

## Diéthylacétamide\*

PAR CLAUDINE COHEN-ADDAD

Laboratoire de Spectrométrie Physique (associé au CNRS), Université Scientifique et Médicale de Grenoble,  
Boîte Postale n° 53, 38041 Grenoble CEDEX, France

(Reçu le 24 janvier 1979, accepté le 3 juillet 1979)

**Abstract.**  $C_6H_{13}NO$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 10.951(6)$ ,  $b = 7.396(6)$ ,  $c = 9.500(6)$  Å,  $\beta = 102.3(5)^\circ$ ,  $M_r = 115.20$ ,  $Z = 4$ ,  $d_x = 1.02$  Mg m $^{-3}$ ,  $R = 0.092$  with 638 reflexions. The diethyl part is not planar and the conformation of the molecule is analogous to that of diethylpropionamide. The conformation is compared to the NMR results obtained in solution.

**Introduction.** Ce travail fait partie d'une étude structurale systématique de dérivés de l'acide dipropylacétique présentant une activité sur le système nerveux central (Benoit-Guyod, 1967; Cohen-Addad & Grand, 1974; Cohen-Addad, D'Assenza, Taillandier & Benoit-Guyod, 1975, 1977). La conformation en solution de la diéthylacétamide (DEM) a été précédemment étudiée par résonance magnétique nucléaire (Cohen-Addad & Cohen-Addad, 1977). La détermination de sa structure cristalline permet une comparaison avec ces résultats et également avec la structure des dérivés homologues.

Le composé a été synthétisé par M. J. L. Benoit-Guyod, au Laboratoire de Chimie et Toxicologie, Université I, Grenoble. Des cristaux monocliniques, groupe d'espace  $P2_1/c$ , sont obtenus par évaporation à 277 K d'une solution dans l'éthanol. Les intensités diffractées par un cristal de  $0,25 \times 0,25 \times 0,2$  mm ont été collectées avec un diffractomètre automatique à quatre cercles Siemens selon la méthode des cinq points, avec un balayage de type  $\theta-2\theta$ , à la longueur d'onde  $K\alpha$  du cuivre (Troughton, 1969). La structure a été résolue par méthode directe à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971). Les paramètres cristallographiques ont été affinés par une méthode de moindres carrés utilisant le programme *ORXFLS3* (Busing *et al.*, 1962). Un affinement, portant sur 638 réflexions significatives [ $I > 3\sigma(I)$ ], a été effectué dans les conditions suivantes: coordonnées et facteurs de température anisotrope variables pour les atomes lourds, coordonnées fixes avec facteurs de température isotropes fixes pour les atomes d'hydrogène. Les positions de ces atomes ont été calculées ou

localisées sur des sections de Fourier-différence (hydrogènes méthyliques). L'étude de la courbe  $w(F_o - F_c)^2$  en fonction de  $F_o$  détermine la pondération (Rollett, 1965). L'indice résiduel vaut:  $R_{\text{pondéré}} = |\sum w(F_o - F_c)^2 / \sum wF_o^2|^{1/2} = 0,092$ .

Les coordonnées cristallographiques des atomes sont données dans le Tableau 1; les écarts types figurent entre parenthèses.† La Fig. 1 représente la conformation de la molécule projetée sur le plan C(1)–C(2)–C(3) (*ORTEP*, Johnson, 1965). Les principaux angles de valence et les distances interatomiques sont indiquées dans le Tableau 2, les angles de torsion dans le Tableau 3.

† Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes d'hydrogène non affinés ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34576: 7 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Diéthylacétamide: coordonnées cristallographiques des atomes ( $\times 10^4$ )

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$ (Å $^2$ )
C(1)	8673 (4)	7850 (5)	4990 (5)	3,0 (2)
C(2)	7701 (4)	6406 (6)	5064 (5)	3,3 (2)
C(3)	6560 (5)	6590 (8)	3874 (6)	5,8 (3)
C(4)	5886 (6)	8333 (10)	3825 (10)	8,6 (5)
C(5)	8321 (5)	4534 (8)	5105 (7)	5,4 (3)
C(6)	7545 (7)	3024 (9)	5525 (11)	9,2 (4)
O	8891 (3)	8368 (4)	3825 (3)	3,5 (2)
N	9282 (3)	8523 (5)	6244 (4)	3,6 (2)

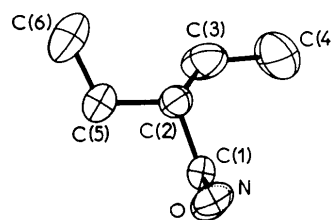


Fig. 1. Diéthylacétamide: conformation de la molécule projetée sur le plan C(1)–C(2)–C(3).

\* Structures Cristallines de Dérivés des Acides Dipropylacétique et Tripropylacétique. VII.

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles de valence (°) dans la diéthylacétamide

C(1)–C(2)	1,518 (6)	C(1)–C(2)–C(3)	112,4 (4)
C(2)–C(3)	1,501 (7)	C(1)–C(2)–C(5)	108,7 (4)
C(3)–C(4)	1,477 (9)	C(3)–C(2)–C(5)	113,2 (4)
C(2)–C(5)	1,535 (7)	C(2)–C(3)–C(4)	115,6 (5)
C(5)–C(6)	1,504 (9)	C(2)–C(5)–C(6)	113,6 (5)
C(1)–O	1,238 (5)	C(2)–C(1)–O	121,8 (4)
C(1)–N	1,330 (5)	C(2)–C(1)–N	116,3 (4)
		O–C(1)–N	121,9 (4)

Tableau 3. Angles de torsion (°) dans la diéthylacétamide (DEM): comparaison avec la diéthylpropionamide (DEPM) et le carbamate de propyl-2 pentyle (DPEC)

	DEM	DEPM	DPEC
C(1)–C(2)–C(5)–C(6)	166,5 (6)	170,2	164,2
C(1)–C(2)–C(3)–C(4)	–59,3 (7)	–67,5	–67,1
C(5)–C(2)–C(3)–C(4)	177,1 (5)	171,3	164,1
C(3)–C(2)–C(5)–C(6)	–67,8 (5)	–67,0	–65,7
N–C(1)–C(2)–C(5)	–92,4 (5)		
N–C(1)–C(2)–C(3)	141,5 (4)		
O–C(1)–C(2)–C(5)	87,3 (5)		
O–C(1)–C(2)–C(3)	–38,8 (6)		

**Discussion.** Certains dérivés homologues précédemment étudiés présentent une chaîne dialcyle plane, complètement étendue (Cohen-Addad & Grand, 1974). Par contre, dans la DEM les deux groupements éthyles ne sont pas coplanaires (voir Fig. 1). Les angles de torsion reportés dans le Tableau 3 montrent que cette conformation est identique à celle observée dans la diéthylpropionamide (DEPM) (Cohen-Addad *et al.*, 1975) et dans le carbamate de propyl-2 pentyle (DPEC) (Cohen-Addad *et al.*, 1977). Elle est également observée dans la *N*-(diéthylacétyl) glycyloisopropylamide (Aubry, 1976). De plus, DEM et DEPM présentent une grande analogie structurale: maille, position du centre de gravité et orientation générale des molécules voisines; l'enchaînement par liaisons hydrogène est identique avec, pour la DEM, deux liaisons de 2,926 (5) et 3,051 (5) Å.

Comme dans toutes les amides homologues, le groupement amide a une conformation *anti* avec un angle de torsion H(C2)–C(2)–C(1)–O de  $-156^\circ$ . On peut comparer ces résultats avec ceux obtenus par RMN en solution (Cohen-Addad & Cohen-Addad, 1977): la conformation cristalline de la DEM est présente en solution (25%) où, toutefois, la forme prépondérante (75%) correspond à une chaîne diéthyle plane étendue; le groupement amide a également en solution, la conformation *anti*. La mobilité de la chaîne dialcyle, ainsi mise en évidence pour la DEM, joue sans doute un rôle important lors de l'interaction des dérivés de cette série avec leur récepteur biologique.

Tous nos remerciements vont à Mme Lajzerowicz pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail, à MM A. Boucherle, J. L. Benoit-Guyod et G. Taillandier pour leur collaboration et à M G. D'Assenza pour son assistance technique.

#### Références

- AUBRY, A. (1976). Thèse d'Etat, CNRS n° AO 12.610.  
 BENOIT-GUYOD, J. L. (1967). Thèse d'Etat, Eymond Ed., Grenoble.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O., LEVY, H. A., ELLISON, R. D., HAMILTON, W. C., IBERS, J. A., JOHNSON, C. K. & THIESSEN, W. E. (1962). *ORXFLS3*. Report ORNL-TM-271. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 COHEN-ADDAD, C. & COHEN-ADDAD, J. P. (1977). *Spectrochim. Acta Part A*, **33**, 821–832.  
 COHEN-ADDAD, C., D'ASSENZA, G., TAILLANDIER, G. & BENOIT-GUYOD, J. L. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 835–841.  
 COHEN-ADDAD, C., D'ASSENZA, G., TAILLANDIER, G. & BENOIT-GUYOD, M. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 348–355.  
 COHEN-ADDAD, C. & GRAND, A. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1342–1346.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 ROLLETT, J. S. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, p. 334. Oxford: Pergamon Press.  
 TROUGHTON, P. G. H. (1969). PhD Thesis, Chemical Crystallography Laboratory, Imperial College, London.