

Isopropyl-3 Isopropylimino-2 Méthoxy-5 Δ -4-Oxazoline

PAR O. DIDEBERG ET L. DUPONT

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique B5, Université de Liège au Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

J. DRAPIER

Laboratoire de Chimie des Macromolécules, Institut de Chimie B6, Université de Liège au Sart Tilman, B-4000 Liège, Belgique

ET G. EVRARD

Groupe de Chimie-Physique, Faculté Notre Dame de la Paix, B-5000 Namur, Belgique

(Reçu le 2 octobre 1978, accepté le 8 février 1979)

Abstract. $C_{10}H_{18}N_2O_2$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 13.787$ (7), $b = 9.066$ (7), $c = 9.614$ (13) Å, $\beta = 95.63$ (2)°, $V = 1195.9$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.1$ Mg m⁻³, $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 0.63$ mm⁻¹. A least-squares refinement of 1351 reflections collected on a CAD-4 diffractometer yielded a final R of 0.048. The molecules are linked together by only a few van der Waals interactions. This fact is also supported by the low melting point of this compound (312 K).

Introduction. Un produit de réaction entre la N,N' -diisopropyl-carbodiimide (I) et du diazoacétate de méthyle (II) en présence de sels de métaux de transition [exemple: acétate de rhodium(II)] fait l'objet de la présente étude. La détermination de la structure moléculaire permet de revoir un mécanisme de réaction proposé par Hubert, Feron, Warin & Teysie (1976) (Fig. 1).

Les cristaux ont été obtenus par évaporation lente d'une solution d'hexane. Malgré la valeur basse du point de fusion, les 1461 réflexions mesurées sur un diffractomètre CAD-4 à la température de 291 K ont permis de déterminer avec une bonne précision les paramètres moléculaires. Sur l'ensemble de ces réflexions, 1355 sont considérées comme observées [$I > 3\sigma(I)$]. Les corrections de Lorentz et de polarisation

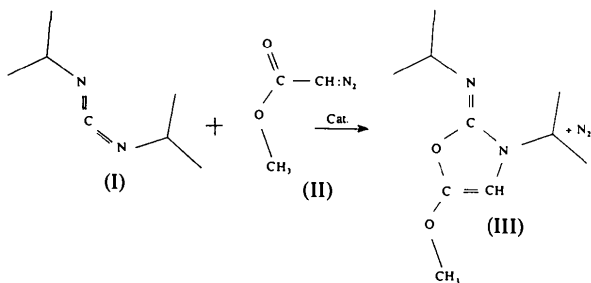


Fig. 1. Schéma de la réaction.

ont été appliquées mais pas celles d'absorption (dimensions du cristal 0,26 × 0,34 × 0,17 mm). Un premier calcul des phases à l'aide du programme *MULTAN 77* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977), avec le bon groupe d'espace $P2_1/c$, avait donné des solutions ayant des mauvais critères de confiance. Par contre le même programme, mais avec le groupe d'espace $P2_1$, a donné immédiatement l'ensemble des atomes.

Nous avons calculé les positions des atomes H, en prenant les longueurs et angles de liaisons standards. La structure a été affinée par moindres carrés, selon les programmes d'Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966). Le schéma de pondération est celui de Cruickshank (1961). Le facteur R vaut 0,048 pour 1351 réflexions.*

* Les listes des facteurs de structure, des positions atomiques des atomes d'hydrogène et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34267: 12 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.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$)

	x	y	z
O(1)	3496 (1)	-117 (2)	1416 (2)
O(2)	4300 (1)	-832 (2)	3452 (2)
N(1)	2231 (2)	-1646 (2)	1139 (2)
N(2)	2331 (2)	242 (3)	-528 (2)
C(1)	3520 (2)	-1066 (3)	2539 (3)
C(2)	2772 (2)	-1979 (3)	2431 (3)
C(3)	2646 (2)	-443 (3)	567 (3)
C(4)	4376 (3)	-1827 (4)	4602 (4)
C(5)	1189 (2)	-1963 (3)	809 (3)
C(6)	575 (2)	-995 (4)	1667 (4)
C(7)	1003 (3)	-3597 (4)	995 (4)
C(8)	2863 (2)	1559 (3)	-923 (3)
C(9)	2132 (3)	2710 (4)	-1425 (5)
C(10)	3528 (3)	1189 (4)	-2014 (4)

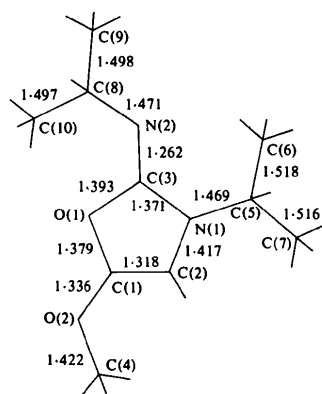


Fig. 2. Distances interatomiques (Å).

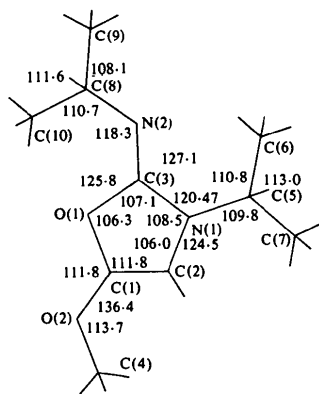


Fig. 3. Angles de valence (°).

Les paramètres atomiques finals sont ceux du Tableau 1.

Discussion. Les Figs. 2 et 3 donnent les longueurs des liaisons et les angles de valence, toutes les valeurs sont normales. Les écarts types sont en moyenne de 0,003 Å et 0,1°. Le cycle pentagonal a une forme demi-chaise parfaite avec l'axe binaire passant par C(1).

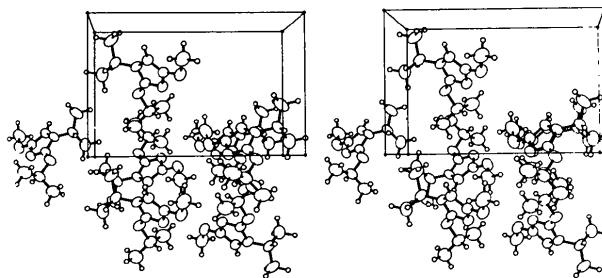


Fig. 4. Vue stéréoscopique de l'empilement.

Deux contacts intermoléculaires sont inférieurs à 3,6 Å: O(2)-C(10ⁱ) = 3,435 et O(3)-C(4ⁱⁱ) = 3,461 Å (i: 1 - x, \bar{y} , \bar{z} ; ii: 1 - x, \bar{y} , 1 - z). Le petit nombre de contacts est en accord avec le point de fusion du cristal (312 K). La Fig. 4 donne une vue stéréoscopique de l'empilement dans la maille unité.

Les auteurs remercient MM les Professeurs J. Toussaint et P. Teyssié pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, ainsi que M Vermeire pour son assistance technique.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). *World list of Crystallographic Computer Programs*, 2^{ème} éd., Appendice, p. 52. Utrecht: Oosthoek.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, édité par R. PEPINSKY, J. M. ROBERTSON et J. C. SPEAKMAN. Oxford: Pergamon Press.
- HUBERT, A., FERON, A., WARIN, R. & TEYSSIÉ, P. (1976). *Tetrahedron Lett.* **16**, 1317-1318.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, 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.