

C(5)	0,3575 (2)	0,5023 (3)	0,8788 (1)	0,0462 (6)
C(6)	0,4683 (2)	0,5666 (3)	0,8689 (1)	0,0434 (6)
N(7)	0,5543 (1)	0,2432 (3)	0,7218 (1)	0,0426 (5)
C(8)	0,6645 (2)	0,1898 (3)	0,7447 (1)	0,0369 (5)
C(9)	0,7376 (2)	0,1755 (3)	0,8375 (1)	0,0369 (5)
N(10)	0,6797 (2)	0,1341 (3)	0,9019 (1)	0,0488 (5)
C(11)	0,7471 (2)	0,1227 (3)	0,9846 (1)	0,0493 (6)
C(12)	0,8684 (2)	0,1512 (4)	1,0021 (2)	0,0522 (6)
N(13)	0,9271 (2)	0,1903 (3)	0,9374 (1)	0,0600 (6)
C(14)	0,8599 (2)	0,2004 (3)	0,8554 (1)	0,0457 (6)
C(15)	0,1890 (2)	0,2740 (4)	0,8445 (2)	0,0647 (8)
C(16)	0,5179 (2)	0,7418 (4)	0,9105 (2)	0,0688 (8)
N(17)	0,7223 (2)	0,1336 (3)	0,6819 (1)	0,0439 (5)
C(18)	0,6635 (2)	0,1404 (4)	0,5889 (1)	0,0527 (6)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

N(1)—C(2)	1,341 (3)	C(8)—C(9)	1,499 (3)
N(1)—C(6)	1,347 (3)	C(8)—N(17)	1,346 (3)
C(2)—C(3)	1,395 (3)	C(9)—N(10)	1,337 (3)
C(2)—N(7)	1,392 (3)	C(9)—C(14)	1,368 (3)
C(3)—C(4)	1,375 (3)	N(10)—C(11)	1,345 (3)
C(4)—C(5)	1,387 (3)	C(11)—C(12)	1,362 (3)
C(4)—C(15)	1,508 (3)	C(12)—N(13)	1,343 (3)
C(5)—C(6)	1,381 (3)	N(13)—C(14)	1,335 (3)
C(6)—C(16)	1,505 (4)	N(17)—C(18)	1,449 (3)
N(7)—C(8)	1,286 (2)		
C(2)—N(1)—C(6)	118,0 (2)	N(7)—C(8)—C(9)	126,4 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	122,1 (2)	N(7)—C(8)—N(17)	119,3 (2)
N(1)—C(2)—N(7)	119,0 (2)	C(9)—C(8)—N(17)	114,2 (2)
C(3)—C(2)—N(7)	118,5 (2)	C(8)—C(9)—N(10)	117,8 (2)
C(2)—C(3)—C(4)	120,1 (2)	C(8)—C(9)—C(14)	121,1 (2)
C(3)—C(4)—C(5)	117,3 (2)	N(10)—C(9)—C(14)	121,1 (2)
C(3)—C(4)—C(15)	121,3 (2)	C(9)—N(10)—C(11)	116,8 (2)
C(5)—C(4)—C(15)	121,3 (2)	N(10)—C(11)—C(12)	121,7 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	120,3 (2)	C(11)—C(12)—N(13)	121,6 (2)
N(1)—C(6)—C(5)	122,2 (2)	C(12)—N(13)—C(14)	116,3 (2)
N(1)—C(6)—C(16)	116,6 (2)	C(9)—C(14)—N(13)	122,4 (2)
C(5)—C(6)—C(16)	121,2 (2)	C(8)—N(17)—C(18)	120,6 (2)
C(2)—N(7)—C(8)	123,8 (2)		

Les atomes d'hydrogène liés à C(16) sont présents, en désordre statistique, sur deux positions. Les valeurs trouvées pour les taux d'occupation des deux positions sont voisines et, compte tenu des incertitudes, ont été prises égales à 50%. Le pic résiduel le plus élevé est proche de C(15) et pourrait correspondre à une deuxième position pour l'un des atomes H(15), H'(15) ou H''(15). Toutefois, les autres pics rencontrés autour de C(15) ne sont pas compatibles entre eux et avec le précédent.

Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et affinée à l'aide d'un programme à matrice complète. Les figures ont été réalisées avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de l'UICr (Référence: PA1090). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.

Bak, B., Hansen-Nygaard, L. & Rastrup-Andersen, J. (1958). *J. Mol. Spectrosc.* **2**, 361–368.
Bondi, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
Bouhayat, S., Piessard, S., Le Baut, G., Sparfel, L., Petit, J.-Y., Piriou, F. & Welin, L. (1985). *J. Med. Chem.* **28**, 555–559.
Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
Robert-Piessard, S., Le Baut, G., Courant, J., Brion, J.-D., Sparfel, L., Bouhayat, L., Petit, J.-Y., Sanchez, R.-Y., Juge, M., Grimaud, N. & Welin, L. (1990). *Eur. J. Med. Chem.* **25**, 9–19.
Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: MacMillan.

Acta Cryst. (1994). **C50**, 1762–1764

3-Méthoxycarbonyl-5-éthoxycarbonyl-1-(2,2,2-trichloro-1-éthoxycarbonylamino-éthyl)pyrazole, C₁₃H₁₆Cl₃N₃O₆

N. RODIER

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

A. BELAISSAOUI, C. MORPAIN ET B. LAUDE

Laboratoire de Chimie organique, Université de Franche-Comté, La Bouloie, 25030 Besançon CEDEX, France

(Reçu le 27 octobre 1993, accepté le 3 février 1994)

Abstract

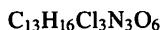
The 3-methoxycarbonyl-5-ethoxycarbonylpyrazole group in the title molecule, 3-methyl 5-ethyl 1-[2,2,2-trichloro-1-(ethoxycarbonylamino)ethyl]pyrazole-3,5-dicarboxylate, is almost planar. The least-squares plane of the pyrazole ring makes an angle of 126.0 (2)° with that of the aminocarboxylate group. Bond lengths and angles are very similar to those published previously for related compounds. The molecules form dimers, related to one another by a twofold axis and linked by two N—H...O hydrogen bonds [3.128 (4) Å, 158 (4)°].

Commentaires

La préparation du composé étudié a été réalisée comme l'indique le schéma ci-dessous. Le 2-diazo-3-éthoxycarbonylamino-4,4,4-trichlorobutyrate

Partie expérimentale

Données cristallines



M_r = 416,65

Monoclinique

C2/c

a = 19,573 (6) Å

b = 7,333 (2) Å

c = 27,310 (6) Å

β = 103,78 (2)°

V = 3807 (3) Å³

Z = 8

D_x = 1,454 Mg m⁻³

Mo Kα radiation

λ = 0,71073 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 8,21–12,12°

μ = 0,513 mm⁻¹

T = 273 K

Tronc de pyramide

0,27 × 0,23 × 0,15 mm

Blanche

Source du cristal: évapora-

tion d'une solution

éthanolique

C(21)	0,3498 (2)	0,5092 (6)	0,5281 (2)	0,057 (1)
O(22)	0,3147 (2)	0,4276 (5)	0,5511 (1)	0,075 (1)
O(23)	0,3301 (2)	0,5450 (5)	0,4793 (1)	0,085 (1)
C(24)	0,2583 (3)	0,4779 (9)	0,4545 (2)	0,136 (3)
C(25)	0,2418 (5)	0,537 (1)	0,4051 (3)	0,265 (3)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

N(1)—N(2)	1,334 (4)	O(10)—C(11)	1,465 (6)
N(1)—C(5)	1,384 (4)	C(11)—C(12)	1,479 (8)
N(1)—C(6)	1,465 (5)	C(13)—Cl(14)	1,758 (4)
N(2)—C(3)	1,335 (5)	C(13)—Cl(15)	1,769 (5)
C(3)—C(4)	1,386 (5)	C(13)—Cl(16)	1,759 (4)
C(3)—C(17)	1,456 (6)	C(17)—O(18)	1,200 (5)
C(4)—C(5)	1,359 (6)	C(17)—O(19)	1,324 (4)
C(5)—C(21)	1,475 (6)	O(19)—C(20)	1,468 (7)
C(6)—N(7)	1,434 (5)	C(21)—O(22)	1,195 (6)
C(6)—C(13)	1,542 (6)	C(21)—O(23)	1,324 (5)
N(7)—C(8)	1,361 (6)	O(23)—C(24)	1,489 (7)
C(8)—O(9)	1,191 (5)	C(24)—C(25)	1,38 (1)
C(8)—O(10)	1,338 (5)		
N(2)—N(1)—C(5)	111,4 (3)	C(8)—O(10)—C(11)	115,1 (3)
N(2)—N(1)—C(6)	119,2 (3)	O(10)—C(11)—C(12)	111,1 (4)
C(5)—N(1)—C(6)	129,2 (3)	C(6)—C(13)—Cl(14)	109,1 (3)
N(1)—N(2)—C(3)	105,4 (3)	C(6)—C(13)—Cl(15)	107,7 (3)
N(2)—C(3)—C(4)	111,2 (4)	C(6)—C(13)—Cl(16)	112,8 (3)
N(2)—C(3)—C(17)	122,4 (3)	Cl(14)—C(13)—Cl(15)	108,7 (2)
C(4)—C(3)—C(17)	126,5 (4)	Cl(14)—C(13)—Cl(16)	110,1 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	106,1 (3)	Cl(15)—C(13)—Cl(16)	108,4 (2)
N(1)—C(5)—C(4)	105,9 (3)	C(3)—C(17)—O(18)	123,6 (3)
N(1)—C(5)—C(21)	122,9 (4)	C(3)—C(17)—O(19)	113,1 (3)
C(4)—C(5)—C(21)	131,1 (3)	O(18)—C(17)—O(19)	123,2 (4)
N(1)—C(6)—N(7)	110,3 (3)	C(17)—O(19)—C(20)	116,4 (3)
N(1)—C(6)—C(13)	110,8 (3)	C(5)—C(21)—O(22)	125,8 (4)
N(7)—C(6)—C(13)	112,1 (3)	C(5)—C(21)—O(23)	110,0 (4)
C(6)—N(7)—C(8)	119,5 (3)	O(22)—C(21)—O(23)	124,2 (4)
N(7)—C(8)—O(9)	125,2 (4)	C(21)—O(23)—C(24)	114,1 (4)
N(7)—C(8)—O(10)	109,3 (3)	O(23)—C(24)—C(25)	108,5 (6)
O(9)—C(8)—O(10)	125,5 (4)		

La structure a été résolue avec le programme *MULTAN*11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et affinée avec un programme à matrice complète. En raison de la forte agitation thermique de C(25), les coordonnées des atomes d'hydrogène qui lui sont liés n'ont pas été affinées. Les figures ont été réalisées avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). 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 coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de l'UICr (Référence: PA1092). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- Rodier, N., Belaisaoui, A., Morpain, C. & Laude, B. (1994). *Acta Cryst. C50*, 1171–1173.

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

$$U_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	U _{eq}
N(1)	0,4546 (2)	0,5688 (5)	0,5997 (1)	0,042 (1)
N(2)	0,5158 (2)	0,6578 (5)	0,6101 (1)	0,043 (1)
C(3)	0,5209 (2)	0,7328 (6)	0,5665 (1)	0,042 (1)
C(4)	0,4626 (2)	0,6915 (6)	0,5282 (1)	0,049 (1)
C(5)	0,4201 (2)	0,5870 (6)	0,5495 (1)	0,042 (1)
C(6)	0,4354 (2)	0,4586 (6)	0,6391 (1)	0,049 (1)
N(7)	0,4463 (2)	0,5604 (5)	0,6852 (1)	0,050 (1)
C(8)	0,3906 (2)	0,5975 (7)	0,7053 (2)	0,056 (1)
O(9)	0,3322 (2)	0,5432 (6)	0,6893 (1)	0,087 (1)
O(10)	0,4120 (1)	0,7014 (4)	0,7464 (1)	0,0692 (9)
C(11)	0,3576 (2)	0,7451 (9)	0,7732 (2)	0,080 (1)
C(12)	0,3139 (3)	0,9004 (8)	0,7493 (2)	0,104 (3)
C(13)	0,4761 (2)	0,2766 (7)	0,6462 (2)	0,057 (1)
Cl(14)	0,46436 (7)	0,1677 (2)	0,58746 (4)	0,0754 (4)
Cl(15)	0,43938 (8)	0,1377 (2)	0,68636 (5)	0,0906 (5)
Cl(16)	0,56625 (7)	0,3047 (2)	0,67379 (5)	0,0790 (5)
C(17)	0,5801 (2)	0,8470 (6)	0,5624 (1)	0,051 (1)
O(18)	0,5878 (2)	0,9077 (5)	0,5232 (1)	0,078 (1)
O(19)	0,6237 (2)	0,8818 (5)	0,6065 (1)	0,073 (1)
C(20)	0,6802 (3)	1,013 (1)	0,6062 (2)	0,104 (3)