

J. N. Tene Ghomsi,<sup>a</sup> N. H. Ahabchane,<sup>a</sup> E. M. Essassi<sup>a</sup> et M. Pierrot<sup>b\*</sup>

<sup>a</sup>Laboratoire de Chimie Organique Hétérocyclique, Faculté des Sciences, Université Mohamed V, Rabat, Maroc, and <sup>b</sup>LBS-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 = 293 K  
Mean  $\sigma(C-C)$  = 0.004 Å  
R factor = 0.072  
wR factor = 0.185  
Data-to-parameter ratio = 14.0

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

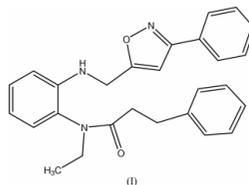
## N-Éthyl-N-[2-(3-phénylisoxazol-5-yl-méthylamino)phényl]benzylacétamide

In the structure of the title compound, C<sub>27</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>, the methylamino-phenylisoxazole fragment and the N-ethyl-benzylacetamide arm are attached to the phenyl ring and are oriented in opposite directions.

Reçu le 9 octobre 2002  
Accepté le 22 octobre 2002  
Internet 31 octobre 2002

### Commentaire

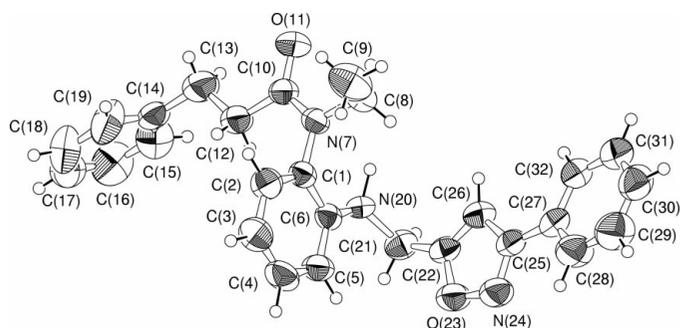
Depuis l'introduction, à partir des années 1940, des composés isoxazoliques en thérapeutique, leur usage reste considérable, malgré l'avènement de nouveaux antibiotiques. Ainsi, les dérivés isoxazoliques accolés aux sulfamides leur confèrent une activité anti-infectieuse, notamment antifolinique (Peesapati & Anuradha, 1996) et antimicrobienne (Zani *et al.*, 1996). Ainsi, nous a-t-il paru intéressant de poursuivre les recherches dans ce domaine, en mettant au point la synthèse de nouvelles molécules hétérocycliques renfermant l'isoxazole et un groupe amide, potentiellement douées d'activités pharmacologiques. La méthode d'élaboration adoptée met en jeu l'action de la *p*-chlorobenzaldéhyde oxime en excès sur une *o*-phénylènediamine disubstituée *N*-propargylée, sous agitation dans le dichlorométhane, en présence d'eau de Javel (Ahabchane *et al.*, 1999). L'identification du produit obtenu s'est faite grâce aux données spectrales RMN <sup>1</sup>H, masse et par diffraction X. La molécule (Fig. 1) se compose d'un cycle phényle sur lequel sont attachés deux bras orientés dans deux directions opposées. Ces bras comprennent: (i) l'un, les groupements méthylamino et phénylisoxazole; (ii) l'autre, le *N*-éthyl-benzylacétamide. Les cycles isoxazole (C22/O23/N24/C25/C26) et phényle C27–C32 sont presque perpendiculaires au cycle phényle C1–C6 [angles dièdres: 87,27 (3) et 86,97 (3)°, respectivement]. D'autre part, le fragment N7/C8/C10/O11/C12/C13 est plan (déviations standard: 0,03 Å) et fait un angle dièdre de 100,09 (3)° avec le phényle C1–C6 et de 81,99 (3)° avec le cycle phényle C14–C19. Les molécules se regroupent sous forme de dimère lié par liaisons hydrogène s'établissant entre le groupement NH et l'oxygène O11 (Tableau 1 et Fig. 2).



### Partie expérimentale

© 2002 International Union of Crystallography  
Printed in Great Britain – all rights reserved

Dans un réacteur muni d'une ampoule à brome, on dissout 0,05 mol de (I) dans 40 ml de dichlorométhane et 0,1 mol de benzaldéhyde



**Figure 1**  
Dessin ORTEP (Burnett & Johnson, 1996) de la molécule. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

oxime. Puis, on ajoute, goutte à goutte, à la température de 273 K (dans un bain de glace), 20 ml d'eau de Javel sous agitation magnétique; cette dernière est maintenue pendant une nuit (environ 12 h). La phase organique extraite est séchée sur le sulfate de sodium, puis concentrée sous pression réduite. Le résidu est chromatographié sur une colonne de silice avec, comme éluant, un mélange d'hexane et de dichlorométhane dans les proportions 9/1. Rdt: 30%; F: 408–409 K.

#### Données cristallines

$C_{27}H_{27}N_3O_2$	$Z = 2$
$M_r = 425,52$	$D_x = 1,231 \text{ Mg m}^{-3}$
Triclinique, $P\bar{1}$	Mo $K\alpha$ radiation
$a = 9,825 (1) \text{ \AA}$	Paramètres de la maille à l'aide
$b = 10,999 (1) \text{ \AA}$	de 7208 réflexions
$c = 12,095 (1) \text{ \AA}$	$\theta = 2,9\text{--}25,3^\circ$
$\alpha = 91,56 (1)^\circ$	$\mu = 0,08 \text{ mm}^{-1}$
$\beta = 109,22 (1)^\circ$	$T = 293 (2) \text{ K}$
$\gamma = 109,37 (1)^\circ$	Cube, incolore
$V = 1150,6 (2) \text{ \AA}^3$	$0,40 \times 0,35 \times 0,35 \text{ mm}$

#### Collection des données

Diffractionmètre Nonius KappaCCD	$R_{\text{int}} = 0,037$
Balayage $\varphi$	$\theta_{\text{max}} = 25,3^\circ$
Pas de correction d'absorption	$h = 0 \rightarrow 11$
7208 réflexions mesurées	$k = -13 \rightarrow 13$
4048 réflexions indépendantes	$l = -14 \rightarrow 14$
3234 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$	

#### Affinement

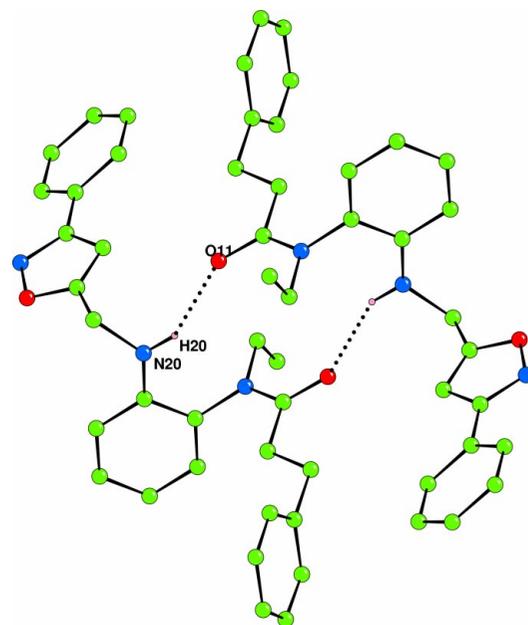
Affinement à partir des $F^2$	Affinement des atomes
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,072$	d'hydrogènes avec contraintes
$wR(F^2) = 0,185$	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0673P)^2 +$
$S = 1,07$	$0,3922P]$ where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
4048 réflexions	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,001$
289 paramètres	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,45 \text{ e \AA}^{-3}$
	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,26 \text{ e \AA}^{-3}$

**Tableau 1**

Hydrogen-bonding geometry ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ ).

$D\text{--}H\cdots A$	$D\text{--}H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D\text{--}H\cdots A$
$N20\text{--}H20\cdots O11^i$	1,00	2,06	2,951 (3)	148

Code de symétrie: (i)  $-1 - x, -y, -z$ .



**Figure 2**  
Vue CAMERON (Watkin *et al.*, 1993) de l'association de deux molécules par liaisons hydrogène.

Collection des données: *KappaCCD Reference Manual* (Nonius, 1998); affinement des paramètres de la maille: *DENZO-SMN* (Otwinowski & Minor, 1997); réduction des données: *DENZO-SMN* et *maXus* (Mackay *et al.*, 1999); programme(s) pour la solution de la structure: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1994); programme(s) pour l'affinement de la structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); graphisme moléculaire: *ORTEP-3* pour Windows (Farrugia, 1997); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL97*.

#### Références

- Ahabchane, N. H., Keita, A. & Essassi, E. M. (1999). *C. R. Acad. Sci. Paris Sér. IIc*, pp. 519–523.
- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A., Burla, M. C., Polidori, G. & Camalli, M. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
- Burnett, M. N. & Johnson, C. K. (1996). *ORTEP3*. Report ORNL-6895. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Farrugia, L. J. (1997). *J. Appl. Cryst.* **30**, 565.
- Mackay, S., Gilmore, C. J., Edwards, C., Stewart, N. & Shankland, K. (1999). *maXus*. Nonius, Les Pays-Bas, MacScience, Japon, et l'Université de Glasgow, Écosse.
- Nonius (1998). *KappaCCD Reference Manual*. Nonius BV, Delft, Les Pays-Bas.
- Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods in Enzymology*, Vol. 276, *Macromolecular Crystallography*, Part A, édité par C. W. Carter Jr et R. M. Sweet, pp. 307–326. New York: Academic Press.
- Peesapati, V. & Anuradha, K. (1996). *Indian J. Chem. Sect. B*, **35**, 1287–1293.
- Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Watkin, D. M., Pearce, L. & Prout, C. K. (1993). *CAMERON*. Chemical Crystallography Laboratory, Université d'Oxford, Angleterre.
- Zani, F., Mingiardi, M. R., Maggiali, C. A. & Mazza, P. (1996). *Pharmaco*, **51**, 707–713.