

123

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO



FACULTAD DE QUIMICA



EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUIMICA

"SINTESIS DE 1,3-DIMETILPIRIDO-  
[2,3D]-PIRIMIDIN-2,4-DIONAS  
5,7-DISUSTITUIDAS"

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

**RODRIGO**

**RAMIREZ**

**HERNANDEZ**



MEXICO, D.F.

2000



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**Jurado asignado**

Presidente            Prof. **ARMANDO CABRERA ORTIZ**  
Vocal                Prof. **CECILIO ALVAREZ TOLEDANO**  
Secretario           Prof. **NOE ROSAS ESPINOSA**  
1er. Suplente        Prof. **RAYMUNDO CRUZ ALMANZA**  
2do. Suplente        Prof. **ROSA MARIA DOMINGUEZ MARTINEZ**

Sitio donde se desarrollo el tema:

**Laboratorio de Inorgánica 1  
Instituto de Química de la UNAM**

Asesor



---

**Dr. NOE ROSAS ESPINOSA**

Sustentante



---

**RODRIGO RAMIREZ HERNANDEZ**

**A mi padre:**

**Porque sin tu paciencia, tus consejos y el cariño de padre,  
esto seguiría siendo un sueño.....**

**Te quiero**

**A mi madre:**

**Por haberme dado la vida, Fe y confianza en mí mismo.....**

**Te quiero**

## AGRADECIMIENTOS

**Dr. José Luis García Gutiérrez**

Por su valioso apoyo en la realización de este trabajo.

**Dr. Manuel Salmón Salazar**

Director del Instituto de Química UNAM

**Proyecto CONACyT: 400361-5-2526\***

Una dedicación especial a **toño, rossana y andres**. Con ustedes he aprendido el verdadero significado de la amistad.

## CONTENIDO

Abreviaturas.....	1
<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>3</b>
<b>GENERALIDADES .....</b>	<b>5</b>
Métodos de preparación.....	5
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>8</b>
Aspectos principales.....	8
Síntesis de $\alpha$ -alquilcetonas .....	9
Caracterización de las $\alpha$ -alquilcetonas .....	11
Identificación espectroscópica de las $\alpha$ -alquilcetonas.....	11
Síntesis de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas .....	14
Caracterización de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas .....	14
<b>RESULTADOS .....</b>	<b>17</b>
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>21</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>22</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>23</b>
Espectroscopia en el Infrarrojo.....	24
Espectrometría de Masas.....	28
Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear de $C^{13}$ y $H^1$ .....	32
Difracción de Rayos X.....	39



## Abreviaturas

g	Gramo
mg	Miligramo
m	Metro
cm	Centímetro
mm	Milímetro
Å	Angström
h	Hora
min.	Minuto
s	Segundo
L	Litro
mL	Mililitro
mMol	Milimol
N	Concentración Normal
ppm	Partes por millón
°	Grado
°C	Grado Celsius
K	Grado Kelvin
Hz	Hertz
MHz	Megahertz
IR	Infrarrojo
UV	Ultravioleta
RMN	Resonancia magnética nuclear
EM	Espectrometría de masas
ccf	Cromatografía en capa fina
IE	Impacto electrónico
HMQC	Correlación cuántica heteronuclear múltiple
HMBC	Correlación de enlace heteronuclear múltiple
v	Vibración longitudinal

M <sup>+</sup>	Ion molecular
m/z	Relación masa carga
δ	Desplazamiento químico
ω	Intervalo de barrido
R	Índice residual
Ce <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sulfato Cérico
CHCl <sub>3</sub>	Cloroformo
CDCl <sub>3</sub>	Cloroformo deuterado
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO	Acetona
(CH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> Si	Tetrametilsilano
EtOH	Etanol
Et <sub>2</sub> O	Éter etílico
N <sub>2</sub>	Nitrógeno
NaCl	Cloruro de sodio
NaOH	Hidróxido de sodio
NH <sub>4</sub> Cl	Cloruro de amonio
n-BuLi	n-Butil litio
THF	Tetrahidrofurano
ZnCl	Cloruro de zinc

## INTRODUCCIÓN

En el presente siglo, una de las preocupaciones en la ingeniería química es la de encontrar nuevas rutas de síntesis que conduzcan a generar procesos tecnológicos de frontera que permitan desarrollar nuevos productos químicos multifuncionales con altos rendimientos, mediante técnicas o procesos sencillos y que no afecten el ambiente; ya que en la preocupación por generar estos productos, la tecnología actual ha creado métodos que han causado impactos de grandes magnitudes en el ecosistema. Así mismo, la extracción natural de estos productos también ha generado desgastes ecológicos importantes.

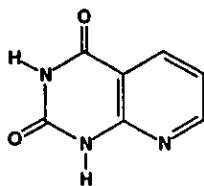
Ahora bien, una de las características importantes del globo terráqueo con respecto al resto de los planetas es la presencia de grandes cantidades de agua líquida en la superficie de la tierra. El agua es el medio de transporte y disolvente para los procesos biológicos y forma parte o cataliza muchas reacciones en el ambiente. Se ha sugerido recientemente que el agua jugó un papel importante en los procesos más antiguos de la evolución del Sistema Solar <sup>1</sup>. Si bien el agua ha sido usada extensivamente como disolvente en química durante muchos años, los disolventes orgánicos (CHCl<sub>3</sub>, Acetona, EtOH, etc.) han sido preferidos en la química orgánica moderna, trayendo como consecuencia un deterioro ecológico importante.

Por lo anterior, en este trabajo de investigación se plantea la posibilidad de preparar productos de interés farmacológico a escala industrial, contribuyendo al desarrollo de técnicas que impulsen el cuidado del ambiente.

Como una contribución al desarrollo de nuevos productos químicos, en el presente trabajo de investigación se da a conocer la preparación de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas. Estos compuestos son derivados del 2,4-dioxopirido[2,3-d]pirimidina, el cual ha demostrado recientemente tener una significativa actividad antitumoral contra el avance del carcinosarcoma muscular <sup>2</sup>; además de una amplia actividad biológica.

## GENERALIDADES

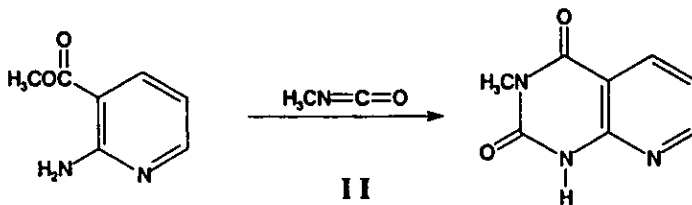
Las 1,3-Dimetil-pirido[2,3-*d*]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas constituyen una familia de compuestos heterociclicos cuya estructura general es 2,4-dioxopirido[2,3-*d*]pirimidina  $C_7H_5N_3O_2$ . ( I )



I

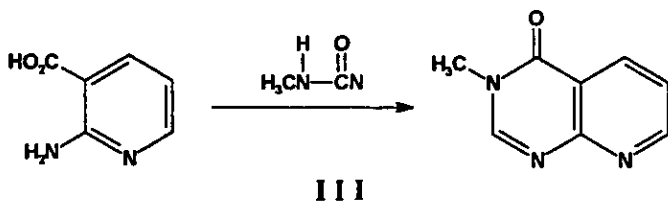
### Métodos de preparación.

Capuano *et al.*<sup>3</sup> propusieron la síntesis de 3-metil-2,4-dioxopirido[2,3-*d*] pirimidina (II) manteniendo a reflujo 2-aminonicotinato de metilo con isocianato de metilo en piridina, con lo cual se logra un 76% de rendimiento del producto deseado.

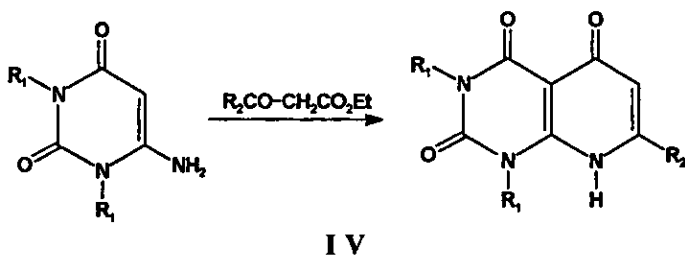


II

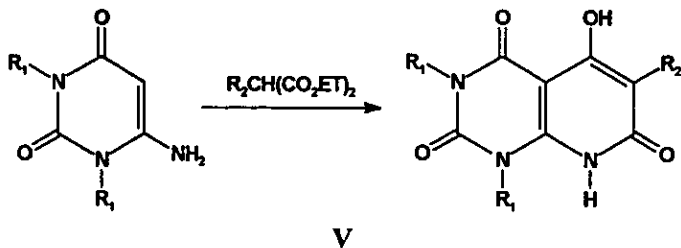
H.H.Fox<sup>4</sup> reportó un método similar en el cual realizaba una condensación de ácido 2-aminonicotínico con *N*-metilformamida a alta temperatura, dando el 3-metil-4-oxopirido-[2,3-*d*]pirimidina como producto principal (III)



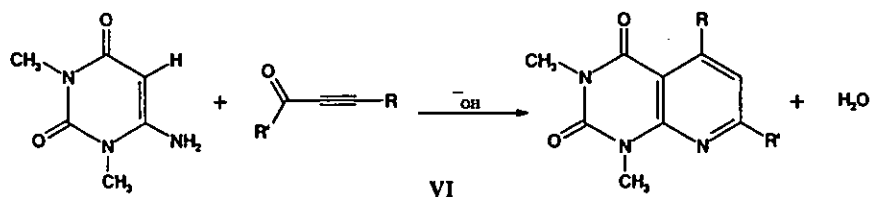
Recientemente A.F. Khattab y T.Kappe <sup>5</sup> publicaron la preparación de 1,3-dialquil(aril, fenil)-pirido[2,3*d*]-pirimidin-2,4,5-trionas 7-sustituidas (IV), al mantener a reflujo 1,3-dialquil(aril, fenil)-6-aminouracilo y acetoacetato de etilo o bencilacetato de etilo en difenileter.



Fueron también A.F. Khattab y T.Kappe quienes propusieron la preparación de 1,3-dialquil(aril, fenil)-5-hidróxipirido[2,3*d*]-pirimidin-2,4,7-trionas 6-sustituidas (V) a partir de 1,3-dialquil(aril, fenil)-6-aminouracilo y del éster malónico apropiado, en difenil éter a 220 °C.



En la presente tesis, después de evaluar los diferentes métodos para la síntesis de estos compuestos, se propone su preparación a partir de uracilos y cetonas acetilénicas (VI) en sistemas acuosos asistidos por hidróxido de sodio como catalizador. La finalidad de este método es contribuir a la preparación de los mismos con una técnica más sencilla y viable de manera industrial, eliminando el empleo de sistemas orgánicos como disolventes, obteniendo buenos rendimientos e impulsando el empleo de procesos más limpios.



## DESARROLLO EXPERIMENTAL

### Aspectos principales

Los reactivos que se mencionan en esta sección fueron adquiridos comercialmente y utilizados sin ulterior purificación; el THF anhidro se obtuvo a partir de su previo tratamiento con sodio en presencia de benzofenona. En los casos necesarios se empleó equipo Schlenk y una línea mixta de vacío-N<sub>2</sub>. Los puntos de fusión fueron medidos en un aparato Mel-Temp II.

El grado de avance de las reacciones se determinó mediante ccf, utilizando lámpara de radiación UV, cámara de yodo y disolución de Ce<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como reveladores.

Los análisis de las muestras de reacción se llevaron a cabo en un cromatógrafo de gases Hewlett Packard 5890 equipado con un detector de ionización y columna HP 225 (10 m x 0.53 mm), usando nitrógeno como gas acarreador a una velocidad de flujo de 2 mL/min; el programa utilizado fue: 30 °C (3 min), 10 °C/min hasta 180 °C (10 min).

Los espectros en el IR se realizaron en un equipo Nicolet FT 55X ó Nicolet Magna FX 750 por medio de las técnicas de solución de CHCl<sub>3</sub> en celdas de NaCl.

La espectrometría de masas se efectuó en un instrumento Jeol JMS-AX505 HA mediante la técnica de impacto electrónico ó ionización química.

Los espectros de RMN 300 MHz. para <sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C se obtuvieron en un equipo Jeol Eclipse LA300. Se empleó como disolvente CDCl<sub>3</sub>, a menos que se indique otro, y como referencia (CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>Si a 25 °C. Los experimentos de heterocorrelación <sup>1</sup>H - <sup>13</sup>C se realizaron



de acuerdo a la técnica HMQC de Bax<sup>51</sup> para secuencias de acoplamiento directo y HMBC para acoplamiento a larga distancia. Los espectros de <sup>13</sup>C con un pulso desacoplante fueron adquiridos por medio de la técnica Waltz-16. Los desplazamientos químicos de las señales se dan en ppm y se asignaron empleando las siguientes abreviaturas: s, d, dd, t, dt, c, q, sex. y m; que corresponden a: singulete, doblete, doblete de doblete, triplete, doblete de triplete, cuadruplete, quintuplete, sextuplete y multiplete; las constantes de acoplamiento J, están en Hz.

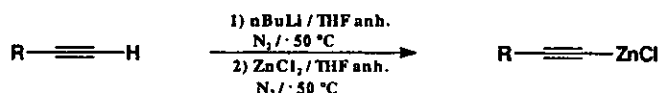
El difractor utilizado fue Siemens P<sub>3</sub>/F con radiación de Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$ ) y monocromador de grafito, usando una velocidad variable de barrido en un intervalo de 4.00 a 29.30 °/min y un intervalo de barrido ( $\omega$ ) 0.12° a 293 K. La estructura fue determinada por Métodos Directos y afinada mediante mínimos cuadrados por matriz total usando el programa SHELXTL PLUS/PC.<sup>52</sup> El afinamiento de todos los átomos, excluyendo los de hidrógeno, fueron tratados anisotrópicamente. Los átomos de hidrógeno enlazados a los átomos de carbono fueron incluidos con contribuciones fijas, la función minimizada fue  $\sum w(F_0 - F_c)^2$ , donde  $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0020F^2$  dando como resultado R = 9.05 %, R<sub>w</sub> = 9.93 % y S = 1.51 con 801 ( $F > 4.0\sigma(F)$ ) reflexiones utilizadas.

### Síntesis de $\alpha$ -alquinilcetonas

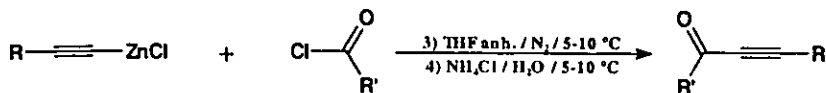
Para la síntesis de  $\alpha$ -alquinilcetonas se han descrito diversas metodologías<sup>6,7</sup>, la mayoría de ellas se inicia con la interacción entre un alquiluro y un anhídrido o halogenuro de ácido. Se ha observado que al reaccionar de forma directa los alquinos de litio, potasio o magnesio con los anhídridos o halogenuros de ácido se obtienen principalmente los alcoholes correspondientes; en tanto que al emplear alquiluros de sodio o zinc se obtienen preferentemente las respectivas cetonas. La síntesis de las  $\alpha$ -alquinilcetonas se realizó de acuerdo a la técnica que hace uso de zinc<sup>8</sup> de la siguiente manera.

A una solución de 0.1 mol del compuesto acetilénico en 80 mL de THF anhidro a  $-60$  °C bajo atmósfera de  $N_2$  y agitación se le agrega lentamente 0.1 mol de  $nBuLi$  en hexano, una vez que se termina de adicionar se deja que la suspensión llegue a una temperatura de  $-30$  °C; a continuación se agrega despacio 0.1 mol de  $ZnCl_2$  previamente disuelto en 40 mL de THF, ambos anhidros y bajo  $N_2$ , manteniendo la temperatura entre  $0 - 10$  °C(a). Posteriormente, se adiciona en un período de 15 min 0.1 mol del halogenuro de ácido correspondiente a la solución que contiene el halogenuro de alquilcinc a aproximadamente  $5$  °C y atmósfera inerte, en seguida se deja que la reacción obtenga la temperatura ambiente y se mantiene agitando por 1.5 h. Al término de este tiempo la solución se enfría a  $-10$  °C y se procede a adicionar una solución de 20 g de  $NH_4Cl$  en 200 mL de agua y se agita por algunos minutos; en seguida se separa la fase orgánica de la acuosa(b). La fase orgánica, junto con 3 extracciones con  $Et_2O$  de la fase acuosa, se lava con una solución saturada de  $NH_4Cl$  y seca con  $Na_2SO_4$  anhidro. Finalmente la fase orgánica se concentra, con lo que se obtiene el producto impuro, el cual se purifica por destilación al vacío. Los rendimientos de los diferentes productos sintetizados se pueden ver en la Tabla 1.

a)

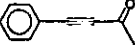

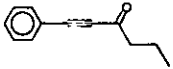
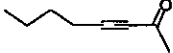
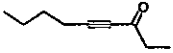
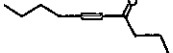


b)



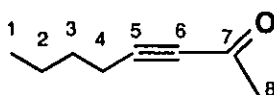
## Caracterización de las $\alpha$ -alquinilcetonas

La tabla I muestra los resultados obtenidos para la síntesis de  $\alpha$ -alquinilcetonas

Alquino terminal	Cloruro de ácido	$\alpha$ -alquinilcetona	Rendimiento	No. de compuesto
R	R <sup>1</sup>		%	
Ph	Me		64	1
Ph	Et		65	2
Ph	Pr		74	3
Bu	Me		83	4
Bu	Et		62	5
Bu	Pr		77	6

## Identificación espectroscópica de las $\alpha$ -alquinilcetonas

### 3-octinil-2-ona (1)

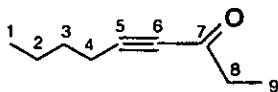


IR  $\text{cm}^{-1}$ : 2212 ( $\text{C}\equiv\text{C}$ ); 1678 ( $\text{CO}$ )

RMN  $^1\text{H}$  (200 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) ppm: 0.90 (t, 3H,  $\text{H}^1$ ,  $J=7.1$  Hz); 1.39 (sext, 2H,  $\text{H}^2$ ,  $J=7.4$  Hz); 1.53 (quint, 2H,  $\text{H}^3$ ,  $J=6.9$  Hz); 2.29 (s, 3H,  $\text{H}^8$ ); 2.34 (t, 2H,  $\text{H}^4$ ,  $J=6.9$  Hz).

RMN  $^{13}\text{C}$  (200 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) ppm: 13.4 ( $\text{C}^1$ ); 18.5 ( $\text{C}^4$ ); 21.8 ( $\text{C}^8$ ); 29.6, 32.6 ( $\text{C}^2$  y  $\text{C}^3$ ); 81.3 ( $\text{C}^5$ ); 93.9 ( $\text{C}^6$ ); 184.8 ( $\text{C}^7$ ).

4-noninil-3-ona (2)

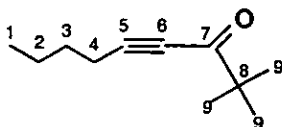


IR (CHCl<sub>3</sub>) cm<sup>-1</sup>: 2213 (C≡C) 1671 (CO).

RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 0.92 (t, 3H, H<sup>1</sup>, J<sub>1-2</sub> = 7.04 Hz); 1.30 - 1.70 (m, 4H, H<sup>2</sup> y H<sup>3</sup>); 2.31 (s, 3H, H<sup>8</sup>); 2.36 (t, 2H, H<sup>4</sup>).

RMN <sup>13</sup>C (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 13.37 (C<sup>1</sup>); 18.49 (C<sup>2</sup>); 21.84 (C<sup>3</sup>); 29.60 (C<sup>4</sup>); 32.64 (C<sup>5</sup>);

2,2-dimetil-4-noninil-3-ona (3)

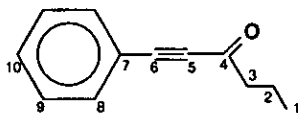


IR (CHCl<sub>3</sub>) cm<sup>-1</sup>: 2211 (C≡C) 1672 (CO).

RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 0.9 (t, 3H, H<sup>1</sup>, J<sub>1-2</sub> = 6.7 Hz); 1.5 (s, 9H, H<sup>8</sup>); 1.3 a 1.8 (m, 4H, H<sup>2</sup> y H<sup>3</sup>); 2.35 (t, 2H, H<sup>4</sup>).

RMN <sup>13</sup>C (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 13.5 (C<sup>1</sup>); 18.7 (C<sup>4</sup>); 22.0, 29.8 (C<sup>2</sup> y C<sup>3</sup>); 26.1 (C<sup>9</sup>); 44.6 (C<sup>8</sup>); 78.8 (C<sup>5</sup>); 95.7 (C<sup>7</sup>); 194.5 (C<sup>7</sup>).

1-fenil-1-hexinil-3-ona (4)

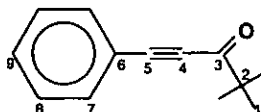


IR (CHCl<sub>3</sub>) cm<sup>-1</sup>: 2202 (C≡C) 1672 (CO).

RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 1.0 (t, 3H, H<sup>1</sup>, J=7.4 Hz); 1.78 (sext, 2H, H<sup>2</sup>, J=7.2); 2.66 (t, 2H, H<sup>3</sup>, j=7.3); 7.5 (m, 5H, H<sup>ar</sup>).

RMN <sup>13</sup>C (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 13.5 (C<sup>1</sup>); 17.7 (C<sup>2</sup>); 47.3 (C<sup>3</sup>); 87.8, 90.4 (C<sup>5</sup> y C<sup>6</sup>); 120.0 (C<sup>7</sup>); 128.6, 132.9 (C<sup>8</sup> y C<sup>9</sup>); 130.6 (C<sup>10</sup>); 188.0 (C<sup>4</sup>).

1-fenil-1-pentnil-4,4-dimetil-3-ona (5)



IR (CHCl<sub>3</sub>) cm<sup>-1</sup>: 2210 (C≡C) 1661 (CO), 2971(CH<sub>2</sub>), 2880 (CH<sub>3</sub>).

RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 1.28 (s, 9H, H<sup>1</sup>); 7.3 a 7.55 (m, 3H, H<sup>8</sup> y H<sup>9</sup>); 7.55 a 7.65 (m, 2H, H<sup>7</sup>).

RMN <sup>13</sup>C (200 MHz, CDCl<sub>3</sub>) ppm: 26.13 (C<sup>1</sup>); 44.87 (C<sup>2</sup>); 85.98, 92.20 (C<sup>4</sup> y C<sup>5</sup>); 120.24 (C<sup>6</sup>); 128.99, 130.54 y 132.95 (C<sup>7</sup>, C<sup>8</sup> y C<sup>9</sup>); 194.32 (C<sup>3</sup>).

## Síntesis de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas

En un matraz bola de 50 mL se colocan 25 mL de una solución NaOH 2 N, 2 mmol de  $\alpha$ -alquilacetona y 2 mmol de 6-amino-1,3-dimetiluracilo y se mantiene con agitación durante 3 h a temperatura ambiente. Transcurrido este tiempo se extrae el producto del medio de reacción con éter etílico (3 x 20 mL). La fase etérea se seca con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidro y se concentra. El producto crudo se purifica mediante recristalización o por cromatografía.

## Caracterización de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas

### Compuesto 1

#### 1,3-Dimetil-5-butil-7-metilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

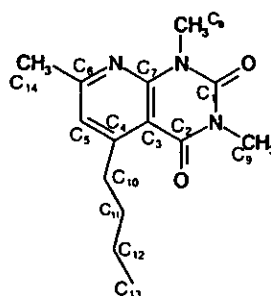
IR V ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1703, 1656 (C=O), 1597 (C=C), 1564 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 6.8 (s, 1H, CH), 3.66 y 3.42 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 3.18-3.12 (t, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 2.51 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 1.61-1.51 (q, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.47-1.35 (sex, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 0.95-0.90 (t, 3H,  $\text{CH}_3$ )

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 162.4 ( $\text{C}_7$ ), 161.6 ( $\text{C}_1$ ), 157.7 ( $\text{C}_2$ ), 151.7 ( $\text{C}_4$ ), 151.5 ( $\text{C}_6$ ), 121.0 ( $\text{C}_5$ ), 106.3 ( $\text{C}_3$ ), 34.4 ( $\text{C}_{10}$ ), 32.7 ( $\text{C}_{11}$ ),

30.0 y 28.3 ( $\text{C}_8$  y  $\text{C}_9$ ), 24.8 ( $\text{C}_{14}$ ), 22.9 ( $\text{C}_{12}$ ), 14.0 ( $\text{C}_{13}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $\text{M}^+ = 261$



## Compuesto 2

### 1,3-Dimetil-5-butil-7-etilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

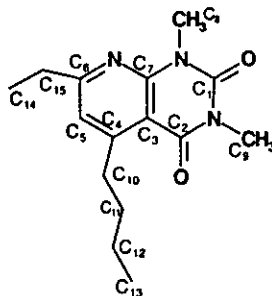
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1703, 1656 (C=O), 1597 (C=C), 1562 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 6.79 (s, 1H, CH), 3.68 y 3.42 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 3.19-3.14 (t, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 2.81-2.73 (c, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.61-1.51 (q, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.44-1.35 (sex, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.31-1.26 (t, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 0.95-0.90 (t, 3H,  $\text{CH}_3$ )

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 167.2 ( $\text{C}_7$ ), 161.6 ( $\text{C}_1$ ), 157.8 ( $\text{C}_2$ ), 151.7 ( $\text{C}_4$ ), 151.5 ( $\text{C}_6$ ), 119.8 ( $\text{C}_5$ ), 106.4 ( $\text{C}_3$ ), 34.5 ( $\text{C}_{10}$ ), 32.8 ( $\text{C}_{11}$ ),

31.4 ( $\text{C}_{15}$ ), 30.0 y 28.3 ( $\text{C}_8$  y  $\text{C}_9$ ), 22.9 ( $\text{C}_{12}$ ), 14.0 ( $\text{C}_{14}$ ), 13.0 ( $\text{C}_{13}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $M^+ = 275$



## Compuesto 3

### 1,3-Dimetil-5-butil-7-propilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

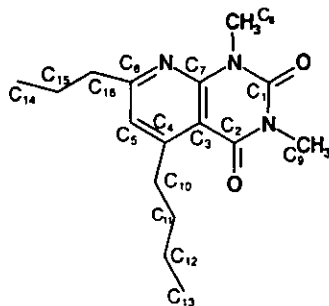
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1703, 1654 (C=O), 1597 (C=C), 1562 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 6.79 (s, 1H, CH), 3.68 y 3.42 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 3.19-3.14 (t, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 2.74-2.69 (t, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.82-1.70 (sex, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.62-1.52 (q, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.47-1.35 (sex, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 0.98-0.90 (m, 6H, 2 $\text{CH}_3$ )

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 165.8 ( $\text{C}_7$ ), 161.3 ( $\text{C}_1$ ), 157.6 ( $\text{C}_2$ ), 151.8 ( $\text{C}_4$ ), 151.2 ( $\text{C}_6$ ), 120.4 ( $\text{C}_5$ ), 106.5 ( $\text{C}_3$ ), 40.3 ( $\text{C}_{16}$ ), 34.5 ( $\text{C}_{10}$ ),

32.9 ( $\text{C}_{11}$ ), 30.0 y 28.2 ( $\text{C}_8$  y  $\text{C}_9$ ), 22.9 ( $\text{C}_{12}$ ), 22.3 ( $\text{C}_{15}$ ), 14.0 ( $\text{C}_{14}$ ), 13.9 ( $\text{C}_{13}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $M^+ = 289$



### Compuesto 4

#### 1,3-Dimetil-5-fenil-7-metilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

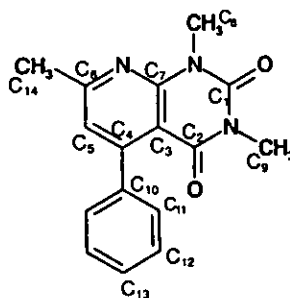
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1706, 1660 (C=O), 1593  
(C=C), 1560 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 7.43-7.24 (m, 5H, arom),  
6.85 (s, 1H, CH), 3.75, 3.35 y 2.60 (s,  
3H,  $\text{CH}_3$ ),

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 162.7 ( $\text{C}_7$ ), 160.7 ( $\text{C}_1$ ),  
154.4 ( $\text{C}_2$ ), 151.6 ( $\text{C}_4$  y  $\text{C}_6$ ), 139.4 ( $\text{C}_{10}$ ),  
128.1 ( $\text{C}_{11}$ ), 127.8 ( $\text{C}_{12}$ ), 127.7 ( $\text{C}_{13}$ ),

121.8 ( $\text{C}_5$ ), 105.6 ( $\text{C}_3$ ), 30.1 y 28.4 ( $\text{C}_8$   
 $\text{C}_9$ ), 18.2 ( $\text{C}_{14}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $M^+ = 281$



### Compuesto 5

#### 1,3-Dimetil-5-fenil-7-etilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

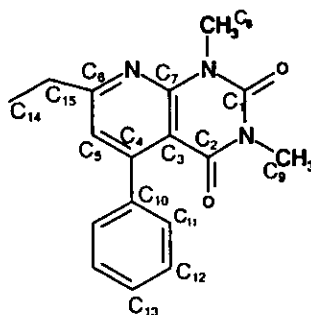
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1706, 1658 (C=O), 1593  
(C=C), 1556 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 7.43-7.28 (m, 5H, arom),  
6.86 (s, 1H, CH), 3.82 y 3.35 (s, 3H,  
 $\text{CH}_3$ ), 2.90-2.83 (c, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.37-1.32  
(t, 3H,  $\text{CH}_3$ ).

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 167.5 ( $\text{C}_7$ ), 160.7 ( $\text{C}_1$ ),  
154.5 ( $\text{C}_2$ ), 151.6 ( $\text{C}_4$  y  $\text{C}_6$ ), 139.6 ( $\text{C}_{10}$ ),  
128.0 ( $\text{C}_{11}$ ), 127.8 ( $\text{C}_{12}$  y  $\text{C}_{13}$ ), 120.7

( $\text{C}_5$ ), 105.8 ( $\text{C}_3$ ), 31.6 ( $\text{C}_{15}$ ), 30.0 y 28.4  
( $\text{C}_8$  y  $\text{C}_9$ ), 13.0 ( $\text{C}_{14}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $M^+ = 294$





## Compuesto 6

### 1,3-Dimetil-5-fenil-7-propilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

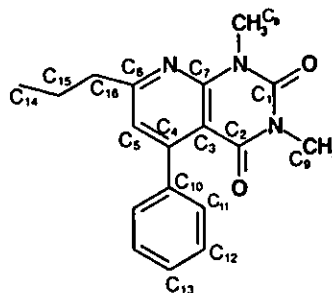
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1708, 1660 (C=O), 1591  
(C=C), 1556 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 7.43-7.26 (m, 5H, arom),  
6.85 (s, 1H, CH), 3.77 y 3.35 (s, 3H,  
CH<sub>3</sub>), 2.83-2.78 (t, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.89-1.76  
(sex, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.02-0.98 (t, 3H, CH<sub>3</sub>).

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 166.4 (C<sub>7</sub>), 160.7 (C<sub>1</sub>),  
154.3 (C<sub>2</sub>), 151.6 (C<sub>4</sub> y C<sub>6</sub>), 139.5 (C<sub>10</sub>),  
128.0 (C<sub>11</sub>), 127.8 (C<sub>12</sub> y C<sub>13</sub>), 121.3

(C<sub>3</sub>), 105.7 (C<sub>3</sub>), 40.4 (C<sub>16</sub>), 30.0 y 28.4  
(C<sub>8</sub> y C<sub>9</sub>), 22.2 (C<sub>15</sub>), 13.9 (C<sub>14</sub>).

EM, IE (m/z): M<sup>+</sup> = 309



## RESULTADOS

Para determinar las condiciones óptimas de la reacción, se efectuó un estudio comparativo en el rendimiento de un compuesto al variar la concentración de NaOH. Las condiciones de reacción fueron: 90 minutos, 5 mMol 6-amino-1,3-dimetiluracilo, 5 mMol de  $\alpha$ -alquilcetona, 25 mL de NaOH a concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 N (normal). Los resultados se muestran a continuación en la tabla 2.

## Compuesto 6

### 1,3-Dimetil-5-fenil-7-propilpirido[2,3-d]pirimidin-2,4-diona

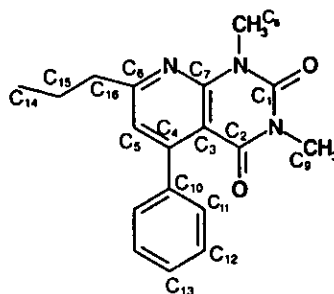
IR  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1708, 1660 (C=O), 1591  
(C=C), 1556 (C=N)

$^1\text{H-RMN}$   $\delta$ : 7.43-7.26 (m, 5H, arom),  
6.85 (s, 1H, CH), 3.77 y 3.35 (s, 3H,  
 $\text{CH}_3$ ), 2.83-2.78 (t, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.89-1.76  
(sex, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 1.02-0.98 (t, 3H,  $\text{CH}_3$ ).

$^{13}\text{C-RMN}$   $\delta$ : 166.4 ( $\text{C}_7$ ), 160.7 ( $\text{C}_1$ ),  
154.3 ( $\text{C}_2$ ), 151.6 ( $\text{C}_4$  y  $\text{C}_6$ ), 139.5 ( $\text{C}_{10}$ ),  
128.0 ( $\text{C}_{11}$ ), 127.8 ( $\text{C}_{12}$  y  $\text{C}_{13}$ ), 121.3

( $\text{C}_5$ ), 105.7 ( $\text{C}_3$ ), 40.4 ( $\text{C}_{16}$ ), 30.0 y 28.4  
( $\text{C}_8$  y  $\text{C}_9$ ), 22.2 ( $\text{C}_{15}$ ), 13.9 ( $\text{C}_{14}$ ).

EM, IE ( $m/z$ ):  $M^+$  = 309



## RESULTADOS

Para determinar las condiciones óptimas de la reacción, se efectuó un estudio comparativo en el rendimiento de un compuesto al variar la concentración de NaOH. Las condiciones de reacción fueron: 90 minutos, 5 mMol 6-amino-1,3-dimetiluracilo, 5 mMol de  $\alpha$ -alquilcetona, 25 mL de NaOH a concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 N (normal). Los resultados se muestran a continuación en la tabla 2.

Tabla 2

N (normalidad)	Masa (g)	Masa (g)	Masa (g)	Masa (g)	Rendimiento (%)
	Uracilo	Cetona	teórica	Experimental	
1	0.081	0.071	0.1431	0.0355	24.8
2	0.083	0.075	0.1491	0.0362	24.3
3	0.081	0.072	0.1442	0.0423	29.3
4	0.082	0.071	0.1449	0.0427	29.5
5	0.081	0.078	0.1549	0.0169	10.9

25 mL de NaOH a concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 N, 5 mMol 6-amino-1,3-dimetiluracilo, 5 mMol de  $\alpha$ -alquinilcetona, con agitación constante y 90 minutos

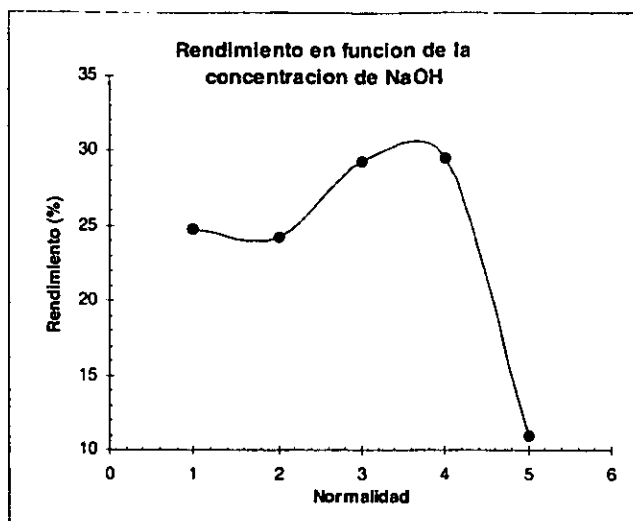
En la gráfica 1 se puede apreciar que la concentración de NaOH es un factor determinante en el rendimiento de los productos.

Con lo anterior se decidió realizar las reacciones siguientes con una concentración de NaOH de 3.5 N (en la gráfica se puede observar que la concentración adecuada es de 3.6 N (aproximadamente). Al cabo de las reacciones posteriores, los rendimientos obtenidos utilizando las diferentes  $\alpha$ -alquinilcetonas son los reportados en la tabla 3

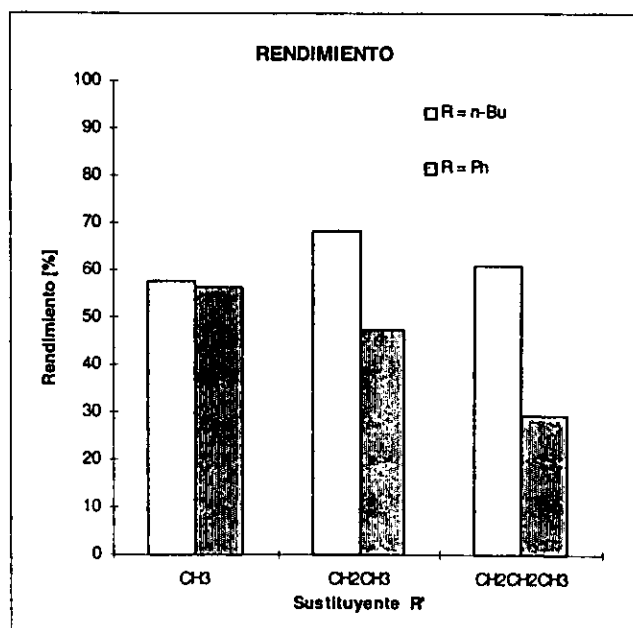
Tabla 3

Sustituyente R	Sustituyente R'	Rendimiento [%]
n-Bu	Me	57.7
n-Bu	Et	68.3
n-Bu	Pr	61.1
Ph	Me	56.5
Ph	Et	47.2
Ph	Pr	29.2

25 mL NaOH 3.5N, 5 mMol de  $\alpha$ -alquinilcetona, 5 mMol 6-amino-1,3-dimetiluracilo, con agitación constante y 3 h de reacción

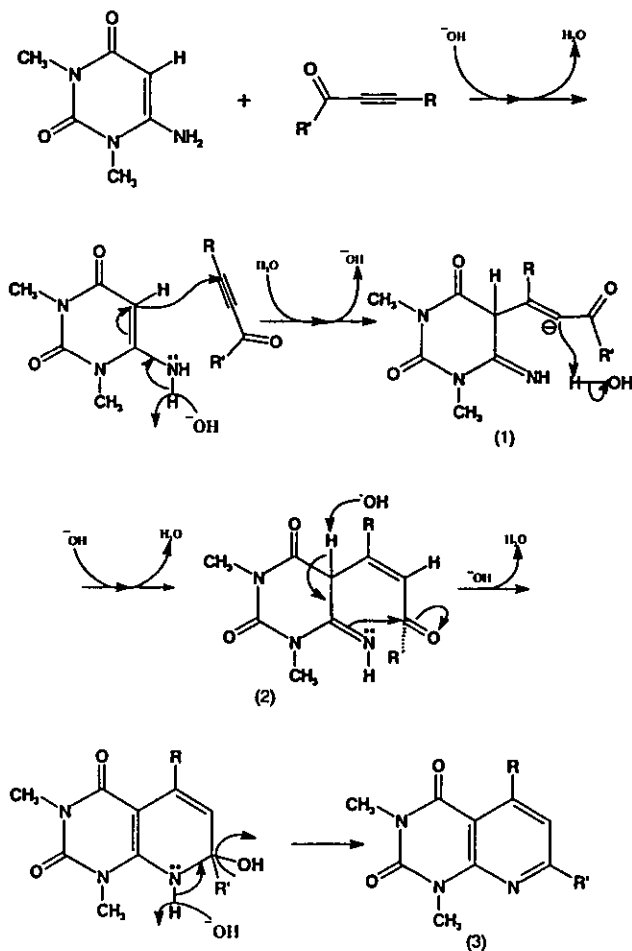


Gráfica 1



Gráfica 2

El mecanismo de reacción propuesto para la formación de 1,3-Dimetil-pirido[2,3-d]pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas inicia cuando la base extrae un protón de la enamina desplazando los electrones de la doble ligadura hasta la posición  $\alpha^9$ , atacando nucleofílicamente el carbono  $\beta$  de la vinilcetona y formando la imina correspondiente<sup>10</sup> (1). Nuevamente la base extrae el protón ácido desplazando el par electrónico de la doble ligadura hacia el nitrógeno, el cual ataca el centro electrofílico (2). Por último, el compuesto neutro es formado por una deshidratación asistida por el catalizador (3).



## CONCLUSIONES

En la síntesis de 1,3-Dimetilpirido-[2,3d]-pirimidin-2,4-dionas 5,7-disustituidas se desarrolló una técnica sencilla, utilizando como disolvente H<sub>2</sub>O en lugar de disolventes orgánicos, como se han utilizado en todas las técnicas hasta ahora reportadas para la preparación de compuestos similares en síntesis orgánica. Además por las condiciones excepcionalmente simples de reacción (temperatura ambiente, presión atmosférica, etc.) hacen que el proceso aquí reportado sea aplicable a nivel industrial.

Si bien los rendimientos hasta ahora obtenidos no son del todo satisfactorio, se continua trabajando con el fin de optimizar cambiando algunos parámetros de reacción, como son temperatura, presión, adición de algún disolvente, o adicionando algún agente de transferencia de fase o algún catalizador de Níquel.

Por lo señalado en la parte introductoria de este trabajo de investigación, se ha cumplido con lo originalmente planteado de manera satisfactoria.

## BIBLIOGRAFIA

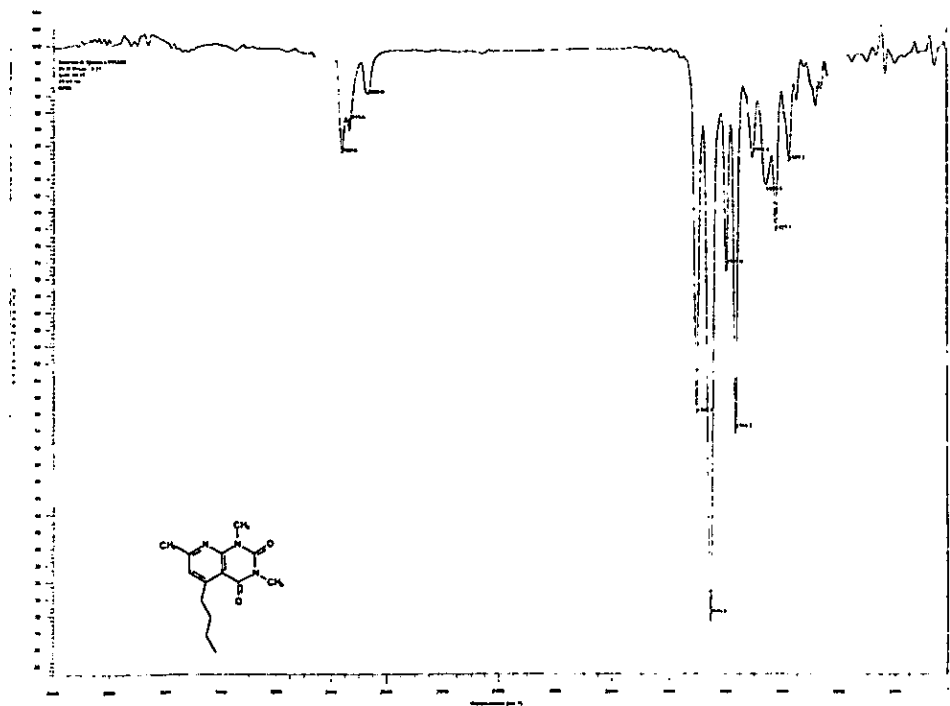
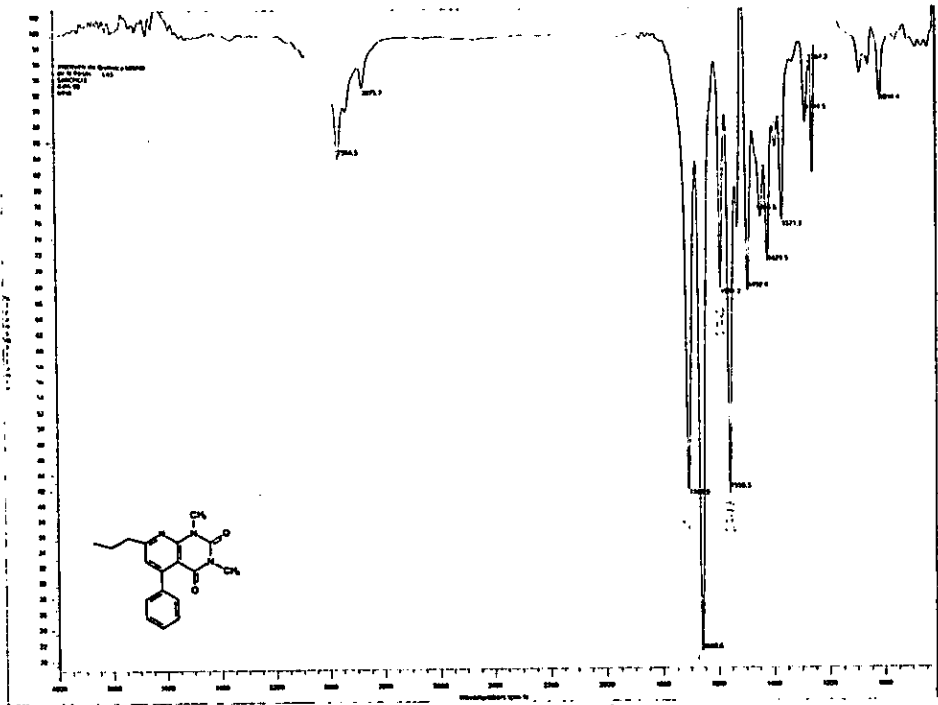
---

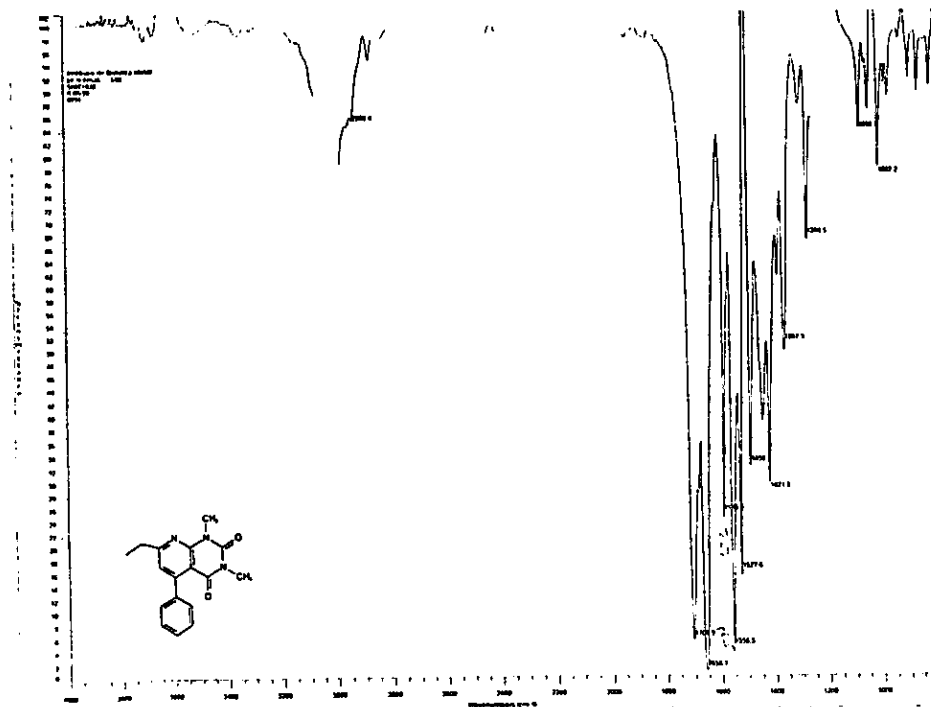
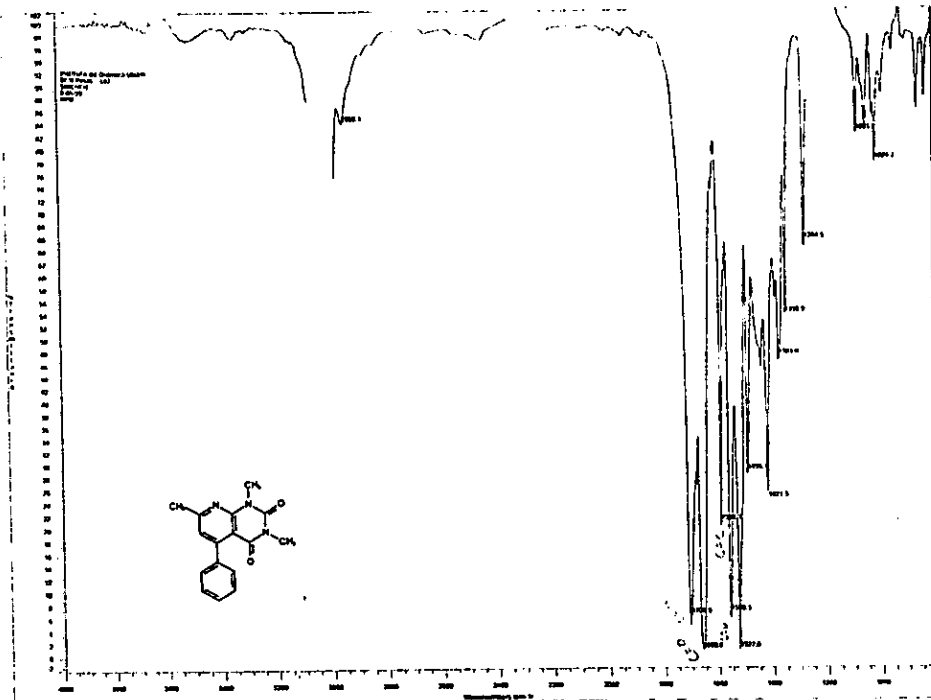
- <sup>1</sup> I. T. Horváth., *J. Mol. Catal.* **116**, 1, 1997
- <sup>2</sup> R. K. Robins and G. H. Hitchings, *J. Amer. Chem. Soc.*, **77**, 2267, 1995
- <sup>3</sup> L. Capuano, M. Welter and R. Zander, *Chem. Ver.*, **102**, 3698, 1969
- <sup>4</sup> H. H. Fox, *J. Org. Chem.*, **17**, 547, 1952
- <sup>5</sup> A. F. Khattab and T. Kappe, *Monatshefte für Chemie.*, **127**, 917, 1996
- <sup>6</sup> D. Ninghale and F. T. Watsworth, *J. Am. Chem. Soc.*, **69**, 1181, 1947
- <sup>7</sup> L. Birkofer, A. Ritter and H. Uhlenbrauck, *Chem. Ver.*, **96**, 3280, 1963
- <sup>8</sup> L. Brandsma., *Preparative Acetylenic Chemistry.*, Elsevier, N.Y., 34, 1988
- <sup>9</sup> J. McMurry., *Organic Chemistry.*, Books/Cole Publishing Company., 483, 697, 1992
- <sup>10</sup> F. Bohlmann., *Tetrahedron Letters.*, **3.**, 171, 1965

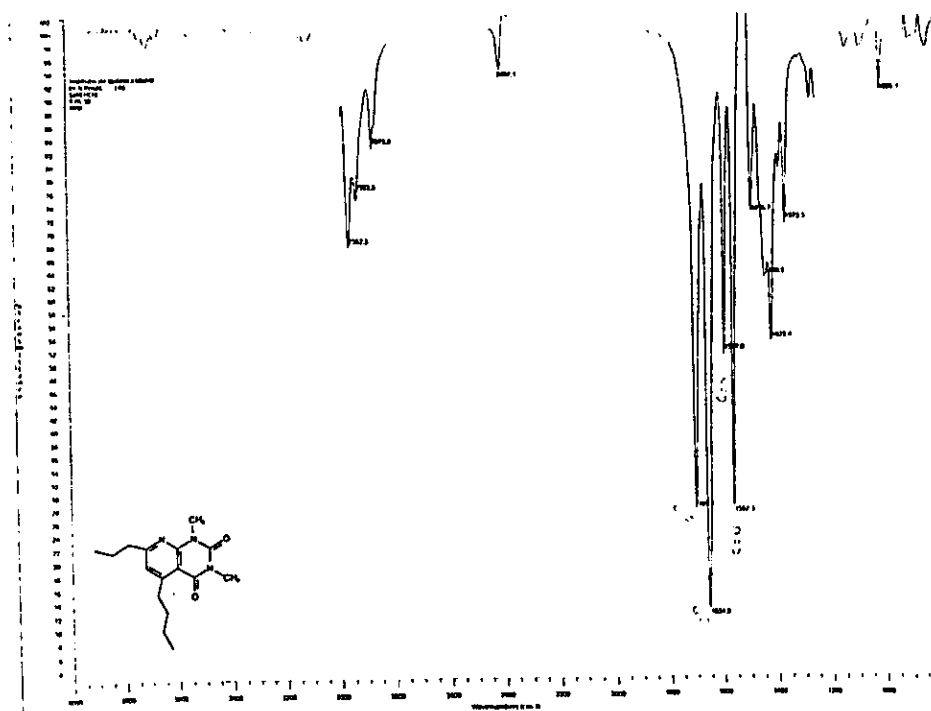
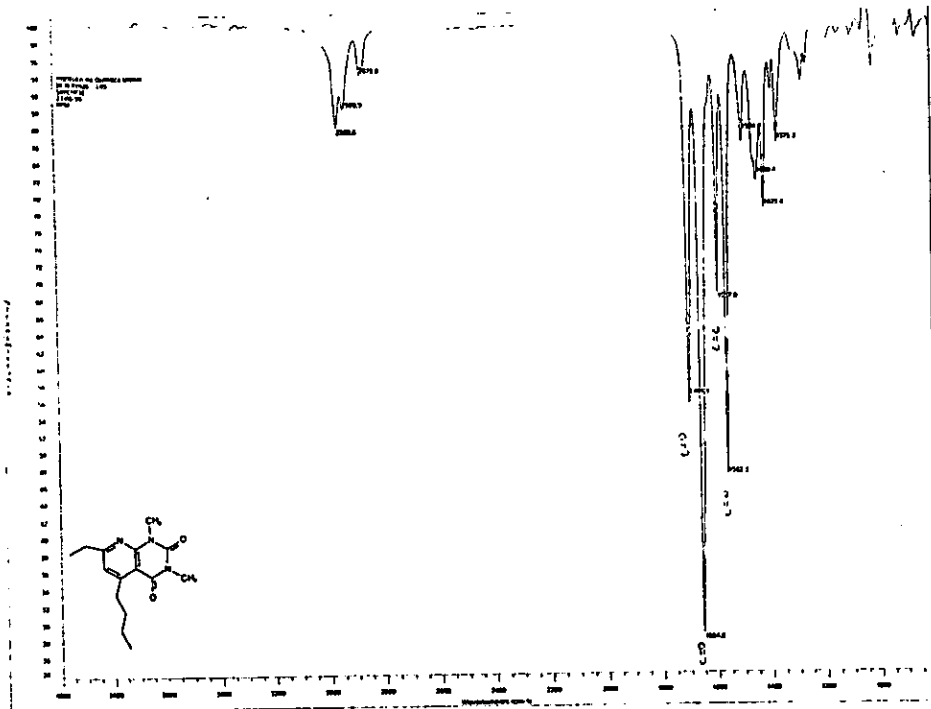
## **ANEXOS**



## **Espectroscopia en el Infrarrojo**



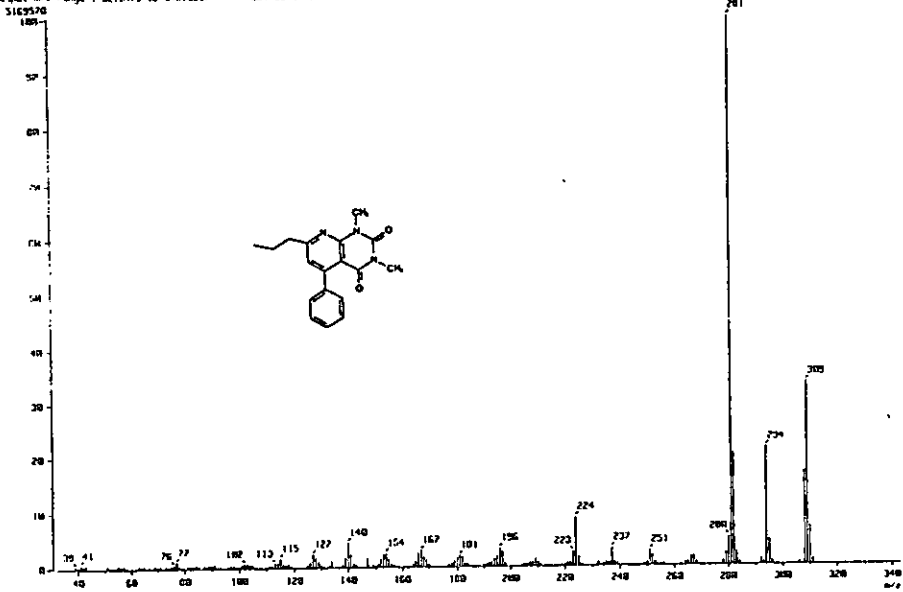




## **Espectrometria de Masas**

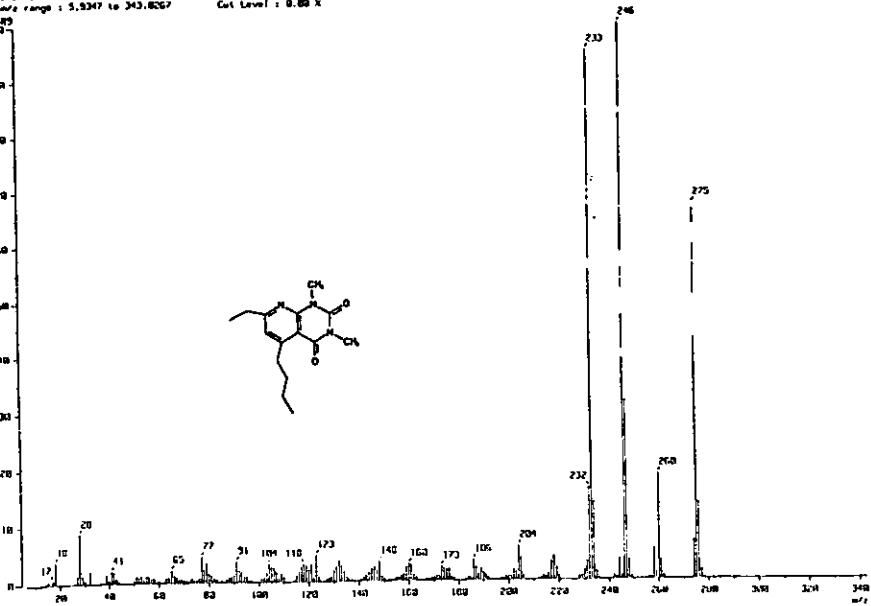
( Mass Spectrum )

Date : 29-Aug-99 05:52  
Sample: L43  
Name : Albas-Me  
Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
Spectrum Type : Normal Ion (PF-Linear)  
RT : 8.76 min Scan : 16,133-16,91 Temp : 90.3 deg.C  
SP : m/z 201.8288 Int. : 491.25  
Output m/z range : 32.8475 to 343.8267 Cut Level : 0.00 %

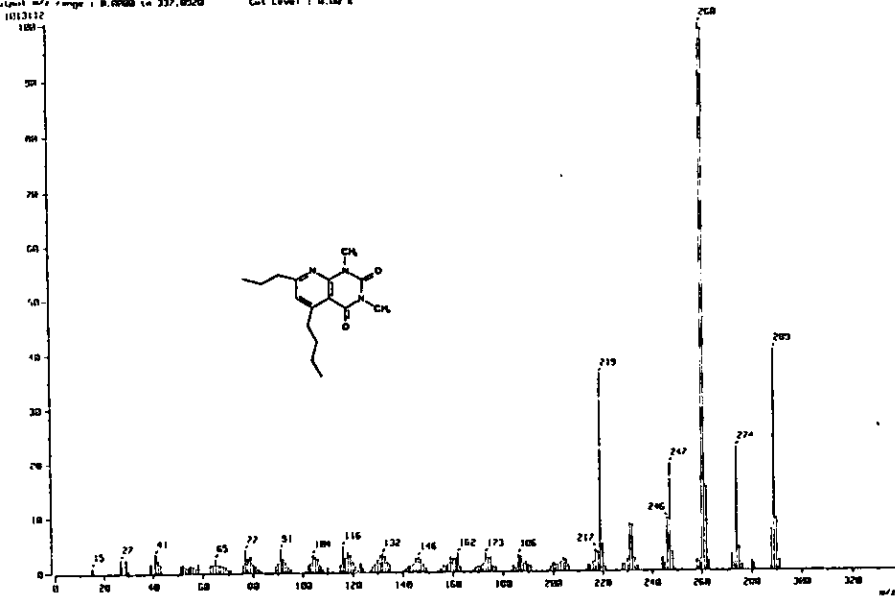
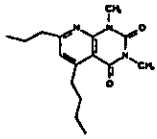


( Mass Spectrum )

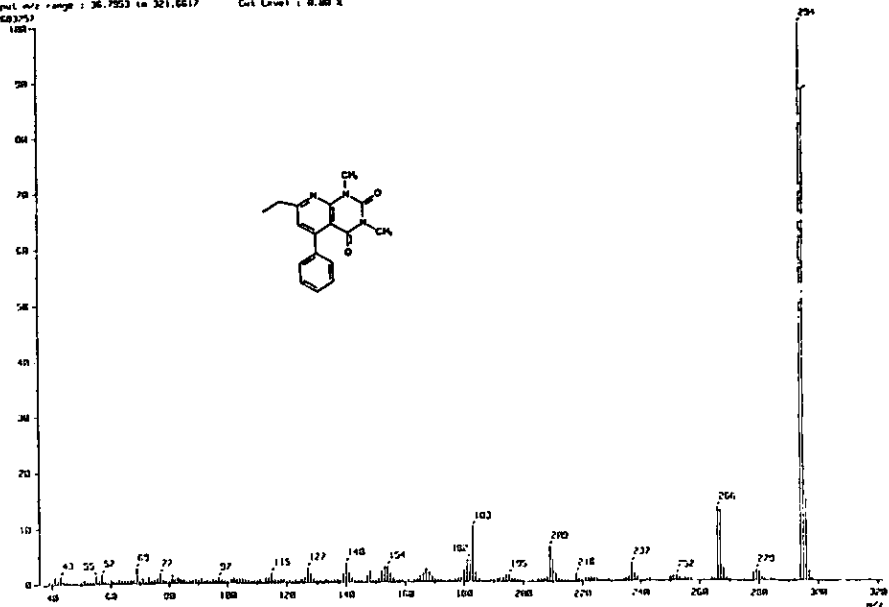
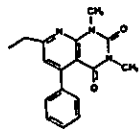
Date : 02-Sep-99 06:30  
Sample: L45  
Name : -  
Inlet : Direct Ion Mode : EI+  
Spectrum Type : Normal Ion (PF-Linear)  
RT : 8.53 min Scan : 115,221-115,173-(15,19) Temp : 84.9 deg.C  
SP : m/z 246.0580 Int. : 783.58  
Output m/z range : 5.5247 to 343.8267 Cut Level : 0.00 %



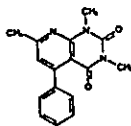
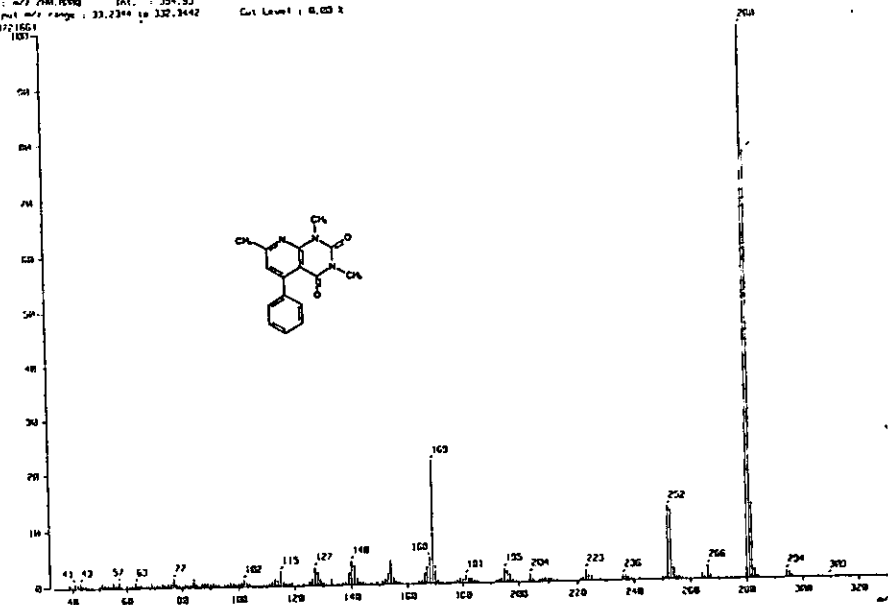
[ Mass Spectrum ]  
 Date : 02-Sep-99 05:19  
 Sample: L96  
 Meta :  
 Inlet : Direct Ion Mode : CI+  
 Spectrum Type : Normal Ion (F1-Linear)  
 RT : 9.61 min Scan# : 116,273-115,281 Temp : 99.8 deg.C  
 BP : m/z 268.0000 Int. : 95.86  
 Output m/z range : 8.0000 to 337.0000 Cut Level : 0.00 %  
 1013112



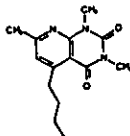
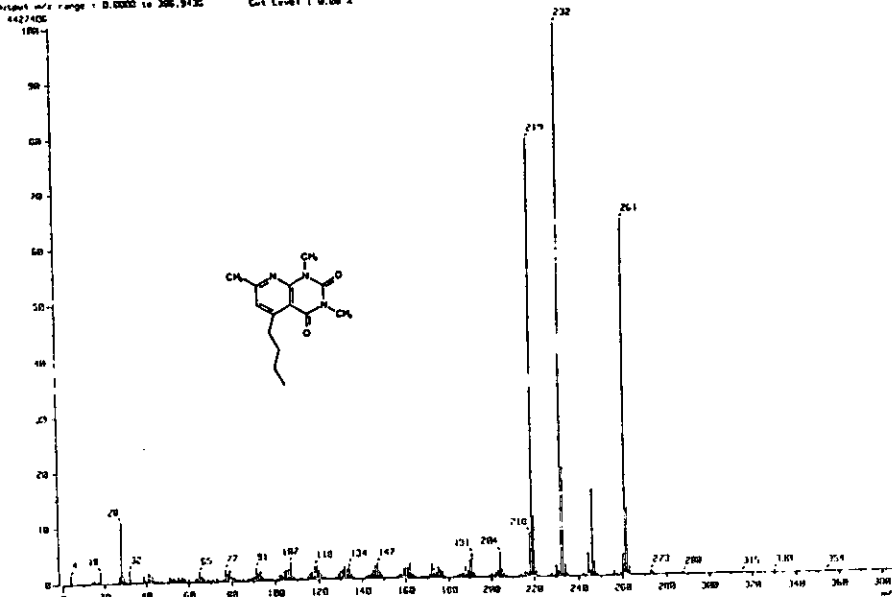
[ Mass Spectrum ]  
 Date : 30-Aug-99 05:45  
 Sample: L96  
 Meta : -base-Me  
 Inlet : Direct Ion Mode : CI+  
 Spectrum Type : Normal Ion (F1-Linear)  
 RT : 8.62 min Scan# : 121,253-122,303 Temp : 63.5 deg.C  
 BP : m/z 268.0000 Int. : 250.16  
 Output m/z range : 36.7953 to 321.6617 Cut Level : 0.00 %  
 268057



[ Mass Spectrum ]  
 Date : 28-Aug-99 05:54  
 Sample : L47  
 Note : 0000-00  
 Inlet : Direct Ion Mode : E1+  
 Spectrum Type : Normal Ion (4°-Linear)  
 RT : 8.50 min Scan : 191,221-114,211 Temp : 75.5 deg.C  
 BP : 100.0000 Int. : 354.53  
 Output m/z range : 33.2344 to 332.9442 Cut Level : 0.03 %

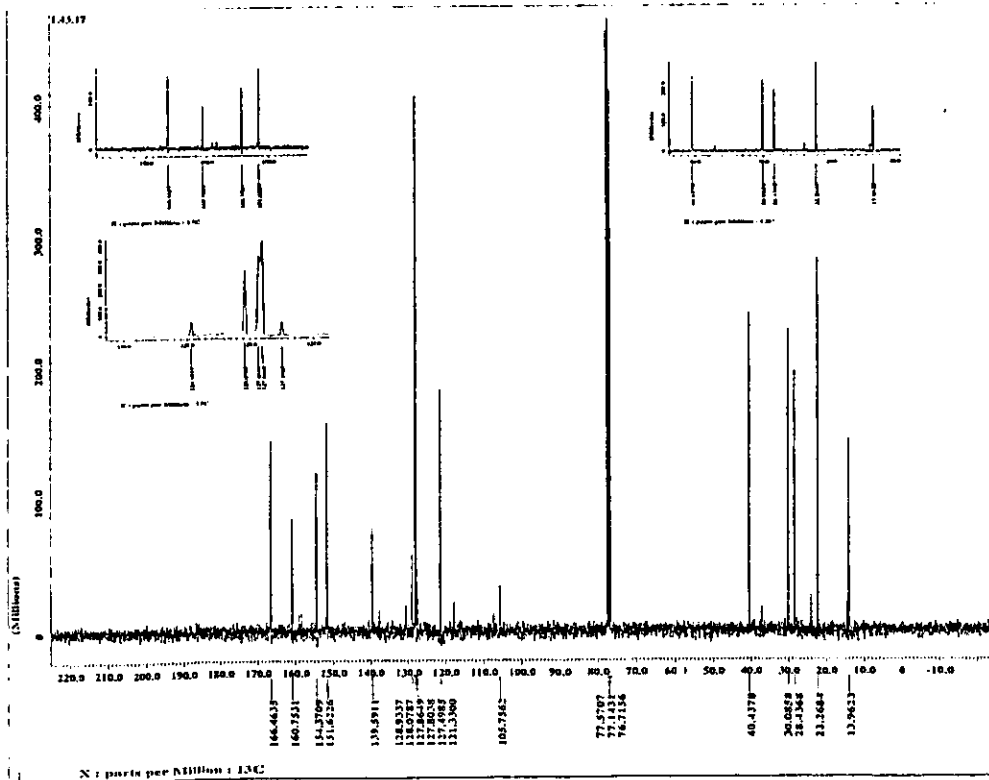
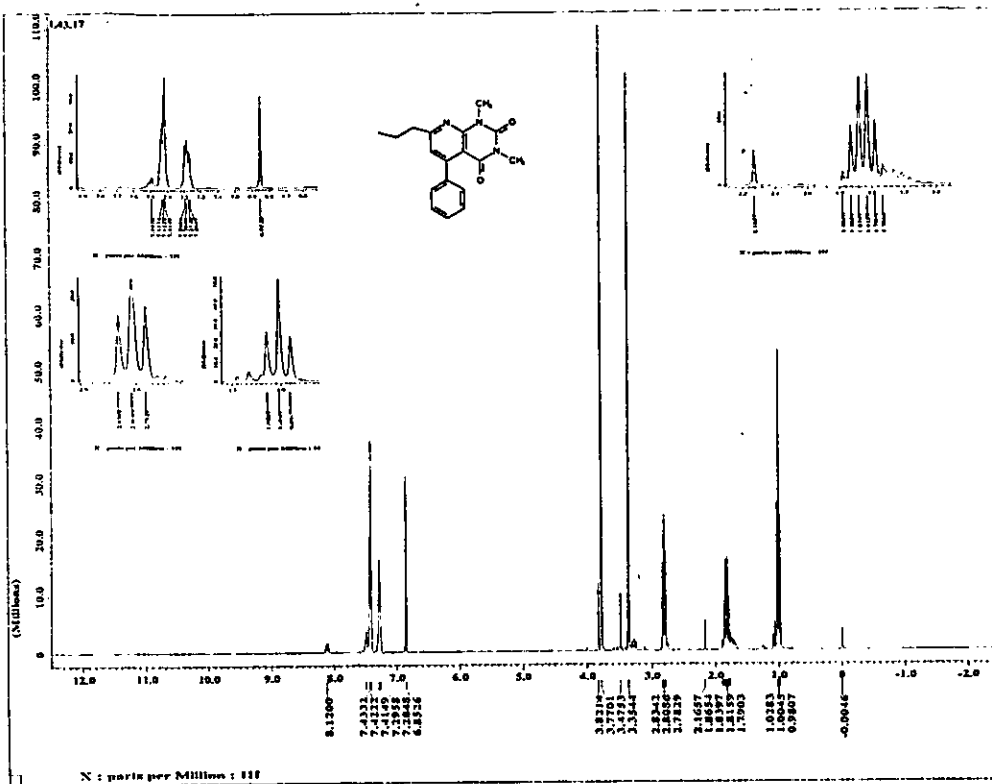


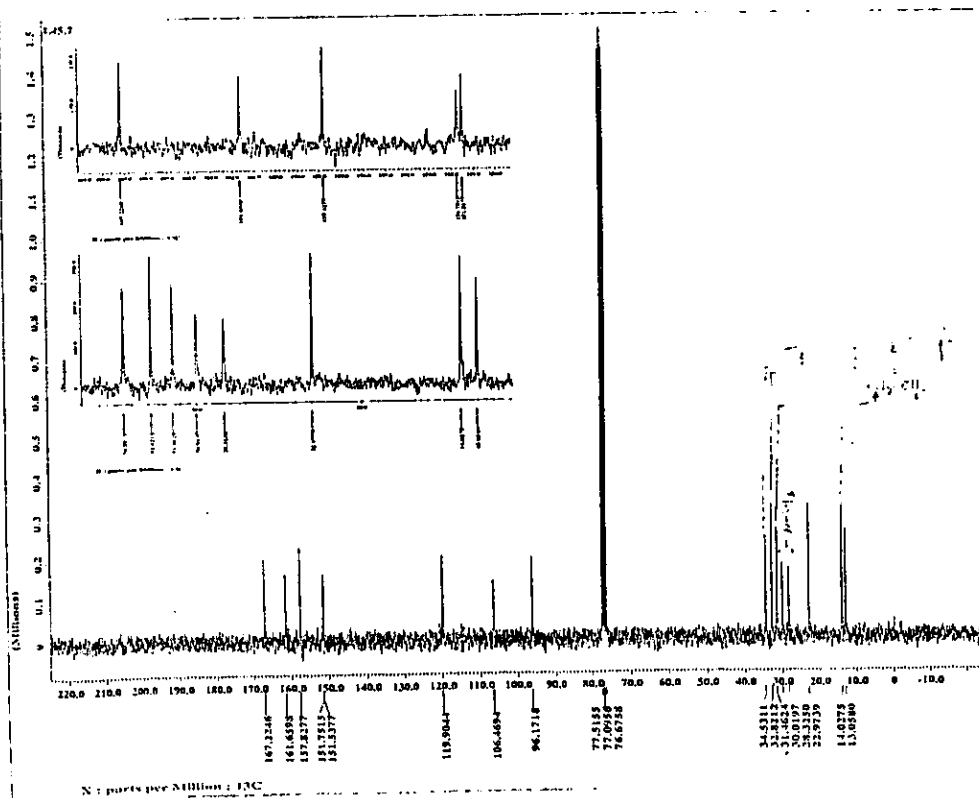
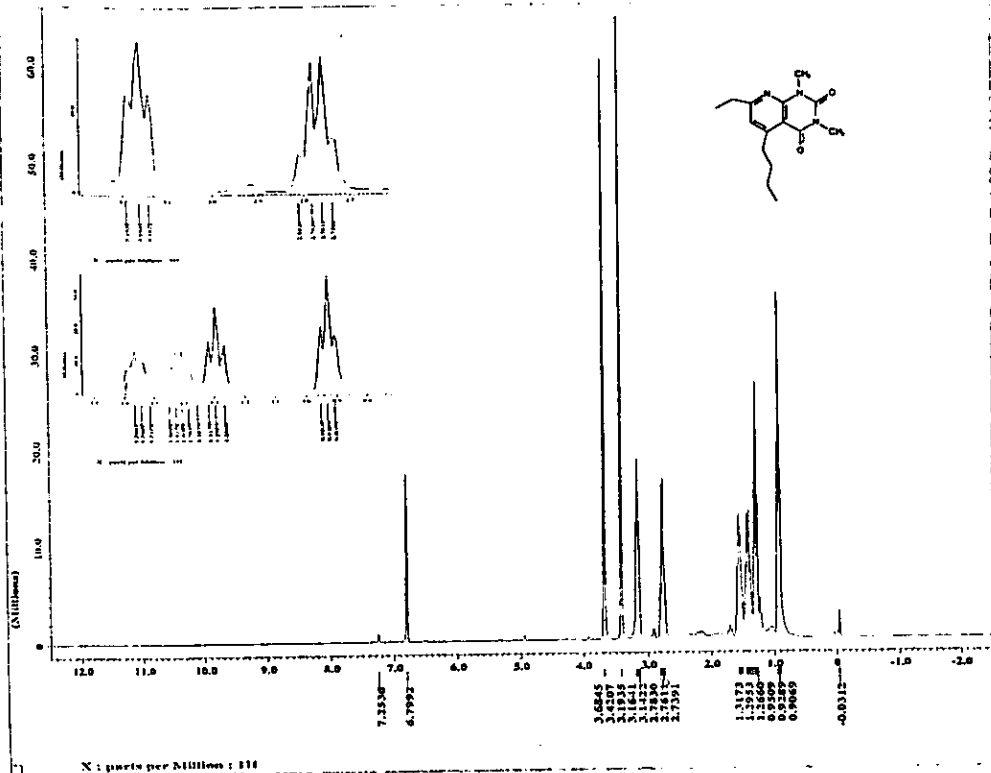
[ Mass Spectrum ]  
 Date : 05-Aug-99 12:30  
 Sample : L27  
 Note : -  
 Inlet : Direct Ion Mode : E1+  
 Spectrum Type : Normal Ion (4°-Linear)  
 RT : 8.67 min Scan : 115,323-115,253 Temp : 68.1 deg.C  
 BP : 100.0000 Int. : 419.08  
 Output m/z range : 0.0000 to 306.9435 Cut Level : 0.00 %

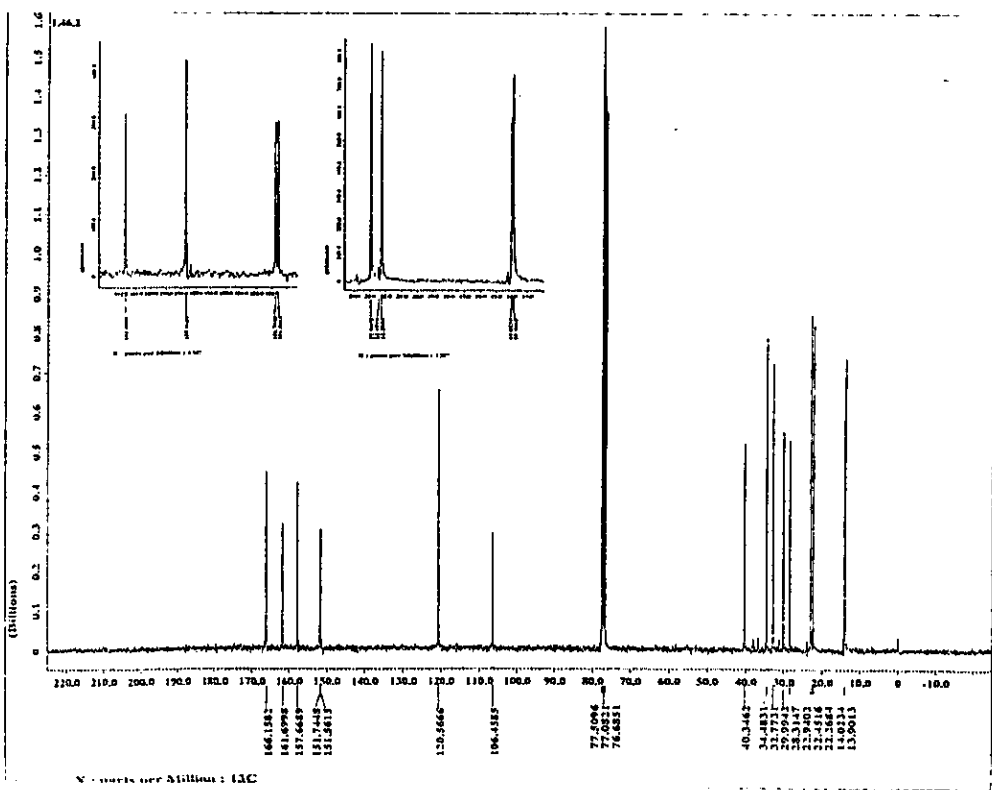
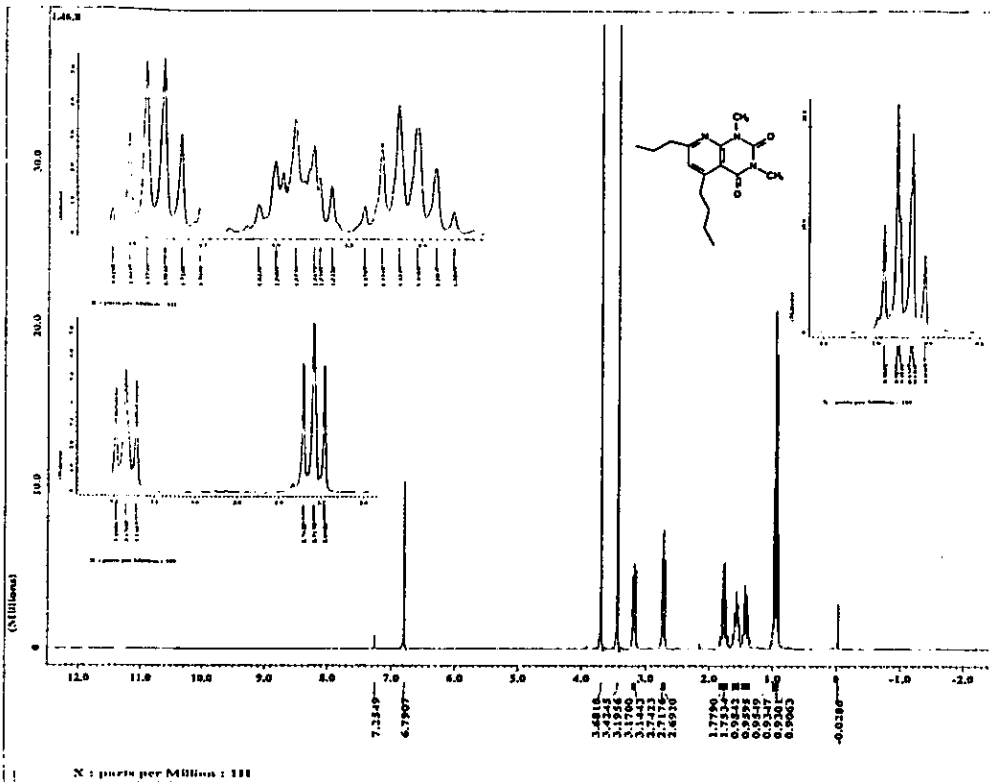


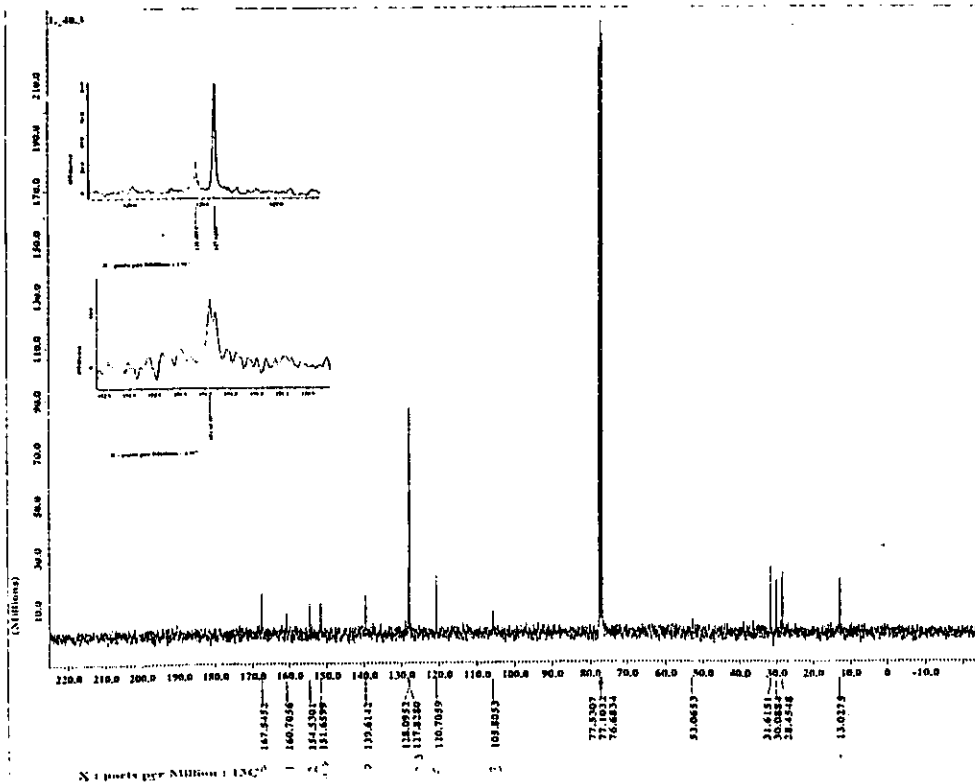
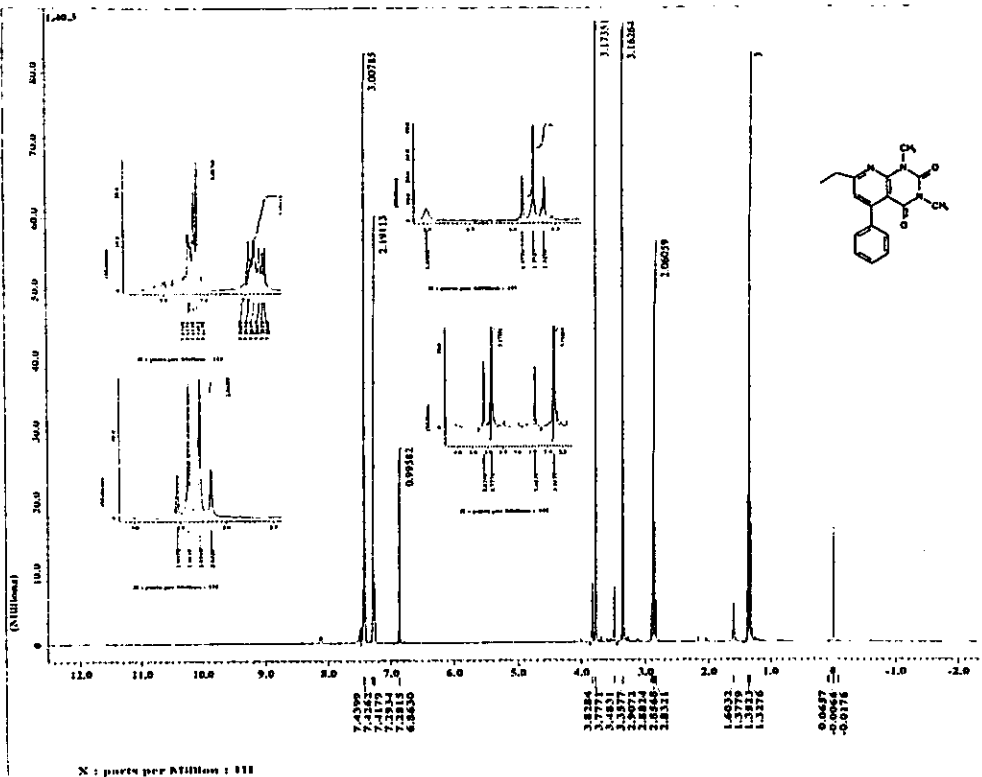


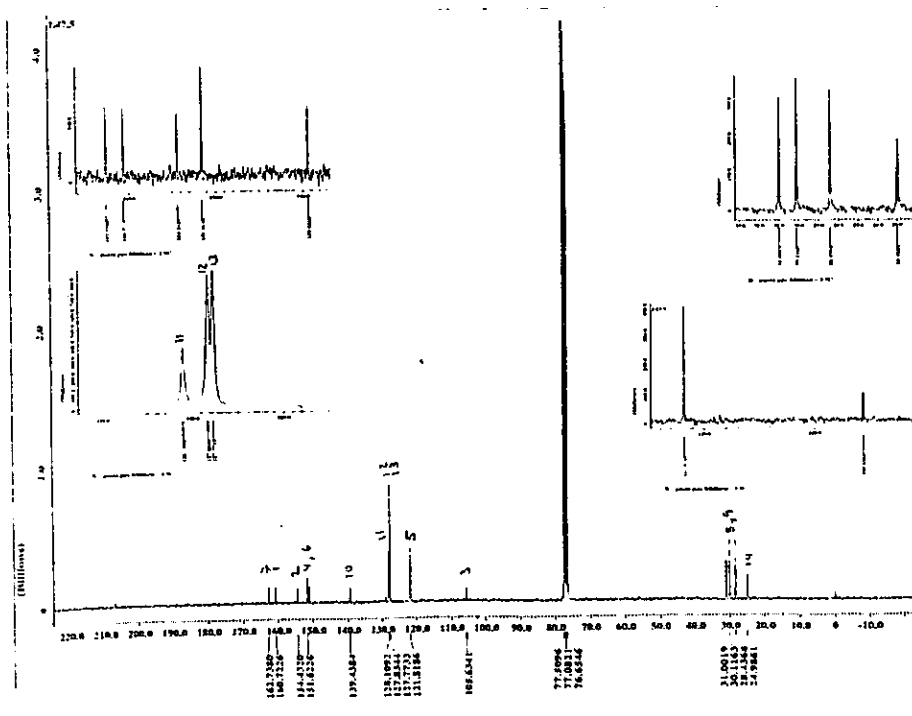
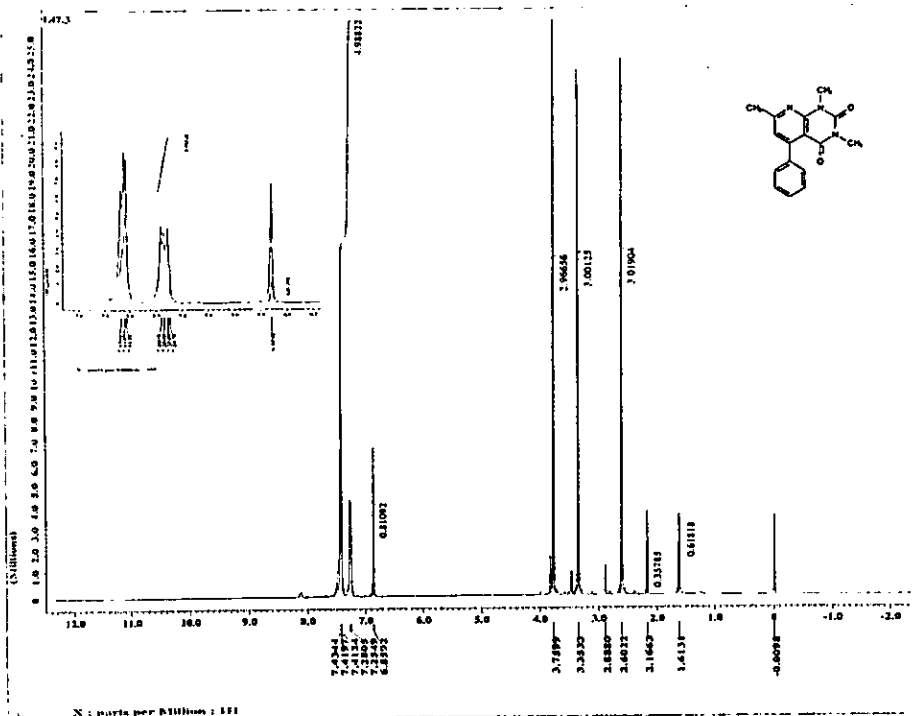
# **Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear de $C^{13}$ y $H^1$**

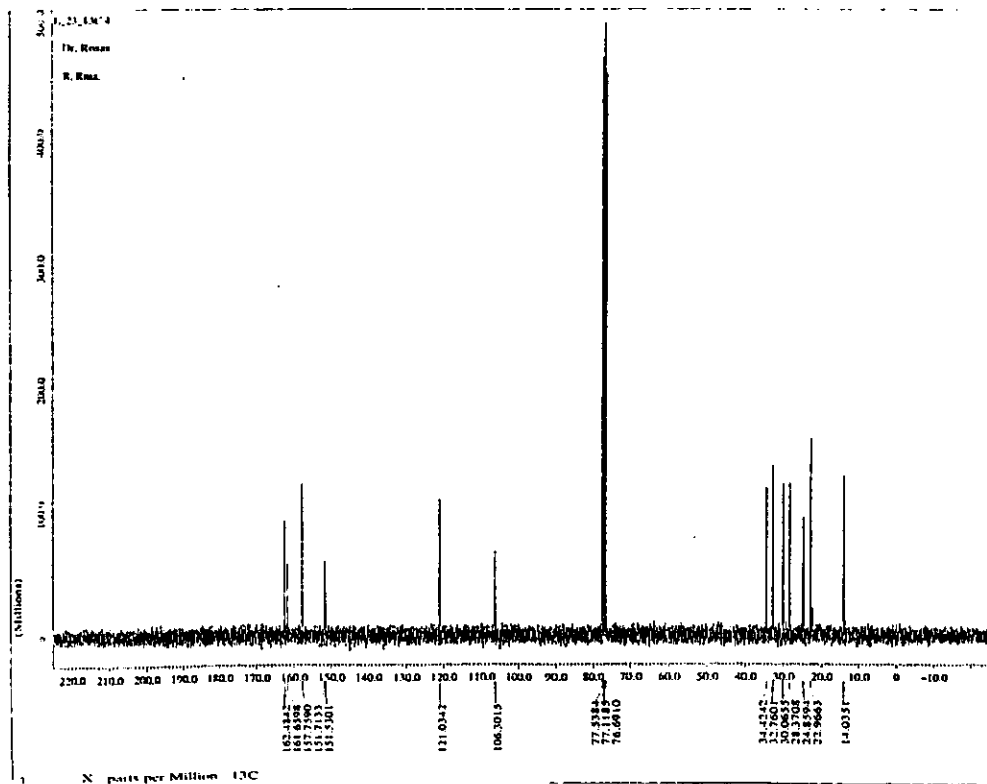
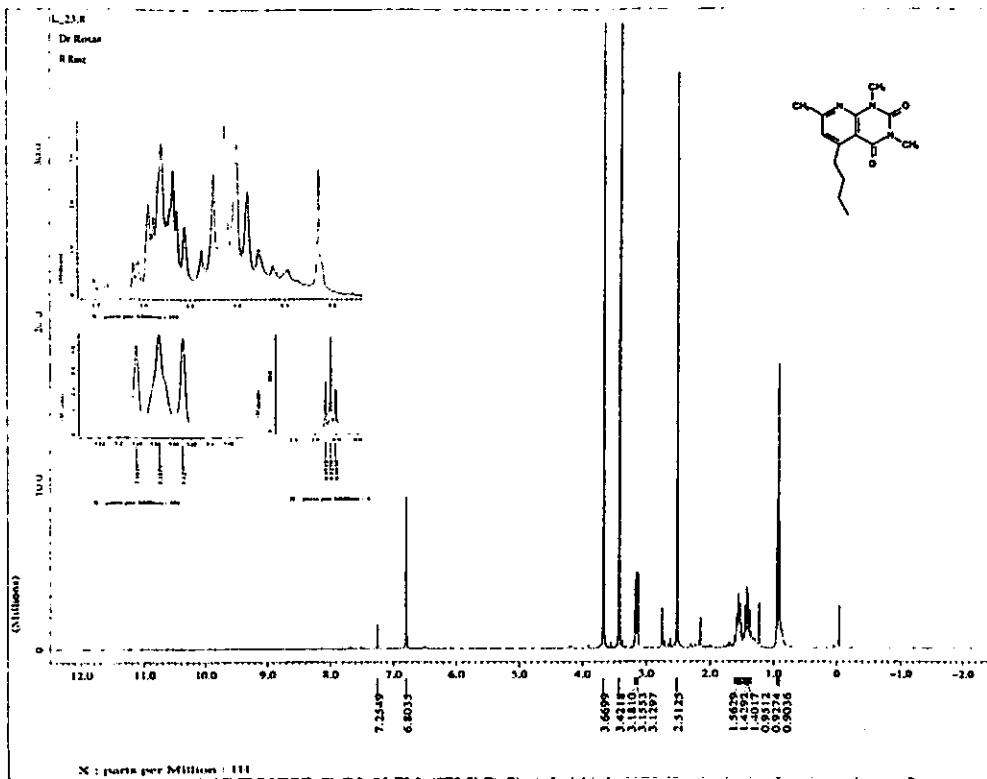












## **Espectros de Difracción de Rayos X**

**ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA**



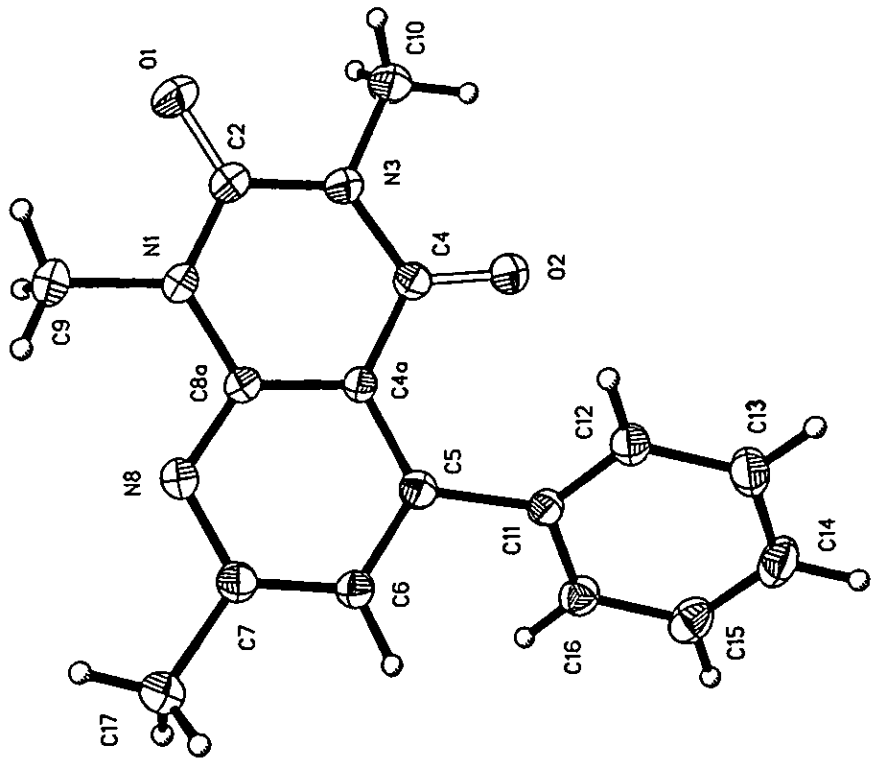


Table 1. Crystal data and structure refinement for  
 1,3,7-Trimethyl-5-phenylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

Identification code	L47 (Solved by: R. A. Toscano)
Empirical formula	$C_{16}H_{15}N_3O_2$
Formula weight	281.31
Temperature	293(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Monoclinic
Space group	$P2_1/n$
Unit cell dimensions	$a = 12.422(2)$ Å $\alpha = 90^\circ$ $b = 7.912(1)$ Å $\beta = 106.89(1)^\circ$ $c = 14.483(1)$ Å $\gamma = 90^\circ$
Volume	$1362.0(3)$ Å <sup>3</sup>
Z	4
Density (calculated)	$1.372$ Mg/m <sup>3</sup>
Absorption coefficient	$0.093$ mm <sup>-1</sup>
F(000)	592
Crystal size	0.92 x 0.48 x 0.14 mm colorless-plates
$\theta$ range for data collection	$1.50$ to $25.00^\circ$
Index ranges	$0 \leq h \leq 14$ , $0 \leq k \leq 9$ , $-17 \leq l \leq 16$
Reflections collected	2525
Independent reflections	2408 ( $R_{int} = 0.0273$ )
Absorption correction	None
Refinement method	Full-matrix least-squares on $F^2$
Data / restraints / parameters	2408 / 0 / 191
Goodness-of-fit on $F^2$	1.019
Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]	$R1 = 0.0549$ , $wR2 = 0.1267$
R indices (all data)	$R1 = 0.0992$ , $wR2 = 0.1594$
Extinction coefficient	$0.007(2)$
Largest diff. peak and hole	$0.219$ and $-0.308$ eÅ <sup>-3</sup>

Table 2. Atomic coordinates [ $\times 10^4$ ] and equivalent isotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for 1,3,7-Trimethyl-5-phenylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.  $U(\text{eq})$  is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
O(1)	4401(2)	2624(4)	10091(2)	65(1)
O(2)	7745(2)	2026(3)	9477(2)	48(1)
N(1)	4391(2)	1332(4)	8700(2)	41(1)
C(2)	4915(3)	2088(5)	9563(2)	44(1)
N(3)	6079(2)	2216(4)	9800(2)	41(1)
C(4)	6743(2)	1703(4)	9226(2)	35(1)
C(4A)	6147(2)	806(4)	8343(2)	32(1)
C(5)	6675(2)	116(4)	7685(2)	32(1)
C(6)	6000(2)	-562(4)	6832(2)	37(1)
C(7)	4834(2)	-572(4)	6638(2)	37(1)
N(8)	4318(2)	39(4)	7262(2)	38(1)
C(8A)	4967(2)	699(4)	8082(2)	34(1)
C(9)	3159(3)	1301(6)	8422(3)	57(1)
C(10)	6622(3)	3133(6)	10700(2)	58(1)
C(11)	7917(2)	8(4)	7835(2)	32(1)
C(12)	8642(2)	-739(4)	8647(2)	40(1)
C(13)	9771(3)	-970(5)	8717(2)	47(1)
C(14)	10181(3)	-437(5)	7970(3)	53(1)
C(15)	9479(3)	318(5)	7169(3)	49(1)
C(16)	8349(3)	514(4)	7093(2)	39(1)
C(17)	4091(3)	-1270(5)	5713(2)	52(1)

Table 3. Bond lengths (Å) and angles (°) for 1,3,7-Trimethyl-5-phenylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

O(1)-C(2)	1.207(4)	O(2)-C(4)	1.218(4)
N(1)-C(2)	1.367(4)	N(1)-C(8A)	1.391(4)
N(1)-C(9)	1.466(4)	C(2)-N(3)	1.389(4)
N(3)-C(4)	1.390(4)	N(3)-C(10)	1.474(4)
C(4)-C(4A)	1.462(4)	C(4A)-C(8A)	1.405(4)
C(4A)-C(5)	1.414(4)	C(5)-C(6)	1.384(4)
C(5)-C(11)	1.497(4)	C(6)-C(7)	1.393(4)
C(7)-N(8)	1.341(4)	C(7)-C(17)	1.494(4)
N(8)-C(8A)	1.333(4)	C(11)-C(12)	1.389(4)
C(11)-C(16)	1.392(4)	C(12)-C(13)	1.388(4)
C(13)-C(14)	1.388(5)	C(14)-C(15)	1.369(5)
C(15)-C(16)	1.385(4)		
C(2)-N(1)-C(8A)	123.2(2)	C(2)-N(1)-C(9)	116.1(3)
C(8A)-N(1)-C(9)	120.6(3)	O(1)-C(2)-N(1)	122.3(3)
O(1)-C(2)-N(3)	121.4(3)	N(1)-C(2)-N(3)	116.3(3)
C(2)-N(3)-C(4)	125.9(3)	C(2)-N(3)-C(10)	115.5(3)
C(4)-N(3)-C(10)	118.3(3)	O(2)-C(4)-N(3)	119.5(3)
O(2)-C(4)-C(4A)	125.2(3)	N(3)-C(4)-C(4A)	115.3(2)
C(8A)-C(4A)-C(5)	116.6(3)	C(8A)-C(4A)-C(4)	119.2(3)
C(5)-C(4A)-C(4)	124.1(2)	C(6)-C(5)-C(4A)	118.1(3)
C(6)-C(5)-C(11)	116.0(3)	C(4A)-C(5)-C(11)	125.8(3)
C(5)-C(6)-C(7)	120.5(3)	N(8)-C(7)-C(6)	122.3(3)
N(8)-C(7)-C(17)	116.5(3)	C(6)-C(7)-C(17)	121.2(3)
C(8A)-N(8)-C(7)	117.3(2)	N(8)-C(8A)-N(1)	115.0(2)
N(8)-C(8A)-C(4A)	125.2(3)	N(1)-C(8A)-C(4A)	119.8(3)
C(12)-C(11)-C(16)	118.4(3)	C(12)-C(11)-C(5)	122.3(3)
C(16)-C(11)-C(5)	118.9(3)	C(13)-C(12)-C(11)	120.7(3)
C(14)-C(13)-C(12)	119.6(3)	C(15)-C(14)-C(13)	120.4(3)
C(14)-C(15)-C(16)	119.8(3)	C(15)-C(16)-C(11)	121.1(3)

Table 4. Anisotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for  
 1,3,7-Trimethyl-5-phenylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2 \{ (ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^* b^* U_{12} \}$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	51(1)	97(2)	56(2)	-26(2)	28(1)	2(1)
O(2)	33(1)	68(2)	42(1)	-12(1)	10(1)	-6(1)
N(1)	29(1)	59(2)	38(1)	-5(1)	14(1)	4(1)
C(2)	40(2)	53(2)	41(2)	-4(2)	17(1)	3(2)
N(3)	38(1)	53(2)	35(1)	-9(1)	13(1)	-1(1)
C(4)	34(2)	40(2)	31(1)	3(1)	9(1)	3(1)
C(4A)	30(1)	37(2)	30(1)	2(1)	9(1)	3(1)
C(5)	32(1)	33(2)	30(1)	7(1)	9(1)	3(1)
C(6)	37(1)	42(2)	31(1)	1(1)	11(1)	4(1)
C(7)	38(2)	41(2)	33(1)	2(1)	11(1)	0(1)
N(8)	31(1)	45(2)	36(1)	-1(1)	8(1)	1(1)
C(8A)	33(1)	39(2)	32(1)	-1(1)	12(1)	1(1)
C(9)	31(2)	88(3)	54(2)	-11(2)	15(1)	4(2)
C(10)	50(2)	78(3)	45(2)	-25(2)	13(2)	-4(2)
C(11)	31(1)	34(2)	33(1)	-2(1)	11(1)	0(1)
C(12)	35(2)	46(2)	38(2)	3(1)	10(1)	3(1)
C(13)	33(2)	51(2)	52(2)	-1(2)	4(1)	6(2)
C(14)	30(2)	59(2)	73(2)	-14(2)	20(2)	-1(2)
C(15)	45(2)	52(2)	59(2)	-1(2)	28(2)	-6(2)
C(16)	40(2)	43(2)	39(2)	4(1)	16(1)	1(1)
C(17)	45(2)	71(3)	41(2)	-11(2)	11(1)	-5(2)

Table 5. Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for 1,3,7-Trimethyl-5-phenylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

	x	y	z	U(eq)
H(6)	6338	-1028	6371	44
H(9A)	2876	467	7929	69
H(9B)	2869	2384	8169	69
H(9C)	2911	1039	8974	69
H(10A)	6442	2587	11229	69
H(10B)	6338	4267	10654	69
H(10C)	7423	3149	10812	69
H(12)	8358	-1090	9166	48
H(13)	10264	-1502	9277	56
H(14)	10961	-590	8016	64
H(15)	9769	704	6660	59
H(16)	7855	1015	6523	47
H(17A)	4401	-2327	5586	63
H(17B)	4101	-508	5200	63
H(17C)	3337	-1423	5749	63

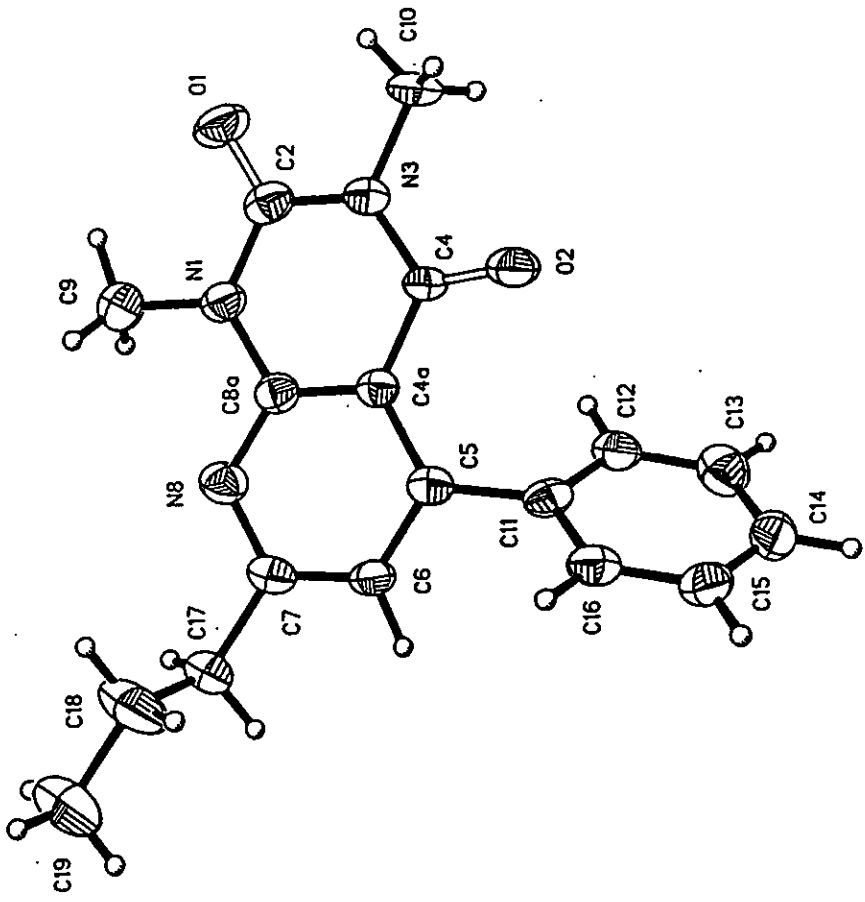


Table 1. Crystal data and structure refinement for 1,3-Dimethyl-5-phenyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

Identification code	143s (Solved by: R. A. Toscano)
Empirical formula	$C_{18}H_{19}N_3O_2$
Formula weight	309.36
Temperature	293(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Orthorhombic
Space group	Pbca
Unit cell dimensions	$a = 9.719(1) \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $b = 8.450(3) \text{ \AA}$ $\beta = 90^\circ$ $c = 39.741(7) \text{ \AA}$ $\gamma = 90^\circ$
Volume	3263.8(13) Å <sup>3</sup>
Z	8
Density (calculated)	1.259 Mg/m <sup>3</sup>
Absorption coefficient	0.084 mm <sup>-1</sup>
F(000)	1312
Crystal size	0.56 x 0.36 x 0.16 mm light-yellow prism
$\theta$ range for data collection	1.50 to 25.00 <sup>o</sup>
Index ranges	$0 \leq h \leq 11$ , $0 \leq k \leq 10$ , $-47 \leq l \leq 0$
Reflections collected	2868
Independent reflections	2868 ( $R_{int} = 0.0000$ )
Absorption correction	None
Refinement method	Full-matrix least-squares on $F^2$
Data / restraints / parameters	2868 / 0 / 209
Goodness-of-fit on $F^2$	1.038
Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]	$R1 = 0.1007$ , $wR2 = 0.2448$
R indices (all data)	$R1 = 0.2331$ , $wR2 = 0.3351$
Extinction coefficient	0.0013(8)
Largest diff. peak and hole	0.312 and -0.231 eÅ <sup>-3</sup>



Table 2. Atomic coordinates [ $\times 10^4$ ] and equivalent isotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for 1,3-Dimethyl-5-phenyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.  $U(\text{eq})$  is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
O(1)	4223(6)	3107(8)	6085(2)	79(2)
O(2)	7339(6)	807(7)	6780(1)	71(2)
N(1)	6474(6)	3445(8)	5957(2)	55(2)
C(2)	5424(8)	2896(10)	6163(2)	60(2)
N(3)	5792(6)	2085(7)	6446(2)	53(2)
C(4)	7143(7)	1715(9)	6545(2)	49(2)
C(4A)	8217(7)	2434(9)	6339(2)	46(2)
C(5)	9636(8)	2313(8)	6422(2)	49(2)
C(6)	10545(8)	2913(9)	6185(2)	54(2)
C(7)	10118(8)	3656(9)	5894(2)	58(2)
N(8)	8774(7)	3846(8)	5822(2)	61(2)
C(8A)	7857(8)	3228(9)	6046(2)	48(2)
C(9)	6081(10)	4282(13)	5653(2)	81(3)
C(10)	4671(8)	1505(10)	6663(2)	66(2)
C(11)	10191(7)	1780(8)	6749(2)	48(2)
C(12)	9746(9)	2464(10)	7051(2)	60(2)
C(13)	10356(11)	2102(11)	7350(2)	73(3)
C(14)	11388(10)	960(11)	7362(2)	68(2)
C(15)	11802(9)	252(12)	7063(2)	73(3)
C(16)	11227(8)	636(10)	6766(2)	60(2)
C(17)	11108(9)	4296(12)	5635(2)	72(3)
C(18)	11339(13)	3224(15)	5354(3)	112(4)
C(19)	12312(14)	3790(16)	5088(3)	117(4)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for 1,3-Dimethyl-5-phenyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

O(1)-C(2)	1.221(9)	O(2)-C(4)	1.224(8)
N(1)-C(2)	1.388(10)	N(1)-C(8A)	1.403(9)
N(1)-C(9)	1.450(10)	C(2)-N(3)	1.365(10)
N(3)-C(4)	1.405(9)	N(3)-C(10)	1.473(9)
C(4)-C(4A)	1.460(10)	C(4A)-C(8A)	1.390(10)
C(4A)-C(5)	1.421(10)	C(5)-C(6)	1.387(10)
C(5)-C(11)	1.480(10)	C(6)-C(7)	1.380(11)
C(7)-N(8)	1.347(10)	C(7)-C(17)	1.510(11)
N(8)-C(8A)	1.363(9)	C(11)-C(16)	1.398(10)
C(11)-C(12)	1.399(10)	C(12)-C(13)	1.363(12)
C(13)-C(14)	1.393(13)	C(14)-C(15)	1.389(13)
C(15)-C(16)	1.346(11)	C(17)-C(18)	1.455(13)
C(18)-C(19)	1.495(13)		
C(2)-N(1)-C(8A)	120.8(6)	C(2)-N(1)-C(9)	117.5(7)
C(8A)-N(1)-C(9)	121.7(7)	O(1)-C(2)-N(3)	122.2(8)
O(1)-C(2)-N(1)	120.2(8)	N(3)-C(2)-N(1)	117.5(7)
C(2)-N(3)-C(4)	125.9(6)	C(2)-N(3)-C(10)	117.1(7)
C(4)-N(3)-C(10)	117.0(6)	O(2)-C(4)-N(3)	119.9(6)
O(2)-C(4)-C(4A)	125.3(7)	N(3)-C(4)-C(4A)	114.8(6)
C(8A)-C(4A)-C(5)	118.3(6)	C(8A)-C(4A)-C(4)	119.4(7)
C(5)-C(4A)-C(4)	122.3(6)	C(6)-C(5)-C(4A)	115.8(7)
C(6)-C(5)-C(11)	118.4(7)	C(4A)-C(5)-C(11)	125.4(6)
C(7)-C(6)-C(5)	122.9(8)	N(8)-C(7)-C(6)	121.7(7)
N(8)-C(7)-C(17)	115.5(7)	C(6)-C(7)-C(17)	122.9(8)
C(7)-N(8)-C(8A)	116.7(7)	N(8)-C(8A)-C(4A)	124.6(7)
N(8)-C(8A)-N(1)	114.4(6)	C(4A)-C(8A)-N(1)	121.1(6)
C(16)-C(11)-C(12)	117.8(8)	C(16)-C(11)-C(5)	121.1(7)
C(12)-C(11)-C(5)	121.0(7)	C(13)-C(12)-C(11)	121.3(8)
C(12)-C(13)-C(14)	119.9(9)	C(15)-C(14)-C(13)	118.6(8)
C(16)-C(15)-C(14)	121.7(9)	C(15)-C(16)-C(11)	120.6(8)
C(18)-C(17)-C(7)	113.5(8)	C(17)-C(18)-C(19)	116.1(10)

Table 4. Anisotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for 1,3-Dimethyl-5-phenyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

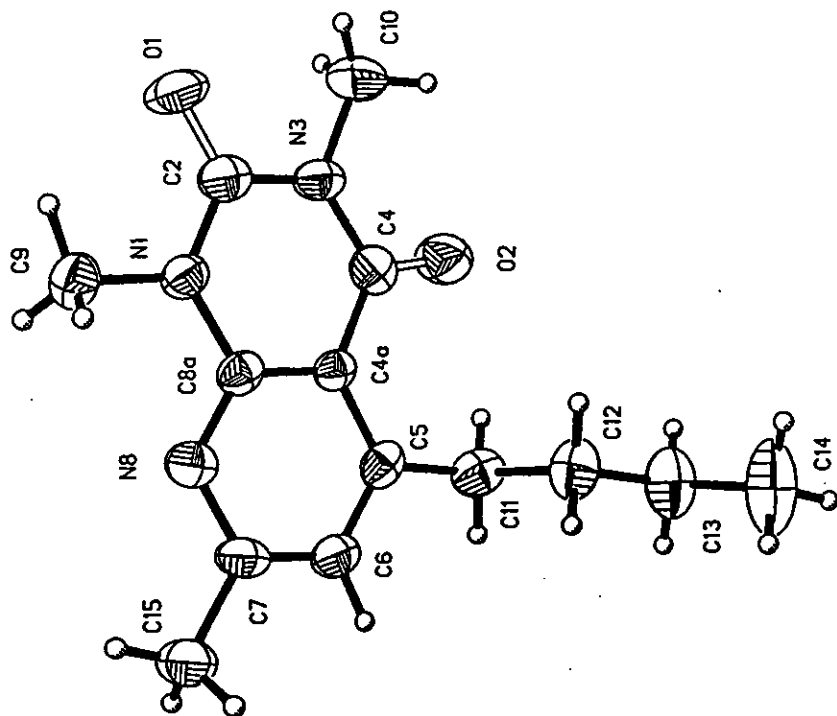
The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2 [ (ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^* b^* U_{12} ]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	38(4)	101(5)	97(5)	-2(4)	-7(3)	7(3)
O(2)	43(3)	84(4)	85(4)	27(4)	3(3)	-11(3)
N(1)	42(4)	61(4)	61(4)	4(3)	-2(3)	0(3)
C(2)	44(5)	66(5)	70(5)	-12(4)	-2(4)	3(4)
N(3)	39(4)	58(4)	61(4)	0(3)	9(3)	0(3)
C(4)	33(4)	57(5)	57(4)	2(4)	6(3)	-9(4)
C(4A)	40(4)	48(4)	50(4)	-7(3)	4(3)	-2(3)
C(5)	41(5)	47(4)	58(4)	-5(3)	7(3)	-1(3)
C(6)	34(4)	68(5)	61(5)	-9(4)	4(3)	-4(4)
C(7)	47(5)	62(5)	65(5)	3(4)	13(4)	-9(4)
N(8)	55(5)	59(4)	69(4)	7(3)	6(3)	-11(3)
C(8A)	43(5)	47(4)	53(4)	-4(3)	2(3)	3(4)
C(9)	62(6)	111(8)	70(6)	21(6)	-6(5)	5(6)
C(10)	37(4)	69(5)	92(6)	8(4)	18(4)	-10(4)
C(11)	38(4)	36(4)	70(5)	1(3)	-3(3)	-8(3)
C(12)	48(5)	67(5)	64(5)	-2(4)	9(4)	-6(4)
C(13)	83(7)	71(6)	67(5)	0(4)	5(5)	-11(6)
C(14)	66(6)	73(6)	66(5)	19(4)	-10(4)	-20(5)
C(15)	46(5)	89(7)	85(7)	22(5)	-5(5)	-9(5)
C(16)	43(5)	60(5)	76(6)	3(4)	11(4)	3(4)
C(17)	57(6)	97(7)	62(5)	12(5)	14(4)	-4(5)
C(18)	111(10)	126(10)	100(8)	-11(8)	56(7)	-37(8)
C(19)	121(11)	128(10)	100(8)	-10(7)	50(8)	-18(8)

Table 5. Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for 1,3-Dimethyl-5-phenyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

	x	y	z	U(eq)
H(6)	11515	2797	6223	65
H(9A)	5096	4300	5635	97
H(9B)	6421	5347	5666	97
H(9C)	6463	3768	5459	97
H(10A)	3804	1820	6568	79
H(10B)	4709	372	6677	79
H(10C)	4766	1951	6884	79
H(12)	8988	3192	7045	72
H(13)	10083	2637	7553	88
H(14)	11800	657	7572	82
H(15)	12527	-520	7068	88
H(16)	11512	116	6563	72
H(17A)	11973	4510	5742	87
H(17B)	10758	5274	5547	87
H(18A)	10471	3003	5248	135
H(18B)	11692	2249	5443	135
H(19A)	12423	3024	4912	140
H(19B)	11954	4755	4996	140
H(19C)	13187	3993	5192	140



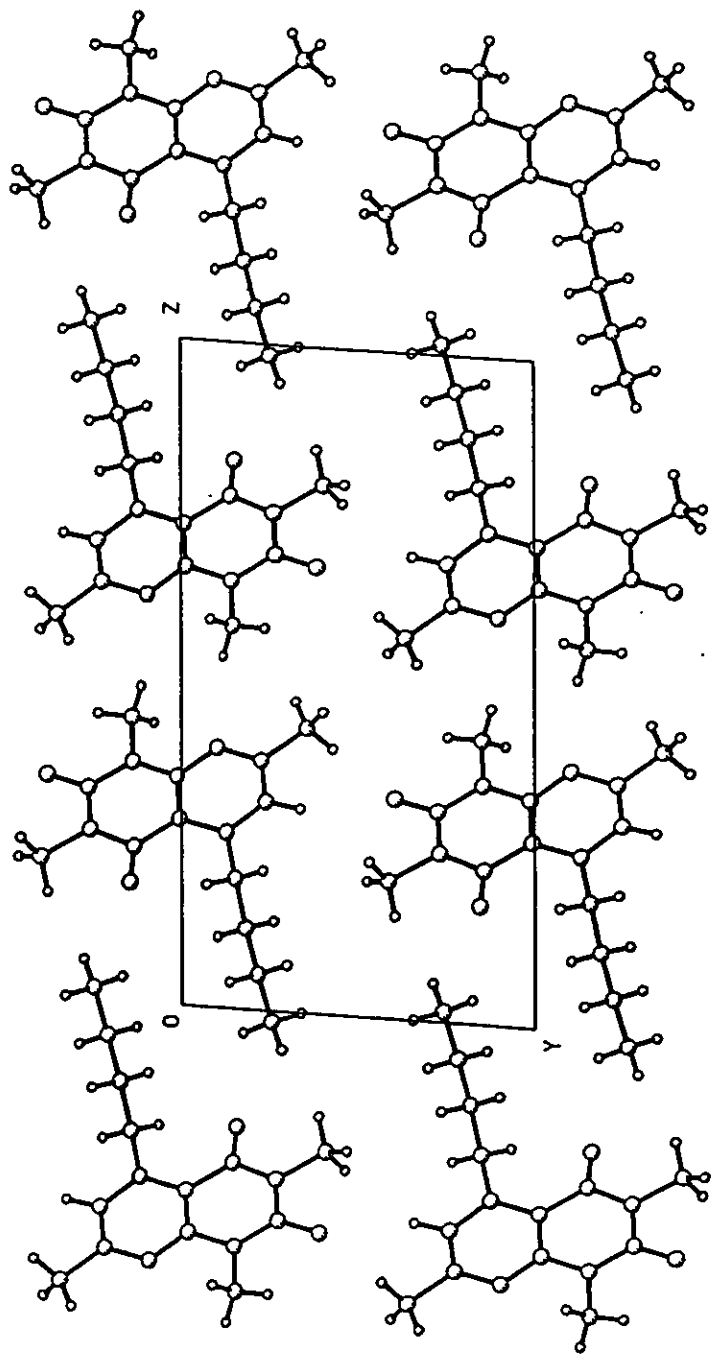


Table 1. Crystal data and structure refinement for 5-n-Butyl-1,3,7-trimethylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

Identification code	L23 (Solved by: R. A. Toscano)
Empirical formula	$C_{14}H_{19}N_3O_2$
Formula weight	261.32
Temperature	293(2) K
Wavelength	0.71073 Å
Crystal system	Triclinic
Space group	$P\bar{1}$
Unit cell dimensions	$a = 4.557(1) \text{ \AA}$ $\alpha = 93.62(1)^\circ$ $b = 9.223(3) \text{ \AA}$ $\beta = 92.99(1)^\circ$ $c = 17.120(5) \text{ \AA}$ $\gamma = 100.00(1)^\circ$
Volume	$705.7(3) \text{ \AA}^3$
Z	2
Density (calculated)	$1.230 \text{ Mg/m}^3$
Absorption coefficient	$0.084 \text{ mm}^{-1}$
F(000)	280
Crystal size	0.40 x 0.28 x 0.04 mm colorless-plate
$\theta$ range for data collection	1.50 to $25.00^\circ$
Index ranges	$0 \leq h \leq 5$ , $-10 \leq k \leq 10$ , $-20 \leq l \leq 20$
Reflections collected	2828
Independent reflections	2486 ( $R_{int} = 0.0516$ )
Absorption correction	None
Refinement method	Full-matrix least-squares on $F^2$
Data / restraints / parameters	2486 / 0 / 172
Goodness-of-fit on $F^2$	1.007
Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]	$R1 = 0.0755$ , $wR2 = 0.1520$
R indices (all data)	$R1 = 0.2045$ , $wR2 = 0.2061$
Largest diff. peak and hole	0.171 and $-0.156 \text{ e\AA}^{-3}$

Table 2. Atomic coordinates [ $\times 10^4$ ] and equivalent isotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for 5-n-Butyl-1,3,7-trimethylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.  $U(\text{eq})$  is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

	x	y	z	U(eq)
O(1)	983(9)	-3925(4)	3295(2)	92(1)
O(2)	7877(10)	-1576(4)	1778(2)	98(2)
N(1)	2529(9)	-1479(4)	3582(2)	59(1)
C(2)	2553(13)	-2767(6)	3147(3)	66(2)
N(3)	4389(10)	-2718(4)	2524(3)	66(1)
C(4)	6256(13)	-1456(6)	2312(3)	68(2)
C(4A)	6099(11)	-77(5)	2779(3)	53(1)
C(5)	7789(11)	1300(5)	2624(3)	58(1)
C(6)	7465(12)	2478(5)	3126(3)	66(2)
C(7)	5622(13)	2348(5)	3734(3)	64(2)
N(8)	4002(9)	1033(4)	3883(2)	62(1)
C(8A)	4269(11)	-136(5)	3409(3)	55(1)
C(9)	698(12)	-1501(5)	4254(3)	78(2)
C(10)	4405(14)	-4118(5)	2063(3)	95(2)
C(11)	9751(11)	1565(5)	1948(3)	73(2)
C(12)	7978(12)	1872(6)	1218(3)	83(2)
C(13)	9849(14)	2225(7)	534(3)	103(2)
C(14)	8175(17)	2622(9)	-164(4)	157(3)
C(15)	5265(13)	3639(5)	4268(3)	87(2)



Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for 5-n-Butyl-1,3,7-trimethylpyrido(2,3-d)pyrimidin-2,4-dione.

O(1)-C(2)	1.226(5)	O(2)-C(4)	1.216(6)
N(1)-C(2)	1.364(6)	N(1)-C(8A)	1.407(5)
N(1)-C(9)	1.455(5)	C(2)-N(3)	1.387(6)
N(3)-C(4)	1.397(6)	N(3)-C(10)	1.472(5)
C(4)-C(4A)	1.474(6)	C(4A)-C(8A)	1.396(6)
C(4A)-C(5)	1.414(6)	C(5)-C(6)	1.376(6)
C(5)-C(11)	1.505(6)	C(6)-C(7)	1.369(6)
C(7)-N(8)	1.353(6)	C(7)-C(15)	1.492(6)
N(8)-C(8A)	1.335(5)	C(11)-C(12)	1.522(6)
C(12)-C(13)	1.503(6)	C(13)-C(14)	1.483(7)
C(2)-N(1)-C(8A)	121.9(5)	C(2)-N(1)-C(9)	119.0(4)
C(8A)-N(1)-C(9)	119.1(4)	O(1)-C(2)-N(1)	121.2(6)
O(1)-C(2)-N(3)	121.2(5)	N(1)-C(2)-N(3)	117.6(5)
C(2)-N(3)-C(4)	125.3(5)	C(2)-N(3)-C(10)	117.0(5)
C(4)-N(3)-C(10)	117.7(5)	O(2)-C(4)-N(3)	118.8(5)
O(2)-C(4)-C(4A)	125.6(5)	N(3)-C(4)-C(4A)	115.6(5)
C(8A)-C(4A)-C(5)	118.8(5)	C(8A)-C(4A)-C(4)	118.8(5)
C(5)-C(4A)-C(4)	122.4(5)	C(6)-C(5)-C(4A)	115.5(5)
C(6)-C(5)-C(11)	119.1(5)	C(4A)-C(5)-C(11)	125.4(5)
C(7)-C(6)-C(5)	123.0(5)	N(8)-C(7)-C(6)	121.7(5)
N(8)-C(7)-C(15)	116.0(5)	C(6)-C(7)-C(15)	122.4(5)
C(8A)-N(8)-C(7)	117.0(5)	N(8)-C(8A)-C(4A)	124.1(5)
N(8)-C(8A)-N(1)	115.1(5)	C(4A)-C(8A)-N(1)	120.7(5)
C(5)-C(11)-C(12)	111.3(4)	C(13)-C(12)-C(11)	113.8(5)
C(14)-C(13)-C(12)	114.2(5)		

Table 4. Anisotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for  
 5-n-Butyl-1,3,7-trimethylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2 [ (ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^* b^* U_{12} ]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	105(3)	51(2)	113(3)	15(2)	3(2)	-11(2)
O(2)	119(4)	73(3)	102(3)	-8(2)	36(3)	14(2)
N(1)	64(3)	50(2)	61(3)	11(2)	-1(2)	5(2)
C(2)	67(4)	57(3)	70(4)	9(3)	-18(3)	8(3)
N(3)	73(3)	45(2)	79(3)	1(2)	-8(3)	8(2)
C(4)	71(4)	69(4)	65(4)	2(3)	-1(3)	20(3)
C(4A)	54(3)	47(3)	57(3)	9(2)	-10(3)	8(3)
C(5)	47(3)	62(3)	63(3)	20(3)	-7(3)	7(3)
C(6)	72(4)	50(3)	75(4)	9(3)	-9(3)	5(3)
C(7)	77(4)	43(3)	70(4)	-4(3)	-18(3)	13(3)
N(8)	66(3)	54(2)	65(3)	2(2)	-14(2)	15(2)
C(8A)	55(3)	51(3)	59(3)	14(3)	-5(3)	12(3)
C(9)	88(5)	78(4)	67(4)	17(3)	4(3)	11(3)
C(10)	120(5)	54(3)	109(5)	-10(3)	5(4)	13(3)
C(11)	59(4)	67(3)	90(4)	11(3)	-5(3)	7(3)
C(12)	64(4)	107(4)	78(4)	24(3)	7(3)	13(3)
C(13)	84(5)	150(6)	81(4)	22(4)	10(4)	29(4)
C(14)	145(7)	263(10)	82(5)	56(6)	24(5)	65(7)
C(15)	116(5)	58(3)	84(4)	-3(3)	-13(4)	15(3)

Table 5. Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for 5-n-Butyl-1,3,7-trimethylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

	x	y	z	U(eq)
H(6)	8592	3433	3048	80
H(9A)	1937	-1227	4730	93
H(9B)	-461	-2472	4269	93
H(9C)	-671	-830	4185	93
H(10A)	5004	-3930	1544	114
H(10B)	2444	-4709	2039	114
H(10C)	5752	-4649	2325	114
H(11A)	10635	712	1831	87
H(11B)	11326	2391	2089	87
H(12A)	7006	2692	1345	99
H(12B)	6469	1026	1062	99
H(13A)	10744	1386	391	124
H(13B)	11419	3039	701	124
H(14A)	7217	3434	-8	189
H(14B)	6676	1796	-358	189
H(14C)	9452	2904	-577	189
H(15A)	7167	4088	4519	105
H(15B)	3908	3317	4659	105
H(15C)	4456	4349	3976	105

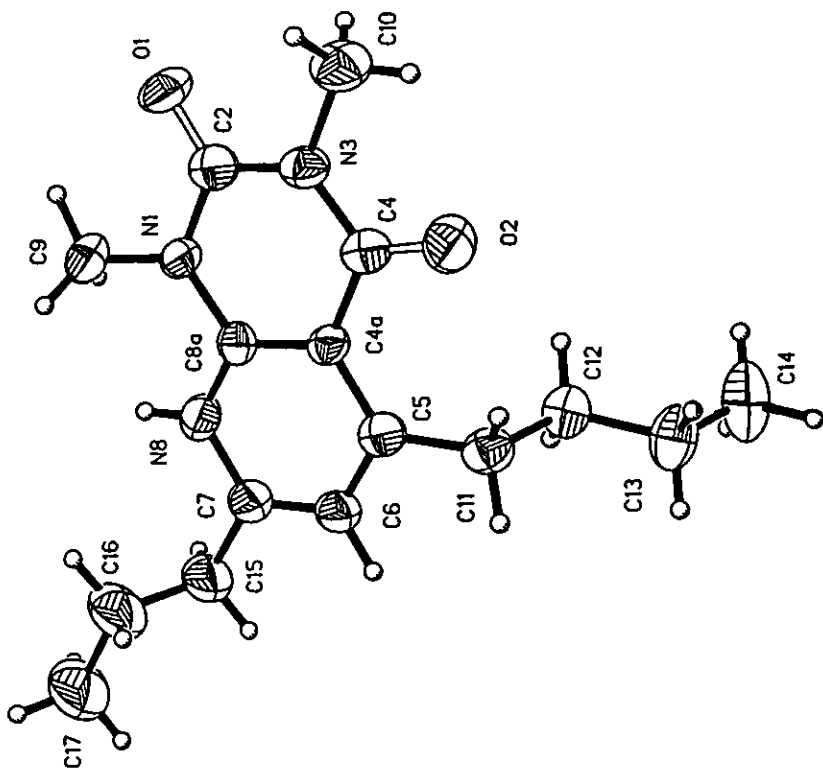


Table 1. Crystal data and structure refinement for 1,3-Dimethyl-5-butyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

Identification code	1-46 (Solved by: R. A. Toscano)
Empirical formula	$C_{16}H_{24}N_3O_2$
Formula weight	290.38
Temperature	293(2) K
Wavelength	0.71069 Å
Crystal system	Triclinic
Space group	$P\bar{1}$
Unit cell dimensions	$a = 4.650(2)$ Å $\alpha = 81.55(3)^\circ$ $b = 8.322(3)$ Å $\beta = 85.06(3)^\circ$ $c = 21.403(8)$ Å $\gamma = 88.92(4)^\circ$
Volume	$816.2(6)$ Å <sup>3</sup>
Z	2
Density (calculated)	$1.182$ Mg/m <sup>3</sup>
Absorption coefficient	$0.079$ mm <sup>-1</sup>
F(000)	314
Crystal size	0.70 x 0.14 x 0.12 mm colorless-needle
$\theta$ range for data collection	$1.50$ to $25.00^\circ$
Index ranges	$0 \leq h \leq 5$ , $-9 \leq k \leq 9$ , $-25 \leq l \leq 25$
Reflections collected	3269
Independent reflections	2883 ( $R_{int} = 0.0690$ )
Refinement method	Full-matrix least-squares on $F^2$
Data / restraints / parameters	2883 / 0 / 191
Goodness-of-fit on $F^2$	1.018
Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]	$R1 = 0.1034$ , $wR2 = 0.2383$
R indices (all data)	$R1 = 0.2714$ , $wR2 = 0.3373$
Extinction coefficient	$0.007(6)$
Largest diff. peak and hole	$0.202$ and $-0.244$ eÅ <sup>-3</sup>

Table 2. Atomic coordinates [ $\times 10^4$ ] and equivalent isotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for 1,3-Dimethyl-5-butyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione. U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

	x	y	z	U(eq)
O(1)	5285(16)	4967(7)	7185(3)	91(2)
O(2)	-1806(16)	2494(7)	8538(3)	93(2)
N(1)	3365(15)	2696(7)	6919(3)	61(2)
C(2)	3580(2)	3839(10)	7317(4)	69(2)
N(3)	1786(16)	3675(7)	7864(3)	66(2)
C(4)	-243(19)	2479(9)	8053(4)	59(2)
C(4A)	-252(18)	1195(8)	7642(3)	55(2)
C(5)	-2088(19)	-152(9)	7776(4)	63(2)
C(6)	-1810(2)	-1277(10)	7347(4)	73(3)
C(7)	0(2)	-1022(10)	6816(4)	76(3)
N(8)	1747(17)	279(8)	6685(3)	73(2)
C(8A)	1567(19)	1355(9)	7083(3)	58(2)
C(9)	5200(2)	2881(10)	6323(4)	84(3)
C(10)	2000(2)	4937(10)	8272(5)	96(3)
C(11)	-4062(19)	-569(10)	8364(4)	70(2)
C(12)	-2610(2)	-1382(10)	8939(4)	73(2)
C(13)	-4600(2)	-1968(12)	9505(4)	91(3)
C(14)	-3230(3)	-2764(16)	10070(5)	136(5)
C(15)	400(3)	-2254(11)	6352(4)	109(4)
C(16)	-70(4)	-1673(14)	5725(5)	142(6)
C(17)	90(4)	-2886(15)	5268(5)	163(7)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for 1,3-Dimethyl-5-butyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

O(1)-C(2)	1.224(9)	O(2)-C(4)	1.215(9)
N(1)-C(2)	1.379(9)	N(1)-C(8A)	1.392(9)
N(1)-C(9)	1.463(9)	C(2)-N(3)	1.369(11)
N(3)-C(4)	1.377(10)	N(3)-C(10)	1.472(9)
C(4)-C(4A)	1.481(10)	C(4A)-C(8A)	1.395(10)
C(4A)-C(5)	1.402(10)	C(5)-C(6)	1.401(10)
C(5)-C(11)	1.494(11)	C(6)-C(7)	1.349(12)
C(7)-N(8)	1.347(10)	C(7)-C(15)	1.528(11)
N(8)-C(8A)	1.320(9)	C(11)-C(12)	1.520(10)
C(12)-C(13)	1.487(10)	C(13)-C(14)	1.480(13)
C(15)-C(16)	1.392(12)	C(16)-C(17)	1.503(12)
C(2)-N(1)-C(8A)	121.8(7)	C(2)-N(1)-C(9)	118.0(7)
C(8A)-N(1)-C(9)	120.1(7)	O(1)-C(2)-N(3)	121.3(8)
O(1)-C(2)-N(1)	121.5(9)	N(3)-C(2)-N(1)	117.2(8)
C(2)-N(3)-C(4)	126.2(7)	C(2)-N(3)-C(10)	116.2(8)
C(4)-N(3)-C(10)	117.5(8)	O(2)-C(4)-N(3)	120.4(8)
O(2)-C(4)-C(4A)	124.4(8)	N(3)-C(4)-C(4A)	115.1(8)
C(8A)-C(4A)-C(5)	118.1(7)	C(8A)-C(4A)-C(4)	118.8(7)
C(5)-C(4A)-C(4)	123.0(7)	C(6)-C(5)-C(4A)	116.4(8)
C(6)-C(5)-C(11)	117.6(7)	C(4A)-C(5)-C(11)	125.7(7)
C(7)-C(6)-C(5)	121.5(8)	N(8)-C(7)-C(6)	122.0(8)
N(8)-C(7)-C(15)	115.4(9)	C(6)-C(7)-C(15)	122.4(9)
C(8A)-N(8)-C(7)	118.0(8)	N(8)-C(8A)-N(1)	115.8(7)
N(8)-C(8A)-C(4A)	123.9(8)	N(1)-C(8A)-C(4A)	120.4(7)
C(5)-C(11)-C(12)	115.0(7)	C(13)-C(12)-C(11)	115.3(8)
C(14)-C(13)-C(12)	116.1(9)	C(16)-C(15)-C(7)	115.9(9)
C(15)-C(16)-C(17)	117.0(11)		

Table 4. Anisotropic displacement parameters [ $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ] for  
1,3-Dimethyl-5-butyl-7-propylpyrido(2,3-d)pyrimidin-2,4-dione.

The anisotropic displacement factor exponent takes the form:

$$-2\pi^2 [ (ha^*)^2 U_{11} + \dots + 2hka^* b^* U_{12} ]$$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O(1)	111(6)	54(3)	106(4)	3(3)	-14(4)	-27(4)
O(2)	107(6)	78(4)	91(4)	-22(3)	19(4)	0(4)
N(1)	61(5)	58(4)	63(4)	0(3)	-10(4)	-14(4)
C(2)	74(7)	56(5)	79(5)	-1(4)	-29(5)	3(5)
N(3)	75(5)	50(4)	77(4)	-14(3)	-11(4)	-3(4)
C(4)	56(6)	47(4)	75(5)	-4(4)	-17(5)	9(4)
C(4A)	60(6)	45(4)	59(4)	3(3)	-15(4)	-5(4)
C(5)	65(6)	55(4)	70(5)	0(4)	-20(5)	0(4)
C(6)	93(8)	58(5)	69(5)	-7(4)	-20(5)	-14(5)
C(7)	97(8)	63(5)	68(5)	-3(4)	-19(5)	-15(5)
N(8)	88(6)	65(4)	62(4)	-8(3)	9(4)	-13(4)
C(8A)	67(6)	55(4)	52(4)	1(4)	-12(4)	0(4)
C(9)	93(8)	72(6)	80(6)	10(4)	-2(6)	-20(6)
C(10)	119(9)	57(5)	115(7)	-21(5)	-12(7)	2(6)
C(11)	60(6)	70(5)	81(5)	-8(4)	-14(5)	-3(5)
C(12)	71(6)	70(5)	75(5)	-3(4)	-2(5)	10(5)
C(13)	76(7)	100(7)	86(6)	10(5)	11(6)	18(6)
C(14)	138(12)	168(11)	84(7)	21(7)	19(8)	30(10)
C(15)	168(12)	78(6)	86(6)	-16(5)	-26(7)	-29(7)
C(16)	238(17)	99(8)	100(8)	-31(7)	-43(10)	-23(10)
C(17)	260(2)	131(10)	109(9)	-46(8)	-22(11)	-38(12)



Table 5. Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for 1,3-Dimethyl-5-butyl-7-propylpyrido[2,3-d]pyrimidin-2,4-dione.

	x	y	z	U(eq)
H(6)	-2939	-2252	7436	80
H(8)	2997	418	6337	80
H(9A)	6312	3858	6277	80
H(9B)	6480	1962	6319	80
H(9C)	3994	2934	5978	80
H(10A)	657	4702	8640	80
H(10B)	3924	4937	8400	80
H(10C)	1559	5985	8046	80
H(11A)	-5543	-1276	8279	80
H(11B)	-4966	412	8470	80
H(12A)	-1282	-633	9057	80
H(12B)	-1531	-2299	8818	80
H(13A)	-5907	-2731	9389	80
H(13B)	-5704	-1054	9620	80
H(14A)	-4606	-3114	10421	80
H(14B)	-2142	-3685	9955	80
H(14C)	-1938	-1994	10188	80
H(15A)	-752	-3197	6504	80
H(15B)	2397	-2582	6332	80
H(16A)	1152	-765	5563	80
H(16B)	-2037	-1293	5749	80
H(17A)	-408	-2428	4852	80
H(17B)	2062	-3255	5243	80
H(17C)	-1151	-3787	5430	80