

## References

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
- HAMILTON, W. C. & IBERS, J. A. (1968). *Hydrogen Bonding in Solids*. New York: Benjamin.
- IUPAC–IUB COMMISSION ON BIOCHEMICAL NOMENCLATURE (1970). *J. Mol. Biol.* **52**, 1–17.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KOETZLE, T. F., HAMILTON, W. C. & PARTHASARATHY, R. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 2083–2089.
- MAIN, P., GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1970). *MULTAN. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
- SATYSHUR, K. (1978). PhD Thesis, Univ. of Wisconsin–Madison.
- STENFLO, J. (1977). *N. Engl. J. Med.* **296**, 624–650.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- STOUT, G. H. & JENSEN, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, p. 456. London: Macmillan.
- SUTTIE, J. W. & JACKSON, C. M. (1977). *Physiol. Rev.* **57**, 1–70.

*Acta Cryst.* (1979). **B35**, 1496–1497

### Triflocine: Acide [*m*-(Trifluorométhyl)phénylamino]-4 Nicotinique

PAR O. DIDEBERG, H. CAMPSTEYN, M. R. SPIRLET, L. DUPONT, J. LAMOTTE ET M. VERMEIRE

Laboratoire de Cristallographie, Université de Liège au Sart Tilman, Institut de Physique B5, B-4000 Liège, Belgique

(Reçu le 2 octobre 1978, accepté le 12 février 1979)

**Abstract.** C<sub>13</sub>H<sub>9</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 11.110$  (6),  $b = 13.964$  (3),  $c = 9.400$  (3) Å,  $\beta = 125.39$  (4)°,  $V = 1188.98$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_c = 1.576$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 1.248$  mm<sup>-1</sup>. A least-squares refinement of 1780 reflections collected on a Hilger & Watts diffractometer yielded a final  $R$  of 0.064. The crystal structure consists of infinite chains of molecules, held together by hydrogen bonds between carboxyl groups and pyridyl rings.

**Introduction.** Nous avons déterminé la structure cristalline de la triflocine (Fig. 1), dans le cadre de nos recherches sur le mode d'action des diurétiques. Les cristaux ont été obtenus par évaporation lente d'une solution dans l'éthanol. Les données, 2015 réflexions mesurées sur un diffractomètre Hilger & Watts à quatre cercles, dont 1838 sont considérées comme observées, ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation, mais pas de l'absorption. Le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) a donné huit solutions. La carte des  $E_h$  relative à la meilleure figure de mérite combinée a révélé l'ensemble des atomes non-hydrogène. Les positions des atomes H ont été calculées. La structure a été affinée par moindres carrés, à l'aide des programmes de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966). Le schéma de pondération est celui de Cruickshank (1961). Le

Tableau 1. Coordonnées atomiques ( $\times 10^4$ ; pour les H  $\times 10^3$ )

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
N(1)	9502 (2)	9298 (1)	1951 (2)
N(2)	12002 (2)	11594 (1)	2373 (2)
O(8)	11715 (2)	8221 (1)	2673 (2)
O(9)	13849 (2)	8921 (1)	3604 (2)
F(1)	4297 (2)	7915 (1)	-2041 (2)
F(2)	5229 (2)	6971 (1)	112 (2)
F(3)	3490 (2)	7906 (1)	-452 (2)
C(1)	10301 (2)	10053 (1)	2076 (2)
C(2)	9725 (2)	10991 (1)	1650 (3)
C(3)	10587 (2)	11732 (1)	1786 (2)
C(4)	12593 (2)	10707 (1)	2770 (2)
C(5)	11785 (2)	9917 (1)	2602 (2)
C(7)	12535 (2)	8943 (1)	3015 (2)
C(10)	8179 (2)	9321 (1)	1834 (2)
C(11)	7083 (2)	8651 (1)	756 (2)
C(12)	5828 (2)	8596 (1)	746 (2)
C(13)	5626 (2)	9193 (1)	1772 (3)
C(14)	6726 (2)	9861 (1)	2834 (2)
C(15)	7987 (2)	9925 (1)	2872 (2)
C(16)	4709 (2)	7862 (1)	-406 (3)
H(N1)	992	859	194
H(2)	858	1112	118
H(3)	1009	1246	140
H(4)	1375	1062	326
H(O8)	1223	757	265
H(11)	721	819	-9
H(13)	464	912	177
H(14)	659	1034	366
H(15)	885	1045	371

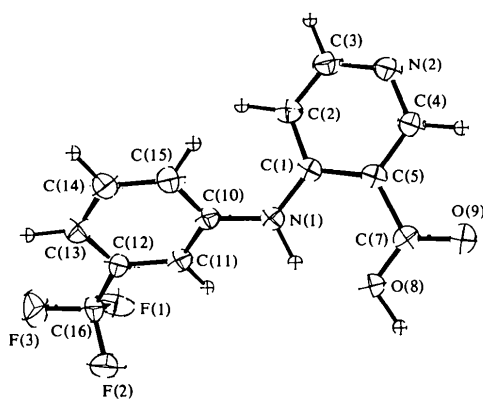
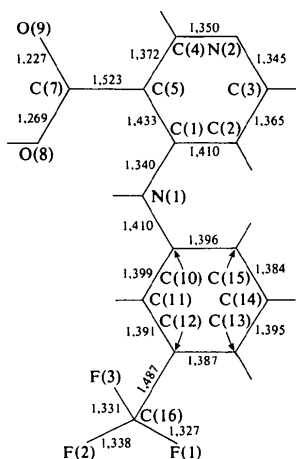


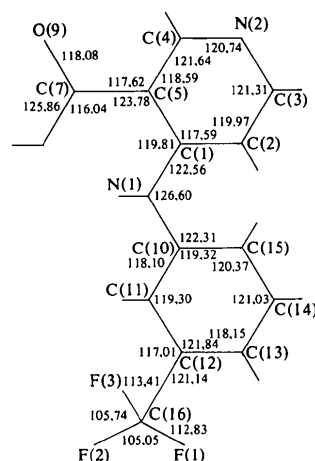
Fig. 1. Vue de la triflocine.

Fig. 2. Distances interatomiques (Å) ( $\sigma = 0,003 \text{ \AA}$ ).

facteur  $R$  final vaut 0,07 pour les 1838 réflexions observées.\* Les paramètres atomiques finaux sont ceux du Tableau 1.

**Discussion.** Les Figs. 2 et 3 donnent les longueurs des liaisons et les angles de valence. Toutes les liaisons sont

\* Les listes des facteurs de structure observés et calculés, des paramètres thermiques anisotropes et des positions atomiques des atomes d'hydrogène, ont été déposées à la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34217: 16 pp.). Des copies peuvent être obtenues à The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Fig. 3. Angles de valence ( $^{\circ}$ ) [ $F(1)-C(16)-F(3) = 107,30$ ;  $F(2)-C(16)-C(12) = 111,90^{\circ}$ ] ( $\sigma = 0,09^{\circ}$ ).

normales, nous remarquons seulement l'écart de  $C(7)-O(8)$  (1,269 Å) par rapport à une fonction carboxylique normale (1,31 Å). Les angles de torsion suivants rendent compte de la conformation de la molécule:  $C(11)-C(10)-N(1)-C(1) = 142,81$ ;  $C(10)-N(1)-C(1)-C(2) = -17,23$ ;  $O(8)-C(7)-C(5)-C(1) = 8,03^{\circ}$ .

Nous relevons un contact intramoléculaire court  $O(8)\cdots N(1)$  (2,61 Å) indiquant une interaction entre ces deux atomes. Le contact intermoléculaire  $N(2)\cdots O(8)$  de 2,70 Å peut s'expliquer par une liaison hydrogène  $N\cdots H-O$ , mais le raccourcissement de  $C(7)-O(8)$  n'exclut pas la présence d'une forme  $N^+-H\cdots O^-$ .

Les auteurs remercient MM les Professeurs J. Toussaint et C. Lapière pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

### Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). *World List of Crystallographic Computer Programs*, 2<sup>e</sup> éd. Utrecht: Oosthoek.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, édité par R. PEPINSKY, J. M. ROBERTSON & J. C. SPEAKMAN. Oxford: Pergamon Press.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368-376.