

atoms. H atoms were placed on calculated positions riding on their bonded atoms, except both hydroxyl group H atoms and the H atom bonded to the ethynyl group, which were located on a difference map. 235 parameters were refined on  $F$  with full-matrix least squares using *SHELX76* (Sheldrick, 1976); all non-H atoms refined anisotropically and for H atoms an overall isotropic thermal parameter was varied [ $U = 0.082$  (2)  $\text{\AA}^2$ ]; convergence at  $R = 0.049$  and  $wR = 0.044$ , where  $w = 1/\sigma^2(F)$  and  $S = 0.4$ ;  $\Delta/\sigma = 0.01$  (1) (av.) and 0.06 (max.) for non-H-atom parameters and  $\Delta/\sigma = 0.09$  (7) (av.) and 0.19 (max.) for H-atom parameters; final electron density within  $\Delta\rho = \pm 0.4 \text{ e \AA}^{-3}$ . Scattering factors from *SHELX76*. Final atomic parameters are given in Table 1, and bond lengths and angles in Table 2.\* Fig. 1 shows the molecular conformation and the atom-numbering scheme. The packing and hydrogen bonding is illustrated in Fig. 2, which shows a stereoview down **b**.

\* Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, torsion angles and H-atom coordinates have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 44117 (22 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 2235–2236

## Diphenylphosphino-*N*-methylthioformamid

VON WOLFGANG HILLER, KLAUS WURST UND UDO KUNZE

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

(Eingegangen am 1. Juli 1985; angenommen am 17. Juni 1987)

**Abstract.**  $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{NPS}$ ,  $M_r = 259.31$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 16.882$  (2),  $b = 9.786$  (2),  $c = 17.128$  (2)  $\text{\AA}$ ,  $\beta = 107.66$  (2) $^\circ$ ,  $V = 2696.3 \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.278 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\text{Cu K}\alpha$ ,  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 30.428 \text{ cm}^{-1}$ ,  $F(000) = 1088$ ,  $T = 293 \text{ K}$ ,  $R = 0.065$  for 2389 observed reflections. In the asymmetric unit are two independent molecules with the same configuration but different conformation of the phenyl rings.

**Experimentelles.** Nadelförmige Einkristalle,  $0,15 \times 0,20 \times 0,50 \text{ mm}$ ; monokline Raumgruppe  $P2_1/n$  aus Buerger-Präzessionsaufnahmen, Verfeinerung der Gitterkonstanten auf dem Enraf-Nonius Vierkreisdiffraktometer CAD-4 anhand von 25 Reflexen hoher Beugungswinkel ( $15 < \theta < 26^\circ$ );  $\text{Cu K}\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator; mit  $\omega/\theta$  scan 5175 Reflexe gemessen ( $\theta < 52^\circ$ ),  $h \pm 17$ ,  $k \pm 9$ ,  $l \pm 17$ ; drei

**Related literature.** Structural data of several other  $\Delta^4$  steroids have been reported in literature, e.g. lynestrenol (Rohrer, Lauffenburger, Duax & Zeelen, 1976) and have been reviewed by Griffin, Duax & Weeks (1984). A study concerning the biological activity of  $11\beta$ -substituted lynestrenol derivatives has been published by van der Broek *et al.* (1977).

The author thanks A. J. M. Duisenberg for collecting the X-ray data.

### References

- BROEK, A. J. VAN DER, BROESS, A. I. A., VAN DER HEUVEL, M. J., DE JONGH, H. P., LEEMHUIS, J., SCHÖNEMANN, K. H., SMITS, J., DE VISSER, J., VAN VLIET, N. P. & ZEELEN, F. J. (1977). *Steroids*, **30**, 481–510.
- GEERESTEIN, V. J. VAN, KANTERS, J. A., DUISENBERG, A. J. M. & KROON, J. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 469–472.
- GRIFFIN, J. F., DUAX, W. L. & WEEKS, C. M. (1984). *Atlas of Steroid Structure*, Vol. II. New York: Ronald Press.
- ROHRER, D. C., LAUFFENBURGER, J. C., DUAX, W. L. & ZEELEN, F. J. (1976). *Cryst. Struct. Commun.* **5**, 539–542.
- ROHRER, D. C., LAUFFENBURGER, J. C., DUAX, W. L. & ZEELEN, F. J. (1977). *Cryst. Struct. Commun.* **6**, 377–380.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SHELDRICK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Program for crystal structure solution. Univ. of Göttingen, Federal Republic of Germany.

Kontrollreflexe mit keiner signifikanten Änderung der Intensität; empirische Absorptionskorrektur (Walker & Stuart, 1983), Mittelung ( $R_{\text{int}} = 0,028$ ) ergab 3009 symmetrieunabhängige Reflexe, davon 2389 mit  $I > 3\sigma(I)$ . Lösung der Struktur mit direkten Methoden (Sheldrick, 1984). H-Atome der Phenylgruppen in berechneten Positionen mit  $d(\text{C-H}) = 0,95 \text{ \AA}$ , die anderen Wasserstoffpositionen wurden einer Differenzfouriersynthese entnommen; alle Atome (außer H) mit anisotropen Temperaturparametern, H-Atomlagen der NH-Gruppe mit individuellen isotropen Temperaturfaktoren verfeinert, H-Atome der Phenyl- und Methylgruppe nur in die Strukturfaktorrechnung einbezogen; Full-matrix Verfeinerung ( $F$ ) (Frenz, 1978; Version 1984) führte zu  $R = 0,065$ ,  $wR = 0,078$ ; 316 Parameter,  $w^{-1} = \sigma^2(F)$ ,  $\sum w|\Delta F|^2$  minimalisiert,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$ ,  $\Delta\rho < 0,53 \text{ e \AA}^{-3}$ ;  $S = 2,76$ . Atom-

Tabelle 1. Lageparameter und äquivalente isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2$ )
$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33})$$

|       | x          | y          | z          | $U_{\text{äq}}$ |
|-------|------------|------------|------------|-----------------|
| S(1)  | 0,4083 (1) | 0,2065 (2) | 0,4039 (1) | 0,055 (1)       |
| P(1)  | 0,2475 (1) | 0,3083 (2) | 0,4185 (1) | 0,038 (1)       |
| N(1)  | 0,3371 (3) | 0,0945 (6) | 0,5055 (4) | 0,041 (4)       |
| C(1)  | 0,3343 (4) | 0,1846 (8) | 0,4478 (4) | 0,038 (5)       |
| C(2)  | 0,4077 (5) | 0,0066 (9) | 0,5414 (5) | 0,052 (6)       |
| C(11) | 0,1791 (4) | 0,2511 (8) | 0,4751 (4) | 0,036 (4)       |
| C(12) | 0,1014 (5) | 0,194 (1)  | 0,4415 (5) | 0,054 (6)       |
| C(13) | 0,0513 (5) | 0,164 (1)  | 0,4907 (6) | 0,067 (7)       |
| C(14) | 0,0776 (5) | 0,1862 (9) | 0,5727 (5) | 0,062 (6)       |
| C(15) | 0,1537 (5) | 0,2430 (9) | 0,6076 (5) | 0,059 (6)       |
| C(16) | 0,2040 (5) | 0,2749 (8) | 0,5584 (5) | 0,047 (5)       |
| C(21) | 0,1967 (4) | 0,2573 (7) | 0,3143 (4) | 0,035 (4)       |
| C(22) | 0,1698 (5) | 0,3569 (9) | 0,2556 (5) | 0,048 (5)       |
| C(23) | 0,1283 (6) | 0,328 (1)  | 0,1758 (5) | 0,065 (7)       |
| C(24) | 0,1128 (6) | 0,194 (1)  | 0,1517 (5) | 0,067 (7)       |
| C(25) | 0,1397 (6) | 0,0929 (9) | 0,2061 (5) | 0,066 (7)       |
| C(26) | 0,1821 (6) | 0,1253 (9) | 0,2878 (5) | 0,058 (6)       |
| H(1)  | 0,292 (4)  | 0,096 (7)  | 0,522 (4)  | 0,04 (1)*       |
| S(2)  | 0,5969 (1) | 0,2963 (2) | 0,3035 (1) | 0,051 (1)       |
| P(2)  | 0,7587 (1) | 0,2085 (2) | 0,4198 (1) | 0,042 (1)       |
| N(2)  | 0,6597 (4) | 0,4104 (7) | 0,4492 (4) | 0,044 (4)       |
| C(3)  | 0,6678 (4) | 0,3242 (8) | 0,3930 (4) | 0,038 (5)       |
| C(4)  | 0,5847 (5) | 0,491 (1)  | 0,4384 (5) | 0,056 (6)       |
| C(31) | 0,8263 (4) | 0,2794 (8) | 0,5142 (4) | 0,039 (4)       |
| C(32) | 0,8836 (5) | 0,3848 (8) | 0,5207 (5) | 0,067 (6)       |
| C(33) | 0,9324 (5) | 0,430 (1)  | 0,5971 (6) | 0,082 (8)       |
| C(34) | 0,9244 (6) | 0,377 (1)  | 0,6667 (6) | 0,069 (7)       |
| C(35) | 0,8666 (7) | 0,277 (1)  | 0,6617 (5) | 0,062 (6)       |
| C(36) | 0,8187 (6) | 0,228 (1)  | 0,5870 (5) | 0,050 (5)       |
| C(41) | 0,8090 (4) | 0,2534 (8) | 0,3431 (4) | 0,037 (4)       |
| C(42) | 0,8527 (5) | 0,1513 (9) | 0,3184 (5) | 0,047 (5)       |
| C(43) | 0,8982 (5) | 0,176 (1)  | 0,2666 (5) | 0,057 (5)       |
| C(44) | 0,9003 (5) | 0,311 (1)  | 0,2383 (5) | 0,069 (8)       |
| C(45) | 0,8572 (5) | 0,4119 (9) | 0,2600 (5) | 0,061 (6)       |
| C(46) | 0,8115 (5) | 0,3847 (8) | 0,3122 (5) | 0,047 (5)       |
| H(2)  | 0,715 (6)  | 0,43 (1)   | 0,501 (6)  | 0,08 (1)*       |

\* H-Atomlagen mit individuellen isotropen Temperaturfaktoren.

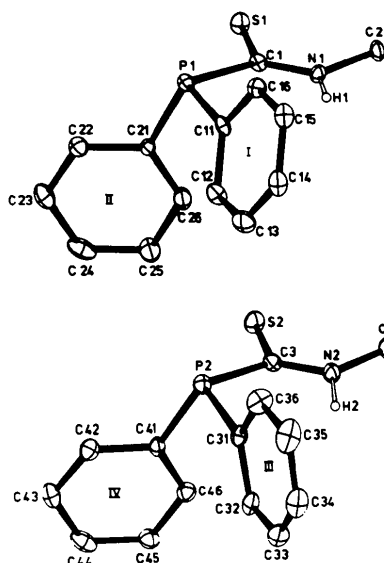


Fig. 1. Struktur der zwei unabhängigen Moleküle in der asymmetrischen Einheit. Die Schwingungselipsoide entsprechen einer Aufenthaltswahrscheinlichkeit von 50%.

formfaktoren aus den *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Die Durchführung der Rechnungen erfolgte an den Computern PDP 11/60 und VAX 11/750. Aufgeführt sind die Lageparameter der Atome in Tabelle 1, die Abstände und Winkel in Tabelle 2 und die Interplanarwinkel in Tabelle 3.\* Fig. 1 stellt die Struktur der zwei unabhängigen Moleküle dar.

Tabelle 2. Abstände ( $\text{\AA}$ ) und Winkel ( $^\circ$ )

Die Geometrie der Phenylringe entspricht den Erwartungswerten und ist deshalb an dieser Stelle nicht aufgeführt.

|                  |           |                  |           |
|------------------|-----------|------------------|-----------|
| S(1)—C(1)        | 1,656 (5) | S(2)—C(3)        | 1,656 (4) |
| P(1)—C(1)        | 1,848 (5) | P(2)—C(3)        | 1,850 (5) |
| P(1)—C(11)       | 1,807 (5) | P(2)—C(31)       | 1,812 (5) |
| P(1)—C(21)       | 1,800 (4) | P(2)—C(41)       | 1,820 (5) |
| N(1)—C(1)        | 1,315 (6) | N(2)—C(3)        | 1,319 (6) |
| N(1)—C(2)        | 1,447 (6) | N(2)—C(4)        | 1,452 (6) |
| N(1)—H(1)        | 0,89 (5)  | N(2)—H(2)        | 1,09 (7)  |
| C(1)—P(1)—C(11)  | 103,5 (2) | C(3)—P(2)—C(31)  | 103,8 (2) |
| C(1)—P(1)—C(21)  | 100,8 (2) | C(3)—P(2)—C(41)  | 101,9 (2) |
| C(11)—P(1)—C(21) | 104,8 (2) | C(31)—P(2)—C(41) | 104,3 (2) |
| C(1)—N(1)—C(2)   | 123,7 (4) | C(3)—N(2)—C(4)   | 122,2 (4) |
| C(1)—N(1)—H(1)   | 113 (3)   | C(3)—N(2)—H(2)   | 116 (4)   |
| C(2)—N(1)—H(1)   | 123 (3)   | C(4)—N(2)—H(2)   | 122 (4)   |
| S(1)—C(1)—P(1)   | 115,9 (3) | S(2)—C(3)—P(2)   | 116,2 (3) |
| S(1)—C(1)—N(1)   | 124,6 (4) | S(2)—C(3)—N(2)   | 125,1 (4) |
| P(1)—C(1)—N(1)   | 119,2 (3) | P(2)—C(3)—N(2)   | 118,2 (3) |

Tabelle 3. Interplanarwinkel

Definition der Ebenen

|                        |                          |
|------------------------|--------------------------|
| A: {P(1), C(11), C(1)} | I: {P(1), C(11)—C(16)}   |
| B: {P(1), C(21), C(1)} | II: {P(1), C(21)—C(26)}  |
| C: {P(2), C(31), C(3)} | III: {P(2), C(31)—C(36)} |
| D: {P(2), C(41), C(3)} | IV: {P(2), C(41)—C(46)}  |

Winkel zwischen den Ebenen ( $^\circ$ )

|        |          |         |          |
|--------|----------|---------|----------|
| (A,I)  | 71,3 (3) | (C,III) | 93,4 (3) |
| (B,II) | 42,8 (3) | (D,IV)  | 32,5 (3) |

## Literatur

- ALBERT, K., BRUNS, A., FÖRSTER, H., HILLER, W. & KUNZE, U. (1985). *Angew. Chem.* **97**, 687–689.
- BRUNS, A., HILLER, W. & KUNZE, U. (1984). *Z. Naturforsch. Teil B*, **39**, 14–18.
- FRENZ, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP – A Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Solution*. In *Computing in Crystallography*, herausgegeben von H. SCHENK, R. OLTJOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, Delft Univ. Press. Auch *SDP-Plus*, Version 1.1 (1984) und *VAXSDP*, Version 2.2 (1985).
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Bd. IV. Birmingham: Kynoch Press (Gegenwärtiger Verteiler D. Reidel, Dordrecht.)
- SHELDRIK, G. M. (1984). Programmsystem *SHELX84* zur Kristallstrukturbestimmung. Univ. Göttingen, Bundesrepublik Deutschland.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.