

central ring. It is worth considering the C—C distances. In the inner ring the difference between 'short' and 'long' bonds is only 0.033 (3) Å; for the outer rings the corresponding difference is 0.061 (3) Å. The comparable differences in DTT are 0.043 (3) and 0.070 (3) Å respectively. Hence one can infer that the inner ring exhibits a quite different bond order compared with the outer rings, thus exhibiting an enhanced degree of 'aromaticity'. We have actually discussed a trend for thiophene and analogues towards variation in 'aromaticity', passing from thiophene to fused-ring molecules (Bolognesi, Catellani, Destri & Porzio, 1987). However, this evidence cannot be stressed in view of the variation of the electronic charge distribution and geometric requirements induced by steric hindrance during ring formation. The corresponding bond angles of both DTT and DTT1 are quite similar, as expected. The intermolecular packing is governed by S...C and C...C contacts which are quite comparable to the sum of the van der Waals radii (S...C<sub>min</sub> 3.60 and C...C<sub>min</sub> 3.57 Å).

## References

- B. A. FRENZ AND ASSOCIATES INC. (1982). *SDP Plus Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
- BERTINELLI, F., PALMIERI, P., STREMMENOS, C., PELIZZI, G. & TALIANI, C. (1983). *J. Phys. Chem.* **87**, 2317–2322.
- BOLOGNESI, A., CATELLANI, M., DESTRI, S. & PORZIO, W. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 2106–2108.
- BOLOGNESI, A., CATELLANI, M., DESTRI, S., ZAMBONI, C. & TALIANI, C. (1987). Italian patent No. 20187.
- DE JONG, F. & JANSSEN, M. J. (1971). *J. Org. Chem.* **36**, 1645–1648.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, pp. 99, 149. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1970). *Crystallographic Computing*, edited by F. R. AHMED, pp. 220–226. Copenhagen: Munksgaard.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J.-P. (1977). *MULTAN77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C., MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 35–40.

*Acta Cryst.* (1988). **C44**, 547–550

### Niflumate de Morpholinoéthyle (DCI: Morniflumate)

PAR P. TOFFOLI, M. COQUILLAY ET N. RODIER

*Laboratoire de Chimie Minérale, Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques, 5 Rue J.-B. Clément, 92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France*

R. CEOLIN

*Laboratoire de Chimie Minérale, UFR de Pharmacie, 2 bis Boulevard Tonnelé, 37032 Tours CEDEX, France*

ET J. M. TEULON ET C. GUECHOT

*Laboratoires UPSA, 128 Rue Danton, 92000 Rueil-Malmaison, France*

(Reçu le 6 juillet 1987, accepté le 4 novembre 1987)

**Abstract.** Morpholinoethyl 2-[[3-(trifluoromethyl)phenyl]amino]-3-pyridinecarboxylate, C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>, *M<sub>r</sub>* = 395.4, triclinic, *P*1̄, *a* = 10.123 (2), *b* = 9.157 (2), *c* = 11.707 (2) Å, *α* = 114.04 (2), *β* = 100.55 (1), *γ* = 102.01 (2)°, *V* = 924.7 (9) Å<sup>3</sup>, *Z* = 2, *D<sub>x</sub>* = 1.420 Mg m<sup>-3</sup>, *Cu Kα*, *λ* = 1.5418 Å, *μ* = 0.97 mm<sup>-1</sup>, *F*(000) = 412, *T* = 295 (1) K, *R* = 0.040 for 2328 independent reflections. The plane of the pyridine ring makes an angle of 22.65 (7)° with that of the phenyl ring. The carboxylate group and the pyridine ring bearing it are almost coplanar, the angle between the two planes being 9.37 (7)°. As in niflumic acid and other fenamates, a strong internal N—H...O hydrogen bond [2.696 (2) Å, 143 (2)°] forms a pseudo-ring, the

plane of which is near to the pyridine ring plane. The morpholine ring exhibits a chair conformation. Each F atom shows high thermal motion and occupies three positions. The cohesion of the structure is due to van der Waals interactions.

**Introduction.** Les acides fénamique [acides (phényl-amino-2)benzoïque] et niflémique sont des anti-inflammatoires non stéroïdiens. Plusieurs ont déjà fait l'objet d'une étude structurale. C'est le cas de l'acide méfénamique (McConnell & Company, 1976), de l'acide niflémique (Krishna Murthy & Vijayan, 1979), de l'acide méclofénamique (Krishna Murthy & Vijayan, 1981) et de deux formes de l'acide flufénamique

(McConnell, 1973; Kirshna Murthy, Bhat & Vijayan, 1982). L'ester morpholinoéthylrique de l'acide niflumi- que, objet de la présente étude, est aussi un anti- inflammatoire. Son étude structurale a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de sa molécule et de la comparer à celle des fénamates. Les cristaux utilisés ont été préparés par les Laboratoires UPSA.

**Partie expérimentale.** Cristal parallélépipédique:  $0,17 \times 0,45 \times 0,45$  mm. Dimensions de la maille déterminées avec 25 réflexions telles que  $15,38 \leq \theta \leq 36,07^\circ$ . Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4.  $0,023 \leq (\sin \theta)/\lambda \leq 0,550 \text{ \AA}^{-1}$ ;  $-11 \leq h \leq 10$ ,  $-10 \leq k \leq 10$ ,  $0 \leq l \leq 12$ . Réflexions de contrôle de l'intensité:  $\bar{1}4\bar{6}$ ,  $\bar{4}3\bar{2}$  et  $0\bar{4}\bar{3}$ .  $\sigma(I)/I$  moyen (contrôle): 0,0026. 2576 réflexions indépendantes mesurées, 248 réflexions inobservées [ $I \leq 3\sigma(I)$ ]. Les coordonnées atomiques trouvées par MULTAN11/82 (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1982) sont incorrectes (erreur d'origine). Le calcul de la densité électronique, effectué en prenant pour groupe spatial le group  $P1$ , a permis de localiser progressivement les atomes de la deuxième molécule contenue dans la maille. Le centre de symétrie par lequel les deux molécules se correspondent a alors été déterminé et pris comme nouvelle origine des coordonnées. Les atomes de fluor du groupement  $\text{CF}_3$  occupent chacun trois positions dont les taux d'occupation sont respectivement de 0,58 (2), de 0,26 (2) et de 0,16 (2). Pour distinguer ces positions, les chiffres 1, 2 et 3 ont été ajoutés, dans l'ordre décroissant des taux d'occupation, aux numéros 26, 27 et 28 attribués aux atomes d'halogène. Affinement sur  $F$ , programme à matrice complète. Atomes H: positions calculées. Paramètres affinés:  $x, y, z$  de tous les atomes,  $\beta_{ij}$  de O, N, C et F des sites occupés à 58% et  $B$  des F présents sur les autres sites. Correction d'extinction secondaire:  $g = 8,2 (7) \times 10^{-6}$ .  $wR = 0,069$ ,  $S = 3,17$ ,  $w = 1/\sigma^2(F)$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,47$ .  $|\Delta\rho|_{\max} = 0,28 (4) \text{ e \AA}^{-3}$ . Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Programmes de calcul du système SDP (Frenz, 1982). Angles de torsion: ORFFE (Busing, Martin & Levy, 1964). Angles des plans moyens: BP7C (Ito & Sugawara, 1983). Figs. 1 et 2: ORTEPII (Johnson, 1976).

Les coordonnées atomiques relatives sont rassemblées dans le Tableau 1, les longueurs et les angles des liaisons dans le Tableau 2.\*

Tableau 1. *Coordonnées atomiques relatives, paramètres  $B_{eq}$  et écarts-type*

Lorsque le facteur de température est signalé par un astérisque, l'agitation thermique de l'atome correspondant a été supposée isotrope au cours des affinements.  $B_{eq} = \frac{1}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + \beta_{12}ab\cos\gamma + \beta_{13}accos\beta + \beta_{23}bccos\alpha)$ .

	x	y	z	$B_{eq}$ ou $B_{100}(\text{\AA}^2)$
N(1)	0,6017 (1)	0,4654 (2)	0,6969 (1)	3,81 (3)
C(2)	0,4885 (2)	0,3751 (2)	0,5906 (1)	3,04 (3)
C(3)	0,3636 (2)	0,4226 (2)	0,5793 (1)	2,98 (3)
C(4)	0,3622 (2)	0,5657 (2)	0,6826 (2)	3,62 (4)
C(5)	0,4788 (2)	0,6583 (2)	0,7911 (2)	4,01 (4)
C(6)	0,5945 (2)	0,6031 (2)	0,7928 (2)	4,24 (4)
N(7)	0,4960 (1)	0,2352 (2)	0,4910 (1)	3,47 (3)
C(8)	0,6036 (2)	0,1604 (2)	0,4810 (1)	3,02 (3)
C(9)	0,5984 (2)	0,0502 (2)	0,3549 (1)	3,33 (4)
C(10)	0,6977 (2)	-0,0337 (2)	0,3349 (1)	3,43 (4)
C(11)	0,8029 (2)	-0,0098 (2)	0,4409 (2)	3,94 (4)
C(12)	0,8067 (2)	0,0980 (2)	0,5650 (2)	3,98 (4)
C(13)	0,7089 (2)	0,1834 (2)	0,5871 (1)	3,59 (4)
C(14)	0,2407 (2)	0,3262 (2)	0,4596 (1)	3,18 (3)
O(15)	0,1277 (1)	0,3773 (1)	0,4744 (1)	4,01 (3)
C(16)	0,0056 (2)	0,3012 (2)	0,3586 (2)	3,73 (4)
C(17)	0,0189 (2)	0,4027 (2)	0,2853 (2)	3,73 (4)
N(18)	-0,0975 (1)	0,3271 (2)	0,1648 (1)	3,50 (3)
C(19)	-0,1125 (2)	0,4512 (2)	0,1191 (2)	4,84 (4)
C(20)	-0,2308 (3)	0,3743 (3)	-0,0047 (2)	6,53 (6)
O(21)	-0,2123 (2)	0,2347 (2)	-0,1048 (1)	7,67 (5)
C(22)	-0,2014 (3)	0,1124 (3)	-0,0618 (2)	7,76 (8)
C(23)	-0,0783 (2)	0,1853 (2)	0,0610 (2)	5,53 (5)
O(24)	0,2389 (1)	0,2129 (1)	0,3585 (1)	4,14 (3)
C(25)	0,6893 (2)	-0,1500 (2)	0,1994 (2)	4,40 (4)
F(261)	0,6462 (2)	-0,0942 (2)	0,1124 (2)	4,99 (5)
F(262)	0,5956 (5)	-0,1454 (5)	0,1049 (4)	5,49 (9)*
F(263)	0,7125 (9)	-0,061 (1)	0,1344 (8)	7,4 (2)*
F(271)	0,8178 (2)	-0,1666 (2)	0,1880 (2)	5,33 (5)
F(272)	0,8070 (5)	-0,1251 (5)	0,1689 (4)	6,1 (1)*
F(273)	0,781 (1)	-0,234 (1)	0,198 (1)	9,1 (3)*
F(281)	0,5994 (2)	-0,3042 (2)	0,1525 (2)	5,44 (5)
F(282)	0,6488 (4)	-0,3120 (5)	0,1789 (4)	5,22 (9)*
F(283)	0,5612 (9)	-0,2666 (9)	0,1297 (8)	7,0 (2)*

**Discussion.** Les cycles pyridinyle (cycle A) et phényle (cycle B) (Fig. 1) sont plans. Les valeurs du paramètre  $\chi^2$  relatives à leurs plans moyens  $P(A)$  et  $P(B)$  sont égales respectivement à 13 et à 17. La liaison hydrogène intramoléculaire N(7)—H(7)...O(24) [2,696 (2) Å,  $143 (2)^\circ$ ] forme le pseudo-cycle D. Le plan moyen  $P(D)$ , calculé avec les atomes C(2), C(3), N(7), C(14) et O(24), fait avec  $P(A)$  un angle de  $5,49 (7)^\circ$ . L'atome du pseudo-cycle le plus éloigné de  $P(A)$ , O(24), en est distant de 0,239 (1) Å. L'angle de torsion C(2)—N(7)—C(8)—C(13) [ $21,5 (3)^\circ$ ] mesure, en première approximation, la rotation qui permet de passer du plan  $P(A)$  au plan  $P(B)$ . En effet, N(7) et C(8) sont très proches de  $P(A)$ ; le premier en est distant de 0,015 (1) Å et le second de 0,032 (2) Å. L'angle dièdre  $P(A)P(B)$  est égal à  $22,65 (7)^\circ$ . Dans l'acide niflumi- que (Krishna Murthy & Vijayan, 1979), son homologue mesure  $8,8^\circ$ . Le groupement carboxylate est plan puisque la somme des angles de sommet C(14) est égale à  $360^\circ$ . Son plan [plan  $P(E)$ ] fait avec  $P(A)$  un angle de  $9,37 (7)^\circ$ . L'angle de torsion C(4)—C(3)—C(14)—O(15) [ $-10,2 (3)^\circ$ ] indique sa position relative par rapport au cycle pyridinyle.

Comme dans le dichlorhydrate de la morpholinoéthylamino-3 diphényl-4,6 pyridazine (Michel, Gustin, Evrard & Durant, 1982), le méthyl-3 morpholinométhyl-1 phényl-3 pyrrolidinedione-2,5

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances C—H, O—H et N—H, des distances intermoléculaires, des plans moyens et des angles de torsion ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44516: 19 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 2. Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts-type

N(1)-C(2)	1,338 (2)	O(15)-C(16)	1,452 (2)
N(1)-C(6)	1,331 (2)	C(16)-C(17)	1,502 (3)
C(2)-C(3)	1,422 (2)	C(17)-N(18)	1,454 (2)
C(2)-N(7)	1,364 (2)	N(18)-C(19)	1,462 (3)
C(3)-C(4)	1,379 (2)	N(18)-C(23)	1,452 (2)
C(3)-C(14)	1,479 (2)	C(19)-C(20)	1,488 (3)
C(4)-C(5)	1,372 (2)	C(20)-O(21)	1,415 (3)
C(5)-C(6)	1,368 (3)	O(21)-C(22)	1,417 (4)
N(7)-C(8)	1,400 (2)	C(22)-C(23)	1,511 (3)
C(8)-C(9)	1,391 (2)	C(25)-F(261)	1,356 (3)
C(8)-C(13)	1,391 (2)	C(25)-F(262)	1,340 (5)
C(9)-C(10)	1,385 (2)	C(25)-F(263)	1,34 (1)
C(10)-C(11)	1,385 (2)	C(25)-F(271)	1,365 (3)
C(10)-C(25)	1,482 (2)	C(25)-F(272)	1,307 (6)
C(11)-C(12)	1,372 (2)	C(25)-F(273)	1,32 (1)
C(12)-C(13)	1,382 (3)	C(25)-F(281)	1,332 (2)
C(14)-O(15)	1,337 (2)	C(25)-F(282)	1,359 (5)
C(14)-O(24)	1,209 (2)	C(25)-F(283)	1,347 (7)
C(2)-N(1)-C(6)	117,9 (2)	C(17)-N(18)-C(19)	110,7 (1)
N(1)-C(2)-C(3)	121,7 (1)	C(17)-N(18)-C(23)	112,0 (2)
N(1)-C(2)-N(7)	118,2 (1)	C(19)-N(18)-C(23)	108,6 (2)
C(3)-C(2)-N(7)	120,1 (1)	N(18)-C(19)-C(20)	111,0 (2)
C(2)-C(3)-C(4)	117,7 (1)	C(19)-C(20)-O(21)	111,9 (2)
C(2)-C(3)-C(14)	121,6 (1)	C(20)-O(21)-C(22)	109,5 (2)
C(4)-C(3)-C(14)	120,7 (2)	O(21)-C(22)-C(23)	110,9 (2)
C(3)-C(4)-C(5)	120,4 (2)	N(18)-C(23)-C(22)	109,9 (2)
C(4)-C(5)-C(6)	117,8 (2)	C(10)-C(25)-F(261)	112,5 (2)
N(1)-C(6)-C(5)	124,6 (1)	C(10)-C(25)-F(262)	114,9 (2)
C(2)-N(7)-C(8)	130,7 (1)	C(10)-C(25)-F(263)	108,8 (4)
N(7)-C(8)-C(9)	116,3 (1)	C(10)-C(25)-F(271)	112,3 (1)
N(7)-C(8)-C(13)	124,6 (1)	C(10)-C(25)-F(272)	115,2 (2)
C(9)-C(8)-C(13)	119,0 (2)	C(10)-C(25)-F(273)	111,6 (4)
C(8)-C(9)-C(10)	120,7 (1)	C(10)-C(25)-F(281)	113,9 (2)
C(9)-C(10)-C(11)	120,1 (1)	C(10)-C(25)-F(282)	110,1 (3)
C(9)-C(10)-C(25)	119,3 (2)	C(10)-C(25)-F(283)	113,7 (4)
C(11)-C(10)-C(25)	120,6 (2)	F(261)-C(25)-F(271)	104,5 (2)
C(10)-C(11)-C(12)	118,9 (2)	F(261)-C(25)-F(281)	105,5 (2)
C(11)-C(12)-C(13)	121,9 (2)	F(262)-C(25)-F(272)	103,3 (4)
C(8)-C(13)-C(12)	119,4 (1)	F(262)-C(25)-F(282)	105,5 (3)
C(3)-C(14)-O(15)	112,4 (1)	F(263)-C(25)-F(273)	110,5 (7)
C(3)-C(14)-O(24)	125,3 (2)	F(263)-C(25)-F(283)	105,7 (6)
O(15)-C(14)-O(24)	122,3 (1)	F(271)-C(25)-F(281)	107,4 (2)
C(14)-O(15)-C(16)	116,6 (1)	F(272)-C(25)-F(282)	107,1 (3)
O(15)-C(16)-C(17)	109,2 (1)	F(273)-C(25)-F(283)	106,2 (6)
C(16)-C(17)-N(18)	111,4 (1)		

(Argay & Seres, 1973) ou dans le tétracyano-7,7,8,8 quinodiméthane de diéthyl-4,4 morpholinium (2/1) (Morssink & van Bodegom, 1981), le cycle morpholine (cycle C) présente la conformation chaise. N(18) et O(21) sont situés de part et d'autre du plan moyen  $P(C)$  calculé à partir des atomes C(19), C(20), C(22) et C(23), le premier à 0,665 (1) Å, le second à 0,649 (2) Å.

Dans le groupement niflumate, les longueurs des liaisons sont toutes comparables à celles qui ont été trouvées pour leurs homologues respectives dans l'acide niflumique. Ainsi, dans le cycle A, parmi les distances entre atomes voisins, seule C(2)-C(3) [1,422 (2) Å] possède une longueur inhabituelle. Il en est de même dans l'acide niflumique où la même distance mesure 1,44 Å. Le cycle pyridinyle est légèrement déformé et il l'est de la même façon dans les deux composés car les angles homologues ont, compte tenu des incertitudes, pratiquement les mêmes valeurs. Dans le cycle B, les distances C-C entre atomes contigus vont de 1,372 (2) à 1,391 (2) Å [moyenne: 1,384 (4) Å]. Les autres liaisons C-C présentes dans la molécule n'appellent guère de commentaires. Il en est de même

pour les différentes distances C-O. Les trois liaisons N-C issues de N(18) sont des liaisons simples dont les longueurs sont comprises entre 1,452 (2) et 1,462 (3) Å. Les longueurs de N(7)-C(2) [1,364 (2) Å] et de N(7)-C(8) [1,400 (2) Å] expriment la conjugaison des électrons  $\pi$  des cycles A et B avec le doublet libre de N(7). La dispersion observée pour les différentes distances C-F [de 1,307 (6) à 1,365 (3) Å] s'explique par le désordre des atomes d'halogène et par leur agitation thermique élevée. Les angles C(10)-C(25)-F(j) sont compris entre 108,8 (4) et 115,2 (2)° et les angles F(j)-C(25)-F(k) entre 103,3 (4) et 110,5 (7)°. Dans le composé acide niflumique-éthanolamine hydrate (1/1/1) (Dhanaraj & Vijayan, 1983) où chaque atome de F est présent sur deux positions, les valeurs extrêmes sont, pour les distances C-F: 1,220 et 1,377 Å, pour les angles C-C-F(j): 109,9 et 116,7° et pour les angles F(j)-C-F(k): 97,4 et 109,3°.

Si l'on admet pour rayons de van der Waals les valeurs suivantes (Bondi, 1964):  $r(C \text{ aliphatique}) = 1,70$ ,  $r(C \text{ aromatique}) = 1,77$ ,  $r(N) = 1,55$ ,  $r(O) =$

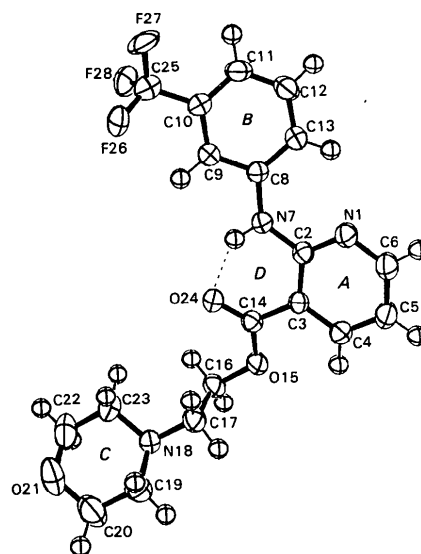


Fig. 1. Vue de la molécule en perspective, numéros attribués à ses atomes et lettres utilisées pour désigner les cycles.

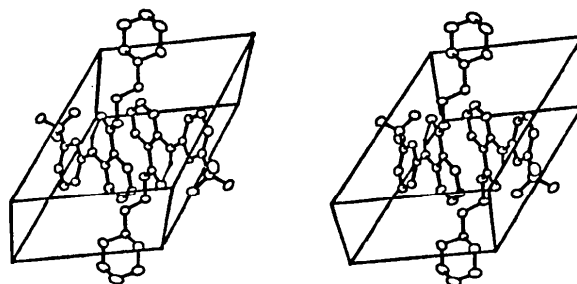


Fig. 2. Vue stéréoscopique du contenu de la maille.

1,50,  $r(O \leq) = 1,52$  et  $r(F) = 1,47 \text{ \AA}$ , et si, parmi les sites fluorés, on ne retient que ceux dont le taux d'occupation est le plus élevé, on observe que cinq distances interatomiques intermoléculaires seulement diffèrent de moins de 0,1 Å de la somme des rayons des atomes concernés. Il s'agit de C(2)...C(3<sup>i</sup>) [3,546 (3) Å] [(i): 1-x, 1-y, 1-z], de C(6)...O(24<sup>i</sup>) [3,341 (3) Å], de C(8)...C(8<sup>ii</sup>) [3,474 (2) Å] [(ii): 1-x, -y, 1-z], de C(11)...C(14<sup>ii</sup>) [3,515 (3) Å] et de C(12)...O(24<sup>ii</sup>) [3,287 (3) Å].

## Références

- ARGAY, GY. & SERES, J. (1973). *Acta Cryst.* B29, 1146-1149.  
 BONDI, A. (1964). *J. Phys. Chem.* pp. 441-451.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 DHANARAJ, V. & VIJAYAN, M. (1983). *Acta Cryst.* C39, 1398-1401.  
 FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, College Station, Texas, EU, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.

- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
 ITO, T. & SUGAWARA, Y. (1983). *Best-Plane Program*, 3<sup>e</sup> version (BP7C). The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-Shi, Saitama 351, Japon.  
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 KRISHNA MURTHY, H. M., BHAT, T. N. & VIJAYAN, M. (1982). *Acta Cryst.* B38, 315-317.  
 KRISHNA MURTHY, H. M. & VIJAYAN, M. (1979). *Acta Cryst.* B35, 262-263.  
 KRISHNA MURTHY, H. M. & VIJAYAN, M. (1981). *Acta Cryst.* B37, 1102-1105.  
 MCCONNELL, J. F. (1973). *Cryst. Struct. Commun.* 2, 459-461.  
 MCCONNELL, J. F. & COMPANY, F. Z. (1976). *Cryst. Struct. Commun.* 5, 861-864.  
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN11/82. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.  
 MICHEL, A., GUSTIN, R., EVRARD, G. & DURANT, F. (1982). *Bull. Soc. Chim. Belg.* 91, 123-129.  
 MORSSINK, H. & VAN BODEGOM, B. (1981). *Acta Cryst.* B37, 107-114.

*Acta Cryst.* (1988). C44, 550-553

## Structures of 2-Ethyl-4,5-dihydro-5-phenyl-3H-1,4-benzodiazepin-3-one (I) and 2-Ethyl-1,4,5-trihydro-2,5-diphenyl-3H-1,4-benzodiazepin-3-one (II)

BY KARL WILHELM TÖRNROOS

Department of Structural Chemistry, Arrhenius Laboratory, University of Stockholm, S-106 91 Stockholm, Sweden

(Received 3 August 1987; accepted 16 November 1987)

**Abstract.** (I): C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O,  $M_r = 264.3$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 10.306$  (1),  $b = 8.781$  (1),  $c = 15.677$  (3) Å,  $\beta = 90.41$  (2)°,  $V = 1418.7$  (3) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.237 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.54184$  Å,  $\mu = 5.83 \text{ cm}^{-1}$ ,  $F(000) = 560$ ,  $R = 0.0545$ ,  $wR = 0.0547$  for 2090 reflections. (II): C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O,  $M_r = 342.4$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 12.979$  (1),  $b = 8.399$  (1),  $c = 9.517$  (1) Å,  $\alpha = 111.04$  (1),  $\beta = 90.21$  (1),  $\gamma = 105.82$  (1)°,  $V = 925.6$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.229 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71069$  Å,  $\mu = 0.705 \text{ cm}^{-1}$ ,  $F(000) = 364$ ,  $R = 0.0480$  for 3163 reflections. Probably because of different hybridization of atoms N1 and C2 in the two compounds the diazepine ring in compound (I) adopts a boat conformation, and an envelope conformation in compound (II). The double bond between N1 and C2 in (I), not present in (II), conjugates with the carbonyl bond C3-O12, and results in a shortening of bonds C2-C3, C2-C10 as well as C10-C11 compared with (II). Both structures dimerize by means of two hydrogen bonds between the two enantiomers.

**Introduction.** The pharmacological properties of 1,4-benzodiazepin-2-ones have prompted a large number of investigations, pharmacological (Priest, Vianna Filho, Amrein & Skreta, 1979) as well as structural (Gałdecki & Głowka, 1980). This paper is based on a study of 1,4-benzodiazepin-3-ones, on the routes of chemical syntheses and conformational effects on the benzodiazepine ring system, as a function of varying substituent schemes. The chemical syntheses of the title compounds have been described by Bergman, Brynolf & Elman (1983).

**Experimental.** (I): Colourless prisms from CH<sub>3</sub>CN, crystal specimen size 0.50 × 0.34 × 0.12 mm. Philips PW1100 four-circle diffractometer, graphite-monochromatized Cu Kα radiation. Cell parameters from least-squares refinement of 23 diffractometer-centred reflections ( $12.105 \leq \theta \leq 32.605^\circ$ ).  $\omega/2\theta$  scan, scan width 1.60°, scan speed 1.8° min<sup>-1</sup>. 2885 reflections measured, 2436 unique,  $5.04 \leq \theta \leq 66.97^\circ$ ,  $0 \leq h \leq$