

Acta Cryst. (1972). **B28**, 328

Structure de la *N*-phénylimide de l'acide (bromo-4)-phényl-2-cyclopropanedicarboxylique-1,3. Par J. P. DE-CLERCQ, P. PIRET et M. VAN MEERSSCHE, *Université de Louvain, Laboratoire de Chimie Physique et de Cristallographie, 39, Schapenstraat, B 3000 Louvain, Belgique*

(Reçu le 19 juillet 1971)

The crystal structure of the title compound has been determined by X-ray diffraction. The cell dimensions are $a=16.062$, $b=6.039$, $c=17.484$ Å, $\beta=118.63^\circ$. Space group $P2_1/a$, $Z=4$.

La *N*-phénylimide de l'acide (bromo-4)-phényl-2-cyclopropanedicarboxylique-1,3 ($C_{17}N_1O_2H_{12}Br$) est obtenue par l'action du *p*-bromophényldiazométhane sur la *N*-phénylmaléimide (Jaz & Millet, 1967). L'intérêt de l'étude de ce composé réside d'une part dans la détermination de sa conformation, d'autre part dans l'examen des effets de la condensation des cycles (cyclopropane et maléimide) et de la transmission de la conjugaison à travers eux.

Les paramètres de la maille, mesurés au moyen d'un diffractomètre valent: $a=16,062$, $b=6,039$, $c=17,484$ Å, $\beta=118,63^\circ$. Le groupe spatial est $P2_1/a$, avec $Z=4$.

Les intensités des réflexions ont été enregistrées par un

diffractomètre automatique Picker utilisant la radiation Mo $K\alpha$. Les mesures ont été effectuées par balayage $\theta-2\theta$ jusqu'à un angle 2θ de 70° ; une correction d'absorption suivant la méthode de Busing & Lévy (1957) a été appliquée.

Le calcul d'un diagramme de Patterson a permis de localiser l'atome de brome. Les coordonnées des autres atomes ont été obtenues par la méthode de l'atome lourd.

Un affinement par moindres carrés utilisant l'approximation des blocs diagonaux (3×3 , 6×6) a été réalisé au moyen du programme de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966). Les poids statistiques w ont été calculés suivant un schéma proposé par Cruickshank (1965),

Tableau 1. Paramètres ($\times 10^4$)

Les coordonnées sont données en fraction de maille.

Les facteurs de température sont de la forme: $\exp [-(B_{11}h^2 + B_{22}k^2 + B_{33}l^2 + B_{12}hk + B_{13}hl + B_{23}kl)]$.

	<i>X</i>	<i>Y</i>	<i>Z</i>	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
C(1)	1940 (9)	- 352 (23)	385 (5)	084	525	9	- 186	25	- 119
C(2)	1722 (11)	1638 (26)	1154 (8)	114	471	29	- 22	40	- 98
C(3)	2094 (10)	2147 (24)	2053 (7)	080	422	35	20	24	39
C(4)	2675 (8)	522 (17)	2662 (7)	051	192	43	- 36	49	42
C(5)	2858 (10)	- 1534 (20)	2406 (8)	087	209	47	- 75	67	- 99
C(6)	2483 (10)	- 1959 (26)	1515 (6)	094	548	16	35	30	- 26
C(7)	3060 (8)	920 (19)	3622 (7)	041	252	43	- 42	29	- 54
C(8)	2756 (8)	2909 (16)	3958 (6)	061	130	37	15	42	37
C(9)	3691 (7)	2891 (18)	4038 (6)	045	231	29	21	40	1
C(10)	2854 (7)	2477 (18)	4853 (7)	042	193	41	- 64	38	- 27
C(11)	4384 (7)	2591 (16)	4983 (6)	038	146	36	- 9	26	7
C(12)	4226 (7)	1663 (19)	6322 (6)	043	265	27	- 67	20	- 32
C(13)	4684 (9)	- 375 (21)	6582 (8)	058	277	56	49	44	62
C(14)	5046 (10)	- 863 (22)	7475 (8)	087	328	49	82	44	69
C(15)	5001 (9)	597 (24)	8040 (7)	055	491	36	47	18	38
C(16)	4536 (9)	2607 (26)	7748 (8)	068	539	43	54	25	- 98
C(17)	4157 (8)	3136 (22)	6871 (7)	055	413	35	- 33	19	- 32
N(1)	3827 (5)	2205 (14)	5394 (5)	028	233	31	2	7	- 49
O(1)	2274 (5)	2368 (12)	5088 (4)	039	241	46	14	49	5
O(2)	5238 (5)	2580 (12)	5344 (4)	039	223	47	- 26	38	28
Br	1430 (2)	- 1023 (4)	- 288 (1)	167	768	49	- 121	65	- 80

Tableau 2. Angles de valence ($^\circ$) et écarts-types

Br—C(1)—C(2)	120,8 (10)	C(8)—C(9)—C(11)	107,3 (9)
Br—C(1)—C(6)	119,6 (10)	C(8)—C(10)—O(1)	130,9 (10)
C(1)—C(2)—C(3)	121,2 (14)	C(8)—C(10)—N(1)	104,3 (9)
C(2)—C(3)—C(4)	117,2 (13)	C(9)—C(11)—O(2)	129,6 (10)
C(3)—C(4)—C(5)	122,5 (12)	C(9)—C(11)—N(1)	105,3 (9)
C(4)—C(5)—C(6)	118,3 (12)	C(10)—N(1)—C(11)	114,4 (9)
C(5)—C(6)—C(1)	121,2 (13)	C(10)—N(1)—C(12)	122,0 (9)
C(3)—C(4)—C(7)	119,8 (11)	C(11)—N(1)—C(12)	123,5 (9)
C(5)—C(4)—C(7)	117,5 (11)	N(1)—C(12)—C(13)	116,1 (10)
C(4)—C(7)—C(8)	121,5 (10)	N(1)—C(12)—C(17)	119,8 (10)
C(4)—C(7)—C(9)	119,1 (10)	C(12)—C(13)—C(14)	114,7 (12)
C(7)—C(8)—C(9)	61,2 (8)	C(13)—C(14)—C(15)	122,3 (13)
C(7)—C(9)—C(8)	61,9 (8)	C(14)—C(15)—C(16)	120,6 (13)
C(8)—C(7)—C(9)	56,9 (7)	C(15)—C(17)—C(16)	118,8 (13)
C(7)—C(8)—C(10)	111,7 (9)	C(12)—C(17)—C(16)	119,4 (12)
C(9)—C(8)—C(10)	108,1 (9)	C(13)—C(12)—C(17)	124,0 (11)
C(7)—C(9)—(11)	114,2 (9)		

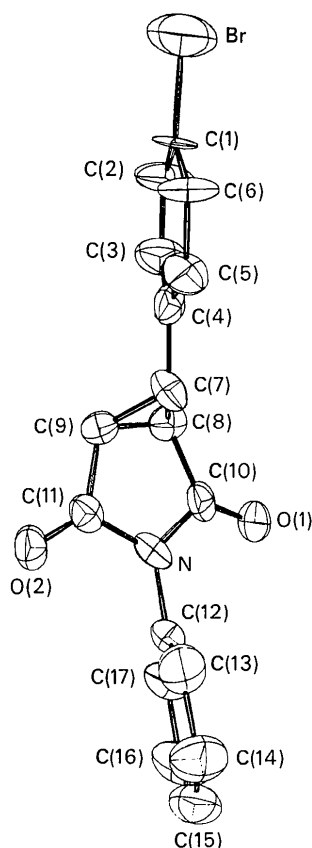


Fig. 1. Ellipsoïdes de vibration thermique (50% de probabilité).

$$w = 1/(P_1 + |F_o| + P_2|F_o|^2)$$

$$P_1 = 4,84$$

$$P_2 = 0,01$$

Après l'affinement anisotrope, nous avons obtenu pour les 1191 réflexions observées un indice de désaccord de 0,093.

Les paramètres finaux sont donnés au Tableau 1. Sur la Fig. 1 sont représentés les ellipsoïdes de vibration thermique (50% de probabilité) et la numérotation des atomes. Les longueurs de liaison et les angles de valence sont donnés dans les Tableaux 2 et 3. Les valeurs les plus remarquables sont celles, particulièrement courtes, des liaisons C(8)-C(9), N-C(11) et N-C(10). Ce raccourcissement doit être dû principalement aux effets de la condensation des cycles à trois et à cinq atomes.

Tableau 3. Distances de liaison (Å) et écarts-types

C(1)-Br	1,852 (09)	C(9)-C(11)	1,497 (14)
C(1)-C(2)	1,396 (21)	C(10)-N(1)	1,395 (15)
C(2)-C(3)	1,423 (17)	C(11)-N(1)	1,409 (15)
C(3)-C(4)	1,420 (17)	C(10)-C(1)	1,186 (15)
C(4)-C(5)	1,398 (17)	C(11)-C(2)	1,205 (14)
C(5)-C(6)	1,399 (15)	N(1)-C(12)	1,467 (12)
C(6)-C(1)	1,412 (18)	C(12)-C(13)	1,393 (17)
C(4)-C(7)	1,504 (15)	C(13)-C(14)	1,412 (18)
C(7)-C(8)	1,516 (16)	C(14)-C(15)	1,352 (19)
C(8)-C(9)	1,439 (19)	C(15)-C(16)	1,388 (21)
C(9)-C(7)	1,505 (16)	C(16)-C(17)	1,389 (17)
C(8)-C(10)	1,520 (15)	C(17)-C(12)	1,352 (17)

Tous les atomes de la molécule se disposent suivant quatre plans, dont nous avons calculé l'équation par moindres carrés. Les angles dièdres entre ces différents plans valent :

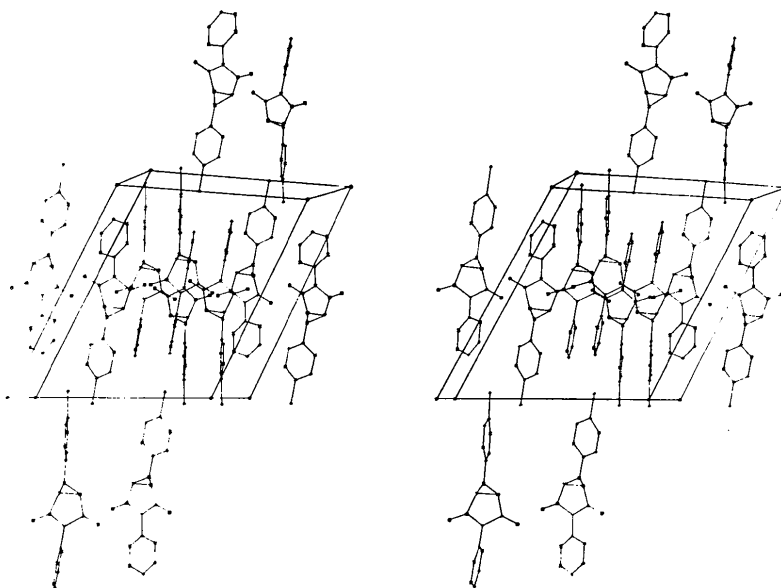


Fig. 2. Représentation stéréoscopique d'une maille entière, *a* étant l'axe horizontal et *c* l'axe oblique.

Br phényle-phényle	9 ^o
Br phényle-cyclopropane	77
Br phényle-maléimide	69
phényle-cyclopropane	85
phényle-maléimide	66
cyclopropane-maléimide	74

La Fig. 2 montre la disposition des molécules dans la maille.

Les dessins ont été tracés à l'aide du programme de Johnson (1965). Les calculs et les dessins ont été exécutés au centre de calcul de l'Université sur l'ordinateur IBM 360/44 et sur le traceur IBM 1627II.

Nous remercions Monsieur W. Millet, qui nous a posé le problème et fourni la substance, ainsi que Mademoiselle M. Smets qui a participé à certaines phases du travail.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). Dans *World list of Crystallographic Computer Programs*. 2e édition. Edité par D. P. SHOEMAKER. Utrecht: Oosthoek.
- BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 180.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1965). Dans *Computing Methods in Crystallography*. Edité par J. S. ROLLETT. London: Pergamon Press.
- JAZ, J. & MILLET, W. (1967) *Tetrahedron Letters*, **29**, 2777.
- JOHNSON, C. K. (1965). Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.

Notes and News

Announcements and other items of crystallographic interest will be published under this heading at the discretion of the Editorial Board. The notes (in duplicate) should be sent to the Executive Secretary of the International Union of Crystallography (J. N. King, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England).

Acta Crystallographica Journal of Applied Crystallography

Subscribers wishing to receive their copies of *Acta Crystallographica* or *Journal of Applied Crystallography* by air mail should write to the Subscription Department, Munksgaard International Publishers Ltd., 35 Nørre Søgade, DK-1370 Copenhagen K, Denmark, for details of the additional cost.

Seventh International Symposium on the Reactivity of Solids Bristol, England, 17-21 July 1972

The broad aim of this meeting is to discuss the mechanisms of solid state reactions in the light of the developing knowledge of microstructure in solids. Contributions are invited which fall under one of the following six subject headings: (1) gross departures from stoichiometry and order in crystals, (2) reaction processes in bulk solids, (3) reactions in the organic solid state, (including microstructure of polymers), (4) reactions at solid surfaces, (5) reactions in vitreous and amorphous solids and (6) solid state reactions in technology. Further information may be obtained from Dr R. M. Dell, Executive Secretary, 7th I.S.R.S., Building 220, A.E.R.E., Harwell, Didcot, Berkshire, England.

European High Pressure Research Group Strasbourg, France, 12-14 April 1972

The 10th International Meeting of the European High Pressure Group will be held at the Louis-Pasteur University in Strasbourg, France, 12-14 April 1972. The main topics will be: (i) High pressure synthesis of polymers (organic and inorganic) and of biological macromolecules, including preparative and kinetic aspects, and (ii) Pressure effects on physical, mechanical, chemical and biological properties of polymers, and phase diagrams. For further information write to Dr G. Jenner, Institut de Chimie, 67-Strasbourg, France.

Fourth International Biophysics Congress, Moscow, U.S.S.R., 7-14 August 1972

This congress is sponsored by the International Union for Pure and Applied Biophysics and the Academy of Sciences of the U.S.S.R. A preliminary list of 24 topics has been included in the scientific program. These include protein structure and functions, the structure and functions of nucleic acids, the molecular organization and properties of biological membranes, apparatus and methods in biological research and biophysical education. Further information may be obtained from Professor L. P. Kayushin, Secretary-General, Organizing Committee Fourth International Biophysics Congress, Profsoyuznaya 7, Moscow, V-133, U.S.S.R.