

## Die Molekül- und Kristallstruktur von 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazolin-*N*-(tetracarbonylisen)

Carl Krüger

Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, D-4330 Mülheim/Ruhr, Lembkestr. 5

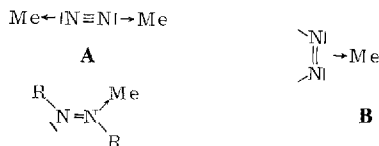
Eingegangen am 29. Juni 1973

Die Röntgenstrukturanalyse der Titelverbindung (Zelldaten:  $a = 10.113$  (2),  $b = 27.548$  (7),  $c = 6.938$  (2) Å,  $\beta = 99.53$  (2)°,  $P2_1/c$ ,  $Z = 4$ ) beweist die  $\sigma$ -Komplexbildung zwischen einem 1-Pyrazolin-Derivat und einem Übergangsmetall. Der Ligand ist überraschenderweise in apikaler Position an einen trigonal-bipyramidalen  $\text{Fe}(\text{CO})_4$ -Rest gebunden. Die Geometrie des Liganden ändert sich durch die Komplexbildung nicht wesentlich.

### The Molecular and Crystal Structure of 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazoline-*N*-(tetracarbonyliron)

The single crystal x-ray analysis of the title compound (cell data:  $a = 10.113$  (2),  $b = 27.548$  (7),  $c = 6.938$  (2) Å,  $\beta = 99.53$  (2)°,  $P2_1/c$ ,  $Z = 4$ ) shows the 1-pyrazoline derivative to be linked through a  $\sigma$ -bond to the apical position of a  $\text{Fe}(\text{CO})_4$  residue. The geometry of the ligand is not altered upon complexation.

Die genaue Struktur von Übergangsmetallkomplexen mit Azoverbindungen als Liganden ist im Rahmen der Problematik der biologischen Fixierung molekularen Stickstoffs von Interesse. Während in ein- und zweikernigen Komplexen des molekularen Stickstoffs der Ligand bisher nur in einer über das freie Elektronenpaar gebundenen Form (**A**) nachgewiesen werden konnte, werden  $\pi$ -Komplexe der Azo-Gruppierung auch unter Benutzung des  $\pi$ -Elektronenpaares (**B**) ausgebildet<sup>1-3</sup>).



Strukturen des Typs **A** von Verbindungen mit Azo-Gruppierung als Liganden wurden mehrfach postuliert, jedoch bisher nur durch Röntgenstrukturanalysen von Verbindungen des Rhodiums<sup>4a)</sup> und Nickels<sup>4b)</sup> bewiesen. Im Addukt von *trans*-Azomethan an Kupfer(I)-chlorid,  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2 \cdot \text{C}_2\text{H}_6\text{N}_2$ , konnte eine derartige Bindungsform erstmals exakt nachgewiesen werden<sup>4c)</sup>.

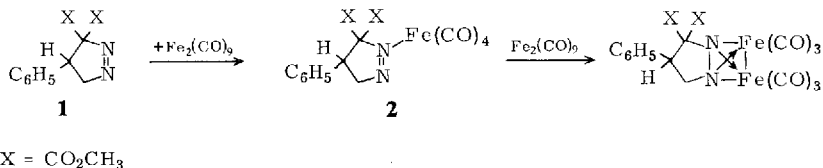
<sup>1)</sup> R. Murray, Inorg. Nucl. Chem. Lett. **5**, 811 (1969).

<sup>2)</sup> M. Herberhold und W. Golla, J. Organomet. Chem. **26**, C27 (1971); R. P. Bennet, Inorg. Chem. **9**, 2185 (1970).

<sup>3)</sup> A. J. Carty, Organomet. Chem. Rev. A **7**, 191 (1972).

<sup>4)</sup> <sup>4a)</sup> A. R. M. Craik, G. R. Knox, P. L. Pauson, R. J. Hoare und O. S. Mills, Chem. Commun. **1971**, 168. — <sup>4b)</sup> V. A. Semion, I. V. Barinov, Yu. A. Ustynynk und Yu. T. Struchkov, J. Struct. Chem. **13**, 512 (1972). — <sup>4c)</sup> I. D. Brown und J. D. Dunitz, Acta Crystallogr. **13**, 28 (1960); O. Diels und W. Koll, Liebigs Ann. Chem. **443**, 262 (1925).

Die spektroskopischen Eigenschaften eines relativ instabilen 1-Pyrazolin-eisentetracarbonyl-Komplexes, der als Zwischenprodukt (**2**) der photochemischen Reaktion des 1-Pyrazolins **1** mit  $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$  abgefangen werden konnte<sup>5)</sup>, ließen die Formulierung als  $\sigma$ -Komplex unter Beteiligung eines freien Elektronenpaares am Azo-Stickstoff des 1-Pyrazolins gerechtfertigt erscheinen. Während das  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **2** identisch mit dem des freien Liganden ist, zeigt das UV-Spektrum eine Absorption bei  $20800\text{ cm}^{-1}$ . Die Röntgenstrukturanalyse von **2** konnte die angenommene Formulierung bestätigen.



## Experimentelles

Für alle nachfolgend beschriebenen Untersuchungen wurde ein Kristall unter Argon in einer Glaskapillare verwendet. Einleitende Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen lieferten die Raumgruppe und ungefähre Abmessungen der Elementarzelle. Genaue Zelldaten ergaben sich durch eine Rechnung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate aus 48  $\Theta$ -Werten (s. Tab. 1), die auf einem automatisierten Einkristall-Diffraktometer (Siemens + PDP-8s-Rechner) unter Benutzung einer Zähler-Schlitzblende gemessen wurden. Die Messung der integrierten Intensitäten von 3342 Reflexen ( $\Theta_{\text{max}} = 50^\circ$ ) erfolgte in der Raumgruppe  $B2_1/c$ ; die Datenreduktion nach den in unserem Laboratorium üblichen Verfahren<sup>6)</sup> ergab nach Umindizierung in die Raumgruppe  $P2_1/c$  2560 Reflexe mit Intensitäten  $I > 2\sigma I$ . 782 Reflexe wurden nach diesem Kriterium als unbeobachtet klassifiziert. Aufgrund des niedrigen Absorptionskoeffizienten ( $\mu = 8.62\text{ cm}^{-1}$ ) unterblieb eine numerische Absorptionskorrektur der Meßdaten.

Tab. 1. Kristallographische Daten des 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazolin-*N*-(tetracarbonyleisens)  $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Fe}$ , Mol.-Masse = 430.12.

Rote Kristalle aus Äther/Petroläther (1:1), Schmp.  $77-79^\circ\text{C}$

$a = 10.113 (2)\text{ \AA}$	$\beta = 99.53 (2)^\circ$	$V = 1906.3\text{ \AA}^3$
$b = 27.548 (7)\text{ \AA}$	$\lambda = 0.71069 (\text{MoK}\alpha)$	$d = 1.498\text{ gcm}^{-3}$
$c = 6.938 (2)\text{ \AA}$	$P2_1/c$ (No. 14)	$Z = 4$

## Strukturanalyse

Die Lösung des Phasenproblems erfolgte nach der Schweratommethode. Eine Patterson-Synthese ergab die Position des Eisens; einer folgenden Fourier-Synthese wurden die Positionen von drei Carbonylgruppen entnommen. Der Rest des Moleküls zeigte sich klar in einer weiteren Fourier-Synthese. Die Kleinste-Fehlerquadrate-Verfeinerung aller Lageparameter und der zugehörigen isotropen thermischen Schwin-

<sup>5)</sup> H. Kisch, J. Organomet. Chem. **38**, C19 (1972); Herrn Dr. H. Kisch, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Abteilung Strahlenchemie, sei an dieser Stelle herzlichst für die Überlassung der untersuchten Kristalle gedankt.

<sup>6)</sup> C. Krüger, J. Organomet. Chem. **22**, 697 (1970).

gungsparameter resultierte nach vier Zyklen in einem  $R$ -Wert von 0.105 ( $Rw = 0.093$ ), wobei  $[\sum \omega(|F_o| - |F_c|)^2]$  minimisiert wurde. Die anisotrope Verfeinerung (Block-Diagonale Approximation) ergab in sieben weiteren Zyklen  $R$ -Werte von

Tab. 2. Atomkoordinaten mit Standardabweichungen ( $\times 10000$ )

Atom	$x$	$\sigma x$	$y$	$\sigma y$	$z$	$\sigma z$
Fe	3442.	0.	1736.	0.	767.	1.
C1	2436.	3.	1649.	1.	-1605.	5.
C2	3432.	3.	1268.	1.	2577.	5.
C3	2058.	4.	2023.	1.	1561.	6.
C4	4384.	3.	2296.	1.	1314.	5.
C5	4852.	3.	952.	1.	-1191.	5.
C6	7022.	3.	1281.	1.	-983.	4.
C7	6270.	3.	789.	1.	-1263.	4.
C8	7098.	3.	1524.	1.	-2978.	5.
C9	7898.	4.	2212.	1.	-4465.	6.
C10	8425.	3.	1231.	1.	153.	5.
C11	9610.	4.	1140.	2.	3392.	6.
C12	6825.	3.	408.	1.	251.	5.
C13	7760.	4.	78.	1.	-180.	5.
C14	8339.	4.	-254.	1.	1195.	6.
C15	7978.	4.	-259.	1.	3027.	6.
C16	7049.	4.	62.	1.	3445.	5.
C17	6477.	4.	395.	1.	2091.	5.
N1	6144.	2.	1605.	1.	4.	3.
N2	4999.	2.	1430.	1.	-141.	3.
O1	1767.	3.	1605.	1.	-3087.	4.
O2	3376.	3.	978.	1.	3729.	4.
O3	1150.	3.	2205.	1.	2063.	5.
O4	4889.	3.	2662.	1.	1629.	4.
O5	7775.	2.	1936.	1.	-2691.	3.
O6	6619.	3.	1354.	1.	-4500.	3.
O7 <sup>f</sup>	9366.	2.	1113.	1.	-544.	4.
O8	8420.	2.	1298.	1.	2097.	3.
H10	8004.	28.	93.	10.	-1492.	38.
H11	8911.	31.	-459.	11.	704.	45.
H12	8386.	31.	-479.	11.	4022.	43.
H13	6904.	33.	83.	12.	4743.	46.
H14	5783.	28.	639.	11.	2288.	39.
H1	4245.	29.	751.	11.	-679.	41.
H2	4358.	27.	1027.	10.	-2493.	40.
H3	6358.	23.	668.	9.	-2534.	33.
H4	8654.	33.	2172.	12.	-4749.	48.
H5	7579.	36.	2451.	13.	-4495.	52.
H6	8513.	33.	2501.	13.	-3976.	47.
H7	9372.	50.	1033.	18.	4632.	71.
H8	10254.	39.	1273.	16.	3647.	58.
H9	10030.	44.	841.	15.	2985.	62.

0.0676 bzw. *R<sub>w</sub>* 0.063. In diesem Stadium der Analyse wurden einer Differenz-Fouriersynthese die Positionen sämtlicher Wasserstoffatome entnommen. Sie gingen in weitere fünf Verfeinerungszyklen mit isotropen Temperaturfaktoren ein. Es resul-

Tab. 3. Thermische Parameter ( $\times 1000$ )

Atom	<i>U</i> 1,1	<i>U</i> 2,2	<i>U</i> 3,3	<i>U</i> 1,2	<i>U</i> 1,3	<i>U</i> 2,3
Fe	36.	42.	45.	2.	8.	0.
C1	48.	57.	73.	5.	1.	-2.
C2	61.	72.	54.	12.	21.	9.
C3	49.	55.	95.	-6.	15.	3.
C4	38.	71.	52.	5.	10.	-16.
C5	45.	38.	51.	-3.	1.	-7.
C6	39.	39.	41.	-0.	11.	-1.
C7	47.	36.	40.	0.	6.	-6.
C8	53.	49.	52.	9.	17.	-2.
C9	99.	69.	87.	12.	51.	38.
C10	42.	33.	66.	2.	9.	5.
C11	52.	114.	84.	14.	-30.	7.
C12	44.	30.	49.	1.	6.	-7.
C13	55.	40.	77.	6.	15.	2.
C14	55.	45.	117.	11.	12.	3.
C15	81.	47.	87.	2.	-9.	15.
C16	106.	54.	55.	1.	5.	5.
C17	73.	39.	55.	8.	9.	1.
N1	35.	38.	35.	1.	8.	2.
N2	37.	37.	34.	3.	4.	2.
O1	84.	106.	79.	9.	-32.	-15.
O2	117.	99.	83.	19.	43.	45.
O3	72.	82.	167.	18.	56.	-10.
O4	81.	71.	105.	-27.	29.	-39.
O5	68.	46.	59.	-5.	14.	8.
O6	134.	79.	41.	-29.	22.	-6.
O7	45.	73.	97.	17.	30.	8.
O8	52.	67.	59.	5.	-2.	-11.
H10	51.	0.	0.	0.	0.	0.
H11	69.	0.	0.	0.	0.	0.
H12	68.	0.	0.	0.	0.	0.
H13	89.	0.	0.	0.	0.	0.
H14	56.	0.	0.	0.	0.	0.
H1	59.	0.	0.	0.	0.	0.
H2	58.	0.	0.	0.	0.	0.
H3	26.	0.	0.	0.	0.	0.
H4	87.	0.	0.	0.	0.	0.
H5	87.	0.	0.	0.	0.	0.
H6	81.	0.	0.	0.	0.	0.
H7	162.	0.	0.	0.	0.	0.
H8	132.	0.	0.	0.	0.	0.
H9	147.	0.	0.	0.	0.	0.

tierten als endgültige  $R$ -Werte  $R = 0.0462$ ,  $R_w = 0.0352$ , wobei in der Verfeinerung der Realbeitrag der anomalen Dispersion für Eisen berücksichtigt wurde. An Streufaktoren verwendeten wir für die schweren Atome die von *Cromer* und *Waber*<sup>7)</sup> berechneten, für Wasserstoffatome kamen die Werte von *Stewart et al.*<sup>8)</sup> zur Anwendung. Die gefundenen Atomparameter mit ihren Standardabweichungen sind in Tab. 2, die zugehörigen thermischen Parameter in Tab. 3 wiedergegeben\*).

## Diskussion

Die gefundene molekulare Konfiguration des 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazolin-Komplexes mit dem angewandten Numerierungsschema ist aus Abb. 1 ersichtlich; Abb. 2 ist eine stereoskopische Wiedergabe der thermischen Schwingungsparameter des Moleküls im Gitter. Wesentliche Bindungsabstände und Winkel mit ihren Standardabweichungen sind in Tab. 4 zusammengefaßt.

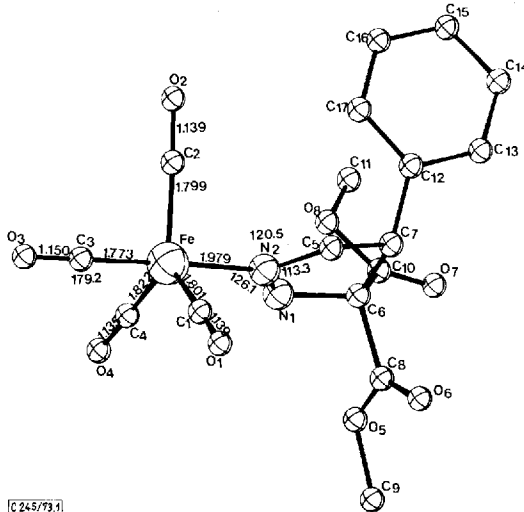


Abb. 1. Molekulare Konfiguration des Komplexes 2

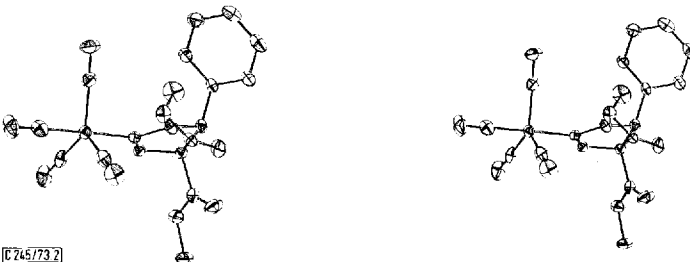


Abb. 2. Stereoskopische Darstellung der thermischen Schwingungsellipsoide (50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit)

\*) Eine Liste der gemessenen und berechneten Strukturamplituden ist auf Wunsch vom Autor erhältlich.

<sup>7)</sup> D. T. Cromer und J. T. Waber, *Acta Crystallogr.* **18**, 104 (1965).

<sup>8)</sup> R. F. Stewart, E. R. Davidson und W. T. Simpson, *J. Chem. Phys.* **42**, 3175 (1965).

Der Ligand ist, wie aus Abb. 1 ersichtlich, überraschenderweise über das freie Elektronenpaar des Azo-Stickstoffs N2 in apikaler Position am trigonal bipyramidal koordinierten Eisen(0) fixiert, wobei die Ebene des Pyrazolin-Ringes etwa gleichsinnig mit der Carbonylgruppe C4O4 liegt. Normalerweise erfolgt Koordination an Fe(CO)<sub>4</sub>-Gruppen durch Eintritt des Liganden, etwa  $\pi$ -gebundene Olefine, in die trigonale Ebene des Systems<sup>6)</sup>.

Da die Möglichkeit einer Rückbindung vom Eisen zum n-Donator Pyrazolin entfällt, erklärt sich so eine deutliche Verstärkung (0,03 Å) der Fe—C-Bindung zur apikalen Carbonylgruppe C3O3 in *trans*-Stellung zum Stickstoff-Liganden, die mit

Tab. 4. Bindungsabstände und Winkel in 2. Standardabweichungen in Klammern

Fe-C1	1.801(4)	C1-Fe-C2	118.3(2)
Fe-C2	1.799(4)	C2-Fe-C3	90.4(2)
Fe-C3	1.773(4)	C3-Fe-C4	88.3(2)
Fe-C4	1.822(4)	C1-Fe-C4	120.0(2)
C1-O1	1.139(5)	C1-Fe-C3	89.2(2)
C2-O2	1.139(5)	C2-Fe-C4	121.6(2)
C3-O3	1.150(5)	Fe-C1-O1	177.6(3)
C4-O4	1.135(5)	Fe-C2-O2	177.3(3)
		Fe-C3-O3	179.2(3)
		Fe-C4-O4	175.3(3)
		C1-Fe-N2	90.7(1)
		C2-Fe-N2	90.8(1)
		C3-Fe-N2	178.7(1)
		C4-Fe-N2	90.6(1)
Fe-N2	1.979(2)	Fe-N2-C5	120.5(2)
N2-N1	1.242(3)	Fe-N2-N1	126.1(2)
N2-C5	1.500(4)	N1-N2-C5	113.3(2)
N1-C6	1.500(4)	N2-N1-C6	110.3(2)
C6-C7	1.553(4)	N2-C5-C7	105.0(2)
C5-C7	1.511(5)	N1-C6-C7	105.1(2)
		C5-C7-C6	100.6(2)
		C5-C7-C12	115.2(3)
		C6-C7-C12	113.5(2)
C6-C8	1.550(5)	C7-C6-C10	112.5(3)
C8-O6	1.183(4)	C7-C6-C8	111.2(2)

Tab. 4 (Fortsetzung)

C8-O5	1.323(4)	N1-C6-C8	105.7(2)
O5-O9	1.470(5)	O8-C6-C10	108.9(3)
O6-C10	1.510(4)	O6-O8-O5	109.7(3)
O10-O8	1.361(4)	O6-O8-O6	123.5(3)
O10-O7	1.183(4)	O5-O8-O6	126.8(3)
O8-C11	1.445(5)	O8-O5-O9	115.6(3)
		O6-C10-O7	124.3(3)
		O6-C10-O8	110.3(3)
		O10-O8-C11	115.8(3)
		O7-C10-O8	125.2(3)
O7-O12	1.525(4)	O13-C12-O7	119.5(3)
		O17-C12-O7	122.2(3)
O12-C13	1.380(5)	O12-C13-C14	121.0(3)
O13-C14	1.378(5)	O13-C14-C15	119.8(4)
O14-C15	1.378(6)	O14-C15-C16	119.3(4)
O15-C16	1.356(6)	O15-C16-C17	121.3(4)
O16-C17	1.370(5)	O16-C17-C12	120.5(3)
O17-C12	1.379(5)	O17-C12-C13	118.2(3)
O5-H1	0.94(3)	O9-H6	1.03(4)
O5-H2	0.98(3)	O11-H7	0.98(5)
O7-H3	0.96(2)	O11-H8	0.74(4)
O9-H4	0.83(3)	O11-H9	0.99(4)
O9-H5	0.73(4)	O13-H10	0.98(3)
O14-H11	0.92(3)	O16-H13	0.94(3)
O15-H12	0.96(3)	O17-H14	1.00(3)

einer Verlängerung des C—O-Abstandes (+0.01 Å) parallel geht. Während alle C—O-Abstände der Carbonylgruppen in der trigonalen Ebene identisch sind, fällt eine Verlängerung der Fe—C-Bindung benachbart zur Azo-Gruppierung auf (Fe—C4: 1.822 Å). Eine Beeinflussung durch die innerhalb der van der Waals-Abstände liegende Azogruppe (C4···N2: 2.704 (4) Å, C4···N1: 2.857 (4) Å) ist hierbei nicht auszuschließen. Im Gegensatz zu den restlichen, weitgehend linearen Carbonylgruppen ist die hierbei beteiligte Carbonylgruppe C4O4 leicht in Richtung auf die Azogruppierung abgewinkelt ( $\sphericalangle$  Fe—C4—O4: 175.3 (3)°). Sämtliche Koordinationswinkel am Eisen sind normal (90°) (s. Tab. 4).

Die Geometrie des 1-Pyrazolin-Systems (Abb. 3) ändert sich durch die Komplexbildung über ein Azo-Stickstoffatom, wie ein Vergleich mit der Struktur des *trans*-3-(Methoxycarbonyl)-4-(*p*-methoxyphenyl)-3-phenyl-1-pyrazolins<sup>9)</sup> zeigt, nur geringfügig. In Tab. 5 sind Abstände und Winkel des komplexierten und des freien 1-Pyrazolin-Systems verglichen.

Bemerkenswert erscheint, daß sich der charakteristische Abstand  $-N=N-$  (1.24–1.25) der nicht konjugierten Azo-Gruppe<sup>9,10)</sup> durch Komplexbildung nicht verändert; lediglich eine geringe Aufweitung des Winkels  $N1-N2-C5$  ( $2^\circ$ ) ist zu beobachten. Ein Einfluß des Zentralatoms als Elektronenakzeptor ist auch in der Verlängerung der Bindung  $N2-C5$  erkennbar. Analog läßt sich die Ungleichheit der Bindungen  $C5-C7$  und  $C6-C7$  durch die Gegenwart zweier elektronen-akzeptierender Methoxycarbonylgruppen am  $C6$  erklären. Während im unkomplexierten System der Diederwinkel zwischen den Ebenen  $C5-C6-C7$  und  $C5-N2-N1-C6$   $29.6^\circ$  beträgt, verringert er sich im Komplex auf  $23^\circ$ .  $C7$  steht  $0.384$  (3) Å über der durch  $C5N2-N1C6$  gelegten Ebene (s. Tab. 6); die beste Ebene durch den Phenylsubstituenten ( $\pm 0.003$  Å) stellt sich nahezu rechtwinklig ( $93.5^\circ$ ) dazu ein. Die Ebenen durch beide Methoxycarbonylgruppen bilden untereinander einen Winkel von  $104^\circ$ ; sie stehen, wie auch aus Abb. 1 ersichtlich,  $109$  bzw.  $120^\circ$  zum Pyrazolin-Ring.

Tab. 5. Abstände und Winkel des komplexierten und des freien 1-Pyrazolin-Systems

	Fe-Komplex	1-Pyrazolin (9)
N1-N2	1.242(3) Å	1.240(3) Å
N1-C6	1.500(4)	1.510(2)
N2-C5	1.500(4)	1.482(3)
C5-C7	1.511(5)	1.515(3)
C6-C7	1.553(4)	1.548(3)
N1-N2-C5	113.3(2) °	111.28(18) °
N2-N1-C6	110.3(2)	111.50(16)
N2-C5-C7	105.0(2)	105.62(18)
C5-C7-C6	100.6(2)	99.14(16)
C7-C6-N1	105.1(2)	103.03(14)
Dieder-Winkel		
zwischen		
C6-N1-N2-C5	23.0 °	29.6 °
und C5-C6-C7		

<sup>9)</sup> M.-P. Rousseaux, J. Meunier-Piret, J.-P. Putzeys, G. Germain und M. van Meerssche, Acta Crystallogr. B28, 1720 (1972).

<sup>10)</sup> D. S. Malament und J. M. McBride, J. Amer. Chem. Soc. 92, 4586 (1970); C. H. Chang, R. F. Porter und S. H. Bauer, Acta Crystallogr. A25, S 152 (1969).



Wesentliche intermolekulare Packungs-Kontakte sind in Tab. 7 zusammengefaßt. Sie erfolgen über die Methoxycarbonylgruppen bzw. Methoxycarbonyl- und Fe-Carbonyl-Gruppen. Abb. 4 ist die stereoskopische Wiedergabe des Inhaltes einer Einheitszelle.

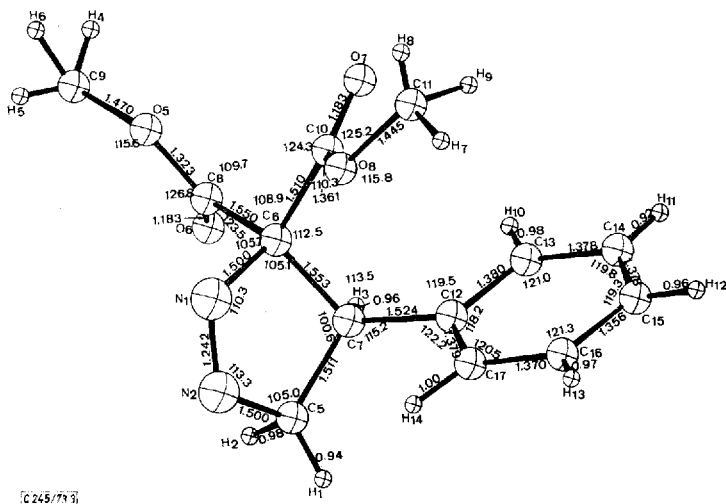


Abb. 3. Struktur des Liganden 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazolin

Tab. 6. Gleichungen der besten Ebenen

$N_1N_2C_5C_6$	$+1.41951x - 13.33575y + 5.74833z + 1.271488 = 0$
$C_5C_6C_7$	$-0.085195x - 3.728075y + 6.78877z + 1.20459 = 0$
Phenyl	$-6.93640x - 17.942395y - 1.43253z + 5.49953 = 0$
$C_{10}O_7O_8$	$+2.64198x + 26.47977y - 0.90485z - 5.471821 = 0$
$C_8C_5O_6$	$+8.787021x - 13.599822y - 1.24307z - 4.533673 = 0$

Tab. 7. Wesentliche intermolekulare Packungs-Kontakte

	O1-C11	3.255 Å	
A	C8-O4	3.143 Å	Carbonyl - Carboxymethyl
	C9-O4	3.274 Å	
<hr/>			
B	C9-O5	3.229 Å	Carboxy - Carboxy
<hr/>			
C	C5-C15	3.501 Å	Pyrazolin - Phenyl
	C5-C16	3.598 Å	

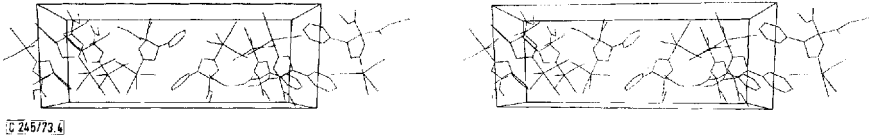


Abb. 4. Stereoskopische Wiedergabe der Elementarzelle des 3,3-Bis(methoxycarbonyl)-4-phenyl-1-pyrazolin-*N*-(tetracarboxyleisens); die *b*-Achse ist horizontal, die *a*-Achse vertikal angeordnet

[245/73]