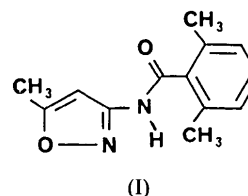


Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.

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

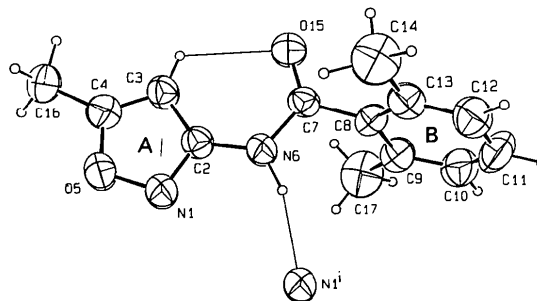


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective et numéros attribués à ses atomes. Les traits les plus fins représentent les liaisons hydrogène.

précédemment se manifeste aussi par l'allongement de C(8)—C(9) [1,433 (7) Å]. Les cinq autres distances C—C entre les atomes contigus du même cycle appartiennent à l'intervalle 1,359 (6)—1,396 (9) Å.

La Fig. 2 montre que la structure est formée de dimères. Les deux molécules appartenant au même dimère se déduisent l'une de l'autre par un centre de symétrie et sont unies par les liaisons hydrogène N(6)—H(6)⋯N(1ⁱ) et N(6ⁱ)—H(6ⁱ)⋯N(1) [(i) 2 - x, -y, -z; 2,983 (3) Å, 163 (3)°].

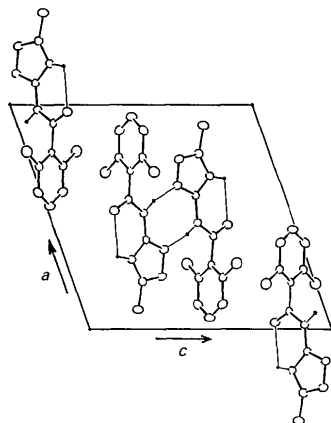


Fig. 2. Projection de la structure sur la face (010). Les atomes d'hydrogène représentés sont ceux qui participent aux liaisons hydrogène.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₃H₁₄N₂O₂

M_r = 230,27

Monoclinique

*P*2₁/*n*

a = 12,226 (2) Å

b = 8,565 (1) Å

c = 12,675 (1) Å

β = 109,85 (1)°

V = 1248,3 (6) Å³

Z = 4

D_x = 1,225 Mg m⁻³

Cu *Kα* radiation

λ = 1,5418 Å

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
θ = 12,09–38,75°
μ = 0,65 mm⁻¹
T = 294 K

Plaquette
0,30 × 0,21 × 0,07 mm
Incolore

Source du cristal: cristal obtenu par évaporation d'une solution dans le toluène

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4

Balayage *θ*/2*θ*

Pas de correction d'absorption

1109 réflexions mesurées

1109 réflexions indépendantes

882 réflexions observées [*I* ≥ 2*σ*(*I*)]

*θ*_{max} = 65°

h = -14 → 13

k = 0 → 10

l = 0 → 14

3 réflexions de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité: 5,0%

Affinement

Affinement basé sur les *F*

R = 0,043

wR = 0,051

S = 1,34

882 réflexions

161 paramètres

Seules les coordonnées de

H(3) et de H(6) ont été

affinées

$w = 1/(\{[F^2 + 2F\sigma(F)]^{1/2} - F\}^2 + (0,02F)^2 + 5)$

(*Δ*/*σ*)_{max} = 0,03

*Δρ*_{max} = 0,12 (3) e Å⁻³

*Δρ*_{min} = -0,12 (3) e Å⁻³

Correction d'extinction:

Stout & Jensen (1968)

Coefficient d'extinction:

3,2 (3) × 10⁻⁶

Facteurs de diffusion de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV)

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

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

	x	y	z	B _{eq}
N(1)	1,1419 (2)	0,0690 (3)	0,0727 (2)	4,91 (6)
C(2)	1,0991 (2)	0,1562 (3)	0,1348 (2)	3,75 (6)
C(3)	1,1865 (2)	0,2281 (4)	0,2233 (2)	4,26 (6)
C(4)	1,2863 (2)	0,1805 (3)	0,2103 (2)	4,45 (6)
O(5)	1,2624 (2)	0,0833 (3)	0,1207 (2)	5,13 (5)
N(6)	0,9789 (2)	0,1625 (3)	0,1044 (2)	4,19 (5)
C(7)	0,9200 (2)	0,2653 (5)	0,1501 (2)	3,70 (4)
C(8)	0,7903 (2)	0,2575 (9)	0,0996 (1)	3,55 (4)
C(9)	0,7320 (2)	0,1280 (4)	0,1287 (2)	4,47 (6)
C(10)	0,6121 (3)	0,1279 (4)	0,0868 (3)	5,86 (8)
C(11)	0,5525 (2)	0,241 (1)	0,0151 (2)	6,48 (7)
C(12)	0,6108 (3)	0,3647 (5)	-0,0146 (3)	5,99 (8)
C(13)	0,7309 (2)	0,3722 (4)	0,0292 (2)	4,56 (7)
C(14)	0,7940 (3)	0,5072 (5)	-0,0001 (3)	7,1 (1)
O(15)	0,9689 (2)	0,3552 (2)	0,2241 (2)	5,84 (5)
C(16)	1,4112 (2)	0,2128 (4)	0,2709 (3)	5,8 (1)
C(17)	0,7961 (3)	-0,0020 (5)	0,2042 (3)	7,1 (1)

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

N(1)—C(2)	1,316 (4)	C(7)—O(15)	1,204 (4)
N(1)—O(5)	1,395 (3)	C(8)—C(9)	1,433 (7)
C(2)—C(3)	1,402 (3)	C(8)—C(13)	1,359 (6)
C(2)—N(6)	1,388 (3)	C(9)—C(10)	1,379 (4)
C(3)—C(4)	1,350 (4)	C(9)—C(17)	1,503 (5)
C(4)—O(5)	1,357 (3)	C(10)—C(11)	1,360 (8)
C(4)—C(16)	1,484 (3)	C(11)—C(12)	1,396 (9)
N(6)—C(7)	1,383 (4)	C(12)—C(13)	1,383 (4)
C(7)—C(8)	1,496 (3)	C(13)—C(14)	1,505 (5)
C(2)—N(1)—O(5)	105,4 (2)	C(7)—C(8)—C(9)	118,1 (4)
N(1)—C(2)—C(3)	112,2 (2)	C(7)—C(8)—C(13)	120,1 (5)
N(1)—C(2)—N(6)	117,0 (2)	C(9)—C(8)—C(13)	121,8 (2)
C(3)—C(2)—N(6)	130,7 (3)	C(8)—C(9)—C(10)	117,2 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	104,1 (2)	C(8)—C(9)—C(17)	122,7 (3)
C(3)—C(4)—O(5)	109,9 (2)	C(10)—C(9)—C(17)	120,1 (3)
C(3)—C(4)—C(16)	134,0 (3)	C(9)—C(10)—C(11)	121,0 (4)
O(5)—C(4)—C(16)	116,1 (3)	C(10)—C(11)—C(12)	120,9 (2)
N(1)—O(5)—C(4)	108,3 (2)	C(11)—C(12)—C(13)	119,8 (3)
C(2)—N(6)—C(7)	124,1 (2)	C(8)—C(13)—C(12)	119,2 (3)
N(6)—C(7)—C(8)	114,8 (3)	C(8)—C(13)—C(14)	120,8 (3)
N(6)—C(7)—O(15)	122,8 (2)	C(12)—C(13)—C(14)	120,0 (3)
C(8)—C(7)—O(15)	122,4 (3)		

Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (Frenz, 1982). La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982), les Fig. 1 et 2 réalisées avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976) et l'affinement avec programme à matrice entière. En raison du nombre insuffisant de

réflexions observées, les coordonnées des atomes d'hydrogène n'ont pas été affinées à l'exception de celles des atomes H(3) et H(6) qui participent aux liaisons hydrogène.

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 71335: 11 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: PA1049]

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.
- Lepage, F., Tombret, F., Cuvier, G., Marivain, A. & Gillardin, J. M. (1992). *Eur. J. Med. Chem.* **27**, 581–593.
- 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.

Acta Cryst. (1993). **C49**, 2039–2040

6-(2-Methylpropylthio)-2-pyridyl Methanesulfonate

M. F. MACKAY*

Department of Chemistry, La Trobe University, Bundoora, Victoria 3083, Australia

G. HOLAN, G. T. WERNERT AND D. A. WINKLER

CSIRO, Division of Chemicals and Polymers, Private Bag 10, Clayton, Victoria 3168, Australia

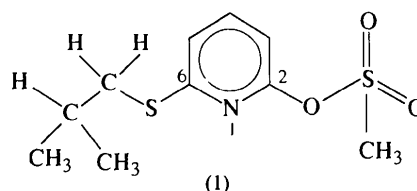
(Received 22 January 1993; accepted 9 June 1993)

Abstract

The title compound, $C_{10}H_{15}NO_3S_2$, is an acetylcholinesterase inhibitor when bioactivated to the sulfoxide or sulfone. The pyridine ring atoms are coplanar to within experimental error and the 2-methylpropylthio substituent is extended with atoms C6, S6, C8 and C9 lying close to the ring plane [torsion angle $177.0(4)^\circ$]. The orientation of the methanesulfonate moiety to the pyridine ring is given by the torsion angle $C2-O2-S2-C7 = 84.4(4)^\circ$.

Comment

The structure determination was carried out to define the conformation of the title compound (1) for use in theoretical studies aiming to define the relationships between molecular structure and biological activity. As far as we are aware, this is the first reported X-ray structure of a 2-pyridyl sulfonate. Moreover, a search of the Cambridge Structural Database (Allen, Kennard & Taylor, 1983) did not reveal any structural moiety containing a pyridine ring substituted with O and S atoms at the 2 and 6 positions, respectively.



A perspective view of (1) is shown in Fig. 1. It is interesting to note a significant difference in the two C—N bond lengths, cf. $N1-C2 = 1.302(6)$ and $N1-C6 = 1.349(5)$ Å, and in the two endocyclic bond angles, cf. $N1-C2-C3 = 127.6(3)$ and $N1-C6-C5 = 122.2(3)^\circ$. The endocyclic angle subtended at the N atom is $116.4(3)^\circ$. The distortion of the tetrahedral array about the sulfonate S atom is reflected in the variation of the bond lengths and interbond angles involving S2. The S—C bond length is $1.754(5)$ Å and the S—O and S=O bonds are $1.598(3)$ and $1.423(2)$ Å (mean value), respectively. The $O=S=O$ angle, $120.1(2)^\circ$, is much larger than the other angles subtended at S2, which range in value from $103.2(3)$ ($O2-S2-O3$) to $110.7(2)^\circ$ ($O4-S2-C7$). These dimensions agree with those reported for other methanesulfonate moieties. The C6—S6 bond

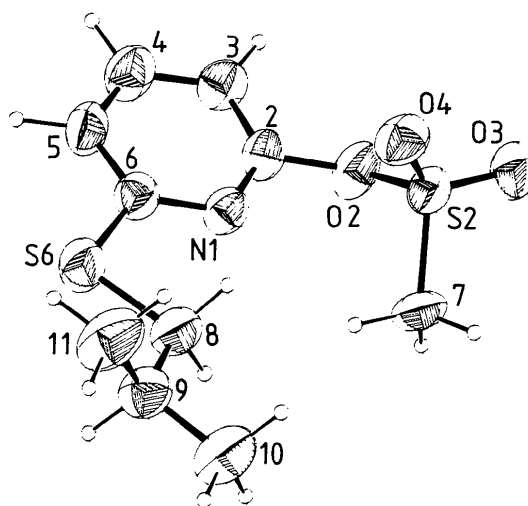


Fig. 1. The molecular structure with thermal ellipsoids scaled to 50% probability. The C symbol is omitted and the H atoms are denoted by spheres of arbitrary radii.