

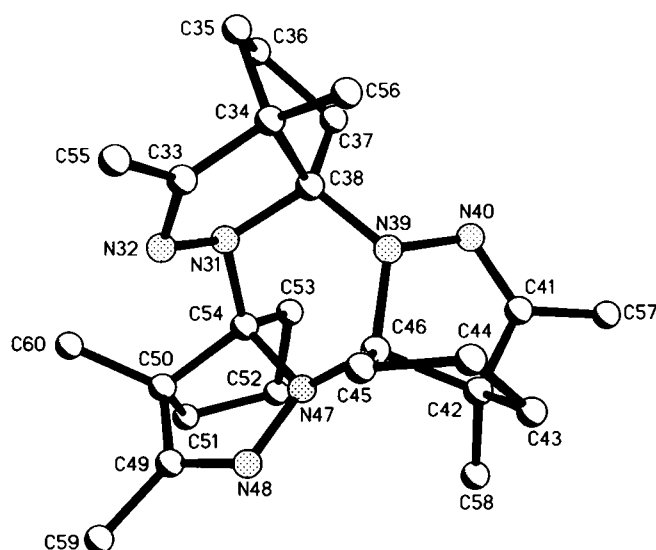
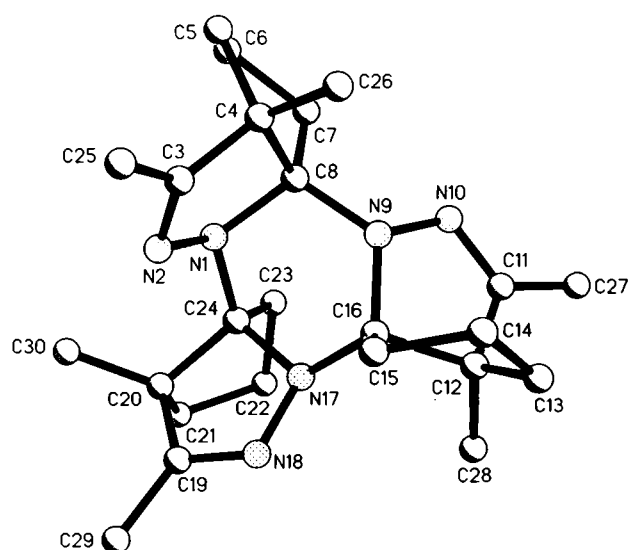
Crystal structure of (3 α ,8 α ,13 β)-3a,4,8a,9,13a,14-hexamethyl-1,2,3,3a,6,7,8,8a,11,12,13,13a-tris(cyclopenta[4,5:4',5':4'',5'']pyrazolo[1,5-a:1',5'-c:1'',5''-e]triazine, C₂₄H₃₆N₆

E.-M. Peters^{*I}, K. Peters^I, C. P. Librera^{II} and W. Adam^{II}

^I Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstraße 1, D-70506 Stuttgart, Germany

^{II} Universität Würzburg, Institut für Organische Chemie, Am Hubland, D-97074 Würzburg, Germany

Received August 8, 2000. CCDC-No. 1267/505



Abstract

C₂₄H₃₆N₆, monoclinic, *P*12₁/*n*1 (No. 14), *a* = 9.767(1) Å, *b* = 16.724(2) Å, *c* = 27.337(3) Å, β = 93.47(1)°, *V* = 4457.1 Å³, *Z* = 8, *R*_{gt}(*F*) = 0.079, *wR*_{ref}(*F*²) = 0.245, *T* = 293 K.

Source of material

The title compound was obtained in 92% yield as colorless prisms analogously to the published procedure [1].

Table 1. Data collection and handling.

Crystal:	colorless prism, size 0.5 × 0.6 × 0.6 mm
Wavelength:	Mo K α radiation (0.71073 Å)
μ :	0.75 cm ⁻¹
Diffractometer, scan mode:	Bruker AXS P4, ω
2 θ _{max} :	54.98°
<i>N</i> (<i>hkl</i>) _{measured} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{unique} :	12707, 10153
Criterion for <i>I</i> _{obs} , <i>N</i> (<i>hkl</i>) _{gt} :	<i>I</i> _{obs} > 2 σ (<i>I</i> _{obs}), 6874
<i>N</i> (<i>param</i>) _{refined} :	541
Program:	SHELXTL [2]

Table 2. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{iso}
H(5A)	4e	0.0264	0.7371	0.1295	0.08
H(5B)	4e	-0.0294	0.8223	0.1138	0.08
H(6A)	4e	0.0278	0.7810	0.0400	0.08
H(6B)	4e	0.1446	0.7240	0.0622	0.08
H(7A)	4e	0.1620	0.8936	0.0541	0.08
H(7B)	4e	0.2671	0.8313	0.0343	0.08
H(13A)	4e	0.6409	1.0580	0.1956	0.08
H(13B)	4e	0.5189	1.0996	0.1650	0.08
H(14A)	4e	0.3589	1.0230	0.1989	0.08
H(14B)	4e	0.4684	1.0279	0.2438	0.08
H(15A)	4e	0.4035	0.8898	0.2150	0.08
H(15B)	4e	0.5620	0.9058	0.2253	0.08
H(21A)	4e	0.7960	0.6921	0.0882	0.08
H(21B)	4e	0.6764	0.6507	0.0562	0.08
H(22A)	4e	0.6954	0.7649	0.0133	0.08
H(22B)	4e	0.7374	0.8155	0.0606	0.08
H(23A)	4e	0.4687	0.7587	0.0328	0.08
H(23B)	4e	0.5088	0.8481	0.0457	0.08
H(25A)	4e	0.1016	0.7717	0.2345	0.08

* Correspondence author

(e-mail: peters@vsibm1.mpi-stuttgart.mpg.de)

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(25B)	4e	0.2507	0.7518	0.2554	0.08
H(25C)	4e	0.1621	0.6859	0.2277	0.08
H(26A)	4e	0.1935	0.9259	0.1921	0.08
H(26B)	4e	0.0463	0.8886	0.1926	0.08
H(26C)	4e	0.0866	0.9402	0.1478	0.08
H(27A)	4e	0.5982	1.1030	0.0660	0.08
H(27B)	4e	0.4407	1.1154	0.0538	0.08
H(27C)	4e	0.5233	1.0553	0.0229	0.08
H(28A)	4e	0.7755	0.9686	0.1537	0.08
H(28B)	4e	0.7553	1.0319	0.1116	0.08
H(28C)	4e	0.7331	0.9408	0.1002	0.08
H(29A)	4e	0.7802	0.6273	0.1853	0.08
H(29B)	4e	0.7515	0.6807	0.2307	0.08
H(29C)	4e	0.8716	0.7026	0.1976	0.08
H(30A)	4e	0.4810	0.6240	0.1546	0.08
H(30B)	4e	0.6081	0.5812	0.1340	0.08
H(30C)	4e	0.4844	0.6071	0.0983	0.08
H(35A)	4e	0.4689	0.3530	0.1003	0.08
H(35B)	4e	0.5259	0.4383	0.1152	0.08
H(36A)	4e	0.6443	0.4491	0.0476	0.08
H(36B)	4e	0.5297	0.3902	0.0259	0.08
H(37A)	4e	0.7720	0.3420	0.0227	0.08
H(37B)	4e	0.6666	0.2794	0.0420	0.08
H(43A)	4e	1.1426	0.1237	0.1892	0.08
H(43B)	4e	1.0238	0.0779	0.1594	0.08
H(44A)	4e	0.8578	0.1543	0.1908	0.08
H(44B)	4e	0.9659	0.1531	0.2363	0.08

Table 2. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U _{iso}
H(45A)	4e	1.0548	0.2754	0.2160	0.08
H(45B)	4e	0.8962	0.2887	0.2042	0.08
H(51A)	4e	1.1762	0.5277	0.0473	0.08
H(51B)	4e	1.2943	0.4864	0.0800	0.08
H(52A)	4e	1.2409	0.3644	0.0510	0.08
H(52B)	4e	1.1982	0.4156	0.0040	0.08
H(53A)	4e	1.0153	0.3287	0.0354	0.08
H(53B)	4e	0.9714	0.4174	0.0222	0.08
H(55A)	4e	0.5948	0.4024	0.2220	0.08
H(55B)	4e	0.6567	0.4881	0.2162	0.08
H(55C)	4e	0.7439	0.4211	0.2433	0.08
H(56A)	4e	0.5740	0.2371	0.1348	0.08
H(56B)	4e	0.5485	0.2868	0.1820	0.08
H(56C)	4e	0.6910	0.2457	0.1764	0.08
H(57A)	4e	1.0957	0.0657	0.0637	0.08
H(57B)	4e	1.0212	0.1080	0.0183	0.08
H(57C)	4e	0.9380	0.0528	0.0521	0.08
H(58A)	4e	1.2752	0.2101	0.1444	0.08
H(58B)	4e	1.2306	0.2336	0.0903	0.08
H(58C)	4e	1.2551	0.1436	0.1042	0.08
H(59A)	4e	1.2722	0.5504	0.1762	0.08
H(59B)	4e	1.3656	0.4760	0.1885	0.08
H(59C)	4e	1.2447	0.4966	0.2215	0.08
H(60A)	4e	0.9743	0.5517	0.1443	0.08
H(60B)	4e	0.9793	0.5691	0.0881	0.08
H(60C)	4e	1.1013	0.5957	0.1244	0.08

Table 3. Atomic coordinates and displacement parameters (in Å²).

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
N(1)	4e	0.3671(2)	0.7665(1)	0.11814(7)	0.033(1)	0.0283(9)	0.043(1)	-0.0014(7)	0.0053(8)	0.0032(8)
N(2)	4e	0.3478(2)	0.7365(1)	0.16627(8)	0.034(1)	0.034(1)	0.046(1)	-0.0033(8)	0.0012(8)	0.0074(8)
C(3)	4e	0.2385(2)	0.7673(1)	0.18172(9)	0.033(1)	0.039(1)	0.041(1)	-0.005(1)	0.0014(9)	0.004(1)
C(4)	4e	0.1699(2)	0.8278(1)	0.14749(9)	0.031(1)	0.036(1)	0.045(1)	0.0020(9)	-0.0003(9)	0.000(1)
C(5)	4e	0.0509(3)	0.7881(2)	0.1155(1)	0.036(1)	0.055(2)	0.061(2)	-0.004(1)	-0.006(1)	-0.004(1)
C(6)	4e	0.1022(3)	0.7761(2)	0.0650(1)	0.052(2)	0.057(2)	0.054(2)	-0.009(1)	-0.011(1)	-0.003(1)
C(7)	4e	0.2066(3)	0.8425(2)	0.0603(1)	0.049(2)	0.050(2)	0.043(1)	-0.001(1)	-0.010(1)	0.003(1)
C(8)	4e	0.2855(2)	0.8414(1)	0.11097(9)	0.036(1)	0.029(1)	0.039(1)	-0.0004(9)	-0.0006(9)	0.0009(9)
N(9)	4e	0.3709(2)	0.9125(1)	0.12057(7)	0.040(1)	0.0277(9)	0.039(1)	-0.0015(8)	-0.0027(8)	0.0070(8)
N(10)	4e	0.3764(2)	0.9681(1)	0.08272(8)	0.054(1)	0.032(1)	0.044(1)	0.0022(9)	0.0007(9)	0.0093(9)
C(11)	4e	0.4834(3)	1.0115(2)	0.0897(1)	0.058(2)	0.031(1)	0.051(2)	-0.004(1)	0.007(1)	0.007(1)
C(12)	4e	0.5728(3)	0.9902(1)	0.1346(1)	0.048(1)	0.028(1)	0.052(2)	-0.008(1)	0.004(1)	0.004(1)
C(13)	4e	0.5540(4)	1.0488(2)	0.1774(1)	0.080(2)	0.032(1)	0.065(2)	-0.014(1)	-0.003(2)	-0.002(1)
C(14)	4e	0.4526(3)	1.0103(2)	0.2101(1)	0.068(2)	0.037(1)	0.060(2)	0.000(1)	0.003(1)	-0.012(1)
C(15)	4e	0.4808(3)	0.9212(1)	0.20529(9)	0.043(1)	0.036(1)	0.040(1)	-0.003(1)	-0.000(1)	-0.001(1)
C(16)	4e	0.5028(2)	0.9101(1)	0.15076(8)	0.036(1)	0.025(1)	0.040(1)	-0.0030(8)	0.0001(9)	0.0008(9)
N(17)	4e	0.5802(2)	0.8386(1)	0.13828(7)	0.036(1)	0.0272(9)	0.041(1)	0.0005(7)	-0.0023(8)	0.0000(8)
N(18)	4e	0.6663(2)	0.8054(1)	0.17561(8)	0.036(1)	0.041(1)	0.045(1)	0.0036(9)	-0.0010(9)	0.0008(9)
C(19)	4e	0.6848(3)	0.7312(2)	0.1662(1)	0.039(1)	0.039(1)	0.048(1)	0.006(1)	0.008(1)	0.005(1)
C(20)	4e	0.6066(3)	0.7019(1)	0.1203(1)	0.035(1)	0.031(1)	0.059(2)	0.0023(9)	0.008(1)	-0.005(1)
C(21)	4e	0.7006(3)	0.6968(2)	0.0765(1)	0.053(2)	0.061(2)	0.055(2)	0.010(1)	0.011(1)	-0.015(1)
C(22)	4e	0.6782(3)	0.7730(2)	0.0475(1)	0.061(2)	0.066(2)	0.054(2)	-0.001(2)	0.018(1)	-0.004(1)
C(23)	4e	0.5284(3)	0.7925(2)	0.05351(9)	0.053(2)	0.053(2)	0.040(1)	0.000(1)	0.007(1)	-0.003(1)
C(24)	4e	0.5113(2)	0.7753(1)	0.10800(9)	0.033(1)	0.032(1)	0.041(1)	-0.0029(9)	0.0042(9)	-0.0020(9)
C(25)	4e	0.1833(3)	0.7419(2)	0.2291(1)	0.047(2)	0.076(2)	0.053(2)	-0.008(2)	0.008(1)	0.015(2)
C(26)	4e	0.1194(3)	0.9025(2)	0.1723(1)	0.048(2)	0.051(2)	0.069(2)	0.009(1)	0.009(1)	-0.010(1)
C(27)	4e	0.5142(4)	1.0772(2)	0.0550(1)	0.097(3)	0.046(2)	0.067(2)	-0.014(2)	0.013(2)	0.019(2)
C(28)	4e	0.7230(3)	0.9821(2)	0.1241(2)	0.047(2)	0.047(2)	0.105(3)	-0.010(1)	0.012(2)	0.010(2)
C(29)	4e	0.7805(3)	0.6810(2)	0.1978(1)	0.053(2)	0.058(2)	0.066(2)	0.022(1)	0.007(1)	0.009(1)
C(30)	4e	0.5387(3)	0.6211(2)	0.1274(2)	0.053(2)	0.030(1)	0.116(3)	0.000(1)	0.008(2)	-0.001(2)
N(31)	4e	0.8647(2)	0.4086(1)	0.10674(8)	0.033(1)	0.032(1)	0.047(1)	0.0054(8)	0.0017(8)	-0.0017(8)
N(32)	4e	0.8428(2)	0.4384(1)	0.15467(8)	0.036(1)	0.035(1)	0.049(1)	0.0057(8)	0.0006(9)	-0.0040(9)
C(33)	4e	0.7328(3)	0.4075(1)	0.1694(1)	0.034(1)	0.038(1)	0.049(1)	0.006(1)	0.000(1)	-0.003(1)
C(34)	4e	0.6666(2)	0.3475(2)	0.1346(1)	0.030(1)	0.040(1)	0.061(2)	0.001(1)	-0.002(1)	-0.001(1)
C(35)	4e	0.5499(3)	0.3868(2)	0.1019(1)	0.036(1)	0.061(2)	0.075(2)	0.007(1)	-0.012(1)	-0.004(2)

Table 3. Continued.

Atom	Site	x	y	z	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
C(36)	4e	0.6030(4)	0.3968(2)	0.0512(1)	0.058(2)	0.073(2)	0.075(2)	0.020(2)	-0.022(2)	0.001(2)
C(37)	4e	0.7097(3)	0.3309(2)	0.0482(1)	0.052(2)	0.060(2)	0.053(2)	0.011(1)	-0.015(1)	-0.008(1)
C(38)	4e	0.7847(2)	0.3335(1)	0.09927(9)	0.035(1)	0.036(1)	0.048(1)	0.005(1)	-0.006(1)	-0.005(1)
N(39)	4e	0.8713(2)	0.2634(1)	0.11001(8)	0.039(1)	0.031(1)	0.049(1)	0.0053(8)	-0.0091(9)	-0.0100(8)
N(40)	4e	0.8757(2)	0.2045(1)	0.07394(8)	0.057(1)	0.035(1)	0.050(1)	0.006(1)	-0.011(1)	-0.0125(9)
C(41)	4e	0.9820(3)	0.1611(2)	0.0827(1)	0.061(2)	0.034(1)	0.048(2)	0.009(1)	-0.002(1)	-0.008(1)
C(42)	4e	1.0718(3)	0.1860(1)	0.1268(1)	0.044(1)	0.029(1)	0.053(2)	0.008(1)	-0.004(1)	-0.005(1)
C(43)	4e	1.0555(3)	0.1302(2)	0.1706(1)	0.073(2)	0.031(1)	0.060(2)	0.013(1)	-0.011(1)	0.000(1)
C(44)	4e	0.9506(3)	0.1687(2)	0.2022(1)	0.064(2)	0.038(1)	0.059(2)	-0.003(1)	0.002(1)	0.008(1)
C(45)	4e	0.9755(3)	0.2579(1)	0.19573(9)	0.045(1)	0.034(1)	0.043(1)	0.001(1)	-0.000(1)	-0.001(1)
C(46)	4e	1.0008(2)	0.2671(1)	0.14098(9)	0.034(1)	0.027(1)	0.043(1)	0.0031(9)	-0.0042(9)	-0.0025(9)
N(47)	4e	1.0789(2)	0.3381(1)	0.12808(7)	0.036(1)	0.0293(9)	0.042(1)	0.0023(8)	-0.0042(8)	-0.0008(8)
N(48)	4e	1.1637(2)	0.3720(1)	0.16581(8)	0.038(1)	0.042(1)	0.044(1)	-0.0056(9)	-0.0029(9)	0.0009(9)
C(49)	4e	1.1802(3)	0.4459(2)	0.1570(1)	0.042(1)	0.042(1)	0.047(1)	-0.005(1)	0.009(1)	-0.003(1)
C(50)	4e	1.1027(3)	0.4754(2)	0.1106(1)	0.037(1)	0.034(1)	0.056(2)	0.002(1)	0.011(1)	0.005(1)
C(51)	4e	1.1996(3)	0.4814(2)	0.0675(1)	0.049(2)	0.064(2)	0.056(2)	0.000(1)	0.013(1)	0.018(1)
C(52)	4e	1.1805(3)	0.4064(2)	0.0381(1)	0.059(2)	0.077(2)	0.057(2)	0.009(2)	0.018(2)	0.003(2)
C(53)	4e	1.0317(3)	0.3845(2)	0.0434(1)	0.056(2)	0.059(2)	0.040(1)	0.011(1)	0.006(1)	0.001(1)
C(54)	4e	1.0099(2)	0.4009(1)	0.09767(9)	0.036(1)	0.035(1)	0.041(1)	0.0068(9)	0.002(1)	0.0012(9)
C(55)	4e	0.6771(3)	0.4320(2)	0.2170(1)	0.046(2)	0.071(2)	0.060(2)	0.009(1)	0.010(1)	-0.007(2)
C(56)	4e	0.6153(3)	0.2723(2)	0.1592(1)	0.048(2)	0.051(2)	0.089(2)	-0.008(1)	0.010(2)	0.002(2)
C(57)	4e	1.0119(4)	0.0906(2)	0.0514(1)	0.097(3)	0.052(2)	0.062(2)	0.026(2)	-0.010(2)	-0.020(2)
C(58)	4e	1.2221(3)	0.1941(2)	0.1154(1)	0.048(2)	0.050(2)	0.098(3)	0.016(1)	0.006(2)	-0.008(2)
C(59)	4e	1.2740(3)	0.4967(2)	0.1886(1)	0.064(2)	0.065(2)	0.062(2)	-0.030(2)	0.011(2)	-0.007(2)
C(60)	4e	1.0330(3)	0.5553(2)	0.1175(2)	0.054(2)	0.033(1)	0.119(3)	0.002(1)	0.021(2)	0.002(2)

References

1. Beck, K.; Hünig, S.: Substituierte Isopyrazole als elektronenarme Diene zur Synthese von 2,3-Diazabicyclo[2.2.1]heptenen und deren Photoreaktionen. *Chem. Ber.* **120** (1987) 477-483.
2. Sheldrick, G. M.: SHELXTL release 5.10. Bruker Analytical X-ray Systems, 1997.