

## References

- Abramenko, B. L., Sergienko, V. S., Garnovskii, A. D. & Porai-Kochitz, M. A. (1990). *Zh. Obsch. Khim.* **60**, 1593–1599.
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, USA.
- Beckett, A. H. (1956). *J. Pharm. Pharmacol.* **8**, 848–859.
- Cense, J. M. (1989). *Tetrahedron Comput. Methodol.* **2**, 65–71.
- Dewar, J. S., Zoebisch, E. G., Healy, E. F. & Stewart, J. J. P. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 3902–3909.
- Frimowitz, M., Neumeyer, J. L. & Baldessarini, R. J. (1986). *J. Med. Chem.* **29**, 1573–1576.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- 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*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- March, J. (1985). *Advanced Organic Chemistry*, 3rd ed. p. 64. New York: John Wiley.
- Saethre, L. J., Carlson, T. A., Kaufman, J. J. & Koski, W. S. (1975). *Mol. Pharmacol.* **11**, 492–500.
- Stewart, J. J. P. (1983). *MOPAC PROGRAM PACKAGE*. QCPE No. 455, available in *INSIGHTII*. Biosym Technologies, 10065 Barnes Canyon Road, San Diego, CA 92121, USA.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. London: Macmillan.
- Suresh, Prabhakar, B. K. & Kulkarni, V. H. (1988). *Indian J. Chem.* **27B**, 47–50.

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 159–161

### Désoxy-1 *N,N*-Diméthylthiocarbamoyl-1 Di-*O*-isopropylidène-2,3:4,5 Xylitol

N. RODIER ET P. KHODADAD

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

D. POSTEL ET P. VILLA

*Laboratoire de Cinétique chimique, Faculté des Sciences, 33 Rue Saint-Leu, 80000 Amiens CEDEX, France*

G. RONCO ET R. JULIEN

*Laboratoire de Chimie bioorganique et bioinorganique, Faculté de Pharmacie, 1 Rue des Louvels, 80000 Amiens CEDEX, France*

(Reçu le 16 avril 1992, accepté le 10 août 1992)

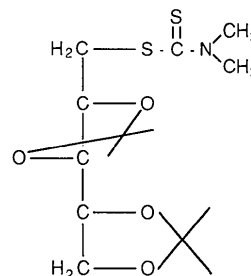
#### Abstract

The *N,N*-dimethylthiocarbamoyl group is planar. The C(1)O(2)C(3)C(4)O(5) and C(6)O(7)C(8)O(9)-

C(10) five-membered rings adopt envelope and half-chair conformations, respectively. There is a delocalized orbital over the thioamide group. The absolute configuration of the molecule was determined using the anomalous scattering of the two S atoms. Bond lengths and angles are in agreement with published values for similar compounds.

#### Commentaire

Le produit étudié appartient à une famille d'esters formés par l'acide dithiocarbamique avec des composés d'origine naturelle tels que des polyols et des dérivés monosaccharidiques. La perspective de ce travail est l'obtention de composés qui conservent les propriétés thérapeutiques des dithiocarbamates alcalins mais qui soient plus stables que ces derniers dans les milieux biologiques. Le but de l'étude cristallographique est de préciser la géométrie de la molécule et de déterminer sa configuration absolue.



La valeur de l'angle de torsion endocyclique autour de la liaison C(1)—O(5) [ $-0,5$  (4) $^\circ$ ] indique que C(1), O(2), C(4) et O(5) sont coplanaires. C(3) est situé à 0,538 (4) Å du plan moyen  $P(A)$  défini par ces quatre atomes. Le cycle C(1)O(2)C(3)C(4)O(5) possède donc la forme enveloppe. La symétrie dominante (Duax & Norton, 1975) est la symétrie par rapport à un plan passant par C(3) et par le milieu de C(1)—O(5). L'écart à la symétrie idéale s'exprime par la relation  $\Delta C_s = 0,8^\circ$ .

Le cycle C(6)O(7)C(8)O(9)C(10) a la forme demi-chaise. En effet, O(9) et C(10) sont situés de part et d'autre du plan C(6)C(7)C(8) [plan  $P(B)$ ], le premier à 0,237 (3), le second à 0,291 (4) Å. Il en résulte que la symétrie dominante est la symétrie par rapport à un axe binaire passant par O(7) et par le milieu de O(9)—C(10). Le paramètre d'asymétrie  $\Delta C_2^{9-10}$  est égal à 1,1 $^\circ$ .

Le groupement *N,N*-diméthylthiocarbamate est très proche de la planéité ( $\chi^2 = 140$ ). La distance de C(11) à son plan moyen  $P(C)$  est de 0,277 (4) Å. Les angles dièdres  $P(A)P(B)$ ,  $P(A)P(C)$  et  $P(B)P(C)$  mesurent respectivement 74,0 (2), 52,5 (2) et 59,6 (2) $^\circ$ .

Les longueurs des liaisons C—O appartiennent à l'intervalle 1,418 (5)–1,436 (5) Å et admettent pour

moyenne 1,428 (3) Å. Les distances C(11)—S(12) et S(12)—C(13) [1,794 (4) et 1,773 (4) Å respectivement] d'une part, et C(13)—S(14) [1,660 (4) Å] d'autre part ne sont pas significativement différentes des longueurs moyennes [1,789 (8) et 1,660 (16) Å] calculées pour leurs homologues respectives par Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor (1987). La longueur de C(13)—N(15) [1,341 (5) Å] est comparable à celle des liaisons C—N rencontrées dans la pyridine (Bak, Hansen-Nygaard & Rastrup-Andersen, 1958). Elle traduit la présence d'une orbitale délocalisée qui s'étend de S(14) à N(15). L'agitation thermique relativement importante des atomes C(18), C(19), C(20) et C(21) peut expliquer les longueurs un peu courtes trouvées pour les liaisons C—C qui les concernent.

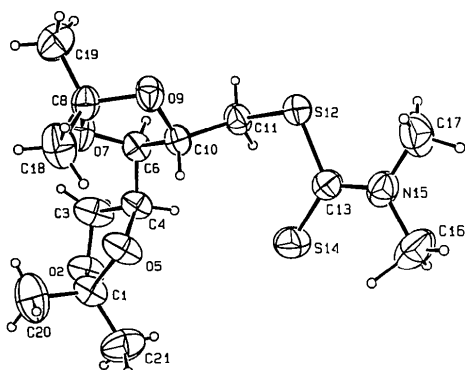


Fig. 1. Dessin de la molécule et numéros attribués à ses atomes.

## Partie expérimentale

### Données cristallines

$C_{14}H_{25}NO_4S_2$

$M_r = 335,49$

Orthorhombique

$P2_12_12_1$

$a = 5,6878$  (8) Å

$b = 11,650$  (2) Å

$c = 26,210$  (3) Å

$V = 1736,7$  (7) Å<sup>3</sup>

$Z = 4$

$D_x = 1,283$  Mg m<sup>-3</sup>

Radiation: Cu  $K\alpha$

$\lambda = 1,5418$  Å

### Collection des données

Diffractomètre: Enraf-Nonius CAD-4

Balayage  $\theta/2\theta$

Correction d'absorption: empirique

1711 réflexions mesurées

1711 réflexions indépendantes

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

$\theta = 16,11-34,62^\circ$

$\mu = 2,85$  mm<sup>-1</sup>

$T = 294$  K

Parallélépipède

$0,21 \times 0,12 \times 0,10$  mm

Incolore

Origine du cristal:

évaporation d'une solution dans un mélange eau/méthanol

1563 réflexions observées

$[I > 2\sigma(I)]$

$\theta_{\max} = 65^\circ$

$h = 0 \rightarrow 6$

$k = 0 \rightarrow 13$

$l = 0 \rightarrow 30$

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: 2,4%

### Affinement

Affinement basé sur les  $F_o$ , programme à matrice complète

$R = 0,035$

$wR = 0,036$

$S = 1,295$

1563 réflexions

266 paramètres

Seules les coordonnées des atomes d'hydrogène ont été affinées

$w = 1/(\{[F^2 + 2F\sigma(F)]^{1/2} - F\}^2 + 5)$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,01$

$\Delta\rho_{\max} = 0,17$  (4) e Å<sup>-3</sup>

$\Delta\rho_{\min} = -0,19$  (4) e Å<sup>-3</sup>

Correction d'extinction:

Stout & Jensen (1968)

Coefficient d'extinction:

$8,7$  (6)  $\times 10^{-7}$

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<sup>2</sup>) et écarts-type

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

	x	y	z	$B_{eq}$
C(1)	0,6179 (7)	-0,1193 (3)	0,0570 (1)	3,68 (8)
O(2)	0,8684 (5)	-0,1315 (2)	0,0610 (1)	4,68 (6)
C(3)	0,9540 (7)	-0,0253 (4)	0,0817 (2)	5,0 (1)
C(4)	0,7588 (7)	0,0081 (3)	0,1179 (1)	3,52 (7)
O(5)	0,5547 (4)	-0,0321 (2)	0,0925 (1)	4,68 (6)
C(6)	0,7379 (7)	0,1360 (3)	0,1288 (1)	3,41 (7)
O(7)	0,7196 (5)	0,2024 (2)	0,08357 (9)	4,52 (6)
C(8)	0,5384 (7)	0,2869 (4)	0,0899 (1)	3,65 (8)
O(9)	0,4770 (5)	0,2830 (2)	0,14292 (9)	3,96 (5)
C(10)	0,5226 (7)	0,1686 (3)	0,1596 (1)	3,17 (7)
C(11)	0,5743 (7)	0,1679 (3)	0,2168 (1)	3,68 (8)
S(12)	0,3324 (2)	0,20165 (8)	0,25811 (3)	4,10 (2)
C(13)	0,1856 (7)	0,0683 (3)	0,2647 (1)	3,45 (8)
S(14)	0,2503 (3)	-0,04542 (9)	0,22918 (4)	5,19 (2)
N(15)	0,0160 (6)	0,0694 (3)	0,3002 (1)	4,43 (8)
C(16)	-0,1267 (9)	-0,0329 (4)	0,3100 (2)	6,3 (1)
C(17)	-0,041 (1)	0,1696 (5)	0,3315 (2)	6,1 (1)
C(18)	0,3324 (8)	0,2554 (5)	0,0572 (2)	5,4 (1)
C(19)	0,6360 (9)	0,4039 (4)	0,0785 (2)	5,6 (1)
C(20)	0,544 (1)	-0,0816 (5)	0,0049 (2)	6,7 (1)
C(21)	0,5098 (9)	-0,2301 (4)	0,0725 (2)	6,2 (1)

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

C(1)—O(2)	1,435 (5)	C(8)—O(9)	1,433 (4)
C(1)—O(5)	1,423 (5)	C(8)—C(18)	1,498 (6)
C(1)—C(20)	1,496 (6)	C(8)—C(19)	1,501 (6)
C(1)—C(21)	1,485 (6)	O(9)—C(10)	1,427 (4)
O(2)—C(3)	1,436 (5)	C(10)—C(11)	1,529 (5)
C(3)—C(4)	1,513 (6)	C(11)—S(12)	1,794 (4)
C(4)—O(5)	1,418 (5)	S(12)—C(13)	1,773 (4)
C(4)—C(6)	1,522 (5)	C(13)—S(14)	1,660 (4)
C(6)—O(7)	1,420 (4)	C(13)—N(15)	1,341 (5)
C(6)—C(10)	1,514 (5)	N(15)—C(16)	1,464 (6)
O(7)—C(8)	1,436 (5)	N(15)—C(17)	1,463 (6)
O(2)—C(1)—O(5)	105,9 (3)	O(7)—C(8)—C(18)	109,1 (3)
O(2)—C(1)—C(20)	112,0 (3)	O(7)—C(8)—C(19)	109,5 (3)
O(2)—C(1)—C(21)	107,8 (3)	O(9)—C(8)—C(18)	110,9 (3)
O(5)—C(1)—C(20)	108,4 (3)	O(9)—C(8)—C(19)	108,2 (3)
O(5)—C(1)—C(21)	109,7 (3)	C(18)—C(8)—C(19)	113,4 (3)
C(20)—C(1)—C(21)	112,9 (4)	C(8)—O(9)—C(10)	106,3 (4)
C(1)—O(2)—C(3)	106,2 (3)	C(6)—C(10)—O(9)	102,6 (3)
O(2)—C(3)—C(4)	102,1 (3)	C(6)—C(10)—C(11)	111,4 (3)
C(3)—C(4)—O(5)	102,7 (3)	O(9)—C(10)—C(11)	109,8 (3)

C(3)—C(4)—C(6)	115,3 (3)	C(10)—C(11)—S(12)	116,3 (3)
O(5)—C(4)—C(6)	110,3 (3)	C(11)—S(12)—C(13)	103,2 (2)
C(1)—O(5)—C(4)	109,6 (3)	S(12)—C(13)—S(14)	122,7 (2)
C(4)—C(6)—O(7)	112,4 (3)	S(12)—C(13)—N(15)	113,5 (3)
C(4)—C(6)—C(10)	114,1 (3)	S(14)—C(13)—N(15)	123,8 (3)
O(7)—C(6)—C(10)	104,4 (3)	C(13)—N(15)—C(16)	120,8 (3)
C(6)—O(7)—C(8)	109,2 (3)	C(13)—N(15)—C(17)	123,8 (4)
O(7)—C(8)—O(9)	105,4 (3)	C(16)—N(15)—C(17)	115,4 (4)

Les calculs ont été effectués avec les programmes du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc. 1982). Les facteurs de structure ont subi une correction de décroissance linéaire en fonction du temps. La résolution de la structure a été réalisée avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982), les corrections d'absorption avec le programme *DIFABS* (Walker & Stuart, 1983) et le dessin de la molécule avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

En remplaçant les coordonnées  $x$ ,  $y$  et  $z$  de chacun des atomes respectivement par  $1-x$ ,  $1-y$  et  $1-z$ , on obtient pour les facteurs  $R$  et  $wR$  la valeur 0,042. La configuration représentée par la Fig. 1 peut donc être considérée comme la configuration absolue de la molécule.

Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotrope équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les numéros des atomes sont indiqués sur la Fig. 1.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des angles de torsion, des distances interatomiques intermoléculaires et des distances des atomes aux plans moyens ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55441: 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: PA1011]

## Références

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1987). *J. Chem. Soc. Perkin Trans 2*, S1—S19.
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Bak, B., Hansen-Nygaard, L. & Rastrup-Andersen, J. (1958). *J. Mol. Spectrosc.* **2**, 361—368.
- Duax, W. L. & Norton, D. A. (1975). *Atlas of Steroid Structures*, Tome 1. New York: IFI/Plenum.
- 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.
- Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410—412. Londres: Macmillan.
- Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 159—166.

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 161—163

## 4-(4,6-Diméthylpyrid-2-yl)-5-éthyl-3-(furan-2-yl)-4*H*-1,2,4-triazole

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 ET G. LE BAUT

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

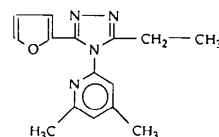
(Reçu le 29 avril 1992, accepté le 10 août 1992)

## Abstract

The title compound has anti-inflammatory properties. The three rings in the molecule are planar with dihedral angles between their least-squares planes of 70.20 (8), 68.48 (9) and 9.5 (4)°. The structure can be regarded as being composed of two layers of molecules which spread out along the (101) plane. Its cohesion is due to van der Waals interactions.

## Commentaire

Le produit étudié appartient à une famille de composés anti-inflammatoires. L'étude structurale a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de sa molécule et, en particulier, les positions relatives des trois cycles *A*, *B*, *C* qu'elle contient (Fig. 1).



Les cycles *A*, *B*, *C* sont plans. Les distances des atomes qui les constituent à leurs plans moyens respectifs  $P(A)$ ,  $P(B)$ ,  $P(C)$  sont du domaine des incertitudes. Les angles dièdres que forment entre eux les plans moyens des cycles ont les valeurs suivantes:  $P(A)P(B)$  70,20 (8),  $P(A)P(C)$  68,48 (9) et  $P(B)P(C)$  9,5 (4)°. Les distances de N(7) à  $P(A)$ , de C(2) et de C(12) à  $P(B)$ , et de C(8) à  $P(C)$  sont comprises entre 0,010 (2) et 0,063 (2) Å. Il en résulte que les angles de torsion N(1)—C(2)—N(7)—C(8) [−68,4 (3)°] et N(7)—C(12)—C(8)—C(16) [−8,1 (5)°] indiquent approximativement le premier des positions relatives des cycles *A* et *B* et le second des cycles *B* et *C*.