

Fig. 3. Molecular arrangements in the layers in (I) (left) and (II) (right). Broken lines indicate intermolecular hydrogen bonds formed in the layer.

**Discussion.** Atomic coordinates and equivalent isotropic temperature factors are listed in Table 1. Perspective views of (I) and (II) with atom-numbering schemes are shown in Fig. 1. The relative configuration is  $1R^*, 2R^*, 3aS^*, 5S^*, 6S^*, 7aS^*$  for (I), and  $1R^*, 2S^*, 3aS^*, 5R^*, 6S^*, 7aS^*$  for (II). The cyclohexane rings are in a slightly distorted chair form. The cyclopentane ring of (I) adopts the envelope form, while that of (II) adopts the half-chair form. The hydroxyl groups of O(12) and O(13) in (I) occupy the equatorial positions, and those in (II) individually occupy the axial and equatorial positions. Bond lengths and angles respectively are given in Tables 2 and 3.

Crystal structures are shown in Fig. 2. The structures of (I) and (II) may be described as consisting of layers

parallel to the (101) and (100) planes, respectively. The molecules lying in each layer of (I) and (II) are similarly arranged as seen in Fig. 3. The hydroxyl groups in (I) participate individually in two hydrogen bonds, one being formed in the layer and another formed between the layers (Table 4). In (II), the O(11)H and O(12)H groups form two hydrogen bonds as in (I), but the O(10)H and O(13)H groups form bonds within the layer. The symmetry elements lying between the layers are  $2_1$  axes for both the crystals. Those in the layer are  $2_1$  axes for (I) and  $n$ -glide plane for (II). Thus, the hydrogen-bonding network in the layer of (I) can be formed by the pure enantiomers.

Kuhn (1952) revealed by an IR spectral study that the hydroxyl groups of *cis*-cyclopentane-1,2-diol, *cis*-cyclohexane-1,2-diol and *trans*-cyclohexane-1,2-diol (only when both hydroxyl groups occupy the equatorial positions) form intramolecular hydrogen bonds in  $CCl_4$  solutions. However, such intramolecular hydrogen bonds are not formed in the crystals of (I) and (II).

#### References

- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, p. 99. Birmingham: Kynoch Press.  
 KUHN, L. P. (1952). *J. Am. Chem. Soc.* **74**, 2492–2499.  
 MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 MATOBA, Y., OHNISHI, M., KAGOHASHI, M., ISHII, Y. & OGAWA, M. (1983). *J. Jpn. Petrol. Inst.* **26**, 15–18.  
 MATOBA, Y., YAMASHITA, H., OGAWA, T., ISHII, Y. & OGAWA, M. (1984). *J. Jpn. Petrol. Inst.* Submitted.

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 693–696

## Détermination Structurale à 213 K du Monomère Bis(phénylcarbamate) de Hexadiyne-2,4 Diyle-1,6, $C_{20}H_{16}N_2O_4$

PAR ANNICK WHULER, PIERRE SPINAT ET CATHERINE BROUTY

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie des Universités Pierre et Marie Curie et Paris VII, associé au CNRS (LA 09), 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 25 octobre 1983, accepté le 12 décembre 1983)

**Abstract.**  $M_r = 348.4$ , monoclinic,  $C2/c$ ,  $a = 23.54$  (2),  $b = 7.753$  (6),  $c = 18.66$  (1) Å,  $\beta = 94.48$  (4)°,  $V = 3395$  (7) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.36$  Mg m<sup>-3</sup>,  $Cu K\alpha$ ,  $\lambda = 1.54178$  Å,  $\mu = 0.80$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1456$ ,  $T = 213$  K,  $R = 0.077$  for 1513  $hkl$  with  $F_o \geq \sigma(F_o)$ . The neighbouring diacetylene vectors are not all parallel but half the molecules cross at an angle of 35 (4)°. These

molecules form, in the cell, parallel ribbons in which H bonds maintain intermolecular cohesion. The title compound is moderately active; the polymerizability criteria are discussed.

**Introduction.** Dans le cadre de l'étude de composés diacétyléniques  $R-C\equiv C-C\equiv C-R$  polymérisables à

l'état cristallin, nous avons entrepris la détermination structurale de l'une des phases monomères du bis(phénylcarbamate) de hexadiyne-2,4 diyle-1,6 ( $R = \text{CH}_2\text{—O—CONHC}_6\text{H}_5$ ). En effet, ce composé appelé également HDPU [soit Hexadiyne-2,4 bis(phényluréthane)-1,6] existe sous plusieurs formes monomères d'activités extrêmement différentes (Kaiser, Wegner & Fischer, 1972); en particulier:

— une phase (I) très active, à la fois, sous l'effet des RX et de la température, obtenue à partir d'une solution de monomère dans le mélange dioxane/eau. Etant donné la réactivité de cette phase, seule la structure du polymère a été résolue (Hädicke, Mez, Krauch, Wegner & Kaiser, 1971).

— une phase (II), modérément active, obtenue à partir d'une solution dans l'anisole ou l'éthanol. Cette phase, identifiée par Kaiser *et al.* (1972) et dont nous avons récemment indexé le cliché de poudre et affiné les paramètres cristallins à température ambiante (Whuler, Spinat & Brouty, 1983) fait l'objet de la présente étude structurale.

**Etude expérimentale.** Composé préparé par G. N. Patel,\* recristallisation dans éthanol, plaquette  $0,04 \times 0,12 \times 0,30$  mm, étude à 213 K; diffractomètre Philips PW1100, monochromateur graphite, refroidissement par jet d'azote gazeux, méthode 'flying step-scan', 1703 réflexions indépendantes mesurées dont 1513 non nulles [ $F_{\text{obs}} > \sigma(F)$ ],  $-23 \leq h \leq 23$ ,  $0 \leq k \leq 7$ ,  $0 \leq l \leq 17$ ,  $2 \leq \theta \leq 50^\circ$ ; cristal initialement incolore prenant une légère coloration violette au bout de 160 h d'irradiation à 213 K mais sans modification des intensités diffractées (stabilité contrôlée par la mesure de trois réflexions de référence toutes les heures); corrections de Lorentz-polarisation, pas de correction d'absorption. Résolution par méthodes directes (programme *MULTAN*; Germain, Main & Woolfson, 1971), facteurs de diffusion atomique (Cromer & Mann, 1968), affinement en matrice complète basé sur  $F$  sans pondération (programme *AFFINE*, dérivé de *ORFLS*; Busing, Martin & Levy, 1962), atomes H positionnés sur section de Fourier-différence et affinis, coefficients d'agitation thermique anisotrope pour tous les atomes sauf H, résidu de densité électronique sur sections de Fourier-différence finales  $0,3 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ , déplacement/ $\sigma < 0,03$  au dernier affinement.†

Tableau 1. Positions atomiques ( $\times 10^4$ ) et facteurs d'agitation thermique du HDPU monomère (phase II)

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \beta_{ii} / a_{ii}^2.$$

|        | x        | y         | z        | $B_{\text{eq}}$ ( $\text{Å}^2$ ) |
|--------|----------|-----------|----------|----------------------------------|
| C(1)   | 4769 (3) | 5760 (9)  | 6237 (4) | 2,8 (3)                          |
| C(2)   | 4327 (3) | 5292 (9)  | 5933 (4) | 2,9 (3)                          |
| C(3)   | 3794 (2) | 4697 (9)  | 5561 (4) | 2,8 (3)                          |
| O(1)   | 3345 (2) | 5594 (6)  | 5886 (2) | 3,1 (2)                          |
| C(4)   | 2804 (3) | 5333 (9)  | 5564 (4) | 2,7 (3)                          |
| O(2)   | 2729 (2) | 4547 (6)  | 5000 (2) | 3,1 (2)                          |
| N      | 2424 (2) | 6083 (7)  | 5954 (3) | 2,6 (3)                          |
| C(P1)  | 1821 (2) | 5953 (9)  | 5804 (3) | 2,4 (3)                          |
| C(P2)  | 1558 (3) | 4440 (9)  | 5540 (3) | 2,7 (3)                          |
| C(P3)  | 967 (3)  | 4379 (10) | 5455 (3) | 3,3 (4)                          |
| C(P4)  | 635 (3)  | 5781 (10) | 5633 (4) | 3,3 (4)                          |
| C(P5)  | 910 (3)  | 7283 (10) | 5881 (4) | 3,5 (4)                          |
| C(P6)  | 1498 (3) | 7375 (9)  | 5981 (4) | 3,2 (3)                          |
| C'(1)  | 5276 (3) | 6293 (9)  | 6582 (4) | 2,8 (3)                          |
| C'(2)  | 5722 (3) | 6749 (9)  | 6866 (4) | 2,8 (3)                          |
| C'(3)  | 6272 (3) | 7279 (10) | 7214 (4) | 3,5 (4)                          |
| O'(1)  | 6696 (2) | 6576 (6)  | 6775 (2) | 2,8 (2)                          |
| C'(4)  | 7253 (3) | 6904 (8)  | 7031 (3) | 2,5 (3)                          |
| O'(2)  | 7369 (2) | 7542 (6)  | 7618 (2) | 2,6 (2)                          |
| N'     | 7596 (2) | 6407 (7)  | 6542 (3) | 2,2 (2)                          |
| C'(P1) | 8206 (2) | 6304 (8)  | 6661 (3) | 2,2 (3)                          |
| C'(P2) | 8520 (3) | 7388 (9)  | 7143 (3) | 2,9 (3)                          |
| C'(P3) | 9104 (3) | 7188 (11) | 7217 (4) | 3,7 (4)                          |
| C'(P4) | 9382 (3) | 5990 (10) | 6816 (4) | 3,5 (4)                          |
| C'(P5) | 9054 (3) | 4926 (9)  | 6343 (4) | 3,1 (3)                          |
| C'(P6) | 8476 (3) | 5084 (8)  | 6255 (3) | 2,5 (3)                          |

**Discussion.** Le Tableau 1 récapitule les paramètres atomiques des atomes autres que H.

La molécule de HDPU monomère (phase II) ne possède pas de centre de symétrie (Fig. 1); ceci n'entraîne pas de grande distorsion parmi les longueurs de liaison de la molécule (Tableau 2) mais se traduit principalement par une orientation différente des deux groupements phényl par rapport au plan diacétylénique [ $33 (2)$  et  $11 (2)^\circ$ ]. Les longueurs de liaison observées le long de la chaîne diacétylène uréthane sont identiques à celles obtenues pour le HDpCPU ( $R = \text{CH}_2\text{OCONHC}_6\text{H}_4\text{Cl}$ ; Brouty, Spinat & Whuler, 1983), le HDmTU ( $R = \text{CH}_2\text{OCONHC}_6\text{H}_4\text{CH}_3$ ; Patel, Duesler, Curtin & Paul, 1980) et le TCDU [ $R = (\text{CH}_2)_4\text{—OCONHC}_6\text{H}_5$ ; Gross, Sixl, Kröhnke & Enkelmann, 1980]. Les distances C—C, à l'intérieur des cycles benzéniques, sont en moyenne équivalentes, comme dans le TCDU. La molécule de HDPU présente une conformation très voisine de celle du HDpCPU, donc beaucoup plus développée que celle observée dans la molécule de HDmTU: les angles entre les fonctions uréthane et diacétylène sont de  $7 (2)$  et  $14 (2)^\circ$  pour le HDPU,  $15^\circ$  pour le HDpCPU et  $110^\circ$  pour le HDmTU. En conséquence, l'encombrement de la molécule est d'environ  $23 \text{ Å}$  et cette molécule présente une bonne planéité puisque l'écart des atomes au plan moyen de la molécule est inférieur à  $0,56 (3) \text{ Å}$ . L'angle entre les plans phényl et uréthane semble être une donnée conformationnelle caractéristique pour ce type de molécule; en effet, on observe des valeurs comparables dans les trois composés suivants: HDPU [ $38 (2)$  et  $25 (2)^\circ$ ], HDpCPU ( $31^\circ$ ) et HDmTU ( $26^\circ$ ).

\* Allied Chemical Corporation, Chemical Company PO Box 6, Solvay, New York 13209, Etats-Unis.

† Les listes des facteurs de structure, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes H ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39121: 10 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 2. Longueurs (Å) et angles (°) de liaison dans la molécule de HDPU monomère (phase II)

C—H = 1,04 (5), N—H = 0,97 (5) Å, angles H—C—C, H—C—O, H—N—C, H—C—H = 117 (5)°, C(1)—C'(1) 1,376 (7) Å.

|                   |           |                      |           |
|-------------------|-----------|----------------------|-----------|
| C(1)—C(2)         | 1,201 (7) | C'(1)—C'(2)          | 1,191 (7) |
| C(2)—C(3)         | 1,460 (8) | C'(2)—C'(3)          | 1,461 (8) |
| C(3)—O(1)         | 1,440 (6) | C'(3)—O'(1)          | 1,447 (7) |
| O(1)—C(4)         | 1,379 (6) | O'(1)—C'(4)          | 1,383 (6) |
| C(4)—O(2)         | 1,218 (6) | C'(4)—O'(2)          | 1,214 (6) |
| C(4)—N            | 1,330 (7) | C'(4)—N'             | 1,324 (6) |
| N—C(P1)           | 1,429 (6) | N'—C'(P1)            | 1,439 (6) |
| C(P1)—C(P2)       | 1,397 (7) | C'(P1)—C'(P2)        | 1,398 (7) |
| C(P2)—C(P3)       | 1,390 (8) | C'(P2)—C'(P3)        | 1,381 (8) |
| C(P3)—C(P4)       | 1,394 (8) | C'(P3)—C'(P4)        | 1,388 (8) |
| C(P4)—C(P5)       | 1,393 (8) | C'(P4)—C'(P5)        | 1,397 (8) |
| C(P5)—C(P6)       | 1,385 (8) | C'(P5)—C'(P6)        | 1,362 (8) |
| C(P6)—C(P1)       | 1,393 (7) | C'(P6)—C'(P1)        | 1,396 (7) |
| C(2)—C(1)—C'(1)   | 180 (2)   | C(1)—C'(1)—C'(2)     | 178 (2)   |
| C(1)—C(2)—C(3)    | 179 (2)   | C'(1)—C'(2)—C'(3)    | 179 (2)   |
| C(2)—C(3)—O(1)    | 106 (1)   | C'(2)—C'(3)—O'(1)    | 106 (1)   |
| C(3)—O(1)—C(4)    | 115 (1)   | C'(3)—O'(1)—C'(4)    | 114 (1)   |
| O(1)—C(4)—O(2)    | 121 (1)   | O'(1)—C'(4)—O'(2)    | 122 (1)   |
| O(1)—C(4)—N       | 110 (1)   | O'(1)—C'(4)—N'       | 109 (1)   |
| O(2)—C(4)—N       | 129 (1)   | O'(2)—C'(4)—N'       | 129 (1)   |
| C(4)—N—C(P1)      | 124 (1)   | C'(4)—N'—C'(P1)      | 124 (1)   |
| N—C(P1)—C(P2)     | 122 (1)   | N'—C'(P1)—C'(P2)     | 122 (1)   |
| N—C(P1)—C(P6)     | 117 (1)   | N'—C'(P1)—C'(P6)     | 116 (1)   |
| C(P2)—C(P1)—C(P6) | 121 (1)   | C'(P2)—C'(P1)—C'(P6) | 121 (1)   |
| C(P1)—C(P2)—C(P3) | 119 (1)   | C'(P1)—C'(P2)—C'(P3) | 118 (1)   |
| C(P2)—C(P3)—C(P4) | 121 (1)   | C'(P2)—C'(P3)—C'(P4) | 122 (1)   |
| C(P3)—C(P4)—C(P5) | 119 (1)   | C'(P3)—C'(P4)—C'(P5) | 118 (1)   |
| C(P4)—C(P5)—C(P6) | 121 (1)   | C'(P4)—C'(P5)—C'(P6) | 121 (1)   |
| C(P5)—C(P6)—C(P1) | 119 (1)   | C'(P5)—C'(P6)—C'(P1) | 119 (1)   |

Comme dans les arrangements structuraux du HDmTU, du TCDU et du UDD (phase I) [ $R = -CH_2HC(CH_2CH_2)OCONHC_6H_5$ ; Wilson, Duesler, Curtin, Paul, Baughman & Preziosi, 1982) les chaînes diacétyléniques des molécules monomères HDPU ne sont pas toutes parallèles entre elles (Fig. 2); en effet, seules celles se déduisant par le centre de symétrie (Fig. 1: *B* et *C*, *D* et *A*) sont parallèles, tandis que celles équivalentes par l'axe binaire (*A* et *B*, *C* et *D*) font entre elles un angle de 35 (4)°. Cet arrangement structural est donc intermédiaire entre celui du UDD (I) (angle entre chaînes 6°) et celui du HDmTU (74°). Si on considère les molécules de HDPU situées autour de la cote  $y = 1/2$  (Fig. 1), deux chaînes diacétyléniques non parallèles admettent un plan moyen  $\parallel (010)$  situé en  $y = 0,60$  (*A* et *B*) ou en  $y = 0,40$  (*C* et *D*). Ces plans forment un ruban infini présentant des ondulations de dénivelés 1,550 (1) Å (Fig. 3); par translation du réseau *C*, on obtient un même ruban infini, parallèle au premier, situé autour de  $y = 0$ .

Comme dans beaucoup de composés diacétyléniques uréthanes de ce type (HDpCPU, TCDU, UDD, ...), la cohésion intermoléculaire est assurée par deux liaisons hydrogène fortes de type N—H...O entre les groupements amides des molécules définissant un ruban [N...O = 2,902 (4) et 3,012 (5) Å; H...O = 1,98 (7) et 2,14 (5) Å; angles 152 (15) et 156 (13)°]: la liaison la plus forte assure la cohésion interne aux plans moyens (entre *A* et *B* ou *C* et *D*) et la liaison la plus faible la cohésion au niveau du dénivelé (Fig. 3).

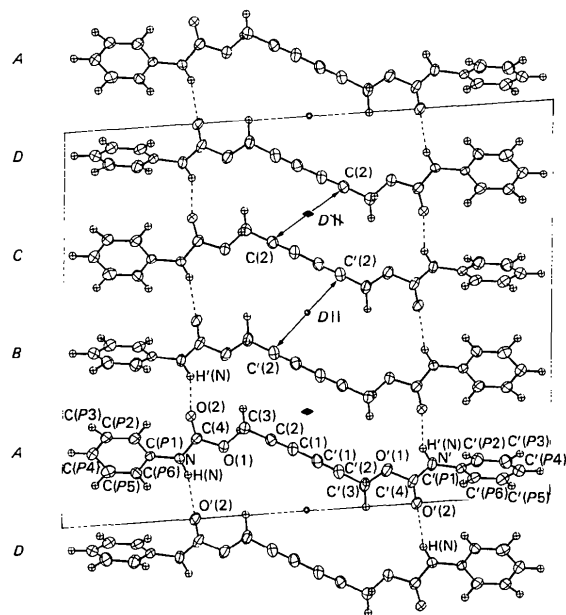
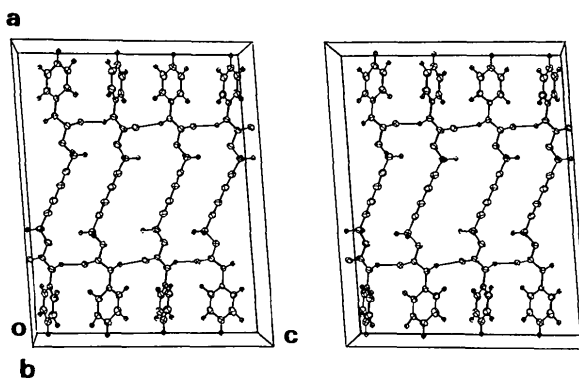
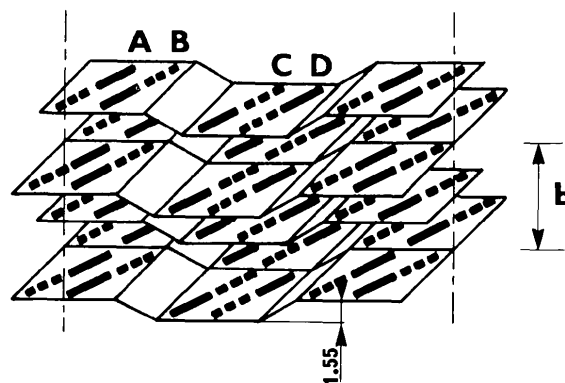
Fig. 1. Projection, perpendiculairement à [010], des molécules de HDPU (II) situées autour de  $y = 0,5$ .Fig. 2. Vue stéréoscopique des molécules monomères de HDPU (II) (Les molécules dues à la translation du réseau *C* ne sont pas représentées.)

Fig. 3. Arrangement, en rubans parallèles à (010), des molécules monomères de HDPU (II).

Tableau 3. Distances C(sp)···C(sp) dans divers composés diacétyléniques uréthanes polymérisables

|                             |                | D(Å)                 | Arrangement des chaînes diacétyléniques    |
|-----------------------------|----------------|----------------------|--|
| Critères de Baughman (1974) | Activité forte | <3,54                | Chaînes                                    |
|                             | Activité nulle | >4,02                |  |
| Composés actifs             | HDpCPU         | 4,31                 | Chaînes                                    |
|                             | TCDU           | 3,50                 | Chaînes                                    |
|                             | HDmTU          | 3,61                 | Angle entre chaînes: 72°                   |
|                             | UDD (I)        | 3,94                 | Angle entre chaînes: 6°                    |
|                             | HDPu (II)      | 4,91 (1)<br>4,29 (1) | Chaînes   <br>Angle entre chaînes: 35 (4)° |

**Polymerisabilité du HDPu (II).** Les composés diacétyléniques  $R-C\equiv C-C\equiv C-R$  sont susceptibles de se polymériser par 1,4 *trans-trans* addition (Wegner, 1972). Ce phénomène, décrit simplement dans le cas d'empilement infini de chaînes diacétyléniques parallèles peut encore exister lorsque les chaînes sont obliques comme dans le HDmTU (Patel *et al.*, 1980) et le UDD (I) (Wilson *et al.*, 1982). Dans le cas du HDPu, forme II, on observe également une polymérisation, au moins partielle, des molécules monomères, bien qu'elles ne soient pas toutes parallèles, puisque les cristaux acquièrent une coloration bleu violet intense sous irradiation X à température ambiante. Baughman (1974) a proposé des critères permettant de justifier et prévoir l'activité d'un monomère à l'état cristallin. Seul le critère *D*, distance entre atomes C(2) ou C'(2) (Fig. 1), susceptibles de se relier au cours de la polymérisation peut être considéré à la fois dans le cas d'empilement infini de chaînes diacétyléniques parallèles et dans celui de chaînes non parallèles. Les distances *D* calculées (Tableau 3) dans la molécule monomère de HDPu (II) sont nettement supérieures [en particulier

$D_{||} = 4,91$  (1) Å], non seulement à celles définies par Baughman mais également à celles observées dans d'autres composés actifs du même type. Il est donc surprenant que ce composé ne soit pas inactif. Seule une étude de l'arrangement structural du polymère HDPu (II) permettra de comprendre les déplacements moléculaires intervenant lors de la polymérisation de ce composé.

Nous remercions très vivement Dr Patel de nous avoir fourni ce composé. Nous remercions également B. Bachet pour sa contribution efficace aux mesures diffractométriques.

#### Références

- BAUGHMAN, R. H. (1974). *J. Polym. Sci.* **12**, 1511–1535.  
 BROUTY, C., SPINAT, P. & WHULER, A. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 594–597.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLPSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 GROSS, H., SIXL, H., KRÖHNKE, C. & ENKELMANN, V. (1980). *Chem. Phys.* **45**, 15–26.  
 HÄDICKE, E., MEZ, E. C., KRAUCH, C. H., WEGNER, G. & KAISER, J. (1971). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **10**, 266–267.  
 KAISER, J., WEGNER, G. & FISCHER, E. W. (1972). *Isr. J. Chem.* **10**, 157–171.  
 PATEL, G. N., DUESLER, E. N., CURTIN, D. Y. & PAUL, I. C. (1980). *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 461–466.  
 WEGNER, G. (1972). *Makromol. Chem.* **154**, 35–48.  
 WHULER, A., SPINAT, P. & BROUTY, C. (1983). Powder Diffraction File, Swarthmore, PA: JCPDS. Sous presse.  
 WILSON, R. B., DUESLER, E. N., CURTIN, D. Y., PAUL, I. C., BAUGHMAN, R. H. & PREZIOSI, A. F. (1982). *J. Am. Chem. Soc.* **104**, 509–516.

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 696–700

### Low-Temperature (173 K) Structure of the 'Strapped' Porphyrin: 2,12-Diethyl-3,7,13,17-tetramethyl-8,18-nonamethylene-21*H*,23*H*-porphyrin Methanol Solvate, $C_{37}H_{46}N_4 \cdot 2CH_4O$

BY F. W. B. EINSTEIN AND T. JONES

Department of Chemistry, Simon Fraser University, Burnaby, British Columbia, Canada V5A 1S6

(Received 13 September 1983; accepted 12 December 1983)

**Abstract.**  $M_r = 610.89$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 14.774$  (3),  $b = 13.823$  (3),  $c = 17.634$  (2) Å,  $\beta = 103.31$  (1)°,  $V = 3504.50$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.158$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha_1) = 0.70926$  Å,  $\mu = 0.067$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1184$ ,  $T = 173$  K. Final  $R = 0.036$  for 2349 observed reflections. The structure

consists of a free-base porphyrin which exhibits considerable folding as the result of a nine-carbon 'strap' which spans diametrically opposed  $\beta$ -positions. Atom-pyramidalization calculations indicate that the strain induced by this folding is distributed throughout the entire molecule.

0108-2701/84/040696-05\$01.50

© 1984 International Union of Crystallography