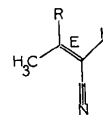
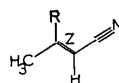


Fig. 3. Ellipsoïdes d'agitation thermique à 50 % de probabilités.

Pâris, 1972), les constantes de couplage allyliques ont les valeurs suivantes: ${}^4J_Z=0,9$ et ${}^4J_E<0,4$ Hz.



Le remplacement du groupe NH_2 par un noyau pyrazolique ($\text{R}=\text{pyrazolyl}$) doit augmenter la valeur de 4J ; la valeur de 0,65 Hz observée dans le cas du produit *A* doit alors correspondre à 4J_E .

Les auteurs remercient Dr J. Elguero de leur avoir proposé cette étude.

Références

- ALCALDE, E., MENDOZA, J., GARCIA-MARQUINA, J. M., ALMERA, C. & ELGUERO, J. (1974). *J. Heterocycl. Chem.* **11**, 423–429.
 DESWARTE, S., BELLEC, C., COURTEIX, C. & PÂRIS, M. C. (1972). *C.R. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, **275**, 411–414.
 MEYER, E. (1895). *J. prakt. Chem.* (2)**52**, 81–117.

Acta Cryst. (1975). B31, 2119

Amino-7 Diméthyl-2,5 Pyrazolo[1,5-*a*]pyrimidine Hemihydrate

PAR JEAN-PAUL MORNON, JEAN DELETRÉ ET RENÉE BALLY

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, associé au CNRS, Université Paris VI, Tour 16, 4 Place Jussieu, 75230 Paris Cedex 05, France

(Reçu le 6 février 1975, accepté le 28 février 1975)

Abstract. $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, monoclinic, space group $C2$, $a=16.01$, $b=8.21$, $c=8.01$ Å, $\beta=116.8^\circ$, $Z=4$. The structure was solved by *MULTAN*. Full-matrix least-squares refinement converged at $R=0.058$ for 909 reflexions including unobserveds, all with identical weights. The water molecule lies on the binary axis.

Introduction. Ce travail fait suite à celui publié conjointement (Deletré, Bally & Mornon, 1975). Nous

présentons ici la structure du composé *C* dont la structure chimique vient d'être récemment établie (Alcalde, Mendoza, Garcia-Marquina, Almera & Elguero, 1974).

Les cristaux, obtenus après une lente évaporation dans l'éthanol nous ont été transmis par M. Elguero; ils sont incolores et se présentent sous forme polyédrique, parfois de grande taille, leur point de fusion est de 204°C . Les 909 mesures indépendantes ont été

Tableau 1. Paramètres atomiques ($\times 10^4$, sauf les *B*)

Les coordonnées de H(9) et H(10) sont théoriques.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}	B_{eq}
N(1)	6610 (3)	5512 (8)	803 (6)	44 (2)	183 (9)	277 (10)	6 (4)	46 (4)	16 (9)	3,5
N(2)	9350 (3)	4164 (8)	2277 (6)	49 (2)	270 (12)	255 (11)	3 (4)	53 (4)	-100 (10)	6,1
N(3)	8230 (3)	5245 (0)	2990 (5)	47 (2)	148 (8)	223 (9)	10 (3)	55 (4)	-6 (7)	2,7
N(4)	8837 (3)	5581 (8)	4793 (5)	50 (2)	176 (8)	228 (9)	15 (4)	49 (4)	-1 (9)	3,0
C(1)	8746 (5)	6852 (11)	7498 (8)	96 (4)	286 (15)	267 (14)	24 (7)	86 (7)	-22 (14)	4,7
C(2)	8307 (4)	6282 (8)	5497 (7)	70 (3)	179 (11)	233 (12)	7 (5)	74 (5)	4 (10)	3,1
C(3)	7377 (4)	6421 (8)	4174 (7)	64 (2)	200 (12)	305 (14)	30 (5)	92 (6)	22 (11)	2,0
C(4)	7323 (3)	5735 (8)	2548 (7)	50 (3)	148 (9)	281 (12)	10 (4)	68 (5)	20 (10)	2,4
C(5)	6826 (3)	4791 (8)	-431 (7)	53 (3)	154 (10)	261 (13)	-7 (5)	41 (3)	-16 (9)	4,5
C(6)	7722 (4)	4261 (9)	-45 (8)	61 (3)	175 (10)	247 (11)	-9 (5)	57 (5)	-38 (10)	4,8
C(7)	8468 (3)	4531 (8)	1713 (7)	52 (3)	157 (10)	254 (12)	-2 (5)	63 (5)	-30 (10)	3,8
C(8)	6016 (4)	4567 (11)	-2402 (9)	74 (4)	291 (17)	290 (16)	1 (7)	18 (6)	-88 (15)	8,5
O	10000 (0)	2335 (8)	0 (0)	44 (2)	174 (10)	254 (11)	0 (0)	55 (5)	0 (0)	3,4

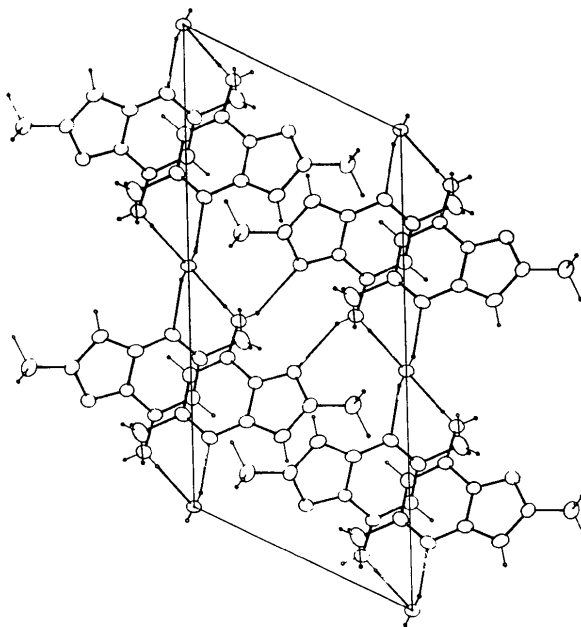
Tableau 1 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
H(1)	6905 (36)	6574 (88)	4356 (69)	4,8 (1,2)
H(2)	7884 (29)	3777 (61)	-1005 (59)	2,5 (1,3)
H(3)	9710 (0)	4490 (0)	3160 (0)	3,5 (0,0)
H(4)	9520 (0)	3830 (0)	1660 (0)	3,5 (0,0)
H(5)	8924 (51)	8316 (101)	7714 (102)	8,0 (1,6)
H(6)	9148 (48)	6360 (106)	8014 (91)	7,5 (1,5)
H(7)	8260 (39)	6868 (89)	8173 (72)	4,9 (1,5)
H(8)	6080 (41)	3785 (94)	-2805 (81)	6,3 (1,9)
H(W)	10370 (0)	1720 (0)	340 (0)	2,5 (0,0)
H(9)	5408	4543	-2330	
H(10)	6008	5495	-3218	

enregistrées sur diffractomètre automatique Philips avec la radiation Cu $K\alpha$. Le fond continu n'a pas été mesuré au voisinage de chaque réflexion mais estimé à l'aide de quelques mesures fonction de θ . Le système de cristallisation est monoclinique et les extinctions systématiques sont compatibles avec les groupes $C2$ ou Cm , la centrosymétrie manifeste de la distribution des modules des réflexions équatoriales $h0l$ est en faveur de $C2$. L'emploi du programme *MULTAN* nous a permis de déterminer directement les coordonnées atomiques des 12 atomes C,N de la molécule et de localiser une molécule d'eau en position spéciale, à savoir sur l'axe binaire.

Après un affinement de comportement normal, les atomes d'hydrogène ont été localisés sur série différence à l'exception de deux atomes du groupe méthyl

C(8). Ils ont été affinés à l'exception des atomes portés par l'azote N(2)(groupe NH_2) et de l'atome H(W)



(a)

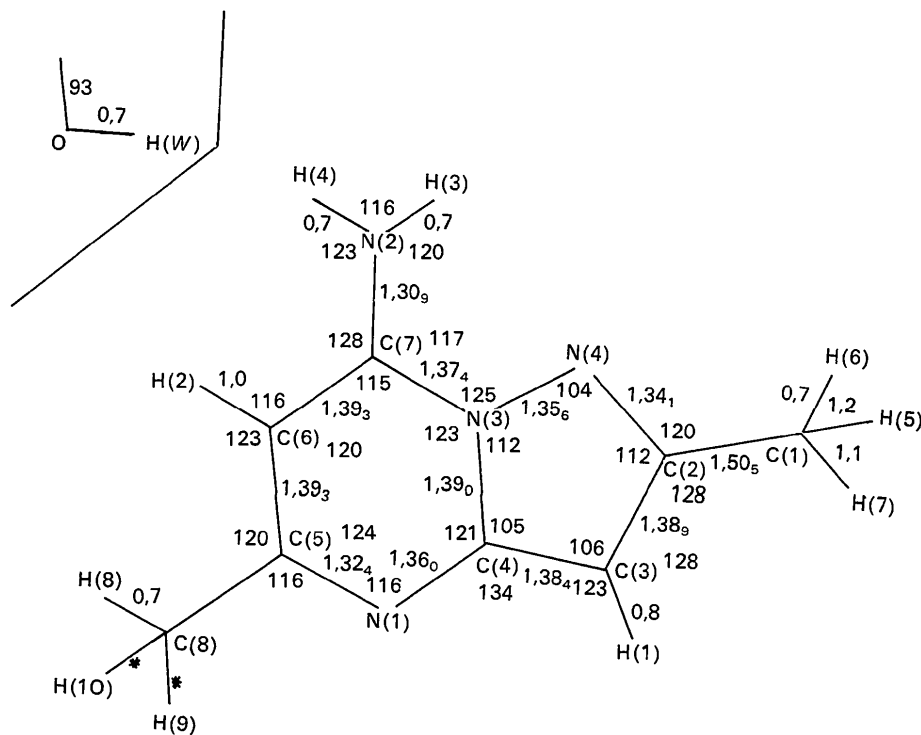
Fig. 2. (a) Projection de la structure selon l'axe *b*.

Fig. 1. Numérotation des atomes, longueurs de liaison (Å) et principaux angles de valence ($^{\circ}$). L'écart standard est de 10^{-2} Å et de $1,5^{\circ}$ pour les grandeurs ne faisant pas intervenir les atomes d'hydrogène. H(9)*, H(10)*: atomes d'hydrogène non déterminés expérimentalement.

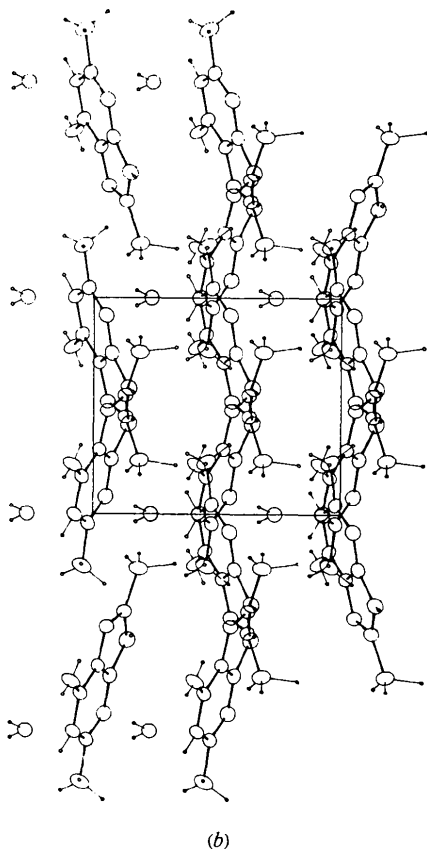


Fig. 2 (cont.) (b) Projection de la structure selon l'axe *a*.

de la molécule d'eau, ces derniers se rapprochant par trop des atomes porteurs, surtout en ce qui concerne NH_2 .*

Discussion. Dans le Tableau 1 nous donnons les coordonnées théoriques des atomes d'hydrogène H(9) et H(10) complétant le groupe méthyl C(8). Les Figs. 1-3 montrent la numérotation des atomes, des projections de la structure et les ellipsoïdes d'agitation

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30981: 7 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

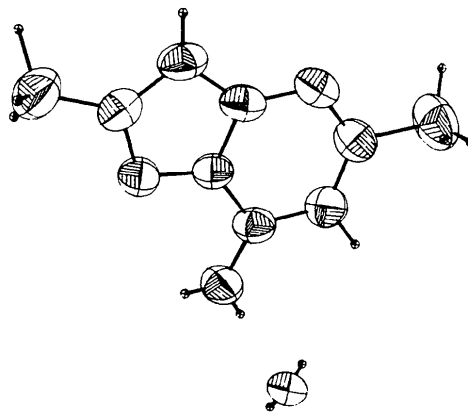


Fig. 3. Ellipsoïdes d'agitation thermique à 50 % de probabilités.

thermique. La stabilité au cours de l'affinement de H(8) nous permet de porter quelque crédit quant à l'orientation du groupe méthyl C(8). La molécule est dans son ensemble extrêmement plane, caractéristique traduisant une délocalisation électronique sensible ainsi qu'en attestent les longueurs des liaisons. La cohésion cristalline est relativement faible (les cristaux se subliment aisément à partir de 100°C environ). Cependant trois liaisons hydrogène caractéristiques sont présentes:

$$\begin{aligned} \text{N}(1)(x, y, z) \cdots \text{O}(\frac{3}{2} - x, \frac{1}{2} + y, -z) & 2,79 \text{ \AA}, \\ & \text{N}(1) \cdots \text{H}(W) - \text{O} \quad 159^\circ; \\ \text{O}(x, y, z) \cdots \text{N}(2)(x, y, z) & 2,89 \text{ \AA}, \\ & \text{O} \cdots \text{H}(4) - \text{N}(2) \quad 168^\circ; \\ \text{N}(4)(x, y, z) \cdots \text{N}(2)(2 - x, y, 1 - z) & 3,02 \text{ \AA}, \\ & \text{N}(4) \cdots \text{H}(3) - \text{N}(2) \quad 156^\circ. \end{aligned}$$

La densité calculée pour ce composé est de 1,21 contre 1,30 g cm^{-3} pour l'isomère *A*. Cette différence doit très probablement être attribuée, en grande partie, au groupe de symétrie.

La structure chimique proposée par Alcalde *et al.* (1974) est entièrement confirmée.

Références

- ALCALDE, E., MENDOZA, J., GARCIA-MARQUINA, J. M., ALMERA, C. & ELGUERO, J. (1974). *J. Heterocycl. Chem.* **11**, 423-429.
 DELLETRÉ, J., BALLY, R. & MORNON, J. P. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2117-2119.