

Tableau 2. Distances (Å) et angles de valence (°) avec les écarts-type

C(2)—C(1)	1,389 (4)	N(3)—C(7)	1,469 (3)
C(5)—C(1)	1,386 (4)	N(3)—C(8)	1,470 (4)
S(1)—C(1)	1,783 (2)	C(8)—C(9)	1,500 (4)
C(3)—C(2)	1,395 (4)	N(3)—C(10)	1,468 (4)
O(3)—C(2)	1,398 (3)	C(11)—C(10)	1,504 (4)
C(4)—C(3)	1,371 (4)	O(3)—C(12)	1,368 (3)
N(1)—C(4)	1,334 (4)	S(1)—O(1)	1,423 (2)
C(5)—N(1)	1,357 (3)	S(1)—O(2)	1,427 (2)
N(2)—C(6)	1,465 (3)	N(2)—S(1)	1,599 (2)
C(7)—C(6)	1,532 (4)		
C(5)—C(1)—C(2)	119,1 (2)	C(12)—O(3)—C(2)	118,8 (2)
S(1)—C(1)—C(2)	122,4 (2)	C(5)—N(1)—C(4)	116,8 (2)
S(1)—C(1)—C(5)	118,5 (2)	S(1)—N(2)—C(6)	120,1 (2)
C(3)—C(2)—C(1)	118,6 (2)	C(8)—N(3)—C(7)	110,0 (2)
O(3)—C(2)—C(1)	118,4 (2)	C(10)—N(3)—C(7)	110,1 (2)
O(3)—C(2)—C(3)	123,0 (2)	C(10)—N(3)—C(8)	111,5 (2)
C(4)—C(3)—C(2)	118,1 (2)	O(1)—S(1)—C(1)	105,4 (1)
N(1)—C(4)—C(3)	124,8 (2)	O(2)—S(1)—C(1)	107,2 (1)
N(1)—C(5)—C(1)	122,6 (2)	O(2)—S(1)—O(1)	119,9 (1)
N(2)—C(6)—C(7)	112,2 (2)	N(2)—S(1)—C(1)	107,2 (1)
N(3)—C(7)—C(6)	111,1 (2)	N(2)—S(1)—O(1)	108,8 (1)
N(3)—C(8)—C(9)	113,1 (3)	N(2)—S(1)—O(2)	107,6 (1)
N(3)—C(10)—C(11)	112,3 (2)		

amidique et l'oxygène du substituant méthoxy, conduisant à un pseudocycle à six chaînons branché sur le cycle aromatique. Le cycle pyridine est plan avec un écart maximum de 0,009 (3) Å. O(3) du groupe méthoxy en est distant de 0,038 (2) Å et O(1) du sulfone, de 0,128 (2) Å. La configuration de N(3) est

tétraédrique. Les trois distances N(3)—C sont égales, aux erreurs de mesure près, et les trois angles associés sont compris entre 110,0 (2) et 111,5 (2)°. La cohésion du cristal est assurée uniquement par des liaisons de van der Waals.

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour son assistance technique au niveau des mesures diffractométriques.

Références

- CÉSARIO, M., PASCARD, CL., EL MOUKHTARI, M. & JUNG, L. (1981). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Théor.* **16**, 13–17.
- DOSTERT, P., IMBERT, T., ANCHER, J. F., LANGLOIS, M., BUCHER, B. & MOCQUET, G. (1982). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Théor.* **17**, 437–444.
- GOSTELI, J., STOMI, A. & ZUEST, A. (1981). Swiss Patent CH 624, 681, C1 C07D401/12, 14 août 1981, appl. 76/10,66, 23 août 1976, 7 pp.
- MA, L. Y. Y., CAMERMAN, N. & CAMERMAN, A. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2861–2865.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, 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 de Louvain, Belgique.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 909–912

Structures de l'Amino-3 Phényl-1 Pyrazoline-2 et de l'Amino-3 (*m*-Trifluorométhylphényl)-1 Pyrazoline-2

PAR M. SBIT, L. DUPONT ET O. DIDEBERG

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège au Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

ET M. GOBLET ET J. V. DEJARDIN

Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, rue Fusch 3–5, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 20 octobre 1987, accepté le 20 janvier 1988)

Abstract. (I) 1-Phényl-2-pyrazolin-3-amine, $C_9H_{11}N_3$, $M_r = 161.208$, m.p. = 437–439 K, monoclinic, $P2_1/n$, $a = 5.5678$ (3), $b = 15.1890$ (5), $c = 9.9668$ (3) Å, $\beta = 100.32$ (3)°, $V = 829.2$ (1) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.291$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$ Å, $\mu = 5.64$ cm⁻¹, $T = 290$ K, $F(000) = 344$. Final $R = 0.069$ for 1087 observed reflections. (II) 1-(*m*-Trifluorométhylphényl)-2-pyrazolin-3-amine, $C_{10}H_9F_3N_3$, $M_r = 229.20$, m.p.

= 380–381 K, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 5.7756$ (3), $b = 8.7203$ (3), $c = 10.4227$ (3) Å, $\alpha = 90.12$ (3), $\beta = 102.31$ (3), $\gamma = 90.48$ (3)°, $V = 512.8$ (1) Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.484$ g cm⁻³, $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 10.29$ cm⁻¹, $T = 290$ K, $F(000) = 236$. Final $R = 0.082$ for 1261 observed reflections. Structures solved by direct methods. The conformation of the pyrazoline rings is envelope in both structures. The bond lengths confirm that the

3-amino-2-pyrazoline tautomer form predominates. The cohesion of the crystals is the result of van der Waals contacts and NH...N hydrogen bonds with N...N = 3.094 (3) (I) and 3.123 (6) Å (II).

Introduction. Comme les dérivés de la phénidone dont la structure est connue (Sbit, Dupont, Dideberg, Snoeck & Delarge, 1987), l'amino-3 (*m*-trifluorométhylphényl)-1 pyrazoline-2 [BW 755C, composé (II), Fig. 1 (b)] est particulièrement étudié comme inhibiteur de la lipoxigénase et de la cyclooxygénase (Higgs, Flower & Vane, 1979; Blackham, Norris & Woods, 1985). De nombreux composés analogues ont été synthétisés et font l'objet de brevets récents (Dusza, Joseph & Bernstein, 1984; Buford & Hardern, 1984). Leur spécificité vis-à-vis de la lipoxigénase est plus spécialement étudiée. Les synthèses de ces composés à partir d'arylhydrazines et d'acétonitriles ne sont cependant pas univoques et les méthodes spectroscopiques ne permettent pas de déterminer de façon certaine si l'aryle est situé sur l'azote en position 1 ou sur l'azote en 2. L'objet de ce travail est de lever cette ambiguïté pour le BW 755C et pour l'amino-3 phényl-1 pyrazoline-2 [composé (I), Fig. 1 (a)]. L'étude d'un dérivé arylé en 2 est actuellement en cours.

Partie expérimentale. (I) Cristallisé dans un mélange 50%-50% d'alcool éthylique et de diéthyléther. Cristal légèrement rosé; 0,5 × 0,5 × 0,2 mm. Paramètres de la maille déterminés à partir de 25 réflexions (35,5 ≤ θ ≤ 41,9°). Diffractomètre Siemens, 1434 réflexions mesurées, θ ≤ 55°, Cu K α monochromatisée au graphite, balayage ω, 1224 réflexions indépendantes, -6 ≤ h ≤ 6, 0 ≤ k ≤ 16, 0 ≤ l ≤ 11, R_{int} = 1,5%. Réflexions de référence: 1075 ≤ F₀(425) ≤ 1112 et 1143 ≤ F₀(060) ≤ 1182. Corrections d'absorption par

la méthode semi-empirique de North, Phillips & Mathews (1968): facteurs de transmission compris entre 0,71 et 0,85. Structure déterminée avec SHELXS86 (Sheldrick, 1986). Affinement basé sur F (matrice entière des équations normales) avec SHELX76 (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de SHELX. Facteurs de température anisotropes affinés pour les atomes non-hydrogène. H placés à des positions standard, excepté ceux du groupement -NH₂, obtenus par Fourier-différence. Facteur B global affiné pour les H = 6,5 (2) Å². Facteur R final = 0,069 pour 1087 réflexions considérées comme observées [I > 2,5σ(I)]; wR = 0,070 avec w = 1/[σ²(F_o) + 0,15821F_o²]. Δ/σ ≤ 0,06. Limites des hauteurs de pic dans le Fourier-différence final: -0,5 et +0,3 e Å⁻³. (II) Cristallisé dans le diéthyléther. Cristal jaune; 0,4 × 0,5 × 0,2 mm. Paramètres de la maille déterminés à partir de 38 réflexions (35,5 ≤ θ ≤ 41,4°). 1652 réflexions mesurées, mêmes caractéristiques de mesures que (I), 1535 réflexions indépendantes, -6 ≤ h ≤ 6, -9 ≤ k ≤ 9, 0 ≤ l ≤ 11, R_{int} = 4,2%. Réflexions de référence: 1556 ≤ F₀(018) ≤ 1652 et 1101 ≤ F₀(030) ≤ 1168. Facteurs de transmission compris entre 0,65 et 0,75. Structure déterminée avec MULTAN80 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Affinement comme (I). Facteur B global pour les H = 8,3 (4) Å². Facteur R final = 0,082 pour 1261 réflexions observées; wR = 0,095 avec w = 1/[σ²(F_o) + 0,00006F_o²]. La valeur relativement élevée du facteur R résulte du désordre au niveau du groupement CF₃, qui se manifeste par les valeurs élevées des facteurs de température des atomes de fluor. Le point de fusion du composé (II) est d'ailleurs nettement plus bas que celui de (I). Δ/σ dans le dernier cycle d'affinement ≤ 0,03. Limites des hauteurs de pic dans le Fourier-différence final: -0,4 et 0,5 e Å⁻³. Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1.*

Discussion. La détermination de la structure indique que l'aryle est bien situé sur l'azote en position 1 du cycle pyrazoline. Les longueurs et les angles des liaisons (Tableau 2) traduisent une prédominance très nette de la forme tautomère avec liaison double N(2)=C(1) sur celle où la double liaison est C(1)=N(3). La conformation du cycle pyrazoline est du type enveloppe (symétrie C_s) dans les deux structures avec des déformations par rapport au plan plus importantes pour (I) que pour (II): les paramètres de Cremer & Pople (1975) calculés avec

* Les listes des facteurs de structure, les facteurs d'agitation thermique anisotrope et les coordonnées des atomes H ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44716: 16 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.

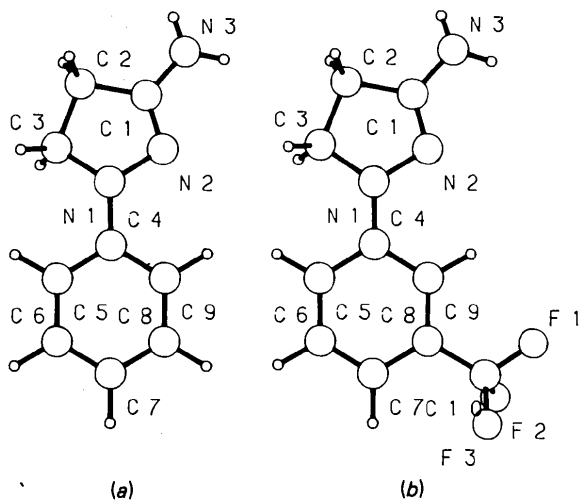


Fig. 1. (a) Amino-3 phényl-1 pyrazoline-2 (I); (b) amino-3 (*m*-trifluorométhylphényl)-1 pyrazoline-2 (II).

Tableau 1. Coordonnées fractionnaires ($\times 10^4$) et les B_{eq} des atomes non-hydrogène, avec les écarts-type
$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \pi^2 \sum_i \sum_j a_i^* a_j^* a_i a_j$$

où a_i est la constante de la maille directe.

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
(I) $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{N}_3$				
C(1)	-2520 (4)	-5470 (1)	-6269 (2)	3,7 (1)
C(2)	-502 (4)	-5702 (1)	-7012 (2)	4,1 (1)
C(3)	-1021 (4)	-5079 (1)	-8217 (2)	3,9 (1)
C(4)	-3979 (4)	-3844 (1)	-8658 (2)	3,3 (1)
C(5)	-3270 (4)	-3660 (2)	-9910 (2)	4,3 (1)
C(6)	-4534 (5)	-3067 (2)	-10810 (2)	5,0 (1)
C(7)	-6543 (5)	-2622 (2)	-10488 (2)	4,9 (1)
C(8)	-7272 (4)	-2802 (1)	-9264 (2)	4,4 (1)
C(9)	-6026 (4)	-3411 (1)	-8357 (2)	3,7 (1)
N(1)	-2577 (3)	-4403 (1)	-7740 (2)	3,7 (1)
N(2)	-3692 (3)	-4769 (1)	-6676 (2)	3,8 (1)
N(3)	-3026 (4)	-5985 (1)	-5246 (2)	5,2 (1)
(II) $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{F}_3\text{N}_3$				
C(1)	3255 (7)	8943 (4)	1441 (4)	4,6 (1)
C(2)	2000 (8)	8199 (5)	2408 (4)	5,9 (1)
C(3)	0 (8)	7333 (5)	1513 (4)	5,5 (1)
C(4)	-848 (7)	7077 (4)	-917 (4)	4,6 (1)
C(5)	-2978 (7)	6235 (5)	-937 (4)	5,6 (1)
C(6)	-4448 (8)	5842 (6)	-2103 (5)	6,2 (1)
C(7)	-3986 (8)	6234 (5)	-3289 (5)	5,9 (1)
C(8)	-1878 (7)	7058 (5)	-3288 (4)	4,9 (1)
C(9)	-355 (7)	7481 (5)	-2132 (4)	4,8 (1)
C(10)	-1345 (10)	7527 (7)	-4554 (5)	7,0 (2)
N(1)	661 (6)	7427 (4)	237 (3)	5,6 (1)
N(2)	2497 (6)	8530 (4)	250 (3)	4,8 (1)
N(3)	5125 (7)	9900 (4)	1838 (3)	5,6 (1)
F(1)	754 (6)	8092 (5)	-4495 (3)	10,9 (1)
F(2)	-2737 (8)	8738 (5)	-5062 (4)	12,4 (2)
F(3)	-1865 (11)	6544 (5)	-5488 (4)	14,3 (2)

le programme PUCK2 (Luger & Bülow, 1983) valent respectivement $Q_{\text{(I)}} = 0,216 (2) \text{ Å}$, $\varphi_{\text{(I)}} = 148 (1)^\circ$, $Q_{\text{(II)}} = 0,125 (4) \text{ Å}$ et $\varphi_{\text{(II)}} = 148 (2)^\circ$. Comme référence, on a $\varphi = 144^\circ$ pour une conformation enveloppe pure et $Q = 0,35 \text{ Å}$ dans le tétrahydrofuran gazeux (Cremer & Pople, 1975). Le pseudo plan de symétrie du cycle à cinq chaînons passe par C(3) et le milieu de la liaison N(2)–C(1). Les angles de torsion à l'intérieur du cycle ont les valeurs suivantes dans (I): N(1)–N(2)–C(1)–C(2) = $-1,7 (2)$, N(2)–C(1)–C(2)–C(3) = $-12,0 (2)$, C(1)–C(2)–C(3)–N(1) = $19,6 (2)$, C(2)–C(3)–N(1)–N(2) = $-22,4 (2)$, C(3)–N(1)–N(2)–C(1) = $15,7 (2)^\circ$. Les valeurs équivalentes dans (II) sont respectivement $-1,2 (4)$, $-6,9 (4)$, $11,4 (4)$, $-13,3 (4)$ et $9,5 (4)^\circ$. Dans le cycle pyrazolidinone (Sbit *et al.*, 1987), ces mêmes angles sont compris, en valeur absolue, entre $5,7 (2)$ et $27,6 (1)^\circ$. Le cycle benzène est plan dans la limite $4,0\sigma$ dans (I) [déviations maximum = $0,008 (2) \text{ Å}$] et $1,2\sigma$ dans (II) [max. = $0,006 (5) \text{ Å}$]; N(1) s'en écarte de $0,099 (2) \text{ (I)}$ et $0,043 (4) \text{ Å (II)}$, C(10) de $0,029 (6) \text{ (I)}$. L'orientation du benzène par rapport au pyrazoline peut être définie par l'angle dièdre N(2)–N(1)–C(4)–C(5) dont la valeur est $-162,6 (2)$ dans (I) et $-166,8 (4)^\circ$ dans (II). La cohésion du cristal (I) résulte des contacts de van der Waals et d'une liaison hydrogène N(3)–H...N(2) ($-1-x$, $-1-y$, $-1-z$)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles des liaisons ($^\circ$) avec les écarts-type

	(I) $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{N}_3$	(II) $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{F}_3\text{N}_3$
C(2)–C(1)	1,494 (3)	1,506 (6)
N(2)–C(1)	1,277 (3)	1,275 (5)
N(3)–C(1)	1,354 (3)	1,352 (5)
C(3)–C(2)	1,516 (3)	1,515 (6)
N(1)–C(3)	1,476 (2)	1,461 (5)
C(5)–C(4)	1,402 (3)	1,423 (5)
C(9)–C(4)	1,395 (3)	1,401 (6)
N(1)–C(4)	1,383 (3)	1,359 (5)
C(6)–C(5)	1,373 (3)	1,367 (6)
C(7)–C(6)	1,392 (4)	1,363 (6)
C(8)–C(7)	1,380 (4)	1,408 (6)
C(9)–C(8)	1,389 (3)	1,379 (5)
N(2)–N(1)	1,433 (2)	1,424 (4)
C(10)–C(8)		1,475 (6)
F(1)–C(10)		1,294 (6)
F(2)–C(10)		1,370 (7)
F(3)–C(10)		1,281 (6)
N(2)–C(1)–C(2)	115,2 (2)	114,7 (4)
N(3)–C(1)–C(2)	120,9 (2)	121,6 (4)
N(3)–C(1)–N(2)	123,9 (2)	123,6 (4)
C(3)–C(2)–C(1)	101,1 (2)	102,1 (3)
N(1)–C(3)–C(2)	102,6 (1)	102,7 (3)
C(9)–C(4)–C(5)	118,0 (2)	117,1 (4)
N(1)–C(4)–C(5)	119,7 (2)	120,8 (4)
N(1)–C(4)–C(9)	122,2 (2)	122,0 (3)
C(6)–C(5)–C(4)	121,2 (2)	120,5 (4)
C(7)–C(6)–C(5)	120,4 (2)	122,7 (4)
C(8)–C(7)–C(6)	118,9 (2)	117,5 (4)
C(9)–C(8)–C(7)	121,0 (2)	121,5 (4)
C(8)–C(9)–C(4)	120,4 (2)	120,6 (4)
C(4)–N(1)–C(3)	120,5 (1)	123,4 (3)
N(2)–N(1)–C(3)	109,1 (1)	111,5 (3)
N(2)–N(1)–C(4)	117,4 (2)	119,3 (3)
N(1)–N(2)–C(1)	107,1 (2)	107,2 (3)
C(10)–C(8)–C(7)		118,9 (4)
C(10)–C(8)–C(9)		119,6 (4)
F(1)–C(10)–C(8)		115,6 (4)
F(2)–C(10)–C(8)		110,1 (5)
F(2)–C(10)–F(1)		101,2 (5)
F(3)–C(10)–C(8)		115,8 (5)
F(3)–C(10)–F(1)		110,5 (5)
F(3)–C(10)–F(2)		101,6 (5)

caractérisée par N(3)...N(2) = $3,094 (3) \text{ Å}$, N(3)–H = $0,88 (3) \text{ Å}$ et N(3)–H–N(2) = $162 (2)^\circ$. De même dans (II) on a la liaison hydrogène N(3)–H...N(2) ($1-x$, $2-y$, $-z$), avec N(3)...N(2) = $3,123 (6) \text{ Å}$, N(3)–H = $0,91 (5) \text{ Å}$ et N(3)–H–N(2) = $166 (4)^\circ$.

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour son assistance au niveau des mesures diffractométriques.

Références

- BLACKHAM, A., NORRIS, A. A. & WOODS, F. A. M. (1985). *J. Pharm. Pharmacol.* **37**, 787–793.
- BUFORD, S. C. & HARDERN, D. N. (1984). Eur. Patent Appl. EP 127371 A2, 5 décembre.
- CREMER, D. & POPLE, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.
- DUSZA, J. P., JOSEPH, J. P. & BERNSTEIN, S. (1984). US Patent 4447442 A, 8 mai; 4448973 A, 15 mai; 4451479, 29 mai.
- HIGGS, G. A., FLOWER, R. J. & VANE, J. R. (1979). *Biochem. Pharmacol.* **28**, 1959–1961.

- LUGER, P. & BÜLOW, R. (1983). *J. Appl. Cryst.* **16**, 431–432.
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, 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 de Louvain, Belgique.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 SBIT, M., DUPONT, L., DIDEBERG, O., SNOECK, J. P. & DELARGE, J. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 718–720.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
 SHELDRIK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Göttingen, République Fédérale d'Allemagne.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 912–914

Structure of 2',3'-O-Isopropylidene-guanosine Dimethylsulfoxide Solvate

BY SHARMILA S. MANDE, T. P. SESHADRI AND M. A. VISWAMITRA

Department of Physics and ICMR Centre on Genetics and Cell Biology, Indian Institute of Science, Bangalore 560 012, India

(Received 27 October 1987; accepted 4 January 1988)

Abstract. C₁₃H₁₇N₃O₅·C₂H₆OS, $M_r = 401.23$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, grown from Me₂SO, $a = 10.749$ (2), $b = 13.219$ (2), $c = 14.056$ (2) Å, $V = 1997.23$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 1.40$, $D_x = 1.335$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$ Å, $\mu = 1.694$ mm⁻¹, $F(000) = 848.00$, $T = 293$ K, $R = 0.0538$, $wR = 0.0634$ for 2105 unique reflections with $F > 3\sigma(F)$. The asymmetric unit contains one nucleoside molecule with a disordered solvent Me₂SO molecule. The geometry about the C(4')–C(5') bond is *gauche-gauche*. The guanosine base is in the *anti* conformation with the furanose ring having C(3')-*exo* (E_3) puckering. The bases do not show any stacking in contrast to other guanosine-containing structures. The crystal structure is stabilized by N–H...N and N–H...O hydrogen bonding.

Introduction. This investigation was undertaken as part of our studies on isopropylidene derivatives of nucleosides (Katti, Seshadri & Viswamitra, 1981; Gautham, Seshadri & Viswamitra, 1983; Gautham, Seshadri, Viswamitra & Salisbury, 1983). Such structures serve as models for studying the flexibility of nucleoside conformation under external cyclic constraints (Viswamitra & Salisbury, 1984). We now report the crystal structure of 2',3'-O-isopropylidene-guanosine.

Experimental. Plate-like crystals were obtained by slow evaporation of a solution of the compound (Sigma Chemicals) in Me₂SO. Crystals were unstable when exposed to air and had to be sealed in thin-walled glass capillary tubes. The density was measured by flotation in CCl₄/C₆H₆. Unit-cell parameters were refined using setting angles for 25 centred reflections ($7 < \theta < 45^\circ$) on a Nonius CAD-4 diffractometer. Intensity data were collected using Cu $K\alpha$ radiation, ω - 2θ scan, from a

crystal of dimensions 0.2 × 0.1 × 0.1 mm up to $(\sin\theta)/\lambda = 0.617$ Å⁻¹. The data were corrected for Lorentz and polarization factors. Absorption corrections were not applied. 2286 reflections were measured for $0 \leq h \leq 13$, $0 \leq k \leq 16$ and $0 \leq l \leq 17$, of which 2115 were considered observed [$F > 3\sigma(F)$]. The number of unique reflections was 2105. Two reflections $\bar{1}\bar{1}3$ and $\bar{3}\bar{2}3$ monitored during the data collection showed negligible variation indicating crystal and instrumental stability. The structure was solved by direct methods using *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980). Most non-H atoms were located from an *E* map computed with the best set of phases. Subsequent difference Fourier maps yielded peaks corresponding to the rest of the structure as well as five additional peaks which could be interpreted as belonging to a disordered solvent molecule. An analysis of the coordinates of the five additional peaks indicated that the S atom of the solvent molecule shows an umbrella inversion (Walden inversion) thus giving rise to two peaks S(1) and S(2) with half occupancies. The measured density of the crystal (1.40 Mg m⁻³) also suggests the presence of one solvent molecule per asymmetric unit; the calculated density for two Me₂SO molecules is rather too high at 1.59 Mg m⁻³. However, the observed density could also accommodate an additional water molecule, but we have not been able to see electron density in the difference Fourier maps suggesting this. It should also be mentioned that our crystallizations were done using only Me₂SO solvent. Full-matrix refinement on *F* [all calculations with *SHELX76* (Sheldrick, 1976)] with anisotropic temperature factors reduced *R* to 0.070. The molecular H atoms except one were located either from difference Fourier maps or from geometric considerations. Two of the Me₂SO H atoms were also