

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)-4H-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

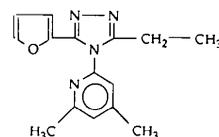
(Reçu le 29 avril 1992, accepté le 10 août 1992)

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*.

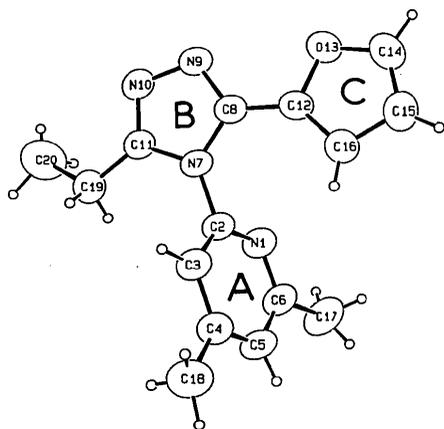


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

Dans le cycle pyridinique, les distances C—C entre deux atomes voisins appartiennent à l'intervalle 1,366 (3)–1,387 (4) Å [moyenne 1,379 (5) Å] tandis que les distances C—N sont pratiquement égales à leurs homologues dans la pyridine (1,3402 Å, Bak, Hansen-Nygaard & Rastrup-Andersen, 1958). Dans le cycle triazolique, C(8)—N(9) et N(10)—C(11) [1,314 (3) et 1,297 (3) Å respectivement] sont des doubles liaisons. Il en est de même dans le cycle furanique pour C(12)—C(16) et C(14)—C(15) [1,346 (4) et 1,312(4) Å respectivement]. Les trois autres liaisons présentes dans chacun des deux cycles B et C possèdent un caractère π partiel dû à la conjugaison des électrons π entre eux ou avec le doublet de N(7) (cycle B) ou avec les doublets de O(13) (cycle C). Le fait que les plans de B et de C soient peu inclinés l'un par rapport à l'autre permet aussi l'interaction entre leurs orbitales délocalisées. Cette interaction explique le raccourcissement de C(8)—C(12) [1,437 (4) Å].

La Fig. 2 montre que la structure peut être considérée comme formée de deux couches de molécules qui se développent au voisinage du plan (101). Il n'y

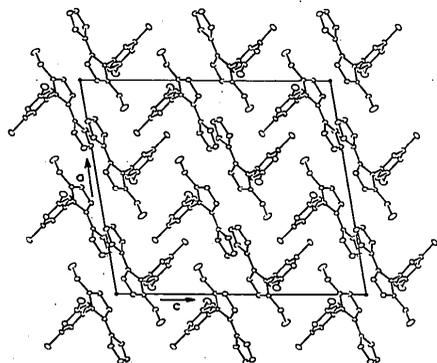


Fig. 2. Projection de la structure sur la face (010).

a pas de liaison hydrogène. La cohésion de la structure est due aux interactions de van der Waals. L'une d'entre elles, O(13)—O(13ⁱ) [(i) $\frac{3}{2} - x, -\frac{1}{2} - y, 1 - z$], s'établit entre deux atomes distants seulement de 2,841 (3) Å.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₅H₁₆N₄O

M_r = 268,32

Monoclinique

C2/c

a = 16,220 (4) Å

b = 9,7630 (7) Å

c = 18,325 (2) Å

β = 99,81 (1)°

V = 2859 (1) Å³

Z = 8

D_x = 1,246 Mg m⁻³

Radiation: Cu K α

λ = 1,5418 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 15,36–39,56°

μ = 0,624 mm⁻¹

T = 293 K

Parallélépipédique

0,40 × 0,25 × 0,22 mm

Incolore

Source 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

2076 réflexions mesurées

2076 réflexions

indépendantes

1983 réflexions observées

[*I* > 3 σ (*I*)]

θ_{\max} = 60°

h = 0 → 18

k = 0 → 10

l = -20 → 20

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: non

significative

Affinement

Affinement basé sur les *F*

R = 0,052

wR = 0,046

S = 1,43

1983 réflexions

20 paramètres

Les coordonnées des atomes

d'hydrogène ont seules été

affinées

w = exp(sin θ / λ)²

(Δ/σ)_{max} = 0,05

$\Delta\rho_{\max}$ = 0,25 (4) e Å⁻³

$\Delta\rho_{\min}$ = -0,19 (4) e Å⁻³

Correction d'extinction:

Stout & Jensen (1968)

Coefficient d'extinction: *g* =

2,09(6) × 10⁻⁶

Facteurs de diffusion de

International Tables for

X-ray Crystallography

(1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å²) et écarts-type

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

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B_{eq}</i>
N(1)	0,6539 (1)	0,1348 (2)	0,7050 (1)	3,69 (4)
C(2)	0,5924 (2)	0,1490 (2)	0,6469 (1)	3,29 (5)
C(3)	0,5513 (2)	0,2678 (3)	0,6245 (2)	4,04 (6)
C(4)	0,5743 (2)	0,3848 (3)	0,6659 (2)	4,37 (6)
C(5)	0,6375 (2)	0,3729 (3)	0,7266 (2)	4,46 (6)
C(6)	0,6761 (2)	0,2482 (3)	0,7441 (1)	3,96 (6)
N(7)	0,5686 (1)	0,0244 (2)	0,6070 (1)	3,40 (4)
C(8)	0,6135 (2)	-0,0503 (2)	0,5651 (1)	3,36 (5)
N(9)	0,5730 (1)	-0,1619 (2)	0,5399 (1)	3,78 (4)
N(10)	0,4973 (1)	-0,1608 (2)	0,5677 (1)	4,22 (5)

C(11)	0,4955 (2)	-0,0506 (3)	0,6069 (1)	3,54 (1)
C(12)	0,6937 (2)	-0,0115 (2)	0,5486 (1)	3,45 (5)
O(13)	0,7327 (1)	-0,1109 (2)	0,5145 (1)	5,11 (4)
C(14)	0,8085 (2)	-0,0552 (3)	0,5037 (2)	5,45 (7)
C(15)	0,8168 (2)	0,0703 (3)	0,5295 (2)	5,19 (7)
C(16)	0,7432 (2)	0,1001 (3)	0,5586 (2)	4,59 (6)
C(17)	0,7459 (2)	0,2340 (4)	0,8091 (2)	6,25 (8)
C(18)	0,5315 (2)	0,5195 (3)	0,6448 (2)	7,10 (9)
C(19)	0,4279 (2)	-0,0050 (3)	0,6461 (2)	4,81 (6)
C(20)	0,3713 (2)	-0,1181 (4)	0,6596 (3)	10,0 (1)

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

N(1)—C(2)	1,335 (3)	C(8)—N(9)	1,314 (3)
N(1)—C(6)	1,334 (3)	C(8)—C(12)	1,437 (4)
C(2)—C(3)	1,366 (3)	N(9)—N(10)	1,406 (3)
C(2)—N(7)	1,438 (3)	N(10)—C(11)	1,297 (3)
C(3)—C(4)	1,387 (4)	C(11)—C(19)	1,478 (4)
C(4)—C(5)	1,383 (4)	C(12)—O(13)	1,367 (3)
C(4)—C(18)	1,506 (4)	C(12)—C(16)	1,346 (4)
C(5)—C(6)	1,381 (4)	O(13)—C(14)	1,388 (4)
C(6)—C(17)	1,503 (4)	C(14)—C(15)	1,312 (4)
N(7)—C(8)	1,357 (3)	C(15)—C(16)	1,419 (4)
N(7)—C(11)	1,393 (3)	C(19)—C(20)	1,483 (5)
C(2)—N(1)—C(6)	116,1 (2)	N(7)—C(8)—C(12)	124,7 (2)
N(1)—C(2)—C(3)	125,9 (2)	N(9)—C(8)—C(12)	124,2 (2)
N(1)—C(2)—N(7)	114,7 (2)	C(8)—N(9)—N(10)	106,3 (2)
C(3)—C(2)—N(7)	119,4 (2)	N(9)—N(10)—C(11)	108,1 (2)
C(2)—C(3)—C(4)	117,6 (2)	N(7)—C(11)—N(10)	109,7 (2)
C(3)—C(4)—C(5)	117,6 (2)	N(7)—C(11)—C(19)	123,0 (2)
C(3)—C(4)—C(18)	120,6 (2)	N(10)—C(11)—C(19)	127,4 (2)
C(5)—C(4)—C(18)	121,8 (2)	C(8)—C(12)—O(13)	114,5 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	120,4 (2)	C(8)—C(12)—C(16)	136,4 (2)
N(1)—C(6)—C(5)	122,4 (2)	O(13)—C(12)—C(16)	109,0 (2)
N(1)—C(6)—C(17)	116,6 (2)	C(12)—O(13)—C(14)	106,0 (2)
C(5)—C(6)—C(17)	121,1 (2)	O(13)—C(14)—C(15)	110,7 (3)
C(2)—N(7)—C(8)	128,3 (2)	C(14)—C(15)—C(16)	106,6 (3)
C(2)—N(7)—C(11)	126,8 (2)	C(12)—C(16)—C(15)	107,6 (2)
C(8)—N(7)—C(11)	104,8 (2)	C(11)—C(19)—C(20)	112,9 (3)
N(7)—C(8)—N(9)	111,1 (2)		

Le groupe spatial envisagé initialement pour ce composé est le groupe $C2/m$. En effet, certaines réflexions $h0l$ pour lesquelles $l = 2n + 1$ ont des intensités non nulles parfois supérieures à trois fois l'écart-type. L'hypothèse proposée pour expliquer ces faits est la suivante: le cristal utilisé pourrait être formé de deux échantillons de volumes très différents accolés par la face (010). L'axe a de l'un serait superposé à l'axe c de l'autre et les axes b auraient des sens opposés. On remarque, par exemple, que les valeurs de θ pour les réflexions $h00$ avec $h = 2n$ sont relativement voisines, lorsque $4 \leq h \leq 12$, de celles que l'on obtient pour les réflexions $00l$ avec $l = h + 1 = 2n + 1$. Le rapport des volumes des deux échantillons, déduit de la comparaison des intensités des réflexions $h00$ et $00l$ ($l = h + 1$), serait de l'ordre de 3 à 5%. Tous les calculs ont été effectués avec les programmes du système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). La structure a été résolue avec le programme *MULTAN* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et les Fig. 1 et 2 réalisées avec le programme *ORTEP*

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H, des distances des atomes aux plans moyens, des distances interatomiques intermoléculaires et des angles de torsion ont été déposées aux archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 55448: 16 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: PA1016]

(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 la molécule et indique les numéros attribués à ses atomes et les lettres utilisées pour désigner les cycles qu'elle contient.

Références

- 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.
- 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). *MULTAN 11/82. 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. L. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*. Londres: Macmillan.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 163–165

2,5,*N,N'*-Tétra-*tert*-butyl-*p*-phénylène-diaminoxyl

N. RODIER

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

M. DVOLAITZKY ET A. RASSAT

Laboratoire d'Activation moléculaire, URA CNRS 1110, Ecole Normale Supérieure, 24 Rue Lhomond, 75231 Paris CEDEX, France

V. AGAFONOV ET R. CEOLIN

Laboratoire de Chimie physique, Faculté de Pharmacie, 2 Bis Boulevard Tonnelé, 37042 Tours CEDEX, France

(Reçu le 21 avril 1992, accepté le 10 août 1992)

Abstract

The molecule of the title compound is made of two asymmetric units related by a centre of symmetry and exhibits a *trans* conformation. The aromatic ring is elongated along the C(8)—C(8') [(i) $1 - x, 1 - y, 1 - z$] direction owing to steric hindrance and substituents on two contiguous C atoms are pushed apart from one another. The distance from an N atom to the aromatic ring plane is 0.105 (1) Å and that