

and C, boat) isolated from epigeal *Sophora flavescens*, and isolation of a  $C_{15}H_{22}N_2O$  compound, de-*N*-oxidized derivative of  $\Delta^{13,14}$ -dehydroso-phoridine *N*-oxide (apparently  $5\beta,6\alpha,7\beta,11\beta$ ; m.p. 356–357 K;  $[\alpha]_D^{25}$  76.8°) have been reported (Morinaga, Ueno, Fukushima, Namikoshi, Iitaka & Okuda, 1978; Ueno, Morinaga, Fukushima & Okuda, 1976), as well as isolation and physical constants of ( $5\alpha,6\alpha,7\alpha,11\beta$ )- $\Delta^{13,14}$ -(-)-sophocarpine monohydrate (m.p. 327 K;  $[\alpha]_D^{25}$  -29.4°) and its chemical conversion to (+)-matrine (Okuda, Kamata, Tsuda & Murakoshi, 1962).

## References

- ASLANOV, K. A., KUSHMURADOV, Y. K. & SADYKOV, A. S. (1987). *The Alkaloids*, Vol. 31, edited by A. BROSSI, pp. 117–192. New York: Academic Press.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- KINGHORN, D. A. & BALANDRIN, M. F. (1984). *Alkaloids: Chemical and Biological Perspectives*, Vol. II, edited by S. W. PELLETIER, pp. 105–148. New York: John Wiley.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MORINAGA, K., UENO, A., FUKUSHIMA, S., NAMIKOSHI, M., IITAKA, Y. & OKUDA, S. (1978). *Chem. Pharm. Bull.* **26**, 2483–2488.
- OKUDA, S., KAMATA, H., TSUDA, K. & MURAKOSHI, I. (1962). *Chem. Ind. (London)*, pp. 1326–1327.
- SOUTHON, I. W. & BUCKINGHAM, J. (1989). *Dictionary of Alkaloids*. New York: Chapman and Hall.
- STEWART, J. M. (1978). The XRAY system – version of 1978. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland, USA.
- UENO, A., MORINAGA, K., FUKUSHIMA, S. & OKUDA, S. (1976). *Chem. Pharm. Bul.* **26**, 1832–1836.

*Acta Cryst.* (1992). **C48**, 2053–2054

## Structure Cristalline d'un *N*-Azaarylphthalimide à Activité Anti-inflammatoire, le 2-(4,6-Diméthylpyridin-2-yl)-2,3-dihydro-1*H*-isoindole-1,3-dione

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, D. LEBLOIS ET G. LE BAUT

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

(Reçu le 9 décembre 1991, accepté le 20 février 1992)

**Abstract.**  $C_{15}H_{12}N_2O_2$ ,  $M_r = 252.3$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 7.7464$  (4),  $b = 12.214$  (1),  $c = 7.8813$  (9) Å,  $\alpha = 88.78$  (1),  $\beta = 119.255$  (6),  $\gamma = 103.803$  (7)°,  $V = 627.8$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.334$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 0.70$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 264$ ,  $T = 294$  (1) K,  $R = 0.031$  for 1413 independent observed reflections. The pyridyl ring is planar and the isoindolyl group approximately planar. The least-squares planes of the two rings make an angle of 69.17 (5)°; the whole molecule is therefore not planar as was suggested by <sup>1</sup>H NMR study. The bond lengths and angles agree with published values for similar compounds. The crystal structure was solved in order to obtain an exact knowledge of the molecular geometry.

**Partie expérimentale.** Cristal obtenu par attaque nucléophile de la 6-amino-2,4-lutidine sur l'anhydride phthalique, au reflux de l'acide acétique, en

présence d'anhydride acétique et d'acétate de sodium anhydre. Produit recristallisé dans l'éthanol. Cristal approximativement parallélépipédique: 0,30 × 0,25 × 0,14 mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que  $13,91 \leq \theta \leq 47,31^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Balayage  $\theta/2\theta$  d'amplitude  $s$  (°) =  $1,10 + 0,14\text{tg}\theta$ .  $0,023 \leq (\sin\theta)/\lambda \leq 0,609$  Å<sup>-1</sup>,  $0 \leq h \leq 9$ ,  $-14 \leq k \leq 14$ ,  $-9 \leq l \leq 8$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $\bar{1}0,0,1$ , 403 et 40 $\bar{3}$ . Variations non significatives de  $I$ . 2361 réflexions indépendantes mesurées, 948 inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Méthodes directes, programme MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). H des CH<sub>3</sub>, série de Fourier des  $\Delta F$ ; 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:  $x$ ,  $y$ ,  $z$  de tous les

atomes et  $\beta_{ij}$  de C, N et O.  $R = 0,031$ ,  $wR = 0,043$ ,  $S = 1,05$ ,  $w = 1/(1 + 0,3F_o)$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,05$ ,  $\Delta\rho_{\max} = 0,13$  (3),  $\Delta\rho_{\min} = -0,14$  (3) e Å<sup>-3</sup>,  $g$  (coefficient d'extinction secondaire isotrope) =  $8,6$  (4)  $\times 10^{-6}$ . Programmes de calcul du système SDP (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Fig. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976).

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

**Littérature associée.** Contribution à l'étude des dérivés de la dihydro-2,3-1H-isoindolone-1 (Floc'h,

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des coefficients d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des angles de torsion, des distances interatomiques intermoléculaires, et des équations des plans moyens et des distances des atomes à ces plans ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55224: 17 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: PA0274]

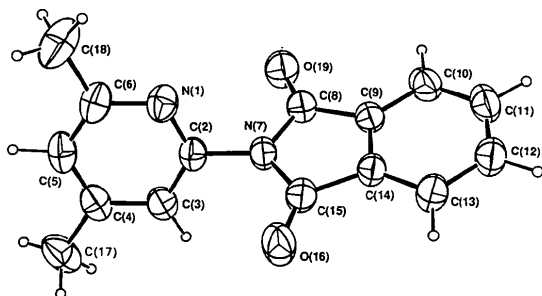


Fig. 1. Dessin de la molécule vue en perspective et numéros attribués à ses atomes.

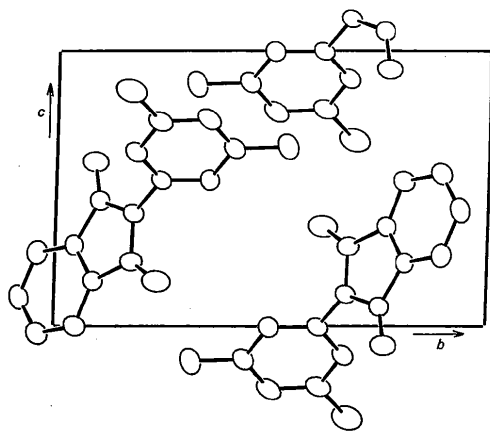


Fig. 2. Dessin de la structure vue selon [100].

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

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

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$ (Å <sup>2</sup> )
N(1)	0,2403 (2)	0,7066 (1)	0,0099 (2)	3,76 (3)
C(2)	0,3608 (2)	0,6642 (2)	0,1689 (2)	3,19 (4)
C(3)	0,3763 (2)	0,5545 (2)	0,1755 (2)	3,56 (4)
C(4)	0,2565 (2)	0,4810 (2)	0,0037 (3)	3,79 (4)
C(5)	0,1306 (3)	0,5237 (2)	-0,1619 (3)	4,13 (4)
C(6)	0,1246 (3)	0,6357 (2)	-0,1564 (2)	4,04 (4)
N(7)	0,4769 (2)	0,7433 (1)	0,3435 (2)	3,38 (3)
C(8)	0,6266 (2)	0,8431 (2)	0,3690 (2)	3,37 (4)
C(9)	0,6771 (2)	0,9076 (1)	0,5518 (2)	3,15 (4)
C(10)	0,8118 (3)	1,0124 (2)	0,6428 (3)	4,13 (5)
C(11)	0,8210 (3)	1,0544 (2)	0,8097 (3)	4,45 (5)
C(12)	0,7019 (3)	0,9932 (2)	0,8842 (3)	4,35 (5)
C(13)	0,5706 (3)	0,8870 (2)	0,7946 (2)	4,08 (5)
C(14)	0,5604 (2)	0,8464 (2)	0,6265 (2)	3,28 (4)
C(15)	0,4304 (3)	0,7396 (2)	0,4945 (2)	3,75 (4)
O(16)	0,3093 (2)	0,6627 (1)	0,5084 (2)	6,04 (4)
C(17)	0,2639 (3)	0,3593 (2)	0,0004 (3)	5,60 (6)
C(18)	-0,0119 (3)	0,6847 (2)	-0,3325 (3)	6,26 (7)
O(19)	0,6956 (2)	0,8657 (1)	0,2615 (2)	4,93 (3)

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

N(1)—C(2)	1,331 (2)	C(8)—C(9)	1,483 (3)
N(1)—C(6)	1,342 (2)	C(8)—O(19)	1,201 (3)
C(2)—C(3)	1,370 (3)	C(9)—C(10)	1,382 (2)
C(2)—N(7)	1,438 (2)	C(9)—C(14)	1,379 (3)
C(3)—C(4)	1,388 (2)	C(10)—C(11)	1,385 (4)
C(4)—C(5)	1,377 (2)	C(11)—C(12)	1,391 (3)
C(4)—C(17)	1,503 (3)	C(12)—C(13)	1,387 (2)
C(5)—C(6)	1,382 (3)	C(13)—C(14)	1,384 (3)
C(6)—C(18)	1,495 (3)	C(14)—C(15)	1,484 (2)
N(7)—C(8)	1,407 (2)	C(15)—O(16)	1,204 (3)
N(7)—C(15)	1,399 (3)		
C(2)—N(1)—C(6)	117,0 (2)	N(7)—C(8)—O(19)	124,7 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	125,2 (1)	C(9)—C(8)—O(19)	129,8 (2)
N(1)—C(2)—N(7)	114,4 (2)	C(8)—C(9)—C(10)	129,8 (2)
C(3)—C(2)—N(7)	120,4 (1)	C(8)—C(9)—C(14)	108,7 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	117,9 (1)	C(10)—C(9)—C(14)	121,5 (2)
C(3)—C(4)—C(5)	117,5 (2)	C(9)—C(10)—C(11)	117,1 (2)
C(3)—C(4)—C(17)	120,9 (2)	C(10)—C(11)—C(12)	121,5 (2)
C(5)—C(4)—C(17)	121,6 (2)	C(11)—C(12)—C(13)	121,0 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	121,0 (2)	C(12)—C(13)—C(14)	117,0 (2)
N(1)—C(6)—C(5)	121,4 (2)	C(9)—C(14)—C(13)	121,8 (2)
N(1)—C(6)—C(18)	116,1 (2)	C(9)—C(14)—C(15)	108,3 (2)
C(5)—C(6)—C(18)	122,5 (2)	C(13)—C(14)—C(15)	129,8 (2)
C(2)—N(7)—C(8)	124,3 (2)	N(7)—C(15)—C(14)	105,9 (2)
C(2)—N(7)—C(15)	123,3 (1)	N(7)—C(15)—O(16)	124,8 (2)
C(8)—N(7)—C(15)	111,6 (1)	C(14)—C(15)—O(16)	129,4 (2)
N(7)—C(8)—C(9)	105,5 (2)		

1979). Structure cristalline du *N*-(4,6-diméthylpyridin-2-yl)benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut & Michelet, 1986).

#### Références

- B. A. FRENZ & ASSOCIATES, INC. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- FLOC'H, R. (1979). Thèse de Doctorat ès Sciences pharmaceutiques, Univ. de Nantes, France.
- 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., PLESSARD, S., LE BAUT, G. & MICHELET, A. (1986). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 418-422.