

Acta Crystallographica Section C

**Crystal Structure
Communications**

ISSN 0108-2701

**1-Mésityl-6-méthyl-3a,4-propano-3a,4,5,6-tétrahydro[1,2,4]oxadiazolo[4,5-a][1,5]-
benzodiazépin-5-one**

A. Aatif *et al.*

Electronic paper

This paper is published electronically. It meets the data-validation criteria for publication in Acta Crystallographica Section C. The submission has been checked by a Section C Co-editor though the text in the 'Comments' section is the responsibility of the authors.

© 2000 International Union of Crystallography • Printed in Great Britain – all rights reserved

1-Mésityl-6-méthyl-3a,4-propano-3a,4,5,6-tétrahydro[1,2,4]oxadiazolo[4,5-a][1,5]benzodiazépin-5-one

A. Aatif,^a A. Baouid,^a A. Hasnaoui^a et M. Pierrot^{b*}

^aLaboratoire de Chimie des Substances Naturelles et des Hétérocycliques, Faculté des Sciences Semailia, Université Cadi Ayyad, Marrakech, Morocco, and ^bLBS-UMR 6517, Centre Scientifique Saint-Jérôme, 13397 Marseille CEDEX 20, France
Correspondence e-mail: marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr

Reçu le 26 avril 2000

Accepté le 14 août 2000

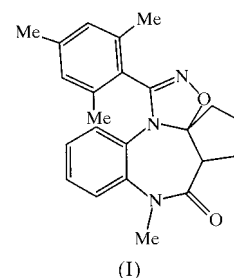
Data validation number: IUC0000225

Condensation of mesitronitrile oxide with 1,5-benzodiazepin-2-one leads to the title compound, C₂₃H₂₅N₃O₂. It has been established that 1,3-dipolar cycloaddition occurs on the C4=N5 double bond of the benzodiazepin-2-one.

Commentaire

Il a été montré que les composés possédant au moins un (ou des) hétérocycle(s) accolé(s) à un hétérocycle azoté à sept chaînons révélaient, dans la plupart des cas, des propriétés pharmacologiques intéressantes (Bellantuono *et al.*, 1980; Bartsch & Erker, 1988). Dans cet objectif, nous développons toujours notre étude concernant la synthèse de nouveaux systèmes polyhétérocycliques (Hasnaoui *et al.*, 1991; Baouid *et al.*, 1996; Benelbaghdadi *et al.*, 1997, 1998; Essaber *et al.*, 1998). Ces systèmes peuvent être actifs biologiquement. Par la suite, nous avons effectué des réactions de cycloaddition dipolaires-1,3 des oxydes de nitrile vis-à-vis de la 1,5-benzodiazépin-2-one.

En effet, nous avons réalisé la condensation de l'oxyde de mésitronitrile (Grundmann & Dean, 1965; Liu *et al.*, 1980) avec la 1,5-benzodiazépin-2-one (Rossi *et al.*, 1960) à température ambiante dans l'éther diéthylique anhydre. Selon les formes tautomères de la benzodiazépin-2-one deux cycloadduits isomères peuvent être obtenus. Pour déterminer la structure exacte du produit obtenu une analyse cristallographique a été réalisée. La structure cristalline composé montre que la cycloaddition s'est effectuée régiosélectivement sur la double liaison N5=C4 de la 1-mésityl-6-méthyl-3a,4-propano-3a,4,5,6-tétrahydro[1,2,4]oxadiazolo[4,5-a][1,5]benzodiazépin-5-one, (I), avec un rendement de 75%. Cette réaction de cycloaddition est à la fois péri et régiosélective.



Les deux cycles à 5 chaînons portés par le fragment benzodiazépine montrent deux conformations différentes; (i) le cycle C4/C5/C6/C61/C31 présente une conformation enveloppe, avec l'atome C31 situé à 0,6041 (4) Å au dessus du plan formé par les atomes C4/C5/C6/C61; (ii) le cycle C1/N2/O3/C31/N13 présente une conformation bipyramidale à base triangulaire, avec C1 à -0,0759 Å et C31 à 0,3211 Å du plan N2/O3/N13, respectivement. Le fragment N8/C81/C9/C10/C11/C12/C82/N13 de la benzodiazépine est quasi-plan: l'angle entre les deux plans N8/C81/C82/N13 et C81/C9/C10/C11/C12/C82 est égal à 176,4 (1)°. La déformation du cycle à 7 chaînons est donnée par les angles de torsion N13/C31/C61/C7: -64,0 (1)° et C31/C61/C7/N8: -68,7 (1)°.

Partie expérimentale

Une solution de 1,5-benzodiazépinone (1 g, 4,7 mmol) et l'oxyde de mésitronitrile (0,76 g, 4,7 mmol) dans d'éther diéthylique anhydre (30 ml) est agitée à température ambiante pendant une semaine. Après évaporation du solvant, le résidu obtenu est chromatographié sur colonne de gel de silice (éluant: hexane-acétate d'éthyle 7:3). Le cycloadduit isolé est recristallisé dans un mélange (1/9) CHCl₃/éthanol (p.f.: 518–519 K).

Données cristallines

C ₂₃ H ₂₅ N ₃ O ₂	$D_x = 1,241 \text{ Mg m}^{-3}$
$M_r = 375,47$	Mo $K\alpha$ radiation
Monoclinique, $P2_1/c$	Paramètres de la maille à l'aide
$a = 14,4861 (5) \text{ \AA}$	de 14 430 réflexions
$b = 16,8720 (10) \text{ \AA}$	$\theta = 1-25,6^\circ$
$c = 17,9161 (6) \text{ \AA}$	$\mu = 0,08 \text{ mm}^{-1}$
$\beta = 152,698 (2)^\circ$	$T = 298 \text{ K}$
$V = 2008,5 (3) \text{ \AA}^3$	Cuboid, incolore
$Z = 4$	$0,30 \times 0,25 \times 0,20 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractomètre KappaCCD	$R_{\text{int}} = 0,056$
Balayage φ scan	$\theta_{\text{max}} = 25,8^\circ$
3885 réflexions mesurées	$h = -15 \rightarrow 17$
3745 réflexions indépendantes	$k = -20 \rightarrow 0$
2838 réflexions avec $I > 3\sigma(I)$	$l = -22 \rightarrow 15$

Affinement

$R = 0,050$	Les paramètres des atomes d'hydrogène en position théorique
$wR = 0,057$	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + 0,03F_o^2]$
$S = 1,399$	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,011$
2838 réflexions	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,17 \text{ e \AA}^{-3}$
253 paramètres	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,20 \text{ e \AA}^{-3}$

Les cartes de densité électronique différence, calculées en fin d'affinement, montrent que chaque atome d'hydrogène des groupes

méthyle portés par les atomes de carbone C20, C21, C22 et C23, occupe statistiquement deux positions avec un degré d'occupation 0,5.

Collection des données: *KappaCCD Software* (Nonius, 1997); réduction des données: *DENZO* and *SCALEPAK* (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); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *maXus*.

Références

- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A., Burla, M. C., Polidori, G. & Camalli, M. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
- Baouid, A., Hasnaoui, A. & Lavergne, J.-P. (1996). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **105**, 339–344.
- Bartsch, H. & Erker, T. (1988). *J. Heterocycl. Chem.* **25**, 1151–1154.
- Bellantuono, C., Reggi, G., Tognoni, G. & Garattini, S. (1980). *Drugs*, **19**, 195–219.
- Benelbaghdadi, R., Hasnaoui, A. & Lavergne, J.-P. (1997). *Bull. Soc. Chim. Belg.* **106**, 813–815.
- Benelbaghdadi, R., Hasnaoui, A., Lavergne, J.-P., Giorgi, M. & Pierrot, M. (1998). *Synth. Commun.* **28**, 4221–4232.
- Essaber, M., Baouid, A., Hasnaoui, A., Benharref, A. & Lavergne, J.-P. (1998). *Synth. Commun.* **28**, 4097–4104.
- Grundmann, C. & Dean, J. M. (1965). *J. Org. Chem.* **30**, 2809–2812.
- Hasnaoui, A., Baouid, A. & Lavergne, J.-P. (1991). *J. Heterocycl. Chem.* **28**, 73–76.
- Liu, K. C., Shelton, B. R. & Howe, R. K. (1980). *J. Org. Chem.* **45**, 3916–3918.
- Mackay, S., Gilmore, C. J., Edwards, C., Stewart, N. & Shankland, K. (1999). *maXus*. Nonius, Les Pays-Bas, MacScience, Le Japon, and The Université de Glasgow, L'Écosse.
- Nonius (1997). *KappaCCD Software*. Nonius BV, Delft, Les Pays-Bas.
- Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods Enzymol.* **276**, 307–326.
- Rossi, A., Hunguer, A., Kerbie, J. & Hoffman, K. (1960). *Helv. Chim. Acta*, **163**, 1298–1313.