

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2034–2037

Acide 4-{6-Chloro-3-(4-chlorobenzyl)-imidazo[4,5-*b*]pyridin-2-yl}-3,3-diméthylbutanoïque

N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

R. CEOLIN ET V. AGAFONOV

Laboratoire de Chimie Physique, Faculté de Pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnelé, 37042 Tours CEDEX, France

S. TOSCANI ET J. DUGUE

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 4 Avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France

E. NICOLAÏ ET J.-M. TEULON

Carpibem, Laboratoires UPSA, 128 Rue Danton, 92506 Rueil-Malmaison CEDEX, France

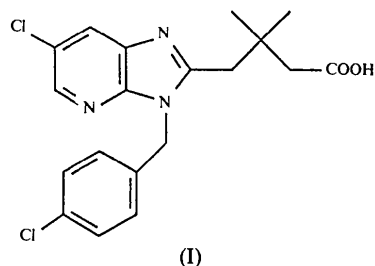
(Reçu le 22 février 1993, accepté le 18 mai 1993)

Abstract

The two independent molecules in the asymmetric unit of 4-{6-chloro-3-(4-chlorobenzyl)imidazo[4,5-*b*]pyridin-2-yl}-3,3-dimethylbutanoic acid have similar geometries except for their dimethylbutanoic acid groups. The imidazopyridine group and the phenyl ring least-square planes make a dihedral angle of 102.34 (9)° in molecule (1), and 117.04 (8)° in molecule (2). The carboxylic group of (2) occupies two positions with equal occupancy factors. The C(17)—C(18) bond (C^β—C^γ) of the butanoic acid chain is slightly longer than usual as a result of steric hindrance. Two O—H...N hydrogen bonds take part in the cohesion of the structure.

Commentaire

L'acide 4-{6-chloro-3-(4-chlorobenzyl)imidazo[4,5-*b*]pyridin-2-yl}-3,3-diméthylbutanoïque (I) est un antagoniste des récepteurs au thromboxane *A*₂ (Nicolaï, Goyard, Benchetrit, Teulon, Caussade, Virone, Delchambre & Cloarec, 1993). Son étude structurale a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de sa molécule et de vérifier les résultats obtenus par les méthodes spectrographiques classiques (masse, UV, IR, RMN de ¹H et de ¹³C).



La Fig. 1 représente une vue en perspective de la molécule (1) et la Fig. 2 une projection de la structure sur la face (010). Les numéros attribués aux atomes s'obtiennent en ajoutant aux numéros indiqués sur la Fig. 1 les nombres 100 ou 200 selon que les atomes appartiennent à la molécule (1) ou à la molécule (2), respectivement. Les cycles sont désignés par les lettres *A*, *B* et *C* (Fig. 1). Ces lettres sont accompagnées éventuellement de l'un des chiffres (1) ou (2) c'est-à-dire du numéro de la molécule dont le cycle fait partie. Lorsque deux valeurs numériques sont citées à la suite, la première con-

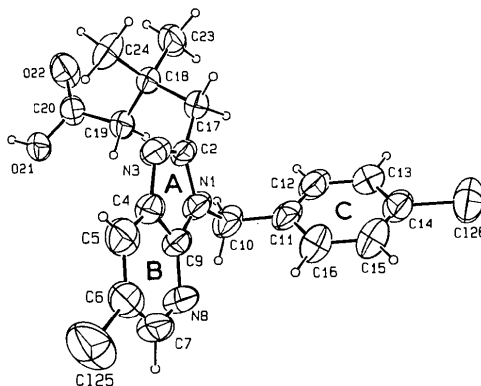


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule (1), numéros attribués aux atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

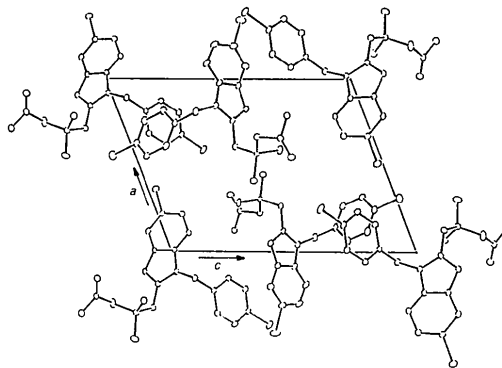


Fig. 2. Projection de la structure sur la face (010). Le groupement carboxylique de la molécule (2) représentée occupe la position *a*. Pour ne pas surcharger le dessin, les molécules situées au voisinage d'une face de la maille n'ont pas toutes été reproduites au voisinage de la face opposée.

cerne une grandeur de la molécule (1), la deuxième la grandeur homologue de la molécule (2).

Les deux groupements diméthylbutanoïque sont relativement différents en raison, notamment, de la présence de la fonction carboxylique de la molécule (2) sur deux positions. Si l'on exclut ces deux groupements, on observe que les géométries des deux molécules sont voisines. Ainsi, les différences entre les longueurs des liaisons homologues sont, au plus, de l'ordre des incertitudes. Il en est de même pour les angles valenciel à l'exception de ceux qui jouxtent les liaisons N(1)—C(10) et C(2)—C(17). Les angles de torsion endocycliques sont égaux aux incertitudes près. Par contre, les angles de torsion extracycliques présentent généralement des différences significatives. Les écarts les plus importants concernent C(2)—N(1)—C(10)—C(11) [78,5 (4) et 86,4 (4)°]. N(1)—C(10)—C(11)—C(12) [−122,8 (4) et −108,5 (3)°] et N(1)—C(10)—C(11)—C(16) [58,7 (5) et 75,0 (4)°].

Le groupement imidazopyridine (cycles *A* et *B*) est plan dans la molécule (1) et approximativement plan dans la molécule (2). Les valeurs du paramètre χ^2 relatives aux plans moyens $P(A_1B_1)$ et $P(A_2B_2)$ sont respectivement de 8 et de 91. Les cycles benzéniques sont plans. L'angle $P(AB)P(C)$ vaut 102,34 (9)° dans (1) et 117,04 (8)° dans (2).

Dans le groupement diméthylbutanoïque, le désordre de la fonction carboxylique de la molécule (2) explique la longueur anormale trouvée pour C(219)—C(220a) [1,632 (8) Å] tandis que l'allongement de C(17)—C(18) [1,562 (5) et 1,550 (5) Å] paraît dû à l'encombrement stérique autour de C(18). Les angles de torsion C(2)—C(17)—C(18)—C(19) [−52,7 (3) et 63,4 (4)°] et C(2)—C(17)—C(18)—C(24) [68,5 (3) et −57,6 (4)°] montrent que, dans la molécule (2), C(19) et C(24) échangent approximativement les positions qu'ils occupent dans la molécule (1). Cependant, le plan du groupement carboxylique possède approximativement la même orientation relative dans les deux molécules. En effet, si $P(D)$ désigne le plan moyen défini par C(19), C(20), O(21) et O(22), l'angle dièdre $P(AB)P(D)$ vaut 101,31 (9)° dans la molécule (1) et respectivement 93,5 (1) et 95,6 (1)° dans les formes *a* et *b* de la molécule (2).

Les molécules sont associées les unes aux autres par les liaisons hydrogène O(121)—H(121)⋯N(203ⁱ) [(i) $-x, -y, -z$; 2,721 (3) Å, 169 (3)°] et O(221a)—H(221a)⋯N(103ⁱⁱ) [(ii) $-x, 1-y, -z$; 2,729 (6) Å, 169°] ou O(221b)—H(221b)⋯N(103ⁱⁱ) longue de 2,728 (6) Å.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₉H₁₉Cl₂N₃O₂
M_r = 392,29

Cu K α radiation
 λ = 1,5418 Å

Triclinique
 $P\bar{1}$
 a = 11,357 (1) Å
 b = 11,733 (1) Å
 c = 15,205 (1) Å
 α = 91,637 (8)°
 β = 111,561 (7)°
 γ = 96,030 (9)°
 V = 1869,1 (6) Å³
 Z = 4
 D_x = 1,394 Mg m⁻³

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 θ = 23,38–39,83°
 μ = 3,33 mm⁻¹
 T = 294 K
Parallélépipédique
0,38 × 0,30 × 0,25 mm
Incolore
Source du cristal: évaporation d'une solution dans l'éthanol

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4
Balayage $\theta/2\theta$
Pas de correction d'absorption
5538 réflexions mesurées
5538 réflexions indépendantes
4578 réflexions observées
[$I \geq 3\sigma(I)$]

θ_{\max} = 60°
 h = −12 → 12
 k = 0 → 13
 l = −17 → 16
3 réflexions de référence
fréquence: 120 min
variation d'intensité: 41,1%

Affinement

Affinement basé sur les F
 R = 0,048
 wR = 0,050
 S = 1,79
4578 réflexions
602 paramètres
Seules les coordonnées x, y, z des atomes d'hydrogène ont été affinées

$w = 1/\{1 + [(F - 21,2)/163,7]^2\}$
 $(\Delta/\sigma)_{\max}$ = 0,08
 $\Delta\rho_{\max}$ = 0,35 (5) e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min}$ = −0,32 (5) e Å⁻³
Facteurs de diffusion de des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV)

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

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

	x	y	z	B_{eq}
N(101)	0,0903 (2)	0,2357 (2)	0,5403 (2)	4,41 (6)
C(102)	0,1737 (3)	0,2892 (3)	0,5034 (2)	3,77 (6)
N(103)	0,1200 (2)	0,3621 (2)	0,4413 (2)	4,11 (6)
C(104)	−0,0050 (3)	0,3568 (3)	0,4362 (2)	4,29 (7)
C(105)	−0,1057 (3)	0,4132 (3)	0,3836 (2)	5,48 (9)
C(106)	−0,2166 (3)	0,3861 (4)	0,3982 (3)	6,4 (1)
C(107)	−0,2265 (3)	0,3068 (4)	0,4617 (3)	7,8 (1)
N(108)	−0,1305 (3)	0,2502 (3)	0,5137 (2)	6,68 (3)
C(109)	−0,0240 (3)	0,2789 (3)	0,4980 (2)	4,73 (8)
C(110)	0,1158 (3)	0,1547 (3)	0,6150 (2)	5,30 (8)
C(111)	0,1813 (3)	0,2139 (3)	0,7131 (2)	4,70 (7)
C(112)	0,2960 (3)	0,1868 (3)	0,7736 (2)	5,59 (9)
C(113)	0,3557 (3)	0,2385 (4)	0,8644 (2)	5,72 (9)
C(114)	0,2984 (3)	0,3202 (3)	0,8939 (2)	5,33 (9)
C(115)	0,1840 (4)	0,3490 (4)	0,8354 (2)	6,3 (1)
C(116)	0,1242 (4)	0,2960 (3)	0,7448 (2)	5,9 (1)
C(117)	0,3068 (3)	0,2629 (3)	0,5299 (2)	4,08 (7)
C(118)	0,3336 (3)	0,1880 (3)	0,4544 (2)	3,78 (7)
C(119)	0,2375 (3)	0,0793 (3)	0,4254 (2)	4,30 (7)
C(120)	0,2352 (3)	0,0057 (3)	0,3410 (2)	4,18 (7)
O(121)	0,1185 (2)	−0,0335 (2)	0,2853 (1)	4,91 (5)
O(122)	0,3281 (2)	−0,0146 (2)	0,3255 (2)	6,58 (7)
C(123)	0,4696 (3)	0,1605 (4)	0,5017 (2)	5,56 (9)
C(124)	0,3227 (3)	0,2573 (3)	0,3686 (2)	5,47 (9)
Cl(125)	−0,3503 (1)	0,4513 (1)	0,3366 (1)	9,90 (3)
Cl(126)	0,3718 (1)	0,3858 (1)	1,00830 (7)	8,18 (3)

N(201)	-0,0642 (2)	0,2390 (2)	0,0193 (2)	3,61 (5)	C(106)—C(107)—N(108)	124,1 (4)	C(206)—C(207)—N(208)	122,7 (2)
C(202)	-0,1383 (3)	0,2140 (3)	-0,0753 (2)	3,57 (7)	C(107)—N(108)—C(109)	112,6 (3)	C(207)—N(208)—C(209)	113,8 (3)
N(203)	-0,0836 (2)	0,1502 (2)	-0,1186 (2)	3,73 (6)	N(101)—C(109)—C(104)	106,2 (3)	N(201)—C(209)—C(204)	105,4 (2)
C(204)	0,0319 (3)	0,1328 (3)	-0,0504 (2)	3,49 (6)	N(101)—C(109)—N(108)	126,3 (3)	N(201)—C(209)—N(208)	127,1 (3)
C(205)	0,1303 (3)	0,0752 (3)	-0,0542 (2)	3,98 (7)	C(104)—C(109)—N(108)	127,5 (3)	C(204)—C(209)—N(208)	127,5 (3)
C(206)	0,2318 (3)	0,0758 (3)	0,0288 (2)	4,03 (7)	N(101)—C(110)—C(111)	112,6 (3)	N(201)—C(210)—C(211)	114,7 (2)
C(207)	0,2363 (3)	0,1306 (3)	0,1134 (2)	4,61 (8)	C(110)—C(111)—C(112)	121,6 (3)	C(210)—C(211)—C(212)	120,7 (3)
N(208)	0,1425 (2)	0,1881 (3)	0,1182 (2)	4,42 (6)	C(110)—C(111)—C(116)	120,2 (3)	C(210)—C(211)—C(216)	120,4 (3)
C(209)	0,0457 (3)	0,1867 (3)	0,0368 (2)	3,57 (7)	C(112)—C(111)—C(116)	118,2 (3)	C(212)—C(211)—C(216)	118,8 (3)
C(210)	-0,0852 (3)	0,3119 (3)	0,0917 (2)	4,12 (7)	C(111)—C(112)—C(113)	122,2 (4)	C(211)—C(212)—C(213)	120,9 (3)
C(211)	-0,1648 (3)	0,2514 (3)	0,1410 (2)	3,65 (7)	C(112)—C(113)—C(114)	118,7 (3)	C(212)—C(213)—C(214)	118,9 (2)
C(212)	-0,2883 (3)	0,2753 (3)	0,1229 (2)	4,55 (8)	C(113)—C(114)—C(115)	120,6 (3)	C(213)—C(214)—C(215)	121,4 (3)
C(213)	-0,3605 (3)	0,2226 (3)	0,1703 (2)	5,01 (8)	C(113)—C(114)—Cl(126)	119,4 (2)	C(213)—C(214)—Cl(226)	118,4 (3)
C(214)	-0,3076 (3)	0,1479 (3)	0,2361 (2)	4,58 (7)	C(115)—C(114)—Cl(126)	120,0 (3)	C(215)—C(214)—Cl(226)	120,1 (3)
C(215)	-0,1847 (3)	0,1242 (3)	0,2567 (2)	4,69 (8)	C(114)—C(115)—C(116)	120,4 (4)	C(214)—C(215)—C(216)	119,5 (3)
C(216)	-0,1135 (3)	0,1760 (3)	0,2087 (2)	4,11 (7)	C(111)—C(116)—C(115)	119,9 (3)	C(211)—C(216)—C(215)	120,4 (3)
C(217)	-0,2639 (3)	0,2546 (3)	-0,1239 (2)	4,17 (7)	C(102)—C(117)—C(118)	115,9 (2)	C(202)—C(217)—C(218)	116,6 (3)
C(218)	-0,2653 (3)	0,3609 (3)	-0,1823 (2)	4,16 (7)	C(117)—C(118)—C(119)	108,8 (3)	C(217)—C(218)—C(219)	108,2 (3)
C(219)	-0,2224 (4)	0,3287 (3)	-0,2638 (2)	6,3 (1)	C(117)—C(118)—C(123)	106,1 (2)	C(217)—C(218)—C(223)	108,1 (3)
C(220a)	-0,1573 (6)	0,4400 (6)	-0,2989 (4)	4,5 (2)	C(117)—C(118)—C(124)	109,4 (3)	C(217)—C(218)—C(224)	110,1 (2)
C(220b)	-0,2538 (6)	0,4163 (6)	-0,3377 (4)	4,1 (1)	C(119)—C(118)—C(123)	111,8 (3)	C(219)—C(218)—C(223)	111,0 (3)
O(221a)	-0,2435 (4)	0,4709 (4)	-0,3741 (3)	5,1 (1)	C(119)—C(118)—C(124)	110,8 (2)	C(219)—C(218)—C(224)	110,6 (3)
O(221b)	-0,1406 (4)	0,4797 (4)	-0,3182 (3)	5,5 (1)	C(123)—C(118)—C(124)	109,7 (3)	C(223)—C(218)—C(224)	108,8 (3)
O(222a)	-0,0502 (4)	0,4918 (4)	-0,2613 (3)	5,6 (1)	C(118)—C(119)—C(120)	116,0 (3)	C(218)—C(219)—C(220a)	112,5 (3)
O(222b)	-0,3489 (4)	0,4325 (4)	-0,4002 (3)	5,2 (1)	C(119)—C(120)—O(121)	111,5 (3)	C(218)—C(219)—C(220b)	110,7 (4)
C(223)	-0,4004 (4)	0,3927 (4)	-0,2204 (3)	7,1 (1)	C(119)—C(120)—O(122)	125,2 (2)	C(219)—C(220a)—O(221a)	107,5 (5)
C(224)	-0,1765 (3)	0,4618 (3)	-0,1192 (2)	5,05 (9)	O(121)—C(120)—O(122)	123,3 (3)	C(219)—C(220b)—O(221b)	102,7 (5)
Cl(225)	0,36175 (8)	0,00702 (9)	0,03215 (6)	5,73 (2)			C(219)—C(220a)—O(222a)	128,7 (5)
Cl(226)	-0,39889 (8)	0,0831 (1)	0,29588 (6)	6,76 (2)			C(219)—C(220b)—O(222b)	133,5 (6)
							O(221a)—C(220a)—O(222a)	123,7 (6)
							O(221b)—C(220b)—O(222b)	123,8 (6)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

N(101)—C(102)	1,376 (4)	N(201)—C(202)	1,377 (3)
N(101)—C(109)	1,378 (4)	N(201)—C(209)	1,391 (4)
N(101)—C(110)	1,467 (4)	N(201)—C(210)	1,477 (4)
C(102)—N(103)	1,314 (4)	C(202)—N(203)	1,322 (4)
C(102)—C(117)	1,484 (4)	C(202)—C(217)	1,483 (4)
N(103)—C(104)	1,387 (4)	N(203)—C(204)	1,380 (3)
C(104)—C(105)	1,379 (5)	C(204)—C(205)	1,382 (5)
C(104)—C(109)	1,388 (5)	C(204)—C(209)	1,400 (4)
C(105)—C(106)	1,363 (6)	C(205)—C(206)	1,360 (3)
C(106)—C(107)	1,386 (6)	C(206)—C(207)	1,403 (5)
C(106)—Cl(125)	1,734 (4)	C(206)—Cl(225)	1,741 (3)
C(107)—N(108)	1,342 (5)	C(207)—N(208)	1,342 (5)
N(108)—C(109)	1,328 (5)	N(208)—C(209)	1,317 (3)
C(110)—C(111)	1,510 (4)	C(210)—C(211)	1,508 (5)
C(111)—C(112)	1,366 (4)	C(211)—C(212)	1,387 (5)
C(111)—C(116)	1,384 (6)	C(211)—C(216)	1,380 (4)
C(112)—C(113)	1,383 (5)	C(212)—C(213)	1,389 (5)
C(113)—C(114)	1,365 (6)	C(213)—C(214)	1,360 (5)
C(114)—C(115)	1,362 (5)	C(214)—C(215)	1,374 (5)
C(114)—Cl(126)	1,742 (3)	C(214)—Cl(226)	1,746 (4)
C(115)—C(116)	1,386 (5)	C(215)—C(216)	1,382 (5)
C(117)—C(118)	1,562 (5)	C(217)—C(218)	1,550 (5)
C(118)—C(119)	1,528 (4)	C(218)—C(219)	1,540 (6)
C(118)—C(123)	1,519 (4)	C(218)—C(223)	1,519 (5)
C(118)—C(124)	1,531 (5)	C(218)—C(224)	1,520 (4)
C(119)—C(120)	1,518 (5)	C(219)—C(220a)	1,632 (8)
C(120)—O(121)	1,308 (3)	C(219)—C(220b)	1,515 (7)
C(120)—O(122)	1,207 (5)	C(220a)—O(221a)	1,294 (7)
		C(220b)—O(221b)	1,342 (7)
		C(220a)—O(222a)	1,221 (7)
		C(220b)—O(222b)	1,185 (7)
C(102)—N(101)—C(109)	106,5 (3)	C(202)—N(201)—C(209)	106,6 (2)
C(102)—N(101)—C(110)	128,5 (3)	C(202)—N(201)—C(210)	130,0 (2)
C(109)—N(101)—C(110)	124,9 (3)	C(209)—N(201)—C(210)	123,3 (2)
N(101)—C(102)—N(103)	112,0 (3)	N(201)—C(202)—N(203)	112,1 (2)
N(101)—C(102)—C(117)	122,7 (3)	N(201)—C(202)—C(217)	124,3 (3)
N(103)—C(102)—C(117)	125,3 (3)	N(203)—C(202)—C(217)	123,5 (2)
C(102)—N(103)—C(104)	106,0 (3)	C(202)—N(203)—C(204)	105,9 (2)
N(103)—C(104)—C(105)	132,3 (3)	N(203)—C(204)—C(205)	132,3 (3)
N(103)—C(104)—C(109)	109,3 (3)	N(203)—C(204)—C(209)	109,9 (3)
C(105)—C(104)—C(109)	118,4 (3)	C(205)—C(204)—C(209)	117,9 (2)
C(104)—C(105)—C(106)	115,7 (4)	C(204)—C(205)—C(206)	116,0 (3)
C(105)—C(106)—C(107)	121,7 (3)	C(205)—C(206)—C(207)	122,2 (3)
C(105)—C(106)—Cl(125)	120,2 (3)	C(205)—C(206)—Cl(225)	119,9 (3)
C(107)—C(106)—Cl(125)	118,1 (3)	C(207)—C(206)—Cl(225)	117,9 (2)

Les corrections de décroissance ont été calculées avec le programme *ANISDECAY* du système *MolEN* (Fair, 1990). La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et les Fig. 1 et 2 réalisées avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976).

La fonction carboxylique de la molécule (2) occupe deux positions *a* et *b* dont les taux d'occupation sont égaux aux incertitudes près. Le dédoublement de C(219), en raison de la longueur trouvée pour C(219)—C(220a) [1,632 (8) Å] et de la forme relativement allongée de son ellipsoïde d'agitation thermique, a conduit à des longueurs inhabituelles pour la plupart des liaisons issues de C(219a) et de C(219b) et a été abandonné. L'atome d'hydrogène lié à O(221b) n'a pas été localisé avec certitude. Les positions des atomes d'hydrogène liés à C(219) ainsi que celle de H(221a) n'ont pas été affinées. A l'exception de *ANISDECAY*, tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H et O—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 71338: 37 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: PA1048]

Références

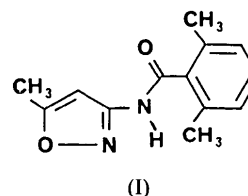
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
 Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National 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.

Nicolai, E., Goyard, J., Benchetrit, T., Teulon, J.-M., Caussade, F., Virone, A., Delchambre, C. & Cloarec, A. (1993). *J. Med. Chem.* Sous presse.

Commentaire

Le 2,6-diméthyl-*N*-(5-méthyl-3-isoxazolyl)benzamide (I) possède des propriétés anticonvulsivantes (Lepage, Tombret, Cuvier, Marivain & Gillardin, 1992). Son étude structurale a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de sa molécule.



Acta Cryst. (1993). **C49**, 2037–2039

2,6-Diméthyl-*N*-(5-méthyl-3-isoxazolyl)-benzamide

N. RODIER

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

R. CEOLIN

Laboratoire de Chimie Physique, Faculté de Pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnellé, 37042 Tours CEDEX, France

J. DUGUE

Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 4 Avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France

F. LEPAGE

Laboratoires Biocodex, Chemin d'Armancourt, ZAC de Mercières, 60200 Compiègne CEDEX, France

(Reçu le 22 février 1993, accepté le 18 mai 1993)

Abstract

The molecule of the title compound, 2,6-dimethyl-*N*-(5-methyl-3-isoxazolyl)benzamide, consists of two parts which are approximately planar, an *N*-3-amido-5-methylisoxazole group and a 2,6-dimethylbenzene group. The least-squares planes of the isoxazole and benzene rings make an angle of 83.54 (9)°. An intramolecular C—H...O hydrogen bond [2.877 (3) Å, 110 (2)°] forms a pseudo six-membered ring and contributes to the planarity of the isoxazole group. A delocalized orbital spreads out from the isoxazole ring to the carbonyl group. The structure is made up of dimers; molecules belonging to the same dimer are related by a centre of symmetry and linked together by two N—H...N hydrogen bonds [2.983 (3) Å, 163 (3)°].

La molécule est formée de deux parties approximativement planes. La première comprend le groupement *N*-3-amido-5-méthylisoxazole, la seconde le groupement 2,6-diméthylbenzène. Dans la première, le cycle isoxazole (cycle *A*) est plan ($\chi^2 = 10$). N(6) et C(16) sont très proches de son plan moyen *P*(*A*) dont C(7) et O(15) sont distants respectivement de 0,209 (3) et de 0,348 (2) Å. Dans la seconde, les valeurs absolues des angles de torsion endocycliques autour des liaisons C(8)—C(9), C(9)—C(10) et C(10)—C(11) vont de 2,6 (7) à 4,0 (5)°; elles indiquent une légère déformation du cycle *B*. Les distances de C(14) et de C(17) au plan moyen *P*(*B*) du cycle benzénique sont de 0,037 (4) et de 0,050 (4) Å respectivement.

La liaison hydrogène intramoléculaire C(3)—H(3)...O(15) [2,877 (3) Å, 110 (2)°] forme un pseudo-cycle hexagonal très proche de la planéité. En effet, les distances de C(2), C(3), N(6), C(7) et O(15) au plan moyen *P*(*C*) calculé avec les mêmes atomes sont comprises entre 0,012 (3) et 0,051 (3) Å. H(3) est à 0,18 (3) Å de *P*(*C*).

Les longueurs des liaisons C(2)—N(6) [1,388 (3) Å] et N(6)—C(7) [1,383 (4) Å] s'expliquent par l'existence d'une orbitale délocalisée qui s'étend du cycle isoxazole à l'atome d'oxygène du groupement carbonyle. La déformation du cycle *B* signalée

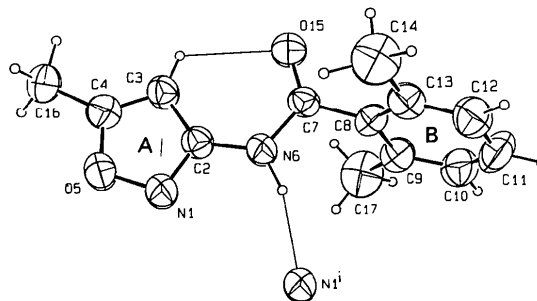


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective et numéros attribués à ses atomes. Les traits les plus fins représentent les liaisons hydrogène.