Die Kristall- und Molekülstrukturen von verzweigten Zuckern der L-Streptose-Reihe. I. 5-Desoxy-3-C-formyl-1,2-O-isopropyliden-β-L-lyxofuranose-trimethylendithioacetal*

VON WULF DEPMEIER[†] UND OTTO H. JARCHOW

Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Hamburg, D-2 Hamburg 13, Grindelallee 48, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 24. Juli 1974; angenommen am 29. Oktober 1974)

5-Desoxy-3-C-formyl-1,2-O-isopropylidene- β -L-lyxofuranose trimethylenedithioacetal (C₁₂H₂₀O₄S₂) crystallizes in space group P2₁ with cell dimensions a = 6.610(1), b = 21.459(3), c = 5.415(1) Å and $\beta = 111.86(3)^\circ$ with one molecule in the asymmetric unit. The structure was derived by a multi-solution method. The least-squares refinement including hydrogen atoms led to the final value of the residual R = 0.035 based on 1373 counter data. The hydrogen-bonded molecules form infinite chains parallel to the c axis. The conformation of the furanose ring is ${}^{3}T_{4}$.

Einführung

Der zentrale Baustein des Antibiotikums Streptomycin ist der aldehydgruppenverzweigte Zucker L-Streptose, der bisher nicht durch Hydrolyse aus Streptomycin gewonnen werden konnte (Paulsen, Sinnwell & Stadler, 1972). Diese Autoren geben ein Verfahren an, nach dem L-Streptose synthetisiert werden kann. Eine wesentliche Zwischenstufe ist dabei die Titelsubstanz (Fig. 1), welche im folgenden IDTS (Isopropylidendithianstreptose) genannt werden soll. Diese liefert durch Entschwefelung und anschliessende saure Hydrolyse die freie L-Streptose als Sirup.

Furanosen spielen in biochemischen Systemen eine nicht unwesentliche Rolle, und die biochemische Wirkung könnte mit der Konformation korreliert sein.

Als flexibles Ringsystem reagiert der Furanosering konformativ empfindlich auf verschiedene Substituenten und eine Seitenkette sollte einen besonders starken Einfluss ausüben. Deshalb wurde mit IDTS und 5-Desoxy-3-C-formyl- β -L-lyxofuranose-trimethylendithioacetal (Depmeier & Jarchow, 1975) erstmals von zwei verzweigten Zuckern der Streptosereihe eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt (Strahs, 1970).

Die vorliegende Arbeit soll die Molekül- und Kristallstruktur von IDTS beschreiben. Die Diskussion der Konformation und insbesondere der Vergleich mit der Konformation von 5-Desoxy-3-C-formyl- β -L-lyxofuranose-trimethylendithioacetal wird an anderer Stelle veröffentlicht (Depmeier, Jarchow, Stadler, Sinnwell & Paulsen, 1974).

Experimentelles

Die verwendeten Kristalle wurden freundlicherweise von Dipl. Chem. P. Stadler zur Verfügung gestellt. Das gut kristallisierte Material war aus Essigester/Petroläther umkristallisiert worden und bildete in Richtung e gestreckte Prismen. Aus Schwenk-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen konnten grobe Gitterkonstanten und die Lauegruppe 2/m bestimmt werden. Systematische Auslöschungen für 0k0-Reflexe mit k=2n+1 und Berücksichtigung der optischen Aktivität ergaben als Raumgruppe eindeutig $P2_1$. Die genaue Vermessung der Gitterkonstanten erfolgte auf einem Einkristalldiffraktometer (Fa. Siemens) und ergab die in Tabelle 1 aufgeführten Daten. Die dort angegebenen Fehlergrenzen sind Schätzwerte.

Tabelle 1. Kristallographische Daten

a = 6,610 (1) Å	$Z = 2(C_{12}H_{20}O_4S_2)$
b = 21,459(3)	$V = 712,84 \text{ Å}^3$
c = 5,415(1)	$D_x = 1,363 \text{ g cm}^{-3}$
$\beta = 111,86 (3)^{\circ}$	$\mu = 34,0$ (Cu K α)
	Molekulargewicht: 292,4

Die Sammlung der Intensitäten fand auf dem erwähnten Einkristalldiffraktometer mit Ni-gefilterter Cu $K\alpha$ -Strahlung statt. Die Rohdaten wurden wie üblich korrigiert, auf seine Absorptionskorrektur wurde verzichtet. Die Programme für die Datenkorrektur wurden von Eck (1970) geschrieben. Es standen insgesamt 1373 der 1634 möglichen symmetrieunabhängigen Reflexe zur Verfügung.

Strukturbestimmung und -verfeinerung

Mit den 1373 Reflexen wurde mit Hilfe des Programms *FAME* (Dewar, 1970) ein Wilson-Angleich (Wilson, 1949, 1950) gerechnet, um einen Skalierungsfaktor und einen allgemeinen Temperaturfaktor sowie daraus die *E*-Werte zu berechnen. Die Verteilung der *E*-Werte war in sehr guter Übereinstimmung mit den theoretischen Werten für den azentrischen Fall (Karle, Dragonette & Brenner, 1965).

Die Strukturbestimmung gelang auf direktem Wege mit dem Programm *MULTAN* von Germain, Main & Woolfson (1971), wobei 210 Reflexe mit $E \ge 1,30$ benutzt wurden. Von den resultierenden Lösungsvor-

^{*} Teil der Dissertation von Wulf Depmeier.

[†] Gegenwärtige Anschrift: Universität Konstanz, Fachbereich Chemie, Postfach 7733, D-775 Konstanz, BRD.

schlägen wurden E-Maps mit Hilfe des Fourier-Programms von Kopf (1973) gerechnet. Auf einem dieser E-Maps liessen sich zwei starke Maxima erkennen, die in etwa den erwarteten Schwefel-Schwefel-Abstand des Dithianringes voneinander hatten. Mit den Koordinaten dieser Lagen begann die weitere Strukturbestimmung und -verfeinerung. Alternierende Leastsquares- und Fourierrechnungen zeigten zunehmend alle Nichtwasserstoffatome, wobei endständige Atome und solche mit grossem Temperaturfaktor erst gegen Ende des Verfahrens auftauchten. Die LSQ-Rechnungen wurden mit dem Programm von Busing, Martin & Levy (1962) ausgeführt. Die dazu benötigten Atomstreukurven wurden den International Tables for X-ray Crystallography (1968) entnommen.

Bei Einbeziehung aller Daten und nach Umwandlung der isotropen in anisotrope Temperaturfaktoren konvergiert die Verfeinerung bei einem *R*-Wert von 0,050; $R = \sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$. Dabei waren zehn offensichtlich extinktionsgeschädigte Reflexe aus dem Datensatz entfernt worden. Mit den Phasen aus dieser Rechnung wurde eine Differenz-Fouriersynthese gerechnet, bei der nur Reflexe mit $\theta < 35^{\circ}$ berücksichtigt wurden. Darin konnten die 20 Wasserstoffatome lokalisiert werden. Eine abschliessende LSQ-Rechnung mit anisotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome und isotropen Temperaturfaktoren der Wasserstoffatome konvergierte bei R=0.035. Dabei waren die Temperaturfaktorkoeffizienten der Wasserstoffe einheitlich gleich 3,0 gesetzt und nicht verfeinert worden. Die Parameteränderungen waren erheblich kleiner als die zugehörigen Standardabweichungen. Lediglich bei den Wasserstoffen lagen sie im Grössenordungsbereich der σ -Schranken. Da aus programmtechnischen Gründen nicht alle Parameter im gleichen Zyklus verfeinert werden konnten, sind die Standardabweichungen der Atomparameter etwas unterschätzt und damit auch die der Bindungslängen und -winkel. Alle Rechnungen wurden auf der Rechenanlage TR 440 im Rechenzentrum der Universität Hamburg durchgeführt. Die Atomparameter stehen in den Tabellen 2 bis 4, die beobachteten und berechneten Strukturfaktoren in Tabelle 5.

Tabelle 2. IDTS, Verfeinerte Positionsparameter (×10⁴) der Nichtwasserstoffatome

Die in Klammern angeführten Standardabweichungen beziehen sich auf die letzte Stelle der jeweiligen Werte.

	x	У	Z
S(1)	- 3565 (1)	840 (1)	1556 (1)
S(2)	819 (1)	358 (1)	2126 (1)
C(1)	- 395 (5)	2512 (1)	616 (5)
C(2)	- 1287 (4)	2169 (1)	2464 (5)
C(3)	153 (4)	1583 (1)	3379 (5)
C(4)	2279 (4)	1785 (1)	3020 (5)
C(5)	3976 (5)	2085 (2)	- 4584 (7)
C(6)	- 842 (6)	3195 (1)	3650 (6)
C(7)	- 3138 (9)	3451 (2)	2369 (14)
C(8)	669 (11)	3594 (2)	-4135 (9)
C(9)	-919 (4)	1045 (1)	1491 (5)
C(10)	- 742 (6)	- 59 (2)	- 894 (7)
C(11)	-4478 (5)	366 (2)	- 1402 (6)
C(12)	- 3053 (6)	-209 (1)	-1213 (8)
O(1)	1533 (3)	2197 (1)	738 (4)
O(2)	438 (3)	1391 (1)	- 4020 (4)
O(3)	93 (5)	3119 (1)	1691 (5)
O(4)	- 891 (4)	2582 (1)	4639 (4)



Fig. 1. Skizze der IDTS-Struktur.

Tabelle 3. Anisotrope Temperaturfaktorkoeffizienten der Nichtwasserstoffatome

Die in Klammern angeführten Standardabweichungen beziehen sich auf die letzte angegebene Stelle. Die B_{ij} beziehen sich auf den Ausdruck exp $\left[-\frac{1}{4}(B_{11}h^2a^{*2}+B_{22}k^2b^{*2}+B_{33}l^2c^{*2}+2B_{12}hka^*b^*+2B_{13}hla^*c^*+2B_{23}klb^*c^*\right]$ für den Temperaturfaktor.

and and here	4 (2		10		-
	B ₁₁	B ₂₂	B ₃₃	B ₁₂	B ₁₃	B ₂₃
S(1)	2,42 (3)	3,32 (2)	3,75 (4)	0,53 (5)	1,44 (4)	0,56 (4)
S(2)	2,63 (3)	2,58 (2)	3,87 (4)	-0,37 (5)	0,54 (4)	0,47 (4)
$\hat{C}(1)$	3,51 (15)	2,76 (2)	2,08 (13)	-0,05 (10)	1,13 (12)	-0,13 (13)
C(2)	2,57 (12)	2,21 (2)	2,34 (12)	-0,10 (10)	1,16 (11)	0,13 (9)
C(3)	2,47 (14)	2,21 (2)	1,88 (12)	0,10 (10)	0,84 (10)	0,09 (9)
C(4)	2,27 (14)	2,95 (2)	2,99 (13)	0,05 (10)	1,05 (11)	0,13 (9)
C(5)	2,68 (15)	4,05 (2)	3,67 (17)	0,68 (16)	0,36 (14)	0,17 (13)
C(6)	5,39 (23)	2,21 (2)	3,12 (17)	-0,32 (16)	2,19 (17)	-0,22 (13)
C(7)	6,43 (35)	3,68 (2)	10,43 (50)	-2,21 (21)	3,21 (35)	-1,68 (30)
C(8)	10,34 (44)	2,76 (2)	4,10 (21)	1,15 (21)	2,42 (26)	0,52 (17)
C(9)	2,18 (14)	2,21 (2)	2,25 (12)	0,10 (10)	0,70 (10)	0,09 (9)
C (10)	4,86 (21)	2,95 (2)	4,09 (22)	0,05 (16)	1,58 (18)	0,78 (17)
C(11)	3,04 (15)	3,68 (2)	3,69 (17)	0,37 (16)	0,31 (14)	0,30 (17)
C(12)	5,34 (21)	2,58 (2)	4,09 (20)	0,47 (16)	0,80 (17)	0,43 (13)
O(1)	3,27 (11)	3,68 (2)	2,72 (10)	0,26 (10)	1,73 (9)	0,04 (9)
O(2)	3,57 (14)	2,58 (2)	2,00 (11)	0,10 (10)	0,94 (10)	-0,13 (9)
O(3)	6,28 (18)	2,76 (2)	3,61 (14)	0,47 (10)	2,84 (14)	-0,13 (9)
O(4)	4,61 (14)	2,39 (2)	2,57 (10)	-0,10 (10)	1,97 (10)	0,09 (9)

F F F F F F

Die Molekülstruktur

Die schematischen Fig. 2 und 3 zeigen das IDTS-Molekül mit den gefundenen Werten für Bindungslängen und -winkel. Das Stereobild 4 wurde mit Hilfe des Pro-



Fig. 2. IDTS, Bindungslängen und -winkel (ohne Wasserstoffe).



Fig. 3. IDTS, Bindungslängen und -winkel. Nur Wasserstoffe berücksichtigt.



Fig. 4. ORTEP-Stereobild von IDTS.

Tabelle 4. Positionsparameter der Wasserstoffe ($\times 10^3$)

Die in Klammern angegebenen Standardabweichungen beziehen sich auf die letzte angegebene Stelle. Der dem Ausdruck exp $(-B\sin^2\theta/\lambda^2)$ entsprechende Temperaturfaktorkoeffizient B wurde einheitlich gleich 3,0 gesetzt und nicht verfeiner

	10110	inert.	
	x	У	Z
H(161)	-353 (8)	-46 (2)	-289 (10)
H(162)	-303(8)	-47(2)	-17(10)
H(131)	-5(9)	-45(2)	- 73 (10)
H(132)	- 66 (8)	19 (2)	-219 (9)
H(141)	439 (8)	-433 (2)	263 (9)
H(142)	396 (8)	25 (2)	- 180 (10)
H(1)	-110 (8)	119 (2)	- 26 (10)
H(4)	-291 (8)	210 (2)	179 (10)
H(15)	285 (8)	146 (2)	229 (10)
H(11)	83 (8)	169 (3)	- 307 (10)
H(101)	453 (8)	174 (2)	-331 (10)
H(102)	359 (8)	239 (2)	-426 (10)
H(103)	-468 (8)	222 (2)	498 (10)
H(6)	-116 (8)	251 (2)	-121 (10)
H(121)	75 (8)	402 (2)	-468 (10)
H(122)	188 (8)	339 (2)	- 295 (10)
H(123)	0 (8)	360 (2)	-285 (10)
H(21)	-420 (8)	308 (2)	140 (10)
H(22)	-272 (8)	391 (2)	209 (10)
H(23)	-402 (8)	358 (2)	290 (10)

gramms ORTEP (Johnson, 1965) gezeichnet. Fig. 5 enthält zusätzlich die Numerierung der Atome. Die Standardabweichungen betragen 0,003-0,006 Å für Bindungslängen zwischen Nichtwasserstoffatomen und 0,2° für die Winkel. Bei Einschluss der Wasserstoffatome sind die entsprechenden Werte 0,05 Å bzw. 3-4°.

Das IDTS-Molekül besteht aus zwei Fünfringen und einem Sechsring. Der zentrale Ring ist der Streptosering C(1)-C(2)-C(3)-C(4)-O(1). Wie in anderen Furanosederivaten (z.B. Parthasarathy & Davis, 1967) ist er auch hier nichtplanar. Um dieses festzustellen, wurden mit den fünf Atomen Kleinste-Quadrate-Ebenen derart gerechnet, dass jeweils vier Atome die Ebene bildeten und vom fünften nur der Abstand von dieser Ebene bestimmt wurde. Es ergaben sich zwei ähnlich gute 'beste' Vieratom-Ebene:

> Ebene I: 0,377x - 3,948y + 0,730z = 1Ebene II: 0.652x - 3.752y + 1.147z = 1.

Tabelle 6 zeigt die Abstände der Atome von den beiden Ebenen. Zusätzlich ist eine Ebene III aus C(1), C(2), und O(1) aufgeführt. Die Atome C(3) und C(4) haben zu verschiedenen Seiten dieser Ebene Abstände von 0.17 bzw. 0.36 Å. Dem Furanosering ist daher eine Twist-Konformation ${}^{3}T_{4}$ zuzuordnen. Eine Briefumschlagsform ist auszuschliessen.

Aus den Torsionswinkeln der Tabelle 7 lässt sich ebenfalls erkennen, dass der Ring keine reine Briefumschlagform haben kann, da sonst einer der Winkel 0° sein müsste.

Die Abstände und Winkel im Furanosering zeigen keine abnormen Werte: Die C-C-Einfachbindungen haben einen Mittelwert von 1,54 Å. C(1)-O(1) ist mit 1,42 Å kürzer als C(4)-O(1) mit 1,45 Å. Parthasarathy & Davis (1967) zitieren sechs Furanosederivate mit β -Konfiguration, bei denen C(1)–O(1) ebenfalls kleiner als C(4)–O(1) war. Der Winkel am Ringsauerstoff beträgt 110° und liegt damit im Rahmen der Werte anderer Furanosederivate. Das gleiche gilt für die Winkel an den Ringkohlenstoffen, für die Werte von 100–107° berichtet werden (Furberg, 1970).

Der Dioxolanring C(1)-C(2)-O(4)-C(6)-O(3) ist ebenfalls nichtplanar. Hier ist *eine* Vieratom-Ebene die beste, gebildet durch die folgenden Atome (in

.

Klammern Abstände von der Ebene): C(1) (-0,06); (C2) (0,04); O(3) (0,04); (O4) (-0,03). Die Gleichung der Ebene ist: -2,64x-3.54y-0,35z = 1.

Das acetalische C-Atom, C(6), liegt 0,46 Å ausserhalb dieser Ebene. Dass es sich aber auch beim Dioxolanring nicht um eine reine Briefumschlagform handelt, zeigen am besten die Torsionswinkel in Tabelle 8. Die C-O-Abstände sind in diesem Ring im Mittel 1,42 Å. Die Winkel an den Sauerstoffen sind im Mittel 108° und an den Kohlenstoffen 105°.

Tabelle 5. Beobachtete und berechnete Strukturamplituden von I	DTS
--	-----

-7 , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	- 415 412 2 1155 1140 3 1046 1211 4 116 313 5 6 6 6	1 :51 159 2 :153 :130 1 :561 :05 5 :164 :56 5 :567 :566 -5 :10 L	1 1010 1016 1 1020 1000 1 1020 1001 6 100 1000 6 101 1000 6 101 1000	-1 1 - 3345 1544 - 3 300 H ² - 2212 		1 11 30 1 12 3 1 12 3 1 12 3 1 2 3 1 2 4 1 2			1 - 60 : 57H 1 - 10 : 67H 3 - 676 - 465 4 - 676 - 566	1 10 h 1014 2 144, 114 1 1444 1461 4 107 144 4 107 1485	1 146 - 1331 1 1466 - 1331 2 764 - 1414 3 764 - 1414 4 1.14 - 941 6 30 - 330	2 660 M43	413 1441 	4 10	- 37n A2 194 114 114 300
-7 1 1 929 76" 2 1225 1274 7 9 62 4 1164 1159	1 313 39A 2 721 226 3 766 911 4 1450 1462 5 533 530	1 472 414 7 671 642 3 1047 111 4 515 511 5 415 462	-4 4 1 1 1873 1861 2 340 890 3 1105 1050 4 1314 1377 5 502 497	6 21: 204 -3 4 1 3736 3417 2 2040 1442 3 3030 2423	-1 '2' '14'	1438 1411 1449 1411 4 433 446 4 433 446	1 261 14 2 361 14 5 1132 14 - 10p 44 	2 7014 3015 3 1801 1011 4 1990 1004 5 104 101 5 104 101	0 1012 3084 1 008 011 2 300 130 3 314 131 4 348 314	- 6-6 - 99 - 6-6 - 9 - 9-9 - 9 -	1 0505 7600 7 1555 7600 7 1555 1630 7 0575 0455	2 21 2 0 1549 1544 1 850 821	1 441 301 3 807 841 1 14 1 14 0 1002 1024	4 11 1 	C 487 470 1 1365 1361 2 237 220 4 10 4 C 668 687
-7 2 L 1 876 891 2 1018 1042 3 1228 1206 4 564 55'	1 214 214 2 1324 1342 3 601 606 4 193 199 5 787 857	1 710 539 2 308 316 3 115 65 4 889 908 5 425 447	-4 9 1 1:5 2 1454 13 to 3 1510 1003 4 1512 1013	5 1123 1160 6 313 746 -1 5 1 1 2519 2440 2 1503 1124	-3 -3 -3 -1 -3 -3 -3 -1 -3 -1	1 1604 1541 1 1614 1411 1 503 506 4 1538 1561 4 158 156	1 1440 1 1 4 2 298, 10"L 1 1399 7041 4 81" 401 5 524 550 N 171 365	0 2 1221 2444 3 1924 1820 4 762 778 5 537 559 6 356 368	19 516 49 2 1008 395 3 457 258 4 518 431	1 11 1 2187 2717 2 2187 2217 1 1920 1911 4 1029 1050	5 589 578 2 4 . 0 2521 2537 1 1110 1110 2 2371 2326	2 27 281 2 27 4 c 318 327 1 741 771 2 1034 3043	1 602 309 2 989 1012 3 725 298 3 10 0 892 960	4 10 L 	2005 277 2 737 802 5 17 L C 435 415 1 986 1009
-7 3 L 1 1004 1038 2 1514 1512 3 108 94 4 724 738	-6 11 L 1 1148 1174 2 329 337 3 1118 1179 4 740 779 5 234 205	-5 12 1 1 937 939 2 667 718 7 71 809 4 77 92 5 374 379	-4 10 -4 10 1 1017 1070 2 844 843 3 2723 2275	3 465 325 4 1311 1244 5 428 453 6 220 245 -3 6 1	-1 24 1 785 840 2 108 111	-7 16 1 773 +50 2 1735 +727 3 703 407 4 720 119 5 649 674	1 616 687 7 1632 1670 3 610 444 6 690 706 5 358 378 6 115 136	0 3 1 1 1347 1490 2 2nc1 2624 3 1751 1644 4 21/9 2n40 5 1166 1122	2 1077 1017 3 654 617 1 978 959 2 1077 1017 3 655 510 4 194 115	1 17 1 17 1 493 597 1 391 597 1 391 597	3 9A: 91A 4 1100 107 5 286 280 2 5 5	2 23 1 0 779 785 1 608 537 2 1063 1102 2 24	2 120 114 2 120 114 3 13 319 3 11 0 599 581 1 214 581	4 17 . 4 17 . 0 0°7 1000 1 720 700 1 720 700 1 720 700	* 14 • 159 • 1
-7 4 L 1 637 649 2 436 434 3 865 863 4 732 732	-6 12 L 2 1 366 1458 3 770 811 4 141 128	-5 13 L 1 913 952 2 682 731 3 34 362 4 200 203	4 14-0 1565 5 865 870 6 171 193 -4 11 0 1 974 977	1 1093 1348 2 2390 2591 3 901 956 4 561 532 5 273 285 6 633 695	1 1 199 1 242 7 1 146 160n 4 781 812 5 466 42n 6 202 205	-2 1" L : 636 603 ? (636 10°6 3 593 613 • 689 6*?	-1 10 L 1 1938 2002 2 1212 1055 3 832 140 4 864 905	6 550 504 0 4 L 1 1500 1035 1 3087 3017 1 3192 11 00	0 F1 1 1140 1080 2 401 462 3 601 649 0 22 L	A 840 807 500 845 1 13 1 0 1076 1069 1 1550 1601	2 1051 1969 3 827 855 4 439 426 5 813 850 2 6 L	0 599 596 1 651 612 2 25 .	2 1002 045 3 134 135 3 18 c c 141c 1393 1 602 515	4 14 L 0 459 462 1 456 457 2 557 553 1 620 553	5 15 L 0 853 877 1 204 207 5 16 L
-7 5 L 1 708 710 2 7R1 801 3 216 209 4 425 472	-6 13 L 1 1469 151A 2 678 699 3 735 766 4 678 '05	5 161 175 -5 14 L 1 904 477 2 315 301 3 483 491	2 1726 1 '44 3 1683 1729 4 1257 1237 5 958 996 -4 12 L	1 654 661 2 671 707 3 1957 1912 4 1550 1515 5 605 616	-2 1 1 7061 2875 2 2779 2867 3 470 414 4 929 926 5 617 596	5 129 112 -2 18 L 1 693 710 2 917 913 3 1156 1132	5 592 605 -1 11 L 1 1983 2058 2 2219 2216 3 1186 1102	4 1444 1419 5 1115 1019 6 657 711 0 5 L 1 3198 1413	0 2303 2332 1 466 449 2 741 704 7 818 819 0 23 1	2 1644 1670 3 1744 1164 4 848 866 3 320 31* 1 14 ;	e : 236 : 197 1 1642 1581 2 761 722 3 864 829 4 1030 1038 5 234 250	3 0 (0 1495 1196 1 576 545 1 1617 1581 1 507 507	* 317 109 * 540 550 * 10 L * 864 870 1 10 L * 864 870 1 44 84	4 14 1 0 100: 104P 1 0:1 964 2 3H1 0:	6 679 607 : 071 944
-7 6 L 1 251 248 2 221 232 1 810 889 4 261 288 -7 7 L	-6 14 L 1 185 181 2 522 560 3 714 757 4 291 295 -6 15 1	4 686 125 5 440 416 -5 15 L 1 410 411 2 273 266	1 1300 1324 2 680 161 3 1572 1573 4 1420 1432 5 286 269	-3 8 L 1 1833 1840 2 2023 70 18 3 1034 1010 4 1224	-2 2 L 1 1607 1562 2 1640 1571 1 191 1341 1 191 741	-2 19 1 1 701 730 2 1746 1706 3 8/0 813 6 376 130	4 949 970 5 441 453 -1 15 L 1 2254 2252 2 904 976	2 2811 2745 3 2070 2011 4 1716 1594 5 1505 1459 6 556 577 9 6 1	1 1056 1055 2 707 723 3 237 250 0 24 L	0 1474 1484 1 1540 1059 1 659 867 1 659 875 4 253 875 1 16 L	2 7 L c 2933 2854 1 955 104 2 885 461 3 114 1179 5 542 525	4 669 504 3 1 0 1115 10 H 1 566 494 2 1003 939	2 113 748 - 25 - 107 523 - 118 319 2 134 337	4 16 . 0 1169 1220 1 1051 1094 0 670 660 4 11 L	5 1.R L 0 1.91 797 6 P L
1 710 723 2 280 281 3 254 250 4 245 276	1 1264 1 11 2 254 264 1 410 459 -6 16 L	4 200 200 -5 16 L 1 640 642 2 1103 1117 3 582 603	1 1007 1028 7 101 H11 3 911 915 4 500 467 5 607 655 -4 14 1	5 717 734 6 613 676 -3 9 L 1 864 935 2 1787 1809	5 120 241 6 120 104 -7 3 L 1 1550 1570 2 7225 2140	-2 20 L 1 1523 1518 2 630 630 3 386 372 4 400 411	1 1446 1548 4 '30 725 5 508 485 -1 13 L 1 11 19 1176 2 2124 7257	0 1280 3511 1 1725 1812 2 2654 2554 3 2058 2012 4 1330 1336 5 245 216	0 594 579 1 377 372 2 413 407 0 25 1 1 539 544 2 164 105	1 410 805 1 410 405 1 411 106 4 414 401	2 8 1 2 8 1 - 2020 2025 1 116 005 2 1050 1059 1 116 1185	1 A1 60 1 342 32 1 2 1 30 11 1 30 11 1 30 11	3 21 c	0 451 418 1 671 664 2 1111 1005 4 18 1	6 1 L 0 736 125
1 269 110 2 245 260 3 366 41 1 -7 9 L	1 245 253 2 506 553 3 523 591 -5 0 L 1 1445 1419	4 PR3 R74 -5 17 L 1 729 765 2 785 794 3 637 634	1 1723 1 179 2 490 513 3 593 534 4 640 4 10 5 241 282	3 791 765 4 1401 1876 5 232 221 6 146 134 -3 10	3 1991 1921 4 1543 1540 5 629 620 6 153 164	-7 71 L 1 702 692 2 894 945 3 571 576 242 30	1 511 519 4 1015 1052 5 272 359 -1 14 L 1 1150 1792	0 7 L 1 3632 3759 7 3556 9475 1 1767 1064 4 109 64	0 26 0 316 352 1 324 353	0 637 444 1 361 368 2 133 168 3 684 730 6 490 600	4 676 656 8 87 104 2 9 L 0 1 1 7 107 1 1017 107	3 9° NA 4 7,90 PN 3 3 	4 00 707 0	4 19 ; 4 19 ; 4 19 ;	2 115 7A 6 2 1 0 514 535 1 794 294 2 69 155
2 566 566 1 219 258 4 99 84 -7 10 L 2 358 361 3 103 361	2 2059 1436 1 776 712 4 1852 1644 5 1271 1219 -5 1 L 1 650 629	4 361 362 -5 18 (1 703 721 2 1046 1055 3 291 301	-4 15 L 1 472 473 2 1478 1540 3 855 893 4 223 227 5 316 319	1 663 688 2 1671 1721 3 214 214 4 162 148 5 721 758 6 431 427	4192 4119 12748 (176 41491 155) 5 157 177 6 450 446	-7 29 L 1 1398 1004 2 1152 1161 3 441 449	2 1766 1737 + 384 2601 4 133 358 5 553 566 -1 15	2 204 2149 1 2244 2109 2 2451 245	1 736 717 2 1201 1098 3 897 837 4 037 907 5 220 134	0 Bon 761 1 130 1416 1 255 278 2 300 465	2 10"1 1067 3 219 273 4 681 669 5 70 769	3 584 587 4 495 47r 3 4 4 0 2087 2075	1 444 352 3 74 1 0 744 315 4	4 20 L c 476 481 1 627 677 4 21 L	6 3 . 0 507 482 1 184 181 2 176 189
-7 11 L 3 262 265 -6 0 L	2 1654 1649 1 172 1228 4 1404 1742 5 1271 1223 6 547 575 -5 2 L	-5 19 L 1 171 191 2 228 211 1 910 925 -4 0 L	-4 16 L 1 548 58? 2 192 150 1 36 775 4 673 483 5 246 31?	1 1354 1391 2 470 411 3 779 761 4 909 955 5 196 179 6 158 151	1 2373 2446 2 1244 11 19 3 1630 1683 4 234 11 19 5 565 605 6 233 276	1 41: 401 - 6.1 654 1 175 Apr -2 14	1 (2) =4 (2) 96 7 (46) (247) 3 1041 (329) 4 1212 1207 5 (40) 114 -1 16 (1 1455 1474 1 1455 1474 1 1455 1474	1 770-1 7001 2 1564 1550 3 1173 1103 5 134 140 5 134 140	1 19 L 0 1557 1577 1 45n 653 0 1132 1177 1 536 651	0 "181 2451 1 849 810 2 823 845 3 1390 150 4 185 192 2 11	1 1430 1365 2 911 759 3 210 139 4 689 640	0 2200 2111 1 472 389 2 115 115 3 2013 2040 4 1 1	0 470 503 5 0 1 0 965 877 1 1776 1 30	6 4 1 0 777 769 1 458 458 7 546 594 6 5 1
1 241 241 2 688 686 3 1683 1611 4 239 242 5 96 88	1 718 673 7 2401 2370 3 1438 1351 4 657 652 5 918 870 6 232 246	1 1712 1 192 2 552 524 3 73 95 4 94 120 5 94 72 6 359 347	-4 1' L 1 1223 1239 2 460 475 3 463 472 4 288 295	-1 17 L 1 625 612 2 1461 1492 1 155 355 4 728 316	-7 6 1 1 7671 7653 2 1414 1461 3 903 313 4 519 517	1 10°2 106° 2 "01 70° -2 24 1	1 105 1054 1 105 1054 1 210 901 4 800 100 5 495 400	3 11 954 9 590 590 1156 100 2 10 0 2011 2012	1 2138 2 90' A'4 3 146' 1431 4 1394 1291 5 259 252	1 12 1 n 326 345 1 1258 1300 2 243 240 3 406 389	0 606 597 1 1578 1500 7 809 918 3 813 807 4 279 732	1 1974 1956 1 1974 1956 2 1594 1576 3 1676 177 4 196 117 3 6 L	0 1195 1125 1 2573 1485 7161 2563 3 112 12 4 845 808	2 114 401 3 1035 1080 4 1 1 1 633 1426 1 633 655 2 1031 1048	0 1074 1017 1 489 481 7 479 465 6 6 4
1 '019 1021 2 843 862 1 280 262 4 113 270 5 423 431 	-5 1 L 1 1737 1712 2 1233 1236 3 1954 1826 4 967 336 6 926 136	-4 1 L 1 866 894 2 1026 943 3 866 653 4 829 767 5 929 845	-4 1R L 1 608 610 2 607 623 1 405 794 4 756 766	5 167 140 -7 13 L 1 1432 1466 2 1501 1619 3 695 673	-2 . L 1 1777 1457 2 1162 1169 2 1162 1169	-1 0 L -1 0 L -1 367 1 162 101 4 1514 1436 5 1012 970 6 740 257	1 1380 1410 9 200 114 3 133 114 4 216 158 -1 18 L	1 2011 2011 2 621 2011 3 821 858 4 736 52 5 743 108 	1 360° 3411 2 510 517 3 1340 1240 4 1340 480	1 20 L 0 867 856 1 600 676 7 314 305 1 450 41	0 770 763 282 285 381 566 356 561 4 247 231	0 2005 1491 1 2129 2092 2 1461 1455 7 397 405 4 801 235	c 1515 1448 1 2075 137 2 891 021 3 1000 161 4 141 135	1 166 146	1 840 841 6 7 ; 6 826 839 1 246 257
1 1402 1 170 2 498 507 3 615 640 4 299 108 5 274 282	6 471 482 -5 4 1 1 1808 1732 2 2162 1974 3 169 173	6 202 209 -4 2 L 1 2100 2080 2 1915 1758 1 1741 1616	-4 19 L 1 362 350 2 723 735 3 182 184 4 511 473	-3 14 L 1 1279 1358 2 1181 1202 3 692 724	4 1829 1895 5 672 657 6 472 540 -2 8 L	-1 1 L 2 931 963 3 2861 2688 4 1417 1331 5 592 547 6 479 468	1 1103 1094 2 122 R? 3 7'9 67 4 631 603	1 873 873 2 1149 1137 3 689 911 4 271 267 5 528 533	1 4 L 0 1662 1636 1 787 726 2 2441 2326	t 21 c n 225 226 1 776 768 2 215 242 1 572 555	2 13 . 0 280 276 1 929 906 2 1167 1160 3 129 300 4 240 242	e 2130 2150 1 1040 996 2 1369 1313 3 1654 102 4 432 443	4 3 L 0 1589 1575 1 1457 1400 7 706 64 3 281 255 4 658 707	1 571 558 5 3 L 1 259 3720 1 259 3720 1 259 3720 1 259 3720 1 558 453	6 8 . 0 1019 1061 1 718 725 t 9 :
-6 3 L 1 1070 1022 2 775 736 3 747 726 4 307 286 5 317 315	4 1312 1281 5 525 516 6 195 184 -5 5 L I 1582 1588	4 841 852 5 517 504 6 221 214 -4 7 L 1 1469 1 392	-4 20 L 1 707 317 2 748 730 3 406 385 -4 21 L	4 858 821 5 473 470 -3 15 L 1 11-8 1216 2 654 655	2 1720 1758 4 1257 1285 5 535 544 6 415 491 -7 9 L	-1 2 L 1 1726 1410 2 2215 2875 3 253 664 4 1275 1112	1 844 817 2 1359 1316 3 1015 1019 4 607 531	0 652 674 1 565 565 2 534 667 3 536 495 4 326 1007 5 605 58	4 1464 1427 5 219 231 1 5 1 0 3379 3478 1 3654 3921	1 22 L c 701 709 1 103 290 2 101 162 3 103 116	P 14 0 1165 1149 1 988 107 1 1010 109 1 467 448 6 705 176	o 522 511 1 2620 2592 2 1020 1025 3 1519 1515 4 1000 991	4 4 . - 1541 1500 1 410 468 -	5 4 L c 1344 1322 1 466 470 2 940 940	0 541 557 1 523 587 c 10 L c 806 700 1 701 405
-6 4 L 1 /96 H19 2 415 358 7 530 405 4 947 888	2 970 919 1 1267 1249 4 155 134 5 496 622 6 264 252 -5 6 L	2 2930 2176 3 1 139 1 125 4 1172 1080 5 1079 1072 6 621 412	1 673 687 2 164 147 1 295 100 -4 22 L	1 1027 993 4 693 665 5 593 617 -3 16 L 1 528 533	1 1109 1118 2 1573 1609 3 1530 1717 4 136 129 5 169 166 6 671 698	5 1202 1106 6 82 63 -1 3 1 1464 1782 2 1376 1472	1 138 127 2 537 615 3 680 573 -1 21 L	0 11 L 1 2734 0091 2 009 540 3 1463 1464 3 1463 1464 4 662 539	2 219 247 1 1094 1044 4 769 745 5 1094 1057 1 5 1	1 23 L 0 201 198 1 724 335 2 437 436 1 24 L	2 15 L 0 27 19 2767 1 949 1016 2 290 799 3 805 819	n 1942 1956 1 120n 1138 2 1215 1821 3 1225 1821 3 1225 1821 4 540 544	6 4 1	4 10 247 4 1 1 0 793 768 1 904 791 - 17 721 3 569 603	6 11 1 0 -2' 74! 1 79! 465 6 1.2 :
5 267 761 -6 5 L 1 674 665 2 320 333	1 1112 1028 2 1067 1002 3 256 253 4 1557 1552 5 816 819 5 412 443	1 2695 2629 2 978 928 3 1010 328 4 1812 1740 5 597 608 6 593 575	2 100 511 -1 0 L 1 476 429 2 1396 1388 3 3608 3508	2 718 741 3 803 808 4 325 331 5 240 227 -3 17 L	-2 10 L 1 554 563 2 1144 1120 3 1576 1501 4 246 257 5 1211 1255	4 2042 2059 5 1115 1059 6 639 667 -' 4 L	1 661 hs1 2 283 265 3 1022 434 -1 72 L	0 14 L 0 140 1414 1 1204 1112 2 1353 1353	1 2494 2679 1 2409 2379 2 7526 3505 3 159 166 4 1007 975 5 702 711	0 447 449 1 248 256 2 561 585 1 25 L	a 001 000 0 16 L 0 789 272 1 1562 157a 2 964 991	5 10 c 1434 1415 1 261 2083 2 93 944 3 554 1577	4 310 407 4 6 i 0 2532 2550 1 R54 R24 2 1537 1525	5 6 1 1009 1046 2 765 76c 3 761 370	<u>e 1001 1150</u> <u>6 13 1</u> <u>0 651 656</u> <u>6 14 1</u>
4 hil 601 5 455 454 	-5 7 L 1 1103 1097 2 639 639 3 1093 1130 4 586 578 5 110 96	-4 5 L 1 2621 2542 2 1822 1369 3 1664 1499 4 340 356 5 1263 1228	-3 1 L 1 2283 2192 2 1142 2125	1 645 614 2 1560 1604 3 87 42 4 597 582 5 51' 51' -3 19	-2 11 L 1 901 952 2 366 364 1 1205 1191 4 1224 1236	1 191 1 1869 6 548 936 5 1664 1445 6 312 330 -1 5 L	2 163 125 3 126 114 1 23 L 1 5 6 543 2 131 23	* 591 634 * 597 553 5 85 69 0 15 L 1 1679 1679	1 · L 0 3670 3873 1 7023 3805 2 1402 1353 3 1862 1844 4 683 6'0	2 0 L 3 1 0 21 200 2 0 L 3 31 01 2899 2 2109 2173	1 106 1 79 4 426 440 2 12 1 0 1010 986 1 1914 1984	4 10h 7h0 3 11 L 0 2015 033* 1 456 038 2 704 763	3 861 892 4 7 c 2 2940 2304 1 1924 1962 1 924 1962		< 1000 1140 0 15 L 0 141 160
4 558 580 5 440 469 -6 7 L 1 1201 1205 2 509 500	6 457 465 -5 8 L 1 885 901 2 582 564 3 728 734	6 789 827 -4 6 L 1 1 37 1296 2 1084 1059 3 595 620	-1 2 L	1 928 944 2 405 398 3 1815 1792 4 517 510 -1 19 L	5 246 278 6 405 447 -2 12 1 1 1314 1352 2 1738 1779	1 1486 1637 3 597 666 3 814 776 4 1091 1054 6 1150 1193 6 412 816	3 515 54* *1 24 L 1 365 3*7 9 391 388	> 1841 1583 3 432 443 = 140 341 5 777 283	1 B L 0 7442 3625 1 7076 7407 2 1646 1007	2 1 L 0 3637 3505	2 18 2 18 0 1613 164c 1 983 9'0	3 914 969 4 300 344 3 10 c 1741 1780 1 2300 2349	1 629 6:1 4 P 0 1896 1879 1 852 P14 2 701 720	5 8 1 0 605 674 1 761 761 2 179 15P	7 1 0 225 233 0 414 43
1 6R9 610 1106 10R9 5 7R0 267 -6 4 1	4 196 406 5 134 166 6 287 142 -5 9 1	4 1579 1507 5 169 190 6 654 718 -4 7 L	1 4120 4054 2 703 633 3 545 495 4 967 860 5 846 923 6 689 151	1 963 977 2 1692 1662 3 121 108 4 350 338	1611 1606 4 212 246 5 1262 1258 -7 11	-1 6 ; 2386 2579 2 860 918 3 679 686 - 1978 1963	-1 -4 L 1 41a 436 2 436 806 	1 112 1136 2 1462 1480 1 271 145 4 121 163	4 1048 1024 4 1048 1024 4 626 652 1 9 L 0 2365 2503	2 1483 11 2 1483 11 3 1780 1696 6 561 547 5 471 487 7 2 5	2 943 945 3 664 653 2 19 L 0 2262 2262 2 695 606	2 414 411 3 827 826 4 676 720 3 13 1 1 371 1963	4 9 1 6 2529 2496 1 1054 1097 2 281 284	6 9 1 0 721 746 1 1410 1418 2 543 555 5 10	7 R .

Tabelle 6. Abstände der Atomschwerpunkte von den Kleinste-Quadrate-Ebenen

Von den mit * bezeichneten Atomen wurden nur die Abstände berechnet.

	Ι	11	III
C(1)	0,086 Å	-0,037 Å	0,0 Å
C(2)	-0,050	0,037	0,0
C(3)	-0,480*	-0,025	-0,17*
C(4)	0,044	0,492*	0,36*
O(1)	-0,084	0,024	0,0

	Tabelle 7.	Torsionswinkel	im	<i>Furanosering</i>	von	IDTS
--	------------	----------------	----	---------------------	-----	------

$C(1) \rightarrow C(2)$	- 6,59°
$C(2) \rightarrow C(3)$	+23,98
$C(3) \rightarrow C(4)$	-33,11
$C(4) \rightarrow O(1)$	+30,99
$C(1) \rightarrow O(1)$	-15,50



Fig. 5. ORTEP-Zeichnung von IDTS.



Fig. 6. IDTS, a,c-Projection der Struktur.

Tabelle 8. Torsionswinkel im Dioxolanring von IDTS

$C(1) \rightarrow C(2)$	9,1
$C(1) \rightarrow O(3)$	11,7
$C(2) \rightarrow O(4)$	24,5
$O(3) \rightarrow C(6)$	28,1
$O(4) \rightarrow C(6)$	34,2

Der Dithiansechsring S(1)-C(9)-S(2)-C(10)-C(12)-C(11) liegt in der Sesselform vor. Die Atome S(1), S(2), C(10) und C(11) bilden darin eine Kleinste-Quadrate-Ebene der Gleichung

$$46,42x - 335,11y - 69,09z = 1$$
,

von der die Atome C(9) und C(12) Abstände von 0,96 bzw. -0,68 Å haben. Abstände und Winkel haben in diesem Ring die erwarteten Werte.

Der Dioxolanring, die Methylgruppe C(5) und die Hydroxylgruppe O(2) stehen in *cis*-Stellung zueinander, während der Dithianring *trans* zu diesen Gruppen steht. Bezogen auf den Furanosering ist die Bindung zur Hydroxylgruppe O(2) quasi-äquatorial und zum Dithianring quasi-axial.

Molekülpackung und Wasserstoffbrücken

Die Molekülpackung von IDTS lässt sich am besten folgendermassen beschreiben: Fig. 6 zeigt eine a,c-Projektion der Struktur, Fig. 7 eine b,a-Projektion. Man erkennt deutlich die Anordnung translativ äquivalenter Moleküle in Schichten parallel (010). Die Längsachse der Moleküle zeigt dabei in Richtung b, also senkrecht zur Schicht. Durch die Wirkung der 21-Achse entstehen oberhalb wie unterhalb der Ausgangsschicht zwei weitere, symmetrisch äquivalente Schichten. Zwei benachbarte Schichten sind so gegeneinander versetzt, dass die Moleküle der einen Schicht über den Lücken der anderen Schicht liegen. Durch den grossen Klinowinkel von 112° hat jedes Molekül innerhalb einer Schicht sechs ungefähr gleichweit entfernte Nachbarmoleküle. Die Schichten oberhalb und unterhalb der Ausgangschicht steuern je drei weitere Nachbarmoleküle bei, so dass jedes Molekül zwölf nächste Nachbarn hat. Die Stapelfolge der Schichten ist ABA... Dieses Packungsprinzip ist mit dem der hexagonal dichtesten Kugelpackung vergleichbar, und die Moleküle sind im Sinne Kitaigorodskis (1961) dicht gepackt.

Alle intermolekularen Kontakte bis 3,5 Å wurden berechnet. Dabei zeigte sich, dass die mittleren intermolekularen Abstände innerhalb der Schicht kleiner sind als zwischen den Schichten und dass gleichzeitig innerhalb der Schicht die Zahl der intermolekularen Kontakte grösser ist. Dies lässt vermuten, dass der Zusammenhalt innerhalb der Schicht stärker ist als zwischen den Schichten. Weiter zeigte sich, dass Kontakte zwischen benachbarten Schichten hauptsächlich zwischen Methylgruppen C(7) und C(8) und Methylengruppen C(10), C(11), C(12) bestehen.

In Tabelle 9, die die Häufigkeitsverteilung der intermolekularen Kontakte zeigt, fallen zwei $O \cdots H$ - Abstände auf, die erheblich von 3,0 Å, dem Mittel aller intermolekularen O···H-Kontakte abweichen. Der kürzeste Abstand zwischen zwei Nachbarmolekülen besteht zwischen H(11) und O(1') mit 2,22 Å. H(11) ist ein Hydroxylwasserstoff und das an H(11) gebundene O(2) hat von O(1') einen Abstand von 2.96 Å. Der Winkel O(2)-H(11)-O(1') beträgt 153°. Mit diesen Werten ist eine Wasserstoffbrücke vereinbar. Hierin tritt das Ringsauerstoffatom O(1) als Akzeptor und das Sauerstoffatom O(2) der einzigen freien Hydroxylgruppe als Donor auf. In jedem Molekül gibt es ein Akzeptor- und ein Donoratom, so dass auf diese Weise unendliche Ketten von Molekülen entstehen. Die Molekülketten laufen parallel [001] und das ist mit der Beobachtung vereinbar, dass die Kristalle in Richtung [001] gestreckte Prismen bilden.

Tabelle 9. IDTS, Häufigkeitsverteilung intermolekularer Kontakte

Abstand (Å)	$\mathbf{O}\cdots\mathbf{H}$	С∙∙∙Н	$\mathbf{H}\cdots\mathbf{H}$
2,2-2,3	1		
2,3–2,4	1		1
2,4-2,5			1
2,5–2,6			3
2,62,7	2		3
2,7–2,8			6
2,8–2,9			4
2,9–3,0	1	1	5
3,0–3,1		4	
3,1–3,2	2	4	
3,2–3,3	3	6	
3,3–3,4	2	7	
3,4–3,5	1	13	

Ein weiterer kurzer Abstand tritt mit 2,33 Å zwischen H(6) und O(4') auf. Nun ist aber H(6) kein Hydroxylwasserstoff, sondern an C(1) gebunden. C(1) ist von O(4') 3,13 Å entfernt und der Winkel am Wasserstoff beträgt 145°. Nach Hamilton & Ibers (1968) ist mit diesen Werten eine schwache Wasserstoff brücke vereinbar, in der Kohlenstoff als Donor fungiert. Nach Sutor (1962) tritt eine mögliche C-H···O-Wasserstoff brücke dann auf, wenn die ganze C-H-Gruppe eine positive Ladung hat. C(1) hat durch den (-I)-Effekt des O(1) und O(3) sicher eine gewisse positive Ladung, die wohl auch durch den (+I)-Effekt der CH₃-Gruppe der Isopropylidengruppe nicht ausgeglichen wird.

Ob nun eine C-H···O-Wasserstoffbrücke gebildet wird oder das Wasserstoffatom lediglich eine Lage minimaler Energie im Raum einnimmt, soll nicht entschieden werden. Akzeptiert man diesen Kontakt aber als schwache Wasserstoffbrücke, so lässt sie sich beschreiben als System, das etwa antiparallel zur O(2)- $H(11)\cdotsO(1')$ -Bindung verläuft.



Fig. 7. IDTS, a,b-Projektion der Struktur.

Die Autoren danken Frl. B. Cornelisen für die Anfertigung der Zeichungen, sowie den Herren Drs Eck und Adiwidjaja für die Durchführung der Diffraktometermessungen.

Literatur

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). ORFLS. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-TM-305.
- DEPMEIER, W. & JARCHOW, O. H. (1975). B31, 945-949.
- DEPMEIER, W., JARCHOW, O. H., STADLER, P., SINNWELL, V. & PAULSEN, H. (1974). Carbohydr. Res. 34, 219.
- DEWAR, R. B. K. (1970). In *Crystallographic Computing*, herausgegeben von F. R. AHMED, S. R. HALL & C. P. HUBER, S. 63. Copenhagen: Munksgaard.
- Еск, J. (1970). Unveröffentlichte Rechenprogramme.
- FURBERG, S. (1970). Vortragsskript. V. International Symposium on Carbohydrate Chemistry, Paris.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). Acta Cryst. A27, 368.
- HAMILTON, W. C. & IBERS, J. A. (1968). Hydrogen Bonding in Solids. New York: Benjamin.
- International Tables for X-ray Crystallography. (1968). Bd. III, S. 202, 203. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794, revised.
- KARLE, I. L., DRAGONETTE, K. S. & BRENNER, S. A. (1965). Acta Cryst. 19, 713.
- KITAIGORODSKI, A. J. (1961). Organic Chemical Crystallography. New York: Consultants Bureau.
- KOPF, J. (1973). Dissertation, Universität Hamburg.
- PARTHASARATHY, R. & DAVIS, E. (1967). Acta Cryst. 23, 1049.
- PAULSEN, H., SINNWELL, V. & STADLER, P. (1972). Chem. Ber. 105, 1978-1988.
- STRAHS, G. (1970). Advanc. Carbohydr. Chem. 25, 53.
- SUTOR, D. J. (1962). Nature, Lond. 195, 68.
- WILSON, A. J. C. (1949). Acta Cryst. 2, 318-321.
- WILSON, A. J. C. (1950). Acta Cryst. 3, 258-261.