

2-Méthyl-3-(3-méthyl-1*H*-pyrazol-5-yl)pyrido-
[1,2-*a*]pyrimidin-4-oneB. Elotmani,^a M. Elmahi,^a
E. M. Essassi^a et M. Pierrot^{b*}^aLaboratoire de Chimie Organique
Hétérocyclique, Faculté des Sciences, Université
Mohamed V, Rabat, Morocco, and ^bLBS-UMR
6517, Centre Scientifique Saint-Jérôme, 13397
Marseille Cedex 20, FranceCorrespondence e-mail:
marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr

Key indicators

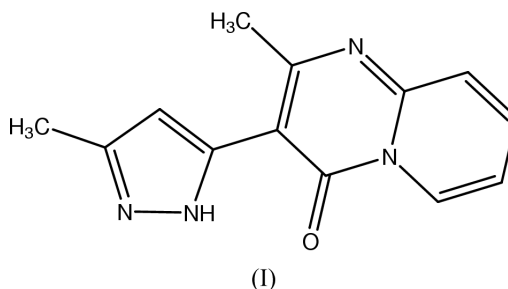
Single-crystal X-ray study
T = 293 K
Mean $\sigma(C-C)$ = 0.002 Å
R factor = 0.040
wR factor = 0.112
Data-to-parameter ratio = 13.3For details of how these key indicators were
automatically derived from the article, see
<http://journals.iucr.org/e>.

The structure of the title compound, C₁₃H₁₂N₄O, shows that the molecule adopts a flat conformation. There is an intermolecular hydrogen bond between the NH function of the pyrazole ring and the O atom of the pyridopyrimidinone group.

Reçu le 4 mars 2002
Accepté le 6 mars 2002
Internet 15 mars 2002

Commentaire

L'intérêt que suscite la chimie des pyrimidines repose essentiellement sur leur rôle dans le système biologique, particulièrement dans les acides nucléiques dont ils constituent les nucléobases majeures. Depuis quelques années, les recherches se sont orientées vers la préparation de nouvelles pyrimidines associant différents hétérocycles, qui pourraient présenter des activités biologiques potentielles (Rahman & Chabra, 1998) plus importantes que leurs précurseurs. Ainsi l'étude des systèmes de type pyrido[1,2-*a*]pyrimidine a connu un essor considérable ces dernières années, suite à la mise en évidence de leurs diverses applications dans le domaine biologique et pharmacologique. En effet, de tels composés sont utilisés en tant qu'analgésiques, tranquillisants (Yale & Spitzmiller, 1975; Yale, 1976*a*; Yale & Sheehan, 1977; Sato *et al.*, 1976; Meszaros *et al.*, 1971), anti-inflammatoires, anti-allergiques (Sterling, 1969; Leshner, 1976; Juby, 1979; Chinoin, 1979, 1981), hypotenseurs (Yale, 1976*b*) et vasodilatateurs (Yoshioka *et al.*, 1972).



C'est dans ce contexte que nous avons préparé la 2-méthyl-3-(3-méthyl-1*H*-pyrazol-5-yl)pyrido[1,2-*a*]pyrimidin-4-one, (I), obtenue par condensation du 3-(1,3-dioxo-3-butyl)-2-méthylpyrido[1,2-*a*]pyrimidin-4-one avec l'hydrazine hydratée dans l'éthanol à chaud.

La molécule titre, représentée sur la Fig. 1 (Johnson, 1976), se compose de deux parties planes: le bicyclic pyrido-pyrimidine C6/C7/N8/C9–N14/C15 [déviations standard 0,0172 (8) Å] et le cycle pyrazole N1/N2/C3/C4/C5 [déviations standard 0,0029 (8) Å]. L'angle dièdre entre ces deux plans est 9,54 (9)°. L'empilement dans le cristal est renforcé par une liaison hydrogène N1–H1...O18 égale à 3,020 (2) Å.

Partie expérimentale

A une solution de $2,0 \times 10^{-3}$ mol de 3-(1,3-dioxo-3-butyl)-2-méthylpyrido[1,2-*a*]pyrimidin-4-one dans 20 ml d'éthanol, on ajoute $2,1 \times 10^{-3}$ mol d'hydrazine hydratée. Le mélange est porté à reflux pendant 1 h. Le produit qui précipite après diminution du volume de l'éthanol, est filtré et recristallisé dans l'éthanol.

Données cristallines

$C_{13}H_{12}N_4O$	$D_x = 1,398 \text{ Mg m}^{-3}$
$M_r = 240,27$	Mo $K\alpha$ radiation
Monoclinique, $C2/c$	Paramètres de la maille à l'aide
$a = 28,400 (7) \text{ \AA}$	de 15817 réflexions
$b = 5,1148 (2) \text{ \AA}$	$\theta = 1-26^\circ$
$c = 18,321 (4) \text{ \AA}$	$\mu = 0,09 \text{ mm}^{-1}$
$\beta = 120,93 (1)^\circ$	$T = 293 (2) \text{ K}$
$V = 2282,9 (8) \text{ \AA}^3$	Prisme, jaune
$Z = 8$	$0,35 \times 0,25 \times 0,15 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractomètre Nonius KappaCCD	$R_{\text{int}} = 0,048$
Balayage φ	$\theta_{\text{max}} = 26,0^\circ$
Pas de correction d'absorption	$h = 0 \rightarrow 34$
15817 réflexions mesurées	$k = 0 \rightarrow 6$
2201 réflexions indépendantes	$l = -22 \rightarrow 18$
1895 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$	

Affinement

Affinement à partir des F^2	Affinement des atomes d'hydrogène
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,040$	avec contraintes
$wR(F^2) = 0,112$	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0585P)^2 +$
$S = 1,05$	$0,8769P]$ where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
2201 réflexions	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,001$
166 paramètres	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,16 \text{ e \AA}^{-3}$
	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,16 \text{ e \AA}^{-3}$

Tableau 1

Distances et liaisons hydrogène (\AA , $^\circ$).

$D-H \cdots A$	$D-H$	$H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
$N1-H1 \cdots O18^i$	0,86	2,30	3,020 (2)	141

Code de symétrie: (i) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} - y, 1 - z$.

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: *SHELXL97* (Sheldrick, 1997); graphisme moléculaire: *ORTEPII* (Johnson, 1976); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL97*.

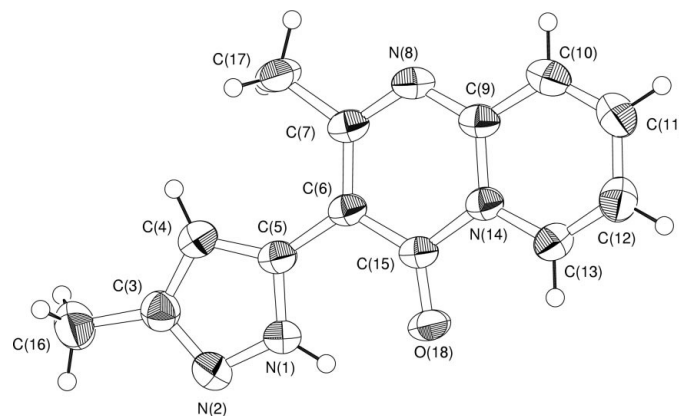


Figure 1

Dessin *ORTEPII* (Johnson, 1976) de la molécule. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

Références

- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C., Guagliardi, A., Burla, M. C., Polidori, G. & Camalli, M. (1994). *J. Appl. Cryst.* **27**, 435.
- Chinoïm Chem. Pharma. Works Ltd (1979). Belgian Patent 873,194; *Chem. Abstr.* (1979), **91**, 74647.
- Chinoïm Chem. Pharma. Works Ltd (1981). Belgian Patent 883,219; *Chem. Abstr.* (1981), **94**, 208894.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Juby, P. F. (1979). US Patent 4,122,274; *Chem. Abstr.* (1979), **92**, 103998.
- Leshner, G. Y. (1976). US Patent 3,907,798; *Chem. Abstr.* (1976), **84**, 44130.
- Meszaros, Z., Knall, J. & Szentmikloï, P. (1971). British Patent 1,209,946; *Chem. Abstr.* (1971), **75**, 5939.
- Nonius (1998). *KappaCCD Reference Manual*. Nonius BV, Delft, The Netherlands.
- Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods in Enzymology*, Vol. 276, *Macromolecular Crystallography*, Part A, edited by C. W. Carter Jr and R. M. Sweet, pp. 307–326. New York: Academic Press.
- Rahman, L. K. A. & Chabra, S. R. (1998). *Med. Res. Rev.* **8**, 95–155.
- Sato, Y., Fujita, H., Takagi, H. & Kamoshita, K. (1976). German Patent 2,526,983; *Chem. Abstr.* (1976), **84**, 135712.
- Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sterling Drug Inc. (1969). British Patent 1,147,760; *Chem. Abstr.* (1969), **71**, 49967.
- Yale, H. L. (1976a). US Patent 3,929,787; *Chem. Abstr.* (1976), **84**, 105645.
- Yale, H. L. (1976b). US Patent 3,935,197; *Chem. Abstr.* (1976), **85**, 21430.
- Yale, H. L. & Sheehan, J. T. (1977). US Patent 4,022,897; *Chem. Abstr.* (1977), **87**, 85040.
- Yale, H. L. & Spitzmiller, E. R. (1975). US Patent 3,898,224; *Chem. Abstr.* (1975), **83**, 179105.
- Yoshioka, Y., Marumoto, R., Honyo, M. & Kikuchi, K. (1972). German Patent 2,131,938; *Chem. Abstr.* (1972), **76**, 99994.