

3-Methyl-4-(7-methylthiazolo[3,2-a]pyrimidin-5-yl)-2-phenyl-1H-pyrazol-5-one dihydrate

B. Djerrari,^{a*} E. M. Essassi,^a J. Fifi^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, France

Correspondence e-mail:
marcel.pierrot@lbs.u-3mrs.fr

Key indicators

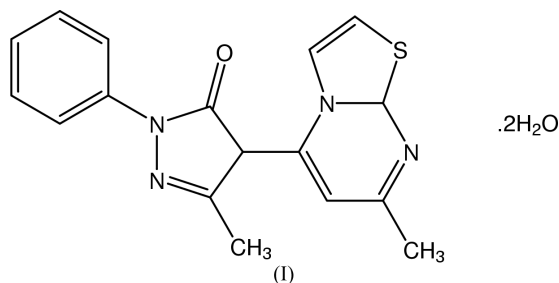
Single-crystal X-ray study
 $T = 298\text{ K}$
Mean $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.001\text{ \AA}$
 R factor = 0.048
 wR factor = 0.068
Data-to-parameter ratio = 8.1

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

The structure of the title compound, $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{OS}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, has been established by an X-ray crystallographic study. It crystallizes with two water molecules which are involved in two intramolecular and one intermolecular hydrogen bonds.

Commentaire

L'intérêt que suscite la chimie des pyrazoles repose essentiellement sur leur rôle dans le domaine de la pharmacologie (Lednicer & Mitscher, 1977; Makhsumov *et al.*, 1986). De même, les thiazoles ont été évalués comme des composés possédant des activités antibiotiques (Bhalla *et al.*, 1994), alors que les pyrimidines comptent parmi les composés hétérocycliques ayant reçu la plus grande attention grâce à leurs activités biologique et pharmacologique (Yale & Sheehan, 1997). L'association de ces hétérocycles pourrait apporter non seulement une activité physiologique supérieure mais de façon plus importante des différences dans leur spectre d'activité.



La pyrazolylidènthiazolopyrimidine, (I), est obtenue par action de l'acétoacetyl-pyrazole sur l'aminothiazole au reflux du butanol. Sa structure a été établie sur la base des données spectrales RMN ^1H , ^{13}C et masse, puis confirmée par une étude structurale par diffraction des rayons X.

Le bicyclic thiazolopyrimidine est plan (déviations r.c.m. 0,022 Å) et fait un angle de 41,8° avec le cycle pyrazolyle (déviations r.c.m. 0,013 Å). Ce dernier fait un angle de 24,35° avec le cycle phényle (déviations r.c.m. 0,004 Å). La molécule cristallise avec deux molécules d'eau, notées O24 et O25. Ces 2 molécules sont liées par une liaison hydrogène et chaque molécule est engagée dans une seconde liaison H (Table 1). O24 établit une liaison intramoléculaire avec O17 et O25 établit une liaison intermoléculaire avec N11.

Partie expérimentale

0,005 mol de 2-aminothiazole et 0,005 mol diacétoacétylpyrazole sont portés à reflux dans 30 ml du n-butanol pendant une heure. Le

Reçu le 11 avril 2001
Accepté le 30 avril 2001
Internet 10 mai 2001

solvant de la réaction est réduit de moitié. Le produit qui précipite est filtré, puis recristallisé dans l'éthanol.

Données cristallines

$C_{17}H_{14}N_4OS \cdot 2H_2O$

$M_r = 358,42$

Orthorhombique, $P2_12_12_1$

$a = 10,0535 (2) \text{ \AA}$

$b = 10,9029 (3) \text{ \AA}$

$c = 15,4808 (5) \text{ \AA}$

$V = 1696,89 (8) \text{ \AA}^3$

$Z = 4$

$D_x = 1,403 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation

Paramètres de la maille à l'aide
de 11,974 réflexions

$\theta = 1-25,3^\circ$

$\mu = 0,22 \text{ mm}^{-1}$

$T = 298 \text{ K}$

Prisme, rouge

$0,50 \times 0,40 \times 0,30 \text{ mm}$

Collection des données

Diffractionmètre KappaCCD

Balayage φ scan

1851 réflexions mesurées

1759 réflexions indépendantes

1726 réflexions avec $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0,025$

$\theta_{\text{max}} = 25,4^\circ$

$h = 0 \rightarrow 11$

$k = 0 \rightarrow 13$

$l = 0 \rightarrow 19$

Affinement

Affinement à partir des F^2

$R(F) = 0,048$

$wR(F^2) = 0,068$

$S = 1,80$

1726 réflexions

213 paramètres

H atomes: paramètres contraints

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

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,008$

$\Delta\rho_{\text{max}} = 0,41 \text{ e \AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\text{min}} = -0,81 \text{ e \AA}^{-3}$

Tableau 1

Géométrie des liaisons hydrogen (\AA , $^\circ$).

$D-H \cdots A$	$D-H$	$H \cdots A$	$D \cdots A$	$D-H \cdots A$
O24—H24 \cdots O17	0,92	1,97	2,820 (1)	152
O25—H25 \cdots O24	1,00	1,93	2,874 (1)	157
O25—H25 \cdots N11 ⁱ	1,02	1,99	2,984 (1)	164
O9—H9A \cdots O1 ⁱⁱ	0,95	1,85	2,7988 (8)	176
O9—H9B \cdots O1 ⁱⁱⁱ	0,90	1,99	2,8975 (8)	176

Codes de symétrie: (i) $x, 2 + y, z$; (ii) $-\frac{1}{2} - x +, 1 - y, \frac{1}{2} + z +$; (iii) $\frac{1}{2} - x +, -y, \frac{3}{2} + z +$.

Collection des données: *KappaCCD Reference Manual* (Nonius, 1998); réduction des données: *DENZO* et *SCALEPACK* (Otwinowski & Minor, 1997); programme(s) pour la solution de la structure: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1994); programme(s) pour l'affinement

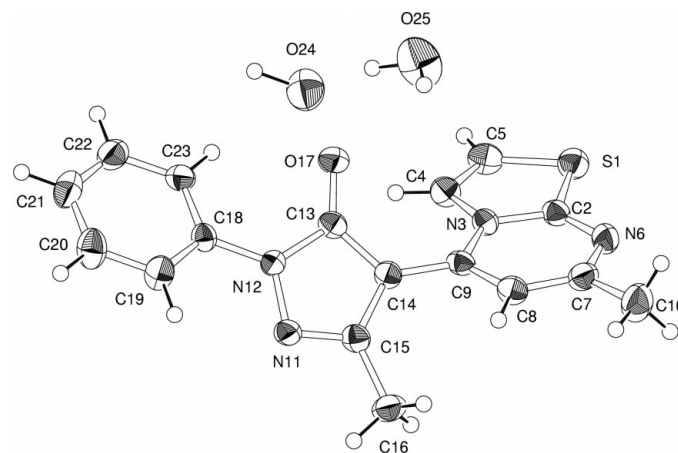


Figure 1

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

de la structure: *maXus* (Mackay *et al.*, 1999); graphisme moléculaire: *ORTEP* (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.
 Bhalla, M., Scrivastava, V. K., Bhalla, T. N. & Shanker, K. (1994). *Bull. Chim. Farm.* **133**, 521–526.
 Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Lednicer, D. & Mitscher, A. (1977). *The Organic Chemistry of Drug Synthesis*, pp 234–238. New York, London, Sydney, Toronto: John Wiley and Sons Inc.
 Mackay, S., Gilmore, C. J., Edwards, C., Stewart, N. & Shankland, K. (1999). *maXus*. Nonius, Les Pays-Bas, MacScience, Le Japon, and Université de Glasgow, L'Écosse.
 Makhsumov, A. G., Dzhurau, A. D., Kilichov, G. & Nikbaev, A. T. (1986). *Khim. Farm. Zh.* **20**, 289–291. (In Russian.)
 Nonius (1998). *KappaCCD Reference Manual*. Nonius BV, Delft, Les Pays-Bas.
 Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods Enzymol.* **276**, 307–326.
 Yale, H. L. & Sheehan, J. T. (1997). US Patent 4, 022, 897 [A87, 85040].