

2-Carbamoyl-6-éthyl-3-phényl-2,3,5,6-tétrahydro-1,4,2-dioxazine

H. El Meslouhi,^a E. M. Essassi^a et M. Pierrot^{b*}

^aLaboratoire de Chimie Organique Hétérocyclique, Faculté des Sciences, Université Mohamed V, Rabat, Maroc, and ^bLBS-UMR 6517, Centre Scientifique Saint-Jérôme, 13397 Marseille CEDEX 20, France

Correspondence e-mail: marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr

Key indicators

Single-crystal X-ray study

$T = 298\text{ K}$

Mean $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.001\text{ \AA}$

R factor = 0.052

wR factor = 0.064

Data-to-parameter ratio = 11.9

For details of how these key indicators were automatically derived from the article, see <http://journals.iucr.org/e>.

The structure of the title compound, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3$, has been established by X-ray crystallographic study. The dioxazocine ring has a chair conformation and a hydrogen bond links the O and N atoms of two adjacent carbamoyl groups.

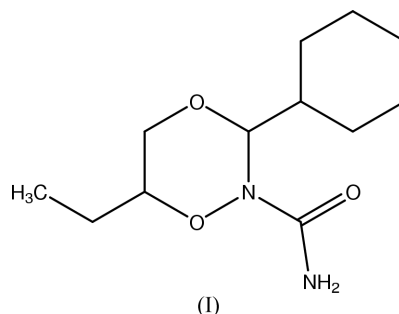
Reçu le 6 décembre 2000

Accepté le 31 janvier 2001

Internet 13 février 2001

Commentaire

Les hétérocycles saturés à six chaînons, possédant trois hétéroatomes, telle que la 1,4,2-dioxazine, ont été peu décrits dans la littérature (El Meslouhi & Petrus, 1982; Riddell *et al.*, 1978; El Meslouhi *et al.*, 2000; Richard *et al.*, 1973, 1974; Fruchier *et al.*, 1983). Leurs études structurales et conformationnelles suscitent un intérêt certain à cause de l'inversion de l'azote et du cycle à six éléments. Afin de contribuer à l'étude structurale de ce type de composés, nous avons réalisé une analyse cristallographique de la 2-carbamoyl-6-éthyl-3-phényl-2,3,5,6-tétrahydro-1,4,2-dioxazine, (I), obtenue par action du benzaldéhyde sur le β -uréidoxyalcool, en présence de l'acide *para*-toluène sulfonique.



Le cycle dioxazine présente une conformation chaise classique: les atomes O1/C3/O4/C6 formant un plan (déviations r.c.m. 0,0156 Å), N2 est situé à $-0,6292(5)$ Å et C5 à $0,6764(6)$ Å de ce plan. Le cycle phényl C10–C15 est plan (déviations r.c.m. 0,0028 Å) et fait un angle de $62,6(3)^\circ$ avec le plan du cycle dioxazine. Le groupement carbamoyl établit une liaison hydrogène inter-moléculaire entre l'atome d'azote N9 et l'oxygène O8: distance $2,9264(7)$ Å.

Partie expérimentale

A $0,005\text{ M}$ de β -uréidoxyalcool dans 100 ml de benzène anhydre, on ajoute $0,005\text{ M}$ de benzaldéhyde en présence d'acide *para*-toluène sulfonique. On chauffe à reflux sous agitation, pendant 2 h. Le mélange réactionnel est laissé à température ambiante pendant une nuit. Le précipité formé est filtré et recristallisé dans l'éthanol anhydre.

Données cristallines

$C_{12}H_{16}N_2O_3$
 $M_r = 236,26$
 Triclinique, $P\bar{1}$
 $a = 5,4856 (4) \text{ \AA}$
 $b = 9,906 (1) \text{ \AA}$
 $c = 12,227 (1) \text{ \AA}$
 $\alpha = 73,429 (4)^\circ$
 $\beta = 77,443 (7)^\circ$
 $\gamma = 78,576 (7)^\circ$
 $V = 615,0 (1) \text{ \AA}^3$

$Z = 2$
 $D_x = 1,265 \text{ Mg m}^{-3}$
 Mo $K\alpha$ radiation
 Paramètres de la maille à l'aide
 de 4318 réflexions
 $\theta = 1,0\text{--}25,5^\circ$
 $\mu = 0,09 \text{ mm}^{-1}$
 $T = 298 \text{ K}$
 Aiguille, incolore
 $0,35 \times 0,15 \times 0,10 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractionmètre KappaCCD
 Balayage φ
 4318 réflexions mesurées
 2218 réflexions indépendantes
 1827 réflexions avec $I > 3\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0,029$
 $\theta_{\text{max}} = 25,6^\circ$
 $h = 0 \rightarrow 6$
 $k = -11 \rightarrow 12$
 $l = -14 \rightarrow 15$

Affinement

Affinement sur F^2
 $R = 0,052$
 $wR = 0,064$
 $S = 1,06$
 1827 réflexions
 154 paramètres

Paramètres des atomes d'hydrogène
 contraints
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + 0,03F_o^2]$
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,006$
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,26 \text{ e \AA}^{-3}$
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,20 \text{ e \AA}^{-3}$

Collection des données: *KappaCCD Reference Manual* (Nonius, 1998); réduction des données: *DENZO* and *SCALEPACK* (Otwinowski & Minor, 1997); programme(s) pour la solution de la structure: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1994); programme(s) pour l'affinement de la structure: *maXus* (Mackay *et al.*, 1999); graphisme moléculaire: *ORTEPII* (Johnson, 1976); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *maXus* (Mackay *et al.*, 1999).

Références

Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A., Burla, M. C., Polidori, G. & Camalli, M. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
 El Meslouhi, H., Bakri, Y., El Hachimi, Z., Benjouad, A. & Essassi, E. M. (2000). *Ann. Pharm. Fr.* **58**, 180–186.
 El Meslouhi, H. & Petrus, C. (1982). *Bull. Soc. Chim. Fr.* II, pp. 7–42.
 Fruchier, A., Moragues, V., Pétrus, C. & Pétrus, F. (1983). *Bull. Soc. Chim. Fr.* II, pp. 173–181.

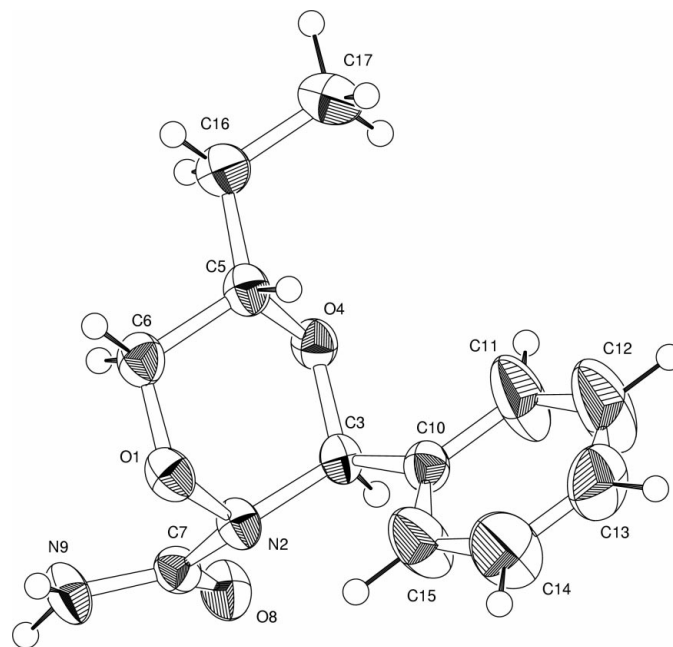


Figure 1
 Vue perspective de la molécule avec numérotation des atomes. Les ellipsoïdes des déplacements thermiques sont tracés au niveau de probabilité de 50%.

Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Mackay, S., Gilmore, C. J., Edwards, C., Stewart, N. & Shankland, K. (1999). *maXus*. Nonius, Les Pays-Bas, MacScience, Le Japon et L'Université de Glasgow, L'Écosse.
 Nonius (1998). *KappaCCD Reference Manual*. Nonius BV, Delft, Les Pays-Bas.
 Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods Enzymol.* **276**, 307–326.
 Richard, A., Jones, Y., Katrizky, A. R., Martin, A. R. & Saba, S. (1973). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 908–909.
 Richard, A., Jones, Y., Katrizky, A. R., Martin, A. R. & Saba, S. (1974). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II*, pp. 1561–1563.
 Riddell, F. G., Berry, M. H. & Turner, E. S. (1978). *Tetrahedron*, **34**, 141–145.