

C(7)—C(8)—C(9)	117.3 (2)	116.9 (1)
C(7)—C(8)—O(17)	118.7 (2)	120.90 (9)
C(8)—C(7)—N(16)	114.4 (2)	-
C(8)—C(7)—S(16)	-	117.2 (1)
C(8)—C(9)—C(10)	120.2 (2)	121.3 (1)
C(9)—C(8)—O(17)	124.0 (2)	122.2 (1)
N(2)—C(1)—C(9)	122.8 (2)	121.5 (1)
C(10)—C(5)—O(13)	119.0 (1)	120.85 (9)
C(7)—S(16)—C(18)	-	101.13 (6)
S(14)—C(6)—C(5)	118.0 (1)	122.0 (1)
S(14)—C(6)—C(7)	120.5 (1)	117.10 (8)
C(1)—N(2)—C(3)	122.0 (2)	122.8 (1)
C(1)—N(2)—C(11)	121.4 (2)	120.1 (1)
C(1)—C(9)—C(8)	121.8 (2)	119.8 (1)
C(1)—C(9)—C(10)	117.9 (1)	118.89 (9)
N(2)—C(3)—C(4)	114.8 (1)	115.25 (8)
N(2)—C(3)—O(12)	119.4 (2)	119.4 (1)
C(3)—N(2)—C(11)	116.6 (1)	117.12 (9)
C(3)—C(4)—C(10)	122.7 (2)	121.5 (1)
C(4)—C(3)—O(12)	125.8 (2)	125.4 (1)
C(4)—C(10)—C(5)	119.6 (2)	120.0 (1)

Both compounds were crystallized from $\text{CDCl}_3/\text{CF}_3\text{COOD}$. The data sets were corrected for Lorentz and polarization effects but not for absorption. The structures were determined by direct methods using *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) and refined by full-matrix least squares with *SHELX76*. In each case, the H atoms were located from the difference Fourier map and refined isotropically.

The authors wish to thank Dr F. J. Schmitz (University of Oklahoma) for supplying the compounds. This work was supported by an NCI (NIH) grant No. 17562 (DvdH).

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom coordinates and least-squares-planes data have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 55458 (32 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: ST1006]

References

- Charyulu, G. A., McKee, T. C. & Ireland, C. M. (1989). *Tetrahedron Lett.* **30**, 4201–4202.
- Choi, Y.-H., Schmitz, F. J. & van Altena, I. (1992). *J. Org. Chem.* Submitted.
- Fukumi, H., Kurihara, H., Hata, T., Tamura, C., Mishima, H., Kubo, A. & Arai, T. (1977). *Tetrahedron Lett.* pp. 3825–3828.
- Hata, T., Fukumi, H., Sato, S., Aiba, K. & Tamura, C. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2899–2901.
- Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Kulpe, S. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 1411–1417.
- 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.
- Rettig, S. J. & Trotter, J. (1975). *Can. J. Chem.* **53**, 777–783.
- Schmitz, F. J., DeGuzman, F. S., Choi, Y., Hossain, M. B., Rizvi, S. K. & van der Helm, D. (1990). *Pure Appl. Chem.* **62**(7), 1393–1396.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- Silverman, J., Stam-Thole, I. & Stam, C. H. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 1845–1851.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 154–156

N-(4,6-Diméthylpyrid-2-yl)-2-(3-nitrophényl)acétamide

N. RODIER

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

J.-M. ROBERT, S. ROBERT-PIESSARD ET G. LE BAUT

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

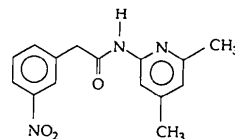
(Reçu le 2 avril 1992, accepté le 10 août 1992)

Abstract

The molecule of the title compound can be regarded as being composed of two parts, an *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)acetamide group and a 3-methylnitrobenzene group, which share the C(9) atom. The two parts are approximately planar. The least-squares planes through the pyridyl and phenyl rings make an angle of $64.5(1)^\circ$. An intramolecular hydrogen bond [C(3)—H(3)⋯O(18): 2.870(4) Å, $114(3)^\circ$] forms a pseudo ring and contributes to the planarity of the *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)acetamide group. The molecules are linked together by the N(7)—H(7)⋯O(18ⁱ) hydrogen bond [i $x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$; 2.859(3) Å, $170(3)^\circ$]. They form two chains parallel to the *c* axis and related by a centre of symmetry.

Commentaire

Le *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)-2-(3-nitrophényl)acétamide appartient à une famille de composés anti-inflammatoires dérivés de la 6-amino-2,4-lutidine. L'étude cristallographique a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de sa molécule et de la comparer à celles des molécules actives de la même famille.



Les cycles *A* et *B* (Fig. 1) sont plans. Les valeurs du paramètre χ^2 relatives à leurs plans moyens respectifs *P*(*A*) et *P*(*B*) sont égales à 2 et à 12. N(7), C(8), C(9), C(16) et C(17) sont proches de *P*(*A*) dont O(18) est éloigné de 0,497(2) Å. L'angle de torsion

C(2)—N(7)—C(8)—O(18) vaut $3,8(4)^\circ$. $P(B)$ contient C(9) et fait avec le plan du groupement nitro un angle de $10,4(2)^\circ$. L'angle de torsion C(11)—C(12)—N(19)—O(20) [$9,2(5)^\circ$] indique la position relative de NO_2 par rapport au cycle B . La molécule apparaît comme constituée de deux parties presque planes qui mettent en commun l'atome C(9). L'angle dièdre $P(A)P(B)$ mesure $64,5(1)^\circ$.

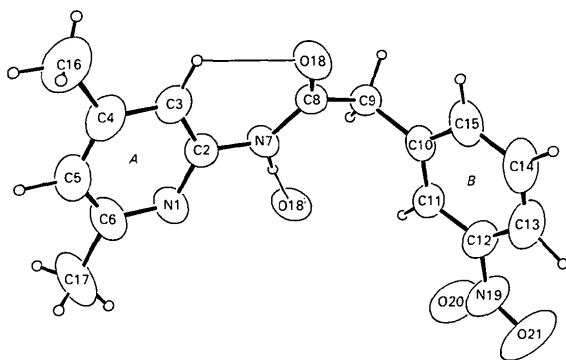


Fig. 1. Dessin de la molécule, numéros des atomes et représentation des liaisons hydrogène intra- et intermoléculaire.

Les longueurs des liaisons sont comparables à celles de leurs homologues respectives rencontrées dans les composés de la même famille et, en particulier, dans le N -(4,6-diméthylpyrid-2-yl)-2-(4-nitrophényl)propionamide (Rodier, Robert & Le Baut, 1990), ou dans le N -(4,6-diméthylpyrid-2-yl)-benzamide (Rodier, Piessard, Le Baut & Michelet, 1986). La distance N(7)—C(8) [$1,341(3) \text{ \AA}$] indique la présence d'une orbitale délocalisée le long de N(7)—C(8)—O(18).

La liaison hydrogène intramoléculaire C(3)—H(3)···O(18) [$2,870(4) \text{ \AA}$, $114(3)^\circ$] forme un pseudo-cycle hexagonal et contribue à la quasi-planéité du

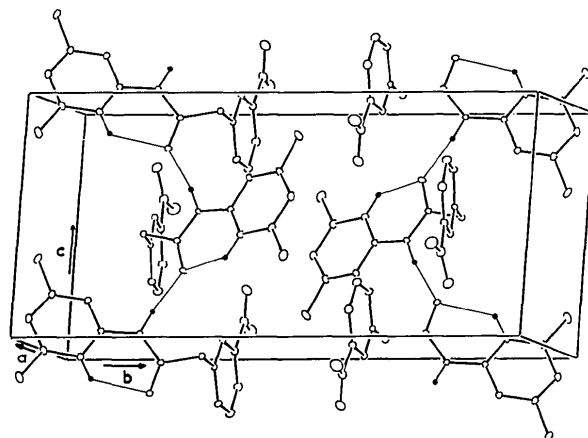


Fig. 2. Vue de la structure. Les cercles noirs représentent les atomes d'hydrogène H(3) et H(7), et les traits les plus fins les liaisons hydrogène.

groupement acétamidopyridinique. Les molécules sont associées les unes aux autres par la liaison hydrogène N(7)—H(7)···O(18ⁱ) [(i) $x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$; $2,859(3) \text{ \AA}$, $170(3)^\circ$]. La Fig. 2 montre qu'elles forment deux chaînes qui se déduisent l'une de l'autre par un centre de symétrie et dont la direction est celle de l'axe c .

Partie expérimentale

Données cristallines

$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_3$
 $M_r = 285,3$
 Monoclinique
 $P2_1/c$
 $a = 8,594(1) \text{ \AA}$
 $b = 19,173(2) \text{ \AA}$
 $c = 9,340(3) \text{ \AA}$
 $\beta = 102,52(2)^\circ$
 $V = 1502,4(9) \text{ \AA}^3$
 $Z = 4$
 $D_x = 1,261 \text{ Mg m}^{-3}$
 Radiation: Cu $K\alpha$

$\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 13,95\text{--}28,83^\circ$
 $\mu = 0,705 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 293 \text{ K}$
 Parallélépipède
 $0,25 \times 0,12 \times 0,12 \text{ mm}$
 Incolore
 Origine du cristal:
 évaporation d'une solution dans l'éther isopropylique

Collection des données

Diffractomètre: Enraf-Nonius CAD-4
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction d'absorption
 2016 réflexions mesurées
 2016 réflexions indépendantes

1325 réflexions observées [$I \geq 2\sigma(I)$]
 $\theta_{\text{max}} = 60^\circ$
 $h = 0 \rightarrow 9$
 $k = 0 \rightarrow 20$
 $l = -10 \rightarrow 9$
 3 réflexions de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité: 1,5%

Affinement

Affinement basé sur les F
 $R = 0,045$
 $wR = 0,050$
 $S = 1,55$
 1325 réflexions
 236 paramètres
 Les coordonnées des atomes d'hydrogène ont seules été affinées
 $w = 1/\sigma^2(F)$
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,01$

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,15(4) \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,15(4) \text{ e \AA}^{-3}$
 Correction d'extinction: Stout & Jensen (1968)
 Coefficient d'extinction: $g = 2,0(3) \times 10^{-6}$
 Facteurs de diffusion de International Tables for X-ray Crystallography (1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å^2) 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_{eq}
N(1)	0,5980 (3)	0,1006 (1)	0,1870 (2)	4,17 (6)
C(2)	0,6022 (3)	0,1320 (2)	0,0606 (3)	3,42 (6)
C(3)	0,6631 (3)	0,1023 (2)	-0,0495 (3)	4,14 (7)
C(4)	0,7233 (4)	0,0349 (2)	-0,0280 (4)	5,15 (8)
C(5)	0,7192 (4)	0,0017 (2)	0,1019 (4)	5,47 (9)
C(6)	0,6563 (4)	0,0355 (2)	0,2061 (4)	5,20 (8)

N(7)	0,5431 (3)	0,2011 (1)	0,0563 (2)	3,42 (5)
C(8)	0,5050 (3)	0,2440 (2)	-0,0595 (3)	3,30 (6)
C(9)	0,4525 (3)	0,3166 (1)	-0,0284 (3)	3,56 (6)
C(10)	0,2725 (3)	0,3219 (1)	-0,0555 (3)	3,71 (7)
C(11)	0,1977 (3)	0,3258 (2)	0,0602 (3)	4,08 (7)
C(12)	0,0333 (4)	0,3313 (2)	0,0333 (4)	5,07 (8)
C(13)	-0,0592 (4)	0,3325 (2)	-0,1066 (4)	6,4 (1)
C(14)	0,0151 (4)	0,3296 (2)	-0,2221 (4)	6,7 (1)
C(15)	0,1813 (4)	0,3241 (2)	-0,1990 (4)	5,31 (9)
C(16)	0,7914 (5)	-0,0001 (2)	-0,1459 (5)	8,0 (1)
C(17)	0,6533 (6)	0,0029 (2)	0,3526 (4)	8,7 (1)
O(18)	0,5100 (2)	0,2261 (1)	-0,1849 (2)	4,74 (5)
N(19)	-0,0431 (3)	0,3379 (2)	0,1580 (4)	6,82 (8)
O(20)	0,0402 (3)	0,3472 (2)	0,2796 (3)	7,97 (7)
O(21)	-0,1877 (3)	0,3339 (2)	0,1350 (3)	11,0 (1)

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

N(1)—C(2)	1,333 (4)	C(8)—O(18)	1,231 (3)
N(1)—C(6)	1,342 (4)	C(9)—C(10)	1,515 (4)
C(2)—C(3)	1,375 (4)	C(10)—C(11)	1,375 (5)
C(2)—N(7)	1,416 (4)	C(10)—C(15)	1,399 (4)
C(3)—C(4)	1,391 (4)	C(11)—C(12)	1,384 (4)
C(4)—C(5)	1,377 (5)	C(12)—C(13)	1,375 (5)
C(4)—C(16)	1,512 (6)	C(12)—N(19)	1,461 (5)
C(5)—C(6)	1,374 (5)	C(13)—C(14)	1,369 (6)
C(6)—C(17)	1,510 (5)	C(14)—C(15)	1,401 (5)
N(7)—C(8)	1,341 (3)	N(19)—O(20)	1,217 (4)
C(8)—C(9)	1,511 (4)	N(19)—O(21)	1,217 (4)
C(2)—N(1)—C(6)	117,1 (3)	C(9)—C(8)—O(18)	120,9 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	124,4 (3)	C(8)—C(9)—C(10)	111,5 (2)
N(1)—C(2)—N(7)	111,6 (2)	C(9)—C(10)—C(11)	120,4 (2)
C(3)—C(2)—N(7)	123,9 (3)	C(9)—C(10)—C(15)	120,1 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	117,8 (3)	C(11)—C(10)—C(15)	119,4 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	118,5 (3)	C(10)—C(11)—C(12)	119,6 (3)
C(3)—C(4)—C(16)	119,8 (3)	C(11)—C(12)—C(13)	122,1 (3)
C(5)—C(4)—C(16)	121,7 (3)	C(11)—C(12)—N(19)	118,6 (3)
C(4)—C(5)—C(16)	119,7 (3)	C(13)—C(12)—N(19)	119,3 (3)
N(1)—C(6)—C(5)	122,6 (3)	C(12)—C(13)—C(14)	118,4 (3)
N(1)—C(6)—C(17)	115,2 (3)	C(13)—C(14)—C(15)	121,1 (3)
C(5)—C(6)—C(17)	122,2 (3)	C(10)—C(15)—C(14)	119,4 (3)
C(2)—N(7)—C(8)	128,3 (2)	C(12)—N(19)—O(20)	118,8 (3)
N(7)—C(8)—C(9)	116,2 (2)	C(12)—N(19)—O(21)	118,2 (3)
N(7)—C(8)—O(18)	122,9 (3)	O(20)—N(19)—O(21)	123,0 (3)

La solution trouvée initialement en utilisant le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) comportait une erreur d'origine. Pour cette raison, la structure a été résolue en admettant pour groupe spatial le groupe *Pc*. Une origine compatible avec les éléments de symétrie du groupe *P2₁/c* a ensuite été déduite des positions atomiques ainsi obtenues.

Les calculs ont été effectués avec les programmes du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982) et les Fig. 1 et 2 réalisées avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Les coordonnées atomiques relatives sont rapportées dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. La Fig. 1 représente la molécule et indique les numéros attribués à ses atomes et la Fig. 2 une vue de la structure.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H et N—H, des distances interatomiques intermoléculaires des distances des atomes aux plans moyens, et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55440: 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: PA1009]

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., Piessard, S., Le Baut, G. & Michelet, A. (1986). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 418–422.
- Rodier, N., Robert, J.-M. & Le Baut, G. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 154–156.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: Macmillan.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 156–159

2,4-Dimethyl-(1*H*)-naphtho[2,3-*b*]-[1,5]diazepinium Chloride Monohydrate

N. RODIER

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

V. AGAFONOV, P. DUBOIS, M. MARIAUD AND P. LEVILLAIN

Laboratoire de Chimie physique et de Chimie analytique, Faculté de Pharmacie, 2bis, Boulevard Tonnellé, 37042 Tours CEDEX, France

J. M. CENSE

Laboratoire d'Informatique Appliquée à la Chimie, ENSCP, 11 Rue Pierre et Marie Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France

(Received 21 April 1992; accepted 10 August 1992)

Abstract

The cation derived from the title compound is planar. All the atoms in the seven-membered ring are *sp*² hybridized and the electrons are delocalized over the ring. The molecules are stacked in parallel sheets and linked to chloride ions and water molecules by hydrogen bonding. Chloride ions and water molecules are arranged in square-planar units which are approximately perpendicular to the plane of the aromatic rings. Charge distributions for the title compound were calculated from crystallographic data by the *AM1* semi-empirical method and compared with those for 2,2,4-trimethyl-2,3-dihydro-