

de ces deux cycles n'ont guère varié excepté l'angle C(1)–C(8)–C(7) qui est passé de 106 (1) à 111 (1)°.

Par la création de la liaison C(4)–C(6), les deux cycles pentagonaux ont tourné autour de la liaison C(1)–C(5). En conservant le même orientation, l'angle dièdre des deux plans moyens de ces cycles est passé de 74 (1) à 274 (1)°. De même l'angle C(4)–C(5)–C(6) qui valait 248 (1)° est devenu égal à 62,5 (4)°. Les groupements –COOCH₃, méthyle C(9) et phényle sont d'une même côté par rapport au cycle pentagonal II. La cohésion du cristal est assurée par des liaisons de van der Waals. On peut cependant noter un contact directionnel intermoléculaire court: H(9Cⁱ)...O(3ⁱⁱ) 2,36 (6) Å, C(9ⁱ)–H(9Cⁱ)...O(3ⁱⁱ) 162 (7), C(3ⁱⁱ)–O(3ⁱⁱ)...H(9Cⁱ) 122 (6)° [code de symétrie: (i) *x*, *y*, *z*; (ii) $-x+2$, $-y+1$, $-z$]. Cette distance H...O est très inférieure à la somme des rayons de van der Waals (2,70 Å) des atomes d'oxygène et d'hydrogène et pourrait être attribuée à une liaison hydrogène faible (Taylor & Kennard, 1982).

Références

- BACHET, B. & BRASSY, C. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1443–1445.
 BALLY, R. & SURCOUF, E. (1976). Communication interne au laboratoire.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
International Tables for X-ray Crystallography (1968). Tome III. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 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*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
 MORNON, J. P., DELETTRE, J. & LEPICARD, G. (1979). Communication interne au laboratoire.
 TAYLOR, R. & KENNARD, O. (1982). *J. Am. Chem. Soc.* **104**, 5064–5070.
 VALLA, A., GIRAUD, M., BRASSY, C. & BACHET, B. (1983). IX *International Congress of Heterocyclic Chemistry*, août 21–26, Tokyo, Japon.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 1447–1449

Ester Méthylique de l'Acide Méthoxy-8 Diméthyl-7,8 Oxo-3 Phényl-6 Oxa-2 Bicyclo[3.2.1]octène-6 Carboxylique-4

PAR BERNARD BACHET ET CLAUDE BRASSY

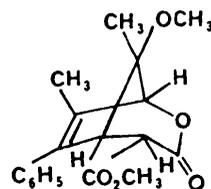
Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, Tour 16, 4 Place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 2 septembre 1987, accepté le 5 avril 1988)

Abstract. C₁₈H₂₀O₅, *M_r* = 316.35, monoclinic, *P*2₁/*c*, *a* = 9.989 (2), *b* = 18.723 (5), *c* = 8.887 (2) Å, β = 103.57 (5)°, *V* = 1616 (1) Å³, *Z* = 4, *D_x* = 1.299 (2) Mg m⁻³, μ = 0.79 mm⁻¹, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, *F*(000) = 672, *T* = 293 K, *R* = 0.050 for 2847 unweighted reflections. The molecule has three rings: phenyl, pentagonal and hexagonal. These last two rings are folded along the C(5)–C(8) axis. C(4)–H(4), C(1)–O(5) are axial bonds and C(4)–C(10), C(1)–C(9) equatorial bonds. The C(5)–C(1)–C(8) angle, 97.4 (5)°, is smaller than the expected 108°. C(6)–C(7) is a double bond. Two short intermolecular contacts can be noticed.

Introduction. Le produit étudié est le dernier des trois composés stables cristallisés obtenus lors des réactions successives avec des lactones. La structure de deux précédents a fait l'objet de deux études (Bachet & Brassy, 1988). Il a été préparé à partir de l'ester méthylique de l'acide tétrahydro-2a,2b,4a,4b diméthyl-

3,4a oxo-2 phényl-4b oxa-1 2H-cyclopropa[*c,d*]pentalène carboxylique-2 dissout dans du méthanol à ébullition (Valla, Giraud, Brassy & Bachet, 1983). Sa formule est donnée en dessous.



Partie expérimentale. Cristaux incolores, 0,3 × 0,2 × 0,4 mm. Paramètres cristallins obtenus sur diffractomètre automatique Philips PW 1100 avec 25 réflexions 19 < θ < 32°. Mesure des intensités par 'flying step scan' (Logiciel Philips), angle de balayage de 1,40°, vitesse de balayage de 0,025 s par pas de 2/100 °θ, domaine d'exploration de 2θ ≤ 152° (*h* = –12→12, *k* = 0→24, *l* = 0→11). Réflexions de référence 080, 004,

Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) pour les atomes de carbone et d'oxygène et facteurs de température

Le facteur de température est donné par:

$$\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)].$$

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i a_j$$

	x	y	z	B _{eq} (Å ²)
C(1)	9710 (2)	1505 (1)	2012 (3)	3,1 (2)
C(2)	9658 (4)	2798 (4)	1911 (4)	6,4 (4)
C(3)	9034 (3)	123 (1)	2764 (3)	3,2 (2)
C(4)	8363 (2)	746 (1)	3424 (3)	2,9 (2)
C(5)	8333 (2)	1454 (1)	2510 (2)	2,5 (2)
C(6)	7299 (2)	1371 (1)	961 (3)	2,6 (2)
C(7)	7928 (2)	1045 (1)	-41 (3)	3,0 (2)
C(8)	9412 (2)	927 (1)	764 (3)	4,0 (2)
C(9)	11026 (3)	1408 (2)	3271 (3)	3,9 (3)
C(10)	6911 (3)	542 (1)	3521 (3)	3,7 (2)
C(11)	4970 (3)	985 (2)	4322 (4)	6,9 (3)
C(12)	5841 (2)	1579 (1)	740 (3)	3,5 (2)
C(13)	5486 (3)	2189 (1)	1461 (3)	4,9 (2)
C(14)	4107 (3)	2377 (2)	1292 (4)	8,3 (3)
C(15)	3079 (3)	1969 (2)	401 (4)	8,3 (3)
C(16)	3407 (3)	1362 (2)	-318 (4)	5,1 (3)
C(17)	4781 (3)	1164 (2)	-147 (3)	3,6 (3)
C(18)	7376 (3)	808 (2)	-1663 (3)	3,9 (3)
O(1)	6274 (2)	38 (1)	2916 (2)	4,3 (2)
O(2)	9553 (2)	220 (1)	1514 (2)	5,0 (2)
O(3)	9163 (2)	-456 (1)	3376 (2)	5,7 (2)
O(4)	6428 (2)	1034 (1)	4341 (2)	4,2 (2)
O(5)	9795 (2)	2146 (1)	1155 (2)	4,1 (1)

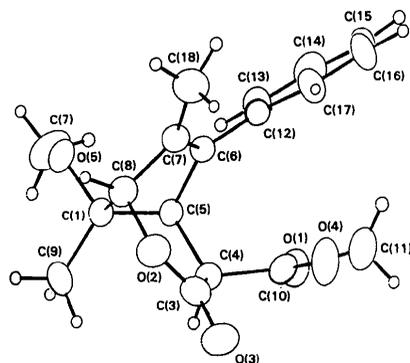


Fig. 1. Projection d'une molécule suivant le plan défini par les directions C(1)-C(5) et C(4)-C(6), puis rotation de 25° autour de C(4)-C(6) et désignation des atomes.

Tableau 2. Principales distances interatomiques (Å) et principaux angles (°)

C(1)-C(5)	1,543 (5)	C(7)-C(8)	1,504 (5)
C(1)-C(8)	1,529 (5)	C(7)-C(18)	1,485 (6)
C(1)-C(9)	1,524 (6)	C(8)-O(2)	1,473 (5)
C(1)-O(5)	1,435 (4)	C(10)-O(1)	1,193 (5)
C(2)-O(5)	1,415 (6)	C(10)-O(4)	1,333 (5)
C(3)-C(4)	1,530 (5)	C(11)-O(4)	1,456 (6)
C(3)-O(2)	1,344 (5)	C(12)-C(13)	1,395 (6)
C(3)-O(3)	1,205 (5)	C(12)-C(17)	1,398 (6)
C(4)-C(5)	1,552 (5)	C(13)-C(14)	1,396 (7)
C(4)-C(10)	1,521 (5)	C(14)-C(15)	1,372 (7)
C(5)-C(6)	1,523 (5)	C(15)-C(16)	1,381 (7)
C(6)-C(7)	1,350 (5)	C(16)-C(17)	1,395 (7)
C(6)-C(12)	1,475 (5)		
C(5)-C(1)-C(8)	97,4 (5)	C(6)-C(7)-C(18)	130,6 (9)
C(5)-C(1)-C(9)	117,1 (7)	C(8)-C(7)-C(18)	121,2 (8)
C(5)-C(1)-O(5)	111,8 (6)	C(1)-C(8)-C(7)	104,1 (6)
C(8)-C(1)-C(9)	115,8 (7)	C(1)-C(8)-O(2)	109,0 (6)
C(8)-C(1)-O(5)	103,5 (5)	C(7)-C(8)-O(2)	109,1 (6)
C(9)-C(1)-O(5)	110,0 (6)	C(4)-C(10)-O(1)	126,0 (8)
C(4)-C(3)-O(2)	120,1 (7)	C(4)-C(10)-O(4)	109,2 (6)
C(4)-C(3)-O(3)	121,5 (8)	O(1)-C(10)-O(4)	124,8 (9)
O(2)-C(3)-O(3)	118,3 (8)	C(6)-C(12)-C(13)	120,2 (8)
C(3)-C(4)-C(5)	114,0 (6)	C(6)-C(12)-C(17)	121,5 (8)
C(3)-C(4)-C(10)	109,9 (6)	C(13)-C(12)-C(17)	118,2 (8)
C(5)-C(4)-C(10)	110,1 (6)	C(12)-C(13)-C(14)	120,5 (9)
C(1)-C(5)-C(4)	107,1 (6)	C(13)-C(14)-C(15)	120,5 (10)
C(1)-C(5)-C(6)	102,0 (5)	C(14)-C(15)-C(16)	119,9 (11)
C(4)-C(5)-C(6)	108,2 (6)	C(15)-C(16)-C(17)	120,2 (11)
C(5)-C(6)-C(7)	108,7 (6)	C(12)-C(17)-C(16)	120,6 (9)
C(5)-C(6)-C(12)	122,2 (7)	C(3)-O(2)-C(8)	118,8 (7)
C(7)-C(6)-C(12)	129,0 (8)	C(10)-O(4)-C(11)	116,1 (7)
C(6)-C(7)-C(8)	108,2 (6)	C(1)-O(5)-C(2)	116,4 (7)

d'hydrogène placés par série-différence, position et agitation thermique isotrope affinées. $R = 0,05$ pour 2847 réflexions telles que $F_o > 3\sigma(F_o)$, $(\sin\theta)/\lambda \leq 0,63 \text{ \AA}^{-1}$, $|F_o| > 4$, $S = 20,15$, $\Delta\rho = 0,25 \text{ e \AA}^{-3}$, $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,3$. Facteurs de diffusion atomique de *International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Calculs de contacts intermoléculaires et d'angles de torsion à l'aide du programme *CANDIDE* (Bally & Surcouf, 1976). Projection de la molécule et projection stéréoscopique à l'aide du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Calculs effectués sur ordinateur NAS 90-80 du CIRCE.

Discussion. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1 et les principales distances interatomiques et les principaux angles dans le Tableau 2.* La Fig. 1 montre la molécule et la numérotation atomique utilisée.

Le squelette de la maille comporte trois cycles: un cycle pentagonal, un cycle hexagonal et un phényle. Les deux premiers cycles ont en commun les liaisons C(1)-C(5) et C(1)-C(8), ils sont gauches et pliés selon

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44929: 24 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.

602. Variations respectives d'intensité 0,7, 1,3, 0,8%. 3555 réflexions mesurées, 3214 réflexions indépendantes après moyenne. $R_{\text{int}} = 0,03$. Corrections de Lorentz et de polarisation; absorption ignorée. Normalisation des E à l'aide du sous-programme *NORTO* (Moron, Delettre & Lepicard, 1979). Structure résolue par méthode de multirésolution (*MULTAN77*; Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Affinement des F par moindres carrés et en matrice complète à l'aide du programme *AFFINE*: version modifiée de *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962) sur facteur d'échelle, position et agitation isotrope puis anisotrope des atomes de carbone et d'oxygène. Atomes

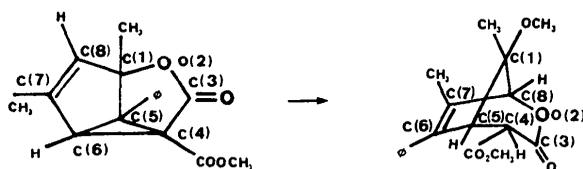


Fig. 2. Schéma de la réaction chimique.

l'axe C(5)–C(8). Pour le cycle hexagonal la liaison C(4)–H(4) est axiale, la liaison C(4)–C(10) est équatoriale. L'angle C(5)–C(1)–C(8) commun aux deux cycles vaut 97,4 (5)°. Cette valeur est beaucoup plus petite que celle attendue (108°). Elle pourrait être due à la répulsion des deux atomes C(9) et O(5). Dans le cycle pentagonal la longueur C(6)–C(7) de 1,350 (5) Å est celle d'une double liaison.

La Fig. 2 montre les transformations opérées lors des réactions chimiques. Il y a eu rupture des liaisons C(1)–O(2) et C(4)–C(6), et formation d'une liaison entre les atomes O(2) et C(8), ce qui entraîne le déplacement de la double liaison C(7)–C(8) en C(6)–C(7). Le phényle fixé sur l'atome C(5) se déplace sur l'atome C(6). L'atome d'hydrogène lié à C(6) se fixe soit sur C(4) ou sur C(5). Le méthanol, à chaud, donne un groupement méthoxy qui se lie à C(1) et un atome d'hydrogène qui se placera soit sur C(4) soit sur C(5). La cohésion du cristal est assurée par des liaisons de van der Waals. On peut cependant noter deux contacts directionnels intermoléculaires courts: H(4ⁱ)...O(3ⁱⁱ) 2,35 (6) Å, C(4ⁱ)–H(4ⁱ)...O(3ⁱⁱ) 154 (7), C(3ⁱⁱ)–O(3ⁱⁱ)...H(4ⁱ) 124 (6)°; H(17ⁱ)...O(1ⁱⁱⁱ) 2,47 (6) Å, C(17ⁱ)–H(17ⁱ)...O(1ⁱⁱⁱ) 94 (7), C(10ⁱⁱⁱ)–O(1ⁱⁱⁱ)...H(17ⁱ) 155 (6)° [code de symétrie: (i) x, y, z ; (ii)

$-x + 2, -y, -z + 1$; (iii) $-x + 1, -y, -z$]. Ces distances sont très inférieures à la somme des rayons de van der Waals (2,70 Å) des atomes d'oxygène et d'hydrogène et pourraient être attribuées à des liaisons hydrogène (Taylor & Kennard, 1982).

Les auteurs remercient Messieurs Valla et Giraud du Laboratoire de Chimie Appliquée aux Corps Organisés du Muséum National d'Histoire Naturelle de nous avoir confié l'étude radiocristallographique de ces trois produits et de nous avoir fourni les cristaux.

Références

- BACHET, B. & BRASSY, C. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 1445–1447, 1447–1449.
- BALLY, R. & SURCOUF, E. (1976). Communication interne au laboratoire.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Tome III. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- 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*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- MORNON, J. P., DELETTRE, J. & LEPICARD, G. (1979). Communication interne au laboratoire.
- TAYLOR, R. & KENNARD, O. (1982). *J. Am. Chem. Soc.* **104**, 5064–5070.
- VALLA, A., GIRAUD, M., BRASSY, C. & BACHET, B. (1983). IX *International Congress of Heterocyclic Chemistry*, août 21–26, Tokyo, Japon.

Acta Cryst. (1988). **C44**, 1449–1451

Structure of 2-Acetyl-3-aminobenzofuran

BY F. BACHECHI AND V. M. COIRO

Istituto di Strutturistica Chimica, CNR, Area della Ricerca di Roma, CP 10, 00016 Monterotondo St., Roma, Italy

M. DELFINI

Dipartimento di Chimica, Università di Roma 'La Sapienza', Roma, Italy

AND G. SETTIMI

Istituto Superiore di Sanità, Viale Regina Elena 295, Roma, Italy

(Received 10 December 1987; accepted 8 March 1988)

Abstract. 3-Amino-2-benzofuryl methyl ketone, $C_{10}H_9NO_2$, $M_r = 175.18$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 5.191$ (2), $b = 16.586$ (4), $c = 10.214$ (3) Å, $\beta = 104.00$ (3)°, $V = 853.3$ (5) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.364$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71073$ Å, $\mu = 0.9$ cm⁻¹, $F(000) = 368$, $T = 293$ K, $R = 0.056$ for 1391 obser-