

structures of some related substances have been reported (Lynch, Lee, Martin & Davis, 1991; Lynch, Pacofsky, Martin & Davis, 1989).

Funding for this project was supplied by the Robert A. Welch Foundation (F-652) and the National Institutes of Health (GM 31077) to SFM.

#### References

- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- GADOL, S. M. & DAVIS, R. E. (1982). *Organometallics*, **1**, 1607–1613.
- LYNCH, V. M., LEE, W.-C., MARTIN, S. F. & DAVIS, B. E. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 1117–1120.
- LYNCH, V. M., PACOFSKY, G. J., MARTIN, S. F. & DAVIS, B. E. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 973–975.
- MARTIN, S. F., PACOFSKY, G. J., GIST, R. P. & LEE, W.-C. (1989). *J. Am. Chem. Soc.* **111**, 7634–7636.
- SHELDRIK, G. M. (1989). *SHELXTL-Plus*. Version 4.1. Siemens Analytical X-ray Instruments, Inc., Madison, Wisconsin, USA.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 1148–1150

## *N*-(4,6-Diméthylpyridin-2-yl)(1-méthylindol-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*

J.-M. CENSE

*Laboratoire d'Informatique chimique, ENSCP, 11 Rue Pierre et Marie Curie, 75231 Paris CEDEX 05, 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 4 septembre 1991, accepté le 18 novembre 1991)

**Abstract.** *N*-(4,6-Dimethylpyridin-2-yl)(1-methylindol-2-yl)carboxamide, C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O, *M<sub>r</sub>* = 279.3, orthorhombic, *P*2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>, *a* = 6.3847 (8), *b* = 10.234 (1), *c* = 22.251 (3) Å, *V* = 1453.9 (5) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.276 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Mo *K*α) = 0.7107 Å, μ = 0.076 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 592, *T* = 294 (1) K, *R* = 0.048 for 1019 independent observed reflections. The whole molecule is approximately planar. The least-squares planes of the pyridyl ring and of the indolyl group make an angle of 2 (2)°. The intramolecular C(3)—H(3)···O(20) hydrogen bond [2.859 (5) Å, 118 (3)°] forms a pseudo-cycle and contributes to the planarity of the molecule. There is a delocalized orbital along the amide group. The title compound belongs to a family whose numerous members proved to have anti-inflammatory properties. Its crystal structure was solved in order to compare its molecular geometry with the geometries of active molecules.

**Partie expérimentale.** Cristaux obtenus par évaporation d'une solution dans l'éther isopropylique.

Cristal approximativement parallélépipédique: 0,11 × 0,16 × 0,33 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que 7,50 ≤ θ ≤ 12,84°. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Balayage θ/2θ d'amplitude *s* = (0,80 + 0,35tgθ)°. 0,049 ≤ (sinθ)/λ ≤ 0,617 Å<sup>-1</sup>, 0 ≤ *h* ≤ 7, 0 ≤ *k* ≤ 12, 0 ≤ *l* ≤ 27. Réflexions de contrôle de l'intensité: 134, 238 et 303. Variations non significatives de *I* au cours des mesures. 1671 réflexions indépendantes mesurées, 672 inobservées [*I* ≤ 1,5σ(*I*)]. Méthodes directes, programme *MULTAN*11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H des CH<sub>3</sub>, série de Fourier des Δ*F*; autres H, positions calculées. Affinement basé sur les *F*, programme à matrice complète. Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV, pp. 99, 149). Paramètres affinés: *x*, *y*, *z* et β<sub>*ij*</sub> de C, N et O. Coordonnées des H non affinées à l'exception de celles de H(3): nombre insuffisant de réflexions. *R* = 0,048, *wR* = 0,046, *w* = 1/σ<sup>2</sup>(*F*), *S* = 1,36, (Δ/σ)<sub>max</sub> = 0,01, Δρ<sub>max</sub> = 0,18 (4), Δρ<sub>min</sub> =

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température isotropes équivalents (Å<sup>2</sup>) et écarts-type.*

$$B_{\text{eq}} = (4/3)[a^2\beta_{11} + b^2\beta_{22} + c^2\beta_{33} + ab(\cos\gamma)\beta_{12} + ac(\cos\beta)\beta_{13} + bc(\cos\alpha)\beta_{23}].$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> <sub>eq</sub>
N(1)	0,6964 (5)	0,1835 (3)	0,8913 (1)	4,15 (7)
C(2)	0,6089 (5)	0,0768 (3)	0,9147 (2)	3,77 (8)
C(3)	0,6902 (6)	0,0085 (4)	0,9628 (2)	4,02 (8)
C(4)	0,8768 (6)	0,0540 (4)	0,9876 (2)	4,15 (9)
C(5)	0,9678 (6)	0,1649 (4)	0,9639 (2)	4,28 (8)
C(6)	0,8751 (6)	0,2261 (4)	0,9156 (2)	4,30 (8)
N(7)	0,4234 (5)	0,0426 (3)	0,8846 (1)	4,43 (7)
C(8)	0,3011 (6)	-0,0643 (4)	0,8922 (2)	4,36 (8)
C(9)	0,1215 (6)	-0,0696 (4)	0,8505 (2)	3,94 (8)
N(10)	-0,0271 (5)	-0,1692 (3)	0,8536 (1)	4,32 (7)
C(11)	-0,1722 (6)	-0,1494 (4)	0,8092 (2)	4,32 (9)
C(12)	-0,3490 (7)	-0,2218 (4)	0,7942 (2)	5,6 (1)
C(13)	-0,4668 (8)	-0,1802 (5)	0,7465 (2)	6,2 (1)
C(14)	-0,4160 (7)	-0,0672 (5)	0,7145 (2)	6,3 (1)
C(15)	-0,2419 (7)	0,0072 (5)	0,7293 (2)	5,5 (1)
C(16)	-0,1167 (6)	-0,0358 (4)	0,7773 (2)	4,45 (9)
C(17)	0,0705 (6)	0,0122 (4)	0,8040 (2)	4,53 (9)
C(18)	0,9728 (8)	0,3430 (4)	0,8864 (2)	6,4 (1)
C(19)	0,9774 (8)	-0,0157 (4)	1,0400 (2)	5,9 (1)
O(20)	0,3350 (5)	-0,1463 (3)	0,9304 (1)	6,55 (7)
C(21)	-0,0506 (7)	-0,2709 (4)	0,8993 (2)	6,1 (1)

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

N(1)—C(2)	1,333 (4)	C(9)—N(10)	1,394 (5)
N(1)—C(6)	1,336 (5)	C(9)—C(17)	1,369 (5)
C(2)—C(3)	1,380 (5)	N(10)—C(11)	1,370 (5)
C(2)—N(7)	1,405 (4)	N(10)—C(21)	1,462 (5)
C(3)—C(4)	1,393 (5)	C(11)—C(12)	1,390 (6)
C(4)—C(5)	1,380 (5)	C(11)—C(16)	1,407 (5)
C(4)—C(19)	1,510 (5)	C(12)—C(13)	1,370 (6)
C(5)—C(6)	1,377 (5)	C(13)—C(14)	1,396 (7)
C(6)—C(18)	1,498 (6)	C(14)—C(15)	1,387 (6)
N(7)—C(8)	1,355 (5)	C(15)—C(16)	1,404 (5)
C(8)—C(9)	1,477 (5)	C(16)—C(17)	1,423 (5)
C(8)—O(20)	1,213 (5)		
C(2)—N(1)—C(6)	117,8 (3)	C(8)—C(9)—C(17)	129,6 (3)
N(1)—C(2)—C(3)	124,1 (3)	N(10)—C(9)—C(17)	108,8 (3)
N(1)—C(2)—N(7)	111,8 (3)	C(9)—N(10)—C(11)	108,4 (3)
C(3)—C(2)—N(7)	124,1 (3)	C(9)—N(10)—C(21)	128,7 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	117,4 (3)	C(11)—N(10)—C(21)	122,5 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	118,9 (3)	N(10)—C(11)—C(12)	130,0 (3)
C(3)—C(4)—C(19)	120,8 (3)	N(10)—C(11)—C(16)	108,4 (3)
C(5)—C(4)—C(19)	120,3 (3)	C(12)—C(11)—C(16)	121,6 (3)
C(4)—C(5)—C(6)	119,4 (4)	C(11)—C(12)—C(13)	117,7 (4)
N(1)—C(6)—C(5)	122,3 (3)	C(12)—C(13)—C(14)	121,7 (4)
N(1)—C(6)—C(18)	116,1 (3)	C(13)—C(14)—C(15)	121,4 (4)
C(5)—C(6)—C(18)	121,5 (4)	C(14)—C(15)—C(16)	117,7 (4)
C(2)—N(7)—C(8)	128,8 (3)	C(11)—C(16)—C(15)	119,9 (4)
N(7)—C(8)—C(9)	113,4 (3)	C(11)—C(16)—C(17)	106,6 (3)
N(7)—C(8)—O(20)	123,0 (3)	C(15)—C(16)—C(17)	133,5 (4)
C(9)—C(8)—O(20)	123,6 (3)	C(9)—C(17)—C(16)	107,7 (3)
C(8)—C(9)—N(10)	121,6 (3)		

-0,15 (4) e Å<sup>-3</sup>. Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: programme ORTEPII (Johnson, 1976).

Dans le but d'expliquer la planéité de la molécule et de préciser la nature des interactions entre O(20) d'une part, C(3) et C(21) d'autre part, les charge des atomes ont été calculées par la méthode AM1 (Dewar, Zoebisch, Healy & Stewart, 1985), à l'aide du programme MOPAC (Stewart, 1983). L'unité étant la valeur absolue de la charge élémentaire, les valeurs trouvées sont respectivement de -0,193 et de

0,178 pour C(3) et H(3), de -0,071 pour C(21) et comprises entre 0,092 et 0,105 pour les atomes d'hydrogène liés à C(21). Ainsi, ce calcul confirme l'existence de la liaison C(3)—H(3)···O(20), mais ne permet pas, bien que les distances C(3)···O(20) [2,859 (5) Å] et C(21)···O(20) [2,857 (5) Å] soient pratiquement identiques, de considérer l'interaction entre C(21) et O(20) comme une liaison hydrogène.

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rapportées dans le Tableau 1,\* les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les noms des atomes sont indiqués sur la Fig. 1. La Fig. 2 représente la structure vue selon [100].

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

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées (non affînées) des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des distances des atomes aux plans moyens, des angles de torsion et des distances interatomiques intermoléculaires ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 54868: 14 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. [Référence de CIF: PA0257]

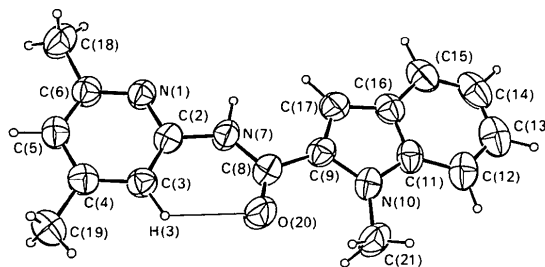


Fig. 1. Dessin de la molécule vue en perspective et numéros attribués à ses atomes.

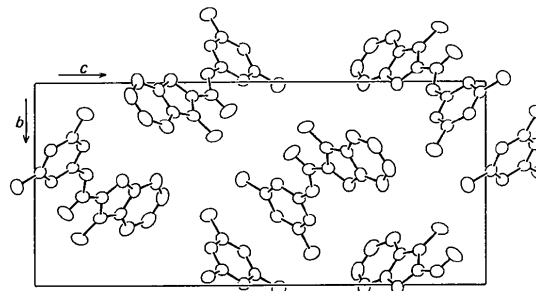


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [100].

méthylpyridin-2-yl)(furan-2-yl)carboxamide (Rodier, Cense, Robert & Le Baut, 1991).

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Dewar, J. S., Zoebisch, E. G., Healey, E. F. & Stewart, J. P. P. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 3902–3907.
- 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., DECLERCO, 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., PIESARD, S., LE BAUT, G. & MICHELET, A. (1986). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 418–422.
- STEWART, J. P. P. (1983). *MOPAC*. QCPE Bull. No. 455. Disponible dans INSIGHT II. Biosym Technologies, 10065 Barnes Canyon Road, San Diego, CA 92121, EU.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 1150–1151

## Redetermination of the Structure of *N*-(Trimethylsilyl)dimesylamine [(H<sub>3</sub>C)<sub>3</sub>SiN(SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] at 178 K

BY PETER G. JONES AND ANDREAS WEINKAUF

*Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Technischen Universität, Hagenring 30, 3300 Braunschweig, Germany*

(Received 17 September 1991; accepted 8 November 1991)

**Abstract.** C<sub>5</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>4</sub>S<sub>2</sub>Si, *M<sub>r</sub>* = 245.4, monoclinic, *P*2<sub>1</sub>, *a* = 7.746 (3), *b* = 11.965 (5), *c* = 12.538 (4) Å, β = 91.86 (3)°, *V* = 1161.4 (8) Å<sup>3</sup>, *Z* = 4, *D<sub>x</sub>* = 1.403 Mg m<sup>-3</sup>, λ(Mo *K*α) = 0.71069 Å, μ = 0.528 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 520, *T* = 178 K, *R* = 0.031 for 4405 reflections. The two independent molecules in the asymmetric unit display no major differences. The N—Si bonds are long [1.850 (2), 1.853 (2) Å]. The geometry at nitrogen is essentially planar (the N atoms lie 0.03, 0.01 Å out of the plane of their three substituents).

**Experimental.** A colourless tablet 0.5 × 0.5 × 0.2 mm was mounted in inert oil and rapidly transferred to the cold gas stream of the diffractometer (Siemens R3 with LT-2 low-temperature attachment). Intensities were registered to 2θ<sub>max</sub> = 55° using highly oriented graphite-crystal-monochromated Mo *K*α radiation. ω scan technique, scan speed 4.9° min<sup>-1</sup>, range 1.00° (in ω). Of 5120 measured reflections (hemisphere + *h* ± *k* ± *l* except for inaccessible reflections), 4706 were unique (Friedel opposites not merged, *R*<sub>int</sub> 0.021, index ranges *h* 0 to 10, *k* -15 to 9, *l* -16 to 16) and 4405 [*F* > 4σ(*F*)] considered observed. The orientation matrix was refined from setting angles of 47 reflections in the 2θ range 20–23°. Three check reflections showed no significant intensity variation. No absorption correction was applied.

The structure was solved by direct methods and subjected to anisotropic full-matrix least-squares refinement on *F* [Σ*w*(*F<sub>o</sub>* - *F<sub>c</sub>*)<sup>2</sup> minimized]. Program system: *SHELXTL-Plus* (Sheldrick, 1989) on a MicroVAX II. H atoms were included using a riding model. The absolute structure was determined by an η refinement [η = 1.32 (13)]. The weighting scheme was *w*<sup>-1</sup> = σ<sup>2</sup>(*F*) + 0.0005*F*<sup>2</sup>; the final *R* was 0.031, with *wR* 0.039 (for all data *R* was 0.036, *wR* 0.043). 261 parameters; data to parameter ratio 16.9:1; *S* 1.3; maximum Δ/σ 0.005; maximum Δρ 0.68, -0.45 e Å<sup>-3</sup>. Scattering factors were taken from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Vol. IV). Final atom coordinates are given in Table 1, with derived bond lengths and angles in Table 2.\* Fig. 1 shows the two independent molecules and the numbering scheme.

**Related literature.** The structure was determined at room temperature by Schomburg, Blaschette & Wieland (1986); their comments on the structure, in particular concerning the long Si—N bonds, are still valid but they appear to have given the wrong space

\* Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters and H-atom parameters have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 54837 (20 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: HA0087]