

3770 reflections  
266 parameters  
H atoms riding on parent atoms

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0.339 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0.192 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
Atomic scattering factors from *SHELXL93* (Sheldrick, 1993)

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates, complete geometry and least-squares-planes data have been deposited with the IUCr (Reference: VJ1023). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

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

	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
N(1)	0.2198 (2)	0.3973 (2)	0.5828 (1)	0.052 (1)
N(2)	-0.3518 (2)	0.4263 (2)	0.5537 (1)	0.063 (1)
C(3)	-0.2912 (3)	0.5793 (3)	0.5655 (2)	0.061 (1)
C(3A)	-0.1181 (2)	0.6553 (2)	0.6022 (1)	0.050 (1)
C(4)	0.0143 (2)	0.8077 (2)	0.6316 (1)	0.052 (1)
S(4)	-0.0266 (1)	0.9665 (1)	0.6251 (1)	0.074 (1)
C(S4)	0.1731 (4)	1.1298 (3)	0.6667 (2)	0.095 (1)
N(5)	0.1670 (2)	0.8285 (2)	0.6654 (1)	0.054 (1)
C(6)	0.1871 (2)	0.6973 (2)	0.6713 (1)	0.049 (1)
S(6)	0.3950 (1)	0.7464 (1)	0.7194 (1)	0.065 (1)
C(S6)	0.3849 (3)	0.5562 (3)	0.7172 (2)	0.069 (1)
N(7)	0.0743 (2)	0.5481 (2)	0.6465 (1)	0.048 (1)
C(7A)	-0.0780 (2)	0.5332 (2)	0.6122 (1)	0.045 (1)
C(8)	-0.2413 (3)	0.2386 (2)	0.5801 (2)	0.057 (1)
C(9)	-0.3672 (3)	0.1468 (2)	0.6317 (2)	0.070 (1)
C(10)	-0.3419 (3)	0.2333 (3)	0.7375 (2)	0.077 (1)
N(1')	-0.1751 (3)	0.2977 (2)	0.8019 (1)	0.073 (1)
N(2')	-0.1037 (4)	0.2018 (3)	0.8212 (2)	0.097 (1)
C(3')	0.0457 (5)	0.2939 (4)	0.8776 (2)	0.094 (1)
C(3'A)	0.0809 (3)	0.4546 (3)	0.8969 (2)	0.066 (1)
C(4')	0.2108 (3)	0.6056 (3)	0.9443 (2)	0.062 (1)
S(4')	0.4018 (1)	0.6248 (1)	1.0074 (1)	0.101 (1)
C(S4')	0.5287 (3)	0.8342 (5)	1.0370 (3)	0.111 (1)
N(5')	0.1881 (2)	0.7315 (2)	0.9415 (1)	0.054 (1)
C(6')	0.0357 (2)	0.7084 (2)	0.8917 (1)	0.044 (1)
S(6')	0.0253 (1)	0.8858 (1)	0.9001 (1)	0.052 (1)
C(S6')	-0.1887 (2)	0.8208 (2)	0.8450 (2)	0.056 (1)
N(7')	-0.0965 (2)	0.5743 (2)	0.8426 (1)	0.048 (1)
C(7'A)	-0.0671 (3)	0.4499 (2)	0.8464 (1)	0.056 (1)

Table 2. Selected torsion angles ( $^\circ$ )

C7A—N1—C8—C9	130.1 (2)	C8—C9—C10—N1'	-49.5 (3)
N2—N1—C8—C9	-49.7 (3)	C9—C10—N1'—N2'	-57.7 (3)
N1—C8—C9—C10	-50.0 (3)	C9—C10—N1'—C7'A	119.0 (2)

Data were processed using the *BRANDX* and *DATRD2* routines of the *NRCVAX* program package (Gabe, Le Page, Charland, Lee & White, 1989). The structure was solved by direct methods using *SHELXS86* (Sheldrick, 1990) and refined anisotropically for the non-H atoms by full-matrix least-squares methods using *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). All H atoms were placed in geometrically idealized positions. Six reflections (most disagreeable,  $\Delta F^2/\sigma > 5.0$ ) were suppressed during the last cycles of refinement. Geometrical calculations were performed using *SHELXL93* and the *ORTEP* (Johnson, 1965) and *PLUTO* (Motherwell & Clegg, 1978) plots were produced with the aid of *NRCVAX*. All calculations were performed on a PC/AT 486DX computer.

We thank Dr P. K. Bharadwaj for allowing us to collect data using the National Facility for Single Crystal X-ray Diffraction at IIT, Kanpur. PRM is grateful to Dr V. P. Kamboj, Director, CDRI, for supporting the establishment of the X-ray crystallographic facility at CDRI. GB and TC thank CSIR (India) for their Research Associateship and Senior Research Fellowship, respectively.

## References

- Avasthi, K., Chandra, T. & Bhakuni, D. S. (1995). *Indian J. Chem.* In the press.
- Avasthi, K., Garg, N., Chandra, T., Bhakuni, D. S., Gupta, P. P. & Srimal, R. C. (1993). *Eur. J. Med. Chem.* **28**, 585–591.
- Browne, D. T., Fisinger, J. & Leonard, N. J. (1968). *J. Am. Chem. Soc.* **90**, 7302–7323.
- Elion, G. B. (1978). *Handb. Exp. Pharmacol.* **51**, 485.
- Frank, J. K. & Paul, J. C. (1973). *J. Am. Chem. Soc.* **95**, 2324–2332.
- Gabe, E. J., Le Page, Y., Charland, J.-P., Lee, F. L. & White, P. S. (1989). *J. Appl. Cryst.* **22**, 384–387.
- Garg, N., Avasthi, K. & Bhakuni, D. S. (1989). *Synthesis*, pp. 876–878.
- Hupe, D. J. (1986). *Ann. Rep. Med. Chem.* **21**, 247–255.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Leonard, N. J. (1979). *Acc. Chem. Res.* **12**, 423–429.
- Motherwell, W. D. S. & Clegg, W. (1978). *PLUTO. Program for Plotting Molecular and Crystal Structures*. Univ. of Cambridge, England.
- Rosen, L. S. & Hybl, A. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 952–960.
- Seyama, F., Akahori, K., Sakata, Y., Misumi, S., Aida, M. & Nagata, C. (1988). *J. Am. Chem. Soc.* **110**, 2192–2201.
- Sheldrick, G. M. (1990). *J. Appl. Cryst.* **A46**, 467–473.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. of Göttingen, Germany.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 2455–2458

## 5-(2,6,6-Triméthyl-2-cyclohexen-1-yl)-3-[2-(2,6,6-triméthyl-2-cyclohexen-1-yl)-éthényl]-2-cyclohexen-1-one

DARIA GINDEROW

*Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie, URA 09 CNRS, Université Pierre et Marie Curie, T16, 4 place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05, France*

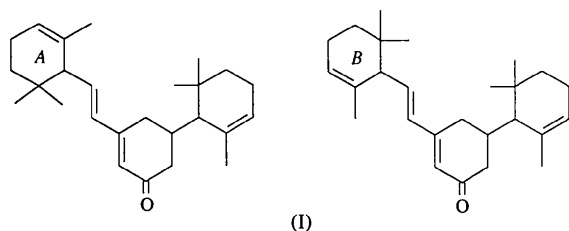
(Reçu le 28 octobre 1994, accepté le 17 mai 1995)

## Abstract

5-(2,6,6-Trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)-3-[2-(2,6,6-trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)vinyl]-2-cyclohexen-1-one,  $\text{C}_{26}\text{H}_{38}\text{O}$ , is a disubstituted 2-cyclohexenone. The cyclohexene ring of the 2,6,6-trimethyl-2-cyclohexen-1-ylvinyl substituent is disordered. There are two conformations with equal occupancies of the sites.

### Commentaire

La molécule est représentative d'une série de rétinoides (Andriamialisoa, Giraud & Valla, 1995), elle est composée d'un groupement 2-cyclohexène-1-one auquel sont reliés deux groupements triméthyl cyclohexène, l'un sur l'atome C5, l'autre par l'intermédiaire d'un groupement éthényle, sur l'atome C3. Ce groupement triméthyl cyclohexène est désordonné, il présente deux conformations possibles avec une occupation égale des sites. Manifestement, aucun effet stérique n'empêche le groupement triméthyl cyclohexénique de se placer avec la double liaison d'un côté ou de l'autre par rapport à la chaîne éthényle bien que cela entraîne une répartition différente des groupements méthyle (I). Les distances



sont conformes à celles trouvées habituellement pour ces composés (Fig. 1 et 2). Le plan moyen calculé avec les atomes O, C1, C2, C3, C4, C6 et C7 dont l'écart maximum est pour C2 de 0,060 (3) Å est presque perpendiculaire au plan moyen passant par les atomes C9, C10, C13 et C14 [angle de 89,7 (1)°]. Ce même plan moyen (O, C1, C2, C3, C4, C6 et C7) donne des valeurs différentes d'angles par rapport aux deux conformations de cycle, soit 98,0 (7)° pour les atomes formant le plan moyen du cycle A (C9A, C10A, C13A, C14A) et 87,7 (6)° pour les atomes du plan moyen du

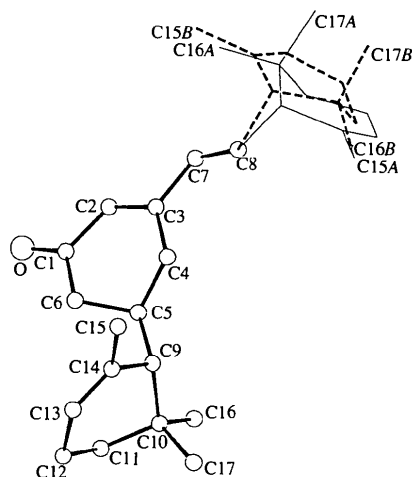


Fig. 1. Désignation des atomes. Représentation de deux molécules, l'une composée du cycle A en traits fins, l'autre du cycle B en traits hachurés.

cycle B (C9B, C10B, C13B, C14B). De même le plan moyen formé par les atomes C9, C10, C13 et C14 fait un angle de 103,7 (5)° avec le plan moyen passant par les atomes du cycle A et un angle de 113,3 (9)° avec ceux du cycle B. La cohésion cristalline est assurée par les contacts de van der Waals avec la distance intermoléculaire la plus courte pour: C16—H16B...O<sup>i</sup>, 2,61 (4) Å et un angle de 152 (4)° [code de symétrie: (i) 2 - x, 1 - y, 1 - z].

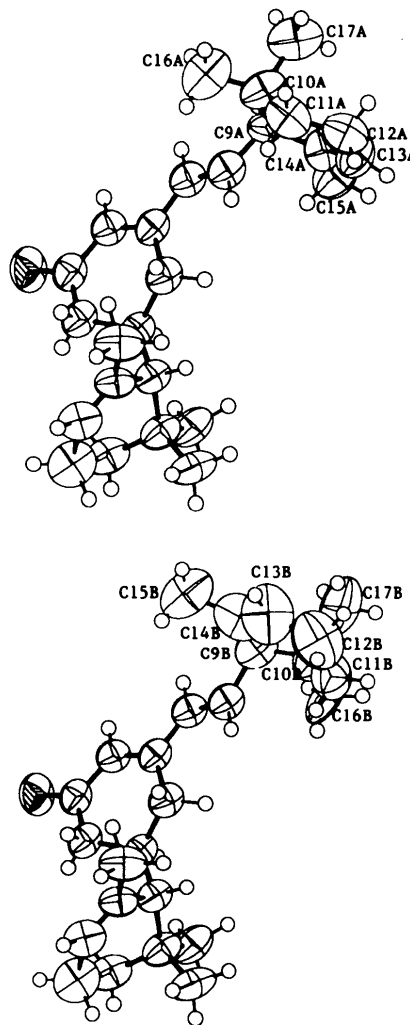


Fig. 2. Représentation du désordre. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

### Partie expérimentale

#### Données cristallines

C<sub>26</sub>H<sub>38</sub>O  
M<sub>r</sub> = 366,56

Cu K $\alpha$  radiation  
 $\lambda$  = 1,5418 Å

Triclinique  
 $P\bar{1}$   
 $a = 13,877$  (6) Å  
 $b = 10,446$  (4) Å  
 $c = 8,109$  (3) Å  
 $\alpha = 79,72$  (3)°  
 $\beta = 97,26$  (4)°  
 $\gamma = 93,14$  (4)°  
 $V = 1146,7$  (8) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 2$   
 $D_x = 1,062$  Mg m<sup>-3</sup>

Paramètres de la maille à  
l'aide de 25 réflexions  
 $\theta = 16,18-26,62^\circ$   
 $\mu = 0,465$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 293$  (2) K  
Prismatique  
 $0,75 \times 0,60 \times 0,50$  mm  
Incolore  
Source du cristal: cristallisé  
dans le méthanol

C13A	0.5	1,5179 (8)	0,3237 (12)	-0,0505 (13)	0,101 (3)
C14A	0.5	1,4472 (9)	0,2629 (12)	0,0261 (14)	0,082 (4)
C15A	0.5	1,463 (2)	0,216 (2)	0,2158 (12)	0,114 (5)
C16A	0.5	1,2359 (10)	0,291 (2)	-0,332 (3)	0,127 (6)
C17A	0.5	1,3788 (8)	0,1492 (8)	-0,2888 (11)	0,126 (3)
C9B	0.5	1,3238 (11)	0,247 (2)	-0,095 (2)	0,097 (4)
C10B	0.5	1,4345 (14)	0,2347 (15)	-0,048 (2)	0,135 (5)
C11B	0.5	1,4853 (11)	0,3503 (15)	-0,145 (2)	0,146 (5)
C12B	0.5	1,4610 (14)	0,365 (2)	-0,334 (2)	0,196 (7)
C13B	0.5	1,3582 (11)	0,3290 (17)	-0,3875 (17)	0,164 (5)
C14B	0.5	1,2955 (13)	0,276 (2)	-0,286 (2)	0,119 (5)
C15B	0.5	1,1899 (12)	0,253 (2)	-0,346 (3)	0,146 (6)
C16B	0.5	1,4578 (15)	0,229 (3)	0,141 (2)	0,149 (6)
C17B	0.5	1,4646 (8)	0,1075 (10)	-0,0914 (16)	0,150 (4)

## Collection des données

Diffractomètre Philips  
PW1100  
Balayage *flying stepscan*  
(Logiciel Philips)  
Pas de correction  
d'absorption  
2287 réflexions mesurées  
2088 réflexions  
indépendantes  
1923 réflexions observées  
 $|I| > 3\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0,0579$   
 $\theta_{\text{max}} = 47,49^\circ$   
 $h = -16 \rightarrow 15$   
 $k = -11 \rightarrow 12$   
 $l = 0 \rightarrow 9$   
3 réflexions de référence  
fréquence: 60 min  
variation d'intensité:  
<2,5%

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

O—C1	1,231 (4)	C14—C15	1,519 (5)
C1—C2	1,443 (5)	C9A—C14A	1,54 (2)
C1—C6	1,492 (5)	C9A—C10A	1,54 (2)
C2—C3	1,347 (5)	C10A—C11A	1,49 (2)
C3—C7	1,455 (5)	C10A—C16A	1,50 (2)
C3—C4	1,491 (5)	C10A—C17A	1,54 (2)
C4—C5	1,527 (5)	C11A—C12A	1,51 (2)
C5—C6	1,510 (5)	C12A—C13A	1,514 (13)
C5—C9	1,542 (5)	C13A—C14A	1,303 (15)
C7—C8	1,322 (5)	C14A—C15A	1,521 (14)
C8—C9A	1,44 (2)	C9B—C14B	1,53 (2)
C8—C9B	1,59 (2)	C9B—C10B	1,54 (2)
C9—C14	1,507 (5)	C10B—C11B	1,51 (2)
C9—C10	1,568 (5)	C10B—C16B	1,52 (2)
C10—C11	1,514 (5)	C10B—C17B	1,53 (2)
C10—C16	1,527 (6)	C11B—C12B	1,52 (2)
C10—C17	1,543 (6)	C12B—C13B	1,49 (2)
C11—C12	1,511 (6)	C13B—C14B	1,31 (2)
C12—C13	1,488 (6)	C14B—C15B	1,50 (2)
C13—C14	1,304 (5)		
O—C1—C2	120,8 (3)	C8—C9A—C10A	113,2 (13)
O—C1—C6	121,4 (3)	C8—C9A—C14A	112,4 (11)
C2—C1—C6	117,8 (3)	C10A—C9A—C14A	109,9 (9)
C3—C2—C1	123,0 (4)	C11A—C10A—C16A	111,6 (16)
C3—C2—C7	120,5 (3)	C11A—C10A—C9A	108,5 (12)
C2—C3—C4	119,9 (3)	C16A—C10A—C9A	109,6 (14)
C7—C3—C4	119,6 (3)	C11A—C10A—C17A	109,0 (11)
C3—C4—C5	113,7 (3)	C16A—C10A—C17A	110,0 (15)
C6—C5—C4	108,9 (3)	C9A—C10A—C17A	108,0 (13)
C6—C5—C9	116,8 (3)	C10A—C11A—C12A	116,3 (10)
C4—C5—C9	112,3 (2)	C13A—C12A—C11A	110,7 (8)
C1—C6—C5	112,8 (3)	C14A—C13A—C12A	123,7 (9)
C8—C7—C3	126,1 (4)	C13A—C14A—C15A	119,8 (15)
C7—C8—C9A	127,8 (7)	C13A—C14A—C9A	123,2 (9)
C7—C8—C9B	122,7 (7)	C15A—C14A—C9A	115,8 (15)
C14—C9—C5	113,5 (3)	C14B—C9B—C10B	112,2 (12)
C14—C9—C10	109,2 (3)	C14B—C9B—C8	110,6 (14)
C5—C9—C10	116,0 (2)	C10B—C9B—C8	111,2 (13)
C11—C10—C16	109,7 (3)	C11B—C10B—C16B	111,4 (15)
C11—C10—C17	110,8 (4)	C11B—C10B—C17B	111,2 (13)
C16—C10—C17	108,2 (4)	C16B—C10B—C17B	108,1 (14)
C11—C10—C9	109,4 (3)	C11B—C10B—C9B	109,0 (13)
C16—C10—C9	111,5 (3)	C16B—C10B—C9B	108,6 (15)
C17—C10—C9	107,2 (3)	C17B—C10B—C9B	108,6 (13)
C12—C11—C10	114,2 (3)	C10B—C11B—C12B	113,7 (12)
C13—C12—C11	111,8 (4)	C13B—C12B—C11B	113,2 (11)
C14—C13—C12	126,2 (4)	C14B—C13B—C12B	125,3 (14)
C13—C14—C9	122,8 (3)	C13B—C14B—C15B	122,9 (16)
C13—C14—C15	119,7 (4)	C13B—C14B—C9B	121,0 (14)
C9—C14—C15	117,4 (4)	C15B—C14B—C9B	115,8 (14)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)
$$U_{\text{eq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	Occupancy	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
O	1.0	0,9333 (2)	0,4566 (3)	0,3020 (4)	0,1065 (10)
C1	1.0	1,0138 (3)	0,4876 (4)	0,2560 (4)	0,0771 (10)
C2	1.0	1,0712 (3)	0,3938 (4)	0,2047 (4)	0,0755 (10)
C3	1.0	1,1566 (2)	0,4251 (3)	0,1429 (4)	0,0689 (10)
C4	1.0	1,1995 (3)	0,5597 (4)	0,1376 (5)	0,0767 (10)
C5	1.0	1,1629 (2)	0,6331 (3)	0,2630 (4)	0,0679 (10)
C6	1.0	1,0533 (3)	0,6243 (4)	0,2432 (5)	0,0778 (11)
C7	1.0	1,2071 (3)	0,3291 (4)	0,0792 (4)	0,0781 (11)
C8	1.0	1,2828 (3)	0,3526 (4)	-0,0070 (5)	0,0817 (11)
C9	1.0	1,2108 (3)	0,7703 (3)	0,2573 (4)	0,0711 (10)
C10	1.0	1,2328 (3)	0,8189 (4)	0,4308 (4)	0,0831 (11)
C11	1.0	1,1403 (3)	0,8657 (5)	0,4777 (5)	0,0933 (13)
C12	1.0	1,0934 (5)	0,9742 (5)	0,3490 (5)	0,110 (2)
C13	1.0	1,1064 (3)	0,9606 (4)	0,1737 (5)	0,0924 (12)
C14	1.0	1,1572 (3)	0,8733 (3)	0,1303 (4)	0,0762 (10)
C15	1.0	1,1668 (5)	0,8763 (5)	-0,0548 (5)	0,1047 (15)
C16	1.0	1,2746 (4)	0,7115 (6)	0,5705 (6)	0,1041 (15)
C17	1.0	1,3097 (5)	0,9311 (6)	0,4086 (7)	0,116 (2)
C9A	0.5	1,3408 (9)	0,2596 (19)	-0,0571 (16)	0,073 (4)
C10A	0.5	1,3384 (9)	0,274 (2)	-0,250 (2)	0,098 (5)
C11A	0.5	1,4027 (9)	0,3872 (11)	-0,3098 (14)	0,112 (3)
C12A	0.5	1,5082 (9)	0,3801 (14)	-0,2371 (14)	0,113 (4)

Seuls les atomes C17A et C17B des cycles désordonnés A et B, montrent des pics bien distincts sur la série de Fourier-différence avec un taux d'occupation de 0,5. Les atomes H de la partie non désordonnée ont été localisés sur la série de Fourier-différence et affinés en coordonnées et facteur d'agitation thermique isotrope, tandis que les atomes H

restants ont des positions calculées et des facteurs d'agitation thermique isotrope égaux à  $1,20 \times U_{eq}$  des atomes porteurs ou  $1,50 \times U_{eq}$  pour les atomes H des groupements méthyl. La valeur élevée du facteur  $R$  peut s'expliquer par la mauvaise qualité du cristal, sans doute liée au désordre d'une partie de la molécule.

La structure a été résolue avec le programme *SHELXS86* (Sheldrick, 1985) et affinée avec le programme *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Pour les figures, utilisation d'une version modifiée du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Ordinateur: la grappe de station IBM RS6000 de IDRIS.

L'auteur remercie Messieurs A. Valla et M. Giraud du Laboratoire de Chimie Appliquée aux Corps Organisés du Muséum National d'Histoire Naturelle de lui avoir proposé l'étude de cette molécule et fourni les cristaux.

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 angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: DU1111). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

### Références

- Andriamialisoa, Z., Giraud, M. & Valla, A. (1995). *Synlett*. Soumis.  
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Univ. de Göttingen, Allemagne.  
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Univ. de Göttingen, Allemagne.

## ADDENDA AND ERRATA

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 2458

**1-Iodo-2-*p*-tolyl-1-tellura-2-azaindene. Erratum.** By THOMAS A. HAMOR, *School of Chemistry, University of Birmingham, Birmingham B15 2TT, England*, ANATOLY G. MASLAKOV and WILLIAM R. MCWHINNIE, *Department of Chemical Engineering and Applied Chemistry, Aston University, Aston Triangle, Birmingham B4 7ET, England*

(Received 11 October 1995)

### Abstract

An error in technical editing is corrected. In the paper by Hamor, Maslakov & McWhinnie [*Acta Cryst.* (1995), **C51**, 2062–2064], the address of one of the authors is given incorrectly. Thomas A. Hamor is at the University of Birmingham, the correct address being given above. An error in printing is also corrected. In the opening sentence of the

*Comment*, the phrase 'Lewis acid' should be replaced by 'Lewis acidity' so that the sentence reads 'Organotellurium compounds may be stabilized by reduction of the Lewis acidity of the Te atom by intramolecular coordination with a heteroatom, e.g. ...'

All relevant information is given in the *Abstract*.