

Корисна модель належить до галузі хімічних технологій, зокрема органічної хімії, та може бути використана для одержання алкенілзаміщених похідних 3-тіо-1,2,4-триазинону. Зазначені сполуки характеризуються високою біологічною активністю, зокрема анагетичною, протизапальною, протипухлинною, противірусною, протималарійною, бактерицидною та фунгіцидною дією. Крім цього, вони є ефективними інсектицидними й гербіцидними засобами, а також проявляють антикорозійні властивості, що зумовлює їх практичну цінність у фармацевтичній, агрохімічній та матеріалознавчій галузях.

Відомі способи одержання алкенілзаміщених тіогетероциклів ґрунтуються переважно на алкілюванні гетероциклічних сполук за атомом сульфору відповідними алкілюючими реагентами в середовищі диметилформаміду при нагріванні до температури близько 70 °С протягом кількох годин.

Найбільш поширеним методом синтезу алкенілзаміщених тіохіназолінонів є алкілювання відповідних тіохіназолінонів алілхлоридом у спиртовому середовищі за умов кип'ятіння протягом приблизно двох годин, як описано у роботі Зборовського Ю.Л. та співавт. [Див. Зборовский Ю.Л., Орисик В.В., Добош А.А., Хрипак С.М., Нестеренко О.М., Станінець В.І. Синтез производных тиазоло-и тиазино[3,2- α]хиназолинонов. Український хімічний журнал. 2002. - 68. - 12. - 95-99]. Аналогічний підхід застосовують для одержання алкенілзаміщених піримідинонів шляхом взаємодії солей тіотієнопіримідинонів із цинамілхлоридом у киплячому спирті, що наведено в роботі Васькевича Р.І. та співавт. [Див. Васькевич Р.І., Хрипак С.М., Станінець В.І., Зборовський Ю.Л., Нестеренко О.М., Пироженко В.В. Синтез производных тиазинотиенопиримидина и их перегруппировка в тиазолотиенопиримидины. Український хімічний журнал. 2000. - 66. - 11. - 47-51]. Водночас використання зазначених умов для синтезу 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону супроводжується низькими виходами цільового продукту та значною тривалістю реакційного процесу.

Найближчим аналогом є метод одержання 2-алілтіопіридинів шляхом взаємодії тіопіридинів з алілбромідом у середовищі диметилформаміду в присутності 10 % водного розчину гідроксиду калію при постійному перемішуванні за кімнатної температури протягом близько двох годин. Після завершення реакції реакційну суміш розбавляють водою, охолоджують до 0 °С, а утворений осад відокремлюють фільтруванням [Див. Rodinovskaya L.A., Sharanin Yu.A., Shestopalov A.M., Litvinov V.P. Cyclization reactions of nitriles. Chemistry of Heterocyclic Compounds. - 1988. - 6. - 805-812]. Недоліками зазначеного способу є значна тривалість синтетичного процесу, використання диметилформаміду як розчинника, що ускладнює виділення та сушіння цільових продуктів, а також недостатньо високі виходи алкенілзаміщених сполук унаслідок перебігу побічних реакцій.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки способу синтезу 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону, який забезпечує підвищення виходу цільового продукту, скорочення тривалості технологічного процесу та підвищення його екологічної безпеки за рахунок оптимізації умов реакції алкілювання та введення додаткових технологічних операцій.

Додатковою задачею корисної моделі є забезпечення можливості одержання алкенілтіозаміщених похідних 1,2,4-триазинону з прогнозованими фізико-хімічними властивостями з використанням водного середовища та м'яких температурних режимів.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі одержання 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону, що передбачає операцію алкілювання вихідного продукту 3-метил-2-бутенілхлоридом із розрахунку 6-метил-3-тіо-1,2,4-триазинон: алкенілхлорид = 1:1 в диметилформаміді, згідно з корисною моделлю, попередньо одержують водний розчин калієвої солі 6-метил-3-тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону нагріванням до 70 °С, охолоджують його до 40 °С і додають 3-метил-2-бутенілхлорид в етанолі в співвідношенні 1:1,3, здійснюють синтез при енергійному перемішуванні; осад, що утворився після повного охолодження реакційної суміші відфільтровують та ідентифікують одержану речовину як 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-он.

Спосіб в лабораторних умовах реалізують наступним чином:

До 0,035 моль 6-метил-3-тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону в 150 мл води додають розчин 1,96 г (0,035 моль) КОН в 30 мл води і нагрівають суміш до 70 °С до повного розчинення, тоді охолоджують її до 40 °С і додають 4,0 мл (0,046 моль) 3-метил-2-бутенілхлорид в 20 мл етанолу, суміш ретельно перемішують 10 хв, одразу починає утворюватися осад, який після повного охолодження реакційної суміші відфільтровують, та перекристалізовується із суміші метанол-вода (1:2), одержують 6,2 г, 84 % білого осаду 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-ону.

Елементний аналіз для $C_9H_{13}N_3OS$. Знайдено, %: С 51,38; Н 6,26; N 19,81; S 15,38. Вирахувано, %: С 51,18; Н 6,16; N 19,90; S 15,18.

$T_{\text{топл.}}$ 146-148 °С. ІЧ спектр (ν , см⁻¹): 1675 (C=O). Спектр ПМР в $CDCl_3$ (δ , м.д., J, Гц): 1,70 (6H, с, $2CH_3$); 2,11 (3H, с, CH_3); 3,77 (2H, д, J=7,2, SCH₂); 5,30 (1H, м, CH=); 12,46 (1H, с, NH).

Із наведених даних слідує, що запропонований спосіб дозволяє цілеспрямовано одержувати 6-метил-2-(3-метил-2-бутеніл)тіо-1,2,4-триазин-5(2Н)-он та структурно споріднені алкенілтіозаміщені похідні 1,2,4-триазинону з високими виходами та відтворюваними характеристиками. Застосування води як розчинника, а також скорочення часу проведення реакції забезпечує підвищення виходу

цільового продукту, покращення селективності S-алкілювання та зменшення загальної енергоємності процесу.