

**N-Phénacetyl-glycyl-DL-phénylalanine**

PAR P. BLANPAIN, F. DURANT ET G. EVRARD

*Groupe de Chimie-Physique, Laboratoire de Cristallographie,  
Facultés Universitaires, 61 Rue de Bruxelles, B-5000 Namur, Belgique*

(Reçu le 9 septembre 1975, accepté le 29 septembre 1975)

**Abstract.**  $C_{19}H_{20}N_2O_3$ ,  $M=340.4$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a=17.915(5)$ ,  $b=10.772(5)$ ,  $c=9.037(5)$  Å,  $\beta=97.52(5)^\circ$ ,  $Z=4$ ,  $V=1729$  Å<sup>3</sup>,  $D_m=1.304$  g cm<sup>-3</sup>,  $D_c=1.307$  g cm<sup>-3</sup>. The cohesion of the crystal is due to hydrogen bonds and van der Waals forces. The torsion angles are compared with those of the dipeptide Gly-L-Phe.

**Introduction.** La détermination de la structure de cette molécule s'inscrit dans le cadre d'une étude générale des caractères conformationnels des inhibiteurs des  $\beta$ -lactamases (Baer & Mertens, 1973).

Les cristaux ont été obtenus par lente évaporation d'une solution dans l'éthanol. Les réflexions ont été mesurées sur un diffractomètre automatique à 4 cercles Nonius CAD-4 avec balayage  $\omega/2\theta$  pour la radiation Cu  $K\alpha$  ( $\lambda=1.5418$  Å).

Les intensités de 3401 réflexions ( $2^\circ < \theta < 72^\circ$ ) ont été mesurées; 2130 sont considérées comme observées ( $I \geq 2,5\sigma$ ), elles ont été corrigées par les facteurs de Lorentz et de polarisation. Vu la taille du cristal ( $0,30 \times 0,12 \times 0,14$  mm), l'absorption a été négligée.

La structure a été déterminée par méthodes directes en utilisant le programme *MULTAN* (Germain, Main

& Woolfson, 1971). Les phases de 301 réflexions ( $E > 1,65$ ) correspondant à la solution la plus probable ont permis le calcul de sections de densité électronique révélant la molécule, hydrogènes exceptés. Après affinement par moindres carrés (programme *CRYLSQ*, X-RAY system, 1972) des positions atomiques, des coefficients d'agitation thermique isotropes puis anisotropes, il a été possible de localiser la plupart des atomes d'hydrogène sur série-différence.

Le facteur  $R$  final vaut 0,045 pour les 2130 réflexions observées. Les coordonnées et les facteurs de température des atomes figurent dans le Tableau 1.\*

**Discussion.** La géométrie de la molécule et celle de la structure sont résumées par les Figs. 1 et 2. La Fig. 3 donne les longueurs des liaisons et les angles de valence; les longueurs des liaisons C-H sont indiquées sur le Tableau 2.

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31419; 30 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées fractionnaires et facteurs d'agitation thermique* ( $\times 10^4$ )

Les écarts-type sont donnés entre parenthèses. L'expression utilisée pour les facteurs de température est  $\exp[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + \dots + 2U_{12}hka^*b^* + \dots)]$ .

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> ou <i>U</i> <sub>11</sub>	<i>U</i> <sub>22</sub>	<i>U</i> <sub>33</sub>	<i>U</i> <sub>12</sub>	<i>U</i> <sub>13</sub>	<i>U</i> <sub>23</sub>
C(1)	7731 (2)	4471 (4)	1238 (5)	577	582	494	-21	5	23
C(2)	8458 (2)	4631 (5)	892 (6)	625	792	665	-194	31	64
C(3)	8737 (2)	3794 (6)	-53 (6)	459	1343	806	-167	91	128
C(4)	8299 (2)	2812 (6)	-651 (6)	485	991	659	68	115	-121
C(5)	7582 (2)	2651 (4)	-286 (4)	426	665	471	11	22	-45
C(6)	7288 (2)	3489 (3)	655 (3)	399	542	316	10	-10	82
C(7)	6512 (2)	3313 (4)	1104 (4)	391	885	368	20	18	5
C(8)	5905 (2)	3015 (4)	-178 (3)	319	524	351	2	88	52
O(9)	5721 (1)	1937 (2)	-524 (3)	545	458	579	68	12	89
N(10)	5559 (1)	3962 (2)	-915 (3)	345	400	357	-58	61	17
C(11)	4909 (1)	3730 (3)	-2012 (3)	361	436	313	-30	84	50
C(12)	4273 (1)	3167 (3)	-1274 (3)	345	359	283	9	80	37
O(13)	4171 (1)	3483 (2)	9 (2)	494	531	275	-113	129	-45
N(14)	3830 (1)	2366 (2)	-2076 (3)	356	419	289	-46	112	-16
C(15)	3169 (1)	1848 (3)	-1523 (3)	344	388	319	-51	100	-16
C(16)	3394 (2)	753 (3)	-490 (3)	417	436	321	-71	69	-9
O(17)	3845 (2)	-13 (3)	-1047 (3)	947	623	643	339	425	231
O(18)	3168 (1)	608 (2)	696 (3)	798	611	351	-47	213	41
C(19)	2585 (2)	1462 (4)	-2839 (4)	411	688	339	-74	36	8
C(20)	1800 (2)	1347 (4)	-2445 (4)	399	575	415	-69	10	-20
C(21)	1272 (3)	2226 (5)	-2923 (7)	561	783	937	64	-17	86
C(22)	533 (3)	2118 (7)	-2570 (8)	546	1262	1378	226	-67	-42
C(23)	339 (3)	1153 (8)	-1772 (7)	461	1722	1026	-182	160	-176
C(24)	853 (3)	268 (8)	-1293 (7)	689	1360	861	-479	149	96
C(25)	1583 (3)	359 (5)	-1634 (6)	539	804	703	-174	52	132

Tableau 1 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> ou <i>U<sub>11</sub></i>
*H(1)	7483 (24)	5134 (43)	1876 (50)	577
*H(2)	8699 (28)	3874 (46)	-41 (50)	642
H(3)	9408 (27)	3943 (47)	-326 (52)	633
H(4)	8533 (26)	2165 (46)	-1302 (54)	680
H(5)	7303 (23)	1970 (39)	-725 (48)	522
H(71)	6391 (24)	4164 (41)	1622 (48)	536
H(72)	6534 (24)	2490 (42)	1762 (49)	536
H(10)	5640 (20)	4796 (35)	-674 (42)	381
H(111)	5055 (20)	3182 (34)	-2762 (42)	369
H(112)	4735 (20)	4551 (34)	-2379 (42)	369
H(14)	3917 (19)	2118 (34)	-3054 (41)	336
H(15)	2926 (20)	2553 (34)	-945 (40)	342
H(17)	4011 (25)	-774 (43)	-389 (51)	615
H(191)	2759 (22)	639 (39)	-3200 (45)	473
H(192)	2564 (22)	2176 (37)	-3660 (46)	473
H(21)	1430 (27)	2986 (44)	-3507 (55)	681
H(22)	94 (27)	2894 (48)	-3008 (57)	765
H(23)	9785 (30)	987 (50)	-1452 (56)	754
H(24)	716 (30)	-471 (54)	-841 (61)	776
H(25)	1992 (27)	-273 (46)	-1394 (53)	615

\* Positions calculées; les facteurs de température n'ont pas été affinés.

Tableau 2. Longueurs des liaisons intramoléculaires C-H avec leurs déviations standard (Å)

C(1)—H(1)	1.05 (5)	C(15)—H(15)	1.05 (4)
C(2)—H(2)	1.09 (5)	C(19)—H(191)	1.01 (4)
C(3)—H(3)	1.09 (5)	C(19)—H(192)	1.06 (4)
C(4)—H(4)	1.03 (5)	C(21)—H(21)	1.03 (4)
C(5)—H(5)	0.95 (4)	C(22)—H(22)	1.18 (5)
C(7)—H(71)	1.06 (5)	C(23)—H(23)	1.08 (6)
C(7)—H(72)	1.07 (5)	C(24)—H(24)	0.94 (6)
C(11)—H(111)	0.96 (4)	C(25)—H(25)	1.00 (5)
C(11)—H(112)	0.98 (4)		

La cohésion cristalline est assurée essentiellement par des liaisons hydrogène intermoléculaires:

O(9)···O(17) (- <i>x</i> , - <i>y</i> , - <i>z</i> ):	2,57 Å
O(13)···N(10) (- <i>x</i> , - <i>y</i> , - <i>z</i> ):	2,89 Å
O(13)···N(14) ( <i>x</i> , $\frac{1}{2}$ - <i>y</i> , $\frac{1}{2}$ + <i>z</i> ):	2,93 Å
O(9)—H(17)—O(17):	177°
O(13)—H(10)—N(10):	175°
O(13)—H(14)—N(14):	175°

auxquelles s'ajoutent des interactions de van der Waals entre groupes aromatiques suivant l'axe *a*.

Les angles dièdres (de la molécule sous sa forme *L*) sont indiqués dans le Tableau 3. Ces valeurs sont comparées à celles du dipeptide Gly-L-Phe (Cotrait & Barrans, 1974) dont la conformation est assez proche de celle de la molécule étudiée, bien que la nature des liaisons hydrogène soit sensiblement différente.

Tableau 3. Valeurs des angles dièdres (°)

Les angles correspondants de Gly-L-Phe sont indiqués entre parenthèses.

C(12)—N(14)—C(15)—C(16)	-83	(-62)
N(14)—C(15)—C(16)—O(18)	134	(147)
N(14)—C(15)—C(19)—C(20)	-159	(-187)
C(15)—C(19)—C(20)—C(21)	107	(88)
N(10)—C(11)—C(12)—N(14)	-147	(-161)
C(8)—N(10)—C(11)—C(12)	63	
C(1)—C(6)—C(7)—C(8)	-47	
C(6)—C(7)—C(8)—O(9)	94	

Nous remercions les Drs P. Crooy et M. Gilbert de la firme RIT (Recherche et Industrie Thérapeutique, Genval, Belgium) d'avoir bien voulu nous procurer le composé étudié.

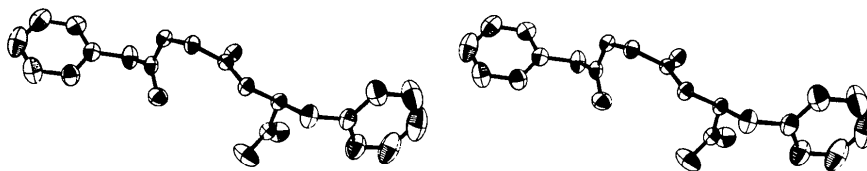


Fig. 1. Vue stéréoscopique de la molécule (hydrogènes exceptés). Ellipsoïdes de vibration à 50% de probabilité [ORTEP, Johnson (1975)].

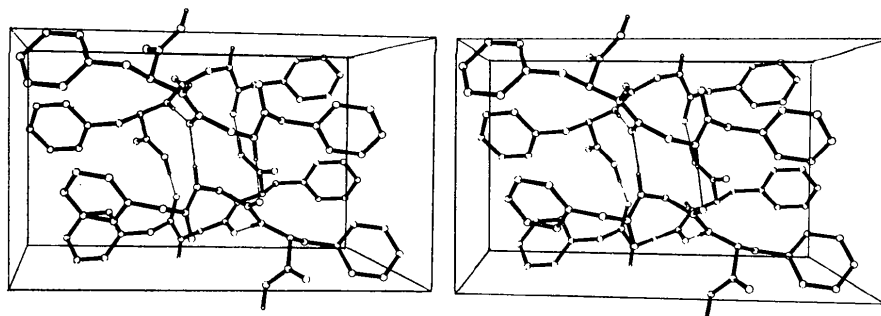


Fig. 2. Vue stéréoscopique de la structure (selon l'axe *c*). Visualisation des liaisons hydrogène.

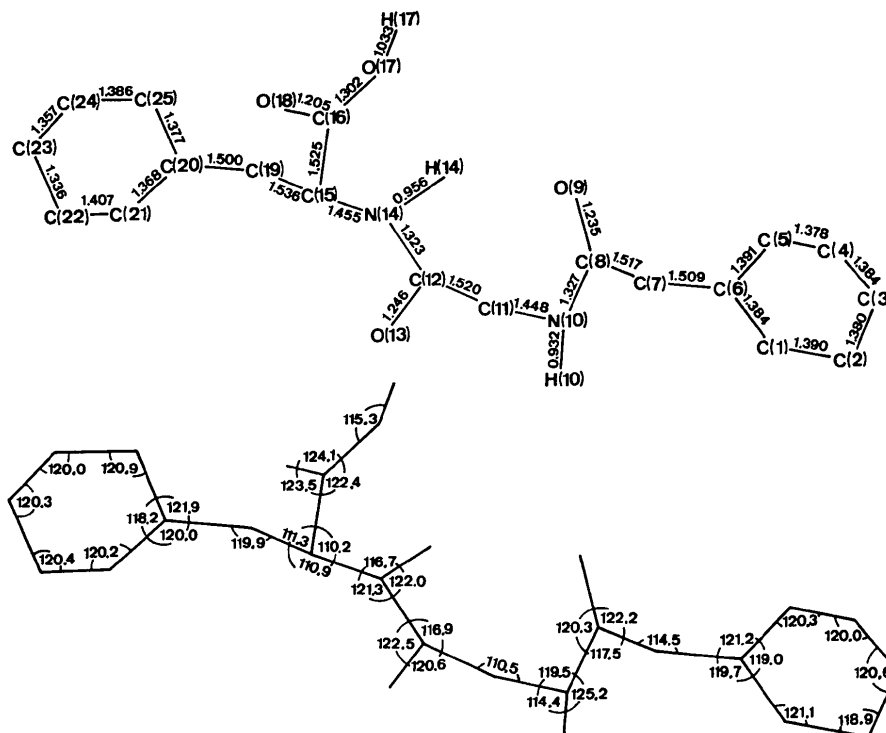


Fig. 3. Numérotation des atomes, distances intramoléculaires (Å) et angles de valence ( $^{\circ}$ ),  $\sigma$  moyens respectivement de 0,006 Å et de 0,4 $^{\circ}$  pour les atomes C, N et O et de 0,04 Å et 2 $^{\circ}$  pour les atomes H participant aux liaisons hydrogène.

### Références

- BAER, T. A. & MERTES, M. P. (1973). *J. Med. Chem.* **16**, 85–87.  
 COTRAIT, M. & BARRANS, Y. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1018–1023.

GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–375.

JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794.

*X-RAY System* (1972). Version of June 1972. Technical Report TR-192 of the Computer Science Center, Univ. of Maryland.

*Acta Cryst.* (1976). **B32**, 631

## Crystal Structure of $\text{Cs}_3\text{MnCl}_5$

BY J. GOODYEAR AND D. J. KENNEDY

*Physics Department, The University, Hull HU6 7RX, England*

(Received 11 November 1974; accepted 4 October 1975)

**Abstract.**  $\text{Cs}_3\text{MnCl}_5$ : tetragonal,  $I4/mcm$ ,  $a=b=9.21$  (2),  $c=14.97$  (5) Å,  $Z=4$ ,  $D_o=3.35$ ,  $D_x=3.30$  g cm $^{-3}$ . The structure is isomorphous with that of  $\text{Cs}_3\text{CoCl}_5$ .

**Introduction.** The material was prepared by heating stoichiometric amounts of CsCl and MnCl $_2$  in an evacuated sealed silica tube until molten and then cooling to room temperature at about 5 $^{\circ}$ /h. Greenish-yellow crystals were formed which were of suitable size for

Weissenberg photography. The crystals were very hygroscopic and had to be mounted in sealed Lindemann glass tubes for X-ray examination.

A prismatic crystal (0.16  $\times$  0.14  $\times$  0.65 mm) was selected for intensity measurements. Data were collected from equi-inclination Weissenberg photographs taken about the elongated axis of the crystal with Mo  $K\alpha$  radiation ( $\mu=106.7$  cm $^{-1}$ ). The intensities of 324 reflexions on layer lines 0–4 were measured with a