

O(1)—N(1)—C(12)—N(2)	1.1 (2)
O(1)—C(11)—N(2)—C(12)	1.4 (2)
N(1)—O(1)—C(11)—N(2)	-0.8 (2)
N(1)—C(12)—N(2)—C(11)	-1.6 (2)
C(11)—O(1)—N(1)—C(12)	-0.2 (2)
N(3)—C(1)—C(9)—C(8)	-21.7 (3)
C(1)—C(2)—C(3)—C(4)	32.0 (3)
C(1)—C(9)—C(10)—C(4)	-1.8 (3)
C(2)—C(3)—C(4)—C(10)	-51.4 (3)
C(3)—C(2)—C(1)—C(9)	4.7 (3)
C(3)—C(4)—C(10)—C(9)	37.9 (3)
N(2)—C(11)—C(2)—C(3)	-175.3 (2)
O(2)—N(4)—C(13)—N(3)	-2.0 (3)
N(4)—C(13)—N(3)—C(1)	-174.4 (2)
C(9)—C(1)—N(3)—C(13)	-41.4 (3)

Compound (IVb)

O(1)—N(1)	1.410 (5)	C(4)—C(10)	1.503 (8)
O(1)—C(11)	1.358 (5)	C(5)—C(6)	1.371 (9)
O(2)—N(4)	1.404 (5)	C(5)—C(10)	1.392 (8)
N(1)—C(12)	1.300 (5)	C(6)—C(7)	1.361 (8)
N(2)—C(11)	1.306 (5)	C(7)—C(8)	1.368 (7)
N(2)—C(12)	1.358 (5)	C(8)—C(9)	1.388 (7)
N(3)—C(1)	1.397 (6)	C(9)—C(10)	1.396 (7)
N(3)—C(19)	1.378 (6)	C(12)—C(13)	1.448 (6)
N(4)—C(19)	1.263 (6)	C(13)—C(14)	1.368 (7)
C(1)—C(2)	1.382 (6)	C(13)—C(18)	1.370 (7)
C(1)—C(9)	1.443 (6)	C(14)—C(15)	1.365 (8)
C(2)—C(3)	1.477 (7)	C(15)—C(16)	1.353 (8)
C(2)—C(11)	1.445 (6)	C(16)—C(17)	1.354 (7)
C(3)—C(4)	1.530 (8)	C(17)—C(18)	1.372 (8)
N(1)—O(1)—C(11)	106.7 (4)	C(8)—C(9)—C(10)	118.2 (6)
O(1)—N(1)—C(12)	103.1 (4)	C(4)—C(10)—C(5)	121.6 (7)
C(11)—N(2)—C(12)	103.8 (4)	C(4)—C(10)—C(9)	118.2 (6)
C(1)—N(3)—C(19)	123.9 (5)	C(5)—C(10)—C(9)	120.1 (7)
O(2)—N(4)—C(19)	109.6 (5)	O(1)—C(11)—N(2)	111.4 (5)
N(3)—C(1)—C(2)	120.7 (5)	O(1)—C(11)—C(2)	117.5 (5)
N(3)—C(1)—C(9)	120.4 (5)	N(2)—C(11)—C(2)	130.9 (5)
C(2)—C(1)—C(9)	119.0 (5)	N(1)—C(12)—N(2)	115.0 (5)
C(1)—C(2)—C(3)	119.2 (5)	N(1)—C(12)—C(13)	121.7 (5)
C(1)—C(2)—C(11)	119.8 (5)	N(2)—C(12)—C(13)	123.2 (5)
C(3)—C(2)—C(11)	121.0 (5)	C(12)—C(13)—C(14)	120.4 (6)
C(2)—C(3)—C(4)	110.1 (6)	C(12)—C(13)—C(18)	122.9 (6)
C(3)—C(4)—C(10)	109.7 (6)	C(14)—C(13)—C(18)	116.7 (6)
C(6)—C(5)—C(10)	120.0 (8)	C(13)—C(14)—C(15)	121.0 (6)
C(5)—C(6)—C(7)	119.8 (7)	C(14)—C(15)—C(16)	120.9 (6)
C(6)—C(7)—C(8)	121.2 (7)	C(15)—C(16)—C(17)	119.8 (6)
C(7)—C(8)—C(9)	120.5 (7)	C(16)—C(17)—C(18)	118.8 (6)
C(1)—C(9)—C(8)	122.2 (6)	C(13)—C(18)—C(17)	122.7 (6)
C(1)—C(9)—C(10)	119.6 (6)	N(3)—C(19)—N(4)	125.2 (6)

O(1)—N(1)—C(12)—N(2)	-0.2 (6)
O(1)—C(11)—N(2)—C(12)	-0.4 (6)
N(1)—O(1)—C(11)—N(2)	0.3 (6)
N(1)—C(12)—N(2)—C(11)	0.4 (6)
C(11)—O(1)—N(1)—C(12)	-0.1 (5)
N(3)—C(1)—C(9)—C(8)	22.9 (8)
C(1)—C(2)—C(3)—C(4)	-38.1 (8)
C(1)—C(9)—C(10)—C(4)	-4.3 (8)
C(2)—C(3)—C(4)—C(10)	54.3 (8)
C(3)—C(2)—C(1)—C(9)	-1.2 (8)
C(3)—C(4)—C(10)—C(9)	-34.7 (8)
N(2)—C(11)—C(2)—C(3)	171.4 (6)
O(2)—N(4)—C(19)—N(3)	0.2 (8)
N(1)—C(12)—C(13)—C(14)	169.9 (5)
N(4)—C(19)—N(3)—C(1)	163.5 (5)
C(9)—C(1)—N(3)—C(19)	40.8 (7)

The structures were solved by direct methods using *MITHRIL* (Gilmore, 1984) and *DIRDIF* (Beurskens, 1984) and refined by full-matrix least squares using *TEXSAN* (Molecular Structure Corporation, 1985). H atoms were found by difference synthesis and refined isotropically. The displacement ellipsoids were drawn with the aid of *ORTEPII* (Johnson, 1976). Most of the calculations were performed on a VAX 3100 computer using *TEXSAN* at the X-ray Laboratory of Okayama University.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and bond distances and angles involving H atoms have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71719 (17 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: OH1051]

References

- Beurskens, P. T. (1984). *DIRDIF. Direct Methods for Difference Structures - an Automatic Procedure for Phase Extension and Refinement of Difference Structure Factors*. Technical Report 1984/1. Crystallography Laboratory, Toernooiveld, 6525 ED Nijmegen, The Netherlands.
- Gilmore, C. J. (1984). *J. Appl. Cryst.* **17**, 42–46.
- Hirota, T., Sasaki, K., Yamamoto, H. & Nakayama, T. (1991). *J. Heterocycl. Chem.* **28**, 257–261.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Kitaigorodsky, A. I. (1973). *Molecular Crystals and Molecules*, pp. 381–450. New York/London: Academic Press.
- Molecular Structure Corporation (1985). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.

Acta Cryst. (1994). **C50**, 810–813

3-Sulfure de 3-Mercapto-5,7-diméthyl-2-phényl-3H-[1,4,2]diazaphospholo-[1,5-a]pyridinium

N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

J.-M. CENSE

Laboratoire d'Informatique appliquée à la Chimie, ENSCP, 11 Rue P. et M. Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

J.-M. ROBERT, S. ROBERT-PIESSARD, J. COURANT ET G. LE BAUT

Laboratoire de Chimie thérapeutique, Faculté des Sciences pharmaceutiques, 1 Rue Gaston-Veill, 44035 Nantes CEDEX, France

(Reçu le 6 mai 1993; accepté le 27 septembre 1993)

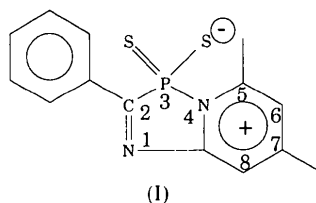
Abstract

The entire molecule of 5,7-dimethyl-2-phenyl-3-thioxo-3H-[1,4,2]diazaphospholo[1,5-a]pyridinium-3-thiolate, C₁₄H₁₃N₂PS₂, with the exception of the two

S atoms, is approximately planar. The π electrons of the N(7)—C(8) bond are partially conjugated with those of the phenyl and pyridinyl rings. The P—C and P—S bond lengths are not significantly different to distances in related compounds. However, the P—S bonds are shorter than terminal P—S bonds in thiophosphates. The P—N distance [1.819 (3) Å] indicates partial ionic character.

Commentaire

La réaction de P_4S_{10} sur le *N*-(4,6-diméthylpyridin-2-yl)benzamide donne le thiocarboxamide correspondant et un produit secondaire (I) qui est l'objet de la présente étude. Celle-ci a été entreprise dans le but de



déterminer les positions, dans l'édifice moléculaire, des atomes de S et de P et de vérifier les hypothèses proposées pour interpréter les résultats des études spectrographiques (masse, UV, IR, RMN de 1H). Les noms des atomes et les lettres utilisées pour désigner les cycles sont indiqués sur la Fig. 1.

Les trois cycles *A*, *B* et *C* présents dans la molécule sont plans. Les valeurs du paramètre χ^2 relatif à leurs plans moyens respectifs $P(A)$, $P(B)$ et $P(C)$ sont égales à 5, à 13 et à 4. $P(A)$ et $P(B)$ peuvent, aux incertitudes près, être considérés comme confondus. L'angle dièdre $P(A)P(C)$ mesure $3,4 (3)^\circ$ et $P(B)P(C)$ $2,8 (3)^\circ$. Il en résulte que les atomes de C, de N et de P sont approximativement coplanaires. Ces atomes

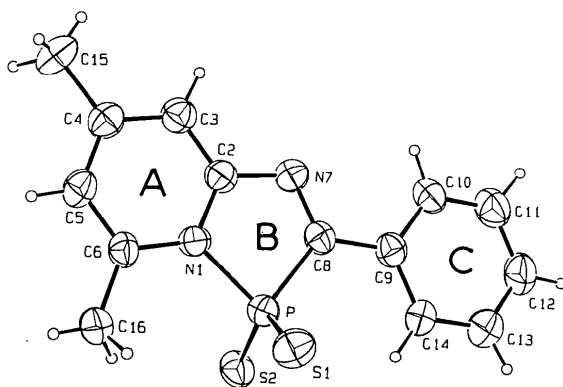


Fig. 1. Dessin de la molécule, noms attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles (ORTEPII; Johnson, 1976).

définissent un plan moyen $P(ABC)$ dont ils sont distants au plus de 0,063 (5) Å.

Les indices de liaison, calculés à l'aide du programme *MOPAC* (Stewart, 1983) avec l'Hamiltonien *PM3* (Stewart, 1989), sont de 1,26 pour chacune des liaisons P—S, de 0,67 pour P—C(8) et de 0,38 pour P—N(1). En outre, les valeurs trouvées pour les charges de l'atome de P et des atomes qui lui sont liés, sont, en prenant pour unité la valeur absolue de la charge élémentaire, de $-0,60$ pour S(1) et S(2), de 1,25 pour P, de $-0,11$ pour N(1) et de $-0,27$ pour C(8). Ces résultats indiquent que P—C(8) et surtout P—N(1) sont peu covalentes, qu'il y a un afflux électronique vers les atomes de S et que la charge positive attendue sur N(1) doit être compensée par les électrons π du noyau pyridinique.

P—N(1) [1,819 (3) Å] paraît très longue si on la compare à la longueur moyenne (1,652 Å) calculée pour les liaisons N_{sp^2} —P(4) par Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor (1987). Cette différence peut s'expliquer par le caractère hétéropolaire envisagé plus haut. P—S(1) et P—S(2), 1,940 (2) et 1,933 (2) Å respectivement, sont pratiquement identiques. Les représentations adoptées sur le schéma peuvent être considérées comme correspondant à deux formes mésomères. Ces liaisons ainsi que P—C(8) [1,823 (4) Å] sont comparables à leurs homologues respectives dans le 2-sulfure de *trans*-tétrahydro-2-(4-méthoxyphényl)-6-méthyl-2*H*-1,3,2-thiazaphosphorin-4-one (Scheibye, Lawesson & Romming, 1981), ou le 2-sulfure de 3,4-bis(*tert*-butyl)-2-(*p*-méthoxyphényl)-1,3,4,2-thiazaphospholidin-5-one (L'Abbe, Flemal, Declercq, Germain & van Meerssche, 1979). Toutefois, P—S(1) et P—S(2) sont nettement plus courtes que leurs homologues rencontrées dans les thiophosphates. Ainsi, les distances P—S terminales des anions $(P_2S_6)^{4-}$ et $(P_2S_6)^{2-}$ présents dans $Zn_4(P_2S_6)_3$ (Bouchetière, Toffoli, Khodadad & Rodier, 1978) vont de 1,991 (3) à 2,061 (3) Å. Les mêmes liaisons ont pour longueurs 1,984 (2) et 2,003 (2) Å dans $Ag_2P_2S_6$ (Toffoli, Khodadad & Rodier, 1978) et sont comprises entre 2,011 (3) et 2,050 (3) Å dans $Ag_4P_2S_7$ (Toffoli, Khodadad & Rodier, 1977). Ces faits sont susceptibles de s'expliquer, d'une part par le volume des atomes de S plus grand que celui des atomes de C et de N, d'autre part par les charges portées par les anions thiophosphates.

Les distances C—C entre deux atomes contigus ont pour longueurs extrêmes 1,374 (6) et 1,398 (6) Å dans le cycle *A*, 1,372 (6) et 1,400 (6) Å dans le cycle *C* et admettent la même longueur moyenne [1,385 (5) Å] dans les deux cycles. Les longueurs de C(2)—N(7) [1,410 (5) Å] et de C(8)—C(9) [1,469 (5) Å] indiquent une conjugaison très partielle entre les électrons π de la double liaison N(7)—C(8) [1,293 (5) Å] et ceux des noyaux *A* et *C*.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₄H₁₃N₂PS₂M_r = 304,38

Monoclinique

P2₁/n

a = 8,492 (2) Å

b = 14,067 (2) Å

c = 12,273 (2) Å

β = 98,71 (2)°

V = 1449 (1) Å³

Z = 4

D_x = 1,395 Mg m⁻³

Cu Kα radiation

λ = 1,5418 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 8,91–25,98°

μ = 4,24 mm⁻¹

T = 294 K

Parallélépipèdique

0,13 × 0,08 × 0,04 mm

Jaune orangé

Source du cristal:

évaporation d'une solu-

tion dans l'acétonitrile

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius

CAD-4

Balayage θ/2θ

Correction d'absorption:

empiriques (DIFABS);

Walker & Stuart, 1983)

T_{min} = 0,78, T_{max} = 1,43

2458 réflexions mesurées

2458 réflexions

indépendantes

1529 réflexions observées

[I ≥ 2σ(I)]

θ_{max} = 65°

h = 0 → 9

k = 0 → 16

l = -14 → 14

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variations d'intensité: non

significatives

Affinement

Affinement basé sur les F

R = 0,046

wR = 0,048

S = 1,31

1529 réflexions

211 paramètres

Affinement des atomes

d'hydrogène sur x, y, z

seulement

w = 1/σ²(F)(Δ/σ)_{max} = 0,03Δρ_{max} = 0,26 (6) e Å⁻³Δρ_{min} = -0,23 (6) e Å⁻³

Facteurs de diffusion des

International Tables for

X-ray Crystallography

(1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å²)

	x	y	z	B _{eq}
S(1)	0,7820 (1)	0,49864 (9)	0,27535 (9)	4,00 (2)
S(2)	0,7567 (2)	0,25552 (9)	0,2563 (1)	3,91 (2)
P	0,6974 (1)	0,37674 (8)	0,31229 (9)	2,90 (2)
N(1)	0,7147 (4)	0,3692 (3)	0,4616 (3)	2,82 (7)
C(2)	0,5693 (5)	0,3732 (3)	0,4937 (3)	3,10 (8)
C(3)	0,5529 (5)	0,3696 (3)	0,6037 (3)	3,51 (9)
C(4)	0,6895 (5)	0,3605 (3)	0,6824 (3)	3,38 (9)
C(5)	0,8369 (5)	0,3571 (3)	0,6460 (4)	3,5 (1)
C(6)	0,8505 (5)	0,3604 (3)	0,5359 (3)	2,98 (9)
N(7)	0,4378 (4)	0,3805 (3)	0,4089 (3)	3,41 (7)
C(8)	0,4832 (4)	0,3831 (3)	0,3130 (3)	2,92 (8)
C(9)	0,3674 (5)	0,3901 (3)	0,2115 (3)	3,10 (9)
C(10)	0,2037 (5)	0,3913 (3)	0,2143 (4)	3,8 (1)
C(11)	0,0962 (5)	0,3948 (4)	0,1190 (4)	4,6 (1)
C(12)	0,1507 (6)	0,3982 (4)	0,0182 (4)	4,8 (1)
C(13)	0,3112 (6)	0,3980 (4)	0,0134 (4)	4,6 (1)
C(14)	0,4203 (5)	0,3944 (3)	0,1089 (3)	3,7 (1)
C(15)	0,6781 (6)	0,3543 (4)	0,8021 (4)	4,7 (1)
C(16)	1,0055 (5)	0,3546 (4)	0,4946 (4)	4,4 (1)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

P—S(1)	1,940 (2)	C(5)—C(6)	1,374 (6)
P—S(2)	1,933 (2)	C(6)—C(16)	1,482 (6)
P—N(1)	1,819 (3)	N(7)—C(8)	1,293 (5)
P—C(8)	1,823 (4)	C(8)—C(9)	1,469 (5)
N(1)—C(2)	1,354 (5)	C(9)—C(10)	1,396 (6)
N(1)—C(6)	1,363 (5)	C(9)—C(14)	1,400 (6)
C(2)—C(3)	1,380 (6)	C(10)—C(11)	1,372 (6)
C(2)—N(7)	1,410 (5)	C(11)—C(12)	1,386 (7)
C(3)—C(4)	1,398 (6)	C(12)—C(13)	1,374 (7)
C(4)—C(5)	1,392 (6)	C(13)—C(14)	1,381 (6)
C(4)—C(15)	1,489 (6)		
N(1)—P—C(8)	85,8 (2)	P—C(8)—N(7)	116,0 (3)
P—N(1)—C(2)	110,6 (2)	P—C(8)—C(9)	122,6 (3)
P—N(1)—C(6)	127,7 (3)	N(7)—C(8)—C(9)	121,4 (4)
C(2)—N(1)—C(6)	121,7 (3)	C(8)—C(9)—C(10)	121,4 (4)
N(1)—C(2)—C(3)	121,0 (3)	C(8)—C(9)—C(14)	120,1 (4)
N(1)—C(2)—N(7)	116,3 (3)	C(10)—C(9)—C(14)	118,5 (4)
C(3)—C(2)—N(7)	122,7 (4)	C(9)—C(10)—C(11)	121,1 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	118,9 (4)	C(10)—C(11)—C(12)	119,6 (4)
C(3)—C(4)—C(5)	118,2 (4)	C(11)—C(12)—C(13)	120,4 (4)
C(3)—C(4)—C(15)	121,1 (4)	C(12)—C(13)—C(14)	120,4 (5)
C(5)—C(4)—C(15)	120,7 (4)	C(9)—C(14)—C(13)	120,0 (4)
C(4)—C(5)—C(6)	121,9 (4)	S(1)—P—S(2)	124,82 (8)
N(1)—C(6)—C(5)	118,2 (4)	S(1)—P—N(1)	108,1 (1)
N(1)—C(6)—C(16)	118,8 (4)	S(1)—P—C(8)	111,3 (1)
C(5)—C(6)—C(16)	123,1 (4)	S(2)—P—N(1)	108,7 (1)
C(2)—N(7)—C(8)	111,2 (3)	S(2)—P—C(8)	111,0 (1)

La structure a été résolue par la méthode de l'addition symbolique à l'aide du programme SIMPEL (Shenk, Overbeek, van der Putten, Olthof, Shagen, Peschar, Seignette, Driessen & Kiers, 1982). Tous les programmes utilisés appartiennent au système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des distances interatomiques intermoléculaires, des distances des atomes aux plans moyens et des angles de torsion ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71677: 16 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre. [Référence de CIF: PA1065]

Références

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. S1–S19.
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Bouchetière, M., Toffoli, P., Khodadad, P. & Rodier, N. (1978). *Acta Cryst.* B34, 384–387.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- L'Abbe, G., Flemal, J., Declercq, J.-P., Germain, G. & van Meerssche, M. (1979). *Bull. Soc. Chim. Belg.* 88, 737–738.
- Scheibye, S., Lawesson, S.-O. & Romming, C. (1981). *Acta Chem. Scand. Ser. B*, pp. 239–246.
- Shenk, H., Overbeek, O., van der Putten, N., Olthof, G., Shagen, J. D., Peschar, R., Seignette, P., Driessen, R. & Kiers, C. (1982). *SIMPEL*. Département de Cristallographie, Univ. d'Amsterdam, Les Pays-Bas.
- Stewart, J. J. P. (1983). *MOPAC*. QCPE Bull. N° 455. Biosym Technologies, 10065 Barnes Canyon Road, San Diego, CA 92121, EU.
- Stewart, J. J. P. (1989). *J. Comp. Chem.* 10, 209–210.
- Toffoli, P., Khodadad, P. & Rodier, N. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1492–1494.

Toffoli, P., Khodadad, P. & Rodier, N. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3561–3564.
Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

Acta Cryst. (1994). **C50**, 813–816

3-(Benzoylamino)propanoic Acid and 6-[(4-Nitrobenzoyl)amino]hexanoic Acid

N. FEEDER AND W. JONES*

*Department of Chemistry, University of Cambridge,
Lensfield Road, Cambridge CB2 1EW, England*

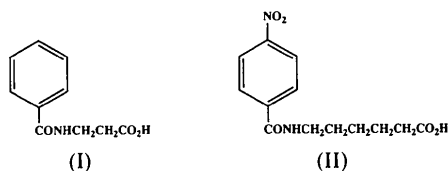
(Received 2 July 1992; accepted 7 October 1993)

Abstract

For both structures, $C_{10}H_{11}NO_3$ (I) and $C_{13}H_{16}N_2O_5$ (II), there is one molecule in the asymmetric unit. The hydrogen bonding differs from other carboxylic acid amides studied by us in that the acid dimer motif is not observed and, instead, acid–amide hydrogen bonds are formed.

Comment

As part of a general study of the stability of organic peracids and peracid salts (Kariuki & Jones, 1992), and in particular of the role of hydrogen bonding in controlling the crystal structure of peracid and acid amides (Feeder & Jones, 1992), we report here the structures of two aliphatic (*N*-benzoyl) carboxylic acids, (I) and (II).



The bond angles and distances found for both structures are similar to those reported for hippuric acid (Ringertz, 1971), *N*-acetyl glycine (Mackay, 1975) and *N*-methylbenzamide (Leiserowitz & Tuval, 1978). There are, however, subtle differences in molecular conformation between the two structures. Molecules in (I) may be divided into three groups: the benzene ring $A(I)$, the amide group $[C(6)C(7)O(7)N(1)C(8)]$ $B(I)$ and the aliphatic acid group $[C(9)C(10)O(101)O(102)H(102)]$ $C(I)$. These groups are each planar to within 0.007, 0.007 and 0.025 Å, respectively. $N(1)–C(8)–C(9)–C(10)$ has a torsion

angle of 61.5° ; dihedral angles are $A(I)B(I)$ 3.4° , $B(I)C(I)$ 95.7° and $A(I)C(I)$ 82.6° .

In (II), the carboxyl group and the alkyl chain are not coplanar, and hence are described as two separate groups, $D(II)$ and $E(II)$, respectively. The benzene ring and nitro group are almost coplanar such that the angle between them is 2.5° – slightly less than the 7.5° found for *p*-nitrobenzamide (Di Rienzo, Domenicano & Serantoni, 1977) – hence the group as a whole, $A(II)$, is planar to within 0.036 Å. The amido group $[C(6)C(7)O(7)N(1)C(8)]$ $B(II)$ and alkyl chain $[C(8)C(9)C(10)C(11)C(12)]$ $E(II)$ are planar to within 0.014 and 0.039 Å, respectively. The dihedral angles are $A(II)B(II)$ 9.0° , $B(II)E(II)$ 12.4° and $A(II)E(II)$ 21.2° . The carboxyl group $[C(13)O(131)O(132)]$ $D(II)$ makes angles of 13.6° , 7.5° and 9.9° with $A(II)$, $B(II)$ and $E(II)$, respectively.

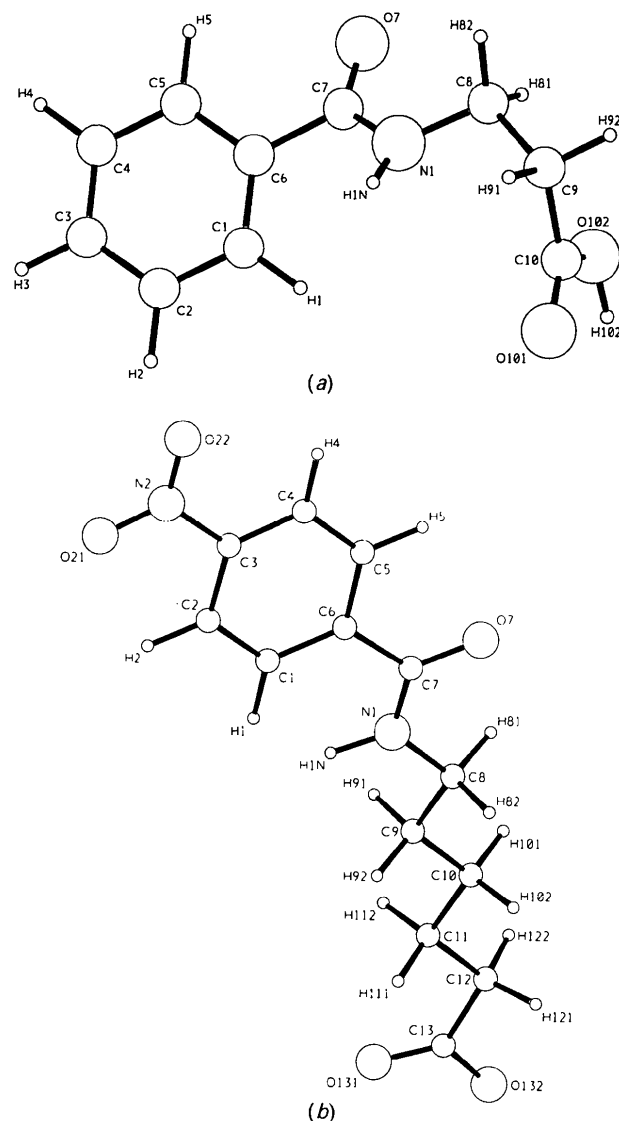


Fig. 1. Atom-numbering scheme for (a) (I) and (b) (II).