

Cl(3)—P(2)—N(3)—C(1) and Cl(3)—P(2)—N(3)—C(2) being -77 and $+83^\circ$ respectively. This is probably due to the equalization of the non-bonded contacts between the Cl and C atoms: Cl(3) \cdots C(1) and Cl(3) \cdots C(2) are 3.68 and 3.71 Å respectively. Of the non-geminal substituents the Cl atoms are axial and the bulkier NMePh groups equatorial. The molecule thus has an extended conformation and lies along **b**. These features have been observed for other structures (Bullen & Tucker, 1972; Bullen & Dann, 1973).

Intermolecular contacts <4.0 Å are indicated in Fig. 1. The orientation of the phenyl ring is apparently decided by the close contacts between the phenyl C atoms on the one hand and Cl(1), Cl(2), Cl(3) and the methyl C(1) of neighbouring molecules on the other. There are also short contacts between atoms of phenyl rings related by a centre of symmetry and between N(1) and Cl(3) and the phenyl C(3) and C(7), respectively, belonging to the same molecule.

We thank Dr M. N. Sudheendra Rao for the crystals, Professor K. Venkatesan and Dr S. S. Krishnamurthy for useful discussions and Professors R. A. Shaw and A. R. Vasudeva Murthy for their interest.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 3550–3552

Diphényl-4,5 Méthoxycarbonyl-5 Pyrazoline-2 (*E*)

PAR F. CHENTLI-BENCHICKA, J. P. DECLERCQ, G. GERMAIN ET M. VAN MEERSSCHE

*Laboratoire de Chimie physique et de Cristallographie de l'Université de Louvain, Bâtiment Lavoisier,
1 place Louis Pasteur, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgique*

(Reçu le 6 juin 1977, accepté le 30 juin 1977)

Abstract. C₁₇H₁₆N₂O₂, monoclinic, $P2_1$, $a = 14.395$ (4), $b = 5.695$ (2), $c = 8.826$ (3) Å, $\beta = 103.06$ (2) $^\circ$, $Z = 2$. The structure was solved by direct methods. $R = 0.038$ for 1104 observed reflexions. The 2-pyrazoline ring is in an envelope conformation (folding angle: 31°).

Introduction. La présente étude fait partie d'un ensemble de recherches sur les pyrazolines menées conjointement au Laboratoire de Chimie Quantique de l'Université de Louvain, sous la direction du Professeur G. Leroy, et dans notre propre laboratoire.

Le spectre de diffraction a été relevé sur un diffractomètre Picker, à quatre cercles commandé par cartes

References

- BULLEN, G. J. & DANN, P. E. (1973). *J. Chem. Soc. Dalton*, pp. 1453–1456.
 BULLEN, G. J. & MALLINSON, P. R. (1972). *J. Chem. Soc. Dalton*, pp. 1412–1416.
 BULLEN, G. J., MALLINSON, P. R. & BURR, A. H. (1969). *Chem. Commun.* pp. 691–692.
 BULLEN, G. J. & TUCKER, P. A. (1972). *J. Chem. Soc. Dalton*, pp. 2437–2442.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 CRUICKSHANK, D. W. J., BUJOSA, A., LOVELL, F. M. & TRUTER, M. R. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, edited by R. PEPINSKY, J. M. ROBERTSON & J. C. SPEAKMAN. London: Pergamon Press.
 JOHN, K., MOELLER, T. & AUDRIETH, L. F. (1960). *J. Amer. Chem. Soc.* **82**, 5616–5618.
 KEAT, R., KRISHNAMURTHY, S. S., SAU, A. C., SHAW, R. A., SUDHEENDRA RAO, M. N., VASUDEVA MURTHY, A. R. & WOODS, M. (1974). *Z. Naturforsch.* **29b**, 701–702.
 MAIN, P., WOOLFSON, M. M. & GERMAIN, G. (1971). *MULTAN. A Computer Program for the Automatic Solution of Crystal Structures*, Univ. of York, England.
 SUDHEENDRA RAO, M. N. (1976). PhD Thesis, Indian Institute of Science, Bangalore.
 WAGNER, A. J. & VOS, A. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 707–713.

perforées. Les intensités de 1163 réflexions indépendantes ont été mesurées en balayage $\omega-2\theta$ jusqu'à une valeur de $2\theta_{\max} = 110^\circ$; radiation incidente: Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1.5418$ Å). 1104 de ces réflexions ont été considérées comme observées, le critère de rejet étant: $I < 2.5\sigma(I)$. La structure a été résolue par application des programmes du système *MULTAN* 74 (Main, Woolfson, Lessinger, Germain & Declercq, 1974) et affinée par moindres carrés selon les programmes de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966) jusqu'à une valeur de $R = 0.038$ pour l'ensemble des réflexions observées. Les positions de 13 atomes d'hydrogène ont été trouvées sur une série de Fourier-différence. Seuls les hydrogènes du groupe-méthyle n'ont pu être repérés.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$; *sauf pour les atomes d'hydrogène: $\times 10^3$*)

	x	y	z
N(1)	8278 (1)	11516 (3)	11614 (1)
N(2)	9128 (1)	11325 (3)	11078 (1)
C(3)	9169 (1)	9273 (4)	10531 (2)
C(4)	8329 (1)	7705 (3)	10622 (2)
C(5)	7960 (1)	9122 (3)	11877 (2)
C(6)	8473 (1)	8144 (3)	13481 (2)
O(7)	8570 (1)	6071 (3)	13764 (1)
O(8)	8749 (1)	9837 (3)	14501 (1)
C(9)	9216 (1)	9128 (5)	16083 (2)
C(10)	7703 (1)	7437 (3)	8993 (2)
C(11)	7100 (1)	9203 (4)	8267 (2)
C(12)	6601 (1)	8924 (4)	6729 (2)
C(13)	6709 (1)	6920 (4)	5912 (2)
C(14)	7314 (1)	5138 (4)	6624 (2)
C(15)	7799 (1)	5398 (3)	8168 (2)
C(16)	6900 (1)	9044 (3)	11878 (1)
C(17)	6348 (1)	7093 (3)	11368 (2)
C(18)	5394 (1)	7021 (4)	11478 (2)
C(19)	5003 (1)	8883 (4)	12120 (2)
C(20)	5563 (1)	10829 (4)	12647 (2)
C(21)	6506 (1)	10919 (3)	12525 (2)
H(1)	842 (2)	1241 (5)	1250 (2)
H(3)	965 (1)	898 (5)	996 (3)
H(4)	857 (2)	624 (5)	1105 (2)
H(11)	705 (2)	1060 (5)	884 (2)
H(12)	620 (2)	1018 (5)	623 (3)
H(13)	636 (2)	668 (5)	479 (3)
H(14)	743 (2)	380 (5)	603 (3)
H(15)	823 (2)	412 (5)	859 (3)
H(17)	663 (2)	577 (5)	1091 (3)
H(18)	498 (2)	571 (5)	1117 (3)
H(19)	428 (2)	886 (5)	1210 (3)
H(20)	533 (2)	1238 (5)	1322 (3)
H(21)	693 (2)	1236 (5)	1294 (3)

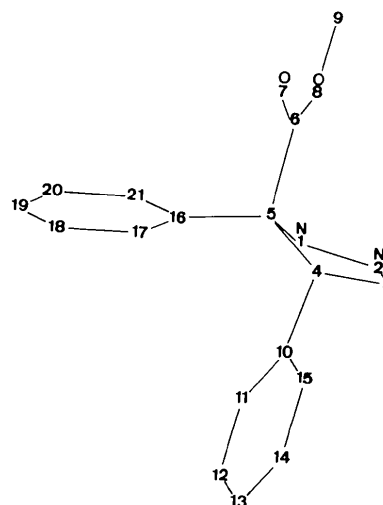


Fig. 1. Numérotation des atomes.

Tableau 2. *Distances interatomiques* (Å)

N(1)–N(2)	1,413 (2)
N(1)–C(5)	1,473 (2)
N(2)–C(3)	1,271 (3)
C(3)–C(4)	1,520 (2)
C(4)–C(5)	1,558 (2)
C(4)–C(10)	1,522 (2)
C(5)–C(6)	1,545 (2)
C(5)–C(16)	1,527 (2)
C(6)–O(7)	1,208 (2)
C(6)–O(8)	1,318 (2)
O(8)–C(9)	1,463 (2)
N(1)–H(1)	0,92 (2)
C(3)–H(3)	0,96 (2)
C(4)–H(4)	0,95 (3)

Les paramètres atomiques finaux sont ceux du Tableau 1* où les atomes sont numérotés comme il est indiqué à la Fig. 1. Les atomes d'hydrogène portent un numéro identique à celui de l'atome auquel ils sont liés.

Discussion. Les Tableaux 2 et 3 donnent les longueurs des liaisons et les angles de valence. Nous n'avons pas jugé utile d'y inclure les dimensions des deux noyaux phényle pour lesquels on trouve: C–C = $1,39 \pm 0,01$ Å; C–C–C = $120 \pm 1^\circ$ et une valeur moyenne C–H = $1,00$ Å.

Toutes les distances interatomiques sont normales. La double liaison pyrazolinique est nettement localisée en N(2)–C(3). Les trois substituants sont plans aux erreurs d'expérience près, pour ce qui concerne tous les atomes observés. Ces substituants s'implantent sur la pyrazoline en adoptant des conformations décrites par les angles de torsion du Tableau 4.

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32823; 14 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.

Tableau 3. *Angles de valence* ($^\circ$)

N(2)–N(1)–C(5)	107,8 (1)
N(1)–N(2)–C(3)	108,4 (1)
N(2)–C(3)–C(4)	114,5 (2)
C(3)–C(4)–C(5)	97,8 (1)
C(3)–C(4)–C(10)	108,5 (1)
C(5)–C(4)–C(10)	120,0 (1)
N(1)–C(5)–C(4)	101,5 (1)
N(1)–C(5)–C(6)	112,1 (1)
N(1)–C(5)–C(16)	111,9 (1)
C(4)–C(5)–C(6)	107,2 (1)
C(4)–C(5)–C(16)	119,1 (1)
C(6)–C(5)–C(16)	105,0 (1)
C(5)–C(6)–O(7)	123,4 (2)
C(5)–C(6)–O(8)	111,8 (1)
O(7)–C(6)–O(8)	124,8 (2)
C(6)–O(8)–C(9)	116,9 (1)
C(4)–C(10)–C(11)	122,6 (1)
C(4)–C(10)–C(15)	118,0 (1)
C(5)–C(16)–C(17)	121,7 (1)
C(5)–C(16)–C(21)	118,6 (1)

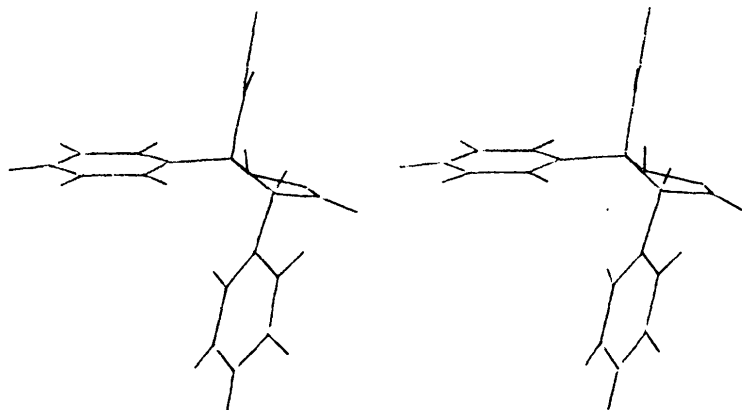


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la conformation moléculaire.

Tableau 4. Angles de torsion conformationnels des substituants ($^{\circ}$)

C(3)–C(4)–C(10)–C(11)	–76
C(3)–C(4)–C(10)–C(15)	99
C(5)–C(4)–C(10)–C(11)	35
C(5)–C(4)–C(10)–C(15)	–149
H(4)–C(4)–C(10)–C(11)	165
H(4)–C(4)–C(10)–C(15)	–20
N(1)–C(5)–C(6)–O(7)	–155
N(1)–C(5)–C(6)–O(8)	27
C(4)–C(5)–C(6)–O(7)	–45
C(4)–C(5)–C(6)–O(8)	138
C(16)–C(5)–C(6)–O(7)	83
C(16)–C(5)–C(6)–O(8)	–95
N(1)–C(5)–C(16)–C(17)	149
N(1)–C(5)–C(16)–C(21)	–37
C(4)–C(5)–C(16)–C(17)	30
C(4)–C(5)–C(16)–C(21)	–155
C(6)–C(5)–C(16)–C(17)	–89
C(6)–C(5)–C(16)–C(21)	85

Le cycle de la pyrazoline adopte une conformation enveloppe avec une pliure suivant la ligne N(1)C(4). Les angles de torsion endocycliques prennent les valeurs suivantes: N(2)–C(3) = 0, N(1)–N(2) = +21,

C(3)–C(4) = –18, C(4)–C(5) = +28, N(1)–C(5) = –31 $^{\circ}$. Le pli de l'enveloppe peut également être défini par le dièdre que forment les plans *A*, contenant N(1)N(2)C(3)C(4), et *B*, contenant N(1)C(5)C(4), dièdre égal à 31 $^{\circ}$ ainsi que par la distance de l'atome C(5) au plan *A*, distance égale à 0,49 Å.

Les auteurs remercient les Drs J. Weiler et A. Aït Ouyahia qui leur ont fourni les cristaux. JPD et FCB marquent leur gratitude respectivement au Fonds National de la Recherche Scientifique et à l'Office de Coopération au Développement Economique, pour les mandat et bourse dont ils ont bénéficié.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 System. National Research Council, Ottawa, Canada.
- MAIN, P., WOOLFSON, M. M., LESSINGER, L., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1974). *MULTAN 74. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. York, Angleterre. et Louvain-la-Neuve, Belgique.