

= 107 (2)

Angstroms.

*Acta Cryst.* (1987). C43, 718-720

Decme 5-20

## Structure du Phenyl-1 Pyrazolidinone-3 (Phénidone)

PAR M. SBIT, L. DUPONT ET O. DIDEBERG

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

ET J. P. SNOECK ET J. DELARGE

*Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Institut de Pharmacie F1, Université de Liège, Rue Fusch, 3-5, B - 4000 Liège, Belgique*

(Reçu le 4 juin 1986, accepté le 17 novembre 1986)

**Abstract.**  $C_9H_{10}N_2O$ ,  $M_r = 162.19$ , m.p. = 395 K, monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 5.734$  (2),  $b = 18.891$  (6),  $c = 7.644$  (3) Å,  $\beta = 104.52$  (3)°,  $V = 801.6$  (4) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.343$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.64$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 344$ ,  $T = 290$  K, final  $R = 0.050$  for 1409 reflections. The structure was solved by direct methods. The conformation of the pyrazolidinone ring is near to half-chair. The bond lengths in the pyrazolidine ring show that the keto and not the hydroxy tautomer is present. The benzene ring is planar, with the attached N atom slightly out of this plane [0.069 (1) Å]. The cohesion of the crystal is the result of one hydrogen bond: NH...O with N...O = 2.811 (2) Å and van der Waals contacts.

**Introduction.** La phénidone est un dérivé pyrazolé utilisé depuis longtemps en photographie. La mise en

évidence de ses propriétés biochimiques et pharmaco-logiques est par contre beaucoup plus récente. Il se comporte comme un inhibiteur de la cascade arachidonique agissant à la fois sur la cyclooxygenase et sur les lipoxygenases (Baumann, Bruchhausen & Wurm, 1980; Yen & Kreutner, 1980). *In vitro* en tous cas, on peut estimer que la phénidone possède des propriétés antiinflammatoires. Sa parenté chimique avec des médicaments bien connus comme la phenylbutazone ou la méfénbutazone nous a poussé à nous intéresser à sa structure.

**Partie expérimentale.** Cristallisé dans l'éthanol. Cristal incolore: 0,4 × 0,6 × 0,6 mm. Paramètres de la maille déterminés à partir de 15 réflexions (11 ≤  $\theta$  ≤ 18°). Diffractomètre Siemens, 1612 réflexions mesurées,  $\theta \leq 30$ °, Mo  $K\alpha$  monochromatisée au graphite,

balayage  $\omega$ , 1409 réflexions indépendantes,  $-6 \leq h \leq 6$ ,  $0 \leq k \leq 22$ ,  $0 \leq l \leq 9$ ,  $R_{\text{int}} = 1,6\%$ . Réflexions de référence:  $2929 \leq F_o(2\bar{2}4) \leq 3006$ ,  $3440 \leq F_o(1\bar{3}4) \leq 3511$ . Corrections d'absorption: coefficients compris entre 0,91 et 1,0. Structure déterminée avec MULTAN80 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Affinement basé sur  $F$  (matrice entière des équations normales) avec SHELX76 (Sheldrick, 1976). Facteurs de diffusion sont ceux de SHELX. Facteurs de température anisotropes affinés pour les atomes non-hydrogène; les positions des atomes H obtenues par Fourier-différence ont été affinées. Facteur  $B$  global affiné pour les  $H = 4,5 (2) \text{ \AA}^2$ . Facteur  $R$  final = 0,050 pour l'ensemble des 1409 réflexions;  $wR = 0,086$  avec  $w = 1/[\sigma^2(F_o) + 0,00439F_o^2]$ .  $\Delta/\sigma < 0,6$ . Limites des hauteurs de pic dans le Fourier-différence final:  $-0,3$  et  $+0,2 \text{ e \AA}^{-3}$ .

\* Les listes des facteurs de structure, les facteurs d'agitation thermique anisotrope et les coordonnées des atomes H ont été déposées au dépôt d'Archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43604: 9 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées fractionnaires ( $\times 10^4$ ) et les  $B_{\text{eq}}$  des atomes non-hydrogène, avec les écarts-type*

$B_{\text{eq}} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$  où  $a_i$  est la constante de la maille directe.

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
N(1)	5281 (2)	363 (1)	7098 (2)	2,84 (4)
N(2)	2827 (2)	126 (1)	6616 (2)	2,92 (4)
O(1)	818 (2)	-908 (1)	5738 (2)	3,91 (4)
C(1)	6652 (3)	-259 (1)	8020 (2)	3,13 (5)
C(2)	5147 (3)	-892 (1)	7198 (2)	3,19 (5)
C(3)	2676 (3)	-583 (1)	6428 (2)	3,00 (4)
C(4)	5660 (3)	1018 (1)	8016 (2)	2,81 (4)
C(5)	7982 (3)	1190 (1)	9018 (3)	3,77 (5)
C(6)	8431 (4)	1842 (1)	9853 (3)	4,33 (6)
C(7)	6630 (4)	2335 (1)	9726 (3)	4,20 (6)
C(8)	4333 (4)	2171 (1)	8722 (3)	3,88 (5)
C(9)	3834 (3)	1517 (1)	7866 (2)	3,29 (5)

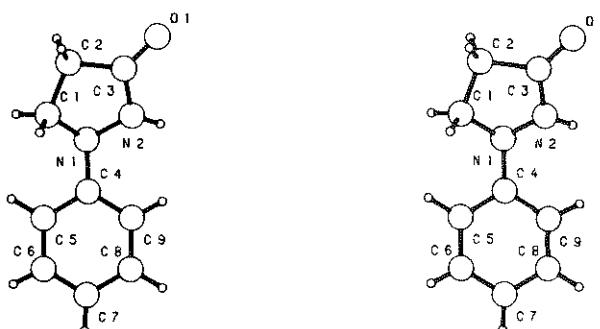


Fig. 1. *Vue stéréographique de  $C_9H_{10}N_2O$  avec la numérotation atomique.*

Tableau 2. *Distances interatomiques ( $\text{\AA}$ ) et angles des liaisons ( $^\circ$ ) avec les écarts-type entre parenthèses*

N(2)–N(1)	1,434 (2)	C(5)–C(4)	1,398 (2)
C(1)–N(1)	1,488 (2)	C(9)–C(4)	1,392 (2)
C(4)–N(1)	1,413 (2)	C(6)–C(5)	1,381 (3)
C(3)–N(2)	1,348 (2)	C(7)–C(6)	1,376 (3)
C(3)–O(1)	1,228 (2)	C(8)–C(7)	1,383 (3)
C(2)–C(1)	1,516 (3)	C(9)–C(8)	1,394 (2)
C(3)–C(2)	1,509 (2)		
C(1)–N(1)–N(2)	104,1 (1)	C(2)–C(3)–O(1)	127,1 (2)
C(4)–N(1)–N(2)	114,8 (1)	C(5)–C(4)–N(1)	118,8 (2)
C(4)–N(1)–C(1)	117,3 (1)	C(9)–C(4)–C(5)	122,3 (2)
C(3)–N(2)–N(1)	111,7 (1)	C(9)–C(4)–C(5)	118,8 (2)
C(2)–C(1)–N(1)	104,3 (1)	C(6)–C(5)–C(4)	120,1 (2)
C(3)–C(2)–C(1)	103,8 (1)	C(7)–C(6)–C(5)	121,4 (2)
O(1)–C(3)–N(2)	124,6 (1)	C(8)–C(7)–C(6)	118,8 (2)
C(2)–C(3)–N(2)	108,3 (1)	C(9)–C(8)–C(7)	120,9 (2)
		C(8)–C(9)–C(4)	120,0 (2)

**Discussion.** Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents sont rassemblés dans le Tableau 1. La Fig. 1 donne une vue stéréographique de la molécule.

Les longueurs et les angles des liaisons (Tableau 2) sont conformes aux valeurs attendues. Les distances C(3)–O(1), C(3)–N(2) et N(1)–N(2) correspondent à la forme tautomère N(1)–N(2)H–C(3)–O plutôt que N(1)–N(2)=C(3)–OH. La conformation du cycle pyrazolidinone est plus proche du type demi-chaise que du type enveloppe: les paramètres de Cremer & Pople (1975) calculés avec le programme PUCK2 (Luger & Bülow, 1983) valent respectivement  $Q = 0,263 (2) \text{ \AA}$  et  $\varphi = 337,6 (4)^\circ$ . Comme référence, on a  $\varphi = 342^\circ$  pour une conformation demi-chaise et  $Q = 0,35 \text{ \AA}$  dans le tetrahydrofurane gazeux (Cremer & Pople, 1975). Les angles dièdres à l'intérieur du cycle ont les valeurs suivantes: N(1)–C(1)–C(2)–C(3) =  $-20,5 (2)$ , C(1)–C(2)–C(3)–N(2) =  $5,7 (2)$ , C(2)–C(3)–N(2)–N(1) =  $12,5 (1)$ , C(3)–N(2)–N(1)–C(1) =  $-25,8 (2)$  et N(2)–N(1)–C(1)–C(2) =  $27,6 (1)^\circ$ . N(1) est hors du plan N(2), C(1), C(4) avec une déviation de  $0,413 (1) \text{ \AA}$ . Le cycle benzène est plan dans la limite  $2,3\sigma(d)$ . N(1) s'écarte de façon significative de ce plan [ $0,069 (1) \text{ \AA}$ ].

La cohésion du cristal est assurée par une liaison hydrogène N(2)–H(2)…O(1) caractérisée par les paramètres suivants: N(2)…O(1) =  $2,811 (2)$ , N(2)–H(2) =  $0,96 (2)$ , O(1)…H(2) =  $1,86 (2) \text{ \AA}$ , N(2)–H(2)…O(1) =  $170 (2)^\circ$ . Il y a également quelques contacts de van der Waals dont les plus courts sont: N(1)…C(3) =  $3,224 (2)$ , N(1)…C(2) =  $3,382 (2)$ , N(1)…N(2) =  $3,411 (2)$ , N(1)…N(1) =  $3,428 (2) \text{ \AA}$  [ $(i) = 1 - x, -y, 1 - z$ ].

Les auteurs remercient M. M. Vermeire pour l'étude préliminaire du cristal et les mesures diffractométriques ainsi que le FNRS pour le crédit alloué.

## Références

- BAUMANN, J., BRUCHHAUSEN, F. V. & WURM, G. (1980). *Prostaglandins*, **20**, 627-639.
- CREMER, D. & POPLE, J. A. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 1354-1358.
- LUGER, P. & BÜLOW, R. (1983). *J. Appl. Cryst.* **16**, 431-432.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
- YEN, S. S. & KREUTNER, W. (1980). *Agents Actions*, **10**, 274-278.