Acta Cryst. (1980). B36, 204–207

Phenylbis[3,5-bis(trifluormethyl)-1,2,4-triazol-1-yl]methan

VON ALFRED GIEREN UND UWE RIEMANN

Max-Planck-Institut für Biochemie, Abteilung für Strukturforschung I, 8033 Martinsried/München, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 11. Juli 1979; angenommen am 4. Oktober 1979)

Abstract. $C_{15}H_6F_{12}N_6$, monoclinic, $P2_1/c$, a = 8.988 (4), b = 23.300 (5), c = 9.485 (4) Å, $\beta = 97.95$ (4)°. V = 1967 Å³, $M_r = 498.2$, Z = 4, $D_x = 1.66$, $D_m = 1.67$ Mg m⁻³, $R_1 = 0.099$ for 3088 observed reflections. The structure was determined by X-ray analysis. Bond lengths and angles within the 1*H*-1,2,4-triazole rings and those of the CF₃ groups are in agreement with published values. The 1*H*-1,2,4-triazole rings deviate somewhat from a coplanar arrangement with their substituents. Both the CF₃ groups of one heterocyclic ring are twofold disordered. The three aromatic ring systems, bonded to a tertiary C atom, have a propeller-like arrangement.

Einleitung. Bei der Umsetzung von Trifluoracetonitril mit Benzalazin konnten als Hauptprodukte 2-Phenyl-4,6-bis(trifluormethyl)-1,3,5-triazin (I) und das zunächst nicht charakterisierbare Phenylbis[3,5-bis(trifluormethyl)-1,2,4-triazol-1-yl]methan (II) isoliert werden (Burger, Hein, Gieren & Riemann, 1979). Zur Identifizierung von (II) haben wir eine Einkristall-Röntgen-Strukturanalyse durchgeführt.



Farblose, nadelförmige Kristalle von (II) mit einem Schmelzpunkt von 354–355 K erhielten wir durch Umkristallisation aus *n*-Hexan. Mit einem Kristall der Dimensionen 0,18 × 0,28 × 0,80 mm wurden auf einem lochstreifengesteuerten Einkristalldiffraktometer der Fa. Siemens die Gitterkonstanten bestimmt und mit Cu K α -Strahlung (Ni-Filter) bis zu einem maximalen θ -Winkel von 70° 3728 unabhängige Reflexe vermessen ($\theta/2\theta$ -Abtastung, 5-Wert-Messung). Von diesen wurden 640 als unbeobachtet eingestuft ($I \le 2\sigma_I$).

Die Lösung der Struktur erfolgte mit direkten Methoden unter Verwendung des Programms PHASDT (Hoppe, Gassmann & Zechmeister, 1970).

0567-7408/80/010204-04\$01.00

Q-Konsistenzkriteriums Der auf Grund des (Zechmeister, 1969; Gieren & Dederer, 1977) ausgewählte Vorzeichensatz lieferte die Vorzeichen von 286 grossen E-Werten. Aus einer mit diesen berechneten E-Fourier-Synthese konnten 23 Nichtwasserstoffatomlagen entnommen werden. In sukzessiven Fourier- bzw. Differenz-Fourier-Synthesen wurden die restlichen Nichtwasserstoffatome bis auf eine jeweils zweite Lage von statistisch angeordneten Fluoratomen der CF₃-Gruppen an einem 1H-1,2,4-Triazolring aufgefunden. Nach einigen Kleinste-Quadrate-Verfeinerungszyklen mit isotropen Temperaturfaktoren konnten in sukzessiven Differenz-Fourier-Synthesen auch die Alternativpositionen der Fluoratome der beiden fehlgeordneten CF3-Gruppen und der Wasserstoff am tertiären C-Atom aufgefunden werden. Die Besetzungsdichten der fehlgeordneten F-Atome liessen sich über die Elektronendichteverteilung der Differenz-Fourier-Synthesen jeweils zu 0,5 abschätzen. Bei einer Berücksichtigung der Fehlordnung der Fluoratome zweier CF₃-Gruppen und Einbeziehung der H-Atome konvergierte die Verfeinerung (Einheitsgewichte) unter Verwendung von anisotropen Temperaturfaktoren für die Nichtwasserstoffatome bei einem *R*-Wert von 0,099 ($R_1 = \sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$) bzw. R_2 -Wert von 0,091 { $R_2 = [\sum (|F_o| - |F_c|)^2 / \sum |F_o|^2]^{0.5}$ } für die beobachteten Reflexe. Bei dieser Verfeinerung wurde jeder Zyklus in zwei überlappende Teilzyklen aufgeteilt (verfeinerte Parameter 205 bzw. 185). Die Startkoordinaten der H-Atome des Phenylringes wurden berechnet. In den letzten Verfeinerungszyklen wurden 37 Reflexe mit $|\Delta F| = ||F_o| - |F_c|| >$ 4,5 nicht mehr zur Berechnung der Parameterverschiebungen herangezogen. Die Computerrechnungen wurden zum Grossteil unter Verwendung einer modifizierten Version (Hoppe, Gassmann & Zechmeister, 1970) des XRAY 67 Programmsystems (Stewart, 1967) ausgeführt. Ein nicht beobachteter Reflex wurde nur dann zur Berechnung der Parameterverschiebung herangezogen, wenn $\Delta F = |F_0| - |F_c| < |F_c|$ 0 ist, wobei $|F_o| = 4\sigma_F$ gesetzt wurde. Die Atomformfaktoren für C, N und F wurden den International Tables for X-ray Crystallography (1962) entnommen. Die Atomformfaktoren für H stammen von Stewart,

© 1980 International Union of Crystallography

Tabelle 1. Relative Atomkoordinaten der Nichtwasser-
stoffatome mit Standardabweichungen in Einheiten der
letzten Stelle

	r	v	7	Besetzungs-
C(1)	0 2367 (5)	0 3635 (2)	0 3989 (5)	I
C(2)	0,2367(5)	0,3000,(2)	0,3300(5)	i
C(2)	0,1303(3)	0.3968(3)	0,2082 (6)	î
C(4)	-0.0492(8)	0,3900(3)	0,2302(8)	i
C(5)	-0.0466(7)	0.4940(3)	0.1932 (8)	i
C(6)	0.0461(9)	0,5066 (3)	0.3133(10)	i
$\tilde{C}(7)$	0.1383(7)	0.4655(2)	0.3843 (7)	i
$\tilde{C}(8)$	0.4833 (6)	0.4144(2)	0.6860 (5)	i
$\tilde{C}(9)$	0.4997 (6)	0.4051 (2)	0.4732 (5)	ī
cum	0.5227 (8)	0.4252 (3)	0.8432 (6)	1
cuń	0.5623 (8)	0.4039 (4)	0.3377 (7)	1
$\tilde{C}(12)$	0.1960 (6)	0.2697 (2)	0,5246 (5)	1
C(13)	0,0057 (6)	0,2948 (2)	0,6100 (6)	1
C(14)	-0.1193(9)	0,2936 (4)	0,6925 (11)	1
C(15)	0,3260 (9)	0,2361 (3)	0,4908 (8)	1
N(1)	0,3650 (4)	0,3857 (2)	0,4963 (4)	1
N(2)	0,5773 (5)	0,4238 (2)	0,5931 (5)	1
N(3)	0,3506 (5)	0,3924 (2)	0,6376 (4)	1
N(4)	0,1574 (4)	0,3230 (2)	0,4792 (4)	1
N(5)	0,0339 (4)	0,3398 (2)	0,5368 (4)	1
N(6)	0,1032 (5)	0,2499 (2)	0,6071 (5)	1
F(1)	0,5872 (5)	0,3801 (2)	0,9099 (4)	1
F(2)	0,6228 (6)	0,4668 (2)	0,8668 (4)	1
F(3)	0,4084 (5)	0,4373 (2)	0,9040 (4)	1
F(4)	0,6514 (7)	0,4455 (3)	0,3235 (5)	1
F(5)	0,4542 (5)	0,4073 (3)	0,2261 (4)	1
F(6)	0,6273 (9)	0,3576 (3)	0,3177 (6)	1
F(7)	-0,1094 (23)	0,2529 (8)	0,7860 (25)	0,5
F(8)	-0,2503 (15)	0,2909 (17)	0,6198 (23)	0,5
F(9)	-0,1157 (33)	0,3418 (9)	0,7819 (33)	0,5
F(77)	-0,2104 (33)	0,3288 (14)	0,6662 (40)	0,5
F(88)	-0,1952 (43)	0,2422 (11)	0,6654 (69)	0,5
F(99)	-0,0794 (35)	0,2879 (28)	0,8239 (35)	0,5
F(10)	0,3348 (22)	0,1887 (6)	0,5545 (20)	0,5
F(11)	0,3415 (29)	0,2377 (13)	0,3602 (13)	0,5
F(12)	0,4525 (12)	0,2617 (7)	0,5558 (28)	0,5
F(20)	0,2775 (18)	0,1884 (8)	0,4144 (36)	0,5
F(21)	0,4146 (21)	0,2611 (8)	0,4131 (22)	0,5
F(22)	0,4159 (24)	0,2183 (12)	0,5921 (14)	0,5

Davidson & Simpson (1965). In Tabelle 1 sind die Ortskoordinaten der Nichtwasserstoffatome zusammengefasst.* Wie eine abschliessende Differenz-Fourier-Synthese aufzeigte, ist die Fehlordnung der beiden CF₃-Gruppen in einem der beiden heterocyclischen Fünfringe durch jeweils zwei Lagen für die Fluoratome nur in erster Näherung beschrieben, da die Elektronendichte in der Umgebung der Fluoratome noch eine relativ starke Welligkeit mit Elektronendichten in der Grössenordnung von +0,2 e Å⁻³ aufweist. Die relativ hohen Temperaturfaktoren der F-Atome der übrigen CF₃-Gruppen deuten auf eine leichte Fehlordnung auch dieser Gruppen hin.



Fig. 1. Molekülstruktur des Phenylbis[3,5-bis(trifluormethyl)-1,2,4triazol-1-yl]methans. Ein Triazolring ist zweifach wiedergegeben, um die Doppellagen der F-Atome der CF₃-Gruppen darzustellen.

Diskussion. Die in Fig. 1 wiedergegebene Molekülstruktur von (II) enthält drei aromatische, an ein tertiäres Kohlenstoffatom gebundene Ringsysteme. Die ebenen heterocyclischen Fünfringe und der homocyclische Sechsring sind propellerartig angeordnet. Die Ebenen der drei Aromaten bilden untereinander Winkel von 88°. Die Bindungsabstände und -winkel sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Die C-N- und N-N-Bindungslängen in den beiden 1H-1,2,4-Triazolringen liegen im Bereich von 1,30 bis 1,37 Å bzw. 1,36 bis 1,37 Å und weisen auf intermediäre Bindungsordnungen zwischen Einfach- und Doppelbindungen hin. Die über beide heterocyclischen Fünfringe gemittelten Bindungslängen und -winkel sind in guter Übereinstimmung mit den entsprechenden Mittelwerten zwischen denselben Ringsystemen in den beiden Kristallmodifikationen des Virazols (= $1-\beta$ -D-Ribofuranosyl-1,2,4-triazol-3-carboxamid) (Prusiner & Sundaralingam, 1976) und den über eine Tieftemperatur-Röntgen-Strukturanalyse gefundenen Werten (Goldstein, Ladell & Abowitz, 1969) für 1H-1,2,4-Triazol. Sie sind ausserdem vergleichbar mit den Raumtemperatur-Röntgen-Struktur-Werten der analyse des 1,2,4-Triazols (Deuschl, 1965). Die C-C-F-Winkel an den CF₃-Gruppen sind im Mittel mit 113° deutlich grösser als die F-C-F-Winkel, 106° beträgt. Diese Werte Mittelwert deren entsprechen Vergleichswerten, die wir bei einer Reihe anderer CF₃-substituierter N-Heterocyclen gefunden haben (Gieren & Hoppe, 1975). Der mittlere C-F-Bindungsabstand ist mit 1,30 Å um ca 0,02-0,03 Å kürzer als in den Vergleichsstrukturen, was aber auf eine 'Schwingungsverkürzung' infolge der grossen Temperaturfaktoren zurückzuführen ist.

Die Substituenten der beiden heterocyclischen, aromatischen Fünfringe sind nicht streng koplanar mit diesen. C(1), C(11) und C(10) weichen um -0.05, 0.06

^{*} Die Liste der Strukturfaktoren und Tabellen mit den anisotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome, mit den Lagekoordinaten und isotropen Temperaturfaktoren der Wasserstoffatome, mit Bindungsabständen und -winkeln, die durch H-Atome definiert sind, sowie eine Torsionswinkel enthaltende Tabelle wurden bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34754: 22 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å) und -winkel (°) der Nichtwasserstoffatome

In Klammern o	lie Standardabwei Stel	chungen in Einheiten lle.	der letzten
	1 272 (5)		1 2(0 (0)
N(1) - N(3)	1,373 (5)	N(4) - N(5)	1,360 (6)
N(3) - C(8)	1,321 (0)	N(5) - C(13)	1,301 (7)
N(2) - C(8)	1,321 (7)	N(6) = C(13)	1,367 (7)
N(2)–C(9)	1,323 (6)	N(6) - C(12)	1,305 (7)
N(1)–C(9)	1,338 (7)	N(4) - C(12)	1,343 (6)
N(1) - C(1)	1,469 (6)	N(4)C(1)	1,459 (6)
C(8)–C(10)	1,505 (8)	C(13)-C(14)	1,455 (11)
C(9)–C(11)	1,473 (9)	C(12)-C(15)	1,479 (10)
C(2)–C(3)	1,368 (7)	C(2)–C(7)	1,383 (7)
C(3)–C(4)	1,399 (10)	C(7)–C(6)	1,380 (9)
C(4) - C(5)	1,368 (12)	C(6)-C(5)	1,349 (11)
C(1) - C(2)	1,506 (6)		
C(10)-F(1)	1,320 (8)	C(11)-F(6)	1,253 (11)
C(10) - F(2)	1,321 (9)	C(11) - F(4)	1,277 (10)
C(10) - F(3)	1,277 (8)	C(11) - F(5)	1,337 (8)
C(14) - F(7)	1,29 (2)	C(14) - F(77)	1.16 (3)
C(14) - F(8)	1.28 (2)	C(14) - F(88)	1.38 (3)
C(14) - F(9)	1,41 (3)	C(14) - F(99)	1.26 (3)
C(15) - F(10)	1,26 (2)	C(15) - F(21)	1.30 (2)
C(15) - F(11)	1.27 (2)	C(15) - F(20)	1.36(2)
C(15) - F(12)	1.35 (2)	C(15) - F(22)	1.24 (2)
N(1) - C(1) - C(2)	112.8 (4)	N(4) - C(1) - C(2)	113.0 (4)
N(1) - C(1) - N(4)	107.3 (3)	- (-) -(-)	
C(1) - N(1) - N(3)	118,8 (4)	C(1) - N(4) - N(5)	120.5 (4)
C(1) - N(1) - C(9)	131.7 (4)	C(1) - N(4) - C(12)	129.9 (4)
N(3) - N(1) - C(9)	109.3 (4)	N(5) - N(4) - C(12)	109.1 (4)
C(8) - N(3) - N(1)	100,4 (4)	C(13) - N(5) - N(4)	102,2 (4)
N(2) - C(8) - N(3)	117,6 (4)	N(6) - C(13) - N(5)	115.6 (5)
C(10) - C(8) - N(3)	() 119,1 (5)	C(14) - C(13) - N(5)	121,7 (6)
C(10) - C(8) - N(2)	123,2 (5)	C(14) - C(13) - N(6)	122.7 (6)
C(8) - N(2) - C(9)	102,0 (4)	C(13) - N(6) - C(12)	101.9 (4)
N(2) - C(9) - N(1)	110.6 (5)	N(6) - C(12) - N(4)	111.2 (5)
N(2) - C(9) - C(1)) 122.4 (5)	N(6) - C(12) - C(15)	122.2 (5)
N(1) - C(9) - C(1)	126.9(5)	N(4) - C(12) - C(15)	126.6 (5)
C(1) - C(2) - C(3)	117.3 (4)	C(1) - C(2) - C(7)	1224(4)
C(3) = C(2) = C(7)	120.2(5)	C(4) = C(5) = C(6)	1197(7)
C(2) = C(3) = C(4)	119 1 (6)	C(2) = C(7) = C(6)	119.2 (6)
C(3) - C(4) - C(5)	120 4 (6)	C(7) = C(6) = C(5)	1213(7)
C(8) = C(10) = F(1)	1117(5)	C(9) - C(11) - F(4)	113.5 (6)
C(8) = C(10) = F(2)	1107(5)	C(9) - C(11) - F(5)	1115(6)
C(8) = C(10) = F(3)	1130(5)	C(9) - C(11) - F(6)	113.0 (6)
C(13) = C(14) = F(14)	7) 114(1)	C(13) = C(14) = F(77)	116 (2)
C(13) = C(14) = F(13)	(1) (1) (1) (1)	C(13) - C(14) - F(88)	108(2)
C(13) = C(14) = F(13)	(1) (1) (1)	C(13) = C(14) = F(00)	100(2) 114(2)
C(12) = C(15) = F(15)	10) 111 (1)	C(12) - C(15) - F(21)	117(1)
C(12) = C(15) = F(11) 113(1)	C(12) = C(15) = F(20)	
C(12) = C(15) = F(15)	12) 108(1)	C(12) = C(15) = F(22)	110(1)
E(1) - C(10) - E(2)	12, 105(1)	E(4) - C(11) - E(5)	105 7 (6)
F(1) = C(10) = F(3)	105,1(5)	F(4) - C(11) - F(6)	109.0(7)
F(2) - C(10) - F(3)) 109.4 (6)	F(5)-C(11)-F(6)	103.5 (6)
F(7) - C(14) - F(8)	108(2)	F(77) - C(14) - F(88)	105 (2)
F(7) - C(14) - F(9)	100(2)	F(77) - C(14) - F(99)	113 (3)
F(8) - C(14) - F(9)	108(2)	F(88) - C(14) - F(99)	99 (4)
F(10) - C(15) - F((11) $(19)(2)$	F(21)-C(15)-F(20)	104 (2)
F(10) - C(15) - F(12) 100 (1)	F(21) - C(15) - F(22)	102 (1)
F(11)-C(15)-F(12) 104 (2)	F(20) - C(15) - F(22)	105 (2)

und 0,10 Å von der besten Ebene durch den Fünfring mit N(1) ab [positives Vorzeichen definiert durch F(1) = +1,35 Å]. C(1), C(15) und C(14) liegen 0,14, 0,04 und 0,02 Å oberhalb der besten Ebene durch den Fünfring mit N(4) [positives Vorzeichen definiert durch F(9) = +1,06 Å]. Die durch die genannten Substituenten der Fünfringe definierten Torsionswinkel um Bindungen der Fünfringe zeigen daher Differenzen von bis zu 7° von den Werten für eine koplanare Anordnung (180





bzw. 0°). In diesem Zusammenhang ist bemerkenswert, dass die vergleichbaren Torsionswinkel C(11)-C(9)-N(1)-C(1) und C(15)-C(12)-N(4)-C(1) mit -6.6(9) und $-6.5(8)^{\circ}$ zwar gleich sind, die Auslenkungen der diese Torsionswinkel definierenden Substituenten aus der Ringebene jedoch packungsbedingt in verschiedener Weise erfolgen. Die Gleichheit der genannten Torsionswinkel bewirkt etwa dieselbe Abstandsvergrösserung der vicinalen Substituenten C(1) und C(11) bzw. C(1) und C(15). Der Abstand zwischen diesen vicinalen Substituenten wird ausserdem durch die Ungleichheit der Aussenwinkel an den Substitutionsstellen vergrössert. Die Winkel an C(9) und N(1) bzw. C(12) und N(4) sind innerhalb der 1,4-Wechselwirkungssysteme C(11)-C(9)-N(1)-C(1)bzw. C(15)-C(12)-N(1)-C(1) um 9-13° grösser als die jeweils benachbarten Aussenwinkel am gleichen Zentralatom. Erwähnenswert ist auch die Ungleichheit der Aussenwinkel an der Substitutionsstelle C(2) des Phenylringes. Hier ist der grössere Bidungswinkel (122,4°) mit dem kleineren Torsionswinkel N(1)- $C(1)-C(2)-C(7) = -18,6(7)^{\circ}$ und der kleinere Bindungswinkel (117,3°) mit dem grösseren Torsions-N(4)-C(1)-C(2)-C(3)winkel = -77.6 (6)° korreliert.

Die Fig. 2 zeigt die Konformationen der CF_3 -Gruppen relativ zu den Fünfringen. Die beiden CF_3 -Gruppen am gleichen Fünfring weisen dieselbe Konformation auf. Die Konformationen der CF₃-Gruppen sind aber unterschiedlich, wenn man einen Fünfring mit dem anderen vergleicht. Die Konformation der CF₃-Gruppen am Triazolring mit N(1) ist dergestalt, dass, wie in Fig. 2 ersichtlich, jeweils ein Fluoratom [F(1) bzw. F(6)] eine partielle Konformation einnimmt, die zwischen einer syn- und antiklinalen (Dunitz & Prelog, 1960) partiellen Konformation liegt (Torsionswinkel $\simeq 90^{\circ}$). Die beiden anderen Fluoratome jeder CF₃-Gruppe bilden dann partielle Konformationen zwischen einer synperiplanaren und synklinalen aus (Torsionswinkel $\simeq 30^{\circ}$). Die beiden statistischen Lagen jeder CF₃-Gruppe im Fünfring mit N(4) entstehen aus der Konformation am Fünfring mit N(1), indem man die CF₃-Gruppen um die C-C-Bindung sowohl nach links,

wie nach rechts soweit verdreht, bis jeweils ein Fluoratom eine synperiplanare partielle Konformation (Torsionswinkel $\simeq 0^{\circ}$) einnimmt.

Literatur

BURGER, K., HEIN, F., GIEREN, A. & RIEMANN, U. (1979). Publikation in Vorbereitung.

- DEUSCHL, H. (1965). Ber. Bunsenges. Phys. Chem. 69, 550-557.
- DUNITZ, J. D. & PRELOG, V. (1960). Angew. Chem. 72, 896– 902.
- GIEREN, A. & DEDERER, B. (1977). Acta Cryst. B33, 3296-3303.
- GIEREN, A. & HOPPE, W. (1975). Z. Anal. Chem. 273, 374– 390.
- GOLDSTEIN, P., LADELL, J. & ABOWITZ, G. (1969). Acta Cryst. B25, 135-143.
- HOPPE, W., GASSMANN, J. & ZECHMEISTER, K. (1970). Crystallographic Computing, Herausgeber F. R. AHMED, S. 26. Copenhagen: Munksgaard.
- International Tables for X-ray Crystallography (1962). Bd. III, Tabelle 3.3.1 A. Birmingham: Kynoch Press.
- PRUSINER, P. & SUNDARALINGAM (1976). Acta Cryst. B32, 419–426.
- STEWART, J. M. (1967). The XRAY 67 system. Tech. Rep. TR-67-58. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). J. Chem. Phys. 42, 3175–3187.
- ZECHMEISTER, K. (1969). Dissertation, S. 50. TU München.

Acta Cryst. (1980). B36, 207–209

Polycyclic Hydrogen Bridges in Oxybis(2-methylene-6-methylpyridine N-oxide)

By G. Weber and W. Saenger*

Abteilung Chemie, Max-Planck-Institut für Experimentelle Medizin, Hermann-Rein-Strasse 3, D-3400 Göttingen, Federal Republic of Germany

(Received 14 July 1979; accepted 1 October 1979)

Abstract. $C_{14}H_{16}N_2O_3.2H_2O$, P2/c, a = 12.909 (5), b = 8.202 (3), c = 14.685 (5) Å, $\beta = 104.24$ (4)°, $M_r = 296.33$, Z = 4, $d_c = 1.306$ Mg m⁻³, $\mu = 0.843$ mm⁻¹. Linked by several hydrogen bridges, two molecules of the ligand and four water molecules are bound in a dimeric structure. These dimers are further linked to one another thus forming an endless chain of hydrogen bridges. The ether O atom is not involved in coordination.

Introduction. Acyclic ethers with two pyridine N-oxide moieties as rigid donor units are used in syntheses of crown-type polyethers (Newcomb, Timko, Walba & Cram, 1977). Also the N-oxides themselves are able to complex neutral molecules such as urea, thiourea *etc.* (Vögtle, Oepen, Rasshofer & Luppertz, 1979). In these complexes water molecules may replace urea stoichiometrically.

* To whom correspondence should be addressed.

0567-7408/80/010207-03\$01.00



- Fig. 1. View of the dimer (Johnson, 1965) with the numbering scheme. Radii are of arbitrary size; atoms indicated by (i) are related by 2 x, y, $1 \cdot 5 z$.
- © 1980 International Union of Crystallography