

Education (to ZW) and by PHS Grant No. DK26546 (to WLD).

References

DUAX, W. L., GRIFFIN, J. F. & ROHRER, D. C. (1981). *J. Am. Chem. Soc.* **103**, 6705–6712.

JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.

MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.

Acta Cryst. (1992). **C48**, 572–574

N-(4,6-Diméthylpyridin-2-yl)(thiën-2-yl)carboxamide

PAR N. RODIER

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

ET J.-M. ROBERT ET G. LE BAUT

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

(Reçu le 23 juillet 1991, accepté le 23 août 1991)

Abstract. *N*-(4,6-Dimethyl-2-pyridyl)-2-thiophenecarboxamide, C₁₂H₁₂N₂OS, *M_r* = 232.3, triclinic, *P*1̄, *a* = 10.723 (2), *b* = 10.656 (1), *c* = 15.210 (3) Å, α = 88.51 (1), β = 120.46 (1), γ = 123.41 (1)°, *V* = 1171 (1) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.318 Mg m⁻³, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 2.24 mm⁻¹, *F*(000) = 488, *T* = 294 (1) K, *R* = 0.038 for 3269 independent observed reflections. Molecules (1) and (2) in the asymmetric unit have similar geometries and are almost planar. However, the thienyl ring of (2) occupies two positions approximately rotated by 180° around the C(28)—C(29) bond, the larger occupancy factor being equal to 0.915 (2). In each molecule, there is an intramolecular hydrogen bond which forms a pseudo-six-membered ring: C(3)—H(3)⋯O(14) in (1) and C(23)—H(23)⋯O(34) in (2). Each molecule is also involved in three intermolecular hydrogen bonds: N(7)—H(7)⋯N(21ⁱ) [(i) 1 + *x*, *y*, *z*], C(12)—H(12)⋯O(34) and N(27)—H(27)⋯N(1ⁱⁱ) [(ii) -1 + *x*, *y*, *z*]. The title compound exhibits a significant anti-inflammatory activity. An X-ray study was performed in order to compare its molecular geometry with those of other *N*-(4,6-dimethyl-2-pyridyl)arylcarboxamides.

Partie expérimentale. Dimensions approximatives du cristal: 0,17 × 0,20 × 0,35 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que 14,17 ≤ θ ≤ 34,39°. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. 0,023 ≤ (sin θ)/λ ≤ 0,573 Å⁻¹, 0 ≤ *h* ≤ 12, -12 ≤ *k*

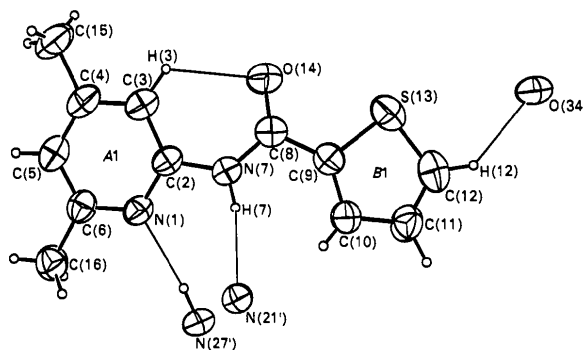


Fig. 1. Dessin de la molécule (1) et des liaisons hydrogène qu'elle réalise, numéros attribués aux atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

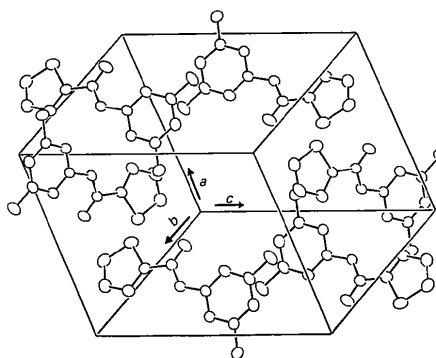


Fig. 2. Vue de la structure en perspective. Seule la position *a* du cycle thiënnyl de la molécule (2) a été représentée.

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

$$B_{\text{eq}} = (4/3)(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}abc\cos\gamma + \beta_{13}acc\cos\beta + \beta_{23}bcc\cos\alpha).$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
N(1)	1,0176 (2)	0,1770 (2)	0,6033 (1)	3,70 (3)
C(2)	0,8778 (2)	0,1775 (2)	0,5752 (1)	3,73 (4)
C(3)	0,8041 (2)	0,2265 (2)	0,4913 (1)	4,47 (4)
C(4)	0,8800 (2)	0,2776 (2)	0,4341 (1)	4,63 (5)
C(5)	1,0233 (2)	0,2756 (2)	0,4623 (1)	4,56 (5)
C(6)	1,0889 (2)	0,2243 (2)	0,5467 (1)	3,99 (4)
N(7)	0,8155 (2)	0,1236 (2)	0,6403 (1)	4,03 (3)
C(8)	0,7207 (2)	0,1544 (2)	0,6581 (1)	4,13 (4)
C(9)	0,7102 (2)	0,1115 (2)	0,7483 (1)	3,95 (4)
C(10)	0,7993 (2)	0,0655 (2)	0,8266 (1)	4,76 (4)
C(11)	0,7581 (2)	0,0458 (2)	0,9034 (1)	5,25 (5)
C(12)	0,6419 (2)	0,0768 (3)	0,8824 (2)	5,58 (5)
S(13)	0,57947 (5)	0,13015 (6)	0,77117 (4)	5,82 (1)
O(14)	0,6549 (2)	0,2175 (2)	0,6080 (1)	6,12 (4)
C(15)	0,8042 (3)	0,3324 (3)	0,3424 (2)	6,26 (4)
C(16)	1,2435 (2)	0,2192 (2)	0,5806 (2)	5,02 (5)
N(21)	-0,1074 (1)	-0,1104 (1)	0,7134 (1)	3,64 (3)
C(22)	0,0684 (2)	-0,0543 (2)	0,7810 (1)	3,34 (3)
C(23)	0,1172 (2)	-0,1490 (2)	0,8250 (1)	3,72 (4)
C(24)	-0,0221 (2)	-0,3092 (2)	0,7966 (1)	4,04 (4)
C(25)	-0,2041 (2)	-0,3683 (2)	0,7248 (1)	4,51 (5)
C(26)	-0,2419 (2)	-0,2663 (2)	0,6849 (1)	4,07 (4)
N(27)	0,1955 (2)	0,1090 (1)	0,8013 (1)	3,75 (3)
C(28)	0,3790 (2)	0,2126 (2)	0,8843 (1)	3,56 (3)
C(29)	0,4704 (2)	0,3799 (2)	0,8867 (1)	3,70 (4)
C(30a)	0,4031 (2)	0,4616 (2)	0,8491 (2)	4,89 (5)
C(30b)	0,643	0,488	0,907	4,8
C(31a)	0,5345 (3)	0,6203 (2)	0,8719 (2)	5,35 (6)
C(31b)	0,677	0,637	0,908	5,4
C(32a)	0,7049 (3)	0,6626 (3)	0,9246 (2)	5,69 (7)
C(32b)	0,537	0,654	0,871	5,7
S(33a)	0,70406 (6)	0,50615 (6)	0,94951 (5)	5,58 (1)
S(33b)	0,3589 (5)	0,4524 (5)	0,8437 (4)	4,10 (8)
O(34)	0,4642 (1)	0,1746 (1)	0,9523 (1)	4,62 (3)
C(35)	0,0246 (3)	-0,4153 (2)	0,8437 (2)	5,69 (6)
C(36)	-0,4368 (2)	-0,3235 (3)	0,6088 (2)	5,72 (6)

≤ 10 , $-17 \leq l \leq 14$. Réflexions de contrôle de l'intensité: $3\bar{6}1$, 041 et $\bar{2}51$. Variations non significatives de I au cours des mesures. 3693 réflexions indépendantes mesurées, 424 inobservées [$I < 3\sigma(I)$]. Méthodes directes, programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et série de Fourier des ΔF . Le cycle thiényl de l'une des deux molécules de l'unité asymétrique occupe deux positions a et b qui se correspondent approximativement par une rotation de 180° autour de la liaison C(28)—C(29). Les taux d'occupation sont de 0,915 (2) pour la position a et de 0,085 (2) pour la position b . Les atomes d'hydrogène liés à C(30b), C(31b) et C(32b) n'ont pas été déterminés. Affinement basé sur les F , programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, pp. 99 et 149). Paramètres affinés: Coordonnées de tous les atomes à l'exception de celles de C(30b) à C(32b). Coefficients β_{ij} de C, N, O, S placés sur des positions dont les taux d'occupation sont supérieurs ou égaux à 0,915 (2) et B de S(33b). L'agitation thermique des atomes placés sur les positions b a été supposée isotrope. B de C(30b) à C(32b) = B_{eq} de C(30a) à C(32a), B de H = B_{eq} de l'atome lié à H + 1 Å². $R = 0,038$, $wR = 0,041$, $w =$

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

Les distances et les angles signalés par un astérisque correspondent aux liaisons hydrogène.

N(1)—C(2)	1,338 (3)	N(21)—C(22)	1,340 (2)
N(1)—C(6)	1,343 (3)	N(21)—C(26)	1,339 (2)
C(2)—C(3)	1,387 (3)	C(22)—C(23)	1,391 (3)
C(2)—N(7)	1,405 (3)	C(22)—N(27)	1,404 (2)
C(3)—C(4)	1,386 (3)	C(23)—C(24)	1,381 (2)
C(4)—C(5)	1,383 (4)	C(24)—C(25)	1,386 (2)
C(4)—C(15)	1,509 (3)	C(24)—C(35)	1,504 (3)
C(5)—C(6)	1,383 (3)	C(25)—C(26)	1,383 (3)
C(6)—C(16)	1,500 (4)	C(26)—C(36)	1,503 (3)
N(7)—C(8)	1,367 (4)	N(27)—C(28)	1,359 (1)
C(8)—C(9)	1,473 (3)	C(28)—C(29)	1,477 (2)
C(8)—O(14)	1,216 (3)	C(28)—O(34)	1,223 (2)
C(9)—C(10)	1,380 (3)	C(29)—C(30a)	1,362 (3)
		C(29)—C(30b)	1,40
C(9)—S(13)	1,712 (3)	C(29)—S(33a)	1,711 (1)
		C(29)—S(33b)	1,63
C(10)—C(11)	1,418 (4)	C(30a)—C(31a)	1,70 (3)
		C(30b)—C(31b)	1,41
C(11)—C(12)	1,344 (4)	C(31a)—C(32a)	1,346 (4)
		C(31b)—C(32b)	1,43
C(12)—S(13)	1,689 (2)	C(32a)—S(33a)	1,696 (3)
		C(32b)—S(33b)	1,78
C(3)—O(14)	2,903 (4)*	C(23)—O(34)	2,898 (1)*
N(7)—N(21)	3,055 (2)*	N(27)—N(11)	2,969 (2)*
C(12)—O(34)	3,186 (4)*		
C(2)—N(1)—C(6)	118,4 (2)	C(22)—N(21)—C(26)	118,1 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	123,4 (2)	N(21)—C(22)—C(23)	123,1 (1)
N(1)—C(2)—N(7)	112,4 (2)	N(21)—C(22)—N(27)	112,5 (2)
C(3)—C(2)—N(7)	124,2 (2)	C(23)—C(22)—N(27)	124,4 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	118,0 (2)	C(22)—C(23)—C(24)	118,5 (1)
C(3)—C(4)—C(5)	118,7 (2)	C(23)—C(24)—C(25)	118,4 (2)
C(3)—C(4)—C(15)	119,7 (3)	C(23)—C(24)—C(35)	120,2 (2)
C(5)—C(4)—C(15)	121,6 (2)	C(25)—C(24)—C(35)	121,3 (1)
C(4)—C(5)—C(6)	119,9 (2)	C(24)—C(25)—C(26)	119,7 (1)
N(1)—C(6)—C(5)	121,5 (2)	N(21)—C(26)—C(25)	122,1 (1)
N(1)—C(6)—C(16)	116,2 (2)	N(21)—C(26)—C(36)	116,0 (2)
C(5)—C(6)—C(16)	122,3 (2)	C(25)—C(26)—C(36)	121,8 (1)
C(2)—N(7)—C(8)	127,4 (2)	C(22)—N(27)—C(28)	127,6 (1)
N(7)—C(8)—C(9)	114,4 (2)	N(27)—C(28)—C(29)	113,8 (1)
N(7)—C(8)—O(14)	124,3 (2)	N(27)—C(28)—O(34)	124,4 (1)
C(9)—C(8)—O(14)	121,3 (2)	C(29)—C(28)—O(34)	121,7 (1)
C(8)—C(9)—C(10)	131,0 (2)	C(28)—C(29)—C(30a)	131,5 (1)
		C(28)—C(29)—C(30b)	128
C(8)—C(9)—S(13)	118,4 (2)	C(28)—C(29)—S(33a)	119,1 (1)
		C(28)—C(29)—S(33b)	121,4 (2)
C(10)—C(9)—S(13)	110,5 (2)	C(30a)—C(29)—S(33a)	109,4 (1)
		C(30b)—C(29)—S(33b)	109
C(9)—C(10)—C(11)	112,3 (2)	C(29)—C(30a)—C(31a)	114,5 (2)
		C(29)—C(30b)—C(31b)	108
C(10)—C(11)—C(12)	112,2 (2)	C(30a)—C(31a)—C(32a)	112,6 (3)
		C(30b)—C(31b)—C(32b)	123
C(11)—C(12)—S(13)	112,8 (2)	C(31a)—C(32a)—S(33a)	111,6 (2)
		C(31b)—C(32b)—S(33b)	96
C(9)—S(13)—C(12)	92,2 (1)	C(29)—S(33a)—C(32a)	92,0 (1)
		C(29)—S(33b)—C(32b)	101
C(3)—H(3)···O(14)	119 (3)*	C(23)—H(23)···O(34)	120 (3)*
N(7)—H(7)···N(21)	165 (3)*	N(27)—H(27)···N(21)	169 (3)*
C(12)—H(12)···O(34)	140 (4)*		

Code de symétrie: (i) $1 + x, y, z$; (ii) $-1 + x, y, z$.

$\exp 10[(\sin\theta)/\lambda]^2$, $S = 1,13$, $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,04$, $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,19$ (4), $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,33$ (4) e Å⁻³. Les pics résiduels les plus importants sont situés au voisinage des atomes de soufre. g (coefficient d'extinction secondaire isotrope) = $4,77$ (5) $\times 10^{-6}$. Programmes de calcul du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Figs. 1 et 2: *ORTEP*II (Johnson, 1976).

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des

liaisons dans le Tableau 2.* La Fig. 1 représente l'une des deux molécules de l'unité asymétrique [molécule (1)] et indique les numéros attribués à ses atomes. Pour obtenir les numéros des atomes de la molécule (2), on ajoute le nombre 20 aux numéros des atomes homologues de la molécule (1). Les cycles pyridyl et thiényl sont appelés respectivement cycles A1 et B1 ou A2 et B2 selon la molécule à laquelle ils appartiennent.

Littérature associée. Structure du *N*-(4,6-diméthylpyridin-2-yl)benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut & Michelet, 1986); structure du *N*-éthyl-*N*-(4,6-di-

méthylpyridin-2-yl)benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut & Brion, 1987); structure du *N*-(4,6-diméthylpyridin-2-yl)(furan-2-yl)carboxamide (Rodier, Cense, Robert & Le Baut, 1991); structure du *N*-(4,6-diméthylpyridin-2-yl)benzénethiocarboxamide (Rodier, Robert & Le Baut, 1992).

Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 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.
 RODIER, N., CENSE, J. M., ROBERT, J. M. & LE BAUT, G. (1991). *Acta Cryst.* C47, 2688–2690.
 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.
 RODIER, N., ROBERT, J. M. & LE BAUT, G. (1992). *Acta Cryst.* A paraître.

* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des paramètres des atomes d'hydrogène, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des distances C—H et N—H, des angles de torsion, des distances des atomes aux plans moyens et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 54630: 24 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.

Acta Cryst. (1992). C48, 574–576

Structure of Sesamin

BY PAUL W. BAURES, MAHMUT MISKI AND DRAKE S. EGGLESTON*

SmithKline Beecham Pharmaceuticals, Departments of Physical and Structural Chemistry and Biomolecular Discovery, L-950, Box 1539, King of Prussia, PA 19406-0939, USA

(Received 15 July 1991; accepted 27 August 1991)

Abstract. Sesamin, 5,5'-(tetrahydro-1*H*,3*H*-furo[3,4-*c*]furan-1,4-diyl)bis(1,3-benzodioxole), a well known tetrahydrofuranolignan, was isolated from the hexane extract of *Magnolia grandiflora* var. *rubra* in the course of fractionating its DNA damaging compounds. C₂₀H₁₈O₆, *M_r* = 354.36, *P*₂₁, *a* = 9.976 (4), *b* = 6.960 (4), *c* = 11.906 (4) Å, β = 93.67 (3)°, *V* = 824.9 (7) Å³, *Z* = 2, *D_x* = 1.427 g cm⁻³, λ(Mo *K*α) = 0.71073 Å, μ = 0.988 cm⁻¹, *F*(000) = 372, *T* = 295 K, *R* = 0.065, *wR* = 0.086 for 1701 observations, *I* ≥ 3σ(*I*). The optically active form was crystallized but the absolute configuration was not determined. Stereochemistry at the furan ring junction is *cisoid* and the molecule folds with an angle of 145° between the two best planes through the furan rings. The conformation of each furan ring is similar, both being twisted sofa forms. One benzodioxole ring is

nearly coplanar to the attached furan ring [O3—C4—C5—C6 torsion angle 11.2 (5)°] but the other is twisted more out of the plane [O3'—C4'—C5'—C6' torsion angle 26.7 (5)°].

Experimental. Colorless crystals of (1) were grown by slow evaporation from hexane/ethyl acetate. The data crystal had approximate dimensions 0.70 × 0.45 × 0.35 mm and was mounted with epoxy on a glass fiber. Cell constants were derived from least-squares refinement of the setting angles for 25 reflections (30 ≤ 2θ ≤ 35°) located using the *SEARCH* routine on an Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer equipped with Mo source and graphite monochromator. The only apparent systematic absence was 0*kl* with *k* odd. Intensity data were collected in an ω-2θ scan mode using variable speeds (2.5–12.4° min⁻¹). Of the 2711 intensities scanned (0 ≤ *h* ≤ 14, 0 ≤ *k* ≤ 9, -16 ≤ *l* ≤ 16, 2θ_{max} = 60°), 2580 were unique after aver-

* Author to whom correspondence should be addressed.