

Циклизация соединения **3** в 5,6-дигидро-1,3-тиазин-4-он **4**, видимо, происходит посредством внутримолекулярной нуклеофильной атаки атома серы в тиольной форме по электроно-дефицитному атому углерода при ненасыщенной связи C=C. Образование 5,6-дигидро-1,3-тиазин-4-она **4** доказано отсутствием в спектре ЯМР ^1H концевых метиленовых протонов $=\text{CH}_2$, проявляющихся для соединения **3** двумя дублетами при 5.73 и 6.02 м. д., а также синглета амидного протона N-H при 12.15 м. д., участвующего в необходимой при циклизации тионтиольной перегруппировке. Кроме того, в спектре ЯМР ^1H соединения **4** происходит расщепление метильных протонов CH_3 на дублет, свидетельствующее об их взаимодействии с метиновым протоном CH тиазинового кольца, появляются сигналы метинового и метиленовых протонов в виде мультиплета и дублета дублетов, также свидетельствующие в пользу образования соединения **4** по описанной выше схеме циклизации.

ИК спектры снимали на спектрометре AVATAR-320 (таблетки KBr), спектры ЯМР ^1H – на спектрометре Bruker DRX500 (500 МГц) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт TMS.

β -N-(Метакрилоилтиокарбамоил)изоникотингидразид (3). К суспензии 6.58 г (0.05 моль) гидразида изоникотиновой кислоты в 30 мл абсолютного 2-пропанола добавляют по каплям ацетоновый раствор метакрилоилизотиоцианата, полученный 2-часовым кипячением 5.33 г (0.051 моль) метакрилоилхлорида и 4.95 г (0.051 M) KSCN. Перемешивают 3 ч при 40 °С, охлаждают, кристаллический осадок отфильтровывают. Получают 6.96 г (53 %) слегка желтоватого кристаллического вещества с т. пл. 172–173 °С (2-пропанол–ДМФА, 4:1). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3232 (NH), 1681 (C=O), 1629 (C=C), 1561, 1482 (NC=S), 1312, 1185 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.95 (3H, с, CH_3); 5.73 (1H, д, $J = 1.5$, C=H_a); 6.02 (1H, д, $J = 1.5$, C=H_b); 7.80 (2H, д, $J = 6.0$, β -Pu); 8.79 (2H, д, $J = 6.0$, α -Pu); 11.29 (1H, с, H-NHNC=O); 11.37 (1H, с, H-NHNC=O); 12.15 (1H, с, C(O)H–N–C=S). Найдено, %: C 50.31; H 4.79; N 21.44. $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: C 49.99; H 4.58; N 21.20.

β -N-(5-Метил-4-оксо-5,6-дигидро-4H-1,3-тиазин-2-ил)изоникотингидразид (4). Суспензию 1.32 г (5 ммоль) соединения **3** в 20 мл 2-пропанола перемешивают при температуре 70 °С в течение 16 ч и после охлаждения разбавляют водой. Выпавший осадок отфильтровывают. Получают 0.85 г (65%) продукта **4** с т. пл. 179–180 °С (2-пропанол). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 2971 (NH), 1706 (–C=O), 1646 (–C=O_{амид}), 1576 (C=N), 1300 (C–N). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.21 (3H, д, $J = 6.9$, CHCH_3); 2.81 (1H, м, CHCH_3); 3.02, 3.16 (2H, д. д. д, $J = 10.1$, $J = 4.1$, S– CH_2H_b); 7.74 (2H, д, $J = 6.0$, β -Pu); 8.74 (2H, д, $J = 6.0$, α -Pu); 10.92 (1H, с, HNH-NC=O); 11.20 (1H, с, H-NHNC=O). Найдено, %: C 50.17; H 4.71; N 21.39. $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: C 49.99; H 4.58; N 21.20.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Э. А. Беззубец, Н. А. Остапкевич, Е. К. Дьяченко, *Хим.-фарм. журн.*, № 12, 56 (1980).
2. С. Д. Федоряк, П. В. Присяжнюк, И. И. Сидорчук, *Хим.-фарм. журн.*, № 1, 48 (1982).
3. В. М. Комаров, А. А. Цуркан, И. В. Смирнов, *III Российский национальный конгресс "Человек и лекарство"*, Тез. докл., Москва, 1996, с. 28.
4. Р. Г. Глушков, М. Д. Машковский, *Хим.-фарм. журн.*, № 7, 4 (1990).

И. В. Кулаков

Институт органического синтеза и углеродных соединений
Республики Казахстан, Караганда 100008
e-mail: ivanku1@mail.ru

Поступило 10.05.2008