

Schmittou & Ibers, 1981; Lay, Buchler, Kenny & Scheidt, 1986). Both revealed pronounced non-planarity of the porphinato core owing to steric hindrance between the alkyl substituents.

#### References

COLLMAN, J. P., CHONG, A. O., JAMESON, G. B., OAKLEY, R. T., ROSE, E., SCHMITTOU, E. R. & IBERS, J. A. (1981). *J. Am. Chem. Soc.* **103**, 516–533.

*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, pp. 71–98, 149. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)

ITO, T. (1981). *Acta Cryst.* **A37**, 621–624.

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.

LAY, K.-L., BUCHLER, J. W., KENNY, J. E. & SCHEIDT, W. R. (1986). *Inorg. Chim. Acta*, **123**, 91–97.

MARUYAMA, K., NAGATA, T. & OSUKA, A. (1988). *J. Phys. Org. Chem.* **1**, 63–73.

SAKURAI, T. & KOBAYASHI, K. (1979). *Rikagaku Kenkyusho Houkoku*, **55**, 69–77.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1747–1749

## *N*-(Diméthyl-4,6 pyridyl-2) Phényl-3 Propénamide-(*E*) Hydrate (2/1)

PAR N. RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

ET S. ROBERT-PIESSARD ET G. LE BAUT

Laboratoire de Chimie thérapeutique, Faculté de Pharmacie, 1 Rue Gaston Veil, 44035 Nantes CEDEX, France

(Reçu le 17 janvier 1990, accepté le 6 mars 1990)

**Abstract.**  $2C_{16}H_{16}N_2O \cdot H_2O$ ,  $M_r = 522.65$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 14.208$  (3),  $b = 14.764$  (3),  $c = 28.592$  (5) Å,  $\beta = 103.76$  (2)°,  $V = 5825$  (4) Å<sup>3</sup>,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.192$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.072$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 2224$ ,  $T = 295$  (1) K,  $R = 0.044$  for 3584 independent reflections. Bond lengths and angles agree with those obtained for related compounds. The four organic molecules in the asymmetric unit have similar geometries. Each of them is approximately planar with a delocalized orbital over the amide group. The largest value of the dihedral angle between the phenyl-ring plane and that of the ethylenic bond is 5.5°. So the  $\pi$  electrons of the ethylenic bond are conjugated with those of the phenyl ring. In the four molecules, the dihedral angles between the two ring planes are respectively 18.0, 1.9, 7.8 and 1.9°. This compound proved to

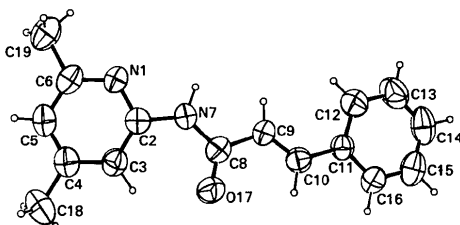


Fig. 1. Dessin de la molécule 1 et numéros attribués à ses atomes.

have anti-inflammatory properties. It has been studied in order to determine its precise molecular geometry and, therefore, to determine the critical values of the steric parameters which allow pharmacological activity.

**Partie expérimentale.** Cristal approximativement parallélépipédique: 0,19 × 0,21 × 0,32 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles

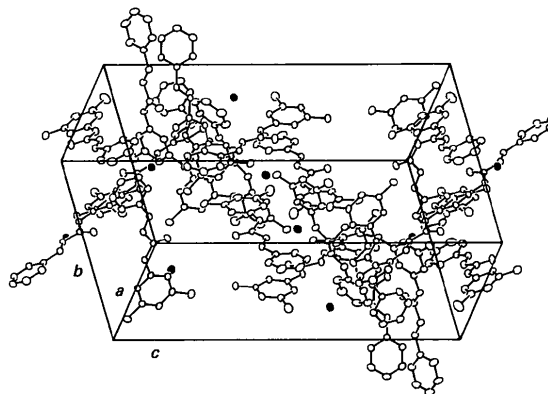


Fig. 2. Vue de la structure en perspective. Les ellipsoïdes noirs représentent les atomes d'oxygène des molécules d'eau. *a* est orienté de l'avant vers l'arrière de la figure, *b* du bas vers le haut et *c* de la gauche vers la droite.

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents et écarts-type

$$B_{eq} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + (abc\cos\gamma)\beta_{12} + (accos\beta)\beta_{13} + (bccos\alpha)\beta_{23}]$$

	x	y	z	B <sub>eq</sub> (Å <sup>2</sup> )
O(1)	0,2260 (2)	0,4971 (2)	0,57892 (9)	5,44 (7)
O(2)	0,3500 (2)	-0,0072 (2)	0,58109 (8)	4,94 (7)
N(101)	0,8655 (2)	0,3024 (2)	0,3813 (1)	4,34 (8)
C(102)	0,8843 (2)	0,3471 (3)	0,3437 (1)	4,1 (1)
C(103)	0,9077 (3)	0,3045 (3)	0,3051 (1)	4,7 (1)
C(104)	0,9078 (3)	0,2113 (3)	0,3038 (1)	4,9 (1)
C(105)	0,8861 (3)	0,1649 (3)	0,3415 (2)	5,3 (1)
C(106)	0,8656 (3)	0,2118 (3)	0,3799 (1)	4,8 (1)
N(107)	0,8731 (2)	0,4408 (2)	0,3474 (1)	4,57 (8)
C(108)	0,8936 (3)	0,5071 (3)	0,3180 (1)	4,7 (1)
C(109)	0,8558 (3)	0,5968 (3)	0,3283 (1)	4,6 (1)
C(110)	0,8585 (3)	0,6682 (3)	0,3010 (1)	4,5 (1)
C(111)	0,8211 (2)	0,7576 (3)	0,3070 (1)	4,23 (9)
C(112)	0,7854 (3)	0,7802 (3)	0,3463 (2)	6,4 (1)
C(113)	0,7487 (3)	0,8650 (3)	0,3507 (2)	7,3 (1)
C(114)	0,7480 (3)	0,9300 (3)	0,3161 (2)	7,1 (1)
C(115)	0,7855 (3)	0,9087 (3)	0,2775 (2)	6,4 (1)
C(116)	0,8204 (3)	0,8245 (3)	0,2729 (1)	5,0 (1)
O(117)	0,9371 (2)	0,4941 (2)	0,28681 (9)	5,95 (7)
C(118)	0,9278 (3)	0,1610 (3)	0,2614 (2)	7,4 (1)
C(119)	0,8430 (3)	0,1634 (3)	0,4219 (2)	6,8 (1)
N(201)	0,2837 (2)	0,1293 (2)	0,9991 (1)	4,97 (8)
C(202)	0,3767 (3)	0,1427 (3)	1,0214 (1)	4,39 (9)
C(203)	0,4081 (3)	0,1622 (3)	1,0697 (1)	4,6 (1)
C(204)	0,3401 (3)	0,1695 (3)	1,0969 (1)	4,8 (1)
C(205)	0,2445 (3)	0,1565 (3)	1,0741 (1)	5,7 (1)
C(206)	0,2179 (3)	0,1373 (3)	1,0257 (1)	5,4 (1)
N(207)	0,4385 (2)	0,1348 (2)	0,9899 (1)	4,59 (8)
C(208)	0,5363 (2)	0,1264 (3)	1,0002 (1)	4,14 (9)
C(209)	0,5744 (3)	0,1088 (3)	0,9577 (1)	4,4 (1)
C(210)	0,6669 (2)	0,1072 (3)	0,9588 (1)	4,2 (1)
C(211)	0,7092 (2)	0,0898 (3)	0,9177 (1)	3,99 (9)
C(212)	0,6536 (3)	0,0666 (3)	0,8727 (1)	4,9 (1)
C(213)	0,6948 (3)	0,0529 (3)	0,8343 (1)	6,0 (1)
C(214)	0,7929 (3)	0,0628 (3)	0,8406 (2)	6,9 (1)
C(215)	0,8500 (3)	0,0846 (3)	0,8846 (2)	7,1 (1)
C(216)	0,8088 (3)	0,0982 (3)	0,9232 (1)	5,3 (1)
O(217)	0,5869 (2)	0,1302 (2)	1,04113 (8)	5,66 (7)
C(218)	0,3707 (3)	0,1915 (3)	1,1494 (2)	6,7 (1)
C(219)	0,1147 (3)	0,1219 (4)	0,9997 (2)	8,4 (2)
N(301)	0,4741 (2)	0,1967 (2)	0,6185 (1)	3,87 (7)
C(302)	0,5326 (2)	0,1537 (2)	0,6554 (1)	3,79 (9)
C(303)	0,6014 (3)	0,1975 (3)	0,6908 (1)	4,2 (1)
C(304)	0,6091 (3)	0,2889 (3)	0,6884 (1)	4,4 (1)
C(305)	0,5477 (3)	0,3349 (3)	0,6512 (1)	4,5 (1)
C(306)	0,4813 (3)	0,2872 (3)	0,6172 (1)	4,13 (9)
N(307)	0,5156 (2)	0,0605 (2)	0,6542 (1)	4,41 (8)
C(308)	0,5645 (3)	-0,0059 (3)	0,6831 (1)	4,6 (1)
C(309)	0,5180 (3)	-0,0952 (3)	0,6727 (1)	4,7 (1)
C(310)	0,5439 (3)	-0,1684 (3)	0,6979 (1)	4,6 (1)
C(311)	0,5004 (2)	-0,2575 (3)	0,6889 (1)	4,05 (9)
C(312)	0,4236 (3)	-0,2745 (3)	0,6498 (2)	5,6 (1)
C(313)	0,3829 (3)	-0,3587 (3)	0,6422 (1)	6,3 (1)
C(314)	0,4183 (3)	-0,4296 (3)	0,6723 (1)	5,4 (1)
C(315)	0,4943 (3)	-0,4142 (3)	0,7102 (1)	5,1 (1)
C(316)	0,5351 (3)	-0,3298 (3)	0,7189 (1)	4,8 (1)
O(317)	0,6393 (2)	0,0062 (2)	0,71363 (9)	5,64 (7)
C(318)	0,6821 (3)	0,3405 (3)	0,7261 (2)	6,2 (1)
C(319)	0,4109 (3)	0,3335 (3)	0,5765 (2)	6,0 (1)
N(401)	0,2799 (2)	0,1262 (2)	0,5053 (1)	4,48 (8)
C(402)	0,3483 (2)	0,1394 (3)	0,4812 (1)	4,04 (9)
C(403)	0,3306 (3)	0,1599 (3)	0,4329 (1)	4,4 (1)
C(404)	0,2347 (3)	0,1673 (3)	0,4077 (1)	4,5 (1)
C(405)	0,1634 (3)	0,1541 (3)	0,4320 (1)	5,1 (1)
C(406)	0,1871 (3)	0,1333 (5)	0,4806 (1)	4,9 (1)
N(407)	0,4421 (2)	0,1317 (2)	0,5117 (1)	4,43 (8)
C(408)	0,5286 (2)	0,1221 (3)	0,4998 (1)	4,1 (1)
C(409)	0,6099 (2)	0,1058 (3)	0,5415 (1)	4,3 (1)
C(410)	0,7006 (3)	0,1060 (3)	0,5389 (1)	4,22 (9)
C(411)	0,7856 (2)	0,0893 (3)	0,5781 (1)	3,86 (9)
C(412)	0,7776 (3)	0,0650 (3)	0,6239 (1)	4,4 (1)
C(413)	0,8588 (3)	0,0506 (3)	0,6603 (1)	5,4 (1)
C(414)	0,9492 (3)	0,0597 (3)	0,6518 (2)	6,0 (1)
C(415)	0,9590 (3)	0,0823 (3)	0,6070 (2)	6,3 (1)
C(416)	0,8780 (3)	0,0972 (3)	0,5703 (1)	5,5 (1)
O(417)	0,5367 (2)	0,1252 (2)	0,45832 (8)	5,68 (7)
C(418)	0,2106 (3)	0,1884 (3)	0,3552 (1)	6,5 (1)
C(419)	0,1120 (3)	0,1183 (4)	0,5078 (2)	7,5 (1)

Tableau 2. Longueurs (Å), angles des liaisons (°) et écarts-type

	1	2	3	4
N(1)-C(2)	1,343 (5)	1,338 (4)	1,337 (4)	1,333 (5)
N(1)-C(6)	1,338 (5)	1,341 (5)	1,340 (5)	1,344 (4)
C(2)-C(3)	1,378 (6)	1,377 (5)	1,389 (5)	1,376 (5)
C(2)-N(7)	1,399 (5)	1,404 (5)	1,396 (5)	1,413 (4)
C(3)-C(4)	1,376 (6)	1,379 (6)	1,371 (5)	1,386 (5)
C(4)-C(5)	1,372 (6)	1,373 (5)	1,376 (5)	1,372 (6)
C(4)-C(18)	1,305 (6)	1,495 (5)	1,505 (5)	1,490 (5)
C(5)-C(6)	1,387 (6)	1,376 (6)	1,378 (5)	1,382 (5)
C(6)-C(19)	1,497 (6)	1,495 (5)	1,506 (5)	1,481 (6)
N(7)-C(8)	1,366 (5)	1,356 (4)	1,363 (5)	1,357 (5)
C(8)-C(9)	1,485 (6)	1,465 (5)	1,473 (5)	1,469 (4)
C(8)-O(17)	1,215 (5)	1,221 (4)	1,217 (4)	1,217 (4)
C(9)-C(10)	1,318 (5)	1,307 (5)	1,304 (5)	1,308 (5)
C(10)-C(11)	1,448 (6)	1,465 (5)	1,450 (5)	1,460 (4)
C(10)-C(12)	1,380 (6)	1,385 (5)	1,383 (5)	1,387 (5)
C(11)-C(16)	1,387 (6)	1,391 (5)	1,385 (5)	1,389 (5)
C(12)-C(13)	1,374 (7)	1,377 (6)	1,366 (6)	1,373 (5)
C(13)-C(14)	1,377 (7)	1,369 (6)	1,372 (6)	1,370 (6)
C(14)-C(15)	1,370 (7)	1,364 (6)	1,355 (5)	1,361 (6)
C(15)-C(16)	1,357 (6)	1,382 (6)	1,373 (6)	1,379 (5)
C(2)-N(1)-C(6)	117,7 (3)	117,4 (3)	117,2 (3)	117,4 (3)
N(1)-C(2)-C(3)	123,4 (4)	123,8 (4)	123,5 (3)	124,7 (3)
N(1)-C(2)-N(7)	112,1 (3)	112,3 (3)	112,2 (3)	111,5 (3)
C(3)-C(2)-N(7)	124,4 (4)	123,9 (3)	124,4 (3)	123,8 (3)
C(2)-C(3)-C(4)	118,6 (4)	118,6 (3)	118,5 (3)	117,5 (4)
C(3)-C(4)-C(5)	118,6 (4)	117,9 (3)	118,4 (3)	118,6 (3)
C(3)-C(4)-C(18)	121,0 (4)	120,4 (3)	120,5 (3)	120,2 (4)
C(5)-C(4)-C(18)	120,4 (4)	121,7 (4)	121,1 (4)	121,2 (3)
C(4)-C(5)-C(6)	120,0 (4)	120,7 (4)	120,0 (4)	120,5 (3)
N(1)-C(6)-C(5)	121,8 (4)	121,7 (3)	122,3 (3)	121,4 (4)
N(1)-C(6)-C(19)	116,8 (4)	116,0 (4)	115,7 (3)	116,8 (3)
C(5)-C(6)-C(19)	121,4 (4)	122,2 (4)	122,0 (3)	121,9 (3)
C(2)-N(7)-C(8)	128,2 (3)	129,3 (3)	124,9 (3)	129,3 (3)
N(7)-C(8)-C(9)	112,2 (3)	113,5 (3)	112,4 (3)	113,5 (3)
N(7)-C(8)-O(17)	123,9 (4)	122,9 (3)	124,2 (4)	122,6 (3)
C(9)-C(8)-O(17)	123,9 (4)	123,6 (3)	123,4 (3)	123,8 (3)
C(8)-C(9)-C(10)	122,2 (4)	123,4 (3)	125,1 (3)	123,7 (3)
C(9)-C(10)-C(11)	126,6 (4)	125,9 (3)	126,9 (3)	127,1 (4)
C(10)-C(11)-C(12)	122,2 (4)	122,5 (3)	121,9 (3)	122,0 (3)
C(10)-C(11)-C(16)	120,6 (4)	119,6 (3)	121,0 (3)	120,2 (3)
C(12)-C(11)-C(16)	117,2 (4)	117,9 (4)	117,1 (4)	117,8 (3)
C(11)-C(12)-C(13)	121,1 (4)	121,4 (4)	121,0 (4)	120,8 (4)
C(12)-C(13)-C(14)	120,5 (5)	119,5 (4)	121,1 (4)	120,3 (4)
C(13)-C(14)-C(15)	118,8 (4)	120,6 (4)	118,5 (4)	120,0 (3)
C(14)-C(15)-C(16)	119,9 (4)	120,7 (4)	121,3 (4)	120,2 (4)
C(11)-C(16)-C(15)	121,7 (4)	120,6 (3)	121,0 (3)	120,8 (4)
O(1)-H(O1)...O(217)*	2,754 (4) 170	N(107)-H(107)...O(117)*	2,946 (4) 176	
O(1)-H(O1)...N(201)*	2,944 (4) 167	N(207)-H(207)...N(101)*	3,169 (4) 151	
O(2)-H(O2)...O(417)*	2,785 (4) 168	N(307)-H(307)...O(2)*	2,926 (3) 173	
O(2)-H(O2)...N(401)*	2,922 (4) 168	N(407)-H(407)...N(301)*	3,130 (4) 153	

Code de symétrie: (i)  $-\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, -\frac{1}{2} + z$ ; (ii)  $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ ; (iii)  $1 - x, -y, 1 - z$ ; (iv)  $1 - x, 1 - y, 1 - z$ ; (v)  $-\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ .

\* Liaison hydrogène.

que  $6,55 \leq \theta \leq 14,36^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,039 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,516 \text{ \AA}^{-1}$ ;  $0 \leq h \leq 14$ ,  $0 \leq k \leq 15$ ,  $-29 \leq l \leq 28$ . Réflexions de contrôle de l'intensité: 416, 417 et 412. Variations non significatives de  $I$  au cours des mesures. 6716 réflexions indépendantes mesurées, 3132 inobservées [ $I \leq 1,5\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H des molécules d'eau, H liés à N(7), C(18) et C(19): série de Fourier des  $\Delta F$ . Autres H: positions calculées. Affinement basé sur les  $F$ , programme à matrice complète. Paramètres affinés:  $x, y, z$  et  $\beta_{ij}$  de C, N et O. Coordonnées des H non affinées: nombre insuffisant de réflexions.  $R = 0,044$ ,  $wR = 0,043$ ,  $S = 1,25$ ,

$w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,02$ ,  $|\Delta\rho|_{\max} = 0,16$  (4) e Å<sup>-3</sup>. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Angles de torsion: ORFFE (Busing, Martin & Levy, 1964). Fig. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976).

Les coordonnées atomiques relatives sont rapportées dans le Tableau 1.\* Les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les quatre molécules de *N*-(diméthyl-4,6 pyridyl-2) phényl-3 propénamide (*E*) présentes dans l'unité asymétrique sont désignées respectivement par molécule 1, molécule 2, molécule 3 et molécule 4. Les numéros utilisés pour nommer leurs atomes s'obtiennent en ajoutant aux numéros indiqués sur la Fig. 1, les nombres 100, 200, 300 ou 400. Le premier chiffre du numéro obtenu désigne ainsi la molécule à laquelle appartient l'atome. La Fig. 1 représente la molécule 1 et la Fig. 2 une vue de la structure en perspective.

**Littérature associée.** Structure de l'acide (isobutyl-4 phényl)-2 propionique (McConnell, 1974). Ce composé, dénommé aussi ibuprofen ou prufen, est un antipyrétique et un anti-inflammatoire. Etude spectrale de quelques *N*-(pyridinyl-2) benzamides et structure cristalline du *N*-éthyl *N*-(diméthyl-4,6 pyridinyl-2) benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut &

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des paramètres (non affinis) des atomes d'hydrogène, des distances C—H, N—H et O—H, des distances des atomes aux plans moyens, des angles de torsion et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52847: 44 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Brion, 1987). Synthèse et effets dopaminergiques centraux des *N*-(diméthyl-4,6 pyridinyl-2) benzamides (Bouhayat, Piessard, Le Baut, Sparfel, Petit, Piriou & Welin, 1985). Structure cristalline du *N*-(diméthyl-4,6 pyridinyl-2) benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut & Michelet, 1986). Composés anti-inflammatoires non acides: activité des *N*-(diméthyl-4,6 pyridinyl-2) benzamides et de composés dérivés (Robert-Piessard, Le Baut, Courant, Brion, Sparfel, Bouhayat, Petit, Sanchez, Juge, Grimaud & Welin, 1990).

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
- BOUHAYAT, S., PLESSARD, S., LE BAUT, G., SPARFEL, L., PETIT, J. Y., PIRIOU, F. & WELIN, L. (1985). *J. Med. Chem.* **28**, 555–559.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- MCCONNELL, J. F. (1974). *Cryst. Struct. Commun.* **3**, 73–75.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- ROBERT-PIESSARD, S., LE BAUT, G., COURANT, J., BRION, J. D., SPARFEL, L., BOUHAYAT, S., PETIT, J. Y., SANCHEZ, R. Y., JUGE, M., GRIMAUD, N. & WELIN, L. (1990). *Eur. J. Med. Chem.* **25**, 9–19.
- RODIER, N., PLESSARD, S., LE BAUT, G. & BRION, J. D. (1987). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 250–254.
- RODIER, N., PLESSARD, S., LE BAUT, G. & MICHELET, A. (1986). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 418–422.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 1749–1751

## Structure of a Thiadiazole

BY KENTARO YAMAGUCHI, AKIO OHSAWA AND CHIKAKO KAWABATA

*School of Pharmaceutical Sciences, Showa University, 1-5-8 Hatanodai, Shinagawa-ku, Tokyo 142, Japan*

(Received 7 February 1990; accepted 26 March 1990)

**Abstract.** 3-Amino-4-azido-1,2,5-thiadiazole, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>N<sub>6</sub>S, *M<sub>r</sub>* = 142.1, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>/*a*, *a* = 9.018 (1), *b* = 10.975 (1), *c* = 5.5305 (1) Å, β = 99.17 (1)°, *U* = 540.4 (1) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.747 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Cu Kα<sub>1</sub>) = 1.54050 Å, μ = 4.423 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 288, *T* = 293 K, final *R* = 0.058 for 761 reflexions. The azido group adopts an extended *trans* conforma-

tion. The amino N atom, with *sp*<sup>2</sup> character, participates in two N···N intermolecular hydrogen bonds, 3.264 (5) and 3.125 (5) Å.

**Experimental.** A pale-yellow prism, 0.30 × 0.15 × 0.55 mm, by recrystallization from C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. Rigaku AFC-5 four-circle diffractometer used with θ–2θ