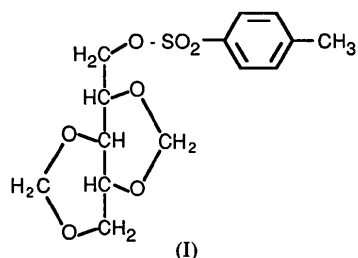


Wallet, J. C., Gaydou, E. M., Feneau-Dupont, J., Tinant, B., Declercq, J.-P. & Baldy, A. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 1103–1105.  
 Wallet, J. C., Gaydou, E. M., Jaud, J. & Baldy, A. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 1536–1540.  
 Wallet, J. C., Gaydou, E. M., Tinant, B., Declercq, J.-P. & Baldy, A. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 376–377.



*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 2032–2033

## 2,4:3,5-Di-*O*-méthylène-1-*p*-toluènesulfonyl-xylitol

N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 Rue, J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

G. RONCO ET R. JULIEN

Laboratoire de Chimie Bioorganique et Bioinorganique, Faculté de Pharmacie, 1 Rue des Louvels, 80000 Amiens CEDEX, France

D. POSTEL ET P. VILLA

Laboratoire de Cinétique Chimique, Faculté des Sciences, 33 Rue Saint-Leu, 80000 Amiens CEDEX, France

(Reçu le 13 janvier 1993, accepté le 20 mai 1993)

### Abstract

The title compound, 2,3:4,5-di-*O*-methylene-1-*p*-toluenesulfonylxylitol, is an intermediary of synthesis. The crystal structure was solved in order to determine its molecular geometry and forecast the attacking atoms for nucleophilic substitutions. The heterocycles *A* and *B* have a chair conformation while the benzene ring *C* is planar. The *A/B* ring-junction configuration is *cis*. The cohesion of the structure is due to van der Waals interactions.

### Commentaire

Le composé étudié (I) est un intermédiaire de synthèse. Il a été obtenu en estérifiant le xylitol par l'acide *p*-toluènesulfonique après blocage de quatre fonctions alcool par le formol en milieu acide. Son étude structurale a été entreprise dans le but de préciser les positions relatives des cycles et, ce faisant, de prévoir les points de substitution de type nucléophile.

Les cycles *A* et *B* (Fig. 1) possèdent la forme chaise. En effet, les angles de torsion endocycliques changent de signe lorsqu'on passe d'une liaison à la liaison voisine et leurs valeurs absolues sont comprises entre 48,6 (4) et 63,8 (5)°. Si *P(A)* désigne le plan moyen défini par C(3), C(5), O(6) et O(8), et *P(B)* le plan moyen défini par C(2), C(4), O(9) et O(11), C(4) et C(7) sont situés de part et d'autre de *P(A)*, C(3) et C(10) de part et d'autre de *P(B)*. Les distances des deux premiers à *P(A)* sont respectivement de 0,590 (4) et de 0,656 (5) Å et celles des seconds à *P(B)* de 0,602 (4) et de 0,643 (5) Å. La jonction des cycles *A* et *B* est de type *cis*. Le cycle *C* est plan. Le paramètre  $\chi^2$  relatif à son plan moyen est égal à 4. Les angles dièdres formés par les plans moyens *P(A)*, *P(B)* et *P(C)* ont les valeurs suivantes: *P(A)P(B)* 80,0 (1), *P(A)P(C)* 83,4 (1) et *P(B)P(C)* 89,4 (1)°. L'angle de torsion C(2)—C(1)—O(12)—S(13) [−170,2 (2)°] indique que les liaisons C(1)—C(2) et O(12)—S(13) sont antipériplanaires.

Les longueurs des liaisons C—O présentes dans les cycles *A* et *B* appartiennent à l'intervalle 1,394 (4)–1,437 (5) Å [moyenne: 1,418 (7) Å]. Dans le désoxy-6-(*N,N*-diméthylcarbamoyl-6)-di-*O*-isopropylidène-1,2:3,4- $\alpha$ -D-galactopyrannose (Rodier, Khodadad, Postel, Villa, Ronco & Julien, 1991), la longueur moyenne des mêmes liaisons est de 1,423 (4) Å. Les distances C(1)—O(12) [1,452 (3) Å], O(12)—S(13) [1,571 (2) Å] et S(13)—C(16) [1,751 (3) Å], ne sont pas significativement différentes des longueurs moyennes calculées par Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor (1987) pour leurs homologues. Celles-ci mesurent respectivement 1,465 (14), 1,577 (15) et 1,752 (8) Å.

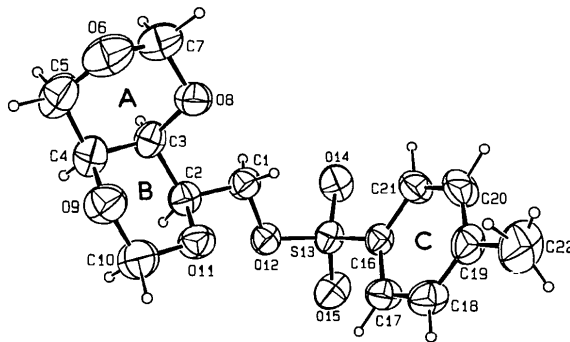


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective et numéros attribués à ses atomes.

## Partie expérimentale

## Données cristallines

C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O<sub>7</sub>SM<sub>r</sub> = 330,4

Monoclinique

C2/c

a = 19,466 (5) Å

b = 9,554 (2) Å

c = 18,936 (4) Å

β = 117,50 (2)°

V = 3124 (3) Å<sup>3</sup>

Z = 8

D<sub>x</sub> = 1,405 Mg m<sup>-3</sup>

Cu Kα radiation

λ = 1,5418 Å

## Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius  
CAD-4

Balayage θ/2θ

Pas de correction  
d'absorption

2315 réflexions mesurées

2315 réflexions  
indépendantes

## Affinement

Affinement basé sur les F

R = 0,043

wR = 0,042

S = 1,94

1907 réflexions

254 paramètres

Affinement des atomes

d'hydrogène sur x, y, z  
seulementw = 1 pour toutes les  
réflexions

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 16,77–28,93°

μ = 2,09 mm<sup>-1</sup>

T = 295 K

Plaquette hexagonale

0,38 × 0,22 × 0,07 mm

Incolore

Source du cristal:

évaporation d'une so-  
lution dans le diméthyl  
sulfoxyde1907 réflexions observées  
[I ≥ 3σ(I)]θ<sub>max</sub> = 60°

h = 0 → 21

k = 0 → 10

l = -21 → 18

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: -9%

(Δ/σ)<sub>max</sub> = 0,06Δρ<sub>max</sub> = 0,36 (5) e Å<sup>-3</sup>Δρ<sub>min</sub> = -0,21 (5) e Å<sup>-3</sup>

Correction d'extinction:

Stout &amp; Jensen (1968)

Coefficient d'extinction:

5,9 (2) × 10<sup>-7</sup>Facteurs de diffusion de  
*International Tables for*  
*X-ray Crystallography*  
(1974, Tome IV)Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de  
température isotropes équivalents (Å<sup>2</sup>)

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + ab(\cos\gamma)\beta_{12} + ac(\cos\beta)\beta_{13} + bc(\cos\alpha)\beta_{23}]$$

	x	y	z	B <sub>eq</sub>
C(1)	0,3118 (2)	0,1340 (4)	0,4402 (2)	4,00 (8)
C(2)	0,3092 (2)	0,1629 (4)	0,3620 (2)	3,85 (8)
C(3)	0,2282 (2)	0,1702 (4)	0,2947 (2)	3,92 (8)
C(4)	0,2275 (2)	0,1739 (4)	0,2148 (2)	4,76 (9)
C(5)	0,1486 (2)	0,1534 (5)	0,1477 (2)	6,2 (1)
O(6)	0,1124 (2)	0,0339 (4)	0,1621 (2)	6,75 (9)
C(7)	0,1113 (2)	0,0477 (5)	0,2348 (2)	6,2 (1)
O(8)	0,1865 (1)	0,0504 (3)	0,3000 (1)	4,70 (6)
O(9)	0,2763 (1)	0,0654 (3)	0,2100 (1)	5,35 (7)
C(10)	0,3508 (2)	0,0724 (5)	0,2737 (2)	5,5 (1)
O(11)	0,3516 (1)	0,0535 (3)	0,3475 (1)	4,46 (6)
O(12)	0,3910 (1)	0,1538 (2)	0,5017 (1)	3,73 (5)
S(13)	0,41135 (5)	0,10562 (9)	0,58852 (5)	3,55 (2)
O(14)	0,3523 (1)	0,1508 (3)	0,6074 (1)	4,92 (6)
O(15)	0,4888 (1)	0,1520 (3)	0,6354 (2)	5,18 (7)
C(16)	0,4092 (2)	-0,0773 (3)	0,5821 (2)	3,20 (7)
C(17)	0,4649 (2)	-0,1448 (4)	0,5684 (2)	4,07 (8)
C(18)	0,4628 (2)	-0,2895 (4)	0,5632 (2)	4,51 (9)
C(19)	0,4065 (2)	-0,3659 (4)	0,5707 (2)	4,43 (9)

C(20)	0,3516 (2)	-0,2962 (4)	0,5844 (2)	5,0 (1)
C(21)	0,3519 (2)	-0,1509 (4)	0,5897 (2)	4,32 (8)
C(22)	0,4037 (3)	-0,5231 (4)	0,5615 (3)	7,0 (1)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

C(1)—C(2)	1,484 (5)	C(10)—O(11)	1,403 (5)
C(1)—O(12)	1,452 (3)	O(12)—S(13)	1,571 (2)
C(2)—C(3)	1,504 (4)	S(13)—O(14)	1,420 (3)
C(2)—O(11)	1,435 (5)	S(13)—O(15)	1,421 (2)
C(3)—C(4)	1,507 (6)	S(13)—C(16)	1,751 (3)
C(3)—O(8)	1,433 (5)	C(16)—C(17)	1,384 (5)
C(4)—C(5)	1,486 (5)	C(16)—C(21)	1,381 (5)
C(4)—O(9)	1,437 (5)	C(17)—C(18)	1,386 (5)
C(5)—O(6)	1,431 (6)	C(18)—C(19)	1,378 (6)
O(6)—C(7)	1,395 (6)	C(19)—C(20)	1,381 (6)
C(7)—O(8)	1,414 (4)	C(19)—C(22)	1,510 (5)
O(9)—C(10)	1,394 (4)	C(20)—C(21)	1,391 (5)
C(2)—C(1)—O(12)	108,1 (3)	C(1)—O(12)—S(13)	117,6 (2)
C(1)—C(2)—C(3)	113,2 (3)	O(12)—S(13)—O(14)	109,4 (1)
C(1)—C(2)—O(11)	107,3 (3)	O(12)—S(13)—O(15)	104,1 (2)
C(3)—C(2)—O(11)	110,0 (3)	O(12)—S(13)—C(16)	103,5 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	111,8 (3)	O(14)—S(13)—O(15)	119,8 (2)
C(2)—C(3)—O(8)	108,0 (3)	O(14)—S(13)—C(16)	109,0 (2)
C(4)—C(3)—O(8)	110,3 (3)	O(15)—S(13)—C(16)	109,8 (1)
C(3)—C(4)—C(5)	112,4 (4)	S(13)—C(16)—C(17)	118,8 (3)
C(3)—C(4)—O(9)	110,2 (3)	S(13)—C(16)—C(21)	119,7 (3)
C(5)—C(4)—O(9)	107,7 (3)	C(17)—C(16)—C(21)	121,5 (3)
C(4)—C(5)—O(6)	110,4 (3)	C(16)—C(17)—C(18)	118,6 (4)
C(5)—O(6)—C(7)	110,2 (3)	C(17)—C(18)—C(19)	121,3 (4)
O(6)—C(7)—O(8)	112,4 (4)	C(18)—C(19)—C(20)	119,1 (3)
C(3)—O(8)—C(7)	110,2 (3)	C(18)—C(19)—C(22)	120,2 (4)
C(4)—O(9)—C(10)	111,4 (3)	C(20)—C(19)—C(22)	120,8 (4)
O(9)—C(10)—O(11)	112,6 (3)	C(19)—C(20)—C(21)	121,1 (4)
C(2)—O(11)—C(10)	110,7 (3)	C(16)—C(21)—C(20)	118,5 (4)

Les facteurs de structure ont subi une correction de décroissance. La structure a été résolue à l'aide du programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et la Fig. 1 réalisée avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates Inc., 1982).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des distances interatomiques intermoléculaires, des distances des atomes aux plans moyens et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71354: 17 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: PA1045]

## Références

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–S19.
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs from the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- Rodier, N., Khodadad, P., Postel, D., Villa, P., Ronco, G. & Julien, R. (1991). *Acta Cryst. C47*, 1336–1338.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: Macmillan.