

N—C1—C2	106.2 (2)	C10—C11—C12	114.4 (2)
C1—C2—C3	130.2 (2)	N—C12—C11	108.7 (2)
C1—C2—C7	108.6 (2)	N—C12—C13	109.7 (2)
C3—C2—C7	121.3 (2)	C11—C12—C13	115.4 (2)
C2—C3—C4	117.8 (2)	C12—C13—C14	123.1 (2)
C3—C4—C5	120.8 (3)	C12—C13—C18	118.4 (2)
C4—C5—C6	121.4 (3)	C14—C13—C18	118.5 (3)
C5—C6—C7	117.8 (2)	C13—C14—C15	120.6 (2)
C2—C7—C6	121.0 (2)	C14—C15—C16	120.7 (3)
C2—C7—C8	109.6 (2)	C15—C16—C17	119.8 (4)
C6—C7—C8	129.5 (2)	C16—C17—C18	120.0 (3)
N—C8—C7	101.7 (1)	C13—C18—C17	120.4 (2)
N—C8—C9	109.6 (2)		
C8—N—C1—O1	178.1 (2)	C1—C2—C7—C8	1.1 (3)
C8—N—C1—C2	-2.5 (3)	C2—C7—C8—N	-2.4 (3)
C12—N—C1—O1	-0.7 (4)	N—C8—C9—C10	51.8 (3)
C1—N—C8—C7	3.1 (3)	C8—C9—C10—O2	129.9 (3)
C12—N—C8—C9	-56.1 (3)	C8—C9—C10—C11	-50.9 (3)
C8—N—C12—C11	50.4 (3)	O2—C10—C11—C12	-133.2 (3)
O1—C1—C2—C7	-179.9 (3)	C9—C10—C11—C12	47.5 (3)
N—C1—C2—C7	0.8 (3)	C10—C11—C12—N	-43.1 (3)

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 1440–1442

## 4-Méthyl-1,2,4-triazolidine-3,5-dione (Méthylurazole)

JULES ABODOU TENON, MICHELINE CARLES  
ET JEAN-PIERRE AYCARD

*Laboratoire de Spectrométries et Dynamique  
Moléculaire, Université de Provence, Centre de Saint  
Jérôme, Case 542, 13397 Marseille CEDEX 20,  
France*

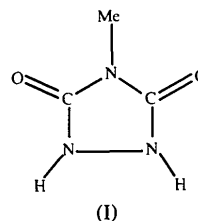
(Reçu le 4 octobre 1994, accepté le 3 janvier 1995)

### Abstract

The title structure, 4-methyl-1,2,4-triazolidine-3,5-dione, (methylurazole), C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>, has been solved in order to understand the influence of intermolecular hydrogen bonds on the conformation and packing mode. In the crystal, the molecules exist in the diketo form. The ring adopts a geometry between an envelope and a half-chair conformation. The two adjacent H atoms of the ring are in a *trans* position. The molecules are stacked in parallel planes and each molecule is linked to two others by two N—H···O hydrogen bonds which determine the formation of the eight-membered pseudocycle.

### Commentaire

Les dérivés de l'urazole peuvent présenter un polymorphisme moléculaire lié à la possibilité d'existence de plusieurs conformations (enveloppe, demi-chaîse, plane) et de formes tautomères (dicétone, cétone-énol, éno-énol). L'un des objectifs de notre laboratoire étant d'isoler et d'identifier ces espèces que nous voulons générer photochimiquement, nous nous sommes proposés tout d'abord d'effectuer la détermination structurale du méthylurazole (I). Ce composé sera comparé essentiellement à l'urazole (II) (Belaj, 1992).



En ce qui concerne les longueurs de liaison, les valeurs sont concordantes entre les composés (I) et (II) sauf pour N2—C3 où cette distance est plus petite dans le composé (I) avec un écart de 0,02 Å. Quant à la longueur N4—C4, égale à 1,457 (4) Å, elle correspond à celle entre un carbone *sp*<sup>3</sup> et un azote *sp*<sup>2</sup> et est aussi compatible à celles qu'on trouve dans des composés

The  $\theta$ -scan width was  $(1.5 + 0.3\tan\theta)^\circ$ , with  $\theta$ -scan rate  $16^\circ \text{ min}^{-1}$  with up to four scans on weak reflections and background counts of one quarter of scan time on each end of every scan.

Data collection: *MSC/AFC Diffractometer Control Software* (Molecular Structure Corporation, 1992). Cell refinement: *MSC/AFC Diffractometer Control Software*. Data reduction: *Xtal3.0 DIFDAT, ABSORB, SORTRF, ADDREF* (Hall & Stewart, 1990). Program(s) used to solve structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Program(s) used to refine structure: *Xtal3.0 CRYLSQ*. Molecular graphics: *Xtal3.0*. Software used to prepare material for publication: *Xtal3.0 BONDLA, CIFIO*.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: KH1018). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

### References

- Beckwith, A. L. J., Joseph, S. P. & Mayadunne, R. T. A. (1993). *J. Org. Chem.* **58**, 4198–4199.
- Carlström, D., Hacksell, I., Jönsson, N. A. & Söderholm, M. (1983). *Acta Chem. Scand. Ser. B*, **37**, 769–773.
- Cieplak, A. S. (1994). *Structure Correlation*, Vol. 1, edited by H.-B. Bürgi & J. D. Dunitz, pp. 205–302. Weinheim: VCH.
- Coyle, J. D., Smart, L. E., Challiner, J. F. & Haws, E. J. (1985). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 121–129.
- Cremer, D. (1980). *Isr. J. Chem.* **20**, 12–19.
- Cremer, D. (1988). *RING88*. Univ. of Göteborg, Sweden.
- Cremer, D. & Pople, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.
- Hall, S. R. & Stewart, J. M. (1990). Editors. *Xtal3.0 Reference Manual*. Univs. of Western Australia, Australia, and Maryland, USA.
- Hitchings, G. J., Helliwell, M. & Vernon, J. M. (1990). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 83–87.
- Molecular Structure Corporation (1992). *MSC/AFC Diffractometer Control Software*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
- Ohrt, J. M., Tsoucaris-Kupfer, D. & Lechat, P. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2059–2061.
- Rodier, N., Martin, C., Miocque, M., Metey, Y. & Vierfond, J.-M. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 2131–2133.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Univ. of Göttingen, Germany.
- Winkler, F. K. & Dunitz, J. D. (1971). *J. Mol. Biol.* **59**, 169–182.

ayant pour motif de base le méthylurazole (Kaftory, 1980; Agmon, Kaftory, Nelsen & Blackstock, 1986; Nelsen *et al.*, 1991; Agmon, Ashkenazi & Kaftory, 1993). La plus grande variation pour les angles de valence est de  $1,1^\circ$  et elle concerne N2—N1—C5.

L'azote N4 est pratiquement plan dans les deux composés. Les sommes des angles de valence autour de cet atome sont respectivement  $359,6^\circ$  dans le composé (I) et  $359,9^\circ$  dans le composé (II). Il en est pas de même pour les atomes d'azote N1 et N2. La somme des angles de valence est égale à  $348,2^\circ$  autour de N1 et à  $351,6^\circ$  autour de N2 dans le composé (I). Pour le composé (II), on a respectivement  $346,6$  et  $348,2^\circ$ . Les atomes d'azote N1 et N2 du méthylurazole ont un caractère pyramidal moins prononcé que ceux de l'urazole. Cela s'explique par le fait que chaque molécule de méthylurazole établit un réseau bidimensionnel de liaisons hydrogènes avec seulement deux molécules voisines (Tableau 3 et Fig. 2), tandis que chaque molécule d'urazole s'associe

avec six voisines établissant un réseau tridimensionnel de liaisons hydrogènes. Cela confère à l'urazole une compacité plus grande qui se traduit par une densité de  $1,86 \text{ Mg m}^{-3}$  tandis qu'elle est de  $1,60 \text{ Mg m}^{-3}$  pour le méthylurazole. Les déviations par rapport au plan moyen du cycle,  $0,35(5) \text{ \AA}$  pour H1 et  $-0,25(5) \text{ \AA}$  pour H2, mettent en évidence la position *trans* des deux hydrogènes. La conformation du cycle, telle que définie pour l'urazole par les calculs utilisant la méthode de Cremer & Pople (1974), est intermédiaire entre une forme enveloppe et une forme demi-chaise. Nous avons basé nos calculs sur les déviations des atomes N1 et N2 par rapport au plan moyen des atomes C3, N4 et C5 (Tableau 4).

## Partie expérimentale

### Données cristallines

$\text{C}_3\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_2$   
 $M_r = 115,09$   
 Orthorhombique  
*Pbca*  
 $a = 9,891(2) \text{ \AA}$   
 $b = 6,492(1) \text{ \AA}$   
 $c = 14,840(2) \text{ \AA}$   
 $V = 952,9(2) \text{ \AA}^3$   
 $Z = 8$   
 $D_x = 1,604 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo  $K\alpha$  radiation  
 $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$   
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions  
 $\theta = 10,52\text{--}15,93^\circ$   
 $\mu = 0,12 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 293 \text{ K}$   
 Rectangulaire  
 $0,4 \times 0,3 \times 0,3 \text{ mm}$   
 Incolore  
 Source du cristal: produit Aldrich, recristallisé en refroidissant à  $253 \text{ K}$

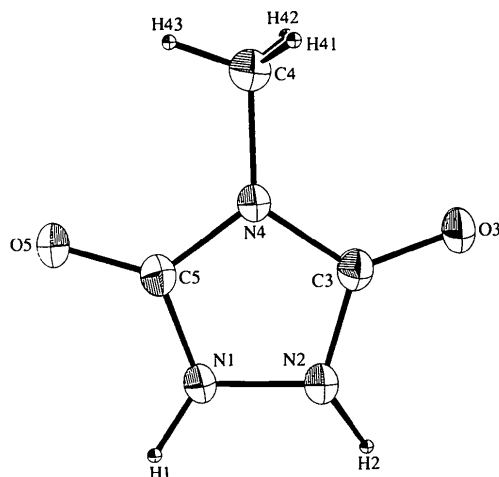


Fig. 1. Dessin ORTEP (Johnson, 1976) de la molécule du méthylurazole avec numérotation des atomes. Les déplacements des ellipsoïdes sont dessinés avec 50% de probabilité.

### Collection des données

Diffractionmètre Enraf-Nonius  
 CAD-4  
 Balayage  $\theta/2\theta$   
 Correction d'absorption:  
 aucune  
 1124 réflexions mesurées  
 931 réflexions indépendantes  
 703 réflexions observées  
 $[I > 3\sigma(I)]$

$\theta_{\max} = 26^\circ$   
 $h = 0 \rightarrow 12$   
 $k = 0 \rightarrow 8$   
 $l = 0 \rightarrow 18$   
 2 réflexions de référence  
 fréquence: 60 min  
 variation d'intensité: 1%

### Affinement

Affinement à partir des  $F$   
 $R = 0,051$   
 $wR = 0,051$   
 $S = 1,01$   
 703 réflexions  
 73 paramètres  
 Facteur de pondération unité  
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,06$

$\Delta\rho_{\max} = 0,30(2) \text{ e \AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0,36(2) \text{ e \AA}^{-3}$   
 Correction d'extinction:  
 aucune  
 Facteurs de diffusion des  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV)

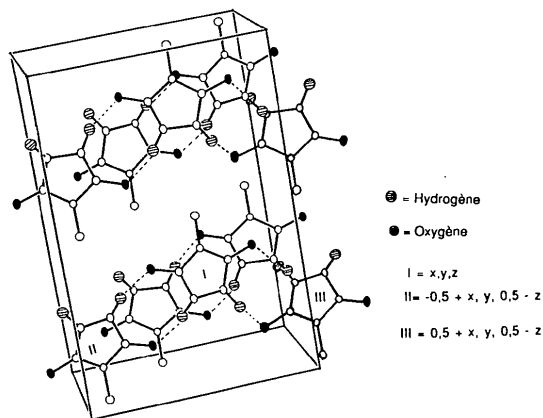


Fig. 2. Empilement moléculaire du méthylurazole avec les liaisons hydrogènes en pointillés.

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

	$B_{\text{eq}} = (4/3) \sum_i \sum_j \beta_j a_i \cdot a_j$			
	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
N1	0,4655 (2)	0,2883 (5)	0,2427 (2)	2,53 (5)
N2	0,3281 (2)	0,2256 (5)	0,2440 (2)	2,64 (5)
C3	0,2853 (3)	0,2155 (5)	0,1579 (2)	2,28 (6)

N4	0,3971 (3)	0,2354 (4)	0,1038 (2)	2,19 (5)
C5	0,5086 (3)	0,2750 (5)	0,1563 (2)	2,44 (6)
O3	0,1683 (2)	0,1925 (4)	0,1316 (2)	3,02 (5)
O5	0,6253 (2)	0,2968 (5)	0,1294 (2)	3,67 (6)
C4	0,3950 (4)	0,2373 (7)	0,0056 (2)	3,38 (7)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

N1—N2	1,418 (3)	N4—C5	1,374 (4)
N1—C5	1,355 (4)	N4—C4	1,457 (4)
N2—C3	1,348 (4)	C5—O5	1,229 (4)
C3—N4	1,373 (4)	N1—H1	0,98 (4)
C3—O3	1,230 (4)	N2—H2	1,04 (5)
N2—N1—C5	107,2 (3)	N1—C5—N4	107,2 (3)
N1—N2—C3	107,3 (2)	N1—C5—O5	126,5 (3)
N2—C3—N4	107,3 (2)	N4—C5—O5	126,2 (3)
N2—C3—O3	127,0 (3)	N2—N1—H1	120 (3)
N4—C3—O3	125,7 (3)	C5—N1—H1	121 (2)
C3—N4—C5	109,4 (3)	N1—N2—H2	117 (3)
C3—N4—C4	125,0 (3)	C3—N2—H2	127 (3)
C5—N4—C4	125,2 (3)		

Tableau 3. Distances interatomiques (Å)

O3...H1 <sup>i</sup>	1,84 (4)	O3...N1 <sup>i</sup>	2,810 (4)
O5...H2 <sup>ii</sup>	1,80 (5)	O5...N2 <sup>ii</sup>	2,786 (4)

Codes de symétrie: (i)  $x - \frac{1}{2}, y, \frac{1}{2} - z$ ; (ii)  $\frac{1}{2} + x, y, \frac{1}{2} - z$ .

Tableau 4. Déviation (Å) par rapport au plan moyen de C3, N4 et C5

	C3	N4	C5	N1	N2
Méthylurazole*	0,0	0,0	0,0	-0,060 (3)	0,110 (3)
Urazole†	0,0	0,0	0,0	-0,032 (3)	0,107 (3)

Equations cartésiennes des plans moyens:

$$* 0,1726x - 0,9818y + 0,0797z + 0,6998 = 0.$$

$$† 0,9048x + 0,3781y - 0,1958z - 3,6833 = 0.$$

Les paramètres isotropiques de H1 et H2 dont les positions ont été affinées sont fixés à 4. Pour les autres, les valeurs ont été fixées 1,3 fois plus grand que celle de l'atome C4 auquel ils sont attachés.

La résolution de la structure, l'affinement et l'analyse des données cristallographiques ont été faites avec le programme *SDP* (Frenz, 1978) du CAD-4. La structure a été affinée par la méthode des moindres carrés minimisant la fonction  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ . La figure a été dessinée par *ORTEPII* (Johnson, 1976).

Ce travail est financé par le Ministère Français de la Coopération que nous remercions. Nous remercions aussi Mr Marcel Pierrot, Directeur de Recherche au Laboratoire de Bio-Inorganique Structurale de l'Université d'Aix-Marseille III, pour les facilités d'accès au diffractomètre et aux équipements informatiques.

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène, ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1153). 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

Agmon, I., Ashkenazi, P. & Kaftory, M. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 911–914.

Agmon, I., Kaftory, M., Nelsen, S. F. & Blackstock, S. C. (1986). *J. Am. Chem. Soc.* **108**, 4477–4484.

Belaj, F. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 1088–1090.

Cremer, D. & Pople, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354–1358.

Frenz, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP - a Real-Time System for Concurrent X-ray Data Collection and Crystal Structure Determination. Computing in Crystallography*, édité par H. Schenk, R. Olthof-Hazekamp, H. van Koningsveld & G. C. Bassi, pp. 64–71. Version 2.2. *VAXSDP*. Delft Univ. Press.

Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.

Kaftory, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 597–606.

Nelsen, S. F., Petillo, A. P., Chang, H., Frigo, B. T., Dougherty, A. D. & Kaftory, M. (1991). *J. Org. Chem.* **56**, 613–618.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 1442–1444

## 7-Hydroxy-4'-methoxyflavanone

ENGIN KENDI AND SÜHEYLA ÖZBEY

Department of Physics Engineering, Hacettepe University, 06532 Beytepe, Ankara, Turkey

RAHMIYE ERTAN

Department of Pharmaceutical Chemistry, Faculty of Pharmacy, University of Ankara, 06100 Besevler, Ankara, Turkey

HOONG-KUN FUN AND BOON-CHUAN YIP

School of Physics, University Sains Malaysia, 11800 USM, Penang, Malaysia

(Received 12 August 1994; accepted 13 January 1995)

## Abstract

The  $\gamma$ -pyrone ring of the title molecule [2,3-dihydro-7-hydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-1-benzopyran-4-one, C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>] adopts the *C*<sub>2</sub>-sofa conformation; the C2 and C3 atoms show disorder. The 2-phenyl substituent is twisted out of the benzo- $\gamma$ -pyrone ring. The C3—C2—C20—C21 torsion angle is 109.5(4)° and the C3'—C2'—C20—C21 torsion angle is 16.7(7)°.

## Comment

Many flavonoid compounds have recognized therapeutic properties. The medicinal activity of flavonoids depends upon the structure and relative orientation of the various rings in the molecule (Cody, 1988). The most studied of these structures are the flavones. In contrast, only few single-crystal X-ray studies of flavanones have been reported so far (Mariezcurrena, 1978; Tomlin & Cantrell, 1990; Kendi, Özbey, Ertan, Fun & Yip, 1995). Flavanones have recognized spasmolytic, expectorant,