

packed tightly in this region. The isopropenyl groups are near $y = \frac{1}{2}$ where the packing is very loose and large spaces occur between the molecules. For example, the closest intermolecular approach to C(3) is 4.28 Å by C(11) at $1-x, 1-y, -\frac{1}{2}+z$; while the closest approach to C(11) is 4.13 Å by C(12) at $-\frac{1}{2}+x, 1-y, z$. These distances are considerably longer than normal van der Waals values of ~ 3.8 Å for C...C separations.

Acta Cryst. (1979). B35, 1491–1492

Phényl-7 Triaza-2,3,7 Bicyclo[3.3.0]octène-2 Dione-6,8*

PAR J. P. DECLERCQ, G. GERMAIN, R. TOUILLAUX ET M. VAN MEERSSCHE

Laboratoire de Chimie Physique et de Cristallographie de l'Université de Louvain, 1 place L. Pasteur, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

(Reçu le 6 juillet 1978, accepté le 16 janvier 1979)

Abstract. $C_{11}H_9N_3O_2$, monoclinic, *Cc*, $a = 11.173$ (4), $b = 11.083$ (4), $c = 8.772$ (3) Å, $\beta = 112.07$ (2)°, $Z = 4$, $D_x = 1.42$ Mg m⁻³. The structure has been solved by direct methods (*MULTAN*) and refined by least squares to a final *R* value of 0.032 for 723 reflections. The two pentagonal rings are folded along the lines C(3),C(6) and C(3),C(8) in an envelope conformation.

Introduction. La détermination de la structure du composé dont le nom apparaît dans le titre, et qui est en fait une pyrazoline-1, a été entreprise dans le cadre d'une étude des conformations de cette classe de molécules, menée en collaboration avec le Laboratoire de Chimie Quantique de notre Université (Professeur G. Leroy) où le produit a été synthétisé par le Dr J. Weiler. Le lecteur trouvera les références relatives à ces travaux dans un précédent article (Chentli-Benchicka, Declercq, Germain & Van Meerssche, 1977).

Les données cristallographiques sont mentionnées dans l'*Abstract* et nous avons résumé au Tableau 1 les conditions d'observation du spectre de diffraction ainsi que les faits saillants de la détermination de la structure. Celle-ci a été résolue par application du système de programmes *MULTAN* 77 (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977) et affinée par moindres carrés avec facteurs de température anisotropes, dans l'approximation des blocs diagonaux selon les programmes *XRAY* 72 (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972). Tous les atomes d'hydrogène ont pu être localisés sur une série de Fourier-différence. Les positions de ces atomes ont été affinées en

* Cette numérotation correspond aux règles internationales de nomenclature pour la chimie organique. Notez que la numérotation utilisée sur la Fig. 1 et dans le texte de cet article est différente.

References

- ALEXAKIS, A., CHAPDELAIN, M. J. & POSNER, G. H. (1968). *Tetrahedron Lett.* pp. 4209–4212.
 ALTONA, C., GEISE, H. J. & ROMERS, C. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 13–32.
 COATES, R. M., FARNEY, R. F., JOHNSON, S. M. & PAUL, I. C. (1969). *Chem. Commun.* pp. 999–1000.
 CREMER, D. & POPLE, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.

maintenant constant (3,9 Å²) un facteur uniforme d'agitation thermique isotrope.

Les coordonnées atomiques finales sont consignées au Tableau 2 où les atomes sont numérotés comme indiqué à la Fig. 1†

Discussion. La molécule peut être considérée comme formée de trois fragments cycliques: groupement phényle, pyrazoline-1 et succinimide, ces deux derniers condensés suivant la liaison C(3)–C(7) en un système bicyclique. Si le fragment phényle est rigoureusement plan, les deux autres cycles ne le sont qu'en grossière approximation. En fait, ils se plient légèrement l'un et l'autre de manière à adopter des conformations envelope assez ouvertes comme on peut le voir aux angles de torsion endocycliques rapportés à la Fig. 1.

† 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 34191: 6 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. Observation du spectre et détermination de la structure

Instrument: diffractomètre automatique à quatre cercles Syntex P2₁
 Radiation: Mo K α , $\lambda = 0,7107$ Å, monochromateur de graphite
 Mode: balayage $\theta-2\theta$; $2\theta_{\max} = 47^\circ$
 Réflexions indépendantes mesurées: 751; observées: 723
 Critère de rejet: $I < 2,5\sigma(I)$
 Résolution de la structure: *MULTAN* 77
 Affinement de la structure: *XRAY* 72
 Observation des hydrogènes: 9/9
 R final: 0,032

Tableau 2. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$, sauf pour les atomes d'hydrogène $\times 10^3$)

	x	y	z
N(1)	11579 (3)	4461 (3)	3391 (4)
N(2)	11224 (3)	4856 (3)	4464 (4)
C(3)	10545 (3)	3921 (3)	5050 (4)
C(4)	9197 (3)	4330 (3)	4823 (4)
N(5)	8335 (0)	3633 (2)	3561 (0)
C(6)	8930 (3)	2812 (3)	2907 (4)
C(7)	10374 (3)	2846 (3)	3917 (4)
C(8)	11225 (3)	3184 (4)	2961 (4)
O(9)	8366 (2)	2182 (2)	1742 (4)
O(10)	8888 (3)	5116 (3)	5551 (5)
C(11)	6942 (3)	3754 (3)	3038 (4)
C(12)	6331 (3)	4690 (3)	2000 (5)
C(13)	5000 (3)	4802 (3)	1500 (5)
C(14)	4306 (3)	3977 (4)	2062 (5)
C(15)	4940 (3)	3045 (4)	3066 (5)
C(16)	6270 (3)	2932 (3)	3592 (4)
H(C3)	1107 (4)	377 (3)	622 (5)
H(C7)	1061 (4)	211 (3)	447 (5)
H(C8)	1083 (4)	320 (4)	179 (5)
H'(C8)	1206 (4)	271 (3)	338 (5)
H(C12)	696 (4)	527 (5)	161 (5)
H(C13)	448 (4)	537 (3)	63 (5)
H(C14)	333 (4)	402 (3)	157 (5)
H(C15)	449 (4)	246 (3)	353 (5)
H(C16)	678 (4)	224 (3)	419 (5)

Tableau 3. *Distances interatomiques* (Å)

N(1)–N(2)	1,231 (5)	C(6)–C(7)	1,521 (5)
N(1)–C(8)	1,480 (5)	C(6)–O(9)	1,202 (4)
N(2)–C(3)	1,485 (5)	C(7)–C(8)	1,532 (5)
C(3)–C(4)	1,512 (5)	C(11)–C(12)	1,380 (5)
C(3)–C(7)	1,517 (4)	C(11)–C(16)	1,380 (5)
C(4)–N(5)	1,397 (4)	C(12)–C(13)	1,388 (6)
C(4)–O(10)	1,204 (5)	C(13)–C(14)	1,402 (6)
N(5)–C(6)	1,373 (4)	C(14)–C(15)	1,370 (6)
N(5)–C(11)	1,454 (3)	C(15)–C(16)	1,386 (6)

Tableau 4. *Angles de valence* (°)

N(2)–N(1)–C(8)	113,7 (3)	C(7)–C(6)–O(9)	127,7 (3)
N(1)–N(2)–C(3)	111,7 (3)	C(3)–C(7)–C(8)	104,2 (3)
N(2)–C(3)–C(4)	111,0 (3)	C(3)–C(7)–C(8)	102,4 (3)
N(2)–C(3)–C(7)	106,0 (3)	C(6)–C(7)–C(8)	115,3 (3)
C(4)–C(3)–C(7)	106,0 (3)	N(1)–C(8)–C(7)	104,9 (3)
C(3)–C(4)–N(5)	107,1 (3)	N(5)–C(11)–C(12)	118,9 (3)
C(3)–C(4)–O(10)	128,1 (3)	N(5)–C(11)–C(16)	119,2 (3)
N(5)–C(4)–O(10)	124,8 (3)	C(12)–C(11)–C(16)	121,9 (3)
C(4)–N(5)–C(6)	113,6 (2)	C(11)–C(12)–C(13)	118,8 (3)
C(4)–N(5)–C(11)	122,5 (2)	C(12)–C(13)–C(14)	119,9 (4)
C(6)–N(5)–C(11)	124,0 (2)	C(13)–C(14)–C(15)	119,8 (4)
N(5)–C(6)–C(7)	108,3 (3)	C(14)–C(15)–C(16)	120,8 (4)
N(5)–C(6)–O(9)	123,9 (3)	C(11)–C(16)–C(15)	118,7 (3)

Les plis se font suivant les lignes C(3),C(6) et C(3),C(8) avec des dièdres respectifs de 9 et 11°. L'enveloppe préserve la symétrie *m* de la pyrazoline mais non celle de la succinimide. L'angle dièdre entre les plans moyens des deux cycles condensés est de 61°. Quant au plan du phényle, il forme un dièdre de 79° avec le plan moyen de la succinimide.

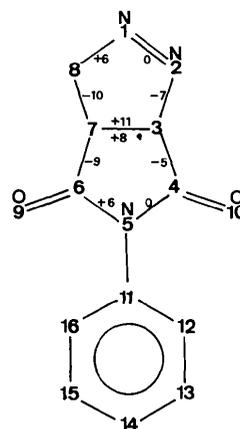


Fig. 1. Numérotation des atomes et principaux angles de torsion endocycliques (°).

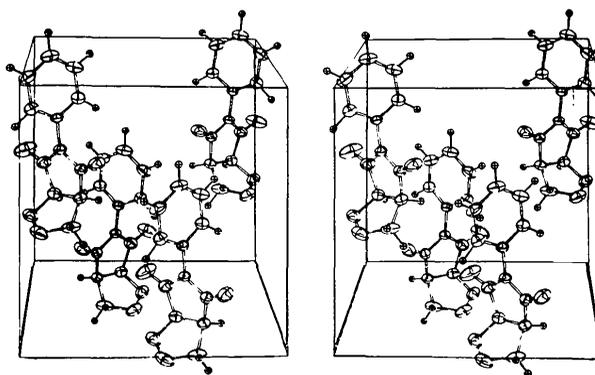


Fig. 2. Conformation moléculaire et disposition des molécules dans la maille.

Les Tableaux 3 et 4 donnent les longueurs de liaison et les angles de valence. Toutes les valeurs sont normales. La Fig. 2 présente la conformation moléculaire et la disposition des molécules dans la maille.

JPD remercie le Fonds National de la Recherche Scientifique pour le mandat dont il bénéficie. Le diffractomètre a été acquis grâce à une subvention du Fonds de la Recherche Fondamentale Collective.

Références

- CHENTLI-BENCHICKA, F., DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G. & VAN MEERSSCHE, M. (1977). *Acta Cryst.* B33, 3884–3886.
- 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*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
- STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.