

observed change in colour of a single crystal of (*E*) can be explained as a surface effect. Molecules at the surface may undergo cyclization to the (*P*) form resulting from the changes observed. This assumption will be further investigated.

The author thanks Professor H.G. Heller for providing samples of the compounds and for fruitful discussions.

#### References

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321–324.  
 DARCY, P. J., HART, R. J. & HELLER, H. G. (1978). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 1, pp. 571–576.  
 DARCY, P. J., HELLER, H. G., STRYDOM, P. J. & WHITTALL, J. (1981). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 1, pp. 202–205.  
 HELLER, H. G. & LANGAN, J. R. (1981). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 2, pp. 341–343.  
 HELLER, H. G. & OLIVER, S. (1981). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 1, pp. 197–201.  
 HELLER, H. G. & SZEWCZYK, M. (1974). *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* 1, pp. 1487–1492.  
 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. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 OTTERSEN, T., JELINSKI, L. W., KIEFER, E. F. & SEFF, K. (1974). *Acta Cryst.* B30, 960–965.  
 PASTO, D. J. & SCHEIDT, W. R. (1975). *J. Org. Chem.* 40, 1444–1447.  
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.  
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.  
 STOBBE, H. (1911). *Ann. Phys. (Leipzig)*, 380, 21.  
 STOBBE, H. & ECKERT, R. (1905). *Chem. Ber.* 38, 4075–4081.  
 WINKLER, F. & DUNITZ, J. D. (1971). *J. Mol. Biol.* 59, 169–182.

*Acta Cryst.* (1984). C40, 1019–1020

## Structure de la Benzoyl-6 Dihydro-2,3 Benzoxazole-1,3 One-2, C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>

PAR G. MAIRESSE, J. C. BOIVIN ET D. J. THOMAS

*Equipe de Cristallographie et Physicochimie du Solide, ERA-CNRS 1004, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, BP 108, 59652 Villeneuve d'Ascq CEDEX, France*

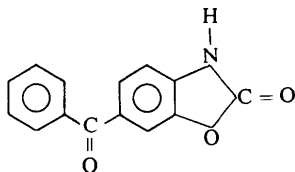
ET M. C. BERMAN, J. P. BONTE ET D. LESIEUR

*Institut de Chimie Pharmaceutique, 3, rue du Professeur Laguesse, 59045 Lille CEDEX, France*

(Reçu le 7 novembre 1983, accepté le 3 février 1984)

**Abstract.**  $M_r = 239.2$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 8.853$  (3),  $b = 14.944$  (5),  $c = 11.223$  (4) Å,  $\beta = 131.1$  (3)°,  $V = 1119$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.42$  g cm<sup>-3</sup>, Mo  $K\alpha$ ,  $\lambda = 0.7107$  Å,  $\mu = 1.1$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 496$ ,  $T = 298$  K,  $R = 0.046$ ,  $R_w = 0.056$  for 2153 observed reflexions. This molecule is an original one with analgesic properties. The bond lengths and angles are normal and the planar benzoxazolone moiety forms a dihedral angle of 54 (1)° with the benzene plane. The molecules form pairs connected by hydrogen bonds between nitrogen and the oxygen of the cyclic ketone.

**Introduction.** La benzoyl-6 dihydro-2,3 benzoazole-1,3 one-2 est une molécule originale obtenue par acylation directe du noyau aromatique de la dihydro-2,3 benzoxazolone-2 (Lespagnol, Lesieur & Bonte, 1973).



Les études pharmacologiques ont mis en évidence des propriétés analgésiques remarquables associées à une faible toxicité (Bonte, Lesieur, Lespagnol, Plat, Cazin & Cazin, 1974) et justifiant des essais cliniques actuellement en cours. La structure de ce produit ne s'apparentant à aucune des familles de médicaments analgésiques utilisés en thérapeutique, l'étude de sa structure cristalline a été entreprise dans le but de déterminer ses caractéristiques stériques et sa conformation spatiale.

**Partie expérimentale.** Monocristaux en forme de parallélépipède ( $\sim 0,4 \times 0,4 \times 0,3$  mm) préparés par évaporation d'une solution dans l'éthanol absolu; paramètres de maille obtenus à partir de 25 réflexions; diffractomètre 4 cercles Philips PW 1100, radiation Mo  $K\alpha$ , monochromateur en graphite, 3579 réflexions telles que  $2 \leq \theta \leq 30^\circ$ ,  $-12 \leq h \leq 0$ ,  $0 \leq k \leq 20$ ,  $-12 \leq l \leq 12$ , dont 2153 indépendantes avec  $I > 3\sigma(I)$ , 3 réflexions de référence ( $2\bar{1}2$ ,  $0\bar{1}2$ ,  $2\bar{3}3$ ); corrections de Lorentz-polarisation, pas de corrections d'absorption; méthodes directes, *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1970), affinement par moindres carrés avec

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ( $\times 10^4$ ) *et coefficients d'agitation thermique*  $B_{eq}$  ( $\text{\AA}^2$ )

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$B_{eq}$
O(1)	-403 (2)	5513 (1)	-3750 (1)	4,6 (2)
C(2)	1390 (2)	5591 (1)	-2942 (2)	3,5 (2)
N(3)	2578 (2)	5316 (1)	-3234 (1)	3,5 (2)
C(4)	4546 (2)	5550 (2)	-1980 (2)	2,9 (2)
C(5)	4518 (2)	5975 (1)	-896 (2)	2,8 (1)
O(6)	2568 (2)	6002 (1)	-1489 (1)	3,6 (2)
C(7)	6320 (2)	5439 (1)	-1674 (2)	3,3 (2)
C(8)	8036 (2)	5781 (1)	-254 (2)	3,1 (1)
C(9)	8001 (2)	6206 (1)	835 (2)	2,7 (1)
C(10)	6194 (2)	6303 (1)	512 (2)	3,0 (2)
C(11)	9855 (2)	6526 (1)	2410 (2)	3,2 (2)
O(12)	9826 (2)	6682 (1)	3457 (1)	4,9 (2)
C(13)	11757 (2)	6622 (1)	2714 (2)	2,9 (2)
C(14)	11858 (2)	7017 (1)	1644 (2)	3,4 (2)
C(15)	13685 (3)	7117 (1)	2026 (2)	3,9 (2)
C(16)	15419 (3)	6815 (1)	3461 (2)	4,0 (2)
C(17)	15342 (2)	6427 (1)	4539 (2)	3,9 (2)
C(18)	13529 (2)	6342 (1)	4177 (2)	3,4 (2)

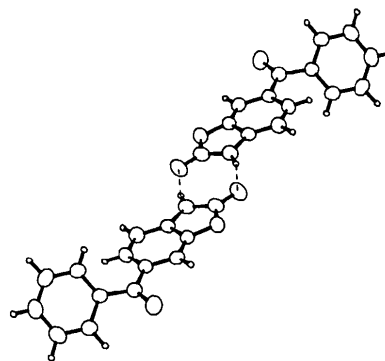


Fig. 2. Assemblage des molécules par paires par liaison H (en pointillés).

Tableau 2. *Distances interatomiques* ( $\text{\AA}$ ) *angles principaux* ( $^\circ$ ) *et liaison hydrogène* ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

O(1)—C(2)	1,210 (2)	C(10)—C(5)	1,362 (2)
C(2)—N(3)	1,355 (3)	C(9)—C(11)	1,494 (2)
N(3)—C(4)	1,384 (2)	C(11)—O(12)	1,214 (3)
C(4)—C(5)	1,387 (3)	C(11)—C(13)	1,490 (3)
C(5)—O(6)	1,384 (2)	C(13)—C(14)	1,392 (3)
O(6)—C(2)	1,374 (2)	C(14)—C(15)	1,383 (3)
C(4)—C(7)	1,379 (3)	C(15)—C(16)	1,380 (2)
C(7)—C(8)	1,388 (2)	C(16)—C(17)	1,383 (4)
C(8)—C(9)	1,396 (3)	C(17)—C(18)	1,378 (3)
C(9)—C(10)	1,396 (3)	C(18)—C(13)	1,395 (2)
O(1)—C(2)—O(6)	122,0 (3)	C(7)—C(8)—C(9)	122,4 (3)
O(1)—C(2)—N(3)	129,4 (4)	C(4)—C(7)—C(8)	116,7 (3)
C(2)—O(6)—C(5)	106,9 (2)	C(10)—C(9)—C(11)	117,0 (3)
C(2)—N(3)—C(4)	109,6 (3)	C(9)—C(11)—O(12)	120,1 (3)
N(3)—C(4)—C(5)	105,8 (2)	C(9)—C(11)—C(13)	119,9 (3)
C(4)—C(5)—O(6)	109,1 (3)	C(11)—C(13)—C(14)	123,2 (4)
C(5)—C(4)—C(7)	120,7 (4)	C(11)—C(13)—C(18)	117,9 (3)
C(4)—C(5)—C(10)	123,2 (3)	C(13)—C(18)—C(17)	120,6 (3)
C(5)—C(10)—C(9)	116,9 (3)	C(16)—C(17)—C(18)	119,9 (5)
C(8)—C(9)—C(10)	120,1 (4)	C(15)—C(16)—C(17)	120,1 (4)
		C(13)—C(14)—C(15)	120,2 (5)
HN(3)...O(1)	( $\bar{x}, 1-y, -1-z$ )	1,99 (2)	
N(3)...O(1)	( $\bar{x}, 1-y, -1-z$ )	2,85 (2)	
N(3)—HN(3)...O(1)	( $\bar{x}, 1-y, -1-z$ )	166 (10)	

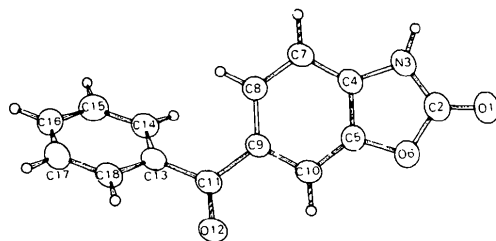


Fig. 1. Configuration de la molécule.

matrice entière basée sur  $F$ , H localisés par synthèses Fourier différence, affinement des positions atomiques de l'ensemble des atomes et des coefficients d'agitation thermique isotropes pour les H, anisotropes pour les autres atomes, facteurs de diffusion (Cromer & Waber, 1965) corrigés de la dispersion anormale (Cromer & Liberman, 1970);  $R = 0,046$ ,  $R_w = 0,056$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ;  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,1$ ; pics d'intensité dans la Fourier différence finale 0,1–0,3 e  $\text{\AA}^{-3}$ .\*

**Discussion.** Les coordonnées atomiques sont données dans le Tableau 1. La Fig. 1 représente la molécule avec la numérotation atomique.

Les plans des groupements benzoxazolone et benzénique forment un angle dièdre de  $54(1)^\circ$ . L'atome O(12) se trouve à  $0,363(1) \text{\AA}$  du plan du premier groupement et à  $-0,719(1) \text{\AA}$  du plan du second. Les molécules sont assemblées par paires (Fig. 2) par un double système de liaisons H échangées entre HN(3) et O(1) de deux molécules voisines (Tableau 2). L'angle de la liaison H vaut  $166(10)^\circ$ . Les autres distances intermoléculaires sont du type van der Waals.

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres d'hydrogène et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39248: 20 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.

### Références

- BONTE, J. P., LESIEUR, D., LESPAGNOL, C., PLAT, M., CAZIN, M. & CAZIN, J. C. (1974). *Eur. J. Med. Chem.* **9**(5), 491–496.  
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274–275.  
 LESPAGNOL, C., LESIEUR, D. & BONTE, J. P. (1973). Brevet Fr. Appl. 7323,280.