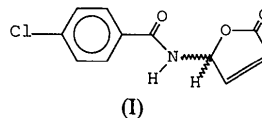


- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Mansuy, D., Valadon, P., Erdelmeier, I., Lopez-Garcia, P., Amar, C., Girault, J.-P. & Dansette, P. (1991). *J. Am. Chem. Soc.* **113**, 7825-7826.
- Mock, W. L. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 7610-7612.
- 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 β -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 γ 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 γ 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, C₁₁H₉ClNO₃

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

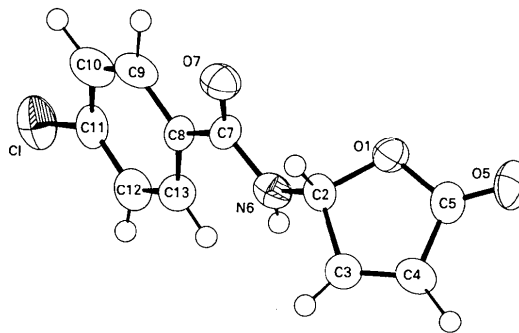


Fig. 1. Désignation des atomes. Les ellipsoïdes correspondent à 50% de probabilité sauf pour les atomes d'hydrogène où les diamètres sont arbitraires.

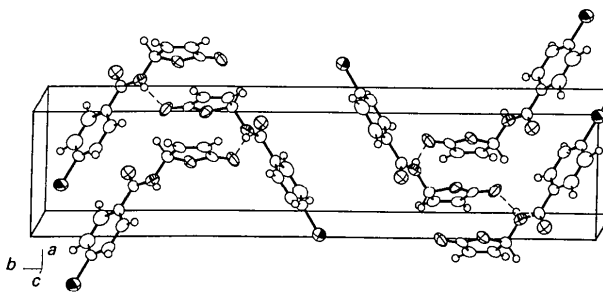


Fig. 2. Vue de la structure. Les liaisons hydrogène sont représentées par des traits interrompus.

présence d'une orbitale délocalisée le long de N6—C7—O7 due à la double liaison C7=O7. Les molécules sont reliées entre-elles par des liaisons hydrogène. Elles forment deux chaînes qui se déduisent l'une de l'autre par un centre de symétrie et se développent selon la direction de l'axe *a* (Fig. 2). La distance N6—H6...O5ⁱ [(*i*) = $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$] est de 2,934 (5) Å avec un angle de 167 (6)°. Ainsi les groupements amide et lactonique contribuent le plus à la cohésion cristalline.

Partie expérimentale

Données cristallines

C₁₁H₈ClNO₃

M_r = 237,64

Monoclinique

*P*2₁/*n*

a = 6,541 (3) Å

b = 29,591 (12) Å

c = 5,720 (2) Å

β = 108,33 (4)°

V = 1050,96 Å³

Z = 4

D_x = 1,502 Mg m⁻³

Cu Kα radiation

λ = 1,5418 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 15–25°

μ = 3,03 mm⁻¹

T = 293 K

Prismatique

0,50 × 0,40 × 0,30 mm

Incolore

Source du cristal: cristallisé dans le méthanol

*R*_{int} = 0,046

θ_{max} = 65,03°

h = -7 → 7

k = 0 → 34

l = 0 → 6

3 réflexions de référence

fréquence: 60 min

variation d'intensité:

< 1,5%

Collection des données

Diffractomètre Philips

PW1100

Balayage *flying stepscan*

(logiciel Philips)

Pas de correction

d'absorption

2031 réflexions mesurées

1788 réflexions

indépendantes

1317 réflexions observées

[sinθ/λ < 0,540 Å⁻¹ et

F > 6,0σ(*F*)]

Affinement

Affinement basé sur les *F*

R = 0,067

wR = 0,073

S = 1,353

1317 réflexions

145 paramètres

Tous les paramètres des

atomes d'hydrogène af-

finés

w = 1

(Δ/σ)_{max} = 0,073

Δρ_{max} = 0,415 e Å⁻³

Δρ_{min} = -0,474 e Å⁻³

Correction d'extinction:

aucune

Facteurs de diffusion de

SHELX76 (Sheldrick,

1976)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents (Å²)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U</i> _{eq}
C1	0,2328 (3)	0,0283 (1)	0,0923 (4)	0,068 (1)
O1	1,2329 (6)	0,2306 (1)	0,2017 (7)	0,042 (2)
C2	1,2514 (8)	0,1876 (2)	0,0875 (10)	0,040 (3)
C3	1,2771 (8)	0,2018 (2)	-0,1549 (10)	0,041 (3)
C4	1,2753 (9)	0,2457 (2)	-0,1702 (10)	0,044 (3)

C5	1,2458 (8)	0,2650 (2)	0,0561 (11)	0,041 (3)
O5	1,2372 (7)	0,3037 (1)	0,1096 (8)	0,060 (2)
N6	1,0605 (7)	0,1611 (2)	0,0527 (8)	0,043 (2)
C7	1,0467 (9)	0,1326 (2)	0,2325 (10)	0,038 (3)
O7	1,1953 (6)	0,1279 (1)	0,4237 (7)	0,051 (2)
C8	0,8410 (9)	0,1072 (2)	0,1860 (10)	0,037 (3)
C9	0,6739 (9)	0,1080 (2)	-0,0349 (11)	0,046 (3)
C10	0,4872 (9)	0,0834 (2)	-0,0644 (11)	0,049 (3)
C11	0,4698 (9)	0,0587 (2)	0,1289 (12)	0,044 (3)
C12	0,6277 (11)	0,0571 (2)	0,3503 (12)	0,062 (4)
C13	0,8181 (11)	0,0814 (2)	0,3801 (11)	0,055 (3)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

C1—C11	1,747 (6)	C7—O7	1,222 (6)
O1—C5	1,334 (7)	C7—C8	1,491 (8)
O1—C2	1,453 (7)	C8—C9	1,387 (7)
C2—N6	1,433 (7)	C8—C13	1,393 (9)
C2—C3	1,509 (9)	C9—C10	1,385 (9)
C3—C4	1,301 (8)	C10—C11	1,359 (9)
C4—C5	1,482 (9)	C11—C12	1,361 (8)
C5—O5	1,192 (7)	C12—C13	1,401 (10)
N6—C7	1,355 (7)		
C5—O1—C2	110,9 (4)	N6—C7—C8	116,8 (4)
N6—C2—O1	110,4 (4)	C9—C8—C13	118,9 (5)
N6—C2—C3	111,6 (4)	C9—C8—C7	124,2 (5)
O1—C2—C3	102,6 (4)	C13—C8—C7	116,8 (5)
C4—C3—C2	109,8 (5)	C10—C9—C8	121,0 (6)
C3—C4—C5	109,1 (5)	C11—C10—C9	118,6 (5)
O5—C5—O1	123,8 (6)	C10—C11—C12	122,9 (6)
O5—C5—C4	128,6 (6)	C10—C11—C1	118,5 (4)
O1—C5—C4	107,6 (5)	C12—C11—C1	118,6 (5)
C7—N6—C2	119,8 (4)	C11—C12—C13	118,7 (6)
O7—C7—N6	121,8 (5)	C8—C13—C12	119,9 (5)
O7—C7—C8	121,4 (5)		

La structure a été résolue avec le programme *SHELXS86* (Sheldrick, 1986). Affinement par moindres carrés et en matrice complète avec le programme *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Atomes H placés sur section de Fourier-différence et affinés en coordonnées et facteurs d'agitation thermique isotrope. 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 71393: 12 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: PA1058]

Références

- Cohners, E. (1978). Ger. Patent Appl. 2 829 414; (1980). UK Patent Appl. 2 027 694.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee. EU.
- Mizogami, K., Omura, S., Okasaki, T., Amamoto, Y., Hamada, K. & Nakaike, S. (1988). Jpn Patent Appl. JP63/263 718 (88/267 718).
- Ruzić-Toroš, Ž. & Kojić-Prodić, B. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 1664–1666.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Univ. de Cambridge, Angleterre.
- Sheldrick, G. M. (1986). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Univ. de Göttingen, Allemagne.
- Valla, A., Giraud, M., Michailidis, A., Labia, R., Morand, A. & Ginderow, D. (1993). *J. Antibiot.* Soumis.
- Yates, S. G., Tookey, H. L., Ellis, J. J. & Burkhardt, H. J. (1968). *Phytochemistry*, **7**, 139–146.