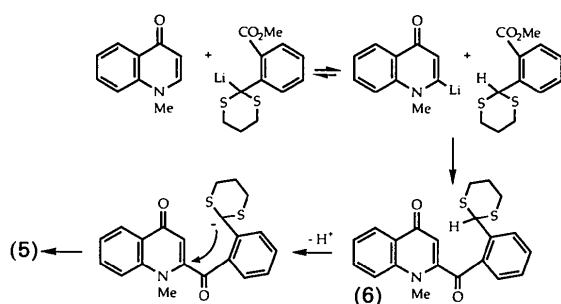


then finally intramolecular dithiane anion addition at the 2-C position.



We thank the SERC for funds for the purchase of the Rigaku AFC-5R diffractometer.

References

- BALDWIN, J. E. & DUPONT, W. A. (1980). *Tetrahedron Lett.* **21**, 1881–1882.
 BROWN, C. & SARGENT, M. V. (1969). *J. Chem. Soc. C*, pp. 1818–1820.

- CROMER, D. T. (1974). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
 GRIERA, R., RIGAT, L., ALVAREZ, M. & JOULE, J. A. (1992). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1*, pp. 1223–1227.
 IBERS, J. A. & HAMILTON, W. C. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 781–782.
 Molecular Structure Corporation (1985). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. MSC, 3200A Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.
 MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
 MPANGO, G. B., MAHALANABIS, K. K., MAHDAVI-DAMGHANI, Z. & SNECKUS, V. (1980). *Tetrahedron Lett.* **21**, 4823–4826.
 SALAS, M., ALVAREZ, M. & JOULE, J. A. (1991). *Heterocycles*, **32**, 1391–1430.
 SHELDRIK, G. M. (1985). *SHELXS86*. In *Crystallographic Computing 3*, edited by G. M. SHELDRIK, C. KRÜGER & R. GODDARD, pp. 175–189. Oxford Univ. Press.
 TAMARU, Y., HARADA, T., IWAMOTO, H. & YOSHIDA, Z. (1978). *J. Am. Chem. Soc.* **100**, 5221–5223.
 TAMARU, Y., HARADA, T. & YOSHIDA, Z. (1979). *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 1316–1318.
 WALKER, N. & STUART, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

Acta Cryst. (1992). **C48**, 2157–2160

Structure du 2-Nitro-2'-diacétamidobiphényle

PAR J. P. REBOUL ET H. RAHAL

Groupe d'Enseignement et de Recherche en Chimie Thérapeutique, Organique et Physique, Faculté de Pharmacie, 27 Boulevard Jean Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

G. PÈPE

Centre de Recherches sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline, Université d'Aix-Marseille III, Campus Luminy, Case 913, 13288 Marseille CEDEX 9, France

Y. ODDON

Laboratoire de Chimie Biorganique, Faculté des Sciences, 33 rue Louis Pasteur, 84000 Avignon, France

D. SIRI ET J. P. ASTIER

Centre de Recherches sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline, Université d'Aix-Marseille III, Campus Luminy, Case 913, 13288 Marseille CEDEX 9, France

ET J. C. SOYFER ET J. BARBE

Groupe d'Enseignement et de Recherche en Chimie Thérapeutique, Organique et Physique, Faculté de Pharmacie, 27 Boulevard Jean Moulin, 13385 Marseille CEDEX 5, France

(Reçu le 24 mai 1991, accepté le 9 mars 1992)

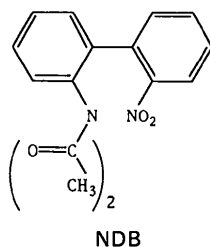
Abstract. 2-Diacetyl-amino-2'-nitrobiphenyl, C₁₆H₁₄N₂O₄, *M_r* = 298.3, monoclinic, *P*2₁/*a*, *a* = 8.442 (3), *b* = 23.706 (7), *c* = 8.090 (2) Å, β = 115.05 (4)°, *V* = 1466.7 (7) Å³, *Z* = 4, *D_m* = 1.34 (2), *D_x* =

1.351 g cm⁻³, λ(Cu Kα) = 1.5418 Å, μ = 8.32 cm⁻¹, *F*(000) = 624, *T* = 293 K, *R* = 0.047 for 1102 independent reflections. The torsion angle between the benzene rings is 67.1 (6)°. Conformational

parameters are calculated and compared to those of some other 2,2'-substituted biphenyl molecules.

Introduction. La modélisation moléculaire de substances anti-H₁ (Brouant & Barbe, 1992) a permis de préciser l'angle d'élévation et la distance optimum entre les pharmacophores de cette série. On a donc cherché à préciser l'orientation relative des cycles du biphenyle substitué en position 2 et 2' pour pouvoir ultérieurement utiliser ce squelette comme support pour la synthèse de molécules de flexibilité conformationnelle réduite.

La structure du 2-acétamido-2'-diacétamidobiphenyle ou ADB a récemment été résolue (Reboul, Pépe, Siri, Oddon, Rahal, Soyfer & Barbe, 1992). On rapporte ici les résultats structuraux obtenus avec le 2-nitro-2'-diacétamidobiphenyle ou NDB.



Partie expérimentale. Cristaux blancs de NDB sous forme parallélépipédique, obtenus par évaporation lente à la température de 273 K d'une solution d'éthanol saturée en NDB. Le NDB a été synthétisé au laboratoire (Rahal, 1991). La masse volumique a été mesurée par flottaison du cristal dans un mélange eau/DMSO. Cristal isométrique de 0,3 mm de diamètre. Paramètres cristallins affinés sur diffractomètre automatique à quatre cercles CAD-4 Enraf-Nonius à l'aide de 25 réflexions indépendantes à température ambiante avec $0 < \theta < 45^\circ$ en balayage $\theta/2\theta$ avec une vitesse de $10^\circ \text{ min}^{-1}$ et une amplitude $\Delta\theta = (3,5 + 1,40\text{tg}\theta)^\circ$. Trois réflexions de référence 381, 38 $\bar{2}$ et 006; pas de déviation significative à l'enregistrement. Pas de correction d'absorption. 9482 réflexions mesurées avec $-7 \leq h \leq 7$, $-21 \leq k \leq 21$, $-7 \leq l \leq 7$; $(\sin\theta/\lambda)_{\text{max}} = 0,459 \text{ \AA}^{-1}$; 1102 réflexions indépendantes avec $I > 3\sigma(I)$. Corrections de Lorentz et de polarisation. Structure déterminée par les méthodes directes (MULTAN80; Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980); paramètres affinés par la méthode des moindres carrés de SHELX76 (Sheldrick, 1976); facteurs de diffusion de Cromer & Mann (1968) pour C et valeurs données par Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour H; atomes affectés de facteurs d'agitation thermique anisotropes C; H (calculés théoriquement) isotropes. Fonction $\sum ||F_o| - |F_c||^2$ minimisée; 199 paramètres affinés; $R = 0,047$;

pondération unitaire; $S = 0,948$; hauteurs des pics résiduels sur la Fourier différence $\Delta\rho = \pm 0,20 \text{ e \AA}^{-3}$; $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,25$.*

Discussion. Les coordonnées sont données dans le Tableau 1, les distances, angles interatomiques et quelques angles de torsion dans le Tableau 2. La Fig. 1 est une vue de la molécule avec la numérotation atomique adoptée. La Fig. 2 est une projection moléculaire vue selon la liaison C(1')—C(1).

La valeur du déplacement maximum des atomes à leur plan moyen ($0,013 \text{ \AA}$) traduit la planéité de chacun des deux cycles aromatiques (A) et (B).

Les atomes N(7) et N(7') sont respectivement à $0,110$ (6) et $0,057$ (4) \AA des plans moyens des cycles benzéniques sur lesquels ils sont greffés. La somme des angles de valence autour des atomes N(7) et N(7') étant très voisine de 360° traduit l'état d'hybridation sp^2 de ces deux atomes.

D'une manière générale, et afin de normaliser les positions relatives (*twisting*) de deux plans (X) et (Y), nous avons défini un angle de torsion $\tau(X, Y)$ à partir de deux paires de pseudo-atomes, chaque paire étant spécifique du plan moyen donné (X) ou (Y). Ainsi la paire de pseudo-atomes spécifique de (X) est d'une part, le centroïde O₁ des atomes définissant (X) et, d'autre part, l'extrémité N₁ d'un vecteur de module 1 \AA , perpendiculaire à X et passant par O₁. Le plan moyen (Y) est à son tour caractérisé d'une manière analogue par une paire de pseudo-atomes O₂ et N₂. L'angle $\tau(X, Y)$ est défini comme étant l'angle de torsion entre les pseudo-atomes N₁, O₁, O₂, N₂.

Pour quantifier les déformations causées par les phénomènes d'encombrement stérique nous avons envisagé les cinq plans moyens (A), (B), (C), (D), (E) définis à partir des atomes suivants: plan (A) C(1 → 6); plan (B) C(1' → 6'); plan (C) N(7), O(8), O(9); plan (D) N(7'), C(8'), C(9'), O(10'); plan (E) N(7'), C(8''), C(9''), O(10'').

On a ainsi pu constater que l'encombrement stérique dû aux substituants en position 2 et 2' entraînent des perturbations moléculaires notables:

(i) Rotation des cycles benzéniques (A et B) autour de la liaison C(1)—C(1') [$\tau(A, B) = 67,1$ (5) $^\circ$].

(ii) Rotation du cycle benzénique (A) et du groupe nitro (C) autour de la liaison C(2)—N(7) [$\tau(A, C) = -140,1$ (6) ou $39,8$ (6) $^\circ$ (position symétrique par rapport au plan A)]. Il est à noter que l'angle de torsion homologue dans le *p*-nitrobiphenyle ou

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des paramètres des atomes d'hydrogène, des distances, angles et quelques angles de torsion faisant intervenir des atomes d'hydrogène, et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre as (Supplementary Publication No. SUP 55289: 13 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées et facteurs d'agitation thermique équivalents (\AA^2) des atomes correspondant au squelette moléculaire, avec leurs écarts-types*

$$B_{eq} = (8\pi^2/3)\sum_i U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq}
C(1)	0,3849 (7)	0,4089 (2)	0,8489 (6)	2,3 (3)
C(2)	0,2791 (6)	0,4564 (2)	0,7973 (7)	2,5 (3)
C(3)	0,3233 (9)	0,5055 (3)	0,7346 (8)	3,6 (3)
C(4)	0,4817 (9)	0,5082 (3)	0,7249 (8)	4,2 (3)
C(5)	0,5936 (9)	0,4623 (3)	0,7790 (9)	4,4 (3)
C(6)	0,5418 (8)	0,4139 (3)	0,8362 (9)	3,5 (4)
N(7)	0,1130 (6)	0,4566 (2)	0,8182 (8)	3,4 (2)
O(8)	0,1076 (5)	0,4348 (2)	0,9505 (6)	4,3 (2)
O(9)	-0,0121 (6)	0,4801 (2)	0,6967 (7)	6,4 (3)
C(1')	0,3371 (6)	0,3542 (2)	0,9082 (7)	2,1 (3)
C(2')	0,2063 (6)	0,3193 (2)	0,7908 (7)	2,1 (3)
C(3')	0,1737 (8)	0,2677 (3)	0,8493 (9)	3,0 (3)
C(4')	0,2698 (8)	0,2508 (3)	1,0275 (10)	3,5 (3)
C(5')	0,4003 (8)	0,2838 (3)	1,1456 (9)	3,4 (3)
C(6')	0,4345 (8)	0,3351 (3)	1,0862 (9)	3,1 (4)
N(7')	0,1090 (5)	0,3369 (2)	0,6013 (5)	2,3 (2)
C(8')	0,2068 (8)	0,3379 (2)	0,4957 (7)	2,9 (3)
C(9')	0,1442 (12)	0,3736 (4)	0,3270 (13)	5,3 (4)
O(10')	0,3414 (5)	0,3121 (2)	0,5482 (5)	4,5 (2)
C(8'')	-0,0726 (7)	0,3455 (2)	0,5262 (9)	3,2 (3)
C(9'')	-0,1633 (9)	0,3427 (4)	0,6491 (11)	4,5 (4)
O(10'')	-0,1537 (5)	0,3541 (2)	0,3646 (6)	5,5 (3)

Tableau 2. *Distances (\AA) et angles interatomiques ($^\circ$) et quelques angles de torsion ($^\circ$) avec leurs écarts-type*

C(1)—C(2)	1,387 (6)	C(1')—C(1)—C(2)	125,0 (4)
C(1)—C(6)	1,376 (7)	C(2)—C(1)—C(6)	115,2 (4)
C(1)—C(1')	1,496 (6)	C(1)—C(1')—C(2')	122,9 (4)
C(1')—C(2)	1,385 (6)	C(1)—C(1')—C(6')	119,4 (4)
C(1')—C(6')	1,397 (7)	C(1)—C(2)—C(3)	123,7 (4)
C(2)—C(3)	1,383 (7)	C(1)—C(2)—N(7)	119,2 (4)
C(2)—N(7)	1,482 (6)	C(1')—C(2')—C(3')	120,7 (4)
C(2)—C(3')	1,381 (7)	C(1')—C(2')—N(7')	118,7 (4)
C(2')—N(7')	1,460 (6)	C(2)—C(3)—C(4)	118,7 (5)
C(3)—C(4)	1,374 (8)	C(2')—C(3')—C(4')	120,0 (5)
C(3')—C(4')	1,381 (8)	C(3)—C(4)—C(5)	119,7 (6)
C(4)—C(5)	1,385 (8)	C(3')—C(4')—C(5')	120,7 (6)
C(4')—C(5')	1,359 (8)	C(9')—C(8')—N(7')	118,7 (4)
C(8')—N(7')	1,404 (6)	N(7')—C(8')—O(10')	120,5 (4)
C(8')—C(9')	1,491 (9)	C(9')—C(8')—N(7')	119,2 (5)
C(8'')—O(10'')	1,209 (6)	N(7')—C(8')—O(10)	119,0 (4)
C(8'')—N(7')	1,418 (6)	C(2')—N(7')—C(8'')	121,4 (4)
C(8'')—C(9')	1,499 (9)	C(2')—N(7')—C(8')	115,2 (4)
C(8')—O(10)	1,199 (6)	C(2)—N(7)—O(8)	119,5 (4)
N(7)—O(8)	1,207 (6)	C(2)—N(7)—O(9)	116,4 (4)
N(7)—O(9)	1,230 (6)		
C(1)—C(1')—C(2')—C(3')	176,3 (4)	C(2)—C(1)—C(1')—C(6')	-116,2 (4)
C(1)—C(1')—C(2')—N(7')	-0,8 (2)	C(2)—C(3)—C(4)—C(5)	-0,5 (3)
C(1)—C(2)—C(3)—C(4)	-1,0 (3)	C(2')—C(3')—C(4')—C(5')	-1,9 (3)
C(1)—C(2)—N(7)—O(8)	38,6 (3)	C(2')—N(7')—C(8'')—C(9'')	6,8 (3)
C(1)—C(2)—N(7)—O(9)	-142,1 (4)	C(2')—N(7')—C(8'')—O(10'')	-172,0 (4)
C(1')—C(2')—C(1)—C(3)	-176,7 (3)	C(2')—N(7')—C(8')—C(9')	-158,3 (2)
C(1')—C(2')—C(3')—C(4')	1,2 (3)	C(2')—N(7')—C(8')—O(10)	18,4 (2)
C(1')—C(2')—N(7')—C(8'')	-119,4 (4)	C(3)—C(2)—C(1)—C(6)	0,9 (3)
C(1')—C(2')—N(7')—C(8')	67,8 (3)	C(6)—C(1)—C(2)—N(7)	-175,8 (5)
C(2')—C(1')—C(1)—C(2)	68,0 (3)		

NOB (Casalone, Gavezzotti & Simonetta, 1973) est de $-1,4 (2)^\circ$, molécule dans laquelle le groupement nitro n'est pas gêné par une contrainte stérique et qui se conjugue parfaitement avec le cycle benzénique sur lequel il est fixé.

(iii) Rotation du cycle benzénique (B) et du groupement *N*-biacétylé autour de la liaison C(2')—N(7') [$\tau(B,D) = 81,1 (6)^\circ$ et $\tau(B,E) = -113,7 (6)^\circ$]. Il est à noter que les groupements acétamides (D) et (E) se trouvent quasiment en position *trans* coplanaire [$\tau(D,E) = -153,4 (7)^\circ$], et approximativement perpendiculaires au cycle benzénique (B) (Fig. 1 et 2).

(iv) Une atténuation de conjugaison entre les cycles benzéniques (A et B), le cycle benzénique (A) et le groupement nitro (C), et le cycle benzénique (B) et le groupement diacétylé est mise entre autre en évidence par des perturbations au niveau des distances C(1)—C(1'), C(2)—N(7) et C(2')—N(7'): la distance C(1)—C(1') = 1,496 (6) \AA dépasse de 0,020 \AA (soit $3,33\sigma$) la valeur théorique estimée correspondante, 1,477 \AA (Dewar & Schmeising, 1959; Cruickshank & Sparks, 1960); la distance C(2)—N(7) = 1,482 (6) \AA dépasse de 0,017 \AA (soit $2,83\sigma$) la distance homologue trouvée dans la molécule de NOB qui est de 1,465 (4) \AA ; la distance C(2')—N(7') = 1,460 (6) \AA dépasse de 0,043 \AA (soit $7,17\sigma$) la distance homologue trouvée C_{phényle}—N = 1,417 (2) \AA de l'acétanilide (Waserman, Ryan & Layne, 1985).

Ces contraintes stériques imposées par les substituants en 2,2' vont dans le sens d'une fermeture des angles C(6)—C(1)—C(2) = 115,1 (4) $^\circ$ et C(6')—C(1')—C(2') = 117,6 (4) $^\circ$ ainsi que d'une ouverture des angles C(2)—C(1)—C(1') = 125,0 (4) $^\circ$ et C(2')—C(1')—C(1) = 122,9 (4) $^\circ$ rendant ainsi non linéaire la séquence C(4)—C(1)—C(1')—C(4') comme en témoigne la Fig. 2. Des constats analogues sont

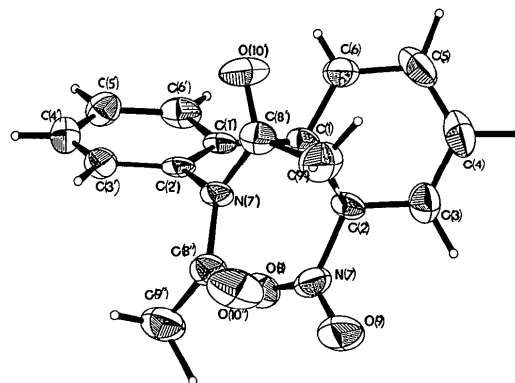


Fig. 1. Géométrie moléculaire du 2-acétamido-2'-diacétamidobiphényle obtenue à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965). Les ellipsoïdes de vibration des atomes non hydrogène ont une probabilité de 50%. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des sphères de rayon arbitraire.

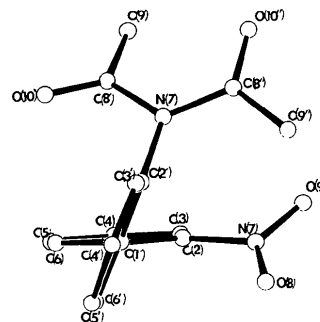
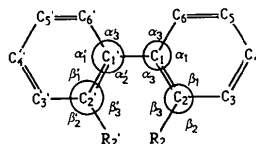


Fig. 2. Molécule de 2-nitro-2'-diacétamidobiphényle vue selon la liaison centrale C(1')—C(1).

Tableau 3. Comparaison de quelques paramètres moléculaires (Å, °) de dérivés 2,2' biphenylés



τ_1 = angle de torsion (*twisting*) des deux cycles benzéniques calculé à partir de leur plan moyen.

τ_2 = angle de torsion calculé à partir des quatre atomes C(2')—C(1')—C(1)—C(2).

Composés	Réf.	τ_1	τ_2	C(1')—C(1)	α_1	α_2	α_3	β_1	β_2	β_3	α'_1	α'_2	α'_3	β'_1	β'_2	β'_3		
R ₂ = R ₂ ' = H	(a)	0,0 (2)	1,0 (2)	1,493 (3)	117,3 (2)	121,6 (2)	121,1 (2)	121,5 (2)	118,5 (2)	119,9 (2)	117,3 (2)	121,6 (2)	121,1 (2)	121,5 (2)	118,5 (2)	119,9 (2)		
R ₂ = R ₂ ' = Cl	(b)	66,7 (3)	69,3 (2)	1,489 (5)	116,2 (2)	123,0 (2)	120,8 (2)	122,4 (2)	117,6 (2)	120,0 (2)	116,2 (2)	123,0 (2)	120,8 (2)	122,4 (2)	117,6 (2)	120,0 (2)		
R ₂ = R ₂ ' = NH ₂	(c)	59,1 (1)	59,8 (1)	1,490 (1)	118,5 (5)	122,1 (4)	119,3 (4)	119,3 (5)	120,5 (5)	120,2 (6)	118,5 (5)	122,1 (4)	119,3 (4)	119,3 (5)	120,5 (5)	120,2 (6)		
R ₂ = R ₂ ' = COCl	(d)	83,2 (4)	86,6 (2)	1,496 (4)	117,6 (3)	124,3 (3)	188,0 (3)	120,4 (3)	120,6 (3)	118,9 (3)	117,6 (3)	124,3 (3)	118,0 (3)	120,4 (3)	120,6 (3)	118,9 (3)		
R ₂ = R ₂ ' = COOH (I)	(e)	110,1 (2)	119,3 (2)	1,498 (3)	124,6 (2)	123,6 (2)	116,9 (2)	119,9 (2)	116,5 (2)	123,6 (2)	118,3 (2)	124,7 (2)	116,6 (2)	118,9 (2)	117,9 (2)	123,1 (2)		
R ₂ = R ₂ ' = COOH (II)	(e)	97,1 (2)	106,3 (2)	1,500 (3)	125,0 (2)	124,9 (2)	116,6 (2)	119,0 (2)	116,1 (2)	124,9 (2)	118,3 (2)	124,7 (2)	116,6 (2)	118,5 (2)	117,5 (2)	124,0 (2)		
R ₂ = HNAc; R ₂ ' = NO ₂	(f)	67,1 (6)	68,1 (3)	1,496 (6)	115,1 (4)	125,0 (4)	119,9 (4)	123,7 (4)	117,1 (4)	119,2 (4)	117,6 (4)	122,9 (4)	119,4 (4)	120,7 (4)	120,5 (4)	118,7 (4)		
R ₂ = HNAc; R ₂ ' = N(Ac) ₂	(g)	72,2 (6)	75,3 (4)	1,492 (7)	118,5 (5)	122,0 (5)	119,3 (5)	118,7 (5)	122,5 (5)	118,7 (5)	117,0 (5)	123,1 (4)	119,9 (5)	118,5 (5)	120,6 (4)	119,6 (4)		
Acétanilide	(h)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	119,6 (1)	123,7 (1)	116,7 (1)

Références: (a) Charbonneau & Delugeard (1976); (b) Romming, Seip & Aanesen Oymo (1974); (c) Ottersen (1977); (d) Leser & Rabinovich (1978); (e) Fronczek, Davis, Gehrig & Gandour (1987); (f) présent travail; (g) Reboul, Pepe, Siri, Oddon, Rahal, Soyfer & Barbe (1991); (h) Waserman, Ryan & Layne (1985).

observés pour tous les biphenyles 2,2'-disubstitués (Tableau 3).

La comparaison du NDB à celle du ADB fait ressortir de grandes analogies structurales. En effet pour le NDB $\tau(A,B) = 67,1$ (5); $\tau(A,C) = 39,8$ (4); $\tau(B,D) = 81,1$ (6); $\tau(B,E) = 65,9$ (5); $\tau(D,E) = 26,1$ (4)° et pour le ADB $\tau(A,B) = -72,2$ (6); $\tau(A,C) = -29,7$ (6); $\tau(B,D) = -88,3$ (6); $\tau(B,E) = 119,2$ (7); $\tau(D,E) = 165,2$ (7)°.

La conformation *syn* [$\tau(A,B) < 90^\circ$] préférentielle des dérivés biphenylés 2,2'-disubstitués décrite par plusieurs auteurs (Romming, Seip & Aanesen Oymo, 1974; Ottersen, 1977,) est également observée pour le NDB où des contacts intramoléculeaires relativement courts sont observés particulièrement au niveau de l'atome O(8). Sachant que les contacts de van der Waals sont O...C = 3,20, O...H = 2,60, C...H = 3,00 Å, on dénote des contacts relativement courts entre O(8)...C(1') = 2,843 (7), O(8)...C(2') = 3,282 (7), O(8)...C(9') = 2,550 et O(7)...C(1) = 2,857 (7) Å qui semblent être la cause de cette conformation *syn*.

Des contacts intermoléculeaires sont également observés au niveau de tous les atomes d'oxygène du NDB et sont responsables de la cohésion cristalline. En ayant à l'esprit que les positions équivalentes sont désignées comme suit (i) $x - 1$, y , $z - 1$, (ii) $x - 1$, y , z , (iii) $\frac{1}{2} + x$, $\frac{1}{2} - y$, z , (iv) x , y , $1 + z$, (v) $-x$, $1 - y$, $1 - z$; on dénombre les contacts suivants: O(8)...C(9^{iv}) = 3,268 (7); O(8)...H(9^{3iv}) = 2,80 (8); O(9)...C(3^v) = 3,381 (7); O(9)...H(5ⁱⁱⁱ) = 2,69 (8); O(10')...C(3ⁱⁱⁱ) = 3,405 (7); O(10')...H(3ⁱⁱⁱ) = 2,51 (8); O(10'')...C(6ⁱ) = 3,276 (7); O(10'')...H(6ⁱⁱ) = 2,56 (8); O(10'')...H(3^v) = 2,62 (8); C(3')...H(9²ⁱⁱⁱ) = 2,91 (8); C(6')...H(4ⁱⁱⁱ) = 2,95 (8); C(6')...H(9^{3v}) = 3,05 (8) Å.

Une analyse conformationnelle théorique menée à l'aide du programme GENMOL (Pépe & Siri; 1990) pour le NDB, conduit à deux minima énergétiques

correspondant aux deux conformations possibles *syn* et *anti*, avec une préférence pour le conformère *syn* de plus basse énergie et pour laquelle on observe des interactions coulombiennes importantes entre les substituants en 2 et 2'.

Références

- BROUANT, P. & BARBE, J. (1992). *Thiazine and Related Compounds*, édité par G. M. ECKERT, I. S. FORREST, R. R. GUPTA, F. GUTMANN, H. KEYZER & J. MOLNAR, pp. 113–122. Melbourne: Krieger.
- CASALONE, G., GAVEZZOTTI, A. & SIMONETTA, M. (1973). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 342–345.
- CHARBONNEAU, G.-P. & DELUGEARD, Y. (1976). *Acta Cryst. B32*, 1420–1423.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst. A24*, 321–324.
- CRUICKSHANK, D. W. & SPARKS, R. A. (1960). *Proc. R. Soc. London Ser. A*, **258**, 270–275.
- DEWAR, M. J. S. & SCHMEISING, H. N. (1959). *Tetrahedron*, **5**, 166–170.
- FRONCZEK, F. R., DAVIS, S. T., GEHRIG, L. M. B. & GANDOUR, R. D. (1987). *Acta Cryst. C43*, 1615–1618.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- LESER, J. & RABINOVICH, D. (1978). *Acta Cryst. B34*, 2260–2263.
- 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*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- OTTENSEN, T. (1977). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **31**, 480–484.
- PÉPE, G. & SIRI, D. (1990). *Studies in Physical and Theoretical Chemistry*, Tome 71, pp. 93–101.
- RAHAL, H. (1991). Thèse. Univ. Aix-Marseille II, France.
- REBOUL, J. P., PÉPE, G., SIRI, D., ODDON, Y., RAHAL, H., SOYFER, J. C. & BARBE, J. (1992). *Acta Cryst. C48*, 111–115.
- ROMMING, C., SEIP, H. M. & AANESSEN OYMO, I.-M. (1974). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **28**, 507–514.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme pour la détermination des structures cristallines. Univ. de Cambridge, Angleterre.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- WASERMAN, H. J., RYAN, R. R. & LAYNE, S. P. (1985). *Acta Cryst. C41*, 783–785.