

C(9)	0.6244 (13)	0.3819 (8)	-0.0693 (4)	0.122 (5)
C(10)	0.5600 (8)	0.2385 (4)	0.0254 (3)	0.055 (4)
S(1)	0.1824 (2)	-0.0785 (1)	0.1156 (1)	0.063 (1)
S(2)	0.0579 (3)	-0.1912 (2)	0.2301 (1)	0.130 (3)
S(3)	0.5800 (3)	-0.1793 (2)	0.2927 (1)	0.126 (2)
S(4)	0.6164 (2)	-0.0615 (1)	0.1689 (1)	0.066 (1)
S(5)	0.2344 (2)	0.1150 (1)	0.0139 (1)	0.053 (1)
S(6)	0.2295 (3)	0.3292 (1)	-0.0470 (1)	0.080 (2)
S(7)	0.7215 (3)	0.3424 (1)	0.0138 (1)	0.080 (2)
S(8)	0.6724 (2)	0.1275 (1)	0.0657 (1)	0.052 (1)
C(3M)	0.3245 (23)	-0.3528 (13)	0.2715 (9)	0.177 (5)
C(4M)	0.2374 (23)	-0.1386 (15)	0.3540 (9)	0.119 (5)
C(8M)	0.3435 (15)	0.4196 (9)	-0.1553 (5)	0.144 (5)

Table 2. Selected geometric parameters (Å, °)

C(6)—C(1)	1.342 (7)	S(4)—C(5)	1.759 (6)
S(1)—C(1)	1.746 (5)	S(5)—C(6)	1.755 (5)
S(4)—C(1)	1.749 (5)	S(8)—C(6)	1.754 (5)
C(5)—C(2)	1.329 (8)	C(10)—C(7)	1.342 (8)
S(1)—C(2)	1.753 (6)	S(5)—C(7)	1.751 (6)
S(2)—C(2)	1.750 (7)	S(6)—C(7)	1.736 (6)
C(4)—C(3)	1.232 (11)	C(9)—C(8)	1.394 (11)
S(2)—C(3)	1.785 (10)	S(6)—C(8)	1.787 (9)
C(3M)—C(3)	1.720 (20)	C(8M)—C(8)	1.415 (13)
S(3)—C(4)	1.768 (11)	S(7)—C(9)	1.792 (9)
C(4M)—C(4)	1.643 (22)	S(7)—C(10)	1.737 (6)
S(3)—C(5)	1.746 (6)	S(8)—C(10)	1.754 (5)
S(1)—C(1)—C(6)	123.1 (4)	S(8)—C(6)—C(1)	122.7 (4)
S(4)—C(1)—C(6)	123.1 (4)	S(8)—C(6)—S(5)	113.8 (3)
S(4)—C(1)—S(1)	113.7 (3)	S(5)—C(7)—C(10)	117.0 (4)
S(1)—C(2)—C(5)	117.8 (5)	S(6)—C(7)—C(10)	123.7 (4)
S(2)—C(2)—C(5)	128.5 (5)	S(6)—C(7)—S(5)	119.0 (3)
S(2)—C(2)—S(1)	113.6 (3)	S(6)—C(8)—C(9)	120.7 (6)
S(2)—C(3)—C(4)	126.2 (9)	C(8M)—C(8)—C(9)	118.9 (9)
C(3M)—C(3)—C(4)	77.1 (9)	C(8M)—C(8)—S(6)	112.3 (7)
C(3M)—C(3)—S(2)	104.4 (8)	S(7)—C(9)—C(8)	123.0 (7)
C(4M)—C(3)—C(4)	62.6 (9)	S(7)—C(10)—C(7)	125.5 (4)
C(4M)—C(3)—S(2)	98.7 (8)	S(8)—C(10)—C(7)	117.2 (4)
C(4M)—C(3)—C(3M)	139.7 (8)	S(8)—C(10)—S(7)	117.1 (3)
S(3)—C(4)—C(3)	132.1 (9)	C(2)—S(1)—C(1)	93.9 (3)
C(3M)—C(4)—C(3)	63.2 (9)	C(3)—S(2)—C(2)	102.1 (3)
C(3M)—C(4)—S(3)	99.5 (7)	C(5)—S(3)—C(4)	100.6 (4)
C(4M)—C(4)—C(3)	75.7 (9)	C(5)—S(4)—C(1)	94.5 (3)
C(4M)—C(4)—S(3)	107.6 (10)	C(7)—S(5)—C(6)	93.9 (2)
C(4M)—C(4)—C(3M)	138.8 (9)	C(8)—S(6)—C(7)	99.2 (4)
S(3)—C(5)—C(2)	128.6 (5)	C(10)—S(7)—C(9)	101.0 (4)
S(4)—C(5)—C(2)	116.3 (5)	C(10)—S(8)—C(6)	93.7 (2)
S(4)—C(5)—S(3)	115.1 (3)	C(4)—C(3M)—C(3)	39.7 (5)
S(5)—C(6)—C(1)	123.5 (4)	C(4)—C(4M)—C(3)	41.7 (6)

The occupancies of the C(3M) and C(4M) methyl atoms were refined to 0.596 (3) and 0.404 (3), respectively. The H atoms were geometrically located and were not refined. However, the appropriate occupancy was assigned for structure-factor calculations.

Program(s) used to solve structure: *SHELX86* (Sheldrick, 1985). Program(s) used to refine structure: *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Molecular graphics: *ORTEPII* (Johnson, 1976) and *PLUTO* (Motherwell & Clegg, 1978). Software used to prepare material for publication: *SWATAB* (Swaminathan, 1989).

HBS is grateful to the Department of Science and Technology, India, for financial support.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates, complete geometry, including H-atom geometry, least-squares-planes data and torsion angles have been deposited with the IUCr (Reference: CR1087). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

- Benning, C., Deilacher, F., Hoch, M., Keller, H. J., Wu Peiji, P., Armbruster, R., Geiger, S., Kahlich, S. & Schweitzer, D. (1991). *Synth. Met.* **41**, 2101–2105.
- Bryce, M. R. (1991). *Chem. Soc. Rev.* **20**, 355–390.
- Das, K., Sinha, U. C., Kumar, S. K., Singh, H. B. & Mishnev, A. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 488–490.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Kato, R., Kobayashi, H., Kobayashi, A. & Sasaki, Y. (1985). *Chem. Lett.* pp. 1231–1234.
- Kobayashi, H., Kobayashi, A., Sasaki, Y., Saito, G. & Inokuchi, H. (1986). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **59**, 301–302.
- Kumar, S. K., Singh, H. B., Das, K., Sinha, U. C. & Mishnev, A. (1991). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **14**, 952–954.
- Moore, A. J. & Bryce, M. R. (1992). *Tetrahedron Lett.* **33**, 1373–1376.
- Motherwell, W. D. S. & Clegg, W. (1978). *PLUTO. Program for Plotting Molecular and Crystal Structures*. Univ. of Cambridge, England.
- Papavassiliou, G. C., Zambounis, J. S. & Yiannopoulos, Y. S. (1987). *Chem. Ser.* **27**, 261–264.
- Porter, L. C., Kini, A. M. & Williams, J. M. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 998–1000.
- 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.
- Singh, J. D. & Singh, H. B. (1992). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 2913–2916.
- Swaminathan, K. (1989). *J. Appl. Cryst.* **22**, 184–185.
- Williams, J. M., Schultz, A. J., Geiser, U., Carlson, K. D., Kini, A. M., Wang, H. H., Kwok, W. K., Whangbo, M. H. & Schirber, J. E. (1991). *Science*, **252**, 1501–1508.

Acta Cryst. (1994). **C50**, 1960–1962

N-(4,6-Diméthylpyrid-2-yl)-5-méthyl-pyrazine-2-carboxamide

N. RODIER

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

O. RIDEAU, J.-M. ROBERT ET G. LE BAUT

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

(Reçu le 20 octobre 1993, accepté le 3 février 1994)

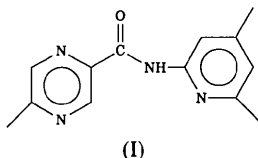
Abstract

The whole molecule of the title compound, C₁₃H₁₄N₄O, is approximately planar. There is a C—H...O [2.955 (6) Å, 107°] and an N—H...N

[2,640 (6) Å, 111°] intramolecular hydrogen bond which contribute to the planarity of the molecule. These bonds form a pseudo-six-membered ring and a pseudo-five-membered ring, respectively. A delocalized orbital is spread out over the amide group. The cohesion of the structure is the result of van der Waals interactions.

Commentaires

La détermination de la structure du *N*-(4,6-diméthylpyrid-2-yl)-5-méthylpyrazine-2-carboxamide (I) a été entreprise dans le cadre des relations entre la structure et l'activité pharmacologique. Elle a eu pour objectif de préciser la géométrie de sa molécule.



Les cycles pyridine et pyrazine sont plans aux incertitudes près. Les valeurs des angles de torsion endocycliques sont comprises entre $-1,6$ (7) et $1,3$ (8)° dans le premier et entre $-3,0$ (8) et $3,0$ (8)° dans le second. Les distances des atomes de C, d'N et d'O qui constituent la molécule au plan moyen calculé avec les mêmes atomes ne dépassent pas 0,065 (4) Å. Donc, la molécule est approximativement plane. Les distances N—C entre les atomes contigus appartenant aux deux cycles sont pratiquement égales aux longueurs moyennes calculées pour leurs homologues dans les cycles pyridine [1,337 (12) Å] ou pyrazine [1,336 (22) Å] par Allen, Kennard, Watson, Brammer, Orpen & Taylor (1992). La longueur de N(7)—C(8) [1,349 (6) Å] exprime la conjugaison des électrons π de C(8)—O(15) avec le doublet de N(7).

Les liaisons hydrogène intramoléculaires C(3)—H(3)⋯O(15) [2,955 (6) Å, 107°] et N(7)—H(7)⋯N(10) [2,640 (6) Å, 111°] forment respectivement le pseudo-cycle hexagonal C(3)C(2)N(7)C(8)O(15)H(3) et le pseudo-cycle pentagonal N(7)C(8)C(9)N(10)-H(7). Les valeurs des angles endocycliques indiquent l'allongement du cycle pyridine dans la direction N(1)—C(4) et celle du cycle pyrazine dans la direction N(10)—N(13). Celle de C(2)—C(3)—C(4) [117,2 (5)°] paraît en relation avec l'existence de la liaison C(3)—H(3)⋯O(15). Il n'y a pas de liaisons hydrogène intermoléculaires. La cohésion de la structure est due aux interactions de van der Waals. Les distances intermoléculaires les plus courtes sont C(5)—C(6ⁱ) [(i) $x, \frac{1}{2} - y, -\frac{1}{2} + z$; 3,356 (7) Å], C(8)—C(14ⁱⁱ) [(ii) $2 - x, -y, 2 - z$; 3,422 (8) Å], C(8)—O(15ⁱⁱⁱ) [(iii) $2 - x, -y, 1 - z$; 3,392 (7) Å], O(15)—O(15ⁱⁱⁱ) [3,355 (5) Å] et C(11)—O(15^{iv}) [(iv) $-1 + x,$

y, z ; 3,341 (7) Å]. Elles ne diffèrent guère de la somme des longueurs indiquées par Bondi (1964) pour les rayons de van der Waals des atomes concernés.

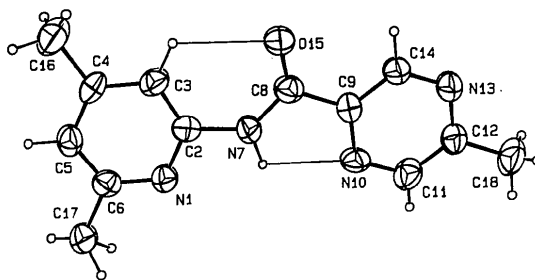


Fig. 1. Dessin de la molécule, numéros attribués à ses atomes et représentation des liaisons hydrogène intramoléculaires.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₃H₁₄N₄O
M_r = 242,3
 Monoclinique
*P*2₁/*c*
a = 7,850 (3) Å
b = 23,17 (1) Å
c = 7,212 (3) Å
 β = 110,64 (3)°
V = 1228 (2) Å³
Z = 4
D_x = 1,311 Mg m⁻³

Mo *K* α radiation
 λ = 0,7107 Å
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 θ = 4,22–12,17°
 μ = 0,082 mm⁻¹
T = 273 K
 Parallélépipède
 0,30 × 0,26 × 0,09 mm
 Blanche
 Source du cristal:
 évaporation d'une solution dans un mélange acétate d'éthyle—chloroforme

Collection des données

Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4
 Balayage $\theta/2\theta$
 Pas de correction d'absorption
 1505 réflexions mesurées
 1505 réflexions indépendantes
 771 réflexions observées [$I \geq 2\sigma(I)$]

θ_{\max} = 22°
h = 0 → 8
k = 0 → 24
l = -7 → 7
 3 réflexions de référence
 fréquence: 120 min
 variation d'intensité: 2,3%
 correction de décroissance

Affinement

Affinement basé sur les *F*
R = 0,056
wR = 0,054
S = 1,445
 771 réflexions
 164 paramètres
 Les atomes d'hydrogène en position théorique
 $w = 1/\sigma^2(F)$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,03$

$\Delta\rho_{\max} = 0,23$ (5) e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -0,19$ (5) e Å⁻³
 Correction d'extinction: Stout & Jensen (1968)
 Coefficient d'extinction: 5 (1) × 10⁻⁷
 Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å²)
$$U_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	U _{eq}
N(1)	0,9327 (5)	0,1924 (2)	0,6617 (6)	0,044 (1)
C(2)	1,0325 (6)	0,1441 (2)	0,6763 (7)	0,038 (1)
C(3)	1,2033 (6)	0,1411 (2)	0,6687 (8)	0,044 (1)
C(4)	1,2840 (6)	0,1924 (2)	0,6479 (7)	0,043 (1)
C(5)	1,1885 (7)	0,2435 (2)	0,6369 (8)	0,044 (1)
C(6)	1,0157 (6)	0,2418 (2)	0,6424 (7)	0,041 (1)
N(7)	0,9278 (5)	0,0955 (2)	0,6959 (7)	0,047 (1)
C(8)	0,9778 (7)	0,0395 (2)	0,7241 (8)	0,046 (1)
C(9)	0,8320 (7)	0,0016 (2)	0,7468 (8)	0,043 (1)
N(10)	0,6796 (5)	0,0268 (2)	0,7465 (6)	0,046 (1)
C(11)	0,5515 (7)	-0,0089 (2)	0,7669 (8)	0,052 (3)
C(12)	0,5784 (6)	-0,0676 (2)	0,7939 (8)	0,047 (1)
N(13)	0,7308 (5)	-0,0923 (2)	0,7923 (7)	0,056 (1)
C(14)	0,8599 (7)	-0,0571 (2)	0,7725 (8)	0,051 (1)
O(15)	1,1242 (5)	0,0196 (1)	0,7325 (6)	0,058 (1)
C(16)	1,4695 (7)	0,1921 (3)	0,6344 (9)	0,071 (3)
C(17)	0,9087 (7)	0,2962 (2)	0,6324 (8)	0,058 (3)
C(18)	0,4357 (7)	-0,1058 (3)	0,8211 (9)	0,072 (3)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

N(1)—C(2)	1,348 (7)	C(8)—C(9)	1,497 (8)
N(1)—C(6)	1,348 (7)	C(8)—O(15)	1,221 (7)
C(2)—C(3)	1,363 (7)	C(9)—N(10)	1,331 (7)
C(2)—N(7)	1,431 (7)	C(9)—C(14)	1,379 (7)
C(3)—C(4)	1,379 (8)	N(10)—C(11)	1,349 (7)
C(4)—C(5)	1,389 (8)	C(11)—C(12)	1,380 (7)
C(4)—C(16)	1,493 (8)	C(12)—N(13)	1,330 (7)
C(5)—C(6)	1,371 (8)	C(12)—C(18)	1,494 (8)
C(6)—C(17)	1,503 (8)	N(13)—C(14)	1,347 (7)
N(7)—C(8)	1,349 (6)		
C(2)—N(1)—C(6)	115,1 (4)	N(7)—C(8)—C(9)	112,9 (5)
N(1)—C(2)—C(3)	126,3 (5)	N(7)—C(8)—O(15)	126,2 (5)
N(1)—C(2)—N(7)	108,9 (4)	C(9)—C(8)—O(15)	121,0 (4)
C(3)—C(2)—N(7)	124,8 (5)	C(8)—C(9)—N(10)	117,6 (4)
C(2)—C(3)—C(4)	117,2 (5)	C(8)—C(9)—C(14)	120,2 (5)
C(3)—C(4)—C(5)	118,8 (5)	N(10)—C(9)—C(14)	122,2 (5)
C(3)—C(4)—C(16)	120,0 (5)	C(9)—N(10)—C(11)	115,8 (4)
C(5)—C(4)—C(16)	121,3 (5)	N(10)—C(11)—C(12)	122,4 (5)
C(4)—C(5)—C(6)	119,5 (5)	C(11)—C(12)—N(13)	121,1 (5)
N(1)—C(6)—C(5)	123,2 (5)	C(11)—C(12)—C(18)	121,2 (5)
N(1)—C(6)—C(17)	115,8 (5)	N(13)—C(12)—C(18)	117,7 (5)
C(5)—C(6)—C(17)	121,1 (5)	C(12)—N(13)—C(14)	117,0 (4)
C(2)—N(7)—C(8)	128,7 (4)	C(9)—C(14)—N(13)	121,4 (5)

Plusieurs cristaux ont été utilisés au cours de l'étude structurale. Tous se sont avérés de qualité très médiocre. La structure a été résolue avec le programme *MULTAN11/82* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) et la figure a été réalisée avec le programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Tous les programmes utilisés appartiennent au système *SDP* (B. A. Frenz & Associates, Inc., 1982). Les coordonnées des atomes d'hydrogène n'ont pas été affinées 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 et N—H, des angles de torsion, des distances interatomiques intermoléculaires et des distances des atomes aux plans moyens ont été déposées aux archives de l'UICr (Référence: PA1089). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Allen, F. H., Kennard, O., Watson, D. G., Brammer, L., Orpen, A. G. & Taylor, R. (1992). *International Tables for Crystallography*, Tome C. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers.
- B. A. Frenz & Associates, Inc. (1982). *SDP Structure Determination Package*. College Station, Texas, EU.
- Bondi, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
- 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.

Acta Cryst. (1994). C50, 1962–1966

Crystal Studies of Musk Compounds. XIII.† Molecular Structures of 6-Formyl- 1,1,2,4,4,7-hexamethyltetralin (1) and 6-Formyl-1,1,4,4,5,7-hexamethyltetralin (2)

DIRK J. A. DE RIDDER,‡ JAN FRAANJE, KEES GOUBTZ
AND HENK SCHENK

*University of Amsterdam, Laboratorium voor
Kristallografie, Nieuwe Achtergracht 166,
1018 WV Amsterdam, The Netherlands*

(Received 4 January 1994; accepted 9 March 1994)

Abstract

The crystal structures of the title compounds (1,1,2,4,4,7-hexamethyl- and 1,1,4,4,5,7-hexamethyl-1,2,3,4-tetrahydro-6-naphthalenecarbaldehyde, both musks of formula C₁₇H₂₄O), have been determined by X-ray diffraction. The non-aromatic ring adopts a half-chair conformation with the diad axis passing through the midpoint of the C2—C3 bond and that of the ring-fusion bond C9—C10. The formyl groups in both compounds show disorder, each with two partially resolved O atoms. With respect to the aromatic ring, the two conformations of the formyl groups differ by approximately 180°. Compound (2) also shows disorder in the cyclohexene ring. The possible muskiness for the two observed conformations of the formyl group is discussed.

† This work forms part of a thesis by De Ridder (1992).

‡ Present address: European Commission Joint Research Centre, Institute for Transuranium Elements, Postfach 2340, D-76125, Karlsruhe, Germany.