

**Data collection**

Huber four-circle diffractometer with a Rigaku rotating anode	$\theta_{\max} = 67^\circ$ $h = -8 \rightarrow 8$ $k = 0 \rightarrow 9$ $l = 0 \rightarrow 26$
$\theta/2\theta$ scans	1 standard reflection monitored every 50 reflections
Absorption correction: none	intensity variation: none
2927 measured reflections	
2927 independent reflections	
2217 observed reflections [ $I \geq 2.5\sigma(I)$ ]	

**Refinement**

Refinement on $F$	$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.003$
$R = 0.054$	$\Delta\rho_{\max} = 0.36 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
$wR = 0.057$	$\Delta\rho_{\min} = -0.65 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
$S = 0.6$	Atomic scattering factors from <i>International Tables for X-ray Crystallography</i> (1974, Vol. IV)
2217 reflections	
155 parameters	
H-atom positions calculated	
$w = 1/[\sigma^2(F) + 0.01823F^2]$	

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

$$U_{\text{eq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	$x$	$y$	$z$	$U_{\text{eq}}$
P1	0.8725 (1)	0.5396 (1)	0.3829 (1)	0.047 (1)
O2	1.0582 (3)	0.4427 (3)	0.3664 (1)	0.062 (1)
C3	1.0205 (6)	0.2971 (7)	0.3339 (2)	0.087 (2)
C4	0.8188 (6)	0.2494 (5)	0.3430 (2)	0.066 (1)
C5	0.7154 (8)	0.1980 (6)	0.2868 (2)	0.088 (2)
C6	0.6202 (9)	0.3453 (7)	0.2651 (2)	0.100 (2)
C7	0.5659 (5)	0.4376 (5)	0.3209 (2)	0.070 (1)
N8	0.7214 (4)	0.3991 (3)	0.3619 (1)	0.050 (1)
B9	0.8501 (8)	0.7455 (5)	0.3447 (2)	0.073 (1)
C10	0.8756 (4)	0.5518 (3)	0.4622 (1)	0.046 (1)
C11	0.8355 (5)	0.7001 (4)	0.4880 (1)	0.058 (1)
C12	0.8291 (6)	0.7164 (6)	0.5491 (2)	0.071 (1)
C13	0.8630 (6)	0.5864 (5)	0.5834 (1)	0.071 (1)
C14	0.8994 (5)	0.4343 (5)	0.5593 (1)	0.064 (1)
C15	0.9034 (4)	0.4169 (4)	0.4986 (1)	0.050 (1)
O16	0.9337 (4)	0.2752 (3)	0.4710 (1)	0.065 (1)
C17	0.9288 (6)	0.1297 (5)	0.5047 (2)	0.072 (1)

Table 2. Selected geometric parameters ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

O2—P1	1.602 (2)	N8—P1	1.661 (3)
B9—P1	1.917 (4)	C10—P1	1.802 (3)
C3—O2	1.438 (6)	C4—C3	1.518 (7)
C5—C4	1.536 (5)	N8—C4	1.486 (4)
C6—C5	1.482 (8)	C7—C6	1.529 (6)
N8—C7	1.489 (4)	C11—C10	1.389 (4)
C15—C10	1.403 (4)	C12—C11	1.392 (5)
C13—C12	1.350 (6)	C14—C13	1.397 (5)
C15—C14	1.384 (4)	O16—C15	1.346 (4)
C17—O16	1.427 (4)		
N8—P1—O2	97.5 (1)	B9—P1—O2	114.1 (2)
B9—P1—N8	115.9 (2)	C10—P1—O2	104.5 (1)
C10—P1—N8	109.4 (1)	C10—P1—B9	113.7 (2)
C3—O2—P1	112.4 (2)	C4—C3—O2	109.1 (3)
C5—C4—C3	114.9 (4)	N8—C4—C3	105.9 (3)
N8—C4—C5	104.0 (3)	C6—C5—C4	105.8 (4)
C7—C6—C5	104.7 (4)	N8—C7—C6	102.6 (3)
C4—N8—P1	110.9 (2)	C7—N8—P1	121.4 (2)
C7—N8—C4	110.6 (3)	C11—C10—P1	117.9 (2)
C15—C10—P1	123.0 (2)	C15—C10—C11	118.9 (3)
C12—C11—C10	120.8 (3)	C13—C12—C11	119.4 (4)
C14—C13—C12	121.6 (3)	C15—C14—C13	119.2 (3)
C14—C15—C10	120.0 (3)	O16—C15—C10	116.2 (2)
O16—C15—C14	123.9 (3)	C17—O16—C15	118.7 (3)

The structure was solved by direct methods using *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). H-atom positions were calculated; the values given in the deposit material were computed using *SHELX76* (Sheldrick, 1976). At the end of the refinement the 901 Friedel pairs of reflections present in the data set were sorted according to  $w^{1/2}||F_c(h,k,l)| - |F_c(-h,-k,-l)||$  in order of decreasing magnitude. Among the first 200 pairs of reflections, the signs of 172 observed differences were consistent with the signs of the corresponding calculated differences, establishing that the molecule is described with the correct absolute configuration.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71778 (20 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: DU1059]

**References**

- Brunel, J. M., Pardigon, O., Faure, B. & Buono, G. (1992). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 287–288.
- Buono, G., Brunel, J. M., Faure, B. & Pardigon, O. (1993). *Phosphorus Sulfur Silicon*, pp. 43–46.
- Motherwell, W. D. S. & Clegg, W. (1978). *PLUTO. Program for Plotting Molecular and Crystal Structures*. Univ. of Cambridge, England.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. of Cambridge, England.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Crystallographic Computing 3*, edited by G. M. Sheldrick, C. Krüger & R. Goddard, pp. 175–189. Oxford Univ. Press.

*Acta Cryst.* (1994). **C50**, 955–957

### 4-(4,6-Diméthylpyrid-2-yl)-5-éthyl-3-phényl-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*

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

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

(Reçu le 1 juin 1993, accepté le 27 septembre 1993)

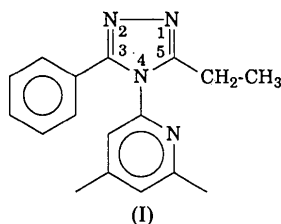
**Abstract**

The title compound,  $C_{17}H_{18}N_4$ , is a structural analogue of *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)benzamide, with a triazolic heterocycle instead of the amide

function, affording stronger anti-inflammatory properties. The three rings in the molecule are planar with dihedral angles between their least-squares planes of 73.4 (2), 70.7 (2) and 38.8 (4)°. The crystal structure can be regarded as a stack of molecular layers parallel to the (001) plane.

### Commentaire

Le composé étudié, (1), est un analogue structural du *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)benzamide. Il en dérive par remplacement de la fonction amide par un hétérocycle triazolique. Cette modification entraîne une diminution de l'activité anti-inflammatoire. L'étude cristallographique a été entreprise dans la perspective de préciser les valeurs des paramètres structuraux qui conditionnent l'émergence des propriétés anti-inflammatoires.



Les coordonnées atomiques relatives et les facteurs de température isotropes équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2. Les noms des atomes et les lettres utilisées pour désigner les cycles sont indiqués sur la Fig. 1.

Les trois cycles *A*, *B* et *C* présents dans la molécule sont plans aux incertitudes près. En effet, les distances des atomes constituant chacun d'eux au plan moyen correspondant [plan *P*(*A*), *P*(*B*) ou *P*(*C*)] sont

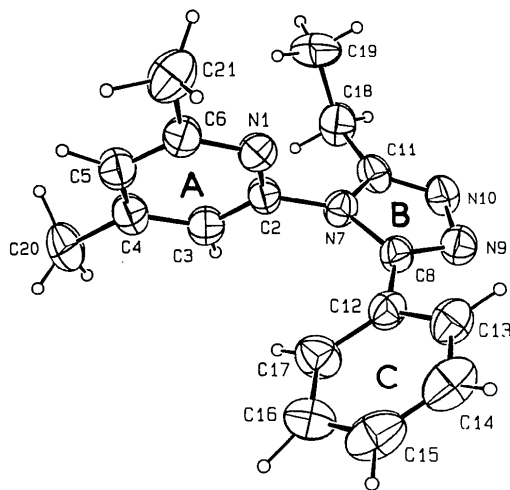


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective, numéros attribués aux atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

inférieures aux incertitudes. Les angles dièdres *P*(*A*)*P*(*B*), *P*(*A*)*P*(*C*) et *P*(*B*)*P*(*C*) valent respectivement 73,4 (2), 70,7 (2) et 38,8 (4)°. Les distances C—C entre deux atomes contigus admettent pour longueur moyenne 1,383 (8) Å dans le cycle *A* et 1,393 (4) Å dans le cycle *C*. Dans le cycle *B*, C(8)—N(9) [1,300 (6) Å] et N(10)—C(11) [1,317 (6) Å] sont des doubles liaisons. Les distances N(7)—C(8), N(7)—C(11) et N(9)—N(10), un peu plus courtes que les liaisons simples formées par les atomes de même nature, expriment la conjugaison partielle des électrons  $\pi$  des doubles liaisons entre eux et avec le doublet de N(7).

La géométrie moléculaire de ce composé diffère de celle du 4-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)-5-éthyl-3-(furan-2-yl)-4*H*-1,2,4-triazole (Rodier, Robert & Le Baut, 1993) surtout par les orientations des cycles *A* et *C* par rapport au cycle *B*. Ainsi, les angles de torsion N(1)—C(2)—N(7)—C(8) et N(7)—C(8)—C(12)—C(17) valent respectivement 68,3 (7) et 39,8 (8)° dans le premier et ceux qui leur correspondent dans le second -68,4 (3) et -8,1 (5)°.

### Partie expérimentale

#### Données cristallines

C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>  
*M<sub>r</sub>* = 278,36  
 Orthorhombique  
*Pna*2<sub>1</sub>  
*a* = 18,883 (5) Å  
*b* = 6,1671 (8) Å  
*c* = 13,087 (2) Å  
*V* = 1524,0 (8) Å<sup>3</sup>  
*Z* = 4  
*D<sub>x</sub>* = 1,213 Mg m<sup>-3</sup>

Cu *K*α radiation  
 $\lambda$  = 1,5418 Å  
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions  
 $\theta$  = 14,48–47,31°  
 $\mu$  = 0,553 mm<sup>-1</sup>  
*T* = 293 K  
 Approximativement parallélépipédique  
 0,37 × 0,18 × 0,15 mm  
 Blanche  
 Source du cristal:  
 évaporation d'une solution dans un mélange dichloroéthane/éther diisopropylique

#### Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius  
 CAD-4  
 Balayage  $\theta/2\theta$   
 Pas de correction d'absorption  
 1510 réflexions mesurées  
 1510 réflexions indépendantes  
 1167 réflexions observées  
 $[I \geq 2\sigma(I)]$

$\theta_{\max}$  = 70°  
*h* = 0 → 22  
*k* = 0 → 7  
*l* = 0 → 15  
 3 réflexions de référence  
 fréquence: 120 min  
 variation d'intensité: non significatives

#### Affinement

Affinement basé sur les *F*  
*R* = 0,054  
*wR* = 0,052

$(\Delta/\sigma)_{\max}$  = 0,03  
 $\Delta\rho_{\max}$  = 0,21 (5) e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\min}$  = -0,17 (5) e Å<sup>-3</sup>

$S = 1,87$   
 1167 réflexions  
 191 paramètres  
 Les atomes d'hydrogène en position théorique  
 $w = 1/(\{[F^2 + 2F\sigma(F)]^{1/2} - F\}^2 + 3,5)$

Correction d'extinction:  
 Stout & Jensen (1968)  
 Coefficient d'extinction:  
 $5(1) \times 10^{-7}$   
 Facteurs de diffusion des  
*International Tables for X-ray Crystallography*  
 (1974, Tome IV)

les paramètres des atomes d'hydrogène n'ont pas été affinés. La Fig. 1 a été réalisée avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc. 1982).

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents* ( $\text{Å}^2$ )

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
N(1)	0,8154 (2)	0,2242 (7)	0,4982 (4)	3,26 (8)
C(2)	0,8425 (2)	0,0524 (8)	0,5450 (4)	3,1 (1)
C(3)	0,8046 (3)	-0,0963 (9)	0,5989 (4)	3,5 (1)
C(4)	0,7314 (3)	-0,0710 (9)	0,6057 (7)	3,6 (1)
C(5)	0,7023 (3)	0,109 (1)	0,5566 (5)	4,0 (1)
C(6)	0,7451 (2)	0,2500 (9)	0,5026 (4)	3,5 (1)
N(7)	0,9180 (2)	0,0331 (7)	0,5386 (4)	3,03 (8)
C(8)	0,9678 (2)	0,1650 (8)	0,5838 (4)	3,1 (1)
N(9)	1,0310 (2)	0,1155 (7)	0,5521 (4)	3,67 (9)
N(10)	1,0238 (2)	-0,0589 (7)	0,4852 (4)	3,9 (1)
C(11)	0,9559 (3)	-0,1031 (8)	0,4766 (4)	3,2 (1)
C(12)	0,9523 (2)	0,3371 (8)	0,6583 (4)	3,3 (1)
C(13)	0,9914 (3)	0,5274 (9)	0,6557 (5)	4,0 (1)
C(14)	0,9819 (3)	0,6867 (9)	0,7284 (6)	4,9 (1)
C(15)	0,9313 (3)	0,662 (1)	0,8055 (5)	5,2 (1)
C(16)	0,8910 (3)	0,471 (1)	0,8077 (5)	5,3 (2)
C(17)	0,9017 (3)	0,3092 (9)	0,7342 (5)	4,3 (1)
C(18)	0,9244 (3)	-0,276 (1)	0,4131 (5)	4,2 (1)
C(19)	0,8812 (3)	-0,192 (1)	0,3238 (5)	5,6 (2)
C(20)	0,6861 (3)	-0,231 (1)	0,6652 (5)	5,5 (1)
C(21)	0,7152 (3)	0,439 (1)	0,4419 (6)	4,9 (1)

Tableau 2. *Paramètres géométriques* ( $\text{Å}, ^\circ$ )

N(1)—C(2)	1,326 (7)	C(8)—C(12)	1,471 (7)
N(1)—C(6)	1,338 (6)	N(9)—N(10)	1,393 (6)
C(2)—C(3)	1,360 (7)	N(10)—C(11)	1,317 (6)
C(2)—N(7)	1,434 (6)	C(11)—C(18)	1,478 (8)
C(3)—C(4)	1,395 (7)	C(12)—C(13)	1,387 (8)
C(4)—C(5)	1,395 (8)	C(12)—C(17)	1,390 (8)
C(4)—C(20)	1,520 (9)	C(13)—C(14)	1,379 (9)
C(5)—C(6)	1,381 (8)	C(14)—C(15)	1,398 (9)
C(6)—C(21)	1,518 (9)	C(15)—C(16)	1,404 (9)
N(7)—C(8)	1,377 (6)	C(16)—C(17)	1,399 (9)
N(7)—C(11)	1,369 (7)	C(18)—C(19)	1,516 (9)
C(8)—N(9)	1,300 (6)		
C(2)—N(1)—C(6)	117,3 (4)	N(7)—C(8)—C(12)	125,2 (4)
N(1)—C(2)—C(3)	125,1 (4)	N(9)—C(8)—C(12)	124,3 (4)
N(1)—C(2)—N(7)	115,1 (4)	C(8)—N(9)—N(10)	107,1 (4)
C(3)—C(2)—N(7)	119,8 (5)	N(9)—N(10)—C(11)	107,9 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	118,6 (5)	N(7)—C(11)—N(10)	109,3 (4)
C(3)—C(4)—C(5)	116,7 (5)	N(7)—C(11)—C(18)	124,5 (4)
C(3)—C(4)—C(20)	121,2 (5)	N(10)—C(11)—C(18)	126,1 (5)
C(5)—C(4)—C(20)	122,1 (5)	C(8)—C(12)—C(13)	119,2 (5)
C(4)—C(5)—C(6)	120,5 (5)	C(8)—C(12)—C(17)	121,4 (5)
N(1)—C(6)—C(5)	121,8 (5)	C(13)—C(12)—C(17)	119,3 (5)
N(1)—C(6)—C(21)	115,9 (5)	C(12)—C(13)—C(14)	121,1 (5)
C(5)—C(6)—C(21)	122,3 (4)	C(13)—C(14)—C(15)	120,7 (5)
C(2)—N(7)—C(8)	127,2 (4)	C(14)—C(15)—C(16)	118,4 (6)
C(2)—N(7)—C(11)	127,2 (4)	C(15)—C(16)—C(17)	120,4 (6)
C(8)—N(7)—C(11)	105,1 (4)	C(12)—C(17)—C(16)	120,2 (5)
N(7)—C(8)—N(9)	110,5 (4)	C(11)—C(18)—C(19)	113,8 (5)

La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982). Les atomes d'hydrogène liés à C(20) et à C(21) ont été localisés en calculant la série de Fourier des différences ( $F_o - F_c$ ). Les positions des autres atomes d'hydrogène ont été calculées. En raison du nombre insuffisant de réflexions observées,

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances C—H, 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 71676: 13 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: PA1067]

## 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., Robert, J.-M. & Le Baut, G. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 161–163.  
 Stout, G. H. & Jensen, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, pp. 410–412. Londres: MacMillan.

*Acta Cryst.* (1994). **C50**, 957–960

## *N*-(2,6-Diméthylphényl)-6-hydroxy-2,5,7,8-tétraméthyl-3,4-dihydro-2*H*-1-benzopyran-2-carboxamide

N. RODIER

*Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 2296 Châtenay-Malabry CEDEX, France*

J.-P. BABINGUI, M. DUFLOS ET G. LE BAUT

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

(Reçu le 1 juillet 1993, accepté le 1 novembre 1993)

## Abstract

The title compound,  $C_{22}H_{27}NO_3$ , belongs to a class of compounds which are potent inhibitors of lipid peroxidation. Furthermore, it is very effective at