

Structure du (Dinitro-2,4 phényl)-1 Imidazo[4,5-*b*]pyridine

PAR A. ESCANDE ET Y. DUMAS

Laboratoire de Minéralogie Cristallographie, Université de Montpellier II, place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier CEDEX, France

(Reçu le 17 juillet 1979, accepté le 1 janvier 1980)

**Abstract.**  $C_{12}H_7N_5O_4$ ,  $P2_1/a$ ,  $a = 14.582(9)$ ,  $b = 7.823(6)$ ,  $c = 11.291(8)$  Å,  $\beta = 106.10(5)^\circ$ ,  $V = 1237$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.47$ ,  $D_x = 1.53$  Mg m<sup>-3</sup>. The structure was solved by direct methods and refined by least squares to  $R = 0.058$  for 1262 reflexions. The configuration of the title compound is confirmed.

**Introduction.** Le produit synthétisé par action du chloro-1 dinitro-2,4 benzène sur l'imidazo[4,5-*b*]pyridine pouvait être un des trois isomères (*a*), (*b*) ou (*c*) représentés sur la Fig. 1.

Une étude RMN permet à Elguero, Fruchier & Mignonac-Mandon (1972) d'envisager l'existence du composé (*b*) avec le groupement NO<sub>2</sub> en *ortho* du côté imidazolique. Cette étude structurale fut entreprise pour vérifier cette hypothèse.

Les intensités de 2393 réflexions ont été collectées à la température ambiante sur un diffractomètre automatique Enraf-Nonius en utilisant le rayonnement  $K\alpha$  du cuivre après réflexion sur un monochromateur de graphite. La solution de la structure donnée par le système de programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) a permis d'éliminer tout de suite l'hypothèse (*c*). Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope des deux solutions (*a*) et (*b*) ont été affinées jusqu'à des facteurs d'accord respectivement égaux à 0,115 et 0,105. Ces valeurs et des valeurs anormales pour les facteurs d'agitation thermique des atomes d'azote et de carbone en position *para* dans le modèle (*a*) confirment le choix de la solution (*b*). Après avoir positionné les atomes d'hydrogène par le calcul, les affinements ont été

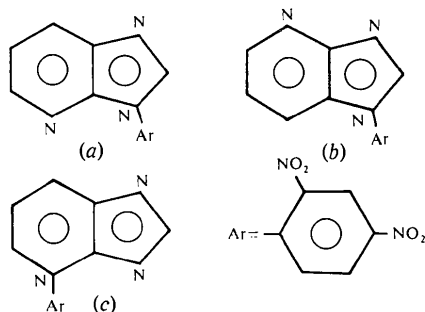


Fig. 1. Représentation des trois types de molécules possibles.

Tableau 1. Paramètres atomiques ( $\times 10^4$ ) et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å<sup>2</sup>) avec écarts types indiqués entre parenthèses

Les paramètres d'agitation thermique isotropes ont été calculés à partir des paramètres d'agitation thermique anisotrope selon l'expression

$$B_{\text{éq}} = \frac{1}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{13}ac \cos \beta).$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{éq}}$
N(1)	3160 (3)	11222 (5)	5093 (4)	3,9 (1)
C(2)	2736 (3)	9857 (7)	4570 (5)	3,8 (1)
N(3)	3111 (3)	9188 (5)	3668 (3)	2,9 (1)
C(4)	4470 (3)	10338 (7)	2907 (4)	3,6 (1)
C(5)	5084 (3)	11695 (7)	3161 (5)	4,2 (1)
C(6)	5055 (3)	12883 (7)	4046 (5)	4,2 (1)
N(7)	4449 (3)	12852 (5)	4743 (4)	4,0 (1)
C(8)	3861 (3)	11533 (6)	4502 (5)	3,1 (1)
C(9)	3847 (3)	10288 (6)	3626 (4)	2,7 (1)
C(10)	2774 (3)	7789 (6)	2885 (4)	2,5 (1)
C(11)	3387 (3)	6487 (6)	2830 (4)	3,1 (1)
C(12)	3081 (3)	5090 (6)	2074 (4)	3,5 (1)
C(13)	2146 (4)	5008 (6)	1409 (4)	3,1 (1)
C(14)	1512 (3)	6262 (7)	1442 (4)	3,3 (1)
C(15)	1846 (3)	7654 (6)	2163 (4)	2,9 (1)
N(16)	1834 (4)	3552 (6)	587 (4)	5,0 (1)
O(17)	2424 (3)	2501 (6)	506 (4)	8,1 (1)
O(18)	991 (3)	3456 (5)	62 (4)	7,2 (1)
N(19)	1163 (3)	9055 (7)	2125 (4)	4,8 (1)
O(20)	1456 (3)	10505 (5)	2190 (4)	7,1 (1)
O(21)	345 (2)	8677 (5)	2027 (4)	7,1 (1)

Tableau 2. Longueurs des liaisons (Å)

Les écarts types portant sur la dernière décimale sont entre parenthèses.

N(1)–C(2)	1,292 (6)	C(10)–C(11)	1,368 (6)
C(2)–N(3)	1,384 (6)	C(11)–C(12)	1,382 (7)
N(3)–C(9)	1,386 (6)	C(12)–C(13)	1,364 (7)
C(9)–C(8)	1,384 (7)	C(13)–C(14)	1,355 (7)
C(9)–C(4)	1,376 (6)	C(14)–C(15)	1,366 (7)
C(4)–C(5)	1,367 (7)	C(15)–C(10)	1,378 (6)
C(5)–C(6)	1,373 (7)	C(15)–N(19)	1,474 (7)
C(6)–N(7)	1,337 (7)	N(19)–O(21)	1,204 (6)
N(7)–C(8)	1,321 (6)	N(19)–O(20)	1,207 (7)
C(8)–N(1)	1,390 (8)	C(13)–N(16)	1,460 (7)
N(3)–C(10)	1,406 (6)	N(16)–O(17)	1,212 (7)
		N(16)–O(18)	1,210 (7)

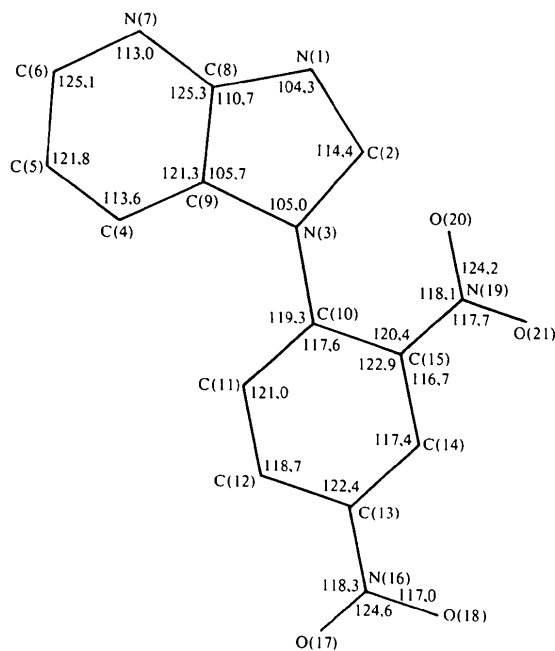


Fig. 2. Angles de liaisons ( $^{\circ}$ ); les écarts types sont de l'ordre de 0,2 à 0,4 $^{\circ}$ .

poursuivis en tenant compte de l'anisotropie de l'agitation thermique de tous les atomes non hydrogènes et en minimisant  $\sum w(|KF_o| - |F_c|)^2$  où  $w = 1/\sigma^2(F)$ . Ils ont conduit pour les 1262 réflexions les plus intenses à un facteur d'accord pondéré final  $R(w)$  de 0,046 ( $R = 0,058$ ),\*

\* Les listes des facteurs de structure et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35003: 10 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.

*Acta Cryst.* (1980). B36, 1218–1220

## The Structure of *p*-Nitrophenoxyacetic Acid

By S. VIJAY KUMAR AND LEELA M. RAO

*Department of Physics, Indian Institute of Technology, Bombay-400 076, India*

(Received 26 September 1979; accepted 20 December 1979)

**Abstract.**  $C_8H_7NO_5$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $Z = 2$ ,  $a = 8.283$  (1),  $b = 6.960$  (3),  $c = 7.553$  (3) Å,  $\alpha = 95.712$  (19),  $\beta = 108.528$  (21),  $\gamma = 87.746$  (20) $^{\circ}$ . The structure was determined by direct methods and refined to  $R = 0.087$  by full-matrix least squares with anisotropic temperature factors. The molecules dimerize, about a centre of symmetry, as is usual with simple carboxylic acids, and

0567-7408/80/051218-03\$01.00

Au Tableau 1 figurent les coordonnées finales ainsi que les facteurs d'agitation thermique équivalents des atomes numérotés conformément au schéma de la Fig. 2. Les longueurs de liaisons sont données dans le Tableau 2 et les angles sont portés sur la Fig. 2.

**Discussion.** Selon Pauling (1960), les rayons des atomes de carbone et d'azote, dans le cas d'une simple liaison covalente, sont respectivement égaux à 0,772 et 0,74 Å et prennent les valeurs 0,667 et 0,62 Å dans le cas d'une double liaison covalente. Ceci permet de prévoir des longueurs de liaisons carbone–azote plus courtes que les longueurs de liaisons carbone–carbone. La configuration (b) choisie est bien en accord avec cette prévision puisqu'elle nous donne d'une part:  $N(7)-C(6) = 1,337$ ,  $N(7)-C(8) = 1,321$  Å et, d'autre part  $C(4)-C(5) = 1,367$  et  $C(4)-C(9) = 1,376$  Å.

Un calcul de plan moyen a permis de vérifier la planéité de la partie de la molécule formée par les atomes N(1), C(2), N(3), C(4), C(5), C(6), C(7), C(8), C(9) et nous donne un angle dièdre de 56,2 $^{\circ}$  entre cette partie et le plan du phényle. Le plan formé par N(16), O(17), O(18) fait un angle de 5,4 $^{\circ}$  avec le plan du cycle alors que le groupement N(19), O(20), O(21) fait un angle relativement important de 35,9 $^{\circ}$ .

### Références

- ELGUERO, J., FRUCHIER, A. & MIGNONAC-MANDON, S. (1972). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 2916–2924.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.  
 PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, p. 139. Ithaca: Cornell Univ. Press.

are linked by a pair of hydrogen bonds with  $O \cdots O$  2.59 (1) Å. The geometry of the carboxyl group shows that the packing of these groups is disordered.

**Introduction.** Crystals suitable for X-ray analysis were obtained by slow evaporation from a mixture of methanol and bromobenzene and also separately from

© 1980 International Union of Crystallography