

C3—C4—N1	108.4 (2)	109.3 (2)
C4—N1—O2	105.6 (2)	105.7 (1)
N1—O2—N2	111.2 (1)	110.4 (1)
O2—N2—C3	104.6 (2)	105.4 (2)
N2—C3—C4	123.5 (2)	109.2 (2)
C2—C3—N2	126.2 (2)	127.0 (2)
N1—C4—C5	126.7 (2)	127.4 (2)
C4—C5—C6	112.1 (1)	115.0 (1)
C1—C10—C9	112.0 (1)	109.8 (1)
C19—C10—C1	106.6 (2)	109.7 (1)
C19—C10—C5	109.6 (1)	110.9 (1)
C19—C10—C9	112.5 (1)	111.6 (1)
C7—C8—C14	110.8 (1)	111.1 (1)
C10—C9—C11	113.1 (1)	114.0 (1)
C12—C13—C17	116.8 (1)	116.1 (1)
C18—C13—C12	109.8 (1)	110.5 (1)
C18—C13—C14	112.8 (2)	112.7 (1)
C18—C13—C17	108.5 (1)	108.3 (1)
C15—C14—C8	118.9 (1)	119.2 (1)
C13—C17—C20	110.8 (1)	111.5 (1)
C16—C17—C20	109.9 (1)	111.2 (2)
C17—C20—C21	177.7 (2)	175.2 (2)
O1—C17—C13	111.2 (1)	114.5 (1)
O1—C17—C16	112.8 (1)	108.5 (1)
O1—C17—C20	109.5 (1)	108.7 (1)
C1—C2—C3—C4	-11.6 (1)	12.2 (2)
C2—C3—C4—C5	2.0 (2)	-5.6 (2)
C3—C4—C5—C10	-22.8 (1)	27.2 (2)
C4—C5—C10—C1	50.8 (1)	-53.9 (1)
C5—C10—C1—C2	-66.1 (1)	66.1 (2)
C10—C1—C2—C3	44.0 (1)	-43.0 (2)
C5—C6—C7—C8	52.9 (1)	54.6 (2)
C6—C7—C8—C9	-53.6 (1)	-51.6 (2)
C7—C8—C9—C10	56.0 (1)	51.6 (2)
C8—C9—C10—C5	-55.3 (1)	-53.5 (1)
C9—C10—C5—C6	54.6 (1)	58.5 (1)
C10—C5—C6—C7	-54.2 (1)	-59.5 (1)
C8—C9—C11—C12	53.7 (1)	57.2 (1)
C9—C11—C12—C13	-54.5 (1)	-55.3 (1)
C11—C12—C13—C14	56.3 (1)	53.8 (1)
C12—C13—C14—C8	-60.7 (1)	-58.7 (1)
C13—C14—C8—C9	58.6 (1)	59.9 (2)
C14—C8—C9—C11	-53.8 (1)	-57.2 (1)
C13—C14—C15—C16	-29.4 (1)	-34.1 (2)
C14—C15—C16—C17	1.3 (1)	6.7 (2)
C15—C16—C17—C13	26.6 (1)	22.2 (2)
C16—C17—C13—C14	-43.6 (1)	-42.3 (1)
C17—C13—C14—C15	45.6 (1)	47.9 (1)

Dr D. Maes acknowledges support by the National Fund for Scientific Research (NFWO), Belgium. The authors also acknowledge receipt of NATO grant N-900270.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters and H-atom coordinates have been deposited with the IUCr (Reference: HR1007). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

## References

- Calleri, M., Chiari, G., Chiesi Villa, A., Gaetani, M. A., Guastini, C. & Viterbo, D. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2384–2389.
- Duax, W. L. & Norton, D. A. (1975). In *Atlas of Steroid Structure*. New York: Plenum.
- El Shora, A., Palmer, R. A., Singh, H. & Paul, D. (1984). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **14**, 315–332.
- Gavezotti, A. (1982). *Nouv. J. Chim.* **6**, 443–444.
- Gavezotti, A. (1983). *J. Am. Chem. Soc.* **105**, 5220–5225.
- Karaulov, S. (1993). *SNPI. Molecular Plotting Program*. Univ. of Wales, Cardiff, Wales.
- Maes, D., Wyns, L., Lisgarten, J., Lisgarten, D. R. & Palmer, R. A. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 1092–1095.
- Roberts, P. & Sheldrick, G. M. (1975). *XANADU. Program for Crystallographic Calculations*. Univ. of Cambridge, England.
- Sagebarth, E. & Cox, A. P. (1965). *J. Chem. Phys.* **43**, 166–173.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. of Cambridge, England.
- Singh, H., Yadav, M. & Jindal, D. P. (1987). *Indian J. Chem.* **B26**, 95–99.
- Viterbo, D. & Serafino, A. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3444–3446.
- Yadav, M. R., Jindal, D. P. & Singh, H. (1988). *Indian J. Chem.* **B27**, 205–208.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 670–673

## Ein anorganischer Spirocyclus aus Cyclotriphosphazen und Phosphor(V)-Hydrazin-Heterocyclus mit Twist-Konformation

URSULA DIEFENBACH, BRIGITTE STROMBURG UND UDO ENGELHARDT

*Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, Fabeckstraße 34–36, D-14195 Berlin, Deutschland*

(Eingegangen am 30. September 1993; angenommen am 2. Februar 1994)

## Abstract

4,4,6,6-Tetrachloro-1',2',4',5'-tetramethyl-6'-phenoxy-6'-thioxocyclotriphosphazene-2-spiro-3'-cyclodi[λ<sup>5</sup>-phosphadiazane], C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>Cl<sub>4</sub>N<sub>7</sub>OP<sub>4</sub>S, was synthesized in

Table 3. Asymmetry parameters (°) for the 5β and 5α epimers

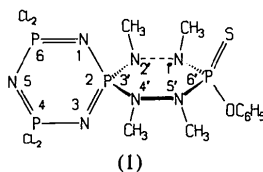
	5β	5α	5β	5α	
<b>Ring A</b>					
ΔC <sub>1</sub> (1)	28.8	30.2	ΔC <sub>2</sub> (1,2)	52.2	51.0
ΔC <sub>1</sub> (2)	44.8	42.0	ΔC <sub>2</sub> (2,3)	43.0	38.1
ΔC <sub>1</sub> (3)	16.3	12.1	ΔC <sub>2</sub> (3,4)	9.2	13.1
<b>Ring B</b>					
ΔC <sub>2</sub> (9)	1.0	5.0	ΔC <sub>2</sub> (6,7)	1.1	7.4
ΔC <sub>2</sub> (10)	1.2	5.7	ΔC <sub>2</sub> (5,10)	2.4	4.8
ΔC <sub>2</sub> (8)	2.0	0.9	ΔC <sub>2</sub> (5,6)	1.7	3.0
<b>Ring C</b>					
ΔC <sub>2</sub> (12)	5.0	2.0	ΔC <sub>2</sub> (11,12)	5.2	2.6
ΔC <sub>2</sub> (11)	1.9	2.3	ΔC <sub>2</sub> (11,9)	1.7	4.4
ΔC <sub>2</sub> (9)	3.5	3.8	ΔC <sub>2</sub> (9,8)	5.7	3.0
<b>Ring D</b>					
ΔC <sub>2</sub> (13)	2.5	9.4	ΔC <sub>2</sub> (16)	20.5	12.3
ΔC <sub>2</sub> (14)	32.0	26.9			

*SHELX76* (Sheldrick, 1976) was used for structure refinement. Torsion angles were calculated using the *XANADU* program (Roberts & Sheldrick, 1975) and molecular diagrams were produced using *SNPI* (Karaulov, 1993).

our laboratory from hexachlorocyclotriphosphazene and bis(*N,N'*-dimethylhydrazido)thiophosphoric acid phenyl ester in THF in the presence of triethylamine. The cyclotriphosphazene part of the molecule consists of the expected nearly planar ring, whereas the saturated six-membered phosphorus hydrazine ring adopts a strongly twisted conformation with P—N—N—P torsion angles of  $-68.5$  (5) and  $-74.7$  (5) $^\circ$  and C—N—N—C torsion angles of  $-91.6$  (7) and  $-85.6$  (7) $^\circ$ . The N—N mean bond distance of  $1.420$  (8) Å is in good agreement with other P<sup>V</sup>-hydrazine ring compounds.

### Kommentar

Anorganische Phosphor-Hydrazin-Sechsringe werden seit einiger Zeit von uns synthetisiert und strukturell untersucht. Sie liegen vielfach in einer stabilen Twistkonformation vor. Dies hängt in großem Maße von der Raumbeanspruchung der Ringsubstituenten ab (Engelhardt, Bünger & Viertel, 1984; Engelhardt & Simon, 1992, 1993). Spirocyclische Systeme können bei Verwendung von chlosubstituierten Cyclophosphazenen als bifunktionellen Ringbausteinen bei der Umsetzung mit Phosphorsäure-Hydrazin-Derivaten erhalten werden (Engelhardt, Diefenbach & Damerius, 1990). Ihre weitere Substitution am Cyclotriphosphazenteil z.B. mit Aziridin führt zu möglicherweise pharmakologisch interessanten Verbindungen (Diefenbach & Engelhardt, 1992). Die Strukturuntersuchung der Titelverbindung (1) wurde vor allem in Angriff genommen, um Informationen über die Konformation des Phosphor-Hydrazin-Rings zu erhalten. Diese Daten sind im Vergleich mit verwandten Phosphor(V)-Hydrazin-Sechsringen interessant.



Die asymmetrische Einheit wird durch ein Molekül der Titelverbindung gebildet (Fig. 1). Der Phosphor-Hydrazin-Ring besitzt, wie die Torsionswinkel um die Bindungen im Ring zeigen (Tabelle 2), eine fast unverzerrte klassische Twistkonformation. Schwefel und Phenoxy-Gruppe an P(1) sowie N(5) and N(7) an P(2) nehmen die isoklinalen Positionen ein. Die Stickstoffatome N(1) bis N(4) sind nahezu ideal  $sp^2$ -konfiguriert (Winkelsummen nahe  $360^\circ$ , man vergleiche Tabelle 2). Dementsprechend nehmen die Methylgruppen Positionen zwischen pseudoaxial und pseudoäquatorial ein. Besonders auffällig ist die starke Verdrillung um die N—N-Bindungen im Ring. Insbesondere die Torsionswinkel um die exocyclischen C—N—N—C-Bindungen (Tabelle 2) haben verglichen mit analogen

Phosphor-Hydrazin-Sechsringen recht hohe Werte. Die C...C-Kontaktabstände zwischen Methyl-C-Atomen an benachbarten N-Atomen sind dementsprechend mit im Mittel  $3,26$  (1) Å sogar größer als die Summe der van-der-Waals-Radien für Kohlenstoff von  $2 \times 1,53$  Å (Bondi, 1964). Sterische Wechselwirkungen zwischen den Methylgruppen begünstigen die Twist-Konformation mit ihren gegenüber der Sessel-Konformation größeren C—N—N—C-Torsionswinkeln. Auch der Abstand der im Ring gegenüberstehenden Atome P(1) und P(2) ist mit  $3,297$  (3) Å zwar noch kleiner als die Summe der van-der-Waals-Radien nach Bondi von  $3,60$  Å, liegt aber etwas höher als in anderen P<sup>V</sup>-Hydrazin-Heterocyclen mit Twist-Konformation (Engelhardt & Viertel, 1982). Besonders kurze intermolekulare Abstände finden sich in der Struktur nicht.

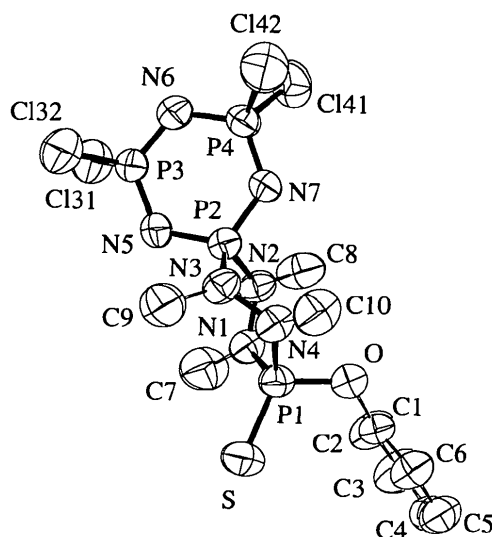


Fig. 1. Molekülgestalt und Nummerierungsschema für die asymmetrische Einheit, mit Ellipsoiden der thermischen Schwingung (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit). (H-Atome weggelassen). Die Numerierung der H-Atome folgt dem Schema: Phenylgruppe: H(2) bis H(6) an C(2) bis C(6); Methylgruppen: H(71) bis H(73) an C(7), H(81) bis H(83) an C(8), usw.

### Experimentelles

Zur Darstellung der Titelverbindung tropft man unter Rühren eine Lösung von  $2,74$  g (0,01 mol) Bis(*N,N'*-dimethylhydrazido)thiophosphorsäure-*O*-phenylester in  $100$  ml thf zu einer Lösung von  $3,48$  g (0,01 mol) Hexachlorcyclotriphosphazene und  $2,76$  ml (0,02 mol) Triethylamin in  $300$  ml THF. Nach ein bis zwei Wochen Rühren bei Raumtemperatur wird das ausgefallene Triethylaminhydrochlorid abfiltriert und das Lösungsmittel am Vakuum entfernt. Durch Umkristallisieren aus *n*-Hexan erhält man für die Röntgenstrukturanalyse geeignete Einkristalle.

#### Kristalldaten

$C_{10}H_{17}Cl_4N_7OP_4S$   
 $M_r = 549,06$

Mo  $K\alpha$  Strahlung  
 $\lambda = 0,71069$  Å

<b>Triklin</b>	<b>Gitterparameter aus 122</b>	C(7)	-0,068 (1)	0,5508 (7)	0,1696 (8)	0,118 (9)
$P\bar{1}$	<b>Reflexen</b>	C(8)	0,172 (1)	0,7319 (6)	0,0758 (6)	0,102 (8)
$a = 7,906$ (9) Å	$\theta = 5-10^\circ$	C(9)	0,042 (1)	0,7465 (6)	0,4694 (6)	0,095 (6)
$b = 12,076$ (8) Å	$\mu = 0,89$ mm <sup>-1</sup>	C(10)	0,4450 (9)	0,7385 (6)	0,4465 (6)	0,091 (6)
$c = 12,35$ (1) Å	$T = 293$ K					
$\alpha = 92,88$ (5)°	<b>Prismenförmig</b>					
$\beta = 100,55$ (8)°	0,35 × 0,3 × 0,22 mm					
$\gamma = 90,78$ (8)°	<b>Farblos</b>					
$V = 1157$ (3) Å <sup>3</sup>						
$Z = 2$						
$D_x = 1,575$ (4) Mg m <sup>-3</sup>						

**Datensammlung**

<b>Automatisches Stoe-</b>	$\theta_{\max} = 27^\circ$
<b>Vierkreis Diffraktometer</b>	$h = 0 \rightarrow 10$
$\omega$ <b>Abtastung</b>	$k = -15 \rightarrow 15$
<b>Absorptionskorrektur:</b>	$l = -15 \rightarrow 15$
<b>Verfeinerung auf <math>\Delta F</math></b>	<b>3 Kontrollreflexe</b>
5371 gemessene Reflexe	gemessen nach je 100
4994 unabhängige Reflexe	<b>Reflexen</b>
2539 beobachtete Reflexe	<b>Intensitätsschwankung:</b>
$[I > 3\sigma(I)]$	-3%
$R_{\text{int}} = 0,128$	

**Verfeinerung**

<b>Verfeinerung auf <math>F</math></b>	$\Delta\rho_{\max} = 0,62$ e Å <sup>-3</sup>
$R = 0,069$	$\Delta\rho_{\min} = -0,71$ e Å <sup>-3</sup>
$wR = 0,061$	<b>Extinktionskorrektur: isotrop</b>
$S = 2,57$	<b>Extinktionskoeffizient:</b>
3741 Reflexe	1,9 (2)
249 Parameter	<b>Atomformfaktoren aus</b>
Einheitgewichtung benutzt	Cromer & Mann (1968);
$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,23$	Stewart, Davidson &
	Simpson (1965)

**Tabelle 1. Atomkoordinaten und isotrope äquivalente Verschiebungparameter (Å<sup>2</sup>)**

$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
P(1)	0,2457 (2)	0,5756 (1)	0,3124 (1)	0,061 (1)
P(2)	0,0693 (2)	0,8180 (1)	0,2629 (1)	0,060 (1)
P(3)	-0,2065 (2)	0,9593 (1)	0,2501 (2)	0,068 (1)
P(4)	0,1045 (2)	1,0397 (1)	0,2238 (2)	0,063 (1)
S	0,1916 (3)	0,4486 (2)	0,3841 (2)	0,097 (2)
Cl(31)	-0,4219 (2)	0,9507 (2)	0,1383 (2)	0,111 (2)
Cl(32)	-0,2993 (3)	1,0030 (3)	0,3855 (2)	0,120 (2)
Cl(41)	0,1588 (3)	1,0960 (2)	0,0849 (2)	0,112 (2)
Cl(42)	0,2414 (3)	1,1464 (2)	0,3331 (2)	0,119 (2)
O	0,4242 (5)	0,5691 (3)	0,2662 (3)	0,070 (3)
N(1)	0,0920 (6)	0,6088 (4)	0,2104 (4)	0,062 (3)
N(2)	0,1035 (6)	0,7186 (4)	0,1743 (4)	0,066 (3)
N(3)	0,1402 (6)	0,7631 (4)	0,3801 (4)	0,065 (3)
N(4)	0,2866 (6)	0,6977 (4)	0,3796 (4)	0,063 (3)
N(5)	-0,1309 (6)	0,8401 (4)	0,2612 (4)	0,066 (4)
N(6)	-0,0945 (6)	1,0551 (4)	0,2242 (5)	0,079 (5)
N(7)	0,1744 (6)	0,9206 (4)	0,2378 (4)	0,066 (4)
C(1)	0,4746 (8)	0,4670 (5)	0,2210 (6)	0,065 (5)
C(2)	0,403 (1)	0,4308 (6)	0,1166 (7)	0,094 (6)
C(3)	0,461 (2)	0,3361 (9)	0,073 (1)	0,114 (10)
C(4)	0,583 (1)	0,2768 (6)	0,1333 (8)	0,098 (7)
C(5)	0,659 (1)	0,3147 (6)	0,2359 (8)	0,096 (7)
C(6)	0,6036 (9)	0,4121 (6)	0,2825 (6)	0,081 (5)

**Tabelle 2. Ausgewählte geometrische Parameter (Å, °)**

P(1)—S	1,890 (3)	P(2)—N(2)	1,642 (5)
P(1)—O	1,618 (5)	P(2)—N(3)	1,630 (5)
P(1)—N(1)	1,652 (5)	P(2)—N(5)	1,605 (5)
P(1)—N(4)	1,653 (5)	P(2)—N(7)	1,558 (5)
P(3)—Cl(31)	1,984 (3)	P(4)—Cl(41)	1,992 (4)
P(3)—Cl(32)	1,996 (4)	P(4)—Cl(42)	1,976 (3)
P(3)—N(5)	1,569 (5)	P(4)—N(6)	1,588 (6)
P(3)—N(6)	1,530 (6)	P(4)—N(7)	1,554 (5)
N(1)—N(2)	1,428 (7)	N(3)—N(4)	1,412 (7)
O—C(1)	1,420 (7)		
C—N (Mittelwert)	1,45 (2);	Bereich: 1,423 (9) bis 1,48 (1)	
Phenylring: C—C (Mittelwert)	1,355 (6)		
P(1)—N(1)—N(2)	115,6 (4)	P(2)—N(3)—N(4)	113,9 (4)
P(1)—N(1)—C(7)	127,8 (5)	P(2)—N(3)—C(9)	126,5 (4)
C(7)—N(1)—N(2)	115,3 (5)	C(9)—N(3)—N(4)	116,8 (5)
Winkelsumme um N(1)	358,7 (8)	Winkelsumme um N(3)	357,2 (8)
P(2)—N(2)—N(1)	115,2 (4)	P(1)—N(4)—N(3)	114,2 (4)
P(2)—N(2)—C(8)	126,4 (4)	P(1)—N(4)—C(10)	128,3 (4)
C(8)—N(2)—N(1)	117,4 (5)	C(10)—N(4)—N(3)	117,0 (5)
Winkelsumme um N(2)	359,0 (8)	Winkelsumme um N(4)	359,5 (8)
S—P(1)—O	114,6 (2)	P(1)—O—C(1)	120,0 (4)
N(1)—P(1)—O	108,1 (3)	N(4)—P(1)—O	96,4 (2)
N(1)—P(1)—S	113,6 (2)	N(4)—P(1)—S	121,6 (2)
N(1)—P(1)—N(4)	100,3 (3)	N(2)—P(2)—N(3)	101,5 (2)
N(2)—P(2)—N(5)	113,6 (3)	N(2)—P(2)—N(7)	105,5 (3)
N(3)—P(2)—N(5)	105,7 (3)	N(3)—P(2)—N(7)	115,6 (3)
N(5)—P(2)—N(7)	114,5 (3)	N(5)—P(3)—N(6)	119,8 (3)
N(6)—P(4)—N(7)	117,0 (3)	P(2)—N(5)—P(3)	121,8 (3)
P(3)—N(6)—P(4)	120,9 (3)	P(4)—N(7)—P(2)	125,3 (3)

Mittelwert der Bindungswinkel im Triphosphazenen-Ring: 120 (3)  
Bereich: 114,5 (3) bis 125,3 (3)

Endocyclische Torsionswinkel im Di(phosphadiazan)-Ring:

P(1)—N(1)—N(2)—P(2)	-68,5 (5)	P(2)—N(3)—N(4)—P(1)	-74,7 (5)
N(1)—N(2)—P(2)—N(3)	31,0 (4)	N(2)—P(2)—N(3)—N(4)	36,7 (4)
N(2)—N(1)—P(1)—N(4)	31,7 (5)	N(1)—P(1)—N(4)—N(3)	36,0 (5)

Exocyclische Torsionswinkel um die N—N-Bindungen:

C(7)—N(1)—N(2)—C(8)	-91,6 (7)	C(9)—N(3)—N(4)—C(10)	-85,6 (7)
---------------------	-----------	----------------------	-----------

Die Struktur wurde mit direkten Methoden gelöst (Programm *MULTAN*; Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Alle anderen Rechnungen wurden mit dem Programmsystem *Xtal2,6* (Hall & Stewart, 1989) durchgeführt. Die gegen Ende versuchte Verfeinerung der H-Atomlagen mit isotropen Temperaturfaktoren führte zwar zu einer Verbesserung der  $R$ -Werte, ergab aber keine sinnvollen Atomlagen [Ausnahme H(3)]. Die übrigen H-Atome wurden deshalb unter Annahme einer jeweils gestaffelten Anordnung der Methylgruppen geometrisch gesetzt. Den betreffenden H-Atomen wurden die isotropen Temperaturfaktoren der an sie gebundenen C-Atome zugewiesen. Da eine Gewichtung mit  $w = 1/\sigma(F_o)$  zu einer deutlichen Verschlechterung des  $R$ -Wertes führte, wurde auf eine Gewichtung der Intensitätsdaten verzichtet.  $(\Delta/\sigma)_{\max}$  [0,23 y von H(3)].

Wir danken Herrn Kollegen D. Lentz für die Hilfe bei den Messungen. Dem Fonds der Chemischen Industrie gilt unser Dank für finanzielle Unterstützung.

Die Liste der Strukturparameter, anisotropen Verschiebungsparameter, H-Atom Koordinaten und vollständigen geometrischen Daten sind bei der IUCr (Aktenzeichen: SH1086) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

## Literatur

- Bondi, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.  
 Cromer, D. T. & Mann, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 Diefenbach, U. & Engelhardt, U. (1992). *Phosphorus, Sulfur and Silicon*, **65**, 107–109.  
 Engelhardt, U., Bünger, T. & Viertel, H. (1984). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* **14**, 603–615.  
 Engelhardt, U., Diefenbach, U. & Damerius, R. (1990). *Z. Naturforsch. Teil B*, **45**, 457–460.  
 Engelhardt, U. & Simon, A. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 492–495, 495–498.  
 Engelhardt, U. & Simon, A. (1993). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **619**, 1177–1182.  
 Engelhardt, U. & Viertel, H. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1972–1975, 3049–3052.  
 Hall, S. R. & Stewart, J. M. (1989). Herausgeber. *Xtal2.6 User's Manual*. Univ. Western Australia, Australien und Maryland, VSta.  
 Main, P., Lessinger, L., Woolfson, M. M., Germain, G. & Declercq, 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.  
 Stewart, R. F., Davidson, E. R. & Simpson, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 673–674

## 4-(4-Methoxybenzoyl)-3-(2-methylallyl)-tetrahydropyran-2-one

M. NIERLICH, M. LANCE, P. THUÉRY AND  
 J. D. VIGNER

CEA, SCM, CE Saclay, Bâtiment 125,  
 91191 Gif-sur-Yvette CEDEX, France

M. C. ROUX AND L. WARTSKI

Laboratoire des Carbocycles, CNRS-URA 478,  
 Bâtiment 420, Institut de Chimie Moléculaire d'Orsay,  
 Université de Paris-Sud, 91405 Orsay CEDEX, France

(Received 21 January 1994; accepted 6 June 1994)

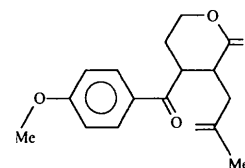
## Abstract

The X-ray analysis of the title compound,  $C_{17}H_{20}O_4$ , allows the assignment of the *trans* (synclinal) relationship between the C(3) and C(4) substituents of the lactone ring. Moreover, it indicates that the heterocyclic ring assumes a boat conformation and

elucidates the conformations of the aroyl and allylic groups.

## Comment

The present work forms part of a study of the structure and reactivity of 3,4-disubstituted tetrahydropyranones (Roux *et al.*, 1993; Roux, Wartski, Nierlich, Vigner & Lance, 1994). Since the  $^1H$  NMR data did not give unambiguous information about the conformation of the lactone ring and its aroyl and allylic substituents, the structure of the title compound has been obtained from single-crystal X-ray analysis. An ORTEPII (Johnson, 1976) drawing of the molecule is shown in Fig. 1.



(I)

The lactone ring adopts a boat conformation: O(1), C(2), C(4) and C(5) lie in a plane to within  $\pm 0.1$  Å, while C(3) and C(6) are at a distance of  $-0.514$  (4) and  $-0.676$  (5) Å, respectively, from this mean plane. The C(7)—C(3) and C(4)—C(11) bonds are synclinally (Klyne & Prelog, 1960) oriented [C(7)—C(3)—C(4)—C(11) =  $84.0$  (4) $^\circ$ ]. The relative configuration of C(3) and C(4) is  $3R^*,4S^*$ . The aroyl group conformation is denoted by the C(5)—C(4)—C(11)—O(3) and C(4)—C(11)—C(12)—C(17) torsion angles of  $-80.1$  (4) and  $26.1$  (5) $^\circ$ , respectively; the dihedral angle between the plane of the phenyl ring and the C(4)—C(11)—C(12) plane bearing the carbonyl group is  $26.4$  (5) $^\circ$ . The orientation of the allylic group is denoted by the C(3)—C(7)—C(8)—C(9) and C(3)—C(7)—C(8)—C(10) torsion angles of  $116.0$  (5) and  $-67.0$  (5) $^\circ$ , respectively.

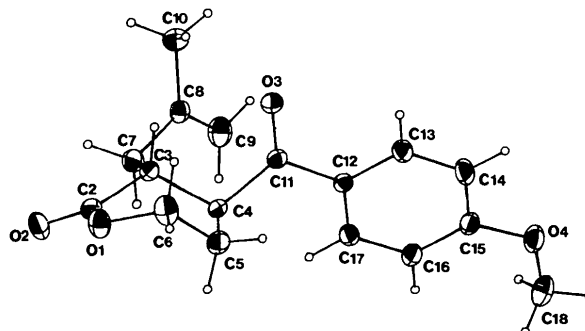


Fig. 1. ORTEPII (Johnson, 1976) drawing of the title compound with the atom-labelling scheme. H atoms are depicted as spheres of arbitrary radii. Displacement ellipsoids are shown at the 40% probability level.