

This research was partially supported by the 'Progetto strategico materiali' of CNR. The helpful suggestions of the referees are acknowledged.

References

CARANONI, C. & REBOUL, J. P. (1982). *Acta Cryst.* B38, 1255–1259.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV, pp. 99 and 149. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)

JOHNSON, C. K. (1970). *Crystallographic Computing*, edited by F. R. AHMED, pp. 220–226. Copenhagen: Munksgaard.
 JOHNSON, C. K. (1976). ORTEPII. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KARRER, P., LEISER, P. & GRAF, W. (1944). *Helv. Chim. Acta*, 27, 624–625.
 NYGAARD, L., ASMUSSEN, E., HOG, J. H., MAHESHWARI, R. C., NIELSEN, C. H., PETERSEN, I. B. RASTRUP-ANDERSEN, J. & SORENSEN, G. O. (1971). *J. Mol. Struct.* 8, 225–233.
 SHIRAKAWA, H., LOUIS, E. J., MACDIARMID, A. G., CHIANG, C. K. & HEEGER, A. J. (1977). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 578–579.
 TAYLOR, R. & KENNARD, O. (1982). *J. Am. Chem. Soc.* 104, 5063–5070.

Acta Cryst. (1987). C43, 1173–1174

Structure du Chloro-3 Méthyl-2 4H-Pyrazino[1,2-a]pyrimidinone-4

PAR C. SABLAYROLLES ET J. P. CHAPAT

Laboratoire de Chimie Organique Pharmaceutique UA CNRS n° 1111, Faculté de Pharmacie, 15 avenue Charles Flahaut, 34060 Montpellier CEDEX, France

ET BERNARD DUCOURANT ET ROBERT FOURCADE

Laboratoire des Acides Minéraux UA n° 79, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier CEDEX, France

(Reçu le 4 juin 1986; accepté le 27 janvier 1987)

Abstract. C₈H₆ClN₃, $M_r = 195.6$, monoclinic, $P2_1/c$, $Z = 4$, $a = 3.783$ (2), $b = 9.099$ (3), $c = 23.41$ (1) Å, $\beta = 83.66$ (3)°, $V = 800.9$ Å³, $D_x = 1.62$, $D_m = 1.62$ g cm⁻³, Mo $K\alpha_1$ radiation, $\lambda = 0.70926$ Å, $\mu = 4.1$ cm⁻¹, $F(000) = 400$, $R = 0.055$ for 1110 reflections. Confirmation is obtained of the structure proposed by Abignente, Arena, Caprariis, Patscot, Marmo, Lampa & Rossi [*Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther.* (1985). 20(1), 79–85].

Introduction. Au cours de la synthèse de la méthyl-2 imidazo[1,2-a]pyrazinecarboxylate-3 d'éthyle, la condensation de l'amino-2 pyrazine avec le chloro-2 acetylacetate d'éthyle fournit deux produits secondaires dont l'un avait été décrit par nous-mêmes (Sablayrolles, Cros, Milhavet, Rechenq, Chapat, Boucard, Serrano & McNeill, 1984) comme la chloro-2 (oxo-1 éthyl)-3 imidazo[1,2-a]pyrazine. Cette structure a été refutée par les travaux de Abignente, Arena, Caprariis, Patscot, Marmo, Lampa & Rossi (1985). Afin de trancher entre les deux hypothèses formulées à la suite d'études par RMN, nous avons entrepris la résolution de la structure cristalline.

Partie expérimentale. Composé préparé par condensation du chloro-2 acetylacetate d'éthyle (Sablayrolles

et al., 1984) sans réarrangement de type DIMROTH (Guerret, Jacquier & Maury, 1971). Cristaux jaunes, stables à l'air, p.f. = 447 K. Monocristaux obtenus par recristallisation dans l'éthanol à 293 K, saturation puis évaporation contrôlée. Monocristal, fragment d'une aiguille ($L = 0,8$ cm) ($0,6 \times 0,1 \times 0,07$ mm). Densité mesurée par picnométrie dans le tétrachlorure de carbone préalablement saturé. Diffractomètre CAD-4 Enraf-Nonius. Rayonnement $K\alpha_1$ du molybdène isolé par monochromateur à lame de graphite. 1761 réflexions mesurées à $T = 293$ K pour $2^\circ < \theta < 25^\circ$ ($0 \leq h \leq 4$, $0 \leq k \leq 10$, $-27 \leq l \leq 27$); mode de balayage $\omega - \frac{1}{3}\theta$; vitesse maximale de comptage.

Trois réflexions standard (227, 027, 115) mesurées tous les 50 enregistrements. Variation des intensités inférieures à 3%. Paramètres de maille déterminés à partir de 20 réflexions soigneusement corrigées puis affinées à partir des données du diffractogramme de poudre (Norbert & Maurin, 1969). Données corrigées de Lorentz et polarisation mais non de l'absorption.

Structure résolue par la méthode de l'atome lourd. Affinement de la structure par LINUS (Busing, Martin & Levy, 1962) en matrice complète [$\sum(\Delta F)^2$]. Affinements en agitation anisotrope ($R = 0,055$ pour les 1110 réflexions non nulles) soit 9,5 données par paramètres. Sélection avec $\sigma(I)/I < 0,3$. Facteurs de diffusion de

Doyle & Turner (1968). Calculs effectués sur BFM 186. Synthèse de Fourier: *DRF* (Zalkin, 1968). Les $F(\text{obs.})$ sont pondérés par $1/w = P_1 + |F_o| + P_2|F_o|^2$ avec $P_1 = 0,001$, $P_2 = 0,0001$. $S = 52,16$; $|\Delta\rho| \leq 1,2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$; $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,053$.

Discussion. Les coordonnées atomiques sont données dans le Tableau 1.*

Le tracé *ORTEP* (Johnson, 1965) de la molécule est représenté sur la Fig. 1. Les distances interatomiques et les angles de valence au sein de la molécule sont donnés dans le Tableau 2.

La grande variation des paramètres cristallins est illustrée par la projection de la structure sur le plan (011) (Fig. 2). La structure présente des couches grossièrement perpendiculaires à la direction [100].

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43752: 9 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Paramètres finals relatifs à $C_8H_6ClN_3$, (les écarts types relatifs aux derniers chiffres significatifs sont donnés entre parenthèses)

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
Cl	0,4106 (4)	0,0701 (1)	0,81206 (5)	3,60 (5)
O	0,127 (1)	0,3492 (3)	0,7695 (1)	3,5 (1)
N(1)	0,371 (1)	0,3736 (4)	0,9344 (1)	2,8 (1)
N(2)	0,1692 (9)	0,4817 (3)	0,8515 (1)	2,3 (1)
N(3)	0,076 (1)	0,7423 (4)	0,9144 (2)	3,7 (1)
C(1)	0,210 (1)	0,3508 (4)	0,8185 (2)	2,5 (1)
C(2)	0,252 (1)	0,4866 (5)	0,9076 (2)	2,4 (1)
C(3)	0,039 (1)	0,6070 (5)	0,8272 (2)	3,0 (1)
C(4)	0,413 (1)	0,2440 (5)	0,9055 (2)	2,7 (1)
C(5)	0,198 (1)	0,6250 (5)	0,9369 (2)	3,3 (1)
C(6)	0,994 (1)	0,7313 (5)	0,8578 (2)	3,2 (1)
C(7)	0,346 (1)	0,2329 (4)	0,8494 (2)	2,6 (1)
C(8)	0,533 (2)	0,1160 (5)	0,9393 (2)	4,0 (2)

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) dans le motif

Cl—C(7)	1,723 (4)	Cl—C(7)—C(1)	115,5 (4)
C(7)—C(1)	1,420 (6)	C(1)—C(7)—C(4)	123,2 (4)
C(1)—O	1,225 (6)	C(4)—C(7)—Cl	121,2 (3)
C(1)—N(2)	1,418 (6)	C(7)—C(1)—N(2)	112,5 (5)
N(2)—C(2)	1,384 (7)	C(7)—C(1)—O	127,8 (4)
N(2)—C(3)	1,387 (6)	N(2)—C(1)—O	119,7 (4)
C(3)—C(6)	1,338 (7)	C(1)—N(2)—C(2)	121,3 (3)
C(6)—N(3)	1,400 (7)	C(1)—N(2)—C(3)	119,4 (4)
N(3)—C(5)	1,296 (7)	C(2)—N(2)—C(3)	119,3 (4)
C(5)—C(2)	1,438 (6)	N(2)—C(3)—C(6)	120,4 (5)
C(2)—N(1)	1,309 (6)	C(3)—C(6)—N(3)	122,6 (5)
N(1)—C(4)	1,361 (6)	C(6)—N(3)—C(5)	116,8 (4)
C(4)—C(7)	1,369 (7)	N(3)—C(5)—C(2)	124,4 (5)
C(4)—C(8)	1,506 (7)	C(5)—C(2)—N(2)	116,5 (4)
		C(5)—C(2)—N(1)	119,8 (4)
		N(1)—C(2)—N(2)	123,7 (4)
		C(2)—N(1)—C(4)	118,4 (4)
		N(1)—C(4)—C(7)	121,1 (4)
		N(1)—C(4)—C(8)	115,8 (4)
		C(7)—C(4)—C(8)	123,1 (4)

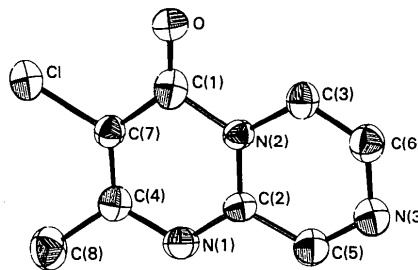


Fig. 1. Molécule de chloro-3 méthyl-2 4H-pyrazino[1,2-a]-pyrimidinone-4.

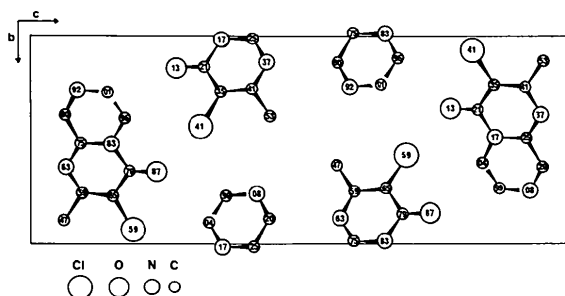


Fig. 2. Projection de la structure sur le plan (100).

L'association entre les différents motifs est faible et tridimensionnelle.

L'étude cristalline confirme la structure de la chloro-3 méthyl-2 4H-pyrazino[1,2-a]pyrimidinone-4 proposée par Abignente *et al.* (1985) à la suite d'une étude RMN de ^1H et ^{13}C . La pseudo isotopie de ce composé avec l'(oxo-1 éthyl)-3 imidazo[1,2-a]pyrazine (*Pbca*, $a = 6,69$, $b = 9,37$, $c = 23,91 \text{ Å}$) (Rosenfeld, Lawler & Ward, 1972) n'est pas indicatrice d'une analogie moléculaire totale.

Références

- ABIGNENTE, E., ARENA, F., CAPRARIIS, P., PATSCOT, R., MARMO, E., LAMPA, E. & ROSSI, F. (1985). *Eur. J. Med. Chem. Chim. Ther.* **20**(1), 79–85.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORLFS*. Rapport ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390–397.
- GUERRET, P., JACQUIER, R. & MAURY, G. (1971). *J. Heterocycl. Chem.* **8**, 643–650.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- NORBERT, A. & MAURIN, M. (1969). *Rev. Chim. Minér.* **6**, 687–702.
- ROSENFELD, S. M., LAWLER, R. G. & WARD, H. R. (1972). *J. Am. Chem. Soc.* **94**, 9255–9256.
- SABLAYROLLES, C., CROS, G., MILHAVET, J. C., RECHENQ, E., CHAPAT, J. P., BOUCARD, M., SERRANO, J. & MCNEILL, J. (1984). *J. Med. Chem.* **27**, 206–212.
- ZALKIN, A. (1968). Communication privée.