

Table 2. *Furanone torsion angles* (°)

	(a)	(b)	(c)
C(12)–C(2)–C(10)–C(14)	37.6	23.9	25.9
C(2)–C(12)–O(2)–C(14)	4.7	5.6	0
C(12)–O(2)–C(14)–C(10)	–20.9	–23.0	–25.8
O(2)–C(14)–C(10)–C(2)	36.9	30.0	16.5
C(10)–C(2)–C(12)–O(2)	–27.3	–13.9	–17.4

(a) Our determination, e.s.d.'s 0.4–0.5°. (b) Cheng *et al.* (1977).
 (c) Declercq *et al.* (1980).

similar fused-ring systems is given in Table 2. The furanone in the present structure appears more twisted than those above with the major difference being the torsion at the ring fusion, the C(2)–C(10) bond. The Newman projection along the C(2)–C(10) bond presented in Fig. 3(b) shows that the configuration at the ring junction tends toward eclipsed geometry

[torsion angles C(14), C(10), C(2), C(12), and C(2), C(12), O(2), C(14) are 37.6 and 4.7° respectively].

We thank Drs Goldsmith and Thottathil for providing the crystals.

References

- CHENG, P. T., WONG-NG, W. K. & NYBURG, S. C. (1977). *J. Cryst. Mol. Struct.* **7**, 115–121.
 DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G., VAN MEERSSCHE, M., KOK, P., DE CLERCQ, P. & VANDEWALLE, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 190–192.
 GOLDSMITH, D. & THOTTATHIL, J. K. (1981). *J. Org. Chem.* Submitted for publication.
 JONES, P. G. & KENNARD, O. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2025–2027.
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 1035–1037

Iodure de Phénacyle

PAR JEAN-PIERRE LERE-PORTE, ALAIN BONNIOL ET JEAN PETRISSANS

Laboratoire de Chimie Générale, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier, France

ET MARIE-CLAIRE BRIANSO

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16, 4 place Jussieu, Paris-CEDEX 05, France

(Reçu le 29 avril 1981, accepté le 20 octobre 1981)

Abstract. C₈H₇IO, monoclinic, *P*2₁/*c*, *a* = 8.560 (6), *b* = 10.803 (9), *c* = 8.889 (6) Å, β = 99.84 (6)°; *Z* = 4. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement converged at *R* = 0.04 for 1131 reflexions. The molecule exhibits a *gauche* conformation in which the dihedral angle between the C=O and C–I bonds is 93 (3)°. The shortest intermolecular I...I and I...O contacts are respectively 4.02 and 3.24 Å.

Introduction. Dans l'un de nos précédents mémoires (Bonniol, Galsomias & Petrisans, 1979), nous avons montré que la fréquence de la vibration de cisaillement δ(CH₂) d'un groupe méthylène placé en α d'un groupement carbonyle dépend de l'orientation spatiale de ce groupement. Cette propriété remarquable du vibreur CH₂ a été mise en évidence dans le cadre

d'une étude conformationnelle des halogénures de phénacyle C₆H₅–CO–CH₂X (*X* = Cl, Br, I), composés qui à l'état dissous se présentent sous des conformations *cis* et *gauche*.

En fait, si les structures de conformères *cis* sont connues (Barrans & Maisseu, 1966; Gupta & Prasad, 1971), il n'en est pas de même de celles des conformères *gauche* et lors de notre précédente étude (Bonniol, Galsomias & Petrisans, 1979) nous avons supposé pour ces dernières molécules que l'angle dièdre formé par les liaisons C=O et C–X est de 120°.

Des déterminations effectuées récemment au laboratoire (Ouamba, Bonniol & Petrisans, non publié) ayant montré que l'iodure de phénacyle se présente à l'état solide et dissous sous une forme *gauche* apparemment peu modifiée par le changement d'état physique, nous avons entrepris l'étude structurale de cette molécule (Fig. 1) par diffraction des rayons X.

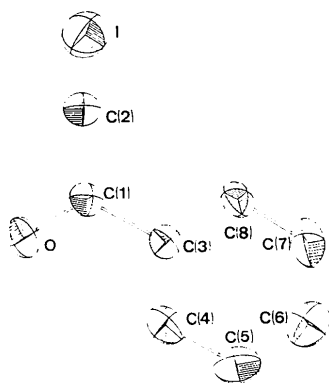


Fig. 1. Tracé ORTEP (Johnson, 1965) et numérotation de la molécule.

Tableau 1. Positions atomiques ($\times 10^4$, pour I $\times 10^5$) et facteurs de température des atomes lourds

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
I	43469 (5)	16769 (3)	6547 (5)	3,06 (3)
O	3851 (6)	4852 (4)	1711 (6)	3,7 (2)
C(1)	2900 (8)	4136 (5)	1005 (7)	2,5 (2)
C(2)	3389 (8)	3413 (5)	-283 (7)	2,6 (2)
C(3)	1284 (7)	3983 (5)	1388 (6)	2,2 (2)
C(4)	848 (8)	4732 (5)	2521 (7)	3,1 (3)
C(5)	-668 (9)	4646 (6)	2876 (8)	3,5 (3)
C(6)	-1763 (9)	3828 (7)	2102 (8)	3,8 (3)
C(7)	-1314 (9)	3099 (6)	986 (10)	4,0 (3)
C(8)	192 (8)	3156 (5)	605 (7)	2,9 (2)

Les réflexions hkl , au nombre de 1333, obtenues sur un cristal de dimensions approximatives $0,70 \times 0,40 \times 0,30$ mm ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4 ($\theta_{\max} = 32^\circ$). Le rayonnement utilisé est filtré par un monochromateur au graphite. En raison de l'instabilité du cristal et de son point de fusion voisin de la température ambiante (307 K) les déterminations ont été réalisées à 193 K. Les mesures sont effectuées avec un balayage $\theta-1,5\theta$. La résolution et l'affinement de la structure ont été effectués à l'aide de 1131 réflexions d'intensité $I > 1,50\sigma(I)$. Les positions des atomes de carbone, d'oxygène et d'iode ont été déterminées à l'aide du programme MULTAN 77 (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977), celles des atomes d'hydrogène par synthèse Fourier différence. Les positions atomiques et les facteurs d'agitation thermique des atomes ont été affinés à l'aide du programme AFFINE (Bally, Delettré & Moron, 1973). Lors du dernier cycle d'affinement, les atomes d'hydrogène ont été affectés d'un facteur d'agitation thermique isotrope égal à celui de leur atome porteur. L'affinement effectué en tenant compte de la dispersion anormale de l'atome d'iode (Cromer, 1965) a convergé en donnant un facteur R égal à 0,04.

Les positions atomiques sont reportées dans le Tableau 1.*

Discussion. Contrairement aux dérivés chlorés et bromés qui à l'état solide se présentent sous une conformation *cis* (Barrans & Maisseu, 1966; Gupta & Prasad, 1971), l'iodure de phénacyle possède une conformation *gauche*. Cette différenciation entre les structures est sans doute liée à l'encombrement stérique de l'atome d'iode. L'angle de torsion I-C(2)-C(1)=O est de $93(3)^\circ$, valeur qui diffère notablement de celle que nous avons adoptée précédemment (Bonniol, Galsomias & Petrissans, 1979). Ce résultat permet de préciser la corrélation 'fréquence $\delta(\text{CH}_2)$ -orientation du groupe carbonyle' mise en évidence dans notre précédente publication (Bonniol, Galsomias & Petrissans, 1979). Il apparaît ainsi que la fréquence $\delta(\text{CH}_2)$ associée à un angle de torsion de 93° (conformère *gauche* des halogénures de phénacyle) est supérieure de 30 cm^{-1} à celle correspondant à un angle de 0° (conformère *cis*) ou 180° (conformère *trans*).

Les longueurs et angles de liaison de la molécule (Tableau 2) sont comparables à ceux du dérivé bromé (Gupta & Prasad, 1971). En particulier, la liaison C(1)-C(3) est plus courte que la liaison C(1)-C(2) et l'angle OC(1)C(2) est plus fermé que l'angle OC(1)C(3). La longueur de la liaison C(2)-I (2,156 Å) est normale, celle de la liaison C(6)-C(7) est faible (1,369 Å). L'atome d'oxygène et le carbone C(1) sont proches du plan du noyau benzénique: $d = 0,036(5)$ et $0,055(6)$ Å respectivement, tandis que l'atome de carbone C(2) s'en écarte de façon appréciable $d = 0,148(7)$ Å. Dans le cas du dérivé bromé cette distance est de $0,056(73)$ Å. Certaines distances entre atomes non liés sont plus courtes que la somme des rayons de van der Waals:

$$\left. \begin{array}{l} \text{I} \cdots \text{O}^\dagger \quad 3,60 \text{ \AA} \\ \text{I} \cdots \text{O}' \quad 3,24 \end{array} \right\} \text{ (van der Waals = } 3,65 \text{ \AA)}$$

$$\text{I} \cdots \text{I}'' \quad 4,02 \quad \text{(van der Waals = } 4,30 \text{ \AA)}$$

Ces particularités structurales du motif cristallin ont déjà été mises en évidence pour d'autres dérivés (Četkina & Gol'der, 1963; Choong-Tai Ahn, Soled & Carpenter, 1972; Mikhno, Ežkova, Kolokolov & Ždanov, 1972).

* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées et des distances et angles valencielles des atomes d'hydrogène avec la numérotation, et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36497: 10 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

† Distance intramoléculaire; (') symétrie $(1 + x, -\frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z)$, (") symétrie $(1 - x, \bar{y}, z)$.

Tableau 2. Longueurs de liaison (Å) et angles de valence (°)

I—C(2)	2,156 (5)	C(3)—C(8)	1,390 (7)
O—C(1)	1,218 (6)	C(4)—C(5)	1,389 (8)
C(1)—C(2)	1,504 (7)	C(5)—C(6)	1,383 (9)
C(1)—C(3)	1,488 (7)	C(6)—C(7)	1,369 (9)
C(3)—C(4)	1,391 (7)	C(7)—C(8)	1,391 (9)
I—C(2)—C(1)	107,2 (6)	C(4)—C(3)—C(8)	119,6 (10)
O—C(1)—C(2)	118,3 (9)	C(3)—C(4)—C(5)	120,2 (10)
O—C(1)—C(3)	121,2 (9)	C(4)—C(5)—C(6)	120,6 (10)
C(2)—C(1)—C(3)	120,5 (9)	C(5)—C(6)—C(7)	118,6 (13)
C(1)—C(3)—C(4)	118,4 (9)	C(6)—C(7)—C(8)	122,4 (13)
C(1)—C(3)—C(8)	121,9 (9)	C(7)—C(8)—C(3)	118,7 (10)

Nous exprimons nos plus vifs remerciements à MM J. Galy et J. Jaud (Laboratoire de Chimie de Coordination du CNRS, Toulouse) ainsi qu'à M R. Fourcade (Laboratoire des Acides Minéraux, Montpellier) pour l'aide qu'ils ont bien voulu nous apporter dans la réalisation de ce travail.

Acta Cryst. (1982). B38, 1037–1040

(3*S*,7*R*,11*E*)-3,4,5,6,7,8,9,10-Octahydro-7,14,16-trihydroxy-3-methyl-1*H*-2-benzoxacyclotetradecen-1-one Methanol Solvate*

BY WILLIAM H. WATSON† AND VOLKER ZABEL

FASTBIOS Laboratory, Department of Chemistry, Texas Christian University, Fort Worth, Texas 76129, USA

AND CHESTER J. MIROCHA AND SADANAND V. PATHRE

Department of Plant Pathology, University of Minnesota, St Paul, Minnesota 55108, USA

(Received 16 June 1981; accepted 26 October 1981)

Abstract. C₁₈H₂₄O₅.CH₃OH, *M_r* = 352.43, monoclinic, *P*2₁, *a* = 11.212 (2), *b* = 8.487 (1), *c* = 10.319 (2) Å, β = 101.55 (2)°, *V* = 962.0 (3) Å³, μ = 7.02 cm⁻¹, *d_c* = 1.217 g cm⁻³, *Z* = 2. Full-matrix least-squares refinement (non-H atoms anisotropic, H atoms isotropic) based on 1783 reflexions led to a final *R* of 0.078. The title compound, α-zearalenol, is a naturally occurring mycotoxin isolated from the fungus *Fusarium roseum* and exhibits potent estrogenic activity. The molecule consists of a 14-membered lactone ring fused *ortho* to a 1,3-dihydroxybenzene moiety. The absolute configuration is inferred from the known C(3)

Références

- BALLY, R., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1973). *AFFINE. Programme d'Affinement par Moindres Carrés en Matrice Complète*, Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Univ. de Paris VI, France.
- BARRANS, Y. & MAISSEU, J. J. (1966). *C. R. Acad. Sci. Sér. C*, **262**, 91–92.
- BONNIOL, A., GALSOMIAS, J. & PETRISSANS, J. (1979). *C. R. Acad. Sci. Sér. C*, **288**, 407–410.
- ČETKINA, L. A. & GOL'DER, G. A. (1963). *Kristallografiya*, **8**, 582–586.
- CHOONG-TAI AHN, SOLED, S. & CARPENTER, G. B. (1972). *Acta Cryst.* B28, 2152–2157.
- CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.
- GUPTA, M. P. & PRASAD, S. M. (1971). *Acta Cryst.* B27, 1649–1653.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
- MIKHNO, O. A., EŽKOVA, Z. I., KOLOKOLOV, B. N. & ŽDANOV, G. S. (1972). *Kristallografiya*, **17**, 1146–1151.

stereochemistry of zearalenone from which α-zearalenol can be prepared. The solid-state conformation is similar to that of 5-hydroxyzearalenone which was determined in an earlier study. A methanol of solvation is in a position to be hydrogen bonded to three α-zearalenol molecules.

Introduction. Zearalenone (1) (Urry, Wehrmeister, Hodge & Hidy, 1966) is an estrogenic secondary metabolite produced by several species of *Fusarium*. This metabolite causes hyperestrogenism in farm animals such as swine and cattle and in a host of laboratory animals (Mirocha & Christensen, 1974).

* FASTBIOS publication No. 84.

† Author to whom correspondence should be addressed.