

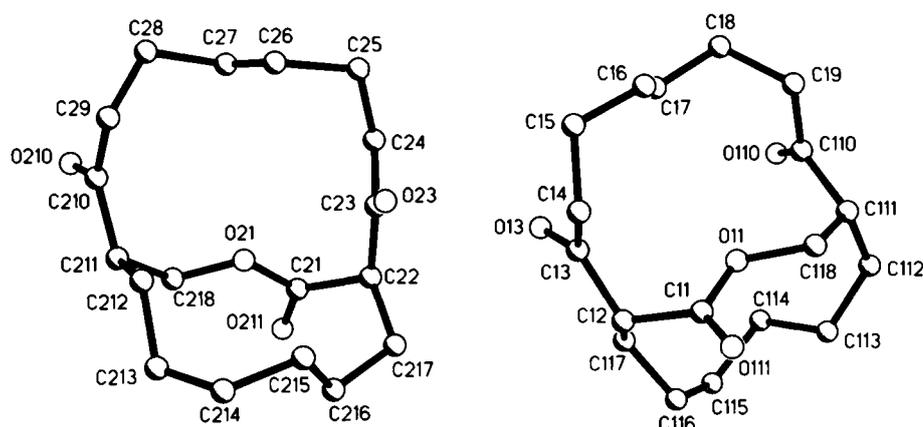
Crystal structure of 18-oxabicyclo[8.6.3]nonadeca-2,9,17-trione, (CHCOC₆H₁₂COC₂H₃OOC)(C₆H₁₂)

E.-M. Peters^{*I}, K. Peters^I, B. Seyberlich^{II} and W. Tochtermann^{II}

^I Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstraße 1, D-70506 Stuttgart, Germany

^{II} Institut für Organische Chemie der Universität Kiel, Olshausenstraße 40, D-24098 Kiel, Germany

Received November 29, 2000, CCDC-No. 1267/570



Abstract

C₁₈H₂₈O₄, monoclinic, *P*12₁/*c*1 (No. 14), *a* = 17.360(2) Å, *b* = 18.487(2) Å, *c* = 10.836(1) Å, β = 100.51(1)°, *V* = 3419.3 Å³, *Z* = 8, *R*_{gt}(*F*) = 0.098, *wR*_{ref}(*F*²) = 0.340, *T* = 293 K.

Source of material

The title compound was obtained by ruthenium tetraoxide oxidation of a tetrahydrooxepin [1, 2].

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	colourless lump, size 0.4 × 0.55 × 0.6 mm
Wavelength:	Mo K _α radiation (0.71073 Å)
μ:	0.83 cm ⁻¹
Diffractometer, scan mode:	Bruker AXS P4, ω
2θ _{max} :	55°
<i>N</i> (<i>hkl</i>) _{measured} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{unique} :	8256, 7841
Criterion for <i>I</i> _{obs} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{gt} :	<i>I</i> _{obs} > 2 σ(<i>I</i> _{obs}), 4521
<i>N</i> (<i>param</i>) _{refined} :	397
Program:	SHELXL-97 [3]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso}
H(12)	4e	0.4854	1.0257	0.8681	0.08
H(14A)	4e	0.4992	1.1577	1.0112	0.08
H(14B)	4e	0.4082	1.1519	0.9709	0.08
H(15A)	4e	0.4120	1.2656	0.8662	0.08
H(15B)	4e	0.4288	1.2689	1.0129	0.08
H(16A)	4e	0.5660	1.2679	0.9971	0.08
H(16B)	4e	0.5200	1.3403	0.9675	0.08
H(17A)	4e	0.5604	1.2471	0.7845	0.08
H(17B)	4e	0.5103	1.3171	0.7514	0.08
H(18A)	4e	0.6209	1.3846	0.8544	0.08
H(18B)	4e	0.6304	1.3490	0.7269	0.08
H(19A)	4e	0.7426	1.3348	0.8909	0.08
H(19B)	4e	0.6920	1.2845	0.9607	0.08
H(111)	4e	0.8051	1.1966	0.9424	0.08
H(12A)	4e	0.8170	1.1435	0.7380	0.08
H(12B)	4e	0.8530	1.1056	0.8639	0.08
H(13A)	4e	0.8002	1.0146	0.7470	0.08
H(13B)	4e	0.7376	1.0299	0.8310	0.08
H(14A)	4e	0.7254	1.0672	0.5775	0.08
H(14B)	4e	0.6681	1.1000	0.6591	0.08
H(15A)	4e	0.6154	0.9954	0.5366	0.08
H(15B)	4e	0.6788	0.9480	0.6212	0.08
H(16A)	4e	0.6212	0.9753	0.7960	0.08
H(16B)	4e	0.5634	0.9336	0.6921	0.08
H(17A)	4e	0.5486	1.0819	0.6667	0.08
H(17B)	4e	0.4814	1.0246	0.6575	0.08
H(18A)	4e	0.7337	1.0958	1.0026	0.08
H(18B)	4e	0.7034	1.1731	1.0317	0.08

* Correspondence author

(e-mail: peters@vsibm1.mpi-stuttgart.mpg.de)

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(22A)	4e	0.2862	1.1074	0.5760	0.08
H(24A)	4e	0.3029	1.2479	0.5974	0.08
H(24B)	4e	0.2138	1.2362	0.5444	0.08
H(25A)	4e	0.2411	1.3518	0.6264	0.08
H(25B)	4e	0.2696	1.3179	0.7594	0.08
H(26A)	4e	0.1361	1.2724	0.7565	0.08
H(26B)	4e	0.1392	1.3570	0.7574	0.08
H(27A)	4e	0.0915	1.2722	0.5595	0.08
H(27B)	4e	0.0981	1.3573	0.5558	0.08
H(28A)	4e	0.0185	1.3568	0.7306	0.08
H(28B)	4e	-0.0286	1.3454	0.5950	0.08
H(29A)	4e	0.0097	1.2371	0.7734	0.08
H(29B)	4e	-0.0738	1.2704	0.7308	0.08
H(211)	4e	-0.0681	1.0939	0.6089	0.08

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(12C)	4e	-0.0246	1.1184	0.8214	0.08
H(12D)	4e	0.0608	1.1294	0.7966	0.08
H(13C)	4e	-0.0178	0.9993	0.8120	0.08
H(13D)	4e	0.0378	1.0005	0.7135	0.08
H(14C)	4e	0.1012	0.9530	0.9045	0.08
H(14D)	4e	0.0878	1.0256	0.9718	0.08
H(15C)	4e	0.1706	1.0848	0.8520	0.08
H(15D)	4e	0.2146	1.0276	0.9454	0.08
H(16C)	4e	0.1643	0.9917	0.6922	0.08
H(16D)	4e	0.2263	0.9500	0.7892	0.08
H(17C)	4e	0.3108	1.0538	0.7880	0.08
H(17D)	4e	0.2995	1.0045	0.6688	0.08
H(18C)	4e	0.0302	1.0493	0.5311	0.08
H(18D)	4e	0.0174	1.1252	0.4651	0.08

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
O(11)	4e	0.6353(1)	1.1246(1)	0.8862(2)	0.043(1)	0.057(1)	0.039(1)	-0.0086(9)	0.0037(8)	0.0070(9)
C(11)	4e	0.5899(2)	1.0755(2)	0.9287(3)	0.052(2)	0.060(2)	0.047(2)	-0.012(1)	0.012(1)	0.008(1)
C(12)	4e	0.5150(2)	1.0642(2)	0.8357(3)	0.057(2)	0.085(3)	0.061(2)	-0.028(2)	0.009(2)	0.008(2)
C(13)	4e	0.4654(2)	1.1337(3)	0.8271(3)	0.041(2)	0.130(4)	0.055(2)	-0.010(2)	0.011(2)	0.011(2)
O(13)	4e	0.4325(2)	1.1558(2)	0.7251(3)	0.062(2)	0.151(3)	0.061(2)	0.009(2)	0.004(1)	0.008(2)
C(14)	4e	0.4553(3)	1.1707(3)	0.9460(4)	0.060(2)	0.150(5)	0.064(2)	0.014(3)	0.021(2)	0.000(3)
C(15)	4e	0.4494(3)	1.2523(4)	0.9405(4)	0.065(3)	0.172(6)	0.067(3)	0.034(3)	0.018(2)	-0.011(3)
C(16)	4e	0.5251(3)	1.2914(3)	0.9377(4)	0.092(3)	0.116(4)	0.058(2)	0.026(3)	0.010(2)	-0.015(2)
C(17)	4e	0.5521(3)	1.2958(2)	0.8124(3)	0.090(3)	0.082(3)	0.050(2)	0.028(2)	0.004(2)	-0.004(2)
C(18)	4e	0.6255(3)	1.3388(2)	0.8129(4)	0.123(4)	0.060(2)	0.058(2)	0.012(2)	0.015(2)	0.003(2)
C(19)	4e	0.6997(3)	1.3004(2)	0.8785(3)	0.093(3)	0.056(2)	0.051(2)	-0.015(2)	0.007(2)	0.001(2)
C(110)	4e	0.7223(2)	1.2360(2)	0.8072(3)	0.067(2)	0.059(2)	0.043(2)	-0.018(2)	0.013(1)	0.000(1)
O(110)	4e	0.7118(2)	1.2357(2)	0.6945(2)	0.145(3)	0.075(2)	0.043(1)	0.002(2)	0.025(2)	0.007(1)
C(111)	4e	0.7626(2)	1.1740(2)	0.8830(3)	0.041(2)	0.068(2)	0.052(2)	-0.011(1)	0.006(1)	-0.000(2)
O(111)	4e	0.6088(2)	1.0452(2)	1.0280(3)	0.079(2)	0.098(2)	0.064(2)	-0.024(2)	0.005(1)	0.035(2)
C(112)	4e	0.8039(2)	1.1188(3)	0.8104(4)	0.053(2)	0.094(3)	0.081(3)	0.003(2)	0.023(2)	-0.001(2)
C(113)	4e	0.7618(3)	1.0495(2)	0.7644(4)	0.084(3)	0.080(3)	0.075(3)	0.028(2)	0.019(2)	0.007(2)
C(114)	4e	0.7001(3)	1.0582(3)	0.6488(4)	0.103(3)	0.090(3)	0.057(2)	0.021(3)	0.029(2)	0.005(2)
C(115)	4e	0.6461(4)	0.9906(3)	0.6205(5)	0.126(4)	0.076(3)	0.076(3)	0.007(3)	0.011(3)	-0.024(2)
C(116)	4e	0.5909(3)	0.9790(2)	0.7117(5)	0.128(4)	0.062(2)	0.087(3)	-0.021(3)	0.010(3)	-0.014(2)
C(117)	4e	0.5305(3)	1.0404(3)	0.7081(4)	0.075(3)	0.097(3)	0.064(2)	-0.024(2)	-0.005(2)	-0.008(2)
C(118)	4e	0.7103(2)	1.1401(2)	0.9650(3)	0.048(2)	0.058(2)	0.040(1)	-0.007(1)	0.002(1)	0.005(1)
O(21)	4e	0.1110(1)	1.1208(1)	0.5984(2)	0.059(1)	0.056(1)	0.056(1)	0.005(1)	0.009(1)	-0.011(1)
C(21)	4e	0.1686(3)	1.0909(3)	0.5493(4)	0.108(3)	0.099(3)	0.047(2)	0.051(3)	0.009(2)	-0.011(2)
C(22)	4e	0.2485(3)	1.1040(3)	0.6330(4)	0.072(2)	0.114(4)	0.064(2)	0.036(2)	0.025(2)	0.014(2)
C(23)	4e	0.2525(2)	1.1759(3)	0.7007(4)	0.051(2)	0.095(3)	0.076(3)	0.005(2)	0.018(2)	0.012(2)
O(23)	4e	0.2597(2)	1.1799(2)	0.8130(3)	0.078(2)	0.098(2)	0.070(2)	-0.009(2)	0.009(1)	0.004(2)
C(24)	4e	0.2519(3)	1.2430(4)	0.6210(6)	0.083(3)	0.144(5)	0.109(4)	-0.001(3)	0.027(3)	0.048(4)
C(25)	4e	0.2334(5)	1.3117(4)	0.6806(8)	0.186(8)	0.076(4)	0.148(7)	-0.025(4)	-0.018(6)	0.022(4)
C(26)	4e	0.1446(8)	1.3145(6)	0.7072(9)	0.39(2)	0.159(8)	0.133(7)	0.15(1)	-0.03(1)	-0.046(6)
C(27)	4e	0.0909(7)	1.3162(4)	0.6082(8)	0.26(1)	0.092(5)	0.126(6)	0.006(6)	-0.011(7)	0.015(4)
C(28)	4e	0.0097(6)	1.3233(4)	0.6605(9)	0.198(9)	0.092(5)	0.176(8)	0.056(5)	0.012(7)	-0.012(5)
C(29)	4e	-0.0259(5)	1.2571(4)	0.7022(6)	0.154(6)	0.104(4)	0.117(5)	0.050(4)	0.029(4)	0.014(4)
C(210)	4e	-0.0441(3)	1.2015(3)	0.6068(5)	0.061(2)	0.112(4)	0.096(3)	0.027(2)	0.009(2)	0.014(3)
O(210)	4e	-0.0785(3)	1.2170(3)	0.5039(4)	0.111(3)	0.159(4)	0.114(3)	0.054(3)	-0.018(2)	0.022(3)
C(211)	4e	-0.0203(2)	1.1226(3)	0.6332(4)	0.052(2)	0.092(3)	0.081(3)	-0.010(2)	-0.001(2)	0.007(2)
O(211)	4e	0.1515(3)	1.0473(3)	0.4621(4)	0.159(4)	0.149(4)	0.098(3)	0.040(3)	0.019(3)	-0.038(3)
C(212)	4e	0.0124(2)	1.1029(3)	0.7695(4)	0.056(2)	0.093(3)	0.081(3)	-0.002(2)	0.016(2)	0.017(2)
C(213)	4e	0.0286(3)	1.0219(3)	0.7912(5)	0.094(3)	0.083(3)	0.115(4)	-0.038(3)	0.009(3)	0.021(3)
C(214)	4e	0.0975(3)	1.0050(3)	0.8937(5)	0.124(4)	0.067(3)	0.084(3)	-0.015(3)	0.010(3)	0.024(2)
C(215)	4e	0.1760(3)	1.0334(2)	0.8691(4)	0.091(3)	0.056(2)	0.066(2)	0.009(2)	-0.003(2)	0.012(2)
C(216)	4e	0.2074(3)	0.9978(2)	0.7622(4)	0.121(4)	0.058(2)	0.075(3)	0.032(2)	-0.013(3)	-0.001(2)
C(217)	4e	0.2730(3)	1.0382(3)	0.7156(5)	0.093(3)	0.104(4)	0.080(3)	0.050(3)	0.014(2)	0.007(3)
C(218)	4e	0.0333(3)	1.1011(2)	0.5452(4)	0.091(3)	0.062(2)	0.067(2)	-0.004(2)	-0.006(2)	-0.006(2)

Acknowledgment. The financial support by the Deutsche Forschungsgemeinschaft is gratefully acknowledged.

References

1. Seyberlich, B.; Tochtermann W.: Synthese bicyclischer Makrolide - ein Beitrag zu Struktur-Geruchsbeziehungen, unpublished results.
2. Tochtermann, W.; Dibbern, R.; Haase, M.; Bruhn, T.; Wolff, C.: Die Rutheniumtetroxid-Oxidation von 3,6-Alkano-4,5-oligomethylenoxepinen. Ein neuer Weg zu makrocyclischen Di-, Tri- und Tetraketonen. *Chem. Ber.* **124** (1991) 923-931.
3. Sheldrick, G. M.: SHELXL-97, a program for refining crystal structures, University of Göttingen, Germany 1997.