

- GAVRON, H. (1963). *Nature, Lond.* **194**, 1270.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274.
 HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040.
 HAUPTMAN, H. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1421.
 HEMMERICH, P., GHISLA, S., HARTMANN, U. & MÜLLER, F. (1971). In *Flavins and Flavoproteins*. Baltimore: University Park Press.
 HUGHES, E. W. (1941). *J. Amer. Chem. Soc.* **63**, 1737.
 JEFCOATE, C. R., GHISLA, S. & HEMMERICH, P. (1971). *J. Chem. Soc. (C)*, p. 1689.
 KIERKEGAARD, P., NORRESTAM, R., WERNER, P.-E., CSÖREGH, I., VON GLEHN, M., KARLSON, R., LEIJONMARCK, M., RÖNNQUIST, O., STENSLAND, B., TILLBERG, O. & TORBJÖRNSSON, L. (1971). In *Flavins and Flavoproteins*. Baltimore: University Park Press.
 KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849.
 NORRESTAM, R. (1972). *Acta Cryst.* **A28**. In the press.
 NORRESTAM, R., VON GLEHN, M., HAGMAN, L.-O. & KIERKEGAARD, P. (1969). *Acta Chem. Scand.* **23**, 2199.
 NORRESTAM, R. & STENSLAND, B. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 440.
 NORRESTAM, R. & TILLBERG, O. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 890.
 ROOS, B. & SKANCKE, P. N. (1967). *Acta Chem. Scand.* **21**, 233.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175.
 SUTTON, L. E. (1958). *Tables of Interatomic Distances and Configuration of Molecules and Ions*. London: The Chemical Society.
 WALKER, W. H., HEMMERICH, P. & MASSEY, V. (1967). *Helv. Chim. Acta* **50**, 2269.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 1720

Structure d'un Dérivé de la Pyrazoline-1

PAR MARIE-PAULE ROUSSEAU, JACQUELINE MEUNIER-PIRET, JEAN-PAUL PUTZEYS, GABRIEL GERMAIN
 ET MAURICE VAN MEERSSCHE

*Laboratoire de Chimie-Physique et de Cristallographie, Université de Louvain,
 Schapenstraat 39, 3000 Louvain, Belgique*

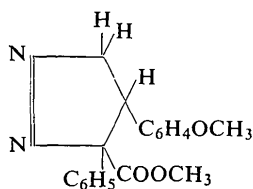
(Reçu le 1 décembre 1971)

trans-3-Phényl-3-méthoxycarbonyl-4-*p*-méthoxyphényl-1-pyrazoline cristallise dans le groupe spatial $P2_1/c$ avec $Z=4$. Les constantes de la cellule unitaire sont $a=14,183$, $b=5,777$, $c=22,681$ Å et $\beta=120,20^\circ$. Le cycle pyrazoline n'est pas planaire: l'atome de carbone C(4) est hors (0,5 Å) du plan des autres atomes du hétérocycle. La longueur de la double liaison N=N est 1,240 Å.

Introduction

Les diphenyl-3,4, carbométhoxy-3, pyrazoline-1 *cis* et *trans* substituées au niveau des phényles sont obtenues par addition de diazométhane sur la double liaison centrale des acides α -phényl cinnamiques substitués. Elles se décomposent à une température légèrement supérieure à leur point de fusion; les produits obtenus sont, pour les dérivés *trans*, des cyclopropanes et, pour les dérivés *cis*, des oléfines. Aucune règle concernant le mécanisme de cette décomposition n'a pu être établie. Il semble cependant certain que la conformation des pyrazolines joue un rôle important sur la nature des produits obtenus. Dans cet ordre d'idée, nous avons envisagé l'étude de quelques pyrazolines typiques (tant *cis* que *trans*).

Dans ce travail nous déterminons la structure de la phényl-3, carbométhoxy-3, *p*-méthoxy-phényl-4, pyrazoline-1 *trans* (C₁₈H₁₈N₂O₃).



Les spectres UV et IR donnent peu de renseignements sur cette structure. Par contre, les spectres r.m.n. indiquent qu'il s'agit probablement d'une structure rigide et que le cycle pentagonal s'écarte de la planéité (Roelens, 1970).

Partie expérimentale

Les cristaux sont incolores. Ils ont la forme de prismes allongés suivant l'axe *b*, dont la base est un hexagone irrégulier. Leur point de fusion est de 138–139°. Les données cristallographiques sont les suivantes:

$a = 14,183$ Å
 $b = 5,777$
 $c = 22,681$
 $\beta = 120,20^\circ$
 $V = 1606,1$ Å³
 Groupe spatial $P2_1/c$
 $Z = 4(\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3)$
 Densité calculée: 1,283 g.cm⁻³
 $F(000) = 656$.

Les paramètres de la maille, après avoir été évalués sur des films de Weissenberg, ont été déterminés avec plus de précision en mesurant, au moyen d'un diffractomètre, l'angle 2θ de quelques réflexions.

Les mesures d'intensité ont été faites sur un diffractomètre automatique PICKER dans les conditions expérimentales suivantes:

Rayonnement: Raie $K\alpha$ du cuivre ($\lambda = 1,54242 \text{ \AA}$), filtre en Nickel.

Compteur à scintillation.

Domaine de balayage (2θ): $2,40^\circ$.

Vitesse de balayage: $1^\circ/\text{min}$ (pour le premier cristal),
 $2^\circ/\text{min}$ (pour les cristaux suivants).

Temps de comptage du bruit de fond:

$2 \times 30 \text{ sec}$ (1^{er} cristal)

$2 \times 25 \text{ sec}$ (cristaux suivants)

2θ maximum: 110° .

Nombre de réflexions mesurées: 2005, dont 1630 observées. Stabilité: une altération rapide des cristaux a été observée; elle se traduit par une telle augmentation de la mosaïcité du cristal que la mesure des intensités diffractées devient impossible. Pour cette raison, les temps de comptage ont été réduits.

Les intensités mesurées sur des cristaux différents ont été remises à une même échelle et corrigées par le facteur de Lorentz et de polarisation.

Détermination de la structure

Nous avons déterminé les signes des facteurs de structure par la méthode de l'addition symbolique (Karle & Karle, 1966), appliquant le programme *LSAM* mis au point par Germain, Main & Woolfson (1971) aux 500 $E(hkl)$ les plus élevés. La base de départ qui a été choisie automatiquement a entraîné 12 combinaisons de signes entre ces symboles, la plus probable de celles-ci s'est avérée correcte.

h	k	l	s	E	Solution
3	3	11	+	4,23	+
4	4	9	+	4,01	+
9	2	$\overline{16}$	+	3,15	+
1	1	$\overline{2}$	a	2,47	+
7	1	3	b	2,90	-
2	5	$\overline{2}$	c	2,89	-
0	2	16	d	3,15	-

Les coordonnées atomiques et les coefficients d'agitation thermique ont été affinés en minimisant par moindres carrés (approximation des blocs diagonaux) la fonction $r = w(|F_o| - |F_c|)^2$. Le poids statistique w , affecté à chaque réflexion, est calculé par le procédé de Cruickshank $w = (a + |F_o| + c|F_o|^2)^{-1}$, $a = 2|F_o| \min = 4,08$, $c = 2/|F_o| \max = 0,01$.

Cet affinement a été fait en trois étapes.

- (1) Cinq cycles d'affinement isotrope pour les atomes de carbone, d'oxygène et d'azote. La valeur de l'indice de reliabilité R passe de 0,21 à 0,13.
- (2) Cinq cycles d'affinement anisotrope pour ces mêmes atomes R passe de 0,13 à 0,09.

- (3) Localisation des atomes d'hydrogène dans une synthèse de Fourier des différences. Six cycles d'affinement isotrope pour les atomes d'hydrogène et anisotrope pour les autres atomes donnent un R final égal à 0,061 pour l'ensemble des réflexions.

Les coordonnées atomiques et les paramètres d'agitation thermique sont consignés dans les Tableaux 1, 2 et 3. La numérotation des atomes est reprise dans la Fig. 1.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et écart-type
 (C, N, O $\times 10^5$; H $\times 10^4$)

	x	y	z
N(1)	28803 (13)	54849 (32)	40707 (8)
N(2)	22178 (12)	52532 (27)	42711 (8)
C(3)	18886 (13)	75643 (28)	44231 (8)
C(4)	28282 (14)	91825 (31)	45237 (9)
C(5)	31643 (16)	79515 (43)	40681 (10)
C(6)	18008 (13)	73680 (35)	50587 (9)
O(7)	20797 (14)	57750 (30)	54395 (8)
O(8)	13927 (11)	93224 (28)	51435 (6)
C(9)	13699 (22)	95912 (69)	57750 (12)
C(10)	7584 (14)	80392 (30)	37966 (8)
C(11)	-379 (15)	63654 (35)	36263 (10)
C(12)	-10713 (16)	66816 (42)	30621 (11)
C(13)	-13133 (16)	86470 (44)	26744 (10)
C(14)	-5240 (17)	103026 (41)	28441 (10)
C(15)	5097 (15)	100190 (35)	34062 (9)
C(16)	37433 (14)	93149 (31)	52696 (9)
C(17)	45324 (14)	76210 (34)	55713 (10)
C(18)	53204 (14)	77452 (37)	62563 (10)
C(19)	53297 (14)	96128 (37)	66445 (9)
C(20)	45579 (16)	113206 (34)	63493 (10)
C(21)	37743 (15)	111671 (33)	56629 (10)
O(22)	61392 (11)	95646 (30)	73157 (7)
C(23)	61872 (21)	114208 (54)	77349 (12)
H(24)	2562 (18)	10748 (40)	4352 (12)
H(25)	3871 (19)	8067 (43)	4200 (12)
H(26)	2732 (19)	8426 (41)	3559 (12)
H(27)	1791 (112)	8478 (322)	6007 (89)
H(28)	1274 (148)	6864 (335)	5848 (101)
H(29)	810 (25)	9842 (55)	5762 (16)
H(30)	129 (22)	4825 (47)	3925 (13)
H(31)	-1732 (21)	5473 (47)	2949 (13)
H(32)	-2063 (19)	9015 (42)	2265 (12)
H(33)	-708 (21)	11659 (46)	2550 (13)
H(34)	1066 (18)	11391 (41)	3543 (11)
H(35)	4580 (19)	6242 (42)	5334 (12)
H(36)	5884 (18)	6483 (39)	6457 (11)
H(37)	4583 (16)	12728 (36)	6610 (10)
H(38)	3194 (17)	12320 (38)	5433 (11)
H(39)	5538 (20)	11418 (44)	7752 (12)
H(40)	6365 (24)	13179 (50)	7552 (15)
H(41)	6736 (21)	11098 (46)	8202 (13)

Description de la molécule

Comme prévu par spectroscopie r.m.n. (Roelens, 1970), la conformation du cycle pyrazoline est rigide et non plane. Le carbone C(4) sort du plan des 4 autres atomes du cycle (0,49 \AA) en direction du groupement phényl-carbométhoxylique. L'angle entre les plans C(3), C(4) et C(5), d'une part et N(1), N(2), C(3) et C(5), d'autre part, vaut $29,6^\circ$, ce qui a pour effet d'écartier les sub-

stituants de C(3) et de C(4) de la position éclipsée où ils seraient si le cycle était plan (Fig. 2). La configuration de la molécule est illustrée par les Figs. 3 et 4; le groupe phényle est perpendiculaire au plan des atomes N(1), N(2), C(3) et C(5), tandis que le groupe phényl-

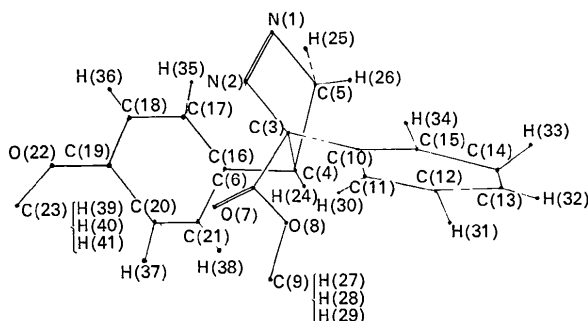


Fig. 1. Numérotation des atomes de la molécule.

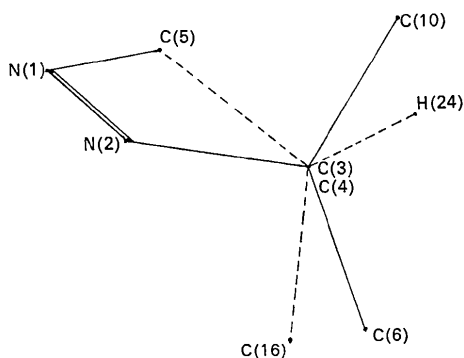


Fig. 2. Conformation du cycle pyrazoline.

Tableau 3. Constantes d'agitation thermique et écart-type (en Å²) des atomes d'hydrogène

H(24)	2,5 (0,5)	H(33)	4,8 (0,6)
H(25)	3,8 (0,6)	H(34)	2,4 (0,5)
H(26)	3,3 (0,5)	H(35)	3,4 (0,6)
H(27)	5,0 (*)	H(36)	2,4 (0,5)
H(28)	5,0 (*)	H(37)	2,0 (0,4)
H(29)	5,0 (*)	H(38)	2,0 (0,5)
H(30)	4,6 (0,6)	H(39)	4,4 (0,6)
H(31)	5,1 (0,6)	H(40)	7,3 (0,7)
H(32)	3,8 (0,6)	H(41)	4,9 (0,6)

* Ces constantes n'ont pas été affinées, elles évoluaient de façon anormale.

carbométhoxylique est perpendiculaire au plan C(3), C(4) et C(5). Les valeurs intéressantes d'angles, entre quelques plans particuliers de la molécule, sont données dans le Tableau 4.

Tableau 4. Angles entre plans (°)

	2	3	4	5
1 = plan moyen des atomes C(10) à C(15)				
2 = plan moyen des atomes C(16) à C(21)				
3 = plan moyen des atomes N(1), N(2), C(3) et C(5)				
4 = plan moyen des atomes C(3), C(4) et C(5)				
5 = plan moyen des atomes C(3), C(6), O(7) et O(8)				
1	61,4	72,1	90,1	88,5
2	-	89,6	77,6	46,4
3	-	-	29,6	44,6
4	-	-	-	64,7

Les longueurs de liaison et les angles de valence sont consignés dans les Tableaux 5 et 6. La non-aromaticité du cycle pyrazoline, suggérée par le fait que ce cycle n'est pas plan, est confirmée par la double liaison azote-azote localisée. La distance N-N (1,240

Tableau 2. Paramètres d'agitation thermique anisotrope et écart-type ($\times 10^5$)

Le facteur de température est de la forme: $\exp [-(B_{11}h^2 + \dots + B_{12}hk)]$.

	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{23}	B_{31}	B_{12}
N(1)	607 (12)	4130 (69)	260 (5)	-631 (30)	344 (13)	102 (47)
N(2)	552 (11)	2471 (51)	239 (5)	-213 (26)	238 (12)	233 (40)
C(3)	473 (11)	1758 (52)	190 (5)	104 (26)	289 (13)	165 (40)
C(4)	514 (13)	2482 (60)	192 (5)	-90 (27)	281 (13)	-270 (44)
C(5)	651 (15)	4987 (92)	223 (5)	-122 (38)	434 (15)	-512 (62)
C(6)	438 (15)	3439 (71)	198 (5)	375 (30)	276 (13)	447 (47)
O(7)	1203 (15)	4717 (64)	304 (5)	1007 (28)	709 (15)	1070 (50)
O(8)	733 (10)	5263 (64)	214 (4)	13 (25)	410 (11)	1672 (43)
C(9)	1127 (22)	11368 (198)	242 (7)	-286 (61)	577 (21)	2857 (112)
C(10)	502 (12)	2385 (58)	176 (4)	-47 (27)	292 (12)	164 (44)
C(11)	570 (13)	3012 (68)	270 (6)	1 (33)	356 (15)	-273 (50)
C(12)	515 (13)	4415 (88)	296 (6)	-236 (40)	279 (15)	-315 (59)
C(13)	571 (14)	5158 (98)	217 (6)	-141 (39)	142 (15)	595 (63)
C(14)	729 (16)	3988 (84)	231 (6)	462 (37)	221 (16)	531 (61)
C(15)	601 (13)	3174 (72)	193 (5)	248 (32)	193 (14)	130 (53)
C(16)	472 (12)	2436 (60)	198 (5)	-24 (27)	280 (13)	-86 (44)
C(17)	510 (13)	3005 (68)	240 (5)	-208 (31)	271 (14)	358 (48)
C(18)	505 (13)	3653 (74)	241 (6)	-86 (34)	249 (14)	789 (52)
C(19)	441 (12)	3768 (75)	203 (5)	-92 (32)	226 (13)	-191 (50)
C(20)	637 (14)	2941 (67)	242 (6)	-450 (32)	282 (15)	-51 (52)
C(21)	587 (13)	2636 (65)	249 (6)	-93 (31)	251 (15)	171 (48)
O(22)	632 (10)	5660 (70)	210 (4)	-390 (27)	115 (11)	351 (44)
C(23)	966 (20)	6555 (127)	240 (7)	-811 (49)	226 (19)	-181 (84)

Å) est comparable à celles trouvées dans d'autres composés:

<i>p</i> -azoxyanisole	1,218 Å (Krigbaum, Chatani & Barber, 1970).
<i>p</i> -azotoluène	1,244 Å (Brown, 1966).
<i>trans</i> -azobenzène	1,243 et 1,172 Å (Brown, 1966).

La distance C(3)–N(2) est plus grande que la distance C(5)–N(1) de même que C(3)–C(4) est plus long que C(5)–C(4); il est probable que les groupes électrocapteurs portés par C(3) sont responsables de cet allongement.

Tableau 5. Distances interatomiques en Å et écart-type

N(1)–N(2)	1,240 (3)	C(3)–C(6)	1,512 (3)
N(2)–C(3)	1,510 (2)	C(6)–O(7)	1,186 (2)
C(3)–C(4)	1,548 (3)	C(6)–O(8)	1,326 (3)
C(4)–C(5)	1,515 (3)	O(8)–C(9)	1,457 (3)
N(1)–C(5)	1,482 (3)	C(4)–H(24)	0,98 (2)
C(4)–C(16)	1,531 (3)	C(5)–H(25)	0,89 (3)
C(16)–C(17)	1,381 (3)	C(5)–H(26)	1,04 (2)
C(17)–C(18)	1,386 (3)	C(9)–H(27)	0,86 (18)
C(18)–C(19)	1,388 (3)	C(9)–H(28)	1,60 (20)
C(19)–C(20)	1,372 (3)	C(9)–H(29)	0,79 (4)
C(20)–C(21)	1,388 (3)	C(11)–H(30)	1,07 (3)
C(21)–C(16)	1,380 (3)	C(12)–H(31)	1,09 (3)
C(19)–O(22)	1,370 (2)	C(13)–H(32)	1,02 (3)
O(22)–C(23)	1,412 (3)	C(14)–H(33)	0,98 (3)
C(3)–C(10)	1,540 (3)	C(15)–H(34)	1,05 (3)
C(10)–C(11)	1,386 (3)	C(17)–H(35)	0,98 (3)
C(11)–C(12)	1,390 (3)	C(18)–H(36)	1,01 (2)
C(12)–C(13)	1,370 (3)	C(20)–H(37)	1,00 (2)
C(13)–C(14)	1,372 (4)	C(21)–H(38)	0,98 (2)
C(14)–C(15)	1,386 (3)	C(23)–H(39)	0,94 (3)
C(15)–C(10)	1,379 (3)	C(23)–H(40)	1,17 (3)
		C(23)–H(41)	0,97 (3)

Les principaux contacts intermoléculaires se situent au niveau des atomes d'oxygène du groupe carboxylique:

O(7)···H(38)	$x, y-1, z$	2,551 Å
O(8)···C(9)	$\bar{x}, 1-y, 1-z$	3,446 Å.

Il ne s'agit pas de liaison hydrogène, mais plutôt d'interactions de van der Waals unissant, dans le

premier cas, des molécules parallèles à l'axe *b* (chaîne) et dans le second cas, des chaînes voisines.

Les auteurs remercient le Professeur G. Leroy du Laboratoire de Chimie Quantique de l'Université qui leur a suggéré cette étude et qui a mis les cristaux à leur disposition.

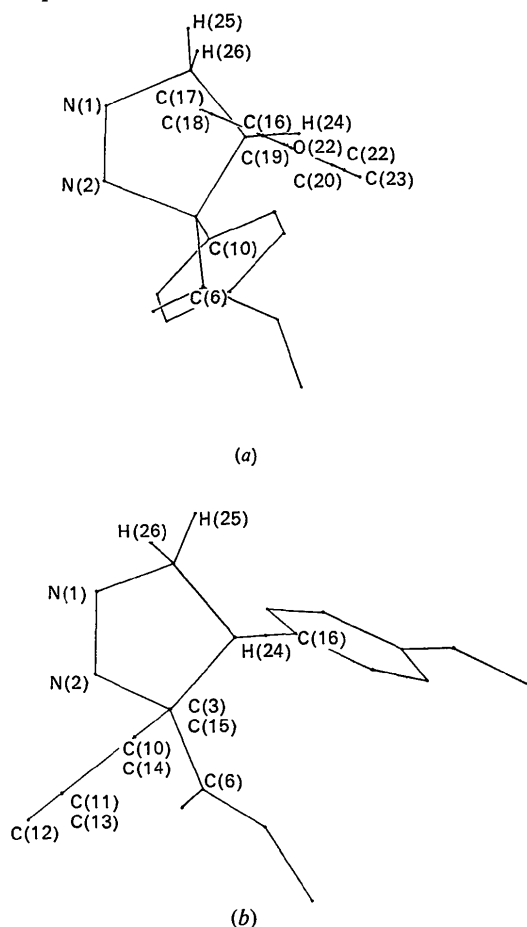


Fig. 3. Projection de la molécule, *a* sur le plan 3, *b* sur le plan 4 (notation voir Tableau 4).

Tableau 6. Angles de valence (°) et écart-type

C(5)–N(1)–N(2)	111,28 (18)	C(18)–C(19)–C(20)	119,90 (19)
N(1)–N(2)–C(3)	111,50 (16)	C(19)–C(20)–C(21)	119,58 (20)
N(2)–C(3)–C(4)	103,03 (14)	C(20)–C(21)–C(16)	121,47 (19)
C(3)–C(4)–C(5)	99,14 (16)	C(3)–C(6)–O(7)	126,54 (19)
N(1)–C(5)–C(4)	105,62 (18)	C(3)–C(6)–O(8)	109,00 (16)
C(3)–C(10)–C(11)	117,18 (17)	O(7)–C(6)–O(8)	124,42 (19)
C(3)–C(10)–C(15)	123,46 (17)	C(6)–O(8)–C(9)	117,41 (19)
C(11)–C(10)–C(15)	119,36 (18)	N(2)–C(3)–C(6)	109,54 (15)
C(10)–C(11)–C(12)	119,93 (20)	N(2)–C(3)–C(10)	104,16 (14)
C(11)–C(12)–C(13)	120,50 (22)	C(6)–C(3)–C(4)	112,48 (15)
C(12)–C(13)–C(14)	119,48 (22)	C(6)–C(3)–C(10)	110,26 (15)
C(13)–C(14)–C(15)	120,79 (21)	C(10)–C(3)–C(4)	116,60 (15)
C(14)–C(15)–C(10)	119,94 (19)	C(3)–C(4)–C(16)	112,43 (16)
C(4)–C(16)–C(17)	122,50 (18)	C(5)–C(4)–C(16)	113,23 (17)
C(4)–C(16)–C(21)	119,14 (17)	C(9)–O(22)–C(23)	117,54 (19)
C(17)–C(16)–C(21)	118,35 (19)	O(22)–C(19)–C(18)	115,09 (18)
C(16)–C(17)–C(18)	120,94 (19)	O(22)–C(19)–C(20)	125,00 (19)
C(17)–C(18)–C(19)	119,74 (19)		

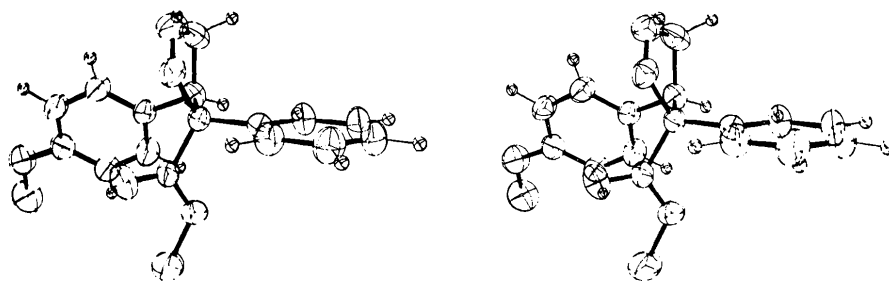


Fig. 4. Dessin stéréoscopique montrant la configuration de la molécule et l'agitation thermique des atomes C, N et O (les ellipsoïdes correspondent à une probabilité de 50%). Les atomes d'hydrogène des groupes méthyl ne sont pas représentés.

Références

BROWN, C. J. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 146, 153.

GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368.

KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849.

KRIGBAUM, W. R., CHATANI, Y. & BARBER, P. G. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 97.

ROELEN, A. (1970). Mémoire de licence. Université Catholique de Louvain.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 1724

ThCN Crystal Structure*

BY R. BENZ† AND G. P. ARNOLD

University of California, Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos, New Mexico 87544, U.S.A.

AND W. H. ZACHARIASEN

University of Chicago, Chicago, Illinois 60637, U.S.A.

(Received 28 June 1971)

The crystal structure of ThCN was determined from X-ray and neutron diffraction powder patterns as being C-centered monoclinic, space group $C2/m(C_{2h}^3)$, with the unit-cell dimensions $a_0 = 7.0249 \pm 0.0006$, $b_0 = 3.9461 \pm 0.0002$, $c_0 = 7.2763 \pm 0.0009$ Å, and $\beta = 95.67 \pm 0.01^\circ$. Atomic positions are $(000) (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0) + 4\text{Th}$ in $\pm(x_{\text{Th}}, 0, z_{\text{Th}})$, 4C in $\pm(x_{\text{C}}, 0, z_{\text{C}})$, and 4N in $\pm(x_{\text{N}}, 0, z_{\text{N}})$, where $x_{\text{Th}} = 0.177 \pm 0.005$, $z_{\text{Th}} = 0.200 \pm 0.003$, $x_{\text{C}} = 0.444 \pm 0.005$, $z_{\text{C}} = 0.560 \pm 0.005$, $x_{\text{N}} = 0.153 \pm 0.005$, and $z_{\text{N}} = 0.875 \pm 0.005$. The carbon atoms in the structure occur as triply bonded pairs.

Introduction

The ThCN compound was first described in a report of investigation of the Th-C-N phase system (Benz & Troxel, 1971). Earliest preparations of the compound were impure. Difficulty with preparing pure ThCN was traced to a strong coupling of carbon flux with the nitrogen flux, causing a redistribution of carbon during reaction of ThC with nitrogen (Benz, 1971). Eventually, preparations were obtained that showed no impurities detectable in Debye-Scherrer powder patterns of samples. Composition of the compound, based on

chemical analysis of such preparations, was reported as $\text{Th}_{0.96 \pm 0.02}\text{N}_{0.96 \pm 0.02}$, in which the uncertainty represents the observed range of reproducibility of independent preparations (Benz & Troxel, 1971).

Experimental

ThCN was prepared in 3-gram quantities by the reaction of powder $\text{ThC}_{1.00 \pm 0.01}$ with 1 atmosphere of nitrogen for 1 hour in a tungsten crucible at 1800 to 1850°C. With nitrogen deduced from weight gain, and the assumption of no thorium or carbon loss, the composition of these preparations is calculated as $\text{Th}_{1.00 \pm 0.01}\text{N}_{0.99 \pm 0.02}$.

X-ray diffraction powder patterns were made with nickel-filtered copper radiation. Powder diagrams were obtained with both a Debye-Scherrer camera and a

* This work was carried out under the auspices of the U.S. Atomic Energy Commission.

† Present address: Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Massachusetts 02139, U.S.A.