

Structure du Benzoyl-3 Méthyl-2 Cycloheptanone-*cis*

PAR P. CHARPIN, G. CHEVRIER, M. LANCE ET D. VIGNER

CEA-CEN/Saclay IRDI/DESICP/DPC/SCM, UA 331-CNRS, 91191 Gif sur Yvette CEDEX, France

ET L. WARTSKI ET M. ZERVOS

Laboratoire des Carbocycles, UA 478-CNRS, Bât. 420, Université Paris-Sud, 91405 Orsay CEDEX, France

(Reçu le 7 novembre 1986, accepté le 23 mars 1987)

Abstract. C₁₅H₁₈O₂, $M_r = 230.31$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.145(3)$, $b = 12.094(3)$, $c = 10.461(2)$ Å, $\beta = 115.71(2)^\circ$, $V = 1270.5$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.204$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 0.731$ cm⁻¹, $F(000) = 496$, $T = 295$ K, $R = 0.041$ for 1151 independent reflections [$I > 3\sigma(I)$]. The cycloheptanone ring adopts a chair conformation; the 3-COC₆H₅ group lies in an axial position and the 2-CH₃ in an equatorial position as suggested by the NMR study, and in contrast to 3-benzoylcycloheptanone where the benzoyl moiety lies in an equatorial position.

Partie expérimentale. Les cristaux sont obtenus après addition conjuguée du dérivé lithié du (diméthylamino)phénylacétonitrile sur la méthyl-2 cycloheptanone-2 dans le THF et déprotection du groupe benzoyle par AgNO₃ THF-aqueux.

Cristal incolore (1 × 0,5 × 0,25 mm). Intensités mesurées à l'aide d'un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 équipé d'un monochromateur graphite. Paramètres cristallins obtenus à partir de 25 réflexions indépendantes ($8 \leq \theta \leq 12^\circ$); corrections de Lorentz-polarisation, d'absorption empirique basée sur les ψ -scan, puis d'absorption empirique fonction de

$(\sin\theta)/\lambda$ (Walker & Stuart, 1983), facteurs de diffusion des atomes neutres des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); facteurs de température des atomes d'oxygène et de carbone rendus anisotropes; atomes d'hydrogène introduits en position calculée dans le dernier affinement avec un facteur d'agitation thermique fixé à 5 Å² et contraints de suivre leur atome de carbone; programme SDP (Frenz, 1983); mesures effectuées entre 1 et 25° (θ), scan $\omega-2\theta$ ($\Delta\omega = 0,8^\circ + 0,35^\circ \text{tg}\theta$); 10° min⁻¹ ≥ vitesse de balayage ≥ 1,5° min⁻¹; réflexions de référence ($\bar{4}10$, $53\bar{1}$ et 150) contrôlées toutes les heures avec une perte d'intensité négligeable (0,5% en 24 h); 2469 réflexions mesurées, $0 \leq h \leq 12$, $0 \leq k \leq 14$, $-11 \leq l \leq 11$; 1151 réflexions indépendantes telles que $I \geq 3\sigma(I)$ conservées pour la détermination de la structure.

Les atomes d'oxygène et de carbone ont été positionnés par méthode directe (MULTAN11/82, Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Après affinement, le facteur résiduel est $R_F = 0,041$ ($wR = 0,041$), $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,00$, $S = 0,73$; la fluctuation de densité électronique sur la dernière carte de Fourier est inférieure à 0,12 e Å⁻³.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> _{éq} (Å ²)
O(1)	0,3352 (2)	0,2570 (2)	-0,2891 (2)	5,29 (6)
O(2)	0,0261 (2)	0,1726 (3)	-0,4044 (2)	5,08 (6)
C(1)	0,2941 (3)	0,1927 (3)	-0,2287 (3)	3,59 (8)
C(2)	0,2257 (3)	0,2354 (3)	-0,1404 (3)	2,98 (7)
C(3)	0,0988 (3)	0,1764 (3)	-0,1546 (3)	2,94 (7)
C(4)	0,1194 (3)	0,0619 (3)	-0,0830 (3)	4,01 (8)
C(5)	0,1740 (4)	-0,0294 (3)	-0,1421 (4)	5,0 (1)
C(6)	0,3134 (4)	-0,0077 (3)	-0,1274 (4)	5,8 (1)
C(7)	0,3218 (4)	0,0723 (4)	-0,2343 (4)	5,6 (1)
C(8)	0,2002 (3)	0,3599 (3)	-0,1617 (4)	4,6 (1)
C(9)	-0,0060 (3)	0,1702 (3)	-0,3071 (3)	3,08 (7)
C(10)	-0,1488 (3)	0,1604 (3)	-0,3371 (3)	2,91 (7)
C(11)	-0,1947 (3)	0,1698 (3)	-0,2335 (3)	4,08 (8)
C(12)	-0,3294 (3)	0,1625 (4)	-0,2689 (4)	4,83 (9)
C(13)	-0,4189 (3)	0,1454 (3)	-0,4067 (4)	4,9 (1)
C(14)	-0,3751 (3)	0,1356 (3)	-0,5107 (4)	4,5 (1)
C(15)	-0,2414 (3)	0,1426 (3)	-0,4762 (3)	3,53 (8)

$$B_{\text{éq}} = \frac{1}{3}[a^2\beta(1,1) + b^2\beta(2,2) + c^2\beta(3,3) + \text{accos}\beta(1,3)].$$

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) caractéristiques

O(1)–C(1)	1,210 (5)	C(5)–C(6)	1,516 (6)
O(2)–C(9)	1,218 (4)	C(6)–C(7)	1,512 (6)
C(1)–C(2)	1,520 (5)	C(9)–C(10)	1,487 (4)
C(1)–C(7)	1,496 (6)	C(10)–C(11)	1,390 (5)
C(2)–C(3)	1,533 (5)	C(10)–C(15)	1,388 (4)
C(2)–C(8)	1,530 (5)	C(11)–C(12)	1,383 (5)
C(3)–C(4)	1,543 (5)	C(12)–C(13)	1,367 (4)
C(3)–C(9)	1,515 (3)	C(13)–C(14)	1,377 (6)
C(4)–C(5)	1,516 (6)	C(14)–C(15)	1,375 (5)
O(1)–C(1)–C(2)	120,1 (3)	C(1)–C(7)–C(6)	120,9 (4)
O(1)–C(1)–C(7)	118,3 (4)	O(2)–C(9)–C(3)	120,4 (3)
C(2)–C(1)–C(7)	121,4 (3)	O(2)–C(9)–C(10)	120,1 (2)
C(1)–C(2)–C(3)	117,9 (3)	C(3)–C(9)–C(10)	119,5 (3)
C(1)–C(2)–C(8)	110,9 (3)	C(9)–C(10)–C(11)	123,4 (2)
C(3)–C(2)–C(8)	109,8 (3)	C(9)–C(10)–C(15)	118,4 (3)
C(2)–C(3)–C(4)	115,7 (2)	C(11)–C(10)–C(15)	118,2 (3)
C(2)–C(3)–C(9)	112,5 (3)	C(10)–C(11)–C(12)	120,6 (3)
C(4)–C(3)–C(9)	110,6 (2)	C(11)–C(12)–C(13)	120,2 (4)
C(3)–C(4)–C(5)	117,2 (3)	C(12)–C(13)–C(14)	120,0 (3)
C(4)–C(5)–C(6)	114,0 (3)	C(13)–C(14)–C(15)	120,1 (3)
C(5)–C(6)–C(7)	115,2 (3)	C(10)–C(15)–C(14)	120,9 (4)

L'écart type sur le dernier chiffre significatif est indiqué entre parenthèses.

Les paramètres atomiques sont dans le Tableau 1.* Les distances et angles caractéristiques de cette structure sont regroupés dans le Tableau 2. La molécule avec la nomenclature des atomes est schématisée sur la Fig. 1.

Littérature associée. Zervos (1986).

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène et angles de torsion ont été déposés au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43909: 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.

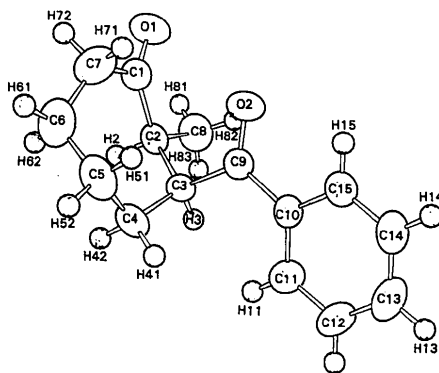


Fig. 1. Vue perspective de la molécule avec la nomenclature des atomes (ORTEPII, Johnson, 1976).

Références

FRENZ, B. A. (1983). *Enraf-Nonius Structure Determination Package*. College Station, Texas 77840, E.-U., et Enraf-Nonius, Delft, Hollande.

International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV, pp. 72-73. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)

JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, E.-U.

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 for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.

WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* A39, 159-166.

ZERVOS, M. (1986). Thèse, Univ. Paris XI, Orsay, France.

International Union of Crystallography

Acta Cryst. (1987). C43, 1648

Commission on Crystallographic Apparatus

As a result of an expression of concern by the Commission on Journals, with respect to the problem of the underestimation of standard deviations in the lattice constants reported in papers submitted to the journals published by the International Union of Crystallography the Commission on Crystallographic Apparatus has decided to set up a project to assess the

cause of the problem and to determine ways in which the problem may be solved.

This project (The Accuracy in Lattice Parameter Measurement Project) is to be organized by Professor Sagrario Martinez-Carrera of the Instituto de Química Física 'Rocasolano'.

Any scientists who wish to participate in, or to obtain further details about this project should contact Professor Sagrario Martinez-Carrera, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Instituto de Química Física 'Rocasolano', Serrano 119, Madrid, Spain.