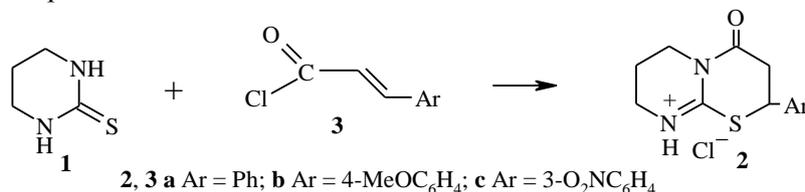


НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА ГИДРОХЛОРИДОВ 2-АРИЛ-2,3,7,8-ТЕТРАГИДРО-4Н,6Н-ПИРИМИДО[2,1-*b*]- 1,3-ТИАЗИН-4-ОНОВ

Ключевые слова: 2-меркапто-3,4,5,6-тетрагидропиримидин, 2,3,7,8-тетрагидро-4Н,6Н-пиримидо[2,1-*b*]-1,3-тиазин-4-он, гетероциклизация.

2-Меркапто-3,4,5,6-тетрагидропиримидин (**1**) является исходным реагентом для синтеза конденсированных азот- и серусодержащих гетеросистем, которые обладают различными видами физиологической активности, например бактерицидной [1], фунгицидной [2] и противоопухолевой [3].

Нами предложен новый метод синтеза труднодоступной малоизученной гетероциклической системы – 2-арил-2,3,7,8-тетрагидро-4Н,6Н-пиримидо[2,1-*b*]-1,3-тиазин-4-она (**2а–с**) путем взаимодействия 2-меркапто-3,4,5,6-тетрагидропиримидина **1** с циннамоилхлоридом (**3а**) и его замещенными **3б** и **3с**. При этом продукты реакции получены в виде гидрохлоридов.



Метод отличается удобством и доступностью исходных продуктов. Реакция проходит с выходами 58–72% в мягких условиях (кипячение исходных компонентов в смеси бензол–пиридин в течение 1 ч).

Наиболее информативным доказательством строения соединений **2** является спектроскопия ЯМР ¹Н, так как двойная связь исходного 3-(арил)-акрилоилхлорида **3** (два дублета в области 6.80 и 7.50 м. д.) после гетероциклизации превращается в ординарную связь (область 3.30–5.40 м. д.), причем образуется система АВХ. Строение синтезированных соединений **2а–с** подтверждается также ИК спектрами, а состав – данными элементного анализа.

2-Фенил-2,3,7,8-тетрагидро-4Н,6Н-пиримидо[2,1-*b*]-1,3-тиазин-4-он гидрохлорид (2а). К раствору 1.16 г (10 ммоль) соединения **1** в 4 мл пиридина при 20 °С добавляют раствор 1.67 г (10 ммоль) циннамоилхлорида **3а** в 4 мл бензола, кипятят 1 ч с обратным холодильником и охлаждают. Выпавший продукт отфильтровывают и сушат. Выход 1.83 г (65%). Т. пл. 163–165 °С (из этанола). Спектр ЯМР ¹Н (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д.: 2.06 (2Н, м, СН₂); 3.15 (2Н, м, СН₂); 3.78 (1Н, м, СН); 3.98 (1Н, м, СН); 5.21 (1Н, м, СН); 7.44 (5Н, м, Ph); 13.04 (1Н, уш. с, N·HCl). ИК спектр (KBr), ν, см⁻¹: 3200–2500 (>N·HCl), 1730 (C=O), 1600 (C=N). Найдено, %: С 54.85; Н 5.37; N 9.99. С₁₃Н₁₅ClN₂OS. Вычислено, %: С 55.22; Н 5.31; N 9.91.

2-(4-Метоксифенил)-2,3,7,8-тетрагидро-4Н,6Н-пиримидо[2,1-*b*]-1,3-тиазин-4-он гидрохлорид (2б). Получают аналогично соединению **2а**. Выход 72%. Т. пл. 200–203 °С (из этанола). Спектр ЯМР ¹Н (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д.: 2.05 (2Н, м, СН₂); 3.23 (2Н, м, СН₂); 3.66 (1Н, м, СН); 3.98 (1Н, м, СН); 5.16 (1Н, м, СН); 7.02 (2Н, д, Ar); 7.38 (2Н, д, Ar); 12.91 (1Н, уш. с, N·HCl). ИК спектр (KBr), ν, см⁻¹: 3500–2500 (>N·HCl), 1720 (C=O), 1620 (C=N). Найдено, %: С 53.29; Н 5.48; N 9.01. С₁₄Н₁₇ClN₂O₂S. Вычислено, %: С 53.76; Н 5.44; N 8.96.

2-(3-Нитрофенил)-2,3,7,8-тетрагидро-4Н,6Н-пиримидо[2,1-*b*]-1,3-тиазин-4-он гидрохлорид (2с). Выход 58%. Т. пл. 200–203 °С. Спектр ЯМР ¹Н (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д.:

2.07 (2H, м, CH₂); 3.33 (2H, м, CH₂); 3.80 (1H, м, CH); 3.97 (1H, м, CH); 5.42 (1H, м, CH); 7.77 (1H, т, Ar); 7.94 (1H, д, Ar); 8.41 (1H, д, Ar); 8.33 (1H, с, Ar); 13.05 (1H, уш. с, N·HCl). ИК спектр (KBr), ν , см⁻¹: 3000–2200 (>N·HCl), 1710 (C=O), 1620 (C=N), 1540. Найдено, %: С 47.80; Н 4.27; N 12.51. С₁₃Н₁₄ClN₃O₃S. Вычислено, %: С 47.63; Н 4.27; N 12.82.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. S. Groszkowski, M. Skopinska-Szmidt, Pol. Pat. 104845 (1980); *Chem. Abstr.*, **95**, 81018 (1981).
2. S. N. Dehuri, A. Nayak, *J. Ind. Chem. Soc.*, **59**, 1170 (1982).
3. А. Брукштус, С. Тумкявичус, *XTC*, 854 (2000).

В. Н. Брицун, М. О. Лозинский

*Институт органической химии
НАН Украины, Киев 0209
e-mail: iochkiev@ukrpack.net*

Поступило в редакцию 13.02.2001

XTC. – 2001. – № 6. – С. 853