

Structure Cristalline de l'Acide n-Pentadécyl-6 Dihydroxy-2,4 Benzoïque

PAR M. GADRET, M. GOURSOLLE, J. M. LEGER ET J. C. COLLETER

Laboratoire de Chimie Analytique, Faculté de Pharmacie,
Université de Bordeaux II, rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France

(Reçu le 7 avril 1975, accepté le 24 avril 1975)

The crystal structure of 6-n-pentadecyl-2,4-dihydroxybenzoic acid has been solved by direct methods with the *MULTAN* program. Crystal data are: space group $P2_1/c$, $Z=4$, $a=22.54$ (1), $b=5.00$ (2), $c=25.04$ (1) Å, $\beta=131.00^\circ$. The final R value is 0.07.

Introduction

L'acide n-pentadécyl-6 dihydroxy-2,4 benzoïque (Fig. 1) est un métabolite du champignon lignicole *Corticium caeruleum*. Isolé d'une souche cultivée en laboratoire, il a été mis en évidence, cristallisé et caractérisé par Deffieux, Baute, Bourgeois, Neveu & Filleau (1974).

Partie expérimentale

Ce composé cristallise sous forme de petites aiguilles blanches à partir d'une solution chloroformique. Ces cristaux subissant une altération par les rayons X, nous avons été obligés de corriger les F_o en tenant compte de la dérive de l'intensité mesurée en fonction du temps.

Les diagrammes de Bragg et Weissenberg nous ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisées lors des mesures au diffractomètre.

Données cristallographiques

Système monoclinique: groupe spatial $P2_1/c$. $a=22,54$ (1), $b=5,00$ (2), $c=25,04$ (1) Å, $\beta=131,00^\circ$,

$Z=4$. Nombre de réflexions 3750 dont 956 observées.

Les intensités ont été mesurées par la méthode des cinq points sur un diffractomètre automatique Siemens équipé d'un compteur à scintillation, en balayage $\theta-2\theta$ et en utilisant le rayonnement $\text{Cu K}\alpha$.

Détermination de la structure

Nous avons utilisé les facteurs de diffusion atomique classiques des *International Tables for X-ray Crystallography* (1962) sauf pour l'hydrogène où les valeurs de Stewart, Davidson & Simpson (1965) ont été retenues.

Tous les calculs nécessaires à la résolution de cette structure ont été effectués sur ordinateur IRIS 80 de la C.I.I. L'absence d'atome lourd, nous a orienté vers les méthodes directes. La résolution de la structure a été menée à bien par le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1970) de la façon suivante. Un premier processus de convergence avec $210E$ ($E > 1,95$) conduit aux figures de mérite ci-après: $\psi_0=29,7$, $\text{RESID}=0,215$, $\text{ABS FOM}=0,870$. Certaines incompatibilités existant dans les relations de convergence, nous avons introduit comme symboles les taches responsables de ces indéterminations.

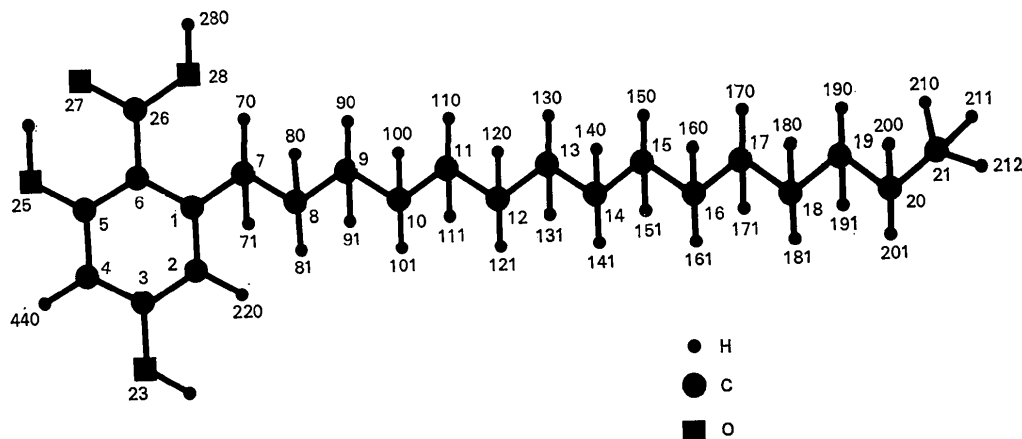


Fig. 1. Acide n-pentadécyl-6 dihydroxy-2,4 benzoïque.

Après un deuxième processus de convergence et affinement des phases les figures de mérite s'améliorent: $\psi_0 = 25,9$, RESID = 0,219, ABS FOM = 0,962.

Tous les atomes apparaissent alors. Un calcul de F_c effectué à ce stade conduit à un $R = 0,406$. Une tentative d'affinement par moindres carrés reste vaine.

Avec des considérations d'encombrement stérique, nous avons été conduit à opérer une translation de l'ensemble de la molécule de $x = +0,05$.

Après cinq cycles d'affinement avec agitation isotrope: $R = 0,160$. Des sections différence ont mis en évidence 30 atomes d'hydrogène (sauf ceux des groupements méthyle). Après cinq cycles d'affinement avec agitation anisotrope pour les atomes autres que les 30 hydrogènes bloqués: $R = 0,0812$. Les derniers hydrogènes ont été situés sur de nouvelles sections différence; trois derniers cycles d'affinement en B_A

sur les C, O, et en B_i sur les H donnent un R final de 0,07.*

Résultats

Le Tableau 1 comporte les coordonnées atomiques suivies de l'écart type σ et les coefficients d'agitation thermique anisotrope (B_{ij}) avec leur écart type multipliés par 10^4 et les coefficients d'agitation thermique isotrope pour les atomes d'hydrogène.

A partir de ces coordonnées, nous avons calculé les distances et les angles interatomiques dans une même molécule (Tableaux 2 et 3).

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31092: 39 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. Paramètres atomiques

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
C(1)	8791 (5)	550 (22)	3171 (5)	38 (4)	450 (60)	37 (4)	-49 (30)	61 (7)	-44 (28)
C(2)	8592 (6)	1677 (24)	2574 (5)	39 (5)	646 (80)	43 (4)	60 (32)	65 (8)	87 (32)
C(3)	8907 (5)	762 (22)	2280 (5)	30 (4)	513 (65)	35 (4)	25 (30)	50 (7)	18 (29)
C(4)	9468 (5)	-1224 (21)	2615 (5)	36 (4)	393 (60)	31 (3)	-18 (27)	53 (7)	2 (25)
C(5)	9703 (5)	-2301 (24)	3232 (5)	36 (4)	472 (63)	39 (4)	-16 (30)	57 (7)	-43 (30)
C(6)	9384 (6)	-1488 (22)	3540 (5)	41 (5)	414 (66)	37 (4)	26 (28)	58 (8)	-1 (27)
C(7)	8416 (5)	1859 (22)	3444 (5)	37 (4)	454 (64)	43 (4)	-18 (28)	61 (8)	-66 (29)
C(8)	7635 (6)	530 (24)	3150 (6)	38 (5)	547 (68)	43 (4)	-46 (32)	62 (8)	-90 (31)
C(9)	7275 (6)	2137 (25)	3396 (5)	37 (4)	544 (69)	47 (4)	-25 (32)	63 (8)	-29 (33)
C(10)	6510 (6)	985 (24)	3164 (6)	39 (5)	590 (72)	42 (4)	-45 (33)	57 (8)	-30 (32)
C(11)	6250 (6)	2356 (27)	3519 (6)	43 (5)	599 (71)	52 (5)	-30 (34)	76 (8)	-31 (35)
C(12)	5515 (6)	1090 (27)	3338 (6)	41 (5)	696 (83)	48 (5)	5 (36)	65 (8)	-28 (36)
C(13)	5301 (6)	2436 (27)	3735 (6)	43 (5)	555 (74)	51 (5)	-1 (34)	71 (8)	-65 (35)
C(14)	4579 (7)	1223 (25)	3589 (6)	56 (6)	655 (84)	63 (5)	-54 (38)	98 (11)	-41 (38)
C(15)	4396 (7)	2581 (28)	4008 (7)	61 (6)	692 (84)	79 (6)	-45 (41)	117 (12)	-38 (44)
C(16)	3692 (6)	1354 (25)	3884 (7)	51 (6)	660 (82)	70 (6)	-20 (36)	99 (11)	32 (39)
C(17)	3540 (6)	2642 (30)	4344 (6)	55 (6)	733 (83)	69 (6)	-71 (40)	102 (10)	-82 (42)
C(18)	2862 (6)	1403 (26)	4246 (6)	37 (5)	727 (87)	53 (5)	-43 (34)	61 (9)	-66 (37)
C(19)	2730 (6)	2679 (27)	4709 (6)	52 (5)	631 (75)	49 (5)	-7 (38)	74 (9)	-62 (36)
C(20)	2041 (7)	1433 (28)	4599 (7)	64 (6)	715 (93)	57 (5)	-44 (40)	88 (11)	-38 (40)
C(21)	1871 (7)	2683 (34)	5024 (6)	59 (6)	1109 (110)	52 (5)	137 (49)	80 (10)	45 (45)
O(23)	8673 (4)	1886 (17)	1686 (3)	42 (3)	794 (56)	35 (2)	96 (22)	55 (5)	130 (21)
O(25)	10271 (4)	-4217 (16)	3548 (3)	46 (3)	605 (48)	46 (3)	104 (21)	76 (6)	82 (20)
C(26)	9641 (5)	-2887 (26)	4177 (5)	35 (4)	739 (79)	40 (4)	0 (33)	61 (8)	47 (33)
O(27)	10171 (4)	-4536 (17)	4479 (4)	44 (3)	841 (55)	43 (3)	67 (24)	73 (5)	62 (22)
O(28)	9302 (4)	-2237 (16)	4430 (3)	51 (3)	676 (48)	42 (3)	74 (23)	79 (5)	70 (23)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>	
H(200)	1545 (45)	1591 (182)	4063 (40)	6,9	H(121)	5613 (46)	-849 (193)	3460 (42)	6,9
H(201)	2109 (45)	-579 (180)	4672 (42)	5,2	H(110)	6710 (41)	2342 (181)	4047 (37)	4,4
H(190)	3241 (49)	2302 (201)	5234 (44)	6,6	H(111)	6171 (48)	4357 (189)	3387 (43)	6,3
H(191)	2701 (49)	4808 (193)	4660 (45)	7,9	H(100)	6116 (39)	1112 (153)	2645 (36)	3,4
H(180)	2341 (52)	1767 (212)	3674 (47)	7,7	H(101)	6548 (48)	-1001 (189)	3285 (43)	6,9
H(181)	3017 (55)	-852 (226)	4316 (50)	11,	H(90)	7706 (38)	2225 (160)	3918 (34)	2,9
H(170)	4005 (52)	2657 (215)	4832 (46)	7,9	H(91)	7197 (46)	4015 (182)	3248 (42)	6,5
H(171)	3475 (52)	4573 (215)	4247 (47)	8,5	H(80)	7262 (44)	689 (177)	2625 (41)	5,1
H(160)	3214 (45)	1608 (183)	3383 (40)	6,0	H(81)	7765 (44)	-1518 (176)	3300 (40)	5,5
H(161)	3752 (46)	-822 (181)	3965 (42)	6,2	H(70)	8836 (38)	1858 (150)	3995 (33)	2,2
H(150)	4831 (51)	2414 (212)	4490 (46)	8,1	H(71)	8328 (37)	3997 (147)	3264 (33)	2,6
H(151)	4289 (52)	4529 (218)	3883 (48)	8,8	H(220)	8251 (45)	3081 (186)	2405 (41)	6,1
H(140)	4163 (46)	1171 (181)	3047 (42)	6,1	H(440)	9620 (44)	-2371 (201)	2362 (41)	5,7
H(141)	4670 (49)	-950 (193)	3705 (45)	6,5	H(210)	1373 (72)	1193 (285)	4862 (65)	17,
H(130)	5812 (45)	2309 (197)	4257 (41)	6,0	H(211)	2438 (54)	2258 (220)	5586 (48)	9,4
H(131)	5190 (44)	4355 (188)	3618 (40)	5,0	H(212)	1791 (66)	4945 (266)	4941 (59)	16,
H(120)	5069 (43)	1306 (170)	2817 (37)	4,4	H(280)	9487 (48)	-3152 (201)	4722 (44)	12,

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

C(1)—C(2)	1,370 (16)	C(8)—H(81)	1,065 (88)
C(2)—C(3)	1,394 (19)	C(9)—H(90)	0,994 (65)
C(3)—C(4)	1,378 (16)	C(9)—H(91)	0,983 (91)
C(4)—C(5)	1,373 (15)	C(10)—H(100)	0,984 (69)
C(5)—C(6)	1,418 (20)	C(10)—H(101)	1,026 (95)
C(6)—C(1)	1,435 (17)	C(11)—H(110)	1,011 (71)
C(1)—C(7)	1,539 (19)	C(11)—H(111)	1,033 (95)
C(7)—C(8)	1,543 (20)	C(12)—H(120)	1,002 (72)
C(8)—C(9)	1,531 (20)	C(12)—H(121)	0,998 (97)
C(10)—C(11)	1,512 (20)	C(13)—H(130)	1,032 (83)
C(11)—C(12)	1,538 (22)	C(13)—H(131)	0,987 (94)
C(12)—C(13)	1,518 (21)	C(14)—H(140)	1,025 (81)
C(13)—C(14)	1,540 (23)	C(14)—H(141)	1,110 (97)
C(14)—C(15)	1,517 (23)	C(15)—H(151)	1,00 (11)
C(15)—C(16)	1,530 (25)	C(15)—H(150)	0,935 (90)
C(16)—C(17)	1,542 (22)	C(16)—H(160)	0,988 (81)
C(17)—C(18)	1,514 (23)	C(16)—H(161)	1,100 (91)
C(18)—C(19)	1,514 (21)	C(17)—H(170)	0,955 (92)
C(19)—C(20)	1,521 (25)	C(17)—H(171)	0,98 (11)
C(20)—C(21)	1,487 (23)	C(18)—H(180)	1,121 (93)
C(3)—O(23)	1,332 (13)	C(18)—H(181)	1,16 (12)
C(5)—O(25)	1,361 (15)	C(19)—H(190)	1,051 (88)
C(6)—C(26)	1,469 (15)	C(19)—H(191)	1,070 (97)
C(26)—O(27)	1,223 (16)	C(20)—H(200)	1,044 (80)
C(26)—O(28)	1,313 (17)	C(20)—H(201)	1,017 (91)
C(2)—H(220)	0,92 (10)	C(9)—C(10)	1,527 (21)
C(4)—H(440)	1,07 (11)	O(28)—H(280)	0,720 (92)
C(7)—H(70)	1,042 (64)	C(21)—H(211)	1,139 (99)
C(7)—H(71)	1,127 (74)	C(21)—H(210)	1,18 (17)
C(8)—H(80)	0,996 (78)	C(21)—H(212)	1,14 (13)

Tableau 3. Angles interatomiques (°)

C(6)—C(1)—C(2)	119,7 (1)
C(1)—C(2)—C(3)	121,7 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	119,8 (1)
C(3)—C(4)—C(5)	119,5 (1)
C(4)—C(5)—C(6)	122,7 (1)
C(5)—C(6)—C(1)	116,4 (1)
C(7)—C(1)—C(6)	124,5 (1)
C(7)—C(1)—C(2)	115,3 (1)
C(1)—C(2)—H(220)	113,3 (7)
H(220)—C(2)—C(3)	125,0 (7)
C(2)—C(3)—O(23)	119,0 (1)
O(23)—C(3)—C(4)	121,2 (1)
C(3)—C(4)—H(440)	123,5 (7)
H(440)—C(4)—C(5)	114,8 (7)
C(4)—C(5)—O(25)	116,9 (1)
O(25)—C(5)—C(6)	120,4 (1)
C(5)—C(6)—C(26)	118,3 (1)
C(26)—C(6)—C(1)	125,2 (1)
C(6)—C(26)—O(27)	121,5 (1)
O(27)—C(26)—O(28)	120,9 (1)
O(28)—C(26)—C(6)	117,7 (1)
C(1)—C(7)—H(70)	107,6 (5)
C(1)—C(7)—H(71)	103,4 (5)
H(70)—C(7)—H(71)	107,4 (7)
H(70)—C(7)—C(8)	113,1 (5)
H(71)—C(7)—C(8)	111,8 (5)
C(7)—C(8)—H(80)	107,9 (6)
C(7)—C(8)—H(81)	106,5 (6)
H(80)—C(8)—H(81)	110,0 (9)
H(80)—C(8)—C(9)	106,2 (6)
H(81)—C(8)—C(9)	117,3 (6)
C(8)—C(9)—H(90)	103,7 (6)
C(8)—C(9)—H(91)	111,2 (7)
H(90)—C(9)—H(91)	103,4 (9)
H(90)—C(9)—C(10)	113,6 (6)
H(91)—C(9)—C(10)	109,8 (7)
C(9)—C(10)—H(100)	107,0 (6)
C(9)—C(10)—H(101)	113,4 (7)
H(100)—C(10)—H(101)	106,2 (9)
H(100)—C(10)—C(11)	112,7 (6)

Tableau 3 (suite)

H(101)—C(10)—C(11)	105,0 (7)
C(10)—C(11)—H(110)	107,7 (6)
C(10)—C(11)—H(111)	107,7 (7)
H(110)—C(11)—H(111)	103,9 (9)
H(110)—C(11)—C(12)	111,5 (6)
H(111)—C(11)—C(12)	112,2 (7)
C(11)—C(12)—H(120)	107,9 (6)
C(11)—C(12)—H(121)	109,5 (7)
H(120)—C(12)—H(121)	109,6 (9)
H(120)—C(12)—C(13)	109,0 (6)
H(121)—C(12)—C(13)	109,3 (7)
C(12)—C(13)—H(130)	103,5 (7)
C(12)—C(13)—H(131)	111,5 (7)
H(130)—C(13)—H(131)	106,9 (9)
H(130)—C(13)—C(14)	113,8 (7)
H(131)—C(13)—C(14)	106,8 (7)
C(13)—C(14)—H(140)	103,3 (6)
C(13)—C(14)—H(141)	109,8 (6)
H(140)—C(14)—H(141)	100,0 (9)
H(141)—C(14)—C(15)	110,3 (6)
H(140)—C(14)—C(15)	120,0 (6)
C(14)—C(15)—H(150)	108,8 (8)
C(14)—C(15)—H(151)	109,7 (8)
H(150)—C(15)—H(151)	108,9 (1,1)
H(150)—C(15)—C(16)	107,3 (8)
H(151)—C(15)—C(16)	108,8 (8)
C(15)—C(16)—H(160)	109,2 (7)
C(15)—C(16)—H(161)	112,0 (6)
H(160)—C(16)—H(161)	105,2 (9)
H(160)—C(16)—C(17)	107,6 (7)
H(161)—C(16)—C(17)	109,6 (6)
C(16)—C(17)—H(170)	111,5 (8)
C(16)—C(17)—H(171)	107,4 (8)
H(170)—C(17)—H(171)	99,7 (1,1)
H(170)—C(17)—C(18)	110,6 (8)
H(171)—C(17)—C(18)	112,9 (8)
C(17)—C(18)—H(180)	103,9 (7)
C(17)—C(18)—H(181)	101,6 (7)
H(180)—C(18)—H(181)	108,1 (1,0)
H(180)—C(18)—C(19)	110,0 (7)
H(181)—C(18)—C(19)	119,1 (7)
C(18)—C(19)—H(190)	106,1 (7)
C(18)—C(19)—H(191)	111,1 (6)
H(190)—C(19)—H(191)	104,9 (9)
H(190)—C(19)—C(20)	107,7 (7)
H(191)—C(19)—C(20)	114,2 (6)
C(19)—C(20)—H(200)	107,9 (6)
H(200)—C(20)—H(201)	102,4 (9)
C(19)—C(20)—H(201)	111,1 (6)
H(200)—C(20)—C(21)	109,1 (6)
H(201)—C(20)—C(21)	111,5 (6)
C(1)—C(7)—C(8)	113,0 (1)
C(7)—C(8)—C(9)	108,8 (1)
C(8)—C(9)—C(10)	114,4 (1)
C(9)—C(10)—C(11)	112,4 (1)
C(10)—C(11)—C(12)	113,3 (1)
C(11)—C(12)—C(13)	111,5 (1)
C(12)—C(13)—C(14)	114,2 (1)
C(13)—C(14)—C(15)	112,6 (1)
C(14)—C(15)—C(16)	113,3 (1)
C(15)—C(16)—C(17)	112,8 (1)
C(16)—C(17)—C(18)	113,8 (1)
C(17)—C(18)—C(19)	112,9 (1)
C(18)—C(19)—C(20)	112,2 (1)
C(19)—C(20)—C(21)	114,2 (1)
C(20)—C(21)—H(211)	101,5 (7)
C(20)—C(21)—H(210)	97,1 (9)
C(20)—C(21)—H(212)	111,7 (8)
H(210)—C(21)—H(211)	110,5 (1,1)
H(211)—C(21)—H(212)	109,0 (1,1)
H(212)—C(21)—H(210)	124,3 (1,2)
H(280)—O(28)—C(26)	101,5 (1,0)

Ces résultats conduisent aux remarques suivants:
 - Au niveau de cycle, les distances C-C sont voisines de 1,38 Å sauf pour les deux liaisons C(1)-C(6) et C(6)-C(5) qui sont peu différentes de 1,42 Å; le radical acide porté par le C(6) semble faire perdre à ces deux liaisons un peu de leur caractère π .

- Au niveau de la chaîne on retrouve bien le caractère aliphatique à travers les distances C-C et les angles C-C-C: la moyenne des liaisons C-C étant de 1,525 Å et celle des angles: 112,8°. Seule la liaison terminale est un peu plus courte.

La programme de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959) nous a permis de déterminer les plans moyens suivants: plan I constitué par les atomes C(1), C(2), C(3), C(4), C(5), C(6), C(7), O(23), O(25), C(26) (Tableau 4); plan II constitué par les atomes C(1), C(7) à C(21) (Tableau 5); plan III constitué par les atomes C(6), C(26), O(27), O(28) (Tableau 6).

Tableau 4. *Plan moyen I et distances à ce plan (Å)*

$$0,4892X + 0,6895Y + 0,5340Z = 10,5680$$

Atomes définissant le plan		Autres atomes	
C(1)	-0,0319 (117)	C(8)	-1,3174 (128)
C(2)	0,0149 (125)	C(9)	-1,1092 (126)
C(3)	-0,0136 (115)	C(10)	-2,3988 (127)
C(4)	-0,0123 (111)	C(11)	-2,1383 (134)
C(5)	0,0026 (120)	C(12)	-3,4235 (138)
C(6)	-0,0058 (118)	C(13)	-3,1134 (134)
C(7)	0,0627 (118)	C(14)	-4,3585 (140)
O(23)	-0,0063 (85)	C(15)	-4,0057 (149)
O(25)	0,0315 (81)	C(16)	-5,2307 (142)
C(26)	-0,0739 (126)	C(17)	-4,8586 (149)
		C(18)	-6,0544 (135)
		C(19)	-5,6640 (139)
		C(20)	-6,8768 (151)
		C(21)	-6,5459 (159)
		O(27)	0,0029 (87)
		O(28)	-0,1713 (82)

Tableau 5. *Plan moyen II et distances à ce plan (Å)*

$$0,0674X - 0,8304Y + 0,5531Z = 3,6342$$

Atomes définissant le plan		Autres atomes	
C(1)	0,4377 (107)	C(2)	-0,6194 (116)
C(7)	0,0915 (108)	C(3)	-0,4661 (106)
C(8)	0,2501 (117)	C(4)	0,7580 (101)
C(9)	-0,2419 (117)	C(5)	1,8183 (112)
C(10)	-0,0964 (117)	C(6)	1,7197 (107)
C(11)	-0,3741 (127)	O(23)	-1,5235 (80)
C(12)	-0,1289 (128)	O(25)	2,9957 (75)
C(13)	-0,3504 (126)	C(26)	2,9360 (121)
C(14)	-0,0919 (125)	O(27)	3,9838 (81)
C(15)	-0,2927 (138)	O(28)	2,8498 (76)
C(16)	-0,0060 (128)		
C(17)	-0,1345 (141)		
C(18)	0,1866 (125)		
C(19)	0,0685 (128)		
C(20)	0,3788 (136)		
C(21)	0,2308 (154)		

La détermination de ces plans permet de calculer les angles suivants: le plan I fait avec le plan II un angle $\varphi_1 = 104,14^\circ$ (Fig. 2), alors qu'avec le plan III l'angle est très petit $\varphi_2 = 5,04^\circ$, comme le montrent d'ailleurs les distances des atomes du cycle au plan III. L'angle φ_1 est probablement dû à un encombrement stérique entre le C(7) et O(28) [C(7)-O(28) = 2,79 Å].

Cohésion cristalline

L'examen de la projection (010) montre que la maille est remplie dans son centre par les chaînons en C(15) hydrophobes alors que les seuls points de contacts se situent aux extrémités de la maille au niveau des cycles phényles hydrophiles. Nous observons deux types de liaison: liaisons hydrogène et contacts de van der Waals (Tableaux 7 et 8, Fig. 2).

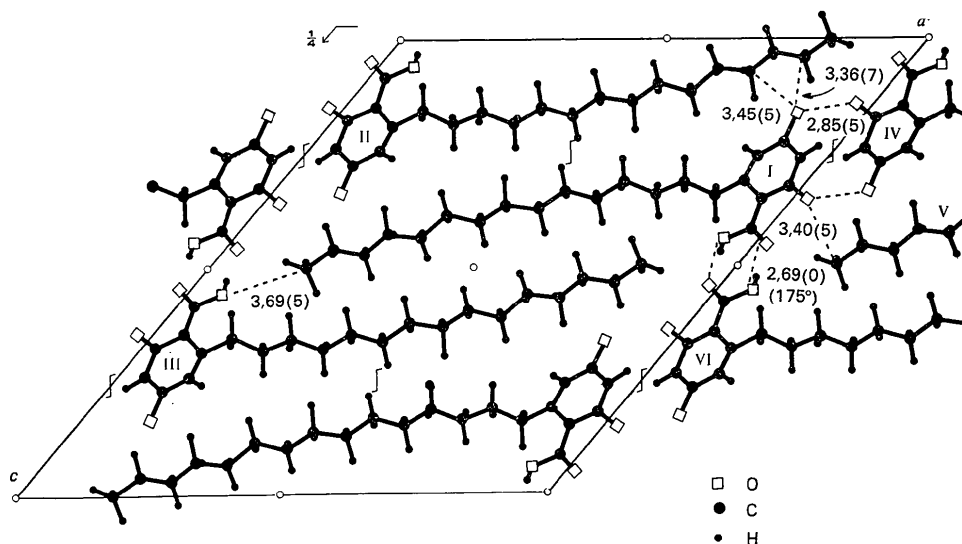


Fig. 2. Projection (010).

Tableau 6. Plan moyen III et distances à ce plan (Å)

$$0,4121X + 0,7170Y + 0,5621Z = 9,5441$$

Atomes définissant le plan		Autres atomes	
C(6)	0,0038 (115)	C(1)	0,423 (114)
C(26)	-0,0138 (124)	C(2)	0,0319 (122)
O(27)	0,0025 (85)	C(3)	-0,1168 (112)
O(28)	0,0020 (80)	C(4)	-0,1800 (108)
		C(5)	-0,1100 (117)
		C(7)	0,2692 (115)
		C(8)	-1,0464 (125)
		C(9)	-0,7093 (123)
		C(10)	-1,9235 (124)
		C(11)	-1,5352 (131)
		C(12)	-2,7427 (134)
		C(13)	-2,3055 (131)
		C(14)	-3,4680 (136)
		C(15)	-2,9895 (145)
		C(16)	-4,1315 (138)
		C(17)	-3,6326 (146)
		C(18)	-4,7451 (132)
		C(19)	-4,2310 (135)
		C(20)	-5,3611 (146)
		C(21)	-4,9070 (157)
		O(23)	-0,1600 (83)
		O(25)	-0,1492 (79)

Tableau 7. Liaisons hydrogène

O(23, I)–O(25, IV)	2,85 (5) Å
O(27, I)–O(28, VI)	2,69 (0)
O(27, I)–H(280, VI)	1,97 (7)

Code de symétrie

(I)	x	y	z
(II)	$1-x$	$\frac{1}{2}+y$	$\frac{1}{2}-z$
(III)	$1-x$	\bar{y}	$1-z$
(IV)	$2-x$	$\frac{1}{2}+y$	$\frac{1}{2}-z$
(V)	$1+x$	$y-1$	z
(VI)	$2-x$	$\bar{y}-1$	$1-z$

Acta Cryst. (1975). B31, 2788

The Crystal Structure of 1-(*N,N*-Bis-*p*-chlorobenzoylamino)-4,5-diphenyl-1,2,3-triazole

BY S. C. KOKKOU AND P. J. RENTZEPERIS

Applied Physics Laboratory, Aristotle University of Thessaloniki, Thessaloniki, Greece

(Received 10 March 1975; accepted 23 April 1975)

The crystal structure of 1-(*N,N*-bis-*p*-chlorobenzoylamino)-4,5-diphenyl-1,2,3-triazole, $C_{28}H_{18}N_4O_2Cl_2$, has been determined with three-dimensional intensities, measured on an automated Philips PW 1100 single-crystal diffractometer (574 independent non-zero reflexions). The structure was essentially solved by direct phase determination combined with Fourier syntheses. The cell constants, obtained by least-squares calculations from direct θ value measurements on the diffractometer, are $a = 15.0519$ (23), $b = 12.3312$ (15), $c = 13.5896$ (32) Å, $\beta = 90.13$ (2)°, $Z = 4$; the space group is $P2_1/n$. The positional and vibrational parameters, with anisotropic temperature factors for the non-hydrogen atoms, were refined by full-matrix least-squares calculations to a final $R = 0.070$. Correction for anomalous scattering of the Cl atoms was applied. The molecule has a dibenzoylaminotriazole structure. One of the four benzene rings forms with the central triazole ring a roughly coplanar system.

Introduction

In a recent paper on the structure of 1-(α -*o*-bromobenzoyloxy-*o'*-bromobenzylideneamino)-4,5-diphenyl

Tableau 8. Liaisons de type van der Waals

C(19, I)–O(23, II)	3,48 (6) Å
O(23, I)–C(18, II)	3,45 (5)
O(23, I)–C(20, II)	3,36 (7)
C(21, I)–O(28, III)	3,69 (5)
C(4, I)–O(25, IV)	3,47 (7)
C(3, I)–O(25, IV)	3,57 (3)
C(4, I)–C(4, IV)	3,76 (4)
O(23, I)–C(4, IV)	3,45 (2)
O(23, I)–C(5, IV)	3,55 (3)
O(25, I)–C(21, V)	3,40 (5)
O(27, I)–C(21, V)	3,40 (6)

Conclusion

La structure très originale de cette molécule avec sa chaîne en C(15) entraîne une conformation cristalline très particulière. L'angle dièdre important des plans moyens de la chaîne et du cycle ainsi que le remplissage de la maille sont deux caractéristiques très intéressantes.

Références

- DEFFIEUX, G., BAUTE, R., BOURGEOIS, G., NEVEU, A. & FILLEAU, M.-J. (1974). *Bull. Soc. Pharm. Ouest*, **16**, 259–264.
- GERMAIN, P., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B26, 274–285.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600–604.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3178.

1,2,3-triazole (Kokkou & Rentzeperis, 1975) reference was made to the triazole derivatives obtained as oxidation products of α -diacylhydrazones and detailed literature on their preparation and various properties