

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic thermal parameters ( $\text{\AA}^2$ )
$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j B_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
C1	0.4199 (6)	-0.006 (2)	0.1352	4.8 (4)
C2	0.4275 (6)	0.149 (2)	0.114 (3)	4.4 (3)
C3	0.3954 (6)	0.282 (2)	0.173 (2)	4.5 (4)
C4	0.3829 (6)	0.302 (2)	0.305 (2)	4.0 (3)
C5	0.3474 (5)	0.435 (2)	0.356 (2)	3.9 (3)
O6	0.3076 (3)	0.349 (1)	0.428 (2)	4.3 (2)
C7	0.2774 (5)	0.269 (2)	0.344 (2)	3.5 (3)
N8	0.2444 (4)	0.182 (1)	0.420 (2)	3.5 (2)
C9	0.2085 (5)	0.088 (2)	0.359 (2)	3.4 (3)
C10	0.1787 (5)	0.149 (2)	0.258 (2)	4.0 (3)
C11	0.1431 (6)	0.051 (2)	0.196 (2)	5.2 (4)
C12	0.1380 (6)	-0.108 (2)	0.233 (2)	4.8 (4)
C13	0.1695 (5)	-0.178 (2)	0.336 (2)	3.3 (3)
C14	0.1651 (6)	-0.345 (2)	0.376 (2)	4.9 (4)
C15	0.1947 (6)	-0.409 (2)	0.470 (3)	5.9 (4)
C16	0.2303 (6)	-0.316 (2)	0.534 (3)	5.8 (5)
C17	0.2366 (5)	-0.155 (2)	0.501 (2)	4.0 (4)
C18	0.2057 (5)	-0.082 (2)	0.399 (2)	3.8 (3)
O19	0.2783 (3)	0.280 (1)	0.212 (2)	4.1 (5)
C20	0.3678 (6)	0.546 (2)	0.470 (2)	4.9 (8)
C21	0.4532 (9)	-0.127 (3)	0.079 (3)	8 (1)
C22	0.496 (1)	-0.067 (5)	0.016 (4)	13 (3)
C23	0.501 (1)	0.091 (6)	-0.028 (5)	15 (3)
C24	0.4688 (7)	0.223 (3)	0.030 (3)	7 (1)
C25	0.4520 (7)	0.335 (3)	-0.086 (3)	9 (1)
C26	0.5010 (8)	0.331 (3)	0.130 (4)	10 (2)
C27	0.3779 (6)	-0.076 (2)	0.205 (3)	6 (1)

Table 2. Selected geometric parameters ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )

C1—C2	1.30 (2)	C5—C20	1.51 (2)
C1—C21	1.45 (3)	O6—C7	1.33 (2)
C1—C27	1.46 (2)	C7—N8	1.37 (2)
C2—C3	1.51 (2)	C7—O19	1.24 (2)
C2—C24	1.52 (2)	N8—C9	1.39 (2)
C3—C4	1.30 (2)	C21—C22	1.43 (4)
C4—C5	1.55 (2)	C22—C23	1.36 (4)
C5—O6	1.48 (2)	C23—C24	1.50 (4)
C2—C1—C21	120 (2)	C5—O6—C7	116 (1)
C2—C1—C27	125 (2)	O6—C7—N8	112 (1)
C21—C1—C27	114 (2)	O6—C7—O19	123 (1)
C1—C2—C3	123 (2)	N8—C7—O19	125 (1)
C1—C2—C24	126 (2)	C7—N8—C9	124 (1)
C3—C2—C24	111 (2)	N8—C9—C10	122 (1)
C2—C3—C4	127 (2)	N8—C9—C18	118 (1)
C3—C4—C5	124 (1)	C10—C9—C18	120 (1)
C4—C5—O6	107 (1)	C1—C21—C22	117 (3)
C4—C5—C20	113 (1)	C21—C22—C23	122 (3)
O6—C5—C20	104 (1)	C22—C23—C24	121 (3)

Anisotropic vibration parameters were refined for the atoms O19 and C20–C27; all other non-H atoms were refined isotropically. Weights were applied according to the default scheme in *TEXSAN* (Molecular Structure Corporation, 1985). Program used to solve structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Program used to refine structure: *TEXSAN*.

We thank the SERC, UK, for the award of a Research Studentship to DJU.

Lists of structure factors, anisotropic thermal parameters, H-atom coordinates, complete geometry and least-squares-planes data have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 71318 (14 pp.). Copies may be obtained through The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England. [CIF reference: HA1043]

## References

- Cromer, D. T. & Waber, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Table 2.2A, pp. 72–98. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- Gorman, A. A. (1990). Plenary lecture to the XIIIth IUPAC Conference on Photochemistry, Warwick, England.
- Gorman, A. A., Beddoes, R. L., Hamblett, I., McNeeney, S. P., Prescott, A. L. & Unett, D. J. (1991). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 963–964.
- Gorman, A. A., Hamblett, I., Irvine, M., Raby, P., Standen, M. C. & Yeates, S. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 4404–4411.
- Molecular Structure Corporation (1985). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. MSC, 3200 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.
- Mousseron-Canet, M., Mousseron, M. & Lengendre, P. (1964). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 50–53.
- Ramamurthy, V. & Liu, R. S. H. (1976). *J. Am. Chem. Soc.* **98**, 2935–2942.
- Saltiel, J., Marchand, G. R., Kirkor-Kiminska, E., Smothers, W. K., Mueller, W. B. & Charlton, J. L. (1984). *J. Am. Chem. Soc.* **106**, 3144–3150.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Crystallographic Computing 3*, edited by G. M. Sheldrick, C. Krüger & R. Goddard, pp. 175–189. Oxford Univ. Press.
- Walker, N. & Stuart, D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 158–166.

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 2009–2012

## Structure du 2,5-Diphényl-3-furyl 2,5-Diphényl-3-thiényl Sulfoxyde

DARIA GINDEROW ET JEAN-PAUL MORNON

Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie,  
URA 09 CNRS, Université Pierre et Marie Curie,  
T16, 4 place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05,  
France

IRENE ERDELMEIER, PATRICK DANSETTE  
ET DANIEL MANSUY

Laboratoire de Chimie et Biochimie Pharmacologiques  
et Toxicologiques, URA 400 CNRS, Université  
René Descartes, 45 rue des Saints-Pères,  
75270 Paris CEDEX 06, France

(Reçu le 7 décembre 1992, accepté le 28 mai 1993)

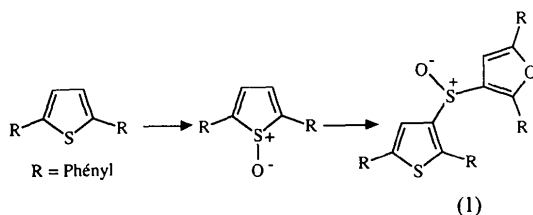
## Abstract

2,5-Diphenyl-3-furyl 2,5-diphenyl-3-thienyl sulfoxide consists of a sulfoxide linked to a thienyl and a furyl group, which are each linked to two phenyl groups.

Metabolism and toxic effects of thiophene derivatives are of great pharmacological interest. The thiophene-sulfoxides are a new class of reactive metabolites recently described by Mansuy, Valadon, Erdelmeier, Lopez-Garcia, Amar, Girault & Dansette [*J. Am. Chem. Soc.* (1991), **113**, 7825–7826]. The structure of an oxidative rearrangement product of 2,5-diphenylthiophene 1-oxide is described here.

### Commentaire

Les seuls thiophène-sulfoxydes stables décrits sont les 2,5-di-*tert*-butyl- et les dioctyl-thiophène-sulfoxydes (Mock, 1970) ainsi qu'un dérivé organométallique du rhodium (Skaugset, Rauchfuss & Stern, 1990; Skaugset, Rauchfuss & Wilson, 1992). Afin de mieux comprendre les propriétés chimiques et toxicologiques de cette classe de composé, nous avons synthétisé le 2,5-diphénylthiophène 1-oxydé par oxydation directe du 2,5-diphénylthiophène (article en préparation). Au cours de la recristallisation de ce sulfoxyde, différents types de cristaux ont été obtenus dont des aiguilles bien cristallisées qui ne correspondent pas au composé attendu mais à un produit de réarrangement oxydé de structure (1). Le mécanisme de cette transformation est en cours d'étude.



La molécule se compose d'un groupement sulfoxyde relié à des groupements thiényl et furyl auxquels sont liés respectivement deux groupements phényl (Fig. 1). Tous ces cycles sont plans avec deux valeurs extrêmes de  $-0,017(8)$  Å pour C(16b) et  $0,016(8)$  Å pour C(17b). Les groupements phényl font des angles de  $12,7(2)$  et  $59,8(2)^\circ$  par rapport au plan moyen du cycle thiényl, tandis qu'ils font des angles de  $12,2(2)$  et  $2,2(2)^\circ$  par rapport au cycle furyl. L'angle dièdre entre les plans moyens passant par les cycles thiényl-S(2) et furyl-S(2) est de  $87,1(1)^\circ$ . L'atome O(2) est distant du plan thiényl-S(2) de  $1,299(4)$  Å, alors qu'il est à une distance de  $0,315(5)$  Å du plan furyl-S(2) (Fig. 2). Les distances et les angles interatomiques avec leurs écarts-type sont donnés dans le Tableau 2. En ce qui concerne le groupement sulfoxyde, l'atome S(2) occupe le 'centre' d'un tétraèdre irrégulier dont la base est constitué par C(3a), O(2) et C(3b) tandis que le quatrième sommet est occupé par le doublet libre. Il n'y a pas d'angles ou de distances intramoléculaires inhabituels. La cohésion cristalline est assurée par des contacts de van der Waals.

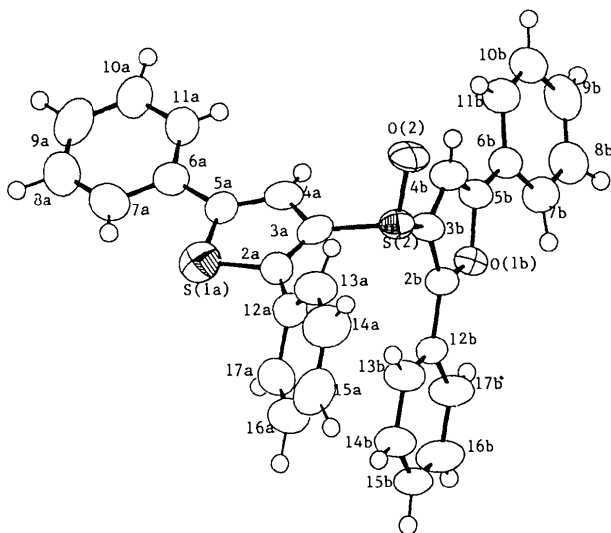


Fig. 1. Désignation des atomes. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

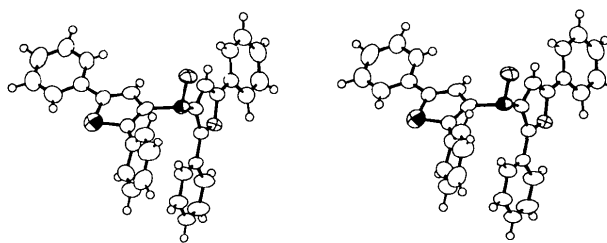


Fig. 2. Représentation stéréoscopique de la molécule de  $C_{32}H_{22}O_2S_2$ .

### Partie expérimentale

#### Données cristallines

$C_{32}H_{22}O_2S_2$

$M_r = 502,65$

Monoclinique

$P2_1/n$

$a = 19,214(8)$  Å

$b = 12,727(5)$  Å

$c = 10,451(4)$  Å

$\beta = 98,65(4)^\circ$

$V = 2526,58$  Å<sup>3</sup>

$Z = 4$

$D_x = 1,321$  Mg m<sup>-3</sup>

Cu K $\alpha$  radiation

$\lambda = 1,5418$  Å

#### Collection des données

Diffractomètre Philips

PW1100

#### Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

$\theta = 15-25^\circ$

$\mu = 2,08$  mm<sup>-1</sup>

$T = 293$  K

Prismatique

$0,50 \times 0,30 \times 0,20$  mm

Jaune

Source du cristal: cristallisé dans un mélange hexane-trichlorométhane

$R_{int} = 0,043$

$\theta_{max} = 65,25^\circ$

Balayage *flying steps* scan  
(logiciel Philips)  
Pas de correction  
d'absorption  
4710 réflexions mesurées  
4228 réflexions  
indépendantes  
2219 réflexions observées  
[ $F > 6,33$  (échelle absolue)  
 $0,06 < \sin\theta/\lambda < 0,54 \text{ \AA}^{-1}$ ]

**Affinement**

Affinement basé sur les  $F$   
 $R = 0,064$   
 $wR = 0,064$   
 $S = 4,243$   
2219 réflexions  
413 paramètres  
Tous les paramètres des  
atomes d'hydrogène af-  
finés  
 $w = 1$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,072$

$h = -20 \rightarrow 20$   
 $k = 0 \rightarrow 13$   
 $l = 0 \rightarrow 11$   
3 réflexions de référence  
fréquence: 60 min  
variation d'intensité: 1%

$\Delta\rho_{\max} = 0,198 \text{ e \AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0,180 \text{ e \AA}^{-3}$   
Correction d'extinction: au-  
cune

Facteurs de diffusion de  
*International Tables for*  
*X-ray Crystallography*  
(1974, Tome IV) (S, C,  
O) et Stewart, Davidson  
& Simpson (1965) (H)

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes ( $\text{\AA}^2$ ) avec leurs écarts-type*

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
S(1a)	0,8553 (1)	0,1982 (2)	0,1467 (2)	6,6 (1)
C(2a)	0,8263 (3)	0,3249 (5)	0,1301 (5)	4,3 (3)
C(3a)	0,8812 (3)	0,3934 (5)	0,1277 (5)	4,0 (3)
C(4a)	0,9464 (3)	0,3426 (5)	0,1367 (5)	4,1 (3)
C(5a)	0,9404 (3)	0,2379 (5)	0,1468 (5)	4,1 (3)
C(6a)	0,9959 (3)	0,1566 (5)	0,1516 (5)	4,4 (3)
C(7a)	0,9827 (4)	0,0529 (6)	0,1795 (7)	5,7 (4)
C(8a)	1,0334 (4)	-0,0234 (6)	0,1776 (7)	6,7 (4)
C(9a)	1,0986 (4)	0,0022 (6)	0,1502 (8)	6,6 (4)
C(10a)	1,1135 (4)	0,1038 (6)	0,1240 (7)	5,9 (4)
C(11a)	1,0626 (4)	0,1802 (5)	0,1245 (7)	5,0 (3)
C(12a)	0,7515 (3)	0,3442 (5)	0,1210 (6)	4,7 (3)
C(13a)	0,7130 (4)	0,3921 (6)	0,0162 (7)	5,7 (4)
C(14a)	0,6420 (4)	0,4076 (7)	0,0039 (8)	7,2 (5)
C(15a)	0,6058 (4)	0,3788 (7)	0,1021 (10)	8,0 (5)
C(16a)	0,6413 (4)	0,3309 (7)	0,2109 (8)	7,0 (5)
C(17a)	0,7126 (4)	0,3134 (6)	0,2221 (7)	6,2 (4)
O(1b)	0,9980 (2)	0,6434 (3)	0,4030 (4)	4,3 (2)
C(2b)	0,9352 (3)	0,5948 (5)	0,3537 (5)	3,8 (3)
C(3b)	0,9349 (3)	0,5774 (5)	0,2207 (5)	3,9 (3)
C(4b)	0,9975 (3)	0,6187 (5)	0,1905 (5)	4,2 (3)
C(5b)	1,0358 (3)	0,6594 (5)	0,2994 (6)	4,0 (3)
C(6b)	1,1018 (3)	0,7117 (5)	0,3274 (5)	4,1 (3)
C(7b)	1,1239 (4)	0,7648 (6)	0,4446 (6)	5,1 (3)
C(8b)	1,1857 (4)	0,8144 (6)	0,4679 (7)	5,8 (4)
C(9b)	1,2320 (4)	0,8130 (6)	0,3782 (7)	6,1 (4)
C(10b)	1,2105 (4)	0,7618 (6)	0,2595 (7)	5,5 (4)
C(11b)	1,1482 (3)	0,7138 (6)	0,2370 (6)	4,9 (3)
C(12b)	0,8864 (3)	0,5701 (5)	0,4442 (5)	3,5 (3)
C(13b)	0,8246 (3)	0,5229 (6)	0,4063 (5)	5,0 (3)
C(14b)	0,7775 (4)	0,4998 (6)	0,4919 (6)	5,6 (4)
C(15b)	0,7990 (4)	0,5247 (6)	0,6220 (6)	5,4 (4)
C(16b)	0,8621 (4)	0,5701 (7)	0,6604 (6)	5,8 (4)
C(17b)	0,9056 (3)	0,5958 (6)	0,5744 (6)	5,3 (4)
S(2)	0,8665 (1)	0,5302 (1)	0,1047 (1)	3,9 (1)
O(2)	0,8888 (2)	0,5592 (4)	-0,0229 (4)	5,1 (2)

Tableau 2. *Distance interatomiques ( $\text{\AA}$ ) et angles ( $^\circ$ ) avec leurs écarts-type*

S(1a)—C(2a)	1,707 (7)	O(1b)—C(2b)	1,384 (7)
S(1a)—C(5a)	1,712 (7)	O(1b)—C(5b)	1,406 (7)
C(2a)—C(3a)	1,371 (9)	C(2b)—C(3b)	1,407 (8)
C(2a)—C(12a)	1,447 (9)	C(2b)—C(12b)	1,463 (8)
C(3a)—C(4a)	1,400 (9)	C(3b)—C(4b)	1,392 (9)
C(3a)—S(2)	1,774 (7)	C(3b)—S(2)	1,754 (5)
C(4a)—C(5a)	1,344 (9)	C(4b)—C(5b)	1,362 (8)
C(5a)—C(6a)	1,481 (9)	C(5b)—C(6b)	1,424 (8)
C(6a)—C(7a)	1,383 (10)	C(6b)—C(7b)	1,407 (8)
C(6a)—C(11a)	1,387 (9)	C(6b)—C(11b)	1,394 (9)
C(7a)—C(8a)	1,378 (11)	C(7b)—C(8b)	1,333 (9)
C(8a)—C(9a)	1,365 (11)	C(8b)—C(9b)	1,386 (10)
C(9a)—C(10a)	1,362 (11)	C(9b)—C(10b)	1,407 (10)
C(10a)—C(11a)	1,378 (9)	C(10b)—C(11b)	1,332 (8)
C(12a)—C(13a)	1,370 (9)	C(12b)—C(13b)	1,335 (8)
C(12a)—C(17a)	1,437 (10)	C(12b)—C(17b)	1,394 (8)
C(13a)—C(14a)	1,364 (10)	C(13b)—C(14b)	1,397 (10)
C(14a)—C(15a)	1,375 (13)	C(14b)—C(15b)	1,396 (9)
C(15a)—C(16a)	1,377 (12)	C(15b)—C(16b)	1,348 (10)
C(16a)—C(17a)	1,376 (11)	C(16b)—C(17b)	1,357 (10)
S(2)—O(2)	1,507 (4)		
C(2a)—S(1a)—C(5a)	91,0 (3)	C(3b)—S(2)—C(3a)	98,9 (3)
S(1a)—C(2a)—C(3a)	111,2 (5)	C(2b)—O(1b)—C(5b)	107,5 (4)
S(1a)—C(2a)—C(12a)	118,2 (5)	O(1b)—C(2b)—C(3b)	108,2 (5)
C(3a)—C(2a)—C(12a)	130,6 (6)	O(1b)—C(2b)—C(12b)	117,5 (4)
C(4a)—C(3a)—C(2a)	112,9 (6)	C(3b)—C(2b)—C(12b)	134,2 (5)
C(4a)—C(3a)—S(2)	125,8 (5)	C(4b)—C(3b)—C(2b)	106,8 (5)
C(2a)—C(3a)—S(2)	121,2 (5)	C(4b)—C(3b)—S(2)	123,8 (4)
C(5a)—C(4a)—C(3a)	112,2 (6)	C(2b)—C(3b)—S(2)	128,9 (5)
C(4a)—C(5a)—S(1a)	112,7 (5)	C(5b)—C(4b)—C(3b)	109,3 (5)
C(4a)—C(5a)—C(6a)	128,8 (6)	C(4b)—C(5b)—O(1b)	108,1 (5)
S(1a)—C(5a)—C(6a)	118,5 (5)	C(4b)—C(5b)—C(6b)	134,6 (6)
C(11a)—C(6a)—C(7a)	117,0 (6)	O(1b)—C(5b)—C(6b)	117,3 (5)
C(11a)—C(6a)—C(5a)	121,7 (6)	C(11b)—C(6b)—C(7b)	116,2 (5)
C(7a)—C(6a)—C(5a)	121,3 (6)	C(11b)—C(6b)—C(5b)	120,7 (5)
C(8a)—C(7a)—C(6a)	121,1 (7)	C(7b)—C(6b)—C(5b)	123,1 (5)
C(7a)—C(8a)—C(9a)	120,5 (7)	C(8b)—C(7b)—C(6b)	122,0 (6)
C(8a)—C(9a)—C(10a)	119,7 (7)	C(7b)—C(8b)—C(9b)	121,0 (6)
C(11a)—C(10a)—C(9a)	119,9 (6)	C(8b)—C(9b)—C(10b)	117,9 (6)
C(10a)—C(11a)—C(6a)	121,7 (6)	C(11b)—C(10b)—C(9b)	120,3 (6)
C(13a)—C(12a)—C(17a)	115,6 (6)	C(10b)—C(11b)—C(6b)	122,6 (6)
C(13a)—C(12a)—C(2a)	122,7 (6)	C(13b)—C(12b)—C(17b)	119,2 (6)
C(17a)—C(12a)—C(2a)	121,7 (6)	C(13b)—C(12b)—C(2b)	122,1 (5)
C(12a)—C(13a)—C(14a)	123,5 (7)	C(17b)—C(12b)—C(2b)	118,6 (5)
C(15a)—C(14a)—C(13a)	120,1 (7)	C(12b)—C(13b)—C(14b)	122,5 (5)
C(15a)—C(15a)—C(14a)	119,4 (8)	C(15b)—C(14b)—C(13b)	116,7 (6)
C(15a)—C(16a)—C(17a)	120,4 (8)	C(16b)—C(15b)—C(14b)	120,6 (7)
C(16a)—C(17a)—C(12a)	120,9 (7)	C(15b)—C(16b)—C(17b)	121,5 (6)
O(2)—S(2)—C(3b)	104,1 (3)	C(16b)—C(17b)—C(12b)	119,4 (6)
O(2)—S(2)—C(3a)	107,5 (3)		

Correction de la diffusion anormale pour les atomes S et O. La structure a été résolue avec le programme *SHELXS86* (Sheldrick, 1986). Affinement avec une version modifiée de *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962). Pour les figures, utilisation du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Ordinateur: IBM 3090 du CIRCE sous le système d'exploitation AIX/370.

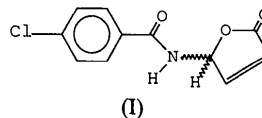
Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, et des distances et angles des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 71371: 22 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. [Référence de CIF: PA1041]

**Références**

Busing, W. R., Martin, K. O. & Levy, H. A. (1962). *ORFLS*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.

- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Mansuy, D., Valadon, P., Erdelmeier, I., Lopez-Garcia, P., Amar, C., Girault, J.-P. & Dansette, P. (1991). *J. Am. Chem. Soc.* **113**, 7825-7826.
- Mock, W. L. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 7610-7612.
- Sheldrick, G. M. (1986). *SHELXS86. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. de Göttingen, Allemagne.
- Skaugset, A. E., Rauchfuss, T. B. & Stern, C. L. (1990). *J. Am. Chem. Soc.* **112**, 2432-2433.
- Skaugset, A. E., Rauchfuss, T. B. & Wilson, S. R. (1992). *J. Am. Chem. Soc.* **114**, 8521-8526.
- Stewart, R. F., Davidson, E. R. & Simpson, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175-3187.

analogues structuraux synthétiques possèdent également des propriétés  $\beta$ -adrénolytiques et hypertensives (Cohners, 1978). Ayant été amenés à examiner l'activité antibiotique d'autres analogues synthétiques, nous reportons ici l'étude du 4-chloro-*N*-(2,5-dihydro-5-oxo-2-furyl)benzamide (I) qui constitue un composé type de cette nouvelle série (Valla *et al.*, 1993).



La molécule possède un centre d'asymétrie au niveau de l'atome de carbone C2. La synthèse conduit au racémique et l'étude de la structure cristalline par rayons X confirme la présence des deux énantiomères. La molécule est composée d'un groupement *p*-chlorophényl, relié à un cycle  $\gamma$  lactonique par un groupement amide (Fig. 1). Les deux cycles sont plans, l'écart aux plans moyens est inférieur ou égal à 0,006 (6) Å. Ils forment un angle dièdre de 108,9 (1)° entre eux. Le cycle  $\gamma$  lactonique est approximativement parallèle au plan [100] car il fait un angle de 7,0 (1)° par rapport à ce plan. Il n'y a pas d'angles ou de distances intramoléculaires inhabituels. Comme pour le 4-acétamido-2-buten-4-olide (Ružić-Toroš & Kojić-Prodić, 1982) l'asymétrie entre N6—C2 [1,433 (7) Å] et N6—C7 [1,355 (7) Å] indique la

*Acta Cryst.* (1993). **C49**, 2012-2013

### Structure du 4-Chloro-*N*-(2,5-dihydro-5-oxo-2-furyl)benzamide, C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>ClNO<sub>3</sub>

DARIA GINDEROW

Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie,  
URA 09 CNRS, Université Pierre et Marie Curie,  
T16, 4 place Jussieu, 75252 Paris CEDEX 05,  
France

ALAIN VALLA, MICHEL GIRAUD, ANASTASE MICHAÏLIDIS,  
ROGER LABIA ET ANNICK MORAND

Laboratoire de Chimie du Muséum National d'Histoire  
Naturelle, URA 401 CNRS, 63 rue Buffon,  
75231 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 8 avril 1993, accepté le 14 juin 1993)

#### Abstract

The structure consists of an amide group linked to a *p*-chlorophenyl group and a 2,5-dihydrofuran-2-one ring. The compound is typical of a series of analogues synthesized in order to investigate their antibiotic activities in comparison with natural products [Valla, Giraud, Michailidis, Labia, Morand & Ginderow (1993). *J. Antibiot.* Submitted].

#### Commentaire

Parmi les mycotoxines produites par plusieurs espèces du genre *Fusarium* (champignons microscopiques), le *N*-(2,5-dihydro-5-oxo-2-furyl)acétamide en est le composé majeur (Ružić-Toroš & Kojić-Prodić, 1982). Ce buténolide possède une activité antimicrobienne faible (Yates, Tookey, Ellis & Burkhardt, 1968) et a été breveté comme agent antitumoral (Mizogami, Omura, Okasaki, Amamoto, Hamada & Nakaike, 1988). Certains

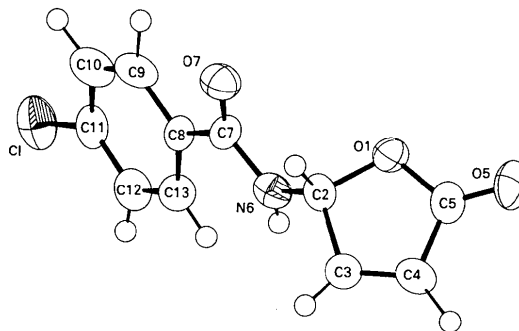


Fig. 1. Désignation des atomes. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

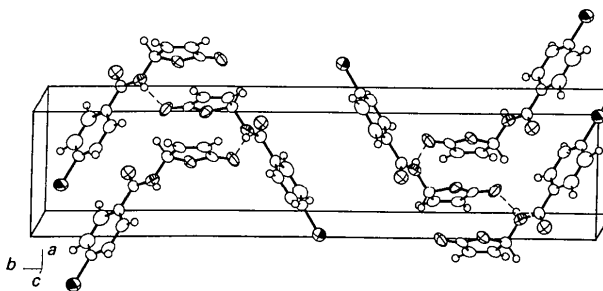


Fig. 2. Vue de la structure. Les liaisons hydrogène sont représentées par des traits interrompus.