werden. Der Rückstand der *n*-Hexan-Extraktion löst sich in einem Gemisch aus Cyclohexan und Toluol (1:2), aus dem beim Abkühlen auf 279 K die Titelverbindung in Form farbloser, rautenförmiger Plättchen auskristallisiert, die bei 481 K schmelzen. Kristallabmessungen 0,69 × 0,20 × 0,20 mm, automatisches Stoe-Vierkreis-Diffraktometer (θ - 2θ -Abtastung), Gitterparameter aus 23 Reflexen ($15 \leq \theta \leq 17^\circ$, Kleinste-Quadrat-Verfeinerung), Absorptionskorrektur, Beschreibung der Kristallform durch 12 Flächen, Transmissionsfaktoren für F^2 0,584 > A > 0,404 (für Reflexe $\bar{2}3,0,\bar{2}$ bzw. 0,10,0), $\sin(\theta_{\max})/\lambda$ 0,5825 Å⁻¹, $0 \geq h \geq -23$, $0 \leq k \leq +10$,

$0 \geq l \geq -10$, 2 Standardreflexe alle 90 min, Intensitätsabnahme während der gesamten Messung 2%, lineare Korrektur, 1634 Reflexe vermessen, davon 1603 kristallographisch unabhängig, 74 Reflexe mit $I < 2\sigma(I)$ 'unbeobachtet', 48 davon mit $|F_c| > |F_o|$ wurden bei der Verfeinerung unter Minimalisierung von $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ mit einbezogen, direkte Methoden mit MULTAN77 (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977), H-Atomlagen mit Hilfe von Differenz-Fourier-Synthesen. Die Verfeinerung aller 258 Parameter [einschließlich eines isotropen Extinktionsfaktors $g = 2,6 (1) \times 10^{-3}$ (Larson, 1967)] mit anisotropen Temperaturfaktoren (H-Atome isotrop) und einer Gewichtung mit $w = K/(A + DF_o + EF_o^2)$ ($K = 24,8$; $A = 18,271$; $D = -0,6362$; $E = 0,0122$) ergab für das zunächst mit direkten Methoden erhaltene Enantiomere $R = 0,035$ und $wR = 0,036$; $S = 1869$. Die Verfeinerung des anderen Enantiomeren mit den Koordinaten $1-x, 1-y, 1-z$ [$g = 3,1 (1) \times 10^{-3}$; $K = 26,7$ für 'beobachtete' und $K = 13,4$ für 'unbeobachtete' Reflexe; $A = 38,363$; $D = -1,296$; $E = 0,0360$] ergab die endgültigen, deutlich besseren Zuverlässigkeitsindices $R = 0,026$, $wR = 0,029$; $S = 922$. Atomformfaktoren für die neutralen Atome (Cromer & Mann, 1968), für H-Atome (Stewart, Davidson & Simpson, 1965), f' und f'' für P und S aus *International Tables for X-ray Crystallography* (1962), maximales Δ/σ im letzten Verfeinerungszyklus < 0,08, Restelektronendichte-Maxima kleiner als 0,115 e Å⁻³, Programmsystem XRAY76 (Stewart, Machin, Dickinson, Ammon, Heck & Flack, 1976).

Diskussion. Tabelle 1 enthält die Lageparameter der Atome (ohne H-Atome). Wichtige Bindungsabstände und -winkel sind in Tabelle 2 zusammengefaßt.* Die asymmetrische Einheit wird durch ein Molekül der Titelverbindung gebildet. Es handelt sich um das *Z*-konfigurierte Isomere mit S an P(1) und O an P(2) auf der gleichen Seite des Ringes (Fig. 1). Der gesättigte Phosphor-Hydrazin-Sechsring besitzt eine etwas verzerrte Twistkonformation mit folgenden Interplanarwinkeln um die Bindungen im Ring: P(1)—N(1)—N(2)—P(2) +71,6 (3), N(1)—N(2)—P(2)—N(3) -31,0 (3), N(2)—P(2)—N(3)—N(4) -33,3 (3), P(2)—N(3)—N(4)—P(1) +61,8 (3), N(3)—N(4)—P(1)—N(1) -21,9 (3), und N(4)—P(1)—N(1)—N(2) -40,5 (2)° [entsprechende Vergleichswerte für eine idealisierte Twistkonformation des Cyclohexans berechnet aus

* Eine Tabelle der Atomkoordinaten der H-Atome und ihrer isotropen Temperaturfaktoren, eine Tabelle von Bindungsabständen und -winkeln unter Beteiligung von H-Atomen, der Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren sowie der beobachteten und berechneten Strukturfaktoren sind hinterlegt beim British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43217: 16 pp.). Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

$\varphi = \varphi_{\max} \cos(\Delta + 120\beta)$ (Bucourt, 1974) mit $\varphi_{\max} = 66,0$; $\Delta = 114,6$ und $\beta = 0, 1, 2: +65,7, -27,5$ und $-38,2^\circ$. Das wegen der Flexibilität des Sechsrings in Lösung stets in gleicher Konzentration vorliegende andere Enantiomere unterscheidet sich von dem hier im Kristall gefundenen lediglich durch die Vorzeichen der Interplanarwinkel. Es handelt sich also um eine konformative Chiralität. Aus diesem Grunde wurden von

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Mittelwerte der thermischen Parameter $U_{\text{äq}}$ (nach Hamilton, 1959) mit Standardabweichungen (Koordinaten $\times 10^4$, thermische Parameter $\text{\AA}^2 \times 10^3$)

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
P(1)	6528,3 (4)	8265,0 (8)	4863,9 (9)	47,3 (4)
P(2)	5133,1 (4)	10030,1 (9)	4277,2 (9)	49,4 (4)
S(1)	7465,9 (4)	8439 (1)	4722 (1)	71,6 (5)
O(1)	6287 (1)	6730 (2)	5505 (2)	52 (3)
O(2)	4968 (1)	11352 (2)	3433 (3)	68 (2)
N(1)	6144 (1)	8554 (3)	3265 (3)	50 (2)
N(2)	5451 (1)	8610 (3)	3436 (3)	52 (2)
N(3)	5734 (1)	10458 (3)	5464 (3)	53 (2)
N(4)	6107 (1)	9290 (3)	6052 (3)	57 (2)
N(5)	4491 (1)	9339 (3)	5098 (4)	66 (2)
C(1)	6562 (2)	5412 (3)	5035 (4)	49 (2)
C(2)	7019 (2)	4764 (4)	5937 (5)	68 (2)
C(3)	7253 (2)	3403 (5)	5512 (7)	86 (3)
C(4)	7051 (2)	2767 (4)	4207 (7)	88 (3)
C(5)	6598 (3)	3443 (5)	3324 (7)	91 (3)
C(6)	6341 (2)	4781 (4)	3754 (5)	70 (2)
C(7)	6408 (3)	9276 (5)	1941 (5)	68 (3)
C(8)	6202 (3)	9288 (7)	7662 (5)	84 (3)
C(9)	4517 (3)	8023 (7)	5991 (10)	114 (5)
C(10)	3935 (3)	10276 (7)	5484 (8)	100 (4)

Tabelle 2. Relevante Bindungsabstände (\AA) und -winkel ($^\circ$)

P(1)—S(1)	1,919 (1)	P(2)—O(2)	1,469 (3)
P(1)—O(1)	1,601 (2)	P(2)—N(5)	1,627 (3)
P(1)—N(1)	1,641 (3)	P(2)—N(2)	1,639 (3)
P(1)—N(4)	1,654 (3)	P(2)—N(3)	1,660 (3)
N(1)—N(2)	1,420 (4)	N(3)—N(4)	1,417 (4)
N(1)—C(7)	1,452 (5)	N(4)—C(8)	1,441 (5)
N(5)—C(9)	1,449 (8)	N(5)—C(10)	1,464 (7)
O(1)—C(1)	1,401 (3)		
C(1)—C(2)	1,365 (5)	C(1)—C(6)	1,353 (5)
C(2)—C(3)	1,393 (6)	C(5)—C(6)	1,392 (6)
C(3)—C(4)	1,361 (8)	C(5)—C(4)	1,361 (8)
S(1)—P(1)—O(1)	113,70 (9)	O(2)—P(2)—N(5)	111,7 (1)
S(1)—P(1)—N(1)	113,8 (1)	O(2)—P(2)—N(2)	121,4 (2)
S(1)—P(1)—N(4)	120,6 (1)	O(2)—P(2)—N(3)	107,1 (1)
O(1)—P(1)—N(1)	107,7 (1)	N(5)—P(2)—N(2)	102,0 (1)
O(1)—P(1)—N(4)	96,8 (1)	N(5)—P(2)—N(3)	113,2 (2)
N(1)—P(1)—N(4)	102,1 (1)	N(2)—P(2)—N(3)	100,8 (1)
P(1)—N(1)—N(2)	112,8 (2)	P(1)—N(4)—N(3)	118,5 (2)
P(1)—N(1)—C(7)	126,7 (3)	P(1)—N(4)—C(6)	124,1 (3)
N(2)—N(1)—C(7)	115,9 (3)	N(3)—N(4)—C(8)	115,9 (3)
um N(1)	355,4 (5)	um N(4)	358,5 (5)
P(2)—N(2)—N(1)	118,0 (2)	P(2)—N(3)—N(4)	116,6 (2)
P(2)—N(2)—H(1)	127 (2)	P(2)—N(3)—H(7)	117 (3)
N(1)—N(2)—H(1)	115 (2)	N(4)—N(3)—H(7)	114 (3)
um N(2)	360 (3)	um N(3)	348 (4)
P(1)—O(1)—C(1)	122,5 (2)	P(2)—N(5)—C(9)	122,9 (3)
O(1)—C(1)—C(2)	118,5 (3)	P(2)—N(5)—C(10)	119,7 (3)
O(1)—C(1)—C(6)	119,3 (3)	C(9)—N(5)—C(10)	113,2 (4)
		um N(5)	355,8 (6)
C(1)—C(2)—C(3)	117,9 (4)	C(1)—C(6)—C(5)	119,0 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	121,0 (4)	C(6)—C(5)—C(4)	120,2 (5)
C(3)—C(4)—C(5)	119,8 (4)	C(2)—C(1)—C(6)	122,1 (3)

uns auch keine weiteren Versuche zur experimentellen Absicherung der 'absoluten' Konformation, wie z.B. Intensitätsmessungen an Friedel-Paaren, durchgeführt. Das racemische Kristallat enthält immer auch Kristalle mit der anderen enantiomeren Konformation, sodaß die jeweils gefundene 'absolute' Konformation zufällig oder gezielt von der Auswahl eines bestimmten Kristalls für die Strukturanalyse abhängt.

Die Substituenten an den Phosphoratomen befinden sich wie bisher stets bei vergleichbaren Verbindungen in isoclinalen Positionen. Eine der Methylgruppen [C(7)] steht angenähert pseudoaxial, die andere [C(8)] pseudoäquatorial. Die Bindungssphären um die Stickstoffatome mit Ausnahme der um N(3) sind stark eingebnet (Summe der Bindungswinkel, Tabelle 2); Abweichungen der nicht an H gebundenen N-Atome von der Ebene ihrer Bindungspartner: N(1) 0,188, N(4) 0,105, N(5) 0,181 \AA . Die N—N-Bindungsabstände entsprechen mit rund 1,42 \AA sehr gut denen in anderen Phosphor(V)-Hydrazin-Ringen mit Twist-Konformation (Engelhardt & Stromburg, 1985; Viertel & Engelhardt, 1984; Engelhardt, Büniger & Viertel, 1984; Engelhardt & Viertel, 1982a,b; Engelhardt & Hartl, 1976). In entsprechenden Ringverbindungen mit Sessel-Konformation wurden dagegen im Mittel jeweils um etwa 0,02 \AA größere Werte gefunden (Engelhardt & Stromburg, 1985; Engelhardt & Jürgens, 1980; Grand, Robert, Majoral & Navech, 1980; Jaud, Galy, Kraemer, Majoral & Navech, 1980; Engelhardt & Hartl, 1975). Auch in tricyclischen Phosphor(V)-Hydrazin-Ringen mit angenähert Wannen-Konformation fand man im Mittel N—N-Abstände um 1,44 \AA (Cordes, Fair, Bermann & Van Wazer, 1975; Gilje & Jeff, 1972), während in Phosphor(III)-Hydrazin-Sechsringen Werte zwischen 1,44 und 1,46 \AA bestimmt worden sind (Jaud, Benhammou, Majoral & Navech, 1982; Nöth & Ullmann, 1976; Van Doorne, Hunt, Perry & Cordes, 1971). Den bisher längsten N—N-Bindungsabstand fanden Ullmann & Nöth (1976) im Fünfring eines Triazadiphospholidins mit 1,495 (7) \AA .

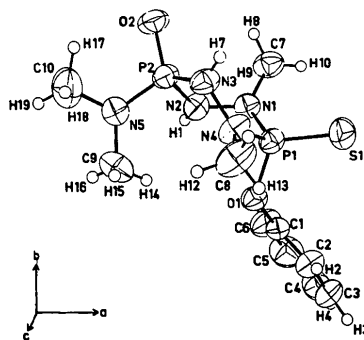


Fig. 1. Molekülgestalt und Numerierung der Atome der asymmetrischen Einheit. Die Ellipsoide enthalten 50% der Elektronenaufenthaltswahrscheinlichkeit. [H(11) gebunden an C(8) ist der Übersichtlichkeit halber nicht beschriftet.]

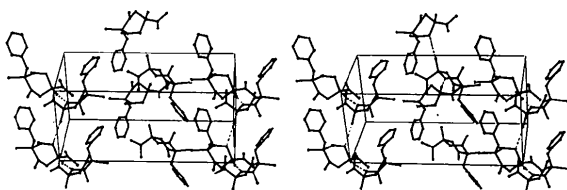


Fig. 2. Anordnung der Moleküle in der Elementarzelle. Stereo-Zeichnung, *a* von links nach rechts (um $+30^\circ$ gedreht), *b* von unten nach oben (um -5° gedreht); Wasserstoffbrücken gestrichelt.

Auch hier enthält der Ring zwei Phosphoratom der Oxidationsstufe +III. Der exocyclische P–N-Abstand ist in der Titelverbindung mit 1,627 (3) Å deutlich kürzer als die entsprechenden Bindungen im Ring, die mit bisher gefundenen Werten auch in ihrer Schwankungsbreite gut übereinstimmen. Der intramolekulare Kontaktabstand P(1)···P(2) über den Ring hinweg ist mit 3,314 (1) Å vergleichbar dem in anderen Twist-Konformationen und deutlich größer als in entsprechenden Sessel-Konformationen (Engelhardt & Stromburg, 1985).

Die Moleküle sind in der Elementarzelle über Wasserstoffbrücken zwischen N(2)–H(1)···O(2ⁱ) bzw. O(2)···H(1ⁱⁱ)–N(2ⁱⁱ) in Richtung der *b*-Achse zu unendlichen Ketten verbunden (Fig. 2): $rN(2)\cdots O(2)$ 2,793 (4) Å; $rH(1)\cdots O(2)$ 1,97 (3) Å mit $rN(2)–H(1)$ 0,86 (3) Å [(i) $1-x, -\frac{1}{2}+y, \frac{1}{2}-z$; (ii) $1-x, \frac{1}{2}+y, \frac{1}{2}-z$].

Wir danken Herrn Kollegen J. Fuchs für seine freundliche Hilfe bei den Messungen. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gilt unser Dank für finanzielle Unterstützung.

Literatur

BUCOURT, R. (1974). *Topics in Stereochemistry*, herausgegeben von E. L. ELIEL & N. L. ALLINGER, Bd. 8, S. 159–224. New York: Wiley–Interscience.

- CORDES, A. W., FAIR, C. K., BERMAN, M. & VAN WAZER, J. R. (1975). *J. Cryst. Mol. Struct.* **5**, 279–285.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- ENGELHARDT, U., BÜNGER, T. & VIERTTEL, H. (1984). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **14**, 603–615.
- ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2098–2105.
- ENGELHARDT, U. & HARTL, H. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1133–1138.
- ENGELHARDT, U. & JÜRGENS, G. D. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3059–3063.
- ENGELHARDT, U. & STROMBURG, B. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 122–126.
- ENGELHARDT, U. & VIERTTEL, H. (1982a). *Acta Cryst.* **B38**, 1972–1975.
- ENGELHARDT, U. & VIERTTEL, H. (1982b). *Acta Cryst.* **B38**, 3049–3052.
- GIERSDORF, K. (1985). Dissertation, Freie Universität Berlin, in Vorbereitung.
- GILJE, J. W. & JEFF, K. (1972). *Inorg. Chem.* **11**, 1643–1646.
- GRAND, A., ROBERT, J.-B., MAJORAL, J.-P. & NAVECH, J. (1980). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, S. 792–795.
- HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Bd. III, S. 213. Birmingham: Kynoch Press. (Gegenwärtiger Verteiler D. Reidel, Dordrecht.)
- JAUD, J., BENHAMMOU, J., MAJORAL, J.-P. & NAVECH, J. (1982). *Z. Kristallogr.* **160**, 69–79.
- JAUD, J., GALY, J., KRAEMER, R., MAJORAL, J.-P. & NAVECH, J. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 869–872.
- LARSON, A. C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 664–669.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERQ, J.-P. (1977). *MULTAN77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. York, England und Louvain, Belgien.
- NÖTH, H. & ULLMANN, R. (1976). *Chem. Ber.* **109**, 1089–1094.
- STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C. W., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). *XRAY System – Version März 1976*. Tech. Ber. TR-446 Computer Science Center, Univ. Maryland, College Park, Maryland.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- ULLMANN, R. & NÖTH, H. (1976). *Chem. Ber.* **109**, 2581–2587.
- VAN DOORNE, W., HUNT, G. W., PERRY, R. W. & CORDES, A. W. (1971). *Inorg. Chem.* **10**, 2591–2594.
- VIERTTEL, H. & ENGELHARDT, U. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 125–127.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 1833–1836

Structure of a Steroid Oxetane Derivative With a Highly Strained and Unusual Ring Arrangement

BY FRANÇOIS BRISSE, MARC-J. OLIVIER, GIANFRANCO CAVALLO AND DENIS GRAVEL

Département de Chimie, Université de Montréal, CP 6128, Succ. 'A', Montréal, Québec, H3C 3J7 Canada

(Received 8 May 1986; accepted 8 July 1986)

Abstract. 17,25-Epoxy-20-oxo-21,22,23,27-tetranor-16,25-cyclocholest-5-en-3-yl acetate, $C_{25}H_{34}O_4$, $M_r = 398.55$, monoclinic, $P2_1$, $a = 6.357$ (2), $b =$

26.203 (6), $c = 6.730$ (1) Å, $\beta = 103.06$ (2)°, $V = 1092.1$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.212$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.54178$ Å, $\mu = 0.604$ mm⁻¹, $F(000) = 432$, $T =$

0108-2701/86/121833-04\$01.50

© 1986 International Union of Crystallography