

II -PARTIE EXPERIMENTALE:

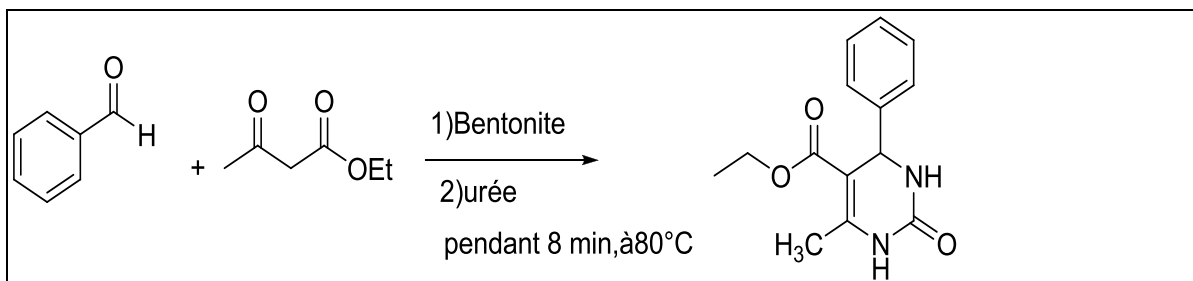
Procédure générale de la synthèse des 3,4-dihydropyrimidinones :

Dans un ballon de 50 ml., on introduit l'aldéhyde aromatique **1** (4 mmol.), l'acétoacétate d'éthyle **2** (6 mmol.), l'urée (ou la thiourée) **3** (8 mmol.) avec une quantité (0.04 mmol.) de l'argile, sans solvant. Le mélange est chauffé à 80°C pendant le temps approprié (l'évolution de la réaction est suivie par CCM).

Après refroidissement, le mélange réactionnel est versé sur 10 ml de l'eau glacée, avec agitation magnétique pendant 5-10 mn. Le solide formé est filtré puis purifié par recristallisation dans l'eau distillée pour donner un produit analytiquement pur.

5-(Ethoxycarbonyl)-6-méthyl-4-phényl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5a):

A partir (424.48 mg) de benzaldéhyde, (780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle, (480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile



Rdt (a) = 46%.

Tfus.: 203-205°C.

Analyses :

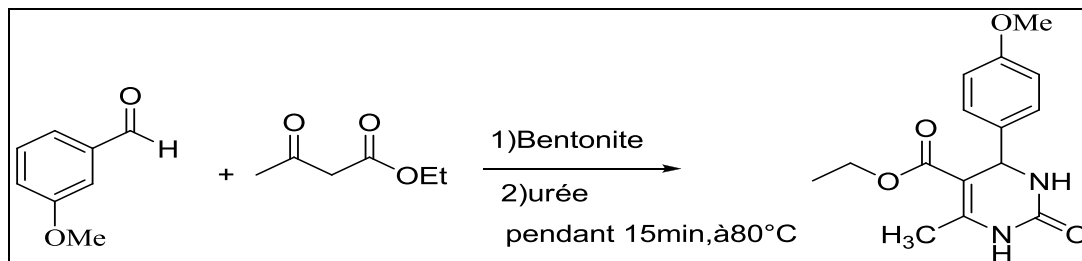
RMN ¹H (DMSO-*d*₆, δ ppm): 9.21 (s, 1H, NH); 7.76 (s, 1H, NH); 7.36-7.22 (m, 5H); 5.16 (s, 1H); 3.99 (q, *J*= 7.1 Hz, 2H); 2.26 (s, 3H); 1.07 (t, *J*= 7.1 Hz, 3H).

RMN ¹³C (DMSO-*d*₆, δ ppm): 165.8, 152.6, 148.7, 145.3, 128.8, 127.7, 126.7, 126.5, 99.7, 59.6, 54.4, 18.2, 14.5.

IR (KBr): λ (cm⁻¹) 3244, 3115, 1726, 1701, 1649, 1466, 1419, 1313, 1290, 1223, 1092, 758.

5-(Ethoxycarbonyl)-4-(4-méthoxyphényl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5b):

A partir (496.48 mg) de p- anizaldéhyde ,(780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle ,(480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt: (a)=93%

Tfus.: 200-202°C.

Analyses :

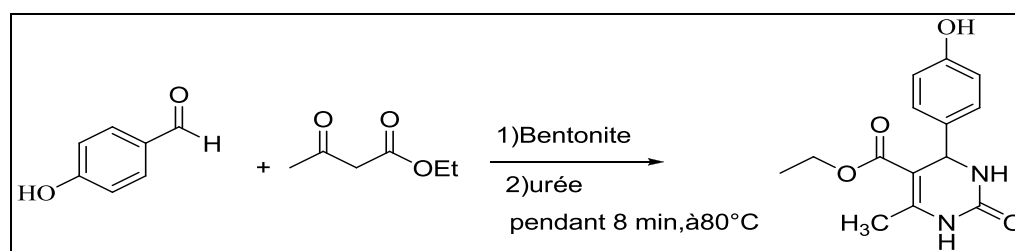
RMN ¹H (DMSO-*d*₆, δ ppm): 9.24 (s, 1H, NH); 7.74 (s, 1H, NH); 7.20 (d, *J*= 8.2 Hz, 2H); 6.88 (d, *J*=8.2 Hz, 2H); 5.12 (s, 1H); 3.98 (q, *J*= 7.1 Hz, 2H); 3.71 (s, 3H); 2.26 (s, 3H); 1.10 (t, *J*= 7.1 Hz, 3H).

RMN ¹³C (DMSO-*d*₆, δ ppm): 165.8, 158.9, 152.7, 148.4, 137.4, 127.8, 114.1, 100.1, 59.6, 55.2, 53.8, 18.1, 14.5.

IR (KBr): λ (cm⁻¹) 3246, 3111, 1708, 1649, 1515, 1462, 1284, 1089, 787.

5-(Ethoxycarbonyl)-4-(4-hydroxyphényl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5c):

A partir (488.4 mg) de 4-hydroxybenzaldéhyde ,(780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle ,(480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt= 74%.

Tfus.: 202-204°C

Analyses :

RMN¹H (DMSO-*d*₆, δ ppm): 9.33 (s, 1H, OH); 9.11 (s, 1H, NH); 7.61 (s, 1H, NH); 7.02 (d, *J*= 8.3 Hz, 2H); 6.68 (d, *J*= 8.3 Hz, 2H); 5.04 (s, 1H); 3.97 (q, *J*= 7.1 Hz, 2H); 2.23 (s,

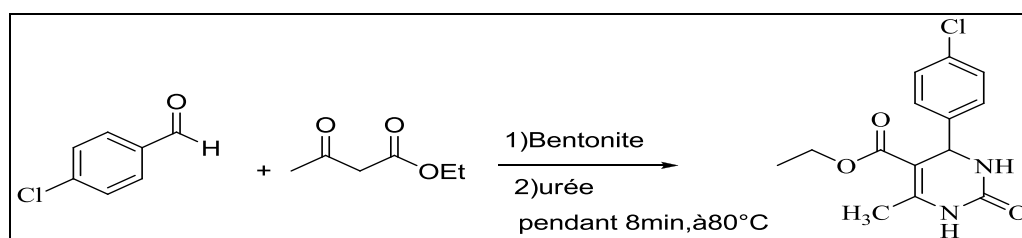
3H); 1.10 (t, $J = 7.1$ Hz, 3H).

RMN ^{13}C (DMSO- d_6 , δ ppm): 165.8, 156.9, 152.5, 148.1, 135.8, 127.8, 115.3, 100.1, 59.5, 53.8, 18.1, 14.5.

IR (KBr): λ (cm^{-1}) 3274, 3120, 1689, 1647, 1458, 1375, 1290, 1232, 1091, 758.

4-(4-Chlorophényl)-5-(éthoxycarbonyl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5d):

A partir (488.4 mg) de 4-chlorobenzaldéhyde, (780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle, (480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Tfus.: 214-216°C.

Rdt=46%.

Analyses :

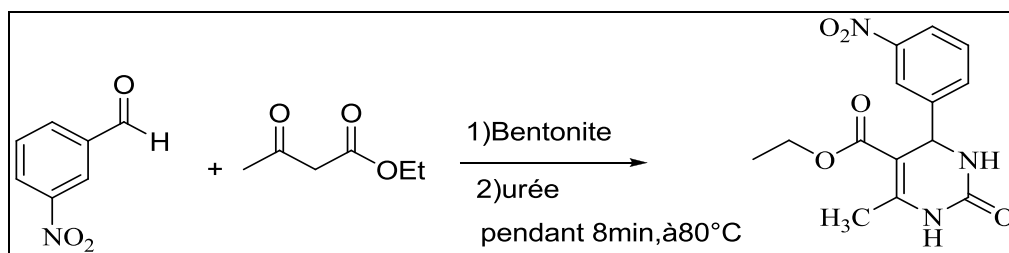
RMN ^1H (DMSO- d_6 , δ ppm): 9.25 (s, 1H, NH), 7.78 (s, 1H, NH), 7.41 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.32 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 5.14 (s, 1H), 3.98 (q, $J = 7.0$ Hz, 2H), 2.25 (s, 3H), 1.10 (t, $J = 7.0$ Hz, 3H).

RMN ^{13}C (DMSO- d_6 , δ ppm): 165.5, 152.3, 149.1, 144.1, 132.1, 128.8, 128.5, 99.1, 59.6, 53.8, 18.1, 14.4.

IR (KBr): λ (cm^{-1}) 3244, 3116, 1705, 1647, 1462, 1222, 1091, 783.

5-éthoxycarbonyl-4-(3-nitrophényl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5e) :

A partir (604.48 mg) de 4-nitrobenzaldéhyde, (780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle, (480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt = 54% .

Tfus.: 227-228°C.

Analyses:

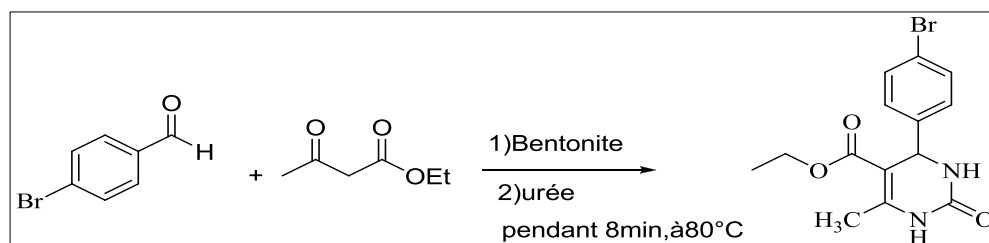
IR (KBr, ν cm^{-1}): 3331 ; 3105 (N-H) ; 2964 (C-H); 1709 (C=O ester), 1628 (C=O amide) ; 1526 (C=C) ; 1223 (C-N).

RMN ^1H (CDCl_3 , 250 MHz, δ ppm) : 9.39 (1H, sig.lar., NH) ; 8.15 (1H, ddd, $J= 2.1, 2.1, 7.3$, CH) ; 8.09 (1H, d, $J= 2.1\text{Hz}$, CH) ; 7.92 (1H, sig.lar., NH) ; 7.73-7.63 (2H, m, CH) ; 5.11 (1H, d, $J= 3.2$ Hz, CH) ; 3.99 (2H, q, $J= 7.1$ Hz, OCH_2) ; 2.28 (3H, s, CH_3) ; 2.24 (3H, s, CH_3) ; 1.11 (3H, t, $J= 7.1$ Hz, CH_3).

RMN ^{13}C (CDCl_3 , 60 MHz, δ ppm) : 165.50 ; 152.23 ; 149.86 ; 148.16 ; 147.41 ; 133.43 ; 130.68 ; 122.81 ; 121.43 ; 98.77 ; 59.85 ; 53.97 ; 18.28 ; 14.43.

4-(4-Bromophényl)-5-(éthoxycarbonyl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one(5f):

A partir (740.09mg) de 4-bromobenzaldéhyde ,(780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle ,(480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt : (a)=51% .

Tfus.: 204-206°C.

Analyses :

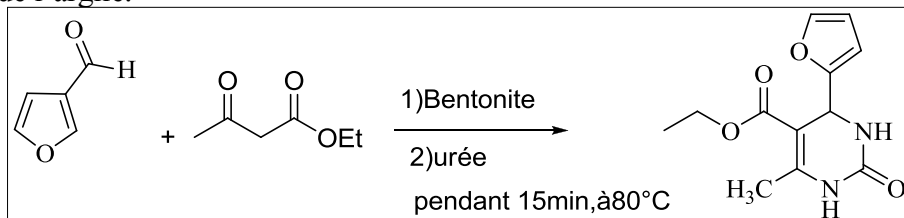
RMN ^1H ($\text{DMSO}-d_6$): δ (ppm) 9.30 (s, 1H, NH); 7.82 (s, 1H, NH); 7.54 (d, $J= 8.2$ Hz, 2H); 7.20 (d, $J= 8.2$ Hz, 2H); 5.15 (s, 1H); 3.98 (q, $J= 7.0$ Hz, 2H); 2.26 (s, 3H); 1.09 (t, $J= 7.0$ Hz, 3H).

RMN ^{13}C ($\text{DMSO}-d_6$): δ (ppm) 165.6, 152.4, 149.2, 144.6, 131.9, 131.8, 129.0, 128.8, 120.8, 99.2, 59.7, 53.9, 18.2, 14.5.

IR (KBr): ν (cm^{-1}) 3242, 3117, 1705, 1647, 1483, 1462, 1425, 1290, 1223, 1090, 779.

5-(Ethoxycarbonyl)-4-(2-furyl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one(5g):

A partir (384.32 mg) de furfural ,(780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle ,(480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt : (a)=88% .

T_{fus.}: 212-214°C.

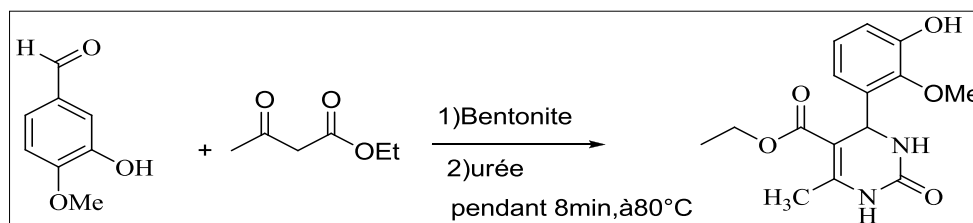
Analyses :

RMN¹H (DMSO-*d*₆): δ (ppm) 9.28 (s, 1H, NH); 7.80 (s, 1H, NH); 7.56 (s, 1H); 6.36 (s, 1H); 6.10 (s, 1H); 5.21 (s, 1H); 4.03 (q, *J*= 7.0 Hz, 2H); 2.24 (s, 3H); 1.14 (t, *J*= 7.0 Hz, 3H).

RMN ¹³C(DMSO-*d*₆): δ (ppm) 165.5, 156.3, 152.9, 149.8, 142.6, 110.8, 105.7, 97.2, 59.7, 48.1, 18.1, 14.5.

5-(Ethoxycarbonyl)-4-(3-hydroxy-2-methoxyphényl)-6-méthyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (5h) :

A partir (608.56 mg) de vaniline ,(780.84 mg) de l'acétoacétate d'éthyle ,(480.48 mg) de l'urée et 50 mg de l'argile.



Rdt : (a)=41% .

T_{fus.}: 212-214°C.