

C(1)	0,2563 (8)	0,5699 (7)	0,1725 (5)	0,0441
C(2)	0,1568 (8)	0,5527 (7)	0,0996 (5)	0,0486
C(3)	0,2115 (9)	0,6298 (8)	0,0039 (5)	0,0487
C(4)	0,4583 (8)	0,7630 (7)	-0,0532 (5)	0,0462
C(6)	0,7442 (8)	0,8330 (7)	0,1132 (5)	0,0462
C(7)	0,7610 (8)	0,8260 (8)	0,2145 (5)	0,0502
C(9)	0,531 (1)	0,7464 (9)	0,4707 (5)	0,0587
C(10)	0,389 (1)	0,699 (1)	0,4514 (5)	0,0576
C(11)	0,3720 (8)	0,6881 (8)	0,3520 (5)	0,0488
C(13)	0,3458 (8)	0,6927 (7)	0,0164 (4)	0,0429
C(14)	0,6075 (7)	0,7820 (7)	0,0849 (4)	0,0417
C(15)	0,6365 (7)	0,7735 (7)	0,2910 (5)	0,0422
C(16)	0,4991 (7)	0,7203 (6)	0,2680 (4)	0,0381
C(17)	0,4918 (7)	0,7169 (6)	0,1601 (4)	0,0359
OW	0,9096 (9)	0,893 (1)	0,4295 (6)	0,0875

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

Pt—Cl(1)	2,288 (1)	C(6)—C(14)	1,41 (1)
Pt—Cl(2)	2,312 (1)	C(7)—C(15)	1,401 (8)
Pt—Cl(3)	2,298 (2)	N(8)—C(9)	1,312 (9)
Pt—Cl(4)	2,302 (2)	N(8)—C(15)	1,361 (9)
C(1)—C(2)	1,39 (1)	C(9)—C(10)	1,38 (1)
C(1)—N(12)	1,349 (8)	C(10)—C(11)	1,36 (1)
C(2)—C(3)	1,374 (9)	C(11)—C(16)	1,413 (8)
C(3)—C(13)	1,38 (1)	N(12)—C(13)	1,420 (7)
C(4)—N(5)	1,33 (1)	N(12)—C(17)	1,405 (8)
C(4)—C(13)	1,359 (9)	C(14)—C(17)	1,391 (8)
N(5)—C(14)	1,393 (8)	C(15)—C(16)	1,399 (9)
C(6)—C(7)	1,35 (1)	C(16)—C(17)	1,430 (8)
Cl(1)—Pt—Cl(2)	176,19 (8)	C(1)—N(12)—C(17)	132,7 (5)
Cl(1)—Pt—Cl(3)	89,11 (6)	C(13)—N(12)—C(17)	119,8 (5)
Cl(1)—Pt—Cl(4)	90,45 (6)	C(3)—C(13)—C(4)	132,2 (6)
Cl(2)—Pt—Cl(3)	177,4 (1)	C(3)—C(13)—N(12)	107,6 (5)
Cl(2)—Pt—Cl(4)	91,07 (5)	C(4)—C(13)—N(12)	119,8 (6)
Cl(3)—Pt—Cl(4)	177,39 (6)	N(5)—C(14)—C(6)	118,4 (5)
C(2)—C(1)—N(12)	108,7 (5)	N(5)—C(14)—C(17)	120,3 (6)
C(1)—C(2)—C(3)	108,3 (6)	C(6)—C(14)—C(17)	121,3 (5)
C(2)—C(3)—C(13)	107,8 (6)	C(7)—C(15)—N(8)	118,0 (6)
N(5)—C(4)—C(13)	120,1 (6)	C(7)—C(15)—C(16)	123,4 (6)
C(4)—N(5)—C(14)	122,0 (6)	N(8)—C(15)—C(16)	118,6 (5)
C(7)—C(6)—C(14)	120,4 (6)	C(11)—C(16)—C(15)	117,3 (6)
C(6)—C(7)—C(15)	118,8 (7)	C(11)—C(16)—C(17)	125,7 (6)
C(9)—N(8)—C(15)	123,7 (7)	C(15)—C(16)—C(17)	116,8 (5)
N(8)—C(9)—C(10)	119,8 (7)	N(12)—C(17)—C(14)	116,9 (5)
C(9)—C(10)—C(11)	119,4 (7)	N(12)—C(17)—C(16)	124,2 (5)
C(10)—C(11)—C(16)	121,1 (7)	C(14)—C(17)—C(16)	118,8 (6)
C(1)—N(12)—C(13)	107,5 (5)		

Correction des facteurs de Lorentz-polarisation. Localisation des atomes non-H par les méthodes directes; affinement par la méthode des moindres carrés avec *CRYSTALS* (Carruthers & Watkin, 1986); paramètres affinés: coordonnées  $x, y, z$  de tous les atomes, paramètres thermiques anisotropes des atomes non-H, facteur d'agitation thermique général  $U$  affecté aux atomes d'H. Calcul des angles dièdres avec le programme *BEST PLANES* (Ito & Sugawara, 1983). Dessins de la structure à l'aide du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène des distances et angles des atomes d'hydrogène et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71416: 20 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: DU1041]

## Références

- Abrams, M. J., Picker, D. H., Fackler, P. H., Lock, C. I. L., Howard-Lock, H. E., Faggiani, R., Teicher, B. A. & Richmond, R. C. (1986). *Inorg. Chem.* **25**, 3980–3983.

- Carruthers, B. & Watkin, D. J. (1986). *CRYSTALS*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. d'Oxford, Angleterre.  
 Delafontaine, J. M., Toffoli, P., Khodadad, P. & Rodier, N. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1376–1378.  
 Ito, T. & Sugawara, Y. (1983). *BEST-PLANES Program*. 3ième version. Institut de Recherche en Physique et Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.  
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 Viossat, B., Nguyen-Huy Dung, Daran, J. C., Lancelot, J. C. & Robba, M. (1988). *Aust. J. Chem.* **41**, 971–977.

*Acta Cryst.* (1994). **C50**, 211–214

## Dichloro(2,5-diphényl-3,4-di-2-pyridyl-1H-pyrrole- $N, N'$ )cobalt(II)

B. VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale, UFR de Médecine et de Pharmacie, Université de Poitiers, 34 Rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Chimie Physique, Minérale et Bioinorganique, Faculté de Pharmacie, Université Paris Sud, Rue Jean-Baptiste Clément, 92296 Chatenay-Malabry CEDEX, France

J. LEHUEDE ET J. M. VIERFOND

Laboratoire de Chimie Organique, UFR de Médecine et de Pharmacie, Université de Poitiers, 34 Rue du Jardin des Plantes, 86034 Poitiers CEDEX, France

(Reçu le 26 février 1993, accepté le 9 juillet 1993)

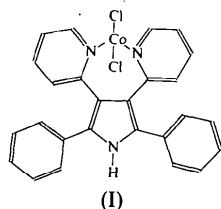
## Abstract

The title complex dichloro[2,2'-(2,5-diphenyl-3,4-pyrrolediyl)dipyridine- $N, N'$ ]cobalt(II),  $[\text{CoCl}_2(\text{C}_{26}\text{H}_{19}\text{N}_3)]$ , has been prepared in ethanol solution. The metal centre is coordinated in a distorted tetrahedral configuration to two Cl ions and to the N(13) and N(7) donor atoms of the  $\text{C}_{26}\text{H}_{19}\text{N}_3$  ligand (PPP) which acts bidentately. The coordination angles lie between 95.1 (3) and 115.7 (3)°, the smallest being N(13)—Co—N(7). Although each ring of the PPP ligand is almost planar within experimental error, the whole ligand is not, as shown by the value of the dihedral angle [83.5 (4)°] between the two pyridine mean planes  $P2$  and  $P3$ .

### Commentaire

La structure du 2,5-diphényl-3,4-di-2-pyrazinylpyrrole que nous avons décrite par ailleurs (Viostat, Rodier, Lehuède & Vierfond, 1986) permet d'envisager, grâce aux atomes N(7) et N(13) des cycles pyraziniques, une complexation avec des éléments 3d comme Co, Cu ou Zn. Nous avons cherché à synthétiser de nouveaux composés formés entre les ions de ces oligoéléments et la molécule organique dans le but de mettre en évidence des propriétés pharmacologiques éventuelles. Les difficultés rencontrées dans la préparation de tels complexes nous ont incités à choisir une molécule analogue (Lehuède & Vierfond, 1990) dans laquelle les deux noyaux pyraziniques ont été remplacés par des noyaux 2-pyridiniques avec conservation des positions des atomes N(7) et N(13) indispensables à la chélation.

La réaction du chlorure de cobalt(II) hexahydraté avec le PPP en solution éthanolique dans un rapport ligand/Co<sup>II</sup> = 1/2 conduit par chauffage à la formation d'un précipité de dichloro(2,5-diphényl-3,4-di-2-pyridyl-1*H*-pyrrole-*N,N'*)cobalt(II), (I). Celui-ci a été redissous à chaud dans un mélange équimolaire de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH et CH<sub>3</sub>CN. Les cristaux obtenus par évaporation lente de cette solution sont de couleur bleue.



Le complexe cité en titre est constitué d'entités monomères discrètes. L'atome de Co est lié à deux atomes de Cl et au ligand PPP par l'intermédiaire des deux atomes de N des cycles pyridiniques, il présente une coordination tétraédrique déformée. La distorsion résulte de la présence du ligand bidentate, comme le montre la valeur de l'angle N(13)—Co—N(7) 95,1 (3)°. Les distances Co—N sont conformes aux valeurs tabulées dans la littérature (Orpen *et al.*, 1989). L'environnement du Co est tout à fait comparable à celui décrit par Davies *et al.* (1988) dans le complexe (TEED)CoCl<sub>2</sub> où TEED désigne la *N,N,N',N'*-tétraéthylènediamine. Dans les deux cas, bien qu'il s'agisse d'atomes terminaux, les deux distances Co—Cl sont significativement différentes, l'écart allant jusqu'à 0,08 (3) Å dans le complexe cité en titre. Cette différence ne semble pas devoir s'expliquer par la présence de facteurs électroniques ou stériques.

Conformation du ligand: les cinq cycles constituant la molécule de PPP sont tous plans. Pour chacun d'eux, les distances des atomes au plan

moyen correspondant sont de l'ordre des incertitudes; les angles entre le plan *P*<sub>1</sub> du cycle pyrrole et les plans *P*<sub>2</sub>, *P*<sub>3</sub>, *P*<sub>4</sub> et *P*<sub>5</sub> des autres cycles sont compris entre 28,7 (4) et 61,8 (4)°. L'angle entre les plans des deux noyaux de pyridine est égal à 83,5 (4)°. La géométrie de ce ligand est proche de celle rencontrée dans le 2,5-diphényl-3,4-di-2-pyrazinylpyrrole (Viostat *et al.*, 1986) dans lequel les atomes N(10) et N(16) remplacent les atomes C(10) et C(16). Ceci entraîne comme conséquence un raccourcissement des longueurs de liaisons homologues. La géométrie des cycles pyridiniques est tout à fait comparable à celle rencontrée dans le *trans*-dichlorobis(pyridine)palladium(II) (Viostat, Nguyen-Huy & Robert, 1993).

Ainsi la chélation du chlorure de cobalt(II) par le ligand PPP n'entraîne pas de changements significatifs dans sa conformation. La cohésion cristalline est

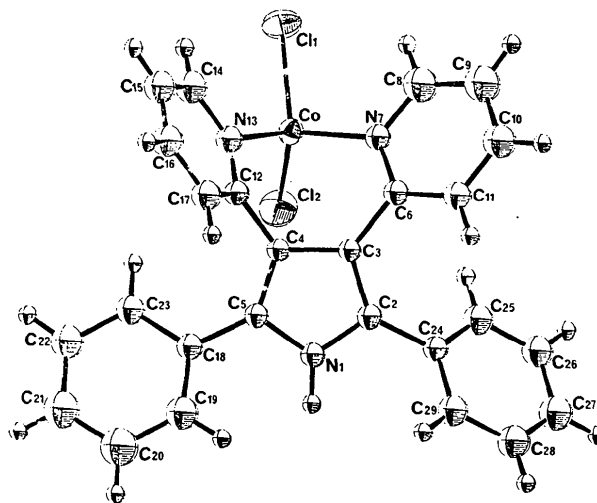


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

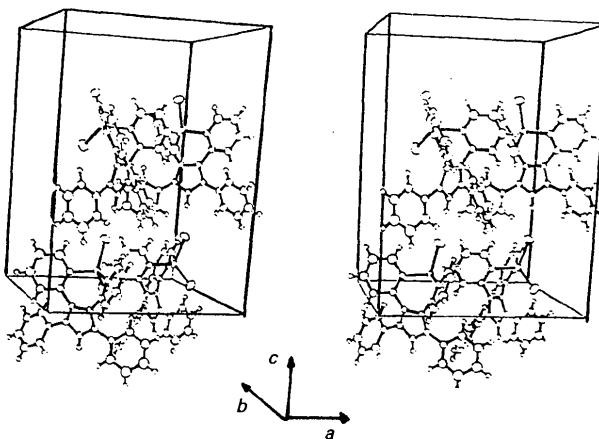


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la moitié du contenu de la maille: les motifs générés par la centrosymétrie n'ont pas été représentés.

seulement assurée par trois contacts de van der Waals (inférieurs à 3,60 Å) dont le plus court vaut 3,386 (9) Å.

**Partie expérimentale**

*Données cristallines*

[CoCl<sub>2</sub>(C<sub>26</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>)]

*M<sub>r</sub>* = 503,30

Orthorhombique

*Pcab*

*a* = 14,810 (5) Å

*b* = 15,610 (4) Å

*c* = 19,757 (6) Å

*V* = 4568 (2) Å<sup>3</sup>

*Z* = 8

*D<sub>x</sub>* = 1,46 Mg m<sup>-3</sup>

*D<sub>m</sub>* = 1,49 Mg m<sup>-3</sup>

(flottement dans CHCl<sub>3</sub>)

*Collection des données*

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4

Balayage ω/2θ

Correction d'absorption: aucune

3956 réflexions mesurées (uniques)

3956 réflexions indépendantes

1166 réflexions observées [*I* > 3σ(*I*)]

*Affinement*

Affinement basé sur les *F*

*R* = 0,048

*wR* = 0,052

*S* = 1,1

1166 réflexions

144 paramètres

*w* = 1

(Δ/σ)<sub>max</sub> = 0,07

Mo *K*α radiation

λ = 0,71073 Å

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions

θ = 10–11°

μ = 1,00 mm<sup>-1</sup>

*T* = 293 K

Parallélépipède

0,34 × 0,28 × 0,22 mm

Bleue

Source du cristal: synthèse

θ<sub>max</sub> = 25°

*h* = 0 → 18

*k* = 0 → 18

*l* = 0 → 24

3 réflexions de référence mesurées toutes les 100 réflexions

variation d'intensité: 1%

C(14)	0,1943 (9)	-0,0606 (8)	0,6638 (6)	0,043 (3)
C(15)	0,2003 (9)	-0,1498 (8)	0,6560 (6)	0,044 (3)
C(16)	0,2365 (9)	-0,1828 (7)	0,5985 (6)	0,043 (3)
C(17)	0,2660 (8)	-0,1264 (8)	0,5486 (5)	0,039 (3)
C(18)	0,1888 (8)	-0,0176 (7)	0,4058 (5)	0,029 (3)
C(19)	0,1926 (9)	-0,0345 (8)	0,3386 (6)	0,043 (3)
C(20)	0,121 (1)	-0,0694 (9)	0,3017 (7)	0,061 (4)
C(21)	0,042 (1)	-0,0911 (9)	0,3364 (7)	0,056 (4)
C(22)	0,0379 (9)	-0,0791 (8)	0,4046 (6)	0,047 (4)
C(23)	0,1082 (9)	-0,0402 (7)	0,4399 (6)	0,035 (3)
C(24)	0,4477 (8)	0,1779 (7)	0,4227 (6)	0,026 (3)
C(25)	0,4666 (8)	0,2500 (8)	0,4581 (6)	0,038 (3)
C(26)	0,5234 (9)	0,3113 (8)	0,4320 (6)	0,042 (3)
C(27)	0,5631 (9)	0,3007 (8)	0,3702 (7)	0,049 (3)
C(28)	0,5457 (9)	0,2264 (8)	0,3350 (6)	0,046 (4)
C(29)	0,4869 (8)	0,1653 (7)	0,3602 (6)	0,038 (3)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Co—Cl(1)	2,270 (3)	C(9)—C(10)	1,36 (2)
Co—Cl(2)	2,191 (3)	C(10)—C(11)	1,38 (2)
Co—N(7)	2,037 (8)	C(12)—C(17)	1,39 (1)
Co—N(13)	2,010 (8)	C(14)—C(15)	1,40 (2)
N(1)—C(2)	1,36 (1)	C(15)—C(16)	1,36 (2)
N(1)—C(5)	1,38 (1)	C(16)—C(17)	1,39 (1)
N(7)—C(6)	1,35 (1)	C(18)—C(19)	1,35 (1)
N(7)—C(8)	1,34 (1)	C(18)—C(23)	1,41 (2)
N(13)—C(12)	1,35 (1)	C(19)—C(20)	1,40 (2)
N(13)—C(14)	1,35 (1)	C(20)—C(21)	1,39 (2)
C(2)—C(3)	1,40 (1)	C(21)—C(22)	1,36 (2)
C(2)—C(24)	1,48 (1)	C(22)—C(23)	1,39 (2)
C(3)—C(4)	1,43 (1)	C(24)—C(25)	1,36 (2)
C(3)—C(6)	1,47 (1)	C(24)—C(29)	1,38 (2)
C(4)—C(5)	1,38 (1)	C(25)—C(26)	1,37 (2)
C(4)—C(12)	1,47 (1)	C(26)—C(27)	1,36 (2)
C(5)—C(18)	1,44 (2)	C(27)—C(28)	1,38 (2)
C(6)—C(11)	1,39 (1)	C(28)—C(29)	1,38 (2)
C(8)—C(9)	1,40 (2)		
Cl(2)—Co—Cl(1)	112,2 (1)	C(9)—C(8)—N(7)	123,5 (12)
N(7)—Co—Cl(1)	108,1 (3)	C(10)—C(9)—C(8)	116,3 (13)
N(7)—Co—Cl(2)	115,7 (3)	C(11)—C(10)—C(9)	122,2 (11)
N(13)—Co—Cl(1)	108,6 (3)	C(10)—C(11)—C(6)	118,1 (11)
N(13)—Co—Cl(2)	115,7 (3)	C(4)—C(12)—N(13)	118,0 (9)
N(13)—Co—N(7)	95,1 (3)	C(17)—C(12)—N(13)	121,7 (10)
C(5)—N(1)—C(2)	112,3 (9)	C(17)—C(12)—C(4)	120,3 (10)
C(6)—N(7)—Co	122,0 (7)	C(15)—C(14)—N(13)	122,6 (12)
C(8)—N(7)—Co	119,0 (8)	C(16)—C(15)—C(14)	119,5 (12)
C(8)—N(7)—C(6)	118,9 (9)	C(17)—C(16)—C(15)	118,4 (10)
C(12)—N(13)—Co	118,6 (7)	C(16)—C(17)—C(12)	120,1 (11)
C(14)—N(13)—Co	122,3 (8)	C(19)—C(18)—C(5)	121,3 (12)
C(14)—N(13)—C(12)	117,7 (9)	C(23)—C(18)—C(5)	121,8 (10)
C(3)—C(2)—N(1)	105,9 (9)	C(23)—C(18)—C(19)	117,0 (12)
C(24)—C(2)—N(1)	121,2 (9)	C(20)—C(19)—C(18)	123,6 (14)
C(24)—C(2)—C(3)	132,8 (10)	C(21)—C(20)—C(19)	118,2 (13)
C(4)—C(3)—C(2)	107,9 (9)	C(22)—C(21)—C(20)	119,7 (15)
C(6)—C(3)—C(2)	124,2 (10)	C(23)—C(22)—C(21)	121,3 (14)
C(6)—C(3)—C(4)	127,9 (10)	C(22)—C(23)—C(18)	120,0 (11)
C(5)—C(4)—C(3)	107,5 (9)	C(25)—C(24)—C(2)	121,0 (10)
C(12)—C(4)—C(3)	127,3 (10)	C(29)—C(24)—C(2)	119,3 (10)
C(12)—C(4)—C(5)	124,6 (10)	C(29)—C(24)—C(25)	119,6 (11)
C(4)—C(5)—N(1)	106,4 (10)	C(26)—C(25)—C(24)	120,8 (11)
C(18)—C(5)—N(1)	120,5 (9)	C(27)—C(26)—C(25)	120,9 (12)
C(18)—C(5)—C(4)	133,1 (10)	C(28)—C(27)—C(26)	118,3 (12)
C(3)—C(6)—N(7)	117,1 (9)	C(29)—C(28)—C(27)	121,1 (12)
C(11)—C(6)—N(7)	121,1 (10)	C(28)—C(29)—C(24)	119,3 (11)
C(11)—C(6)—C(3)	121,8 (10)		

Correction des facteurs de Lorentz-polarisation. Localisation des atomes non-H par les méthodes directes; affinement par la méthode des moindres carrés avec *CRYSTALS* (Carruthers & Watkin, 1986); paramètres affinés: coordonnés *x*, *y*, *z* des atomes non-H, facteurs d'agitation thermique anisotrope des atomes Co, Cl(1) et Cl(2) et isotrope des atomes N et C; facteurs d'agitation thermique *U* des atomes d'H [ceux des atomes porteurs augmentés de 0,005 pour H(N) et de 0,01 Å<sup>2</sup> pour H(C)]. Calcul

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> <sub>eq</sub> † ou <i>U</i> <sub>iso</sub>
Co	0,2422 (1)	0,12006 (9)	0,63549 (7)	0,0268†
Cl(1)	0,2031 (2)	0,1461 (2)	0,7447 (2)	0,0447†
Cl(2)	0,1763 (3)	0,2086 (2)	0,5651 (2)	0,0519†
N(1)	0,3188 (6)	0,0791 (5)	0,4068 (4)	0,026 (2)
N(7)	0,3795 (5)	0,1155 (6)	0,6301 (4)	0,027 (2)
N(13)	0,2241 (5)	-0,0052 (5)	0,6163 (4)	0,030 (2)
C(2)	0,3816 (7)	0,1146 (7)	0,4484 (5)	0,026 (3)
C(3)	0,3673 (7)	0,0783 (7)	0,5121 (5)	0,023 (3)
C(4)	0,2922 (7)	0,0215 (6)	0,5070 (5)	0,023 (3)
C(5)	0,2632 (8)	0,0228 (6)	0,4405 (5)	0,025 (2)
C(6)	0,4233 (7)	0,0964 (7)	0,5721 (5)	0,028 (3)
C(8)	0,4279 (9)	0,1349 (9)	0,6851 (7)	0,051 (4)
C(9)	0,5222 (9)	0,1355 (9)	0,6863 (7)	0,055 (4)
C(10)	0,5643 (8)	0,1172 (8)	0,6269 (6)	0,048 (3)
C(11)	0,5170 (8)	0,0964 (7)	0,5690 (6)	0,034 (4)
C(12)	0,2594 (8)	-0,0384 (6)	0,5587 (5)	0,027 (2)

des angles dièdres avec le programme *BEST PLANES* (Ito & Sugawara, 1983). Dessins de la structure à l'aide du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène et des plans moyens, ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71483: 16 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: PA1052]

## Références

- Carruthers, B. & Watkin, D. W. J. (1986). *CRYSTALS*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. d'Oxford, Angleterre.
- Davies, G., El-Kady, N., Onan, K. D., Shomaly, W., El-Sayed, M. A. & El-Toukhy, A. (1988). *Inorg. Chim. Acta*, **149**, 21–30.
- Ito, T. & Sugawara, Y. (1983). *Best Plane Program*, 3ième version. Institut de Recherche en Physique et Chimie, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Lehuede, J. & Vierfond, J.-M. (1990). Communication aux quatrièmes journées de pharmacochimie de Caen, France.
- Orpen, A. G., Brammer, L., Allen, H. F., Kennard, O., Watson, D. G. & Taylor, R. (1989). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **12**, S1–S83.
- Viostat, B., Rodier, N., Lehuede, J. & Vierfond, J.-M. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 227–230.
- Viostat, B., Nguyen-Huy, D. & Robert, F. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 84–85.

*Acta Cryst.* (1994). **C50**, 214–217

## [2,3-Bis(3,4-dimethoxyphenyl)-3-oxopropanalato-O,O']difluoroboron(III)

ROLF STOMBERG

Department of Inorganic Chemistry,  
Chalmers University of Technology and  
University of Göteborg, S-41296 Göteborg, Sweden

SHIMING LI AND KNUT LUNDQUIST

Department of Organic Chemistry,  
Chalmers University of Technology and  
University of Göteborg, S-41296 Göteborg, Sweden

(Received 24 March 1993; accepted 21 July 1993)

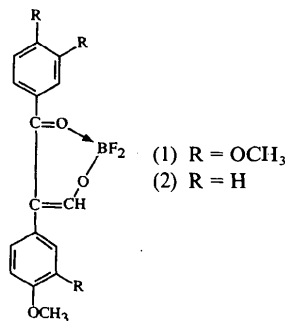
### Abstract

In the title compound, C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>BF<sub>2</sub>O<sub>6</sub> (1), boron is tetrahedrally coordinated to two F atoms and to the two O atoms of the bidentate 2,3-bis(3,4-dimethoxy-

phenyl)-3-oxopropanalato ligand. Average B—O and B—F bond distances are 1.478 (12) and 1.337 (7) Å, respectively. The 3-oxopropanalato group is planar to within 0.05 Å and the B atom is displaced by only 0.13 Å from this plane.

### Comment

Certain difluoroboron complexes of 1,3-dicarbonyl compounds are of interest as intermediates in the synthesis of lignin model compounds (Kristersson & Lundquist, 1980; Ahvonen, Brunow, Kristersson & Lundquist, 1983; Ralph, Ede, Robinson & Main, 1987; Stomberg & Lundquist, 1991; Li, Lundquist & Stomberg, 1993). A recent synthesis of a naturally occurring flavonolignan also proceeded *via* such a difluoroboron complex (Tanaka, Hiroo, Ichino & Ito, 1989). Similar difluoroboron complexes are intermediates in the synthesis of 1,3-diketones by boron trifluoride catalysed acylation of ketones (Sagredos, 1966). Some difluoroboron complexes of 1,3-dicarbonyl compounds exhibit interesting photochemical properties (Chow, Cheng & Johansson, 1991; Chow & Cheng, 1991). This paper describes the crystal structure of the difluoroboron complex (1). The compound was synthesized (Li, Lundquist & Stomberg, 1993) by treatment of *trans*-1,3-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-2,3-epoxy-1-propanone with boron trifluoride etherate according to a method used by House & Ryerson (1961) for the preparation of analogous compounds. The compound was crystallized from benzene (m.p. 444–446 K).



The structure was solved initially using room-temperature data [collected by a Syntex P2<sub>1</sub> diffractometer (Cu K $\alpha$  radiation);  $a = 8.832$  (1),  $b = 19.247$  (3),  $c = 11.057$  (1) Å,  $\beta = 92.08$  (1)°,  $V = 1878.3$  (4) Å<sup>3</sup>]. The F atoms showed very large thermal anisotropy. To diminish the thermal motions a new data set was collected at 133 K and this has been used to derive the results presented here.

A perspective view of the molecule is shown in Fig. 1. Boron is tetrahedrally coordinated to two F atoms and to the two O atoms of the bidentate 2,3-bis(3,4-dimethoxyphenyl)-3-oxopropanalato ligand. The mean bond angle at boron is 109.5 (10)°.