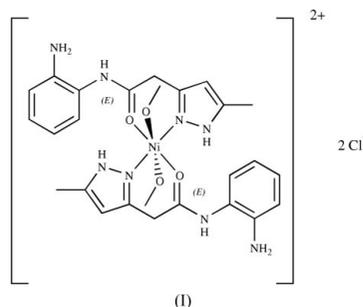


(*N*-2-Aminophényl-5-méthylpyrazolyl-acétamide)nickel(II) diméthanole dichlorure**F. Sbai,^a R. Rezagui,^a E. Essassi,^a
A. Kenz^b et M. Pierrot^{b*}**^aLaboratoire de Chimie Organique, Faculté des Sciences, Université Mohamed V, Rabat, Maroc, and ^bLBS-UMR 6517, Centre Scientifique Saint-Jérôme, 13397 Marseille Cedex 20, FranceCorrespondence e-mail:
marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr**Key indicators**Single-crystal X-ray study
T = 293 K
Mean $\sigma(C-O)$ = 0.005 Å
R factor = 0.046
wR factor = 0.124
Data-to-parameter ratio = 14.0For details of how these key indicators were automatically derived from the article, see <http://journals.iucr.org/e>.

The title compound, (*N*-2-aminophényl-5-méthylpyrazolyl-acétamide)diméthoxynickel(II) dichlorure, $[\text{Ni}(\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O})_2(\text{CH}_3\text{O})_2]\text{Cl}_2$, crystallizes in the triclinic space group $P\bar{1}$. The metal atom, located on a center of symmetry, is linked to two organic molecules and has an octahedral coordination, with two *N*-pyrazole and two *O*-carbonyl groups equatorial and two methoxy O atoms as axial ligands.

Reçu le 18 novembre 2003
Accepté le 2 décembre 2003
Internet 7 février 2004**Commentaire**

Les noyaux pyrazoliques présents dans des molécules organiques peuvent facilement donner des complexes stables par chélation avec les cations métalliques (Ramdani & Tarrago, 1981; Tarrago *et al.*, 1988). Cependant, l'intérêt qui se porte sur ce type de composés provient aussi de leurs remarquables propriétés comme catalyseurs (Mizutami, 1995), leur activité biologique (Rodriguezarguelle *et al.*, 1995) ou leur action antitumorale (Chen *et al.*, 1993). Au laboratoire après avoir étudié, dans un travail antérieur, la réaction de complexation du ligand *N*-2-aminophényl-5-méthylpyrazolylacétamide (Essassi *et al.*, 1987) avec le perchlorate du zinc (Chkirate *et al.*, 2001), nous avons cherché à étendre cette réaction à d'autres métaux tels que le cuivre et le nickel.



Dans cet article nous présentons les résultats relatifs à l'étude de la réaction du ligand *N*-2-aminophényl-5-méthylpyrazolylacétamide avec le chlorure de nickel. L'étude cristallographique montre qu'un complexe de type $[ML_2(\text{OMe})_2]^{2+} \cdot 2\text{Cl}^-$ est formé, dans lequel la cation M^{2+} se trouve dans un environnement octaédrique, Fig. 1. L'atome métallique, situé sur un centre de symétrie, est lié à 2 ligands organiques et à 2 groupements de méthoxy, suivant une coordination octaédrique plan carré, Table 1. Le métal central est coordonné à 2 atomes d'azote pyrazolique [Ni–N = 2,005 (3) Å] et à 2 atomes d'oxygène carbonyle [Ni–O = 2,007 (2) Å], les positions axiales de l'octaèdre étant occupées par le groupement OCH_3 [distance Ni–O = 2,143 (3) Å]. Le plan pyrazole N1, N2, C3–C5 est légèrement

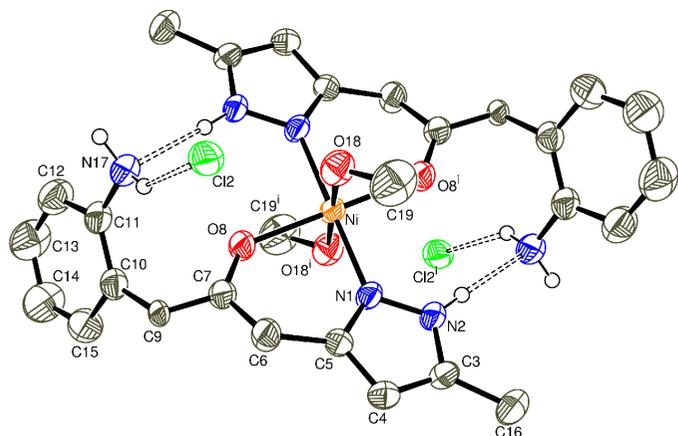


Figure 1
Dessin ORTEPIII (Burnett & Johnson, 1996) de la molécule montrant les interactions hydrogènes N—H...N et N—H...Cl. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

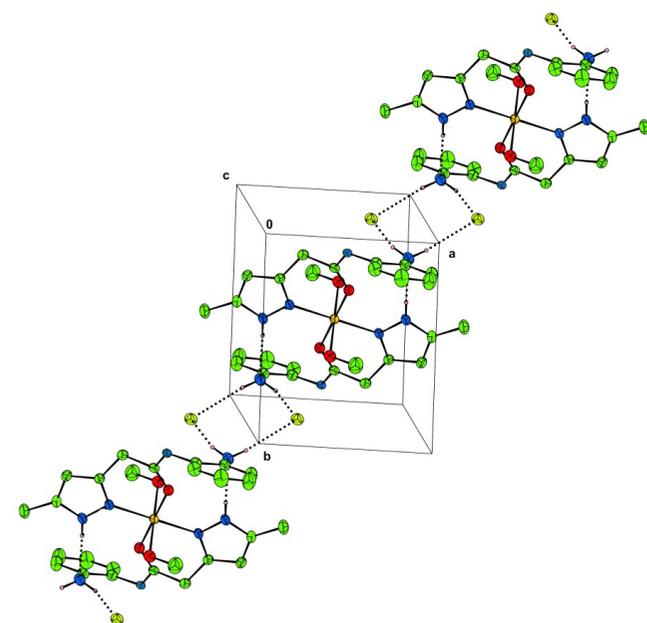


Figure 2
Vue CAMERON (Watkin *et al.*, 1993) montrant les interactions N—H...Cl conduisant à la formation d'une chaîne monodimensionnelle.

oblique par rapport au plan carré de coordination du métal [16,2 (3)°], et fait, avec le cycle benzène C10—C15, un angle de 127,0 (3)°. Dans le cristal, les molécules s'empilent suivant des couches parallèles au plan (010) de telle sorte que les cycles benzènes restent parallèles entre eux et parallèles à (010). Les atomes de chlore se situent entre ces couches et établissent des interactions hydrogènes avec les groupements NH₂ conduisant à la formation de chaîne infinie.

Les cristaux obtenus avec le chlorure de cuivre (travaux non publiés) sont isomorphes des cristaux du composé titre [maille triclinique $P\bar{1}$ avec: $a = 8,1708$ (3) Å; $b = 9,7717$ (4) Å; $c = 10,8859$ (5) Å; $\alpha = 77,446$ (3)°; $\beta = 70,314$ (3)°; $\gamma = 78,287$ (4)°] et la conformation du complexe de cuivre est identique à celle du complexe de nickel.

Partie expérimentale

A une solution de $2,5 \times 10^{-4}$ mol (53 mg) du *N*-2-aminophényl-5-méthylpyrazolylacétamide, solubilisé dans 10 ml de méthanol, on ajoute $2,5 \times 10^{-4}$ mol (58 mg) de chlorure de nickel dissout dans 10 ml de méthanol. Le mélange est agité puis laissé reposer à température ambiante. Après 72 h, des monocristaux de couleur bleu clair apparaissent dans la solution.

Données cristallines

$[\text{Ni}(\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O})_2(\text{CH}_3\text{O})_2]\text{Cl}_2$	$Z = 1$
$M_r = 650,22$	$D_x = 1,356 \text{ Mg m}^{-3}$
Triclinique, $P\bar{1}$	Mo $K\alpha$ radiation
$a = 8,2631$ (7) Å	Paramètres de la maille à l'aide
$b = 9,710$ (1) Å	de 5545 réflexions
$c = 10,957$ (1) Å	$\theta = 2-25,7^\circ$
$\alpha = 75,810$ (5)°	$\mu = 0,82 \text{ mm}^{-1}$
$\beta = 69,703$ (7)°	$T = 293$ (2) K
$\gamma = 77,549$ (7)°	Boîte, bleu
$V = 791,09$ (14) Å ³	$0,15 \times 0,10 \times 0,10 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractomètre Nonius KappaCCD	$R_{\text{int}} = 0,029$
Balayage φ	$\theta_{\text{max}} = 25,7^\circ$
Pas de correction d'absorption	$h = -3 \rightarrow 9$
5545 réflexions mesurées	$k = -11 \rightarrow 11$
2840 réflexions indépendantes	$l = -12 \rightarrow 12$
2530 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$	

Affinement

Affinement à partir des F^2	Affinement des atomes
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,046$	d'hydrogène: combinaisons de
$wR(F^2) = 0,124$	cycles avec ou sans contraintes
$S = 1,15$	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0477P)^2 +$
2723 réflexions	$0,7809P]$ where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
195 paramètres	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,004$
	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,51 \text{ e \AA}^{-3}$
	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,37 \text{ e \AA}^{-3}$

Tableau 1

Hydrogen-bonding geometry (Å, °).

$D-H \cdots A$	$D-H$	$H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
$\text{N2}-\text{H2} \cdots \text{N17}^{\text{i}}$	0,86	2,12	2,979 (4)	177
$\text{N17}-\text{H17B} \cdots \text{Cl2}$	0,888 (19)	2,57 (3)	3,351 (3)	147 (3)
$\text{N17}-\text{H17A} \cdots \text{Cl2}^{\text{ii}}$	0,860 (19)	2,56 (2)	3,406 (3)	169 (3)

Codes de symétrie: (i) $1-x, 1-y, 1-z$; (ii) $-x, 2-y, 1-z$.

Les atomes d'hydrogène attachés aux atomes de carbone ainsi que l'atome d'hydrogène attaché à l'atome d'azote N2 ont été introduits en position calculée ($C-H = 0,93$ ou $0,97$ Å et $N-H = 0,86$ Å). Les coordonnées des atomes d'hydrogènes du groupe NH₂ ont été affinées en introduisant des restrictions sur les distances N—H [0,87 (2) Å]. Les facteurs de température des atomes d'hydrogène ont été fixés à un certain pourcentage (1,20 ou 1,50) du facteur de température équivalent de l'atome auquel ils sont liés.

Collection des données: *KappaCCD Server Software* (Nonius, 1998); affinement des paramètres de la maille: *DENZO* (Otwinowski & Minor, 1997); réduction des données: *DENZO* et *SCALEPACK* (Otwinowski & Minor, 1997); programme(s) pour la solution de la structure: *SHELXS97* (Sheldrick, 1997); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); graphisme moléculaire: *ORTEPIII* (Burnett & Johnson, 1996) et *CAMERON* (Watkin *et al.*, 1993); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL97*.

Références

- Burnett, M. N. & Johnson, C. K. (1996). *ORTEPIII*. Report ORNL-6895. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Chen, C. H., Wu, Z. S. & Yen, Z. H. (1993). *Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem.* **23**, 1725–1733.
- Chkirate, K., Regragui, R., Essassi, E. L. & Pierrot, M. (2001). *Z. Kristallogr. New Cryst. Struct.* **216**, 635–636.
- Essassi, E. M., El Abbassi, M. & Fifani, J. (1987). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **96**, 225–228.
- Mizutami, T. (1995). *Chem. Lett.* **10**, 941–942.
- Nonius (1998). *KappaCCD Reference Manual*. Nonius BV, Delft, Pays-Bas.
- Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods in Enzymology*, Vol. 276, *Macromolecular Crystallography*, Part A, edited by C. W. Carter Jr and R. M. Sweet, pp. 307–326. New York: Academic Press.
- Ramdani, A. & Tarrago, G. (1981). *Tetrahedron*, **37**, 991–1000.
- Rodriguezarguelle, M. C., Ferrari, N. M., Fava, G. G. & Pelizzi, C. (1995). *J. Inorg. Biochem.* **58**, 157–175.
- Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXS97* et *SHELXL97*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Tarrago, G., Zidane, I., Martin, C. & Tep, A. (1988). *Tetrahedron*, **44**, 91–100.
- Watkin, D. M., Pearce, L. & Prout, C. K. (1993). *CAMERON*. Chemical Crystallography Laboratory, Université d'Oxford, Angleterre.