

Hexahelicen-5,6-chinon

VON ULRICH KLEMENT

Institut für Anorganische Chemie der Universität, Universitätsstraße 31, D-8400 Regensburg, Deutschland

(Eingegangen am 10. August 1990; angenommen am 21. Februar 1991)

Abstract. Phenanthro[3,4-*c*]phenanthrene-5,6-dione, $C_{26}H_{14}O_2$, $M_r = 358.1$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 11.542$ (2), $b = 11.320$ (3), $c = 14.083$ (2) Å, $\beta = 109.82$ (2)°, $V = 1731.0$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.37$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.08$ mm⁻¹, $F(000) = 744$, $T = 297$ K, $R = 0.108$, $wR = 0.063$ for 1046 reflexions with $I > 0.8\sigma(I)$. The molecule consists of six planar rings of C atoms (maximum deviation 0.15 Å). The O atoms lie 0.44 and 0.34 Å out of the plane of the ring. The planes of the different rings are inclined at 12 (3)° to each other.

Einleitung. Im Rahmen der Untersuchung von Helicenchinonen (Mannschreck, Hartmann, Buchner & Andert, 1987) wurde die Struktur des Hexahelicen-5,6-chinons (Diesveld, Borkent & Laarhoven, 1980) (Andert, 1989) gelöst. Andere Helicenchinone liefern Kristalle, deren Qualität für eine Strukturbestimmung nicht ausreichte (Andert, 1989).

Experimentelles. Ein $0,03 \times 0,15 \times 0,18$ mm großes Plättchen wurde auf einem Nonius CAD-4 Diffraktometer mit Mo $K\alpha$ -Strahlung (Graphitmonochromator im einfallenden Strahl) vermessen. Die Gitterparameter wurden aus 25 Reflexen ($6,2 \leq \theta \leq 12,6^\circ$) berechnet. Von 3396 gemessenen Reflexen [$-11 \leq h \leq 11$, $-10 \leq k \leq 10$, $0 \leq l \leq 13$, $2 \leq \theta \leq 20^\circ$, $(\sin\theta/\lambda)_{\max} = 0,48$ Å⁻¹] [$\omega - 2\theta$, Abtastwinkel ($0,75 + 0,34 \tan\theta$)°] hatten 2639 eine Intensität $> \sigma(I)$. Daraus ergaben sich 1610 unabhängige Reflexe ($R_{\text{int}} = 0,024$). Drei Reflexe dienten zur Kontrolle der Intensität. Sie zeigten einen Verlust von 3% über die Meßzeit. Alle Intensitäten wurden unter Annahme einer linearen Abnahme mit der Zeit korrigiert.

Die Struktur wurde mit dem Programm *SHELXS86* (Sheldrick, 1986) gelöst.* Die weiteren Rechnungen wurden mit dem Programmpaket *SDP-Plus* (Frenz, 1985) durchgeführt: Korrektur der Absorption mit *DIFABS* (Walker & Stuart, 1983), Verfeinerung der *F*-Werte (volle Matrix) mit isotropen Schwingungsparametern, 1046 Reflexe mit

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Schwingungsparameter U (Å²)

	x	y	z	U
O(1)	0,0112 (6)	-0,1044 (7)	0,4143 (5)	0,091 (3)
O(2)	-0,1835 (7)	0,0357 (8)	0,3158 (5)	0,099 (3)
C(1)	0,2722 (8)	0,2097 (9)	0,3747 (6)	0,043 (3)
C(2)	0,3702 (8)	0,128 (1)	0,3812 (7)	0,057 (4)
C(3)	0,3571 (8)	0,011 (1)	0,4037 (7)	0,060 (4)
C(4)	0,2514 (8)	-0,037 (1)	0,4123 (7)	0,058 (4)
C(5)	0,0300 (8)	-0,001 (1)	0,3912 (7)	0,061 (4)
C(6)	0,0761 (9)	0,079 (1)	0,3507 (7)	0,065 (4)
C(7)	-0,1629 (8)	0,285 (1)	0,3268 (7)	0,057 (4)
C(8)	-0,1416 (8)	0,403 (1)	0,3302 (3)	0,056 (4)
C(9)	-0,0016 (8)	0,577 (1)	0,3704 (7)	0,054 (4)
C(10)	0,1125 (8)	0,6193 (9)	0,4084 (6)	0,054 (4)
C(11)	0,3341 (8)	0,6020 (9)	0,5131 (7)	0,057 (4)
C(12)	0,4275 (8)	0,537 (1)	0,5737 (7)	0,056 (4)
C(13)	0,5098 (8)	0,352 (1)	0,6717 (7)	0,058 (4)
C(14)	0,4885 (8)	0,240 (1)	0,7022 (7)	0,060 (4)
C(15)	0,3641 (8)	0,191 (1)	0,6653 (6)	0,052 (3)
C(16)	0,2698 (7)	0,2502 (9)	0,5937 (6)	0,037 (3)
C(17)	0,1521 (8)	0,0437 (9)	0,4017 (6)	0,042 (3)
C(18)	0,1624 (7)	0,1652 (9)	0,3905 (6)	0,035 (3)
C(19)	0,0605 (7)	0,2471 (9)	0,3872 (6)	0,039 (3)
C(20)	-0,0599 (8)	0,2062 (9)	0,3529 (6)	0,047 (3)
C(21)	-0,0227 (8)	0,4493 (9)	0,3710 (6)	0,047 (3)
C(22)	0,0802 (7)	0,3717 (9)	0,4116 (6)	0,039 (3)
C(23)	0,1962 (8)	0,4239 (9)	0,4748 (6)	0,043 (3)
C(24)	0,2176 (8)	0,5467 (9)	0,4648 (6)	0,049 (3)
C(25)	0,4092 (8)	0,414 (1)	0,5987 (6)	0,051 (3)
C(26)	0,2918 (7)	0,3632 (9)	0,5537 (6)	0,038 (3)

$I > 0,8\sigma(I)$, 113 Variable, $R = 0,108$, $wR = 0,063$, $w = 4I/\sigma^2(I)$, $S = 3,8$. $\Delta\rho = \pm 0,4$ e Å⁻³, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,02$. Der schlechte *R*-Wert dürfte durch die sehr mäßige Kristallqualität bedingt sein. Eine Tieftemperaturmessung bei einer analogen Verbindung, deren Struktur sich nicht ermitteln ließ, ergab keine Verbesserung der Intensität. Die Atomparameter sind in Tabelle 1* und die Bindungsabstände und -winkel sind in Tabelle 2 aufgeführt. Fig. 1 zeigt das Molekül.

Diskussion. Die sechs Ringe des Moleküls sind eben (maximale Abweichung 0,15 Å). Die Sauerstoff-

* Die Liste der Strukturparameter, der anisotropen Temperaturparameter, aller Bindungsabstände und -winkel und der kleinsten Quadrate sind bei dem British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 54027: 35 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

* Bei einem workshop in Göttingen, Ich danke allen Beteiligten für ihre Hilfe.

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

Standardabweichung der letzten Stelle in Klammern.			
O(1)—C(5)	1,254 (7)	C(11)—C(24)	1,429 (7)
O(2)—C(6)	1,267 (7)	C(12)—C(25)	1,466 (8)
C(1)—C(2)	1,439 (7)	C(13)—C(14)	1,388 (8)
C(1)—C(18)	1,450 (6)	C(13)—C(25)	1,444 (7)
C(2)—C(3)	1,386 (8)	C(14)—C(15)	1,463 (7)
C(3)—C(4)	1,376 (7)	C(15)—C(16)	1,382 (7)
C(4)—C(17)	1,432 (7)	C(16)—C(26)	1,455 (7)
C(5)—C(6)	1,475 (8)	C(17)—C(18)	1,394 (7)
C(5)—C(17)	1,458 (7)	C(18)—C(19)	1,485 (7)
C(6)—C(20)	1,448 (7)	C(19)—C(20)	1,386 (7)
C(7)—C(8)	1,357 (7)	C(19)—C(22)	1,451 (7)
C(7)—C(20)	1,431 (7)	C(21)—C(22)	1,431 (7)
C(8)—C(21)	1,397 (7)	C(22)—C(23)	1,458 (7)
C(9)—C(10)	1,332 (7)	C(23)—C(24)	1,427 (7)
C(9)—C(21)	1,463 (7)	C(23)—C(26)	1,446 (7)
C(10)—C(24)	1,458 (8)	C(25)—C(26)	1,409 (6)
C(11)—C(12)	1,348 (7)		
C(2)—C(1)—C(18)	118,5 (5)	C(17)—C(18)—C(19)	121,5 (6)
C(1)—C(2)—C(3)	119,0 (5)	C(18)—C(19)—C(20)	119,5 (6)
C(2)—C(3)—C(4)	124,5 (6)	C(18)—C(19)—C(22)	122,8 (6)
C(3)—C(4)—C(17)	116,3 (6)	C(20)—C(19)—C(22)	117,7 (5)
O(1)—C(5)—C(6)	118,8 (6)	C(6)—C(20)—C(7)	121,5 (6)
O(1)—C(5)—C(17)	122,9 (6)	C(6)—C(20)—C(19)	116,5 (7)
C(6)—C(5)—C(17)	118,3 (6)	C(7)—C(20)—C(19)	121,9 (6)
O(2)—C(6)—C(5)	119,0 (6)	C(8)—C(21)—C(9)	120,6 (6)
O(2)—C(6)—C(20)	119,8 (7)	C(8)—C(21)—C(22)	120,1 (6)
C(5)—C(6)—C(20)	121,3 (7)	C(9)—C(21)—C(22)	119,4 (6)
C(8)—C(7)—C(20)	118,7 (7)	C(19)—C(22)—C(21)	117,4 (5)
C(7)—C(8)—C(21)	121,6 (6)	C(19)—C(22)—C(23)	125,2 (5)
C(10)—C(9)—C(21)	119,8 (6)	C(21)—C(22)—C(23)	117,4 (6)
C(9)—C(10)—C(24)	122,8 (6)	C(22)—C(23)—C(24)	119,3 (6)
C(12)—C(11)—C(24)	118,8 (6)	C(22)—C(23)—C(26)	125,4 (5)
C(11)—C(12)—C(25)	121,6 (6)	C(24)—C(23)—C(26)	115,2 (6)
C(14)—C(13)—C(25)	118,5 (6)	C(10)—C(24)—C(11)	119,1 (6)
C(13)—C(14)—C(15)	119,8 (6)	C(10)—C(24)—C(23)	117,6 (6)
C(14)—C(15)—C(16)	120,4 (5)	C(11)—C(24)—C(23)	123,2 (6)
C(15)—C(16)—C(26)	121,0 (5)	C(12)—C(25)—C(13)	118,9 (6)
C(4)—C(17)—C(5)	120,1 (6)	C(12)—C(25)—C(26)	118,2 (6)
C(4)—C(17)—C(18)	123,0 (5)	C(13)—C(25)—C(26)	122,9 (6)
C(5)—C(17)—C(18)	116,5 (6)	C(16)—C(26)—C(23)	121,9 (5)
C(1)—C(18)—C(17)	118,2 (6)	C(16)—C(26)—C(25)	116,8 (6)
C(1)—C(18)—C(19)	120,2 (6)	C(23)—C(26)—C(25)	121,3 (5)

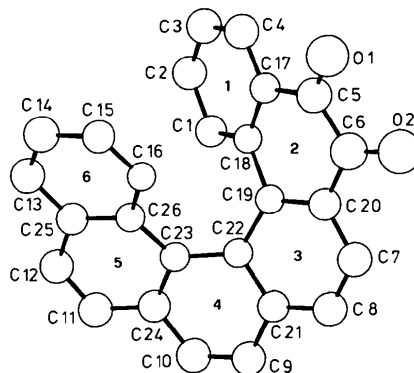


Fig. 1. Molekül mit ORTEP (Johnson, 1965) (50%) gezeichnet mit Bezeichnung der Atome und Ringe.

atome liegen $-0,44(1)$ [O(1)] und $0,34(1)$ Å [O(2)] außerhalb der Ringebene. Die Winkel zwischen den Ebenen aufeinander folgender Ringe (1...6) sind $17,1(3)$, $11,7(6)$, $12,1(8)$, $12,5(10)$, $9(2)^\circ$.

Literatur

- ANDERT, D. (1989). Dissertation, Univ. Regensburg, Deutschland, S. 110.
- DIESVELD, J. W., BORKENT, J. H. & LAARHOVEN, W. H. (1980). *Recl Trav. Chim. Pays-Bas*, **99**, 391–394.
- FRENZ, B. A. (1985). *Enraf-Nonius SDP-Plus Structure Determination Package*. Version 3.1. Enraf-Nonius, Delft, die Niederlande.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.
- MANNSCHRECK, A., HARTMANN, E., BUCHNER, H. & ANDERT, D. (1987). *Tetrahedron Lett.* **28**, 3482–3497.
- SHELDRICK, G. M. (1986). *SHELXS86*. Programme für die Strukturbestimmung. Univ. Göttingen, Deutschland.
- WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

Acta Cryst. (1991). **C47**, 1931–1933

Structure of (6R)-1,4,7-Trioxaspiro[5.5]undecan-10-one

BY ZBIGNIEW CIUNIK

Instytut Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. Fr. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław, Poland

AND PETER LUGER

Institut für Kristallographie, Freie Universität Berlin, Takustrasse 6, D-1000 Berlin 33, Germany

(Received 5 October 1990; accepted 14 February 1991)

Abstract. $C_8H_{12}O_4$, $M_r = 172.18$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 6.819(2)$, $b = 9.995(2)$, $c = 12.333(3)$ Å, $V = 840.6(4)$ Å³, $D_x = 1.360$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$ Å, $\mu = 0.935$ mm⁻¹, $Z = 4$, $F(000) = 368$, room temperature, $R = 0.045$ for 648

independent reflections with $I > 2\sigma(I)$. Bond lengths and angles have normal values. The conformation of the molecule results from the occurrence of the anomeric and *exo*-anomeric effect. Both rings have a chair geometry.