

1,4-Diallylquinoxaline-2,3(1*H*,4*H*)-dioneN. E. Mustaphi,^a S. Ferfra,^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, FranceCorrespondence e-mail:
marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr

Key indicators

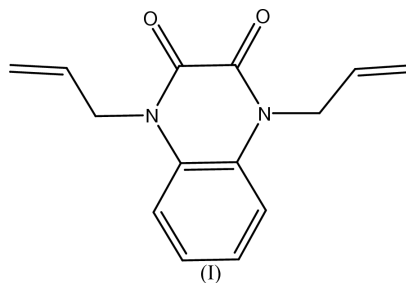
Single-crystal X-ray study
T = 298 K
Mean $\sigma(\text{C}-\text{C})$ = 0.001 Å
R factor = 0.049
wR factor = 0.064
Data-to-parameter ratio = 11.9For details of how these key indicators were automatically derived from the article, see <http://journals.iucr.org/e>.

The structure of the title compound, C₁₄H₁₄N₂O₂, has been established. The plane formed by the atoms of the quinoxaline is almost perpendicular to the two allyl groups.

Reçu le 14 décembre 2000
Accepté le 15 janvier 2001
Internet 30 janvier 2001

Commentaire

La chimie des quinoxalines a connu une attention particulière ces dernières décennies, inhérente à la mise en évidence des différentes applications, de plusieurs dérivés quinoxaliniques dans divers domaines. En effet, ils sont utilisés comme colorants pour la détection des métaux, stabilisateurs d'huile (Campagne & McLaughlin, 1983), et ils sont commercialisés comme antibiotiques (Ungermach, 1996), antiparasitaires (Ikeda *et al.*, 1992; Romer *et al.*, 1995; Sutherland *et al.*, 1996) et anticonvulsants (Loscher *et al.*, 1999). Il nous a paru intéressant de poursuivre nos recherches dans ce domaine, en examinant la synthèse de nouveaux dérivés de la quinoxaline susceptibles de présenter des propriétés biologiques et pharmacologiques intéressantes. La méthode de synthèse que nous avons adoptée met en jeu l'action du chlorure d'allyle en excès sur la quinoxaline-2,3-dione dans le diméthyl formamide, en présence de deux équivalents de carbonate de potassium et de bromure de tétra-*n*-butylammonium comme catalyseur. L'identification de (I) a été réalisée sur la base des données spectrales RMN ¹H, ¹³C, masse et par diffraction X. Les douze atomes du groupement quinoxaline-2,3-dione forment un plan (d.c.m.: 0,0186 Å) et les deux bras allyliques, situés de part et d'autre de ce plan, sont presque perpendiculaires au plan quinoxaline: N1/C11/C12/C13 (d.c.m.: 0,0455 Å) est à 83,4 (4)^o et N4/C16/C17/C18 (d.c.m.: 0,0498 Å) à 92,6 (4)^o.



Partie expérimentale

A 0,06 mole de la quinoxaline-2,3-dione dans 30 ml de diméthyl formamide, on ajoute 0,012 mole du bromure d'allyle, 0,012 mole de K₂CO₃ et 0,001 mole de bromure de tétra-*n*-butylammonium. Le mélange est laissé sous agitation énergique pendant 24 h. Après filtration de la solution, le solvant est évaporé sous pression réduite, le résidu obtenu est chromatographié sur colonne de silice (éluant:

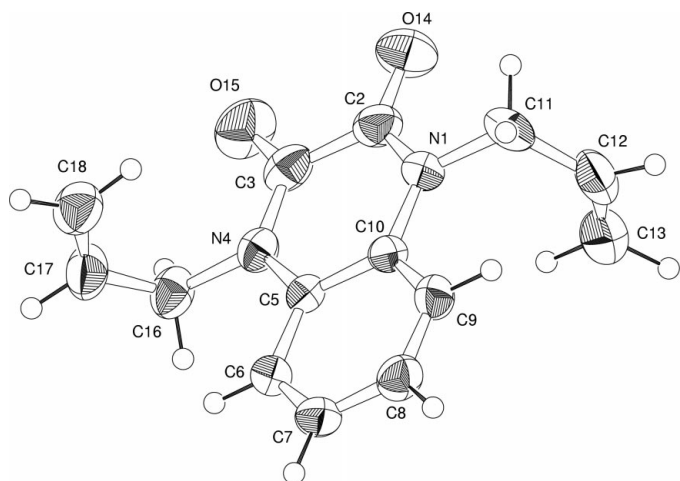


Figure 1
Perspective view of the molecule showing the labelling of the atoms with displacement ellipsoids at the 50% probability level.

hexane/acétate diéthylique: 95/5). Rendement: 70%; Point de fusion: 438–440 K.

Données cristallines

$C_{14}H_{14}N_2O_2$

$M_r = 242,28$

Monoclinique, $P2_1/c$

$a = 9,3000 (5) \text{ \AA}$

$b = 15,2215 (5) \text{ \AA}$

$c = 9,7195 (5) \text{ \AA}$

$\beta = 117,883 (2)^\circ$

$V = 1216,20 (10) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 1,323 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation

Paramètres de la maille à l'aide
de 8419 réflexions

$\theta = 1,0\text{--}26,3^\circ$

$\mu = 0,09 \text{ mm}^{-1}$

$T = 298 \text{ K}$

Prisme, incolore

$0,40 \times 0,35 \times 0,20 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractionmètre KappaCCD

Balayage φ scan

2459 réflexions mesurées

2352 réflexions indépendantes

1939 réflexions avec $I > 3\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0,040$

$\theta_{\text{max}} = 26,3^\circ$

$h = 0 \rightarrow 11$

$k = 0 \rightarrow 18$

$l = -12 \rightarrow 10$

Affinement

Affinement à partir des F^2

$R(F) = 0,049$

$wR(F^2) = 0,064$

$S = 1,17$

1939 réflexions

163 paramètres

Les paramètres des atomes d'hydrogène en position théorique

$w = 1/(\sigma^2(F_o^2) + 0,03F_o^2)$

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,022$

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,17 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,14 \text{ e \AA}^{-3}$

Collection des données: *KappaCCD Reference Manual* (Nonius, 1998); 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); graphisme moléculaire: *ORTEPII* (Johnson, 1976); 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.
- Campaigne, E. & McLaughlin, A. R. (1983). *J. Heterocycl. Chem.* **20**, 623–628.
- Ikeda, Y., Kuwano, E. & Eto, M. (1992). *J. Fac. Agr. Kyushu University (Japan)*, **37**, 81–92.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, EU.
- Loscher, W., Lehman, H., Behl, B. & Seemann, D. (1999). *J. Neurosci.* **11**, 250–262.
- Mackay, S., Gilmore, C. J., Edwards, C., Stewart, N. & Shankland, K. (1999). *maXus*. Nonius, Les Pays-Bas, MacScience, Le Japon, et 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.
- Romer, D. R., Aldrich, B. L., Pews, R. G. & Walter, R. W. J. (1995). *J. Pest. Sci.* **43**, 263–266.
- Sutherland, J. B., Evans, F. E., Freeman, J. P. & Williams, A. J. (1996). *Lett. Appl. Microbiol.* **22**, 199–207.
- Ungermach, F. R. (1996). *Proc. Sci. Conf. Meat Prod.*, Brussels. pp. 333–346.