

К. Руткаускас, З.-И. Бересневичюс

АЛКИЛИРОВАНИЕ И АЦИЛИРОВАНИЕ  
1-(4-ФЕНИЛАМИНОФЕНИЛ)ДИГИДРОПИРИМИДИН-  
2,4-(1Н,3Н)-ДИОНОВ

Алкилированием и ацилированием 1-(4-фениламинофенил)дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дионов получены С- и N-замещенные производные. В реакцию ацилирования вступает вторичная аминогруппа, а потом амидная группа гетероцикла.

**Ключевые слова:** пиримидиндионы, алкилирование, ацилирование.

Наличие гетероциклического и двух ароматических колец, а также и вторичной аминогруппы в 1-(4-фениламинофенил)дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дионе (**1**) делает его интересным объектом в реакциях электрофильного замещения. Нами было показано [1], что ход реакции бромирования зависит также и от метильных групп в положениях 5 или 6 гетероцикла.

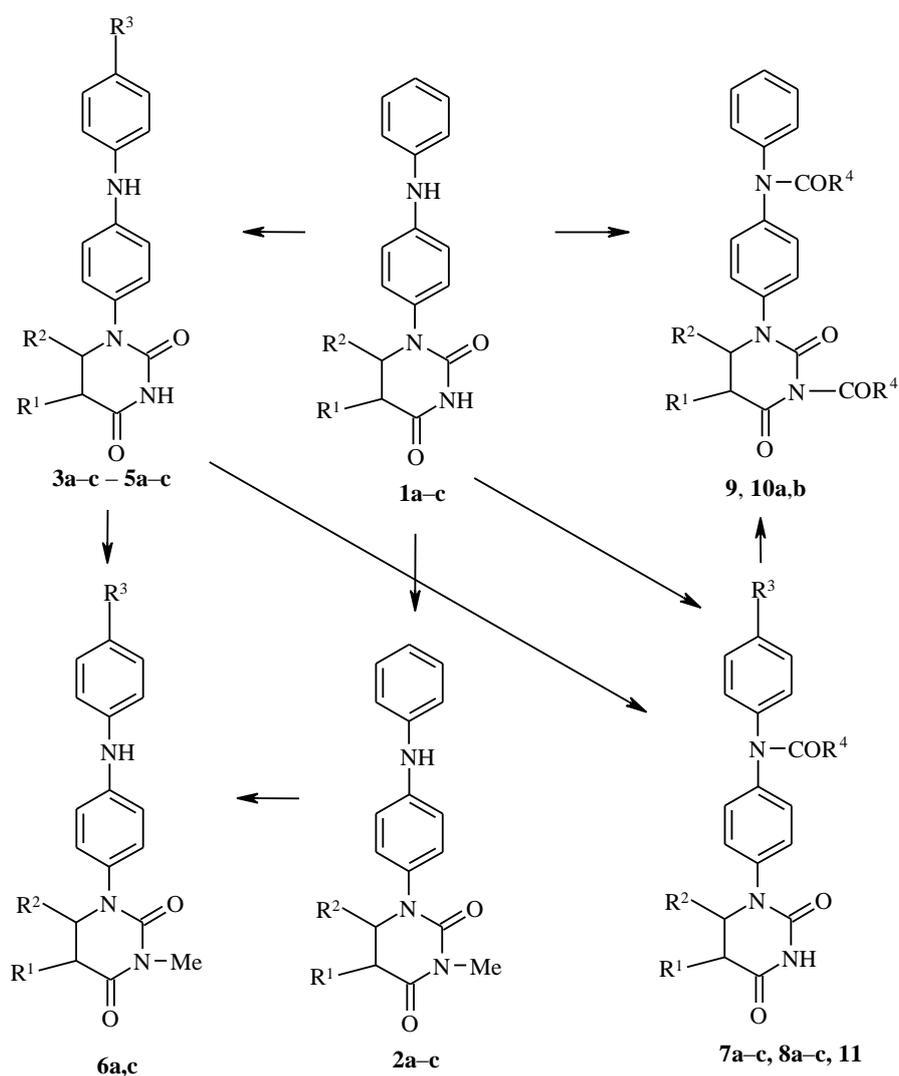
В продолжение работ [2] по изучению алкилирования производных пиримидиндионов в настоящей работе проведены реакции алкилирования и ацилирования соединений **1**.

При воздействии диметилсульфатом на соединения **1** в присутствии эквивалентного количества NaOH или KOH при комнатной температуре происходит N(3)-алкилирование и продукты **2** образуются с выходом, достигающим 90%. Алкилирование метилиодидом проходит намного труднее и с более низким выходом продуктов реакции.

В ИК спектрах соединений **2** отсутствует полоса поглощения амидной группы при  $3228\text{ см}^{-1}$ , которая хорошо видна в спектрах соединений **1**. В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  протоны метильных групп у N(3) проявляются в виде синглетов в области 3.10–3.28 м. д. Синглет протона незамещенной амидной группы гетерокольца исходных соединений **1** обнаруживается в интервале 7.6–7.8 м. д.

Алкилирование ароматической части соединений **1** проведено спиртами с использованием кислот в качестве растворителей. Реакции с изопропиловым спиртом и циклогексанолом легко протекают в серной и ортофосфорной кислотах и приводят к образованию алкилпроизводных **3** и **4** с хорошим выходом. В случае алкилирования третичным бутиловым спиртом в ортофосфорной кислоте реакция продолжалась 40 ч, в серной кислоте проходило осмоление, причем выход не превышал 30%. Наилучшие результаты алкилирования *трет*-бутиловым спиртом были достигнуты при проведении реакции в трифторуксусной кислоте – *трет*-бутилпроизводные **5** выделены с выходом 77–88%.

Диалкильное производное **6a** получено алкилированием N(3)-метилдигидропиримидиндиона **2a** *трет*-бутиловым спиртом в трифторуксусной кислоте и воздействием на 4-*трет*-бутилпроизводное **5a** диметилсульфатом или иодистым метилом в присутствии KOH.



**2a-8a, 9, 10a, 11**  $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{H}$ ; **3b-5b, 7b, 8b, 10b**  $\text{R}^1 = \text{Me}$ ,  $\text{R}^2 = \text{H}$ ; **2c-8c**  $\text{R}^1 = \text{H}$ ,  $\text{R}^2 = \text{Me}$ ;  
**3a-c**  $\text{R}^3 = \text{Me}_2\text{CH}$ ; **4a-c**  $\text{R}^3 = \text{C}_6\text{H}_{11}$ ; **5a-c** **6a,c, 11**  $\text{R}^3 = \text{Me}_3\text{C}$ ; **7a-c, 8a-c**  $\text{R}^3 = \text{H}$ ;  
**7a-c, 10a,b, 11**  $\text{R}^4 = \text{Me}$ ; **8a-c, 9**  $\text{R}^4 = \text{Ph}$

В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  соединений **3, 5** в области 6.9–7.2 м. д. имеются два перекрывающихся квартета фенольных протонов, а в сильных полях проявляются сигналы метильных или циклогексильного радикалов.

В реакциях ацилирования соединений **1** более реакционноспособной оказалась вторичная ароматическая аминогруппа. При воздействии эквивалентным количеством хлористого ацетила на соединение **1** в пиридиновом растворе образуются соединения **7** и **8**. При ацилировании уксусным ангидридом замещение имеет место и у N(3) гетероцикла, так что образуются диацильные производные **9** и **10a,b**. В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  соединений **7, 8** отсутствует синглет вторичной аминогруппы в области 956

8 м. д., но наблюдается синглет амидной группы при 10 м. д. В моноацетилированных производных **7** имеется синглет протонов ацетильной группы при 1.9 м. д. Наличие бензоильной группы в соединениях **8** подтверждается интегральной кривой, соответствующей 14 протонам в области 6–7 м. д. В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  диацилпроизводных **9** и **10** отсутствует сигнал протона амидной группы гетерокольца.

При кипячении 1-[4-(*трет*-бутилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-диона (**4a**) с эквивалентным количеством ацетилхлорида в пиридине в течение 4 ч образуется N-ацетильное производное **11**.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры снимали на приборе UR-20 (таблетки KBr). Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  получали на приборах Bruker AW 80 (80 МГц), Tesla BS-487 (80 МГц), JEOL FX-100 (100 МГц), внутренний стандарт ГМДС. Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений проводили методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254.

**3-Метил-1-(4-фениламинофенил)дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (2a).** В смесь 14.05 г (50 ммоль) дигидроурацила **1a**, 100 мл 10% NaOH и 200 мл 1,4-диоксана при кипячении добавляют 23 мл (24 ммоль) диметилсульфата. Реакционную смесь оставляют на 28 ч при комнатной температуре, разбавляют 100 мл водой и подкисляют HCl до кислой реакции по конго. Выход 8.2 г (55.6%). Т. пл. 203–204 °С (из пропанола-2). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CF}_3\text{COOH}$ ),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 2.75 (2H, т,  $J = 6$ ,  $\text{CH}_2\text{CO}$ ); 2.97 (3H, с,  $\text{NCH}_3$ ); 3.60 (2H, т,  $J = 6$ ,  $\text{NCH}_2$ ); 6.93–7.50 (9H, м, ArH). Найдено, %: С 69.7; Н 5.8; N 13.6.  $\text{C}_{17}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_2$ . Вычислено, %: С 69.2; Н 5.8; N 14.9.

**3,5-Диметил-1-(4-фениламинофенил)дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (2b)** получают из 14.76 г (50 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1b**, 50 мл 10% NaOH, 150 мл 1,4-диоксана и 15 мл (210 ммоль) диметилсульфата аналогично **2a**. Выход 10.5 г (75%). Т. пл. 155–156 °С (из этанола). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 1.07 (3H, д, 5- $\text{CH}_3$ ); 2.00–3.11 (2H, м,  $\text{CH}_2$ ); 3.18 (3H, с,  $\text{N-CH}_3$ ); 3.40–4.00 (1H, м, CH); 5.60–6.00 (1H, м, 1NH); 6.63–7.37 (9H, ArH). Найдено, %: С 69.9; Н 6.7; N 13.9.  $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_2$ . Вычислено, %: С 70.3; Н 6.3; N 13.6.

**3,6-Диметил-1-(4-фениламинофенил)дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (2c)** получают из 14.76 г (50 ммоль) 6-метилдигидроурацила **1c**, 50 мл 10% NaOH, 150 мл 1,4-диоксана и 15 мл (210 ммоль) диметилсульфата аналогично соединению **2a**. Выход 10.5 г (75%). Т. пл. 155–156 °С (из этанола). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 1.07 (3H, д, 6- $\text{CH}_3$ ); 2.00–3.11 (2H, м,  $\text{CH}_2\text{CO}$ ); 3.18 (3H, с,  $\text{N-CH}_3$ ); 3.40–4.00 (1H, м, CH); 5.60–6.00 (1H, м, 1NH); 6.63–7.37 (9H, м, ArH). Найдено, %: С 69.9; Н 6.2; N 13.6.  $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_2$ . Вычислено, %: С 70.3; Н 6.3; N 13.6.

**1-[4-(4-Изопропилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (3a).** В раствор 7.0 г (12.5 ммоль) пиримидиндиона **1a** в 50 мл 80% серной кислоты при 80 °С и при перемешивании вводят 2 мл пропанола-2 и продолжают нагревать 24 ч. Реакционную смесь выливают в 200 мл холодной воды. Выпавший осадок отфильтровывают. Выход 2.7 г (32.5%). Т. пл. 250–251 °С (из этанола). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CF}_3\text{COOH}$ ),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 0.5–1.0 (6H, м, 2 $\text{CH}_3$ ); 2.68 (2H, т,  $J = 6$ ,  $\text{CH}_2\text{CO}$ ); 3.68 (2H, т,  $J = 6$ ,  $\text{CH}_2\text{N}$ ); 7.06 (4H, д,  $J = 8$ , ArH); 7.21 (4H, д,  $J = 4$ , ArH); 9.37 (1H, с, 1NH). Найдено, %: С 70.6; Н 6.4; N 12.8.  $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_2$ . Вычислено, %: С 70.6; Н 6.6; N 13.0.

**1-[4-(4-Изопропилфениламино)фенил]-5-метилдигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (3b).** К раствору 1.52 г (5 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1b** в 80 мл 80% серной кислоты при перемешивании приливают 2.5 мл пропанола-2 и нагревают 30 ч при 80 °С. Реакционную массу охлаждают, выливают в 100 мл воды, нейтрализуют аммиаком. Осадок отфильтровывают и кристаллизуют из смеси хлороформ–гексан, 1:5. Выход 0.89 г (51%). Т. пл. 179–180 °С (из этанола). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3 + \text{CF}_3\text{COOH}$ ),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 0.82 (3H, д,  $J = 6$ ,  $\text{CH}_3$ ); 1.10–1.40 (6H, м, 2 $\text{CH}_3$ ); 2.82–3.20 (1H, м, CH); 3.80–4.00 (2H, м,  $\text{CH}_2$ ); 7.21–7.60 (9H, м, ArH); 9.38 (1H, с, NH). Найдено, %: N 12.71.  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_2$ . Вычислено, %: N 12.46.

**1-[4-(4-Изопропилфениламино)фенил]-6-метилдигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (3с).** В раствор 1.52 г (5 ммоль) 6-метилдигидроурацила **1с** в 80 мл 80% серной кислоты при перемешивании и нагревании до 80 °С добавляют 2 мл пропанола-2. Выделяют аналогично соединению **1б**. Выход 1.38 г (81%). Т. пл. 160–161 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д., J (Гц): 0.96 (3H, д, J = 7, CH<sub>3</sub>); 1.34–1.75 (6H, м, 2CH<sub>3</sub>); 2.37–3.01 (3H, м, CH<sub>2</sub>, CH); 5.82–6.10 (1H, м, 1NH); 6.75–7.50 (8H, м, ArH). Найдено, %: N 12.52. C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 12.46.

**1-[4-(4-Циклогексилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (4а).** В раствор 14.2 г (50 ммоль) дигидроурацила **1а** в 100 мл 80% ортофосфорной кислоты при перемешивании и нагревании до 80 °С добавляют 15 мл циклогексанола и нагревают 50 ч. Реакционную смесь выливают в 200 мл воды. Выход 3.6 г (19.8%). Т. пл. 148.5–149.5 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.20–1.94 (14H, м, циклогексил, CH<sub>3</sub>); 2.75 (2H, т, J = 6, CH<sub>2</sub>CO); 3.75 (2H, т, J = 6, NCH<sub>2</sub>); 5.10–6.80 (1H, м, 1NH); 6.75–7.25 (8H, м, ArH); 8.0 (1H, ш. с, 1NH). Найдено, %: C 73.01; H 7.1; N 11.8. C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 72.8; H 6.9; N 11.6.

**5-Метил-1-[4-(4-циклогексилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (4б).** В раствор 1.42 г (5 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1б** в 80 мл 80% серной кислоты при перемешивании добавляют 3 мл циклогексанола и нагревают 30 ч при 80 °С. Выделяют аналогично соединению **4а**. Выход 0.8 г (42.44%). Т. пл. 114–115.6 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д.: 1.1–2.1 (14H, м, циклогексил, CH<sub>3</sub>); 2.80 (1H, с, CH); 3.10–3.90 (2H, м, CH<sub>2</sub>); 6.80–7.30 (9H, ArH, 1NH); 9.70 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 11.35. C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 11.14.

**6-Метил-1-[4-(4-циклогексиламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (4с).** В раствор 1.42 г (5 ммоль) 6-метилдигидроурацила **1с** в 80 мл 80% серной кислоты при перемешивании добавляют 3 мл циклогексанола. Выделяют аналогично соединению **4а**. Выход 0.8 г (42.44%). Т. пл. 160–161 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>), δ, м. д.: 1.20–1.94 (14H, м, циклогексил, CH<sub>3</sub>); 2.52–3.145 (2H, м, АВ часть АВХ системы, CH<sub>2</sub>), 3.675–4.125 (1H, м, CH); 7.00–7.70 (8H, два перекрыт. кв, ArH); 7.90 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 11.31. C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 11.14.

**1-[4-(4-трет-Бутилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (5а).** Раствор 2.82 г (10 ммоль) дигидроурацила **1а**, 10 мл (100 ммоль) трет-бутилового спирта, 14 мл трифторуксусной кислоты кипятят 3 ч. Реакционную смесь выливают в 100 мл холодной воды. Выход 2.9 г (87.7%). Т. пл. 190–191.5 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (DMCO-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.22 (9H, с, 3CH<sub>3</sub>); 2.65 (2H, т, J = 6, CH<sub>2</sub>CO); 3.70 (2H, т, J = 6, NCH<sub>2</sub>); 6.88–7.15 (8H, м, ArH); 7.80 (1H, с, NH); 9.86 (1H, с, NHCO). Найдено, %: N 13.02. C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 12.95.

**1-[4-(4-трет-Бутилфениламино)фенил]-5-метилдигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (5б).** Раствор 2.95 г (10 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1б** в 10 мл (100 ммоль) трет-бутилового спирта, 14 мл трифторуксусной кислоты кипятят 3 ч. Выделяют аналогично соединению **5а**. Выход 2.71 г (78.88%). Т. пл. 213–214 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (уксусная кислота-d<sub>4</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.17 (3H, д, J = 6.4, CH<sub>3</sub>); 1.29 (9H, с, 3CH<sub>3</sub>); 2.72–3.12 (1H, м, CH); 3.52–3.80 (2H, м, CH<sub>2</sub>, АВ часть АВХ системы); 6.80–7.30 (8H, два перекрыт. к, ArH); 9.00 (1H, с, NH). Найдено, %: N 12.31. C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 12.42.

**1-[4-(4-трет-Бутилфениламино)фенил]-6-метилдигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (5с).** Раствор 2.95 г (10 ммоль) 6-метилдигидроурацила **1с** в 10 мл (100 ммоль) трет-бутилового спирта, 14 мл трифторуксусной кислоты кипятят 3 ч. Выделяют аналогично соединению **5а**. Выход 2.64 г (78.1%). Т. пл. 226–227 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (ацетон-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.30 (3H, д, J = 6.4, CH<sub>3</sub>); 2.50–3.30 (2H, м, CH<sub>2</sub>); 3.90–4.20 (1H, уш. с, NH); 7.00–7.50 (8H, м, ArH). Найдено, %: N 12.30. C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 12.42.

**1-[4-(4-трет-Бутилфениламино)фенил]-3-метилдигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (6а).** В смесь 1.6 г (5.7 ммоль) соединения **5а**, 10 мл 10% NaOH и 20 мл 1,4-диоксана при кипячении добавляют 2.6 мл (8 ммоль) диметилсульфата. Смесь кипятят 3 ч и оставляют на 28 ч при комнатной температуре. Жидкие фракции отгоняют на ротационном испарителе. Маслянистую массу разбавляют водой (~1:3), полученные кристаллы отфильтровывают. Выход 1.1 г (55%). Т. пл. 68.5–70 °С (хлороформ-гексан, 1:3) Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (ацетон-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.26 (9H, с, 3CH<sub>3</sub>); 2.86 (2H, т, J = 8, COCH<sub>2</sub>); 3.06 (3H, с, N-CH<sub>3</sub>); 3.78 (2H, т, J = 8, N-CH<sub>2</sub>); 4.75–5.50 (1H, уш. с, 1NH); 6.80–7.50 (8H, м, ArH). Найдено, %: N 11.85. C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 11.96.

**1-[4-(4-трет-Бутилфениламинофенил)фенил]-3,6-диметилдигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (6с).** В смесь 1.69 г (5 ммоль) соединения **5с**, 10 мл 10% NaOH и 20 мл 1,4-диоксана при кипячении добавляют 2.6 мл (8 ммоль) диметилсульфата. Смесь кипятят 3 ч и оставляют на 28 ч при комнатной температуре, разбавляют водой и подкисляют HCl до кислой реакции по конго. Выход 1.65 г (87.1%). Т. пл. 118–119 °С (хлороформ–гексан, 1:3). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (ацетон-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.13 (3H, д, J = 6.6, CH<sub>3</sub>); 1.27 (9H, с, 3CH<sub>3</sub>); ν<sub>a</sub> 2.54, ν<sub>b</sub> 3.13, J<sub>AX</sub> = -3.9, J<sub>BX</sub> = 6.1, J = 16.5 или ν<sub>a</sub> 3.76, ν<sub>b</sub> 2.75 м. д., J<sub>AX</sub> = 48.0, J<sub>BX</sub> = 58.4, J = 16.5 (2H, АВ часть АВХ системы); 3.09 (3H, с, N-CH<sub>3</sub>); 3.80–4.10 (1H, уш. с, 1H); 6.90–7.50 (9H, м, ArH). Найдено, %: N 11.63. C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 11.55.

**3-[N-Ацетил-(4-фениламинофенил)]дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (7а).** В смесь 2.82 г (10 ммоль) дигидроурацила **1а** в 25 мл пиридина при кипячении добавляют 1.96 г (25 ммоль) ацетилхлорида и кипятят 6 ч. Реакционную смесь оставляют на 12 ч при комнатной температуре, фильтруют. Фильтрат разбавляют водой (~1:3). Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой, пропанолом-2. Выход 0.9 г (27.8%). Т. пл. 248–249 °С (из этанола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CF<sub>3</sub>COOH), δ, м. д.: 1.94 (3H, с, COCH<sub>3</sub>); 2.55–2.90 (2H, м, CH<sub>2</sub>CO); 3.50–3.80 (2H, м, NCH<sub>2</sub>); 6.90–7.50 (9H, м, ArH); 9.15 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 13.50. C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 13.67.

**1-[N-Ацетил-(4-фениламинофенил)]-5-метилдигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (7b)** получают из 5.9 г (20 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1b**, 5.3 г (75 ммоль) ацетилхлорида и 25 мл пиридина аналогично соединению **7а**. Выход 5.8 г (84.7%). Т. пл. 178–179 °С (из пропанола-2). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (DMCO-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.04 (3H, д, J = 8, 5-CH<sub>3</sub>); 1.68 (3H, с, NCH<sub>3</sub>); 2.57–3.00 (1H, м, CH); 3.50–3.75 (2H, м, NCH<sub>2</sub>); 7.32 (9H, ArH); 10.40 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 10.65. C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 10.95.

**1-[N-Бензоил-(4-фениламинофенил)]дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (8а)** получают из 14 г (50 ммоль) дигидроурацила **1а**, 7.8 г (70 ммоль) бензоилхлорида в 25 мл пиридина аналогично соединению **7а**. Выход 11.2 г (58.4%). Т. пл. 256–257 °С (из метил-этилкетона). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CF<sub>3</sub>COOH), δ, м. д.: 2.65 (2H, т, CH<sub>2</sub>CO); 3.67 (2H, т, NCH<sub>2</sub>); 6.87–8.00 (14H, м, ArH); 9.12 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 10.81. C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: N 10.90.

**1-[N-Бензоил-(4-фениламинофенил)]-5-метилдигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (8b)** получают из 14 г (50 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1b**, 7.8 г (70 ммоль) бензоилхлорида в 25 мл пиридина аналогично соединению **7а**. Выход 10.6 г (50.5%). Т. пл. 216–217 °С (из пропанола-2). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CF<sub>3</sub>COOH), δ, м. д., J (Гц): 0.95 (3H, дв. д, J = 8, J = 3); 2.50–2.75 (1H, м, CH); 3.30–3.70 (2H, м, CH<sub>2</sub>); 6.25–7.75 (14H, м, ArH). Найдено, %: N 10.61. C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: N 10.52.

**1-[N-Бензоил-(4-фениламинофенил)]-6-метилдигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (8с)** получают из 7.4 г (25 ммоль) 6-метилдигидроурацила **1с**, 11.25 (100 ммоль) бензоилхлорида аналогично соединению **8а**. Выход 5.9 г (60%). Т. пл. 207–208 °С (из толуола). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (CF<sub>3</sub>COOH), δ, м. д., J (Гц): 0.87 (3H, д, J = 3, CH<sub>3</sub>); 2.37–2.88 (2H, АВ часть АВХ системы, J = 18, J = 8.6); 3.60–4.00 (1H, м, CH); 6.25–7.50 (14H, м, ArH); 9.12 (1H, с, 1NH). Найдено, %: N 10.35. C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: N 10.52.

**3-Бензоил-[N-бензоил-(4-фениламинофенил)]дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (9).** Смесь 2.8 г (10 ммоль) дигидроурацила **1а**, 11.54 мл (100 ммоль) бензоилхлорида в 25 мл пиридина кипятят 24 ч. Реакционную смесь охлаждают, выливают в 150 мл холодной воды. Выпавшую маслянистую массу отделяют, промывают водой. При стоянии масса закристаллизовывается. Выход 2.5 г (51.0%). Т. пл. 205–206.5 °С (из смеси пропанол-2–вода). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (DMCO-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 2.42 (2H, т, J = 6, COCH<sub>2</sub>); 3.40 (2H, т, J = 6, NCH<sub>2</sub>); 6.50–7.20 (19H, м, ArH). Найдено, %: C 73.61; N 8.71. C<sub>30</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Вычислено, %: C 73.50; N 8.58.

**3-Ацетил-1-[N-ацетил-(4-фениламинофенил)]дигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (10а).** Смесь 5.06 г (20 ммоль) дигидроурацила **1а**, 23 мл ангидрида уксусной кислоты и 5 г (50 ммоль) уксуснокислого калия нагревают при 60 °С в течение 6 ч. После нагревания реакционную смесь выдерживают 24 ч, выливают в 150 мл холодной воды. Выход 3 г (41%). Т. пл. 117–118 °С (из смеси хлороформ–гексан, 1:5). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (уксусная кислота-d<sub>4</sub>), δ, м. д., J (Гц): 2.087 (3H, с, COCH<sub>3</sub>); 2.14 (3H, с, COCH<sub>3</sub>); 2.85 (2H, т, J = 7, COCH<sub>2</sub>); 3.87 (2H, т, J = 6.6, NCH<sub>2</sub>); 7.40 (8H, м, ArH). Найдено, %: C 65.81; H 5.14; N 11.26. C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Вычислено, %: C 65.74; H 5.24; N 11.50.

**3-Ацетил-1-[N-ацетил-(4-фениламинофенил)]-5-метилдигидропиримидин-2,4-(1Н,3Н)-дион (10b)** получают из 2.95 г (10 ммоль) 5-метилдигидроурацила **1b**, 4 г (40 ммоль)

уксуснокислого калия и 20 мл ангидрида уксусной кислоты аналогично соединению **10a**. Выход 1.8 г (47.6%). Т. пл. 172–173.5 °С (из смеси хлороформ–гексан). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (уксусная кислота-d<sub>4</sub>), δ, м. д.: 1.32 (3H, д, J = 10 Гц); 2.00 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 2.09 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 2.72–3.01 (1H, м, CH); 6.8–7.4 (8H, м, ArH). Найдено, %: Н 5.63; N 11.35. C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Вычислено, %: Н 5.55; N 11.08.

**N-Ацетил-1-[4-(4-*трет*-бутилфениламино)фенил]дигидропиримидин-2,4-(1H,3H)-дион (11)**. В смесь 1.67 г (5 ммоль) соединения **5a** и 13 мл пиридина при кипячении добавляют 1.96 г (25 ммоль) ацетилхлорида и кипятят 4 ч, реакционную смесь оставляют при комнатной температуре на 12 ч, фильтруют. Фильтрат разбавляют водой (~1:3), осадок отфильтровывают. Выход 0.8 г (47.47%). Т. пл. 110–111 °С (из смеси этанол–вода). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (уксусная кислота-d<sub>4</sub>), δ, м. д., J (Гц): 2.51 (2H, т, J = 9.7, COCH<sub>2</sub>); 2.61 (3H, с, COCH<sub>3</sub>); 3.52 (3H, с, NCH<sub>3</sub>); 3.82 (2H, т, J = 7.5, NCH<sub>2</sub>); 7.00–7.50 (9H, м, ArH). Найдено, %: С 67.76; N 12.53. C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: С 67.64; N 12.46.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. К. Руткаускас, З.-И. Бересневичюс, *Chemija*, **1**, 65 (1997).
2. К. Kantminienė, Z. Beresnevičius, G. Mikulskienė, J. Kilberg, J. Braddefalk, *J. Chem. Research (Synop.)*, **1**, 16 (1999).

Каунасский технологический  
университет,  
Каунас LT-3028, Литва  
e-mail: zigmuntas.beresnevicius@ctf.ktu.lt

Поступило в редакцию 11.02.2002