

C6	0.1951 (2)	0.41790 (8)	1.03830 (12)	0.0362 (3)
N6	0.10380 (15)	0.35396 (7)	1.00521 (10)	0.0419 (3)
C61	0.0149 (2)	0.34444 (8)	0.90399 (12)	0.0370 (3)
C62	-0.0948 (2)	0.28872 (9)	0.88973 (12)	0.0420 (4)
C63	-0.1352 (2)	0.23432 (9)	0.98169 (13)	0.0436 (4)
O61	-0.07274 (14)	0.22914 (7)	1.07893 (10)	0.0554 (3)
O62	-0.25496 (15)	0.18862 (8)	0.94632 (10)	0.0608 (4)
C64	-0.3063 (3)	0.13186 (14)	1.0302 (2)	0.0818 (7)
C65	0.0416 (2)	0.39400 (9)	0.79632 (12)	0.0406 (3)
O63	-0.05085 (14)	0.43827 (7)	0.75195 (10)	0.0557 (3)
O64	0.17414 (13)	0.37463 (7)	0.75262 (9)	0.0510 (3)
C66	0.2054 (3)	0.40910 (15)	0.64033 (15)	0.0709 (6)

Table 2. Selected geometric parameters (Å, °)

N1—C2	1.296 (2)	N5—C52	1.469 (2)	
N1—C6	1.360 (2)	N6—C6	1.382 (2)	
O2—C2	1.329 (2)	N6—C61	1.365 (2)	
C2—N3	1.355 (2)	C61—C62	1.348 (2)	
O2—C21	1.440 (2)	C61—C65	1.511 (2)	
N3—C3	1.466 (2)	C62—C63	1.448 (2)	
N3—C4	1.414 (2)	O61—C63	1.211 (2)	
O4—C4	1.228 (2)	O62—C63	1.346 (2)	
C4—C5	1.430 (2)	O62—C64	1.440 (2)	
N5—C5	1.425 (2)	O63—C65	1.193 (2)	
C5—C6	1.368 (2)	O64—C65	1.330 (2)	
N5—C51	1.450 (3)	O64—C66	1.443 (2)	
C6—N6—C61	128.16 (12)	N6—C61—C65	120.85 (13)	
N6—C61—C62	123.74 (13)	C61—C62—C63	123.63 (13)	
C62—C61—C65	115.30 (12)			
C4—C5—N5—C51	-73.3 (2)	N6—C61—C65—O64	67.8 (2)	
C4—C5—N5—C52	56.9 (2)			
D—H...A	D—H	H...A	D...A	D—H...A
N6—H6...O61	0.86	2.14	2.767 (2)	129
N6—H6...N5	0.86	2.32	2.722 (2)	109

A study of $\Delta\rho$ map sections showed that the H atoms on atom C3 were disordered. This disorder was allowed for by means of the AFIX 127 option in *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). The diagram (Fig. 1) was prepared using *ORTEPII* (Johnson, 1976), as implemented in *PLATON* (Spek, 1995a). Examination of the structure with *PLATON* showed that there were no solvent-accessible voids in the crystal lattice.

Data collection: *CAD-4/PC Software* (Enraf-Nonius, 1992). Cell refinement: Enraf-Nonius *SET4* (de Boer & Duisenberg, 1984) and *CELDIM*. Data reduction: *DATRD2* in *NRCVAX94* (Gabe, Le Page, Charland, Lee & White, 1989). Program(s) used to solve structure: *SOLVER* in *NRCVAX*. Program(s) used to refine structure: *NRCVAX94* and *SHELXL93*. Molecular graphics: *NRCVAX94*, *PLATON* and *PLUTON* (Spek 1995b). Software used to prepare material for publication: *NRCVAX94*, *SHELXL93* and *WordPerfect*.

GF thanks NSERC (Canada) for Research Grants and JC thanks Junta de Andalucia (Spain) for a Research Grant.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates, complete geometry and torsion angles have been deposited with the IUCr (Reference: AB1307). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

Abignente, A., Arena, F., Caprariis, P., Luraschi, E., Sacchi, A., Lampa, E., Berrino, L. & Donnoli, D. (1991). *Il Farm.* **46**, 1099–1110.

Boer, J. L. de & Duisenberg, A. J. M. (1984). *Acta Cryst.* **A40**, C-410.
 Enraf-Nonius (1992). *CAD-4/PC Software*. Version 1.1. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
 Gabe, E. J., Le Page, Y., Charland, J.-P., Lee, F. L. & White, P. S. (1989). *J. Appl. Cryst.* **22**, 384–387.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.
 Spek, A. L. (1995a). *PLATON. Molecular Geometry Program*. Version of July 1994. University of Utrecht, Utrecht, The Netherlands.
 Spek, A. L. (1995b). *PLUTON. Molecular Graphics Program*. Version of July 1994. University of Utrecht, Utrecht, The Netherlands.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 256–259

3-(4-Bromophényl)-1-[4-(4-bromophényl)-3-butène-2-one-1-yl]-2-[3-(2,6,6-triméthyl-1-cyclohexène-1-yl)-2-propène-1-one-1-yl]-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-8,8-diméthyl-naphtalène

DARIA GINDEROW

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

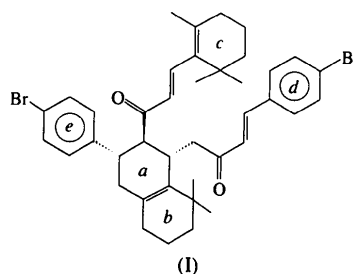
(Reçu le 11 mars 1995, accepté le 3 juillet 1995)

Abstract

The structure of a new octahydronaphthalene is reported (C₄₀H₄₆Br₂O₂). Disorder in the crystals arises from the coexistence of the two possible puckered conformations of the dimethylcyclohexene rings.

Commentaire

Les recherches concernant les rétinoides (Valla, Andriamialisoa & Giraud, 1994; Andriamialisoa, Valla, Zennache, Giraud & Potier, 1993; Giraud, Andriamialisoa, Valla, Zennache & Potier, 1994) ont amené ces auteurs à synthétiser de nouveaux analogues parmi lesquels le composé (I) dont la formule a été



déterminée grâce à cette étude. Il est composé d'un squelette octahydronaphtalénique avec un des cycles substitué respectivement en position 1, 2 et 3 par une chaîne bromophényl-oxo-butène-yl, une chaîne cyclohexène-oxo-propène-yl et un groupement bromophényl, tandis que l'autre cycle est substitué en position 8 par deux groupements méthyles. Les atomes Br' et Br'', liés respectivement aux cycles benzéniques *d* et *e*, sont à une distance de 0,066 (1) et $-0,020$ (1) Å des plans moyens de ces cycles. L'angle dièdre que font les plans moyens *Pab* (C1,C4,C4a,C8a,C5,C8) et *Pc* (C12,C13,C14,C15,C18,C21) est de 8,6 (2); *Pab* et *Pd* (C13',C14',C15',C16',C17',C18') de 93,3 (1); *Pab* et *Pe*, (C13'',C14'',C15'',C16'',C17'',C18'') de 86,7 (1); *Pc* et *Pd* de 85,8 (2); *Pc* et *Pe* de 89,8 (2)°. Les cycles cyclohexènes (*b*, *c*) présentent un désordre lié au mélange de deux conformations possibles des cycles avec une occupation 0,5 des sites respectifs (Fig. 1 et 2). Les positions calculées de C2 et C3 [0,620 (4), 1,136 (4) Å] sont du même côté par rapport à *Pab*, ainsi le cycle a possède une configuration *gauche*. Celles des atomes C6A et C7A sont de chaque côté de ce plan [$-0,46$ (1), 0,45 (1) Å] et *vice versa* pour C6B et C7B [0,28 (1), $-0,33$ (1) Å], ce qui correspond à une configuration en demi-chaîne pour le cycle *b*. Pour le plan *Pc*, C16A et C17A [$-0,62$ (2), 0,07 (4) Å], C16B et C17B [0,66 (2), $-0,29$ (3) Å], on retrouve la même distorsion quoique moins prononcée. Le cycle *c* étant en bout de chaîne, l'agitation des atomes est plus importante et la conformation calculée est moins précise. Les angles de torsions sont pour C11'—C12'—C13'—C14' de 0,3 (7), pour C11'—C12'—C13'—C18' de 177,0 (4), pour C11—C12—C13—C14 de $-55,9$ (9)

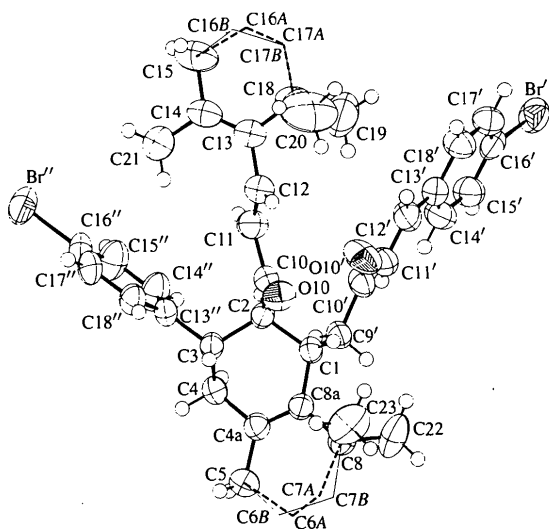


Fig. 1. Désignation des atomes. Les conformations *gauches* du cyclohexène sont représentées par des traits hachurés pour les atomes A et des traits fins pour les atomes B. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

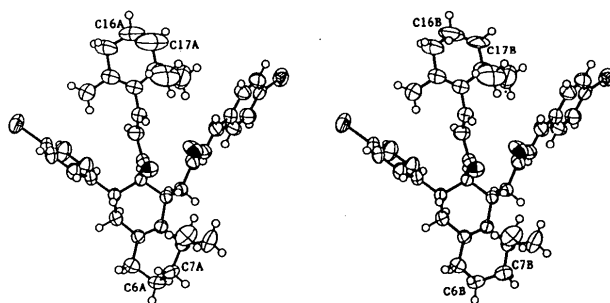


Fig. 2. Représentation du désordre. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

et pour C11—C12—C13—C18 de 128,5 (6)°. Les distances sont conformes à celles attendues. En ce qui concerne la cohésion cristalline, nous remarquons deux contacts très courts pour: C9'—H9'1...O10ⁱ 2,440 (5) avec C9'...O10ⁱ 3,375 (5) Å et un angle de 161,7 (4)° ainsi que C14''—H14''...O10ⁱ, 2,446 (6) avec C14''...O10ⁱ 3,365 (6) Å et un angle de 169,8 (5)° [code de symétrie: (i) *x*, *y*, 1 + *z*].

Partie expérimentale

Le composé (I) été cristallisé dans un mélange d'éthanol et de chlorure de méthylène.

Données cristallines

C₄₀H₄₆Br₂O₂
 $M_r = 718,59$
 Monoclinique
*P*2₁/*a*
 $a = 23,093$ (9) Å
 $b = 25,688$ (10) Å
 $c = 6,050$ (2) Å
 $\beta = 97,16$ (4)°
 $V = 3561,0$ (23) Å³
 $Z = 4$
 $D_x = 1,340$ Mg m⁻³

Cu K α radiation
 $\lambda = 1,54180$ Å
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 17,90$ – $23,52$ °
 $\mu = 3,127$ mm⁻¹
 $T = 293$ (2) K
 Prismatique
 0,42 × 0,22 × 0,17 mm
 Incolore

Collection des données

Diffractomètre Philips
 PW1100
 Balayage *flying stepscan*
 (logiciel Philips)
 Correction d'absorption:
 analytical (de Meulenaer
 & Tompa, 1965)
 $T_{\min} = 0,418$, $T_{\max} = 0,632$
 6457 réflexions mesurées
 5849 réflexions indépendantes

4358 réflexions observées
 $[I > 3\sigma(I)]$
 $R_{\text{int}} = 0,0267$
 $\theta_{\text{max}} = 64,17$ °
 $h = -26 \rightarrow 26$
 $k = 0 \rightarrow 29$
 $l = 0 \rightarrow 7$
 3 réflexions de référence
 fréquence: 60 min
 variation d'intensité:
 $< 2,3\%$

Affinement

Affinement à partir des F^2
 $R(F) = 0,0517$
 $wR(F^2) = 0,1452$

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,001$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,757$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,626$ e Å⁻³

S = 1,083
4358 réflexions
438 paramètres
Les paramètres des atomes
d'hydrogène en position
théorique
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0829P)^2 + 3,6442P]$
où $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

Pas de correction
d'extinction
Facteurs de diffusion des
*International Tables for
Crystallography* (1992,
Tome C, Tableaux 4.2.6.8
et 6.1.1.4)

C1—C2	1,559 (5)	C17A—C18	1,52 (2)
C2—C10	1,517 (6)	C16B—C17B	1,51 (2)
C2—C3	1,547 (5)	C17B—C18	1,527 (14)
C3—C13''	1,508 (6)	C18—C19	1,554 (11)
C3—C4	1,532 (6)	C18—C20	1,549 (10)
C4—C4a	1,503 (6)	C9'—C10'	1,502 (6)
C4a—C8a	1,333 (6)	C10'—C11'	1,478 (6)
C4a—C5	1,496 (6)	C11'—C12'	1,320 (6)
C5—C6B	1,505 (13)	C12'—C13'	1,470 (6)
C5—C6A	1,532 (13)	C13'—C18'	1,384 (6)
C6A—C7A	1,516 (14)	C13'—C14'	1,384 (7)
C7A—C8	1,555 (11)	C14'—C15'	1,371 (7)
C6B—C7B	1,488 (15)	C15'—C16'	1,370 (7)
C7B—C8	1,534 (12)	C16'—C17'	1,356 (7)
C8—C22	1,515 (7)	C17'—C18'	1,381 (7)
C8—C23	1,530 (7)	C13''—C14''	1,371 (7)
C8—C8a	1,539 (6)	C13''—C18''	1,381 (6)
C10—C11	1,468 (6)	C14''—C15''	1,384 (7)
C11—C12	1,323 (6)	C15''—C16''	1,363 (7)
C12—C13	1,456 (7)	C16''—C17''	1,347 (7)
C13—C14	1,334 (8)	C17''—C18''	1,391 (7)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å²)

$U_{\text{eq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$				
	x	y	z	U_{eq}
Br'	0,50661 (2)	0,06631 (2)	0,79504 (10)	0,0809 (2)
Br''	1,12298 (3)	0,15661 (3)	0,42295 (15)	0,1055 (3)
O10	0,85826 (15)	0,26709 (12)	-0,3437 (5)	0,0659 (8)
O10'	0,7465 (2)	0,2227 (2)	-0,0406 (6)	0,0904 (12)
C1	0,8088 (2)	0,3152 (2)	0,0229 (6)	0,0469 (9)
C2	0,8632 (2)	0,27870 (15)	0,0467 (6)	0,0452 (9)
C3	0,9218 (2)	0,3078 (2)	0,1027 (7)	0,0497 (9)
C4	0,9137 (2)	0,3503 (2)	0,2736 (7)	0,0559 (10)
C4a	0,8699 (2)	0,3896 (2)	0,1732 (7)	0,0510 (9)
C5	0,8853 (2)	0,4455 (2)	0,2175 (9)	0,0667 (12)
C6A*	0,8333 (6)	0,4812 (5)	0,144 (2)	0,069 (3)
C7A*	0,8103 (6)	0,4658 (4)	-0,093 (2)	0,066 (3)
C6B*	0,8525 (6)	0,4819 (6)	0,052 (3)	0,083 (4)
C7B*	0,7902 (5)	0,4663 (5)	0,002 (3)	0,077 (4)
C8	0,7813 (2)	0,4112 (2)	-0,0940 (7)	0,0583 (11)
C8a	0,8224 (2)	0,3730 (2)	0,0445 (7)	0,0481 (9)
C10	0,8652 (2)	0,2463 (2)	-0,1619 (7)	0,0505 (9)
C11	0,8780 (2)	0,1905 (2)	-0,1361 (8)	0,0634 (11)
C12	0,8752 (2)	0,1588 (2)	-0,3092 (8)	0,0633 (11)
C13	0,8836 (2)	0,1026 (2)	-0,3116 (9)	0,0710 (13)
C14	0,9320 (3)	0,0796 (2)	-0,2149 (15)	0,115 (3)
C15	0,9395 (4)	0,0208 (3)	-0,222 (2)	0,178 (5)
C16A*	0,8811 (9)	-0,0068 (7)	-0,258 (4)	0,156 (7)
C17A*	0,846 (2)	0,0147 (7)	-0,461 (6)	0,194 (16)
C16B*	0,9043 (9)	-0,0017 (7)	-0,438 (4)	0,134 (6)
C17B*	0,8433 (10)	0,0147 (5)	-0,400 (5)	0,135 (9)
C18	0,8355 (3)	0,0729 (2)	-0,4455 (11)	0,095 (2)
C9'	0,7686 (2)	0,2970 (2)	0,1897 (7)	0,0514 (9)
C10'	0,7416 (2)	0,2445 (2)	0,1365 (8)	0,0598 (11)
C11'	0,7079 (2)	0,2207 (2)	0,3025 (8)	0,0608 (11)
C12'	0,6800 (2)	0,1762 (2)	0,2622 (8)	0,0631 (11)
C13'	0,6411 (2)	0,1493 (2)	0,3991 (8)	0,0587 (11)
C14'	0,6279 (2)	0,1687 (2)	0,6002 (8)	0,0701 (13)
C15'	0,5891 (2)	0,1438 (2)	0,7175 (8)	0,0688 (12)
C16'	0,5625 (2)	0,0989 (2)	0,6348 (8)	0,0591 (11)
C17'	0,5744 (2)	0,0784 (2)	0,4390 (8)	0,0692 (13)
C18'	0,6137 (2)	0,1037 (2)	0,3218 (8)	0,0687 (12)
C13''	0,9709 (2)	0,2708 (2)	0,1799 (7)	0,0526 (10)
C14''	0,9744 (2)	0,2460 (2)	0,3829 (8)	0,0761 (14)
C15''	1,0194 (2)	0,2120 (2)	0,4538 (9)	0,083 (2)
C16''	1,0615 (2)	0,2028 (2)	0,3196 (9)	0,0678 (13)
C17''	1,0596 (2)	0,2261 (2)	0,1191 (9)	0,0714 (13)
C18''	1,0143 (2)	0,2602 (2)	0,0483 (8)	0,0647 (12)
C19	0,7770 (3)	0,0857 (3)	-0,3553 (15)	0,134 (3)
C20	0,8291 (5)	0,0895 (4)	-0,6934 (12)	0,158 (4)
C21	0,9818 (3)	0,1066 (3)	-0,082 (2)	0,166 (5)
C22	0,7185 (2)	0,4059 (3)	-0,0497 (11)	0,099 (2)
C23	0,7824 (3)	0,3995 (3)	-0,3415 (9)	0,099 (2)
C8a—C1—C9'	112,3 (3)	C16A—C15—C14	111,5 (10)	
C8a—C1—C2	115,2 (3)	C14—C15—C16B	110,0 (10)	
C9'—C1—C2	107,6 (3)	C17A—C16A—C15	109 (3)	
C10—C2—C3	109,3 (3)	C16A—C17A—C18	112,9 (19)	
C10—C2—C1	111,2 (3)	C17B—C16B—C15	99,6 (14)	
C3—C2—C1	113,7 (3)	C16B—C17B—C18	109,5 (15)	
C13''—C3—C4	113,0 (3)	C13—C18—C17A	115,0 (15)	
C13''—C3—C2	111,6 (3)	C13—C18—C19	108,6 (6)	
C4—C3—C2	108,3 (3)	C17A—C18—C19	112 (2)	
C4a—C4—C3	109,8 (3)	C13—C18—C17B	109,8 (9)	
C8a—C4a—C5	124,9 (4)	C19—C18—C17B	103,5 (11)	
C8a—C4a—C4	119,0 (4)	C13—C18—C20	111,0 (6)	
C5—C4a—C4	116,0 (4)	C17A—C18—C20	102,1 (15)	
C4a—C5—C6B	112,9 (7)	C19—C18—C20	107,3 (7)	
C4a—C5—C6A	111,2 (6)	C17B—C18—C20	116,1 (12)	
C7A—C6A—C5	106,8 (9)	C10'—C9'—C1	113,9 (3)	
C6A—C7A—C8	109,8 (9)	O10'—C10'—C11'	121,2 (4)	
C7B—C6B—C5	111,2 (10)	O10'—C10'—C9'	121,0 (4)	
C6B—C7B—C8	113,9 (11)	C11'—C10'—C9'	117,7 (4)	
C22—C8—C23	106,8 (5)	C12—C8—C11'	121,3 (4)	
C22—C8—C8a	112,7 (4)	C11'—C12'—C13'	128,5 (5)	
C23—C8—C8a	108,9 (4)	C18'—C13'—C14'	117,5 (4)	
C22—C8—C7B	95,8 (6)	C18'—C13'—C12'	119,6 (4)	
C23—C8—C7B	122,3 (7)	C14'—C13'—C12'	122,8 (4)	
C8a—C8—C7A	109,8 (6)	C15'—C14'—C13'	121,0 (5)	
C22—C8—C7A	120,1 (6)	C14'—C15'—C16'	119,8 (5)	
C8a—C8—C7A	97,0 (6)	C17'—C16'—C15'	121,1 (4)	
C4a—C8a—C8	109,8 (6)	C17'—C16'—Br'	119,8 (4)	
C4a—C8a—C1	120,6 (4)	C15'—C16'—Br''	119,0 (4)	
C1—C8a—C8	121,3 (4)	C16'—C17'—C18'	118,8 (4)	
O10—C10—C11	118,1 (3)	C13'—C18'—C17''	121,8 (5)	
O10—C10—C2	121,8 (4)	C14''—C13''—C18''	117,3 (4)	
C11—C10—C2	119,9 (4)	C14''—C13''—C3	121,7 (4)	
C11—C10—C2	118,3 (4)	C18''—C13''—C3	121,1 (4)	
C12—C11—C10	121,9 (4)	C15''—C14''—C13''	121,7 (5)	
C11—C12—C13	128,7 (5)	C16''—C15''—C14''	119,3 (5)	
C14—C13—C12	122,7 (5)	C17''—C16''—C15''	120,9 (4)	
C14—C13—C18	122,3 (5)	C17''—C16''—Br''	120,9 (4)	
C12—C13—C18	114,8 (5)	C15''—C16''—Br''	118,2 (4)	
C13—C14—C21	125,3 (5)	C16''—C17''—C18''	119,7 (4)	
C13—C14—C15	121,3 (6)	C17''—C18''—C13''	121,2 (5)	
C21—C14—C15	113,3 (6)			

La structure a été résolue avec le programme *SHELXS86* (Sheldrick, 1985) et affinée avec le programme *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Les atomes H ont des positions calculées et des facteurs d'agitation thermique isotrope égaux à 1,20 U_{eq} des atomes porteurs (1,50 U_{eq} pour les atomes H des groupements méthyles). Pour les figures, utilisation d'une version modifiée du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).
Ordinateur: grappe de station IBM RS6000 de IDRIS

L'auteur remercie Messieurs A. Valla et M. Giraud du Laboratoire de Chimie Appliquée aux Corps Organisés

* Facteur d'occupation = 0,5.

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Br'—C16'	1,903 (4)	C13—C18	1,499 (8)
Br''—C16''	1,896 (4)	C14—C21	1,492 (10)
O10—C10	1,215 (5)	C14—C15	1,522 (9)
O10'—C10'	1,226 (5)	C15—C16A	1,51 (2)
C1—C8a	1,518 (6)	C15—C16B	1,56 (2)
C1—C9'	1,528 (5)	C16A—C17A	1,49 (2)

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 plans moyens, des angles de torsion et des distances et angles des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1183). 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., Valla, A., Zennache, S., Giraud, M. & Potier, P. (1993). *Tetrahedron. Lett.* **34**, 8091–8092.
- Giraud, M., Andriamialisoa, Z., Valla, A., Zennache, S. & Potier, P. (1994). *Tetrahedron. Lett.* **35**, 3077–3080.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Meulenaer, J. de & Tompa, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Programme pour la Détermination des Structures Cristallines*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Programme pour l'Affinement des Structures Cristallines*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Valla, A., Andriamialisoa, Z. & Giraud, M. (1994). *Nat. Prod. Lett.* **4**(2), 107–111.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 259–262

Phenyl 2-(Trimethylsilylethynyl)phenyl Ketone and 2-(Trimethylsilylethynyl)benzaldehyde

J. GABRIEL GARCIA,^a BETHZAIDA RAMOS,^a AUGUSTO RODRIGUEZ^a AND FRANK R. FRONCZEK^b

^aClark Atlanta University, Atlanta, GA 30314, USA, and
^bDepartment of Chemistry, Louisiana State University, Baton Rouge, LA 70803-1804, USA

(Received 27 June 1995; accepted 14 August 1995)

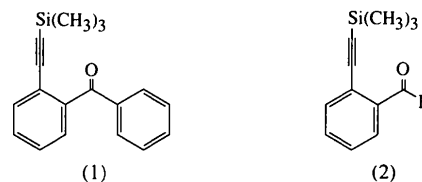
Abstract

The two aromatic ring planes in phenyl 2-(trimethylsilylethynyl)phenyl ketone, C₁₈H₁₈OSi, form a dihedral angle of 67.16 (6)°. The Si atom lies 0.1330 (6) Å out of the plane formed by the disubstituted aromatic ring. The carbonyl unit is not coplanar with either aromatic ring, forming O—C—C torsion angles with magnitudes of 41.4 (3) and 33.3 (3)°. The triple bond length is 1.199 (3) Å and the C=O and C—Si bond distances are 1.218 (2) and 1.837 (2) Å, respectively. In 2-(trimethylsilylethynyl)benzaldehyde, C₁₂H₁₄OSi, the molecule lies on a crystallographic mirror plane. The triple bond has

a length of 1.192 (3) Å and the C=O and C—Si bond distances are 1.196 (3) and 1.839 (3) Å, respectively.

Comment

The title compounds were prepared as part of a structural study involving *o*-carbonyl(ethynyl)benzene derivatives (Garcia & Rodriguez, 1995), which are key intermediates in the synthesis of conjugated ene-yne-[3]-cumulenes, compounds with potential biological activity (Garcia, Ramos, Pratt & Rodriguez, 1995).



In phenyl 2-(trimethylsilylethynyl)phenyl ketone, (1), the carbonyl unit is not coplanar with either of the aromatic rings, with torsion angles O—C9—C10—C11 of 33.3 (3)° and O—C9—C8—C7 of 41.4 (3)°. These are somewhat larger than those found in unsubstituted benzophenone, which average 27.8° (Lobanova, 1968; Fleischer, Sung & Hawkinson, 1968). The dihedral angle between the aromatic ring planes is 67.16 (6)°, compared with 56° in benzophenone (Fleischer *et al.*, 1968).

In 2-(trimethylsilylethynyl)benzaldehyde, (2), the molecule lies on a crystallographic mirror plane in the uncommon space group *Ima2*. A search of the Cambridge Structural Database (Allen, Kennard & Taylor, 1983) for structures in this space group yielded only 13, of which only two met the strict criteria of Brock & Dunitz (1994) for reliable space group assignment. The mirror is occupied in all 13 structures. The molecules

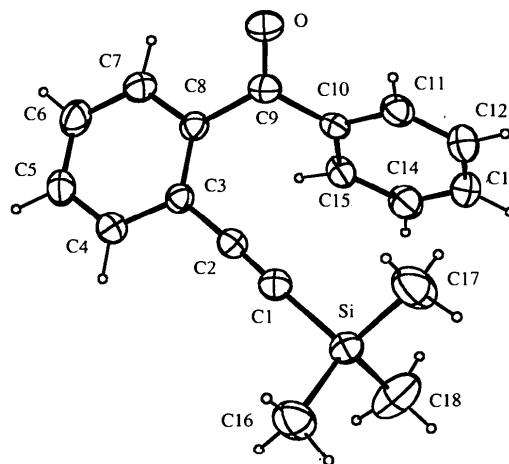


Fig. 1. The molecular structure of (1), with 30% ellipsoids and H atoms of arbitrary radii.