

Calculated weights

$$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0438P)^2 + 3.4506P] \text{ where}$$

$$P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$$

$$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.000$$

$$\Delta\rho_{\max} = 0.481 \text{ e } \text{Å}^{-3}$$

Atomic scattering factors

from *International Tables for Crystallography* (1992, Vol C, Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4)

The structure was solved by direct methods. Refinement was on F^2 for all reflections except those flagged for possible systematic errors; the observed threshold $I > 2\sigma(I)$ was used only for calculating $R(\text{obs.})$ etc. and is given here for comparison with refinements on F .

Data collection: Siemens P3V v4.11 software. Cell refinement: Siemens P3V v4.11 software. Data reduction: *SHELXTL-Plus* (Sheldrick, 1990). Program(s) used to solve structure: *SHELXTL-Plus*. Program(s) used to refine structure: *SHELXL92*. Molecular graphics: *SHELXTL-Plus*. Software used to prepare material for publication: *SHELXL92*.

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom coordinates, and complete geometry have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 55580 (15 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: SE1007]

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic thermal parameters (Å^2)

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

	x	y	z	U_{eq}
Na1	0.0000	0.5000	0.0000	0.0135 (9)
Na2	0.32160 (4)	0.5131 (2)	0.09582 (6)	0.0089 (6)
Na3	0.17798 (4)	0.5214 (2)	0.00112 (6)	0.0101 (6)
Na4	0.22587 (4)	0.4637 (2)	0.17752 (6)	0.0106 (6)
Na5	0.02313 (4)	-0.0277 (2)	0.13187 (6)	0.0116 (6)
Na6	0.10950 (4)	0.0306 (2)	0.03791 (6)	0.0111 (6)
Na7	0.47897 (9)	-0.0849 (5)	0.24839 (12)	0.0171 (13)
S1	0.43057 (3)	0.13967 (15)	0.10069 (3)	0.0080 (4)
S2	0.42611 (3)	-0.21709 (14)	0.09170 (4)	0.0107 (4)
S3	0.23670 (3)	0.02494 (13)	0.08171 (3)	0.0053 (4)
S4	0.22143 (3)	-0.03692 (14)	0.16767 (4)	0.0096 (4)
S5	0.10020 (3)	0.49282 (13)	0.11585 (4)	0.0058 (4)
S6	0.12770 (3)	0.51435 (14)	0.21695 (4)	0.0142 (5)
O1	0.37844 (8)	0.2337 (4)	0.08301 (14)	0.0276 (12)
O2	0.45515 (7)	0.2409 (4)	0.05329 (9)	0.0097 (11)
O3	0.46191 (9)	0.2057 (4)	0.16985 (10)	0.0214 (14)
O4	0.19106 (7)	-0.0507 (4)	0.02523 (10)	0.0103 (11)
O5	0.24484 (7)	0.2865 (4)	0.07667 (9)	0.0074 (11)
O6	0.28173 (7)	-0.1107 (4)	0.07993 (10)	0.0109 (11)
O7	0.06323 (7)	0.2927 (4)	0.09648 (9)	0.0076 (11)
O8	0.07409 (7)	0.7198 (4)	0.08794 (10)	0.0092 (10)
O9	0.14262 (7)	0.4458 (4)	0.08902 (10)	0.0096 (10)
O10	0.32138 (9)	0.5067 (4)	0.20806 (11)	0.0123 (13)
O11	0.4534 (3)	0.6422 (14)	0.2584 (4)	0.014 (3)
O11'	0.4437 (3)	0.5309 (14)	0.2565 (4)	0.014 (3)

Table 2. Geometric parameters ($\text{Å}, ^\circ$)

Na1—O2 ⁱ	2.331 (2)	Na5—O2 ^{vi}	2.422 (2)
Na1—O7	2.480 (2)	Na5—O3 ^{vi}	2.554 (3)
Na1—O8	2.571 (2)	Na6—O8 ^v	2.381 (3)
Na1—S5	3.0275 (9)	Na6—O4	2.389 (2)
Na2—O1	2.280 (3)	Na6—O2 ⁱⁱⁱ	2.494 (2)
Na2—O6 ⁱⁱ	2.332 (3)	Na6—O7	2.497 (2)
Na2—O10	2.343 (3)	Na6—O9	2.579 (3)
Na2—O5	2.381 (2)	Na7—O3	2.238 (4)
Na2—O4 ⁱⁱⁱ	2.444 (2)	Na7—O11 ^{iv}	2.372 (8)
Na3—O6 ⁱⁱⁱ	2.355 (2)	Na7—O11 ^{vii}	2.441 (8)
Na3—O9	2.374 (2)	Na7—O3 ^{viii}	2.524 (4)
Na3—O5	2.389 (2)	S1—O1	1.460 (2)
Na3—O1 ⁱⁱⁱ	2.396 (3)	S1—O3	1.469 (2)
Na3—O4 ⁱⁱ	2.430 (3)	S1—O2	1.477 (2)
Na4—O9	2.440 (2)	S1—S2	1.9890 (14)
Na4—O10	2.512 (3)	S3—O6	1.462 (2)
Na4—O5	2.525 (2)	S3—O5	1.478 (2)
Na4—S4 ⁱⁱ	2.779 (2)	S3—O4	1.480 (2)
Na4—S4	2.786 (2)	S3—S4	1.9987 (13)
Na5—O11 ^{iv}	2.233 (8)	S5—O9	1.473 (2)
Na5—O7	2.335 (2)	S5—O7	1.473 (2)
Na5—O11 ^{iv}	2.365 (8)	S5—O8	1.474 (2)
Na5—O8 ^v	2.367 (3)	S5—S6	2.0013 (11)

Symmetry codes: (i) $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} + y, z$; (ii) $x, 1 + y, z$; (iii) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} - y, -z$; (iv) $\frac{1}{2} - x, y - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - z$; (v) $x, y - 1, z$; (vi) $x - \frac{1}{2}, y - \frac{1}{2}, z$; (vii) $1 - x, y - 1, \frac{1}{2} - z$; (viii) $1 - x, y, \frac{1}{2} - z$.

References

- Aydin Uraz, A. & Armagan, N. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1396–1399.
- Benda, H. von (1979). *Z. Naturforsch. Teil B*, 34, 957–968.
- Edwards, D. A. & Woolf, A. A. (1985). *Polyhedron*, 4, 513–516.
- Henke, K.-H. (1982). *Ullmans Encyclopädie der technischen Chemie*, Vol. 21, 4th ed. Weinheim: Verlag Chemie.
- Lisensky, G. C. & Levy, H. A. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1975–1977.
- Ostertag, W., Ertl, G., Wunsch, G., Kiener, V., Voelkl, E. & Schreiner, S. (1979). German patent No. 2 748 935.
- Sheldrick, G. M. (1990). *SHELXTL-Plus*. Siemens Analytical X-ray Instruments, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- Sheldrick, G. M. (1992). *SHELXL92*. Program for the refinement of crystal structures. Univ. of Göttingen, Germany.
- Teng, S. T., Fuess, H. & Bats, J. W. (1984). *Acta Cryst.* C40, 1785–1787.
- Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* A39, 158–166.

Acta Cryst. (1993). C49, 365–368

Structure du Bis(π -allylhimachalène)- α, α -dichlorodipalladium

ANGÈLE CHIARONI ET CLAUDE RICHE

Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, 91198 Gif sur Yvette CEDEX, France

L. EL FIRDOUSSI, A. BENHARREF ET A. KARIM

Département de Chimie, Faculté des Sciences Semlalia, Université Cadi Ayyad, BP S15, Marrakech, Maroc

(Reçu le 17 juillet 1992, accepté le 6 octobre 1992)

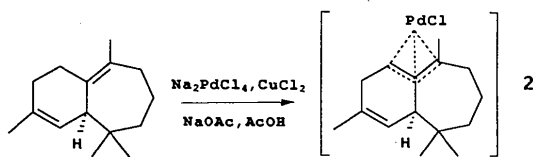
Abstract

Reaction of β -himachalene with palladium(II) chloride gives bis(chloro)bridged cyclopalladated dimers with high regioselectivity. The allyl groups adopt a *cis* arrangement to one another resulting in a pseudo C_2 axis in the complex. The palladium is coordinated along the α face

of himachalene, the less hindered face of the molecule. The Pd_2Cl_2 core is bent with a dihedral angle Cl—Pd—Pd—Cl of $112,3(1)^\circ$.

Commentaire

Les complexes de type π -allyl palladium(II) présentent un intérêt important du fait de leur intervention dans de nombreux processus de synthèse stoechiométrique (Soderberg, Åkermark & Hall, 1988; Trost, Weber, Strege, Fullerton & Dietsche, 1978) et catalytique (Hansson, Heumann, Rein & Åkermark, 1990; El Firdoussi, Benharref, Karim, Castanet, Mortreux & Petit, 1992). La synthèse de telles espèces à partir d'oléfines sesquiterpéniques et la détermination de leur structure par analyse cristallographique permet de déterminer l'influence des effets stériques sur la sélectivité de coordination de la face α ou β du substrat, ainsi que l'existence de ces complexes sous forme dimère ou monomère. Le traitement du β -himachalène, composant de l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas (*Cedrus Atlantica*), par $\text{Na}_2\text{PdCl}_4, \text{CuCl}_2$ en milieu acétique tamponné pendant 24 h à 333 K, conduit d'une manière hautement régiosélective au bis(π -allylhimachalène)dichlorodipalladium ($\sim 54\%$). Si la spectroscopie RMN de haute résolution mono et bidimensionnelle a permis de reconnaître la formation d'un complexe, la détermination de sa structure cristalline s'avère nécessaire pour le caractériser et décrire sa stéréochimie.



La molécule apparaît sur la Fig. 1 avec la numérotation utilisée et la configuration absolue déduite de celle du produit de départ, le β -himachalène (Joseph & Dev, 1968). La molécule est un dimère formé de deux unités π -allylhimachalène réunies par un pont dichloropalladium. Les deux ligands allyliques sont en position *cis* par rapport à la liaison $\text{Pd}\cdots\text{Pd}$. La molécule présente une pseudo symétrie C_2 , l'axe binaire passant par le centre de gravité du complexe $\text{Pd}_2\text{—Cl}_2$ et par un point situé à égale distance des centres des cycles à six chaînons. Lors de l'attaque par le palladium la complexation s'établit par la face α du β -himachalène. La face β est, en effet, stériquement plus encombrée du fait de la présence du *gem*-diméthyle en C11. Les liaisons allyliques sont parfaitement délocalisées comme l'indiquent les longueurs de liaisons $\text{C}_5\text{—C}_6$, $\text{C}_6\text{—C}_7$, $\text{C}_5'\text{—C}_6'$ et $\text{C}_6'\text{—C}_7'$ [1,43(2), 1,41(1), 1,37(2) et 1,40(2) Å]; les liaisons $\text{Pd}\cdots\text{C}$ sont approximativement égales (de 2,10 à 2,15 Å). Les valeurs des angles de torsion montrent que le cycle à sept chaînons du monomère himachalène lié

à l'atome Pd1 est dans une conformation chaise (Hendrickson, 1961), les atomes C6, C7 et C10 étant respectivement situés à 1,13(1), 1,17(1) et $-0,61(1)$ Å du plan moyen des quatre atomes C1, C11, C9 et C8. Ce même cycle, dans le monomère relié à l'atome Pd2 adopte une conformation chaise ou bateau par suite du désordre de l'atome C10' qui, par rapport au plan moyen des quatre atomes C1', C11', C9' et C8', est situé à $-0,72(1)$ Å (chaise) ou à 0,67(1) Å (C10'', bateau), les atomes C6' et C7' étant respectivement distants de 1,17(1) et de 1,15(1) Å de ce même plan. Le groupement Pd_2Cl_2 est non plan: l'angle de torsion $\text{Pd}_1\text{—Cl}_1\text{—Cl}_2\text{—Pd}_2$ qui caractérise la pliure est de $112,3(1)^\circ$. L'interrogation de la banque de données de Cambridge (Cambridge Structural Database, 1989) montre qu'à l'état solide, le groupement Pd_2Cl_2 , dans des complexes π -allyl est plus souvent observé plan que plié avec, dans ce dernier cas, un angle de torsion Pd—Cl—Cl—Pd de 125° (Bäckvall & Björkman, 1982), 135° (Hütter, Butters, Winter, Handschuh & Voelter, 1982), 130° (Larock, Song, Kim & Jacobson, 1987), 162° (Minasyants & Struchkov, 1971).

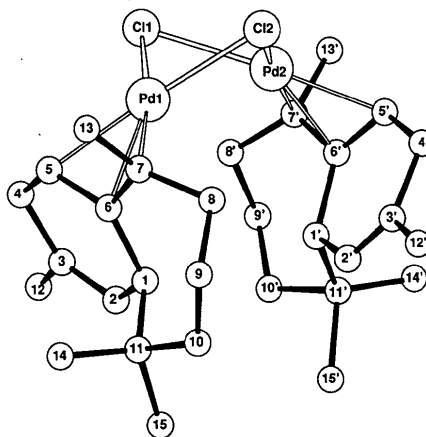


Fig. 1. Vue du bis(π -allylhimachalène)- α,α -dichlorodipalladium. Le désordre n'est pas représenté.

Partie expérimentale

Données cristallines

$[\text{Pd}_2\text{Cl}_2(\text{C}_{15}\text{H}_{23})_2]$
 $M_r = 690,40$
 Orthorhombique
 $P2_12_1$
 $a = 10,059 (7) \text{ \AA}$
 $b = 10,226 (7) \text{ \AA}$
 $c = 29,416 (15) \text{ \AA}$
 $V = 3025,8 (33) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 1,52 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$
 Paramètres de la maille
 l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 4,00\text{--}20,70^\circ$
 $\mu = 1,37 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 293 \text{ K}$
 Prisme
 $0,70 \times 0,70 \times 0,20 \text{ mm}$
 Jaune

Collection des données

Diffractomètre Philips
 PW1100

$R_{\text{int}} = 0,039$
 $\theta_{\text{max}} = 25,98^\circ$

Balayage $\theta/2\theta$ $h = 0 \rightarrow 12$
 Pas de correction $k = 0 \rightarrow 12$
 d'absorption $l = 0 \rightarrow 36$
 4109 réflexions mesurées 3 réflexions de référence
 3245 réflexions fréquence: 180 min
 indépendantes variation d'intensité: 5%
 2797 réflexions observées
 [$I > 3,0\sigma(I)$]

Affinement

Affinement basé sur les F $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,05$
 $R = 0,051$ $\Delta\rho_{\max} = 0,86 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
 $wR = 0,064$ $\Delta\rho_{\min} = -1,00 \text{ e } \text{Å}^{-3}$
 $S = 1,15$ Facteurs de diffusion de
 2720 réflexions *International Tables for*
 169 paramètres *X-ray Crystallography*
 Atomes d'hydrogène en po- (1974, Tome IV, Tableau
 sition théorique 2,2B)
 $w = 1/[\sigma^2(F) + 0,0004F^2]$

Collection des données: Philips PW1100/20 software 1974.
 Réduction des données: PHIL (Riche, 1981). Programme(s)
 pour la résolution de la structure: SHELXS86 (Sheldrick, 1985).
 Programme(s) pour l'affinement de la structure: SHELX76
 (Sheldrick, 1976). Les dessins ont été obtenus à l'aide de R3M
 (Riche, 1983) et ORTEP (Johnson, 1965). Programme(s) pour
 la préparation du manuscrit: ACTACIF (Riche, 1992).

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents* (Å^2)

$$U_{\text{éq}} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$U_{\text{éq}}$
Pd1	0,0646 (1)	0,5715 (1)	0,1963 (1)	0,033 (1)
Pd2	0,1715 (1)	0,3099 (1)	0,2155 (1)	0,035 (1)
C11	0,2320 (3)	0,5131 (3)	0,2534 (1)	0,047 (3)
C12	-0,0613 (3)	0,3825 (3)	0,2214 (1)	0,045 (3)
C1	0,1400 (10)	0,6101 (11)	0,0931 (4)	0,035 (3)
C2	0,2919 (12)	0,6230 (12)	0,0956 (5)	0,043 (3)
C3	0,3578 (12)	0,6898 (14)	0,1273 (5)	0,050 (3)
C4	0,2948 (11)	0,7609 (12)	0,1658 (5)	0,043 (3)
C5	0,1483 (12)	0,7450 (12)	0,1670 (4)	0,042 (3)
C6	0,0741 (10)	0,6715 (10)	0,1342 (4)	0,031 (2)
C7	-0,0597 (11)	0,6448 (9)	0,1452 (4)	0,033 (2)
C8	-0,1382 (11)	0,5469 (11)	0,1153 (4)	0,040 (3)
C9	-0,1641 (13)	0,5997 (13)	0,0692 (5)	0,055 (3)
C10	-0,0509 (14)	0,5899 (14)	0,0374 (5)	0,059 (3)
C11	0,0822 (12)	0,6599 (11)	0,0479 (4)	0,044 (3)
C12	0,5073 (13)	0,6955 (17)	0,1259 (6)	0,067 (4)
C13	-0,1469 (12)	0,7503 (13)	0,1659 (5)	0,049 (3)
C14	0,0623 (15)	0,8059 (14)	0,0474 (5)	0,064 (4)
C15	0,1750 (17)	0,6163 (17)	0,0079 (6)	0,078 (5)
C1'	0,2814 (11)	0,2499 (12)	0,1202 (4)	0,042 (3)
C2'	0,1557 (12)	0,2369 (12)	0,0943 (5)	0,046 (3)
C3'	0,0486 (12)	0,1760 (12)	0,1073 (4)	0,047 (3)
C4'	0,0416 (12)	0,1016 (13)	0,1500 (5)	0,050 (3)
C5'	0,1558 (12)	0,1262 (11)	0,1804 (5)	0,045 (3)
C6'	0,2692 (10)	0,1916 (11)	0,1679 (4)	0,036 (2)
C7'	0,3603 (12)	0,2286 (13)	0,2015 (5)	0,055 (3)
C8'	0,4716 (11)	0,3228 (13)	0,1911 (5)	0,053 (3)
C9'	0,5797 (17)	0,2621 (16)	0,1596 (6)	0,074 (4)
C11'	0,4020 (14)	0,1927 (16)	0,0952 (5)	0,061 (4)
C12'	-0,0789 (17)	0,1734 (19)	0,0802 (6)	0,086 (5)
C13'	0,3959 (14)	0,1358 (14)	0,2405 (6)	0,061 (4)
C10''	0,5320 (28)	0,2774 (28)	0,1113 (11)	0,061 (8)
C14'	0,4203 (29)	0,0470 (26)	0,0990 (10)	0,054 (7)
C15'	0,3980 (30)	0,2334 (30)	0,0422 (11)	0,062 (8)
C10'''	0,5220 (35)	0,1484 (34)	0,1272 (14)	0,081 (10)
C14''	0,3653 (34)	0,0404 (35)	0,0773 (14)	0,078 (10)
C15''	0,4651 (43)	0,2717 (45)	0,0569 (16)	0,106 (14)

Tableau 2. *Paramètres géométriques* (Å , $^\circ$)

Pd1—Pd2	2,939 (1)	C10—C11	1,549 (18)
Pd1—C11	2,451 (3)	C11—C14	1,506 (18)
Pd1—C12	2,426 (3)	C11—C15	1,565 (21)
Pd1—C5	2,144 (12)	C1'—C2'	1,481 (17)
Pd1—C6	2,096 (10)	C1'—C6'	1,530 (17)
Pd1—C7	2,094 (11)	C1'—C11'	1,534 (19)
Pd2—C11	2,435 (3)	C2'—C3'	1,302 (17)
Pd2—C12	2,463 (3)	C3'—C4'	1,468 (19)
Pd2—C5'	2,150 (12)	C3'—C12'	1,512 (21)
Pd2—C6'	2,095 (11)	C4'—C5'	1,478 (18)
Pd2—C7'	2,113 (13)	C5'—C6'	1,373 (16)
C1—C2	1,535 (15)	C6'—C7'	1,401 (17)
C1—C6	1,515 (15)	C7'—C8'	1,509 (18)
C1—C11	1,540 (17)	C7'—C13'	1,529 (21)
C2—C3	1,333 (19)	C8'—C9'	1,558 (21)
C3—C4	1,486 (19)	C9'—C10'	1,506 (36)
C3—C12	1,506 (18)	C9'—C10''	1,611 (40)
C4—C5	1,483 (16)	C11'—C10'	1,639 (32)
C5—C6	1,433 (16)	C11'—C14'	1,505 (31)
C6—C7	1,411 (15)	C11'—C15'	1,615 (37)
C7—C8	1,549 (16)	C11'—C10''	1,596 (40)
C7—C13	1,519 (17)	C11'—C14''	1,685 (39)
C8—C9	1,483 (19)	C11'—C15''	1,526 (49)
C9—C10	1,477 (20)		
C11—Pd1—C12	87,5 (1)	C9—C10—C11	120,5 (12)
C11—Pd1—C5	101,9 (3)	C1—C11—C10	110,2 (10)
C11—Pd1—C6	133,2 (3)	C1—C11—C14	112,7 (10)
C11—Pd1—C7	171,5 (3)	C1—C11—C15	109,2 (10)
C12—Pd1—C5	170,5 (3)	C10—C11—C14	110,0 (11)
C12—Pd1—C6	132,6 (3)	C10—C11—C15	103,6 (11)
C12—Pd1—C7	101,1 (3)	C14—C11—C15	110,8 (11)
C5—Pd1—C6	39,5 (4)	C2'—C1'—C6'	111,6 (10)
C5—Pd1—C7	69,5 (4)	C2'—C1'—C11'	113,3 (11)
C6—Pd1—C7	39,3 (4)	C6'—C1'—C11'	110,7 (10)
C11—Pd2—C12	87,0 (1)	C1'—C2'—C3'	126,7 (12)
C11—Pd2—C5'	169,7 (3)	C2'—C3'—C4'	122,6 (12)
C11—Pd2—C6'	132,9 (3)	C2'—C3'—C12'	123,7 (13)
C11—Pd2—C7'	101,5 (4)	C4'—C3'—C12'	113,7 (12)
C12—Pd2—C5'	103,1 (3)	C3'—C4'—C5'	113,0 (11)
C12—Pd2—C6'	131,8 (3)	Pd2—C5'—C4'	119,8 (9)
C12—Pd2—C7'	170,6 (4)	Pd2—C5'—C6'	69,0 (7)
C5'—Pd2—C6'	37,7 (4)	C4'—C5'—C6'	124,5 (11)
C5'—Pd2—C7'	68,2 (5)	Pd2—C6'—C1'	115,2 (8)
C6'—Pd2—C7'	38,9 (5)	Pd2—C6'—C5'	73,3 (7)
Pd1—C11—Pd2	73,9 (1)	Pd2—C6'—C7'	71,2 (7)
Pd1—C12—Pd2	73,9 (1)	C1'—C6'—C5'	120,1 (10)
C2—C1—C6	111,2 (9)	C1'—C6'—C7'	119,4 (10)
C2—C1—C11	112,9 (9)	C5'—C6'—C7'	119,0 (11)
C6—C1—C11	112,8 (9)	Pd2—C7'—C6'	69,7 (7)
C1—C2—C3	124,9 (11)	Pd2—C7'—C8'	111,1 (9)
C2—C3—C4	124,8 (12)	Pd2—C7'—C13'	108,0 (9)
C2—C3—C12	119,8 (12)	C6'—C7'—C8'	120,9 (11)
C4—C3—C12	115,3 (12)	C6'—C7'—C13'	121,0 (12)
C3—C4—C5	112,9 (11)	C8'—C7'—C13'	112,0 (11)
Pd1—C5—C4	119,4 (8)	C7'—C8'—C9'	112,6 (11)
Pd1—C5—C6	68,4 (6)	C8'—C9'—C10'	107,3 (16)
C4—C5—C6	123,9 (10)	C8'—C9'—C10''	112,8 (17)
Pd1—C6—C1	120,9 (7)	C9'—C10'—C11'	118,1 (20)
Pd1—C6—C5	72,1 (6)	C1'—C11'—C10'	106,9 (14)
Pd1—C6—C7	70,3 (6)	C1'—C11'—C14'	116,0 (15)
C1—C6—C5	121,8 (9)	C1'—C11'—C15'	110,1 (15)
C1—C6—C7	121,4 (9)	C1'—C11'—C10''	115,1 (17)
C5—C6—C7	116,3 (10)	C1'—C11'—C14''	109,2 (16)
Pd1—C7—C6	70,4 (6)	C1'—C11'—C15''	118,7 (20)
Pd1—C7—C8	118,7 (7)	C10''—C11'—C14'	113,8 (18)
Pd1—C7—C13	108,1 (7)	C10''—C11'—C15'	99,4 (17)
C6—C7—C8	118,8 (9)	C14'—C11'—C15'	109,3 (18)
C6—C7—C13	120,4 (10)	C10''—C11'—C14''	95,1 (20)
C8—C7—C13	113,2 (9)	C10''—C11'—C15''	105,8 (23)
C7—C8—C9	111,9 (10)	C14''—C11'—C15''	110,4 (23)
C8—C9—C10	114,8 (11)	C9'—C10''—C11'	114,6 (24)
C6—C1—C2—C3	-5,9 (10)	C3'—C4'—C5'—C6'	-11,3 (11)
C1—C2—C3—C4	0,9 (12)	C4'—C5'—C6'—C1'	2,5 (11)
C2—C3—C4—C5	2,9 (11)	C5'—C6'—C1'—C2'	5,7 (10)
C3—C4—C5—C6	-1,4 (10)	C1'—C2'—C3'—C12'	176,4 (18)

C4—C5—C6—C1	-4,0 (10)	C11'—C1'—C6'—C7'	72,2 (12)
C5—C6—C1—C2	7,1 (9)	C1'—C6'—C7'—C8'	-1,3 (11)
C1—C2—C3—C12	-179,7 (17)	C6'—C7'—C8'—C9'	-70,1 (13)
C11—C1—C6—C7	67,6 (10)	C7'—C8'—C9'—C10'	84,0 (17)
C1—C6—C7—C8	2,1 (9)	C8'—C9'—C10'—C11'	-68,1 (19)
C6—C7—C8—C9	-69,0 (11)	C9'—C10'—C11'—C1'	69,5 (19)
C7—C8—C9—C10	80,1 (12)	C10'—C11'—C1'—C6'	-83,7 (16)
C8—C9—C10—C11	-61,1 (12)	C7'—C8'—C9'—C10''	27,1 (16)
C9—C10—C11—C1	59,6 (12)	C8'—C9'—C10''—C11'	57,4 (21)
C10—C11—C1—C6	-79,2 (11)	C9'—C10''—C11'—C1'	-56,9 (21)
C5—C6—C7—C13	42,8 (10)	C10''—C11'—C1'—C6'	-29,0 (16)
C6'—C1'—C2'—C3'	-5,0 (11)	Pd1—C11—C12—Pd2	112,3 (2)
C1'—C2'—C3'—C4'	-4,4 (12)	C11—Pd1—Pd2—C11	119,4 (1)
C2'—C3'—C4'—C5'	12,2 (11)		

Cycle à sept chaînons du monomère lié à Pd2 désordonné (50%); conformation chaise ou bateau, C10' au dessus ou au dessous du plan des quatre atomes C1', C11', C8', C9' (C10', C14', C15' dédoublés en C10'', C14'' et C15''). Seuls les atomes de Pd et de Cl sont anisotropes. Pas d'atome d'hydrogène sur C9' et les atomes en désordre.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55656: 11 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: PA1026]

Références

- Bäckvall, J.-E. & Björkman, E. E. (1982). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 693–694.
- Cambridge Structural Database (1989). Version 3.4. Cambridge Crystallographic Data Centre, Univ. Chemical Laboratory, Lensfield Road, Cambridge, Angleterre.
- El Firdoussi, L., Benharref, A., Karim, A., Castanet, Y., Mortreux, A. & Petit, F. (1992). *J. Mol. Catal.* Sous presse.
- Hansson, S., Heumann, A., Rein, T. & Åkermark, B. (1990). *J. Org. Chem.* **55**, 975–984.
- Hendrickson, J. B. (1961). *J. Am. Chem. Soc.* **83**, 4537–4547.
- Hütter, P., Butters, T., Winter, W., Handschuh, D. & Voelter, W. (1982). *Justus Liebig's Ann. Chem.* pp. 1111–1120.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Joseph, T. C. & Dev, S. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 3841–3852.
- Larock, R. C., Song, H., Kim, S. & Jacobson, R. A. (1987). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 834–837.
- Minasyants, M. X. & Struchkov, Yu. T. (1971). *Arm. Khim. Zh.* **24**, 569–576.
- Riche, C. (1981). *PHIL. Program for Data Reduction for Philips PW1100 Diffractometer*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, France.
- Riche, C. (1983). *R3M*. Représentation et manipulation de modèles moléculaires. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, France.
- Riche, C. (1992). *ACTACIF*. Logiciel de préparation des fichiers CIF. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, France.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86*. Programme pour la solution des structures cristallines. Univ. de Göttingen, Allemagne.
- Soderberg, B. C., Åkermark, B. & Hall, S. S. (1988). *J. Org. Chem.* **53**, 2925–2937.
- Trost, B. M., Weber, L., Strege, P. E., Fullerton, T. J. & Dietsche, T. J. (1978). *J. Am. Chem. Soc.* **100**, 3416–3426.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 368–370

Structure of [N-(2-Mercaptophenyl)-4-oxo-2-pentylideneaminato-N,O,S]diphenyltin(IV)

ROSALINE C. OKECHUKWU

School of Chemical Sciences, Universiti Sains Malaysia, Minden, 11800 Penang, Malaysia

HOONG-KUN FUN

School of Physics, Universiti Sains Malaysia, Minden, 11800 Penang, Malaysia

SIANG-GUAN TEOH AND SOON-BENG TEO*

School of Chemical Sciences, Universiti Sains Malaysia, Minden, 11800 Penang, Malaysia

K. CHINNAKALI†

School of Physics, Universiti Sains Malaysia, Minden, 11800 Penang, Malaysia

(Received 11 May 1992; accepted 19 August 1992)

Abstract

The Sn atom adopts a five-coordinate distorted trigonal bipyramidal geometry with the N and phenyl C atoms C(6) and C(7) occupying equatorial positions, and O and S in axial positions. The Sn—S, Sn—N and Sn—O distances are 2.502 (1), 2.146 (2) and 2.128 (2) Å, respectively, while the O—Sn—S angle is 161.1 (1)°.

Comment

The reaction of diphenyltin(IV) chloride with 4-(2-benzothiazoliny)-2-pentanone results in the formation of the title compound. In this compound, the Sn atom displays a five-coordinate distorted trigonal bipyramidal arrangement in which the tridentate dianion binds to the Sn atom through the imine N atom, the S atom of the benzothiazoline ring and the O atom of the carbonyl group. The N atom of the ligand and the phenyl C atoms C(6) and C(7) are located at equatorial positions whereas the S and O atoms are at axial positions with an S—Sn—O angle of 161.1 (1)°. The dihedral angle between the two phenyl rings is 37.2 (1)°. The widening of the angle C(6)—Sn—C(7) [128.6 (1)°] is due to steric interactions between the two phenyl rings.

† Post Doctoral Research Fellow. Permanent address: Physics Division, Department of Chemical Engineering, AC Tech. Campus, Anna University, Madras 600025, India.