

non-bonded contact radii between O atoms (Bondi, 1964), but this cannot plausibly be ascribed to hydrogen bonding in view of the sharp [92 (2) $^\circ$ ] O'...H—O angle.} As a result, the intramolecular hydrogen bond which links O(16) and O(18), effectively forming a six-membered ring, is somewhat stronger than in the equivalent situation in ABO. [Thus, O(16)...H(18)—O(18) = 153 (2) $^\circ$ , O(16)...O(18) = 2.562 (4), O(16)...H(18) = 1.46 (4), and O(18)—H(18) = 1.18 (4) Å, compared with corresponding values of 139 (3) $^\circ$ , 2.751 (5), 1.98 (3), and 0.94 (3) Å for ABO].

The effects of the strengthened intramolecular hydrogen bond are reflected in the overall geometry of the hydrogen-bonded ring which, compared with the case of ABO, exhibits decreased internal ring angles about C(15) and C(4), a lengthened C(15)—O(16) distance, a shortened C(4)—O(18) distance, and significant ring puckering.

Other bond lengths and angles are comparable with those observed in related structures (Murray-Rust & Murray-Rust, 1978; Begley, Crombie, Havard & Reynolds, 1977).

We are grateful to UPM for a research grant.

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 1278–1281

## Structures Comparées de Deux Pyrroles: le Diphényl-3,5 Pyrroledicarboxylate-1,2 de Diéthyle, C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> (1), et le (Chloro-2 phényl)-3 Phényl-5 Pyrroledicarboxylate-1,2 de Diéthyle, C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub> (2)

PAR AHMED LAARIF

*Laboratoire de Chimie Générale, UER des Sciences Exactes et Naturelles, La Bouloie, 25030 Besançon CEDEX, France*

FRANÇOIS THÉOBALD

*Laboratoire de Microanalyse des Surfaces, ENSMM, La Bouloie, 25030 Besançon CEDEX, France*

ET MOHAMED BIROUK ET JEAN-FRANÇOIS ROBERT\*

*Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, UER des Sciences Médicales et Pharmaceutiques, Place St Jacques, 25030 Besançon CEDEX, France*

(Reçu le 25 mai 1983, accepté le 27 mars 1984)

**Abstract.** (1):  $M_r = 363.4$ ,  $Pbca$ ,  $a = 17.213$  (3),  $b = 18.910$  (3),  $c = 11.968$  (3) Å,  $V = 3895.6$  (22) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.239$  Mg m<sup>-3</sup>,  $Cu K\alpha$ ,  $\lambda = 1.542$  Å,  $\mu = 6.13$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1536$ ,  $T = 291$  K,  $R_w = 0.081$

for 1762 signed reflections. (2):  $M_r = 397.9$ ,  $Pbca$ ,  $a = 16.955$  (3),  $b = 18.487$  (4),  $c = 13.048$  (2) Å,  $V = 4089.7$  (37) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.293$  Mg m<sup>-3</sup>,  $Cu K\alpha$ ,  $\lambda = 1.542$  Å,  $\mu = 17.77$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1664$ ,  $T = 291$  K,  $R_w = 0.067$  for 3122 signed reflections. The modifications of the angles between the phenyl groups

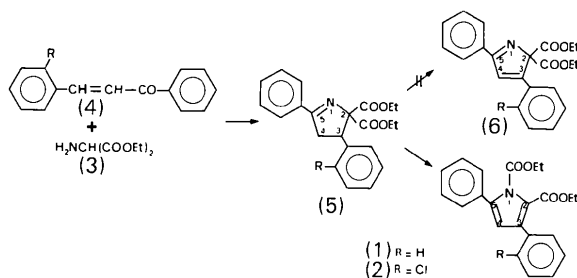
\* L'auteur auquel toute correspondance doit être adressée.

### References

- BEGLEY, M. J., CROMBIE, L., HAVARD, R. G. & REYNOLDS, D. P. (1977). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 1, pp. 138–145.  
 BONDI, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.  
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 GELIN, S. & HARTMANN, D. (1976). *J. Heterocycl. Chem.* **13**, 521–526.  
 GELIN, S. & POLLET, P. (1980). *Tetrahedron Lett.* **21**, 4491–4494.  
 JACOBSEN, J. P., REFFSTROP, T., COX, R. E., HOLKER, J. S. E. & BOLL, P. M. (1978). *Tetrahedron Lett.* **19**, 1081–1084.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 KELLER-JUSLEN, C., KING, H. D., KUHN, M., LOOSLI, H. R., PACHE, W., PETCHER, T. J., WEBER, H. P. & VON WARTBURG, A. (1982). *J. Antibiot.* **35**(2), 142–150.  
 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*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 MAZHAR-UL-HAQUE, AHMED, J., POLLET, P. & HORNE, W. (1984). *J. Crystallogr. Spectrosc. Res.* Accepted for publication.  
 MURRAY-RUST, P. & MURRAY-RUST, J. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2065–2066.  
 PATTENDEN, G. (1977). *Fortschr. Chem. Org. Naturst.* **35**, 113–198.  
 SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.  
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

and the pyrrole ring are in agreement with the magnetic non-equivalence of the ethoxycarbonyl chains, which is more pronounced in (2). The three aromatic rings are planar. The carbonyl groups are planar: that attached to C(2) is coplanar with the pyrrole ring plane but that attached to N is inclined to the ring plane by  $72.4 (7)^\circ$  for (1) and  $67.0 (4)^\circ$  for (2).

**Introduction.** L'action du chlorhydrate d'aminomalonate d'éthyle  $\text{NH}_2\text{CH}(\text{COOEt})_2$  (3) sur des chalcones  $\text{Ar}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CO}-\text{Ar}$  (4) conduit à des diaryl-3,5 *A*-5-pyrrolinecarboxylates-2,2 de diéthyle (5) (Koch, Robert & Panouse, 1978);\* ceux-ci ont été déshydrogénés au moyen de chloranile afin d'obtenir les diaryl-3,5 *2H*-pyrrolinecarboxylates-2,2 de diéthyle correspondants (6) (Birouk, 1981). Les composés ainsi préparés présentent des données spectroscopiques IR et spectrométriques RMN du proton qui ne permettent pas de préciser, sans ambiguïté, leur nature *2H*-pyrroline. En effet, les deux groupements éthoxycarboxyle conservent une importante anisotropie en IR et une non équivalence magnétique d'autant plus accentuée qu'il existe un substituant en *ortho* du phényle en 3. Aussi, nous nous sommes proposés de réaliser une étude radiocristallographique de deux produits de déshydrogénation 1 et 2 provenant respectivement du diphenyl-3,5 *A*-5-pyrrolinecarboxylate-2,2 de diéthyle et de son dérivé *ortho*-chloré sur le phényle en 3.



**Partie expérimentale.** Cristallisation du méthanol. Dimension approximative 0,2 mm. Paramètres cristallins affinés sur diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. (1): 25 réflexions ayant  $8 < \theta < 45^\circ$ . Pas de correction d'absorption.  $\sin \theta/\lambda \leq 0,621 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $0 \leq h \leq 21$ ,  $0 \leq k \leq 23$ ,  $0 \leq l \leq 14$ . Réflexion standard d'intensité 322, variation d'intensité  $\pm 0,05$ . 3887 réflexions indépendantes pour 4360 réflexions mesurées.  $R_{\text{int}} = 0$  car les raies sont indépendantes. 1762 réflexions considérées comme inobservées sur la base  $F > 2\sigma(F)$ .  $R = R_w = 0,081$ . Rapport maximal  $\Delta/\sigma = 0,470$ . (2): 25 réflexions ayant  $10 < \theta < 46^\circ$ . Pas de correction d'absorption.  $\sin \theta/\lambda \leq 0,621 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $0 \leq h \leq 21$ ,  $0 \leq k \leq 22$ ,  $0 \leq l \leq 16$ . Réflexion standard d'intensité 511, variation d'intensité  $\pm 0,02$ . 4074 réflexions in-

\* *A*-5-Pyrroline  $\equiv$  dihydro-3,4 *2H*-pyrrole.

dépendantes pour 4555 réflexions mesurées.  $R_{\text{int}} = 0$  car les raies sont indépendantes. 3122 réflexions telles que  $F > \sigma(F)$ .  $R = R_w = 0,067$ . Rapport maximal  $\Delta/\sigma = 0,255$ .  $w = 1/\sigma^2$ . Structure résolue par programme *MULTAN* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Affinements basés sur  $F$  avec *SHELX* (Sheldrick, 1976). Atomes d'hydrogène, bien que visibles sur la carte de Fourier, positionés géométriquement (distance C-H = 1,08 Å). Affinement avec les paramètres thermiques anisotropes pour les atomes non-hydrogène, isotropes pour les H. Facteurs de diffusion atomique,  $f$  et  $f'$ , extraits de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).\*

**Discussion.** Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope sont portés dans le Tableau 1, les longueurs et angles de liaisons intramoléculaires dans le Tableau 2 et les structures cristallines sur les Figs. 1 et 2, tracées à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1965).

Il apparaît que la structure n'est pas celle de *2H*-pyrroles car les deux groupements éthoxycarboxyle sont portés par deux atomes différents. De ce fait, la molécule paraît symétrique dans le cas de (1) car l'atome d'azote et l'atome de carbone voisin peuvent être confondus puisqu'ils possèdent un nombre d'électrons voisin. Aussi, avons nous permuté N et C(2) dans les affinements de (1). Le facteur résiduel remonte à 0,089 au lieu de 0,081, confirmant ainsi que la première solution, semblable à celle de (2), est la bonne. Toutefois, les résultats obtenus pour (1) sont moins précis que ceux obtenus pour le dérivé chloré (2). Cette observation était prévisible car la proportion des mesures médiocres  $\sigma(F) > F$  était apparue plus grande dans le cas du composé non chloré. De plus l'obtention des cristaux de (1) s'est avérée plus délicate.

Le cycle défini par les atomes N, C(2), C(3), C(4) et C(5) est plan; soit  $\pi_1$  le plan moyen de ce cycle. Il en est de même pour les deux phényles en 3 et 5. Le plan du phényle-3 ( $\pi_3$ ) fait un angle assez marqué avec  $\pi_1$ :  $54,7 (5)^\circ$  pour (1) et  $58,5 (3)^\circ$  pour (2). Le plan  $\pi_5$  du phényle-5 fait un angle plus faible avec  $\pi_1$ :  $30,9 (4)^\circ$  pour (1) et  $35,2 (3)^\circ$  pour (2).

Les atomes C(21), O(3), O(4) et C(2) sont coplanaires conformément à ce que l'on observe habituellement pour des chaînes ester conjuguées à un cycle aromatique. Les atomes des groupes méthylène et

\* Les listes des facteurs de structure, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, ainsi que des tableaux concernant la planéité des cycles (pyrrole, phényle-3, phényle-5) et des groupements éthoxycarboxyle, les distances entre les milieux  $M_3$  et  $M_5$  des phényles-3 et phényles-5 et les atomes d'hydrogène des éthoxycarboxyle et les déplacements chimiques des protons sont déposés au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39360: 35 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 et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalente*

$$B_{\text{eq}} = (8\pi^2/3) \text{ trace } U.$$

	C <sub>22</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>4</sub>				C <sub>22</sub> H <sub>20</sub> ClNO <sub>4</sub>			
	x	y	z	B <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )	x	y	z	B <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
N	0,0805 (3)	0,2012 (2)	0,3623 (4)	4,3 (3)	0,0900 (2)	0,2123 (1)	0,3635 (2)	3,8 (1)
C(2)	0,1259 (3)	0,2492 (3)	0,3007 (3)	3,5 (3)	0,1300 (2)	0,2611 (2)	0,3013 (2)	3,6 (2)
C(3)	0,1114 (3)	0,3154 (3)	0,3460 (5)	4,0 (3)	0,1124 (2)	0,3302 (2)	0,3332 (3)	3,6 (2)
C(4)	0,0596 (3)	0,3068 (3)	0,4342 (6)	4,3 (4)	0,0605 (2)	0,3231 (2)	0,4186 (3)	3,9 (2)
C(5)	0,0393 (3)	0,2359 (3)	0,4452 (6)	4,1 (3)	0,0475 (2)	0,2511 (2)	0,4360 (3)	3,7 (2)
C(6)	0,1438 (4)	0,3854 (3)	0,3104 (6)	4,3 (3)	0,1377 (2)	0,3996 (2)	0,2895 (3)	3,7 (2)
C(7)	0,1790 (4)	0,4279 (3)	0,3920 (7)	5,5 (4)	0,1768 (2)	0,4529 (2)	0,3440 (3)	4,2 (2)
C(8)	0,2063 (5)	0,4940 (4)	0,3612 (7)	7,1 (6)	0,1980 (2)	0,5185 (2)	0,3031 (3)	5,1 (2)
C(9)	0,1986 (5)	0,5175 (4)	0,255 (1)	7,7 (5)	0,1794 (3)	0,5330 (2)	0,2013 (3)	5,8 (2)
C(10)	0,1630 (5)	0,4769 (4)	0,1756 (7)	6,9 (6)	0,1409 (3)	0,4816 (2)	0,1449 (3)	5,3 (2)
C(11)	0,1351 (4)	0,4101 (3)	0,2021 (7)	5,6 (4)	0,1201 (2)	0,4159 (2)	0,1869 (3)	4,3 (2)
C(12)	-0,0161 (3)	0,2041 (3)	0,5214 (6)	4,0 (3)	-0,0052 (2)	0,2179 (2)	0,5128 (3)	3,8 (2)
C(13)	-0,0276 (4)	0,2359 (4)	0,6245 (6)	4,8 (4)	-0,0116 (2)	0,2527 (2)	0,6081 (3)	4,6 (2)
C(14)	-0,0840 (4)	0,2103 (4)	0,6976 (6)	5,9 (5)	-0,0639 (3)	0,2261 (2)	0,6812 (3)	5,6 (2)
C(15)	-0,1285 (5)	0,1522 (4)	0,6696 (7)	5,8 (5)	-0,1078 (3)	0,1650 (3)	0,6619 (4)	6,2 (3)
C(16)	-0,1168 (5)	0,1207 (4)	0,5676 (7)	6,2 (5)	-0,1008 (3)	0,1306 (2)	0,5697 (3)	5,7 (2)
C(17)	-0,0620 (4)	0,1457 (3)	0,4928 (6)	4,9 (4)	-0,0502 (2)	0,1568 (2)	0,4944 (3)	4,7 (2)
C(18)	0,0855 (4)	0,1235 (3)	0,3510 (7)	4,7 (4)	0,0953 (2)	0,1355 (2)	0,3582 (3)	4,3 (2)
O(1)	0,1160 (3)	0,0882 (2)	0,4189 (5)	6,9 (3)	0,1235 (5)	0,0991 (1)	0,4228 (2)	6,3 (2)
O(2)	0,0472 (3)	0,1035 (2)	0,2622 (4)	5,9 (3)	0,0602 (2)	0,1123 (1)	0,2739 (2)	5,1 (2)
C(19)	0,0521 (7)	0,0274 (4)	0,2436 (9)	9,9 (8)	0,0689 (3)	0,0349 (4)	0,2545 (4)	6,7 (3)
C(20)	0,0378 (9)	0,0087 (5)	0,1426 (9)	14 (1)	0,0316 (3)	0,0188 (3)	0,1547 (4)	7,8 (4)
C(21)	0,1776 (4)	0,2238 (3)	0,2174 (6)	4,6 (3)	0,1875 (2)	0,2362 (2)	0,2269 (3)	4,3 (2)
O(3)	0,1925 (3)	0,1619 (2)	0,2024 (5)	7,5 (3)	0,2076 (2)	0,1712 (1)	0,2244 (3)	7,3 (2)
O(4)	0,2103 (4)	0,2476 (2)	0,1588 (4)	5,1 (2)	0,2146 (2)	0,2840 (1)	0,1656 (2)	5,4 (2)
C(22)	0,2616 (4)	0,2544 (4)	0,0674 (6)	5,7 (4)	0,2705 (3)	0,2607 (3)	0,0855 (3)	6,5 (2)
C(23)	0,2905 (5)	0,3202 (4)	0,0144 (7)	6,9 (5)	0,2994 (3)	0,3274 (3)	0,0347 (4)	8,7 (4)
Cl					0,2003 (1)	0,4375 (1)	0,4735 (3)	6,2 (1)

méthyle forment un zigzag qui s'écarte peu du plan moyen défini par C(21), O(3), O(4) et C(2) qui est presque coplanaire à  $\pi_1$ : 10,7 (4)° pour (1) et 12,2 (9)° pour (2). L'éthoxycarbonyl porté par l'azote présente également une forme zigzag mais C(18), C(19) et C(20) s'écartent davantage du plan moyen formé par N, C(18), O(1) et O(2). Ce dernier est très incliné par rapport à  $\pi_1$ : 72,4 (7)° pour (1) et 67,0 (4)° pour (2).

Les données RMN du proton sont en accord avec les structures obtenues par radiocristallographie. En effet, la non équivalence magnétique des deux groupements éthoxy provient de leur nature différente. Le groupement en 1 appartient à une fonction carbamate dont le déplacement chimique se situe vers les champs faibles alors que celui en 2 appartient à une fonction ester dont le déplacement chimique se situe vers les champs forts.

On observe une augmentation de cette non équivalence dans le cas de (2). Celle-ci provient d'une légère modification conformationnelle apportée par l'encombrement stérique du chlore en *ortho* du phényl-3. Le déplacement des protons appartenant à la fonction ester vers les champs forts est dû à l'anisotropie induite par le phényle en 3 dont le plan fait un angle légèrement supérieur avec  $\pi_1$  [58,5 (3)° pour (2) et 54,7 (5)° pour (1)].

Il est, par ailleurs, remarquable que le plan de ce même éthoxycarbonyl fasse avec  $\pi_1$  un angle également supérieur [12,9 (2)° pour (2) au lieu de 10,7 (4)° pour (1)] plaçant de ce fait le reste éthyle davantage dans le cône de blindage du même phényle en 3. Ceci est vérifié par les variations des distances entre les protons H(22) et H(23) au milieu  $M_3$  du phényle en 3 qui sont légèrement plus faibles dans le cas de (2).

Tableau 2. *Distances interatomiques (Å) et angles (°) dans et autour du cycle pyrrole*

	(1)	(2)
N—C(2)	1,407 (7)	1,390 (4)
C(2)—C(3)	1,386 (8)	1,376 (4)
C(3)—C(4)	1,391 (9)	1,426 (5)
C(4)—C(5)	1,392 (8)	1,369 (5)
C(5)—N	1,384 (8)	1,388 (4)
N—C(2)—C(3)	106,2 (5)	108,7 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	107,8 (5)	106,5 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	110,2 (5)	108,6 (3)
C(4)—C(5)—N	105,1 (5)	107,8 (3)
C(5)—N—C(2)	110,7 (4)	108,4 (3)
N—C(2)—C(21)	119,8 (5)	118,3 (3)
C(21)—C(2)—C(3)	133,8 (5)	132,4 (3)
C(2)—C(3)—C(6)	128,3 (6)	129,1 (3)
C(6)—C(3)—C(4)	123,9 (5)	124,4 (3)
C(3)—C(4)—H(4)	125,0 (6)	125,7 (3)
H(4)—C(4)—C(5)	124,8 (7)	125,7 (4)
C(4)—C(5)—C(12)	128,6 (6)	127,9 (3)
C(12)—C(5)—N	126,2 (5)	124,2 (3)
C(5)—N—C(18)	124,5 (5)	125,4 (3)
C(18)—N—C(2)	124,1 (5)	126,1 (3)
N—C(18)	1,478 (7)	1,425 (4)
C(18)—O(1)	1,176 (9)	1,181 (5)
C(18)—O(2)	1,307 (9)	1,322 (5)
O(2)—C(19)	1,460 (9)	1,461 (4)
C(19)—C(20)	1,282 (15)	1,478 (7)
C(2)—C(21)	1,420 (9)	1,473 (5)
C(21)—O(3)	1,211 (7)	1,187 (4)
C(21)—O(4)	1,315 (8)	1,324 (4)
O(4)—C(22)	1,457 (9)	1,475 (5)
C(22)—C(23)	1,482 (11)	1,484 (7)
N—C(18)—O(1)	121,9 (6)	124,0 (3)
N—C(18)—O(2)	109,4 (5)	109,6 (3)
O(1)—C(18)—O(2)	128,5 (6)	126,2 (3)
C(18)—O(2)—C(19)	112,3 (6)	114,6 (3)
O(2)—C(19)—C(20)	113,9 (8)	107,8 (4)
C(2)—C(21)—O(3)	124,4 (6)	123,5 (3)
C(2)—C(21)—O(4)	113,3 (5)	111,8 (3)
O(3)—C(21)—O(4)	122,3 (6)	124,7 (4)
C(21)—O(4)—C(22)	118,0 (5)	116,2 (3)
O(4)—C(22)—C(23)	107,8 (6)	106,6 (4)

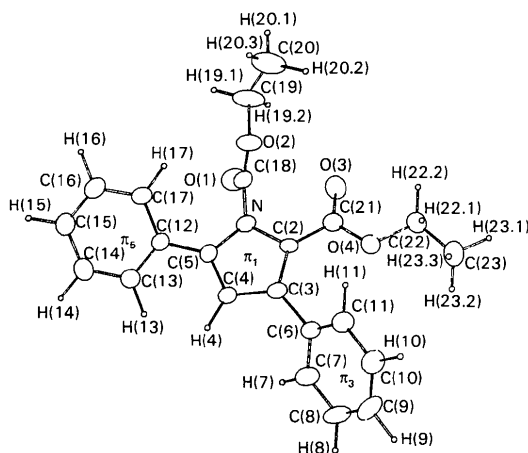


Fig. 1. Tracé ORTEP (Johnson, 1965) de la molécule 1:  $C_{22}H_{21}NO_4$ .

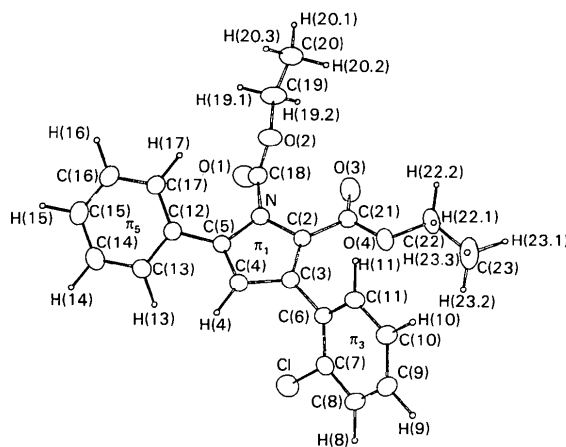


Fig. 2. Tracé ORTEP (Johnson, 1965) de la molécule 2:  $C_{22}H_{20}ClNO_4$ .

D'autre part, on remarque également une modification des déplacements chimiques des protons appartenant à la chaîne éthyle de la fonction carbamate de (2) par rapport à ceux de (1). Le déblindage observé peut s'expliquer par la variation des angles d'une part entre  $\pi_5$  et  $\pi_1$ , et d'autre part entre celui de la chaîne et  $\pi_1$ , qui se traduit par un éloignement de l'ensemble éthoxy vis-à-vis du milieu  $M_5$  du phényle en 5.

Les effets stériques sont importants. La présence d'un atome de chlore en *ortho* du phényle en 3 ne provoque que de faibles contraintes stériques qui se traduisent par un léger accroissement de la valeur de l'angle entre les plans du phényle et du noyau pyrrole. Les protons de la chaîne ester voisine sont, de ce fait, davantage à proximité du cône de blindage et présentent un déplacement vers les champs forts. Ce phénomène est observé en RMN du proton pour tous les composés *ortho* substitués que nous avons synthétisés, démontrant par là une modification conformationnelle analogue. Mais, cette étude présente surtout l'intérêt de mettre en évidence un réarrangement qui survient lors

de la déshydrogénation des dihydro-3,4 2*H*-pyrroles correspondantes au moyen du chloranile.

Les auteurs remercient M Sylvain Lecocq du Centre de Diffraction de l'Université de Lyon 1 pour les mesures des intensités des réflexions des deux cristaux.

#### Références

- BIROUK, M. (1981). DEA de Chimie Structurale, Faculté des Sciences, Besançon.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KOCH, J., ROBERT, J. F. & PANOUSE, J. J. (1978). *C.R. Acad. Sci. Sér. C*, **286**, 95–98.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J.-P. (1977). *MULTAN77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX*. Programme pour la détermination de structure. Univ. de Cambridge, Angleterre.

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 1281–1283

## 1-Isopropyl-10-methylphenothiazine, $C_{16}H_{17}NS$

BY SHIRLEY S. C. CHU, S. V. L. NARAYANA AND ROBERT D. ROSENSTEIN

*School of Engineering and Applied Science, Southern Methodist University, Dallas, Texas 75275, USA*

(Received 20 January 1984; accepted 27 March 1984)

**Abstract.**  $M_r = 255.37$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 12.273$  (1),  $b = 7.998$  (1),  $c = 14.926$  (1) Å,  $\beta = 111.395$  (1)°,  $V = 1364.2$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.243$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu =$

$1.875$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 544$ ,  $T = 298$  K. Final  $R = 0.047$  for 2135 observed reflections. The central ring of the phenothiazine ring system is in a boat conformation. The folding angle between the least-squares