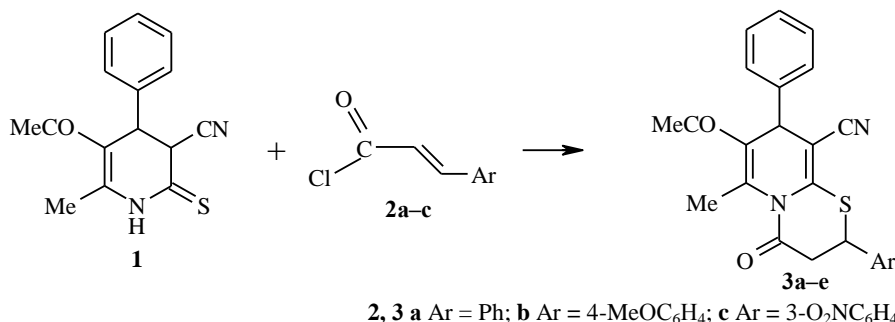


СИНТЕЗ 7-АЦЕТИЛ-6-МЕТИЛ-4-ОКСО-2,8-ДИАРИЛ-3,4-ДИГИДРО-2Н,8Н-ПИРИДО[2,1-*b*][1,3]ТИАЗИН-9-КАРБОНИТРИЛОВ

Ключевые слова: 3-арил-2-пропеноилхлорид, 7-ацетил-6-метил-4-оксо-2,8-диарил-3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрил, 6-метил-4-арил-5-ацетил-3-циано-1,4-дигидропиридин-2(3Н)-тион, гетероциклизация.

Ранее было показано, что 6-метил-4-арил-5-ацетил-3-циано-1,4-дигидро-пиридин-2(3Н)-тионы реагируют с эпихлоргидрином и 2-фенилметил-малонитрилом с образованием производных пиридо[2,1-*b*][1,3]тиазина [1, 2].



Нами найдено, что 6-метил-4-фенил-5-ацетил-3-циано-1,4-дигидропиридин-2(3Н)-тион (**1**) взаимодействует с циннамоилхлоридом **2a** и его замещенными (**2b** и **2c**) в пиридине, при этом образуются 7-ацетил-6-метил-4-оксо-2,8-диарил-3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрилы (**3a-c**). Реакция проходит при кипячении исходных компонентов в смеси бензол-пиридин в течение 1 ч с выходом 52–71%. Достоинством метода является возможность синтеза 3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо-[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрилов с различными арильными заместителями в положении 2.

В спектрах ЯМР ¹H соединений **3a-c** характеристическими сигналами являются три мультиплета протонов тиазинового кольца (интервалы 3.21–3.26, 3.70–3.86 и 5.17–5.43 м. д., система АВХ), а в ИК спектрах характеристическими полосами поглощения являются полосы групп С=О (1700 и 1680–1650 см⁻¹). Состав синтезированных соединений **3a-c** подтверждается данными элементного анализа.

7-Ацетил-6-метил-4-оксо-2,8-дифенил-3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрил (3a). К раствору 1.35 г (5 ммоль) тиона **1** в 4 мл пиридина при 20 °С добавляют раствор 0.83 г (10 ммоль) циннамоилхлорида **2a** в 4 мл бензола. Раствор кипятят 1 ч с обратным холодильником, охлаждают, добавляют 40 мл воды и экстрагируют хлороформом (2 × 25 мл). Хлороформ упаривают. Закристаллизовавшийся продукт отфильтровывают и сушат. Выход 1.30 г (65%). Т. пл. 142–144 °С (из этанола). Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д.: 2.24 (3H, с, CH₃); 2.37 (3H, с, CH₃CO); 3.22 (1H, м, H-3); 3.72 (1H, м, H-3); 4.81 (1H, с, H-8); 5.18 (1H, м, H-2); 7.18–7.60 (10H, м, 2C₆H₅). ИК спектр (KBr), ν, см⁻¹: 3100–2900, 2200 (C≡N), 1700 (C=O), 1680 (C=O), 1580 (C=N), 1500, 1450. Найдено, %: С 72.22; Н 5.14; N 6.71. C₂₄H₂₀N₂O₂S. Вычислено, %: С 71.98; Н 5.03; N 6.99.

7-Ацетил-6-метил-2-(4-метоксифенил)-4-оксо-8-фенил-3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо-[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрил (3b) получают аналогично соединению **3a**. Выход 52%. Т. пл. 156–158 °С (из этанола). Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д., *J* (Гц): 2.27 (3H, с, CH₃); 2.35 (3H, с, CH₃CO); 3.21 (1H, м, H-3); 3.70 (1H, м, H-3); 3.79 (3H, с, CH₃O); 4.80 (1H, с, H-8); 5.17 (1H, м, H-2); 6.99 (2H, д, *J* = 9.2, *p*-C₆H₄); 7.12–7.65 (7H, м, Ar). ИК спектр (KBr), ν, см⁻¹: 3100–2900, 2200 (C≡N), 1700 (C=O), 1670 (C=O), 1570 (C=N), 1510. Найдено, %: С 69.59; Н 5.28; N 6.74. C₂₅H₂₂N₂O₃S. Вычислено, %: С 69.75; Н 5.15; N 6.51.

7-Ацетил-6-метил-2-(3-нитрофенил)-4-оксо-8-фенил-3,4-дигидро-2Н,8Н-пиридо-[2,1-*b*][1,3]тиазин-9-карбонитрил (3c). Выход 71%. Т. пл. 200–202 °С (из нитрометана). Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-*d*₆, 300 МГц), δ, м. д., *J* (Гц): 2.28 (3H, с, CH₃); 2.38 (3H, с, CH₃CO); 3.26 (1H, м, H-3); 3.86 (1H, м, H-3); 4.84 (1H, с, H-8); 5.43 (1H, м, H-2); 7.19–7.39 (5H, м, C₆H₅); 7.74 (1H, т, *J* = 8.4, *m*-O₂NC₆H₄); 8.01 (1H, д, *J* = 8.4, *m*-O₂NC₆H₄); 8.27 (1H, д, *J* = 8.4, *m*-O₂NC₆H₄); 8.41 (1H, с, *m*-O₂NC₆H₄). ИК спектр (KBr), ν, см⁻¹: 3100–2900, 2200 (C≡N), 1700 (C=O), 1650 (C=O), 1580 (C=N), 1530. Найдено, %: С 64.87; Н 4.14; N 9.60. C₂₄H₁₉N₃O₄S. Вычислено, %: С 64.71; Н 4.30; N 9.43.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. Краузе, Р. Верхе, Г. Дубур, *XTC*, 139 (1994).
2. F. A. Attaby, *Arch. Pharm. Res.*, **13**, 342 (1990); *Chem. Abstr.*, **114**, 228684 (1991).

В. Н. Брицун, А. Н. Есипенко, М. О. Лозинский

*Институт органической химии НАН
Украины, Киев 02094
e-mail: iochkiev@ukrpack.net*

Поступило в редакцию 04.02.2002

ХГС. – 2002. – № 6. – С. 856.
