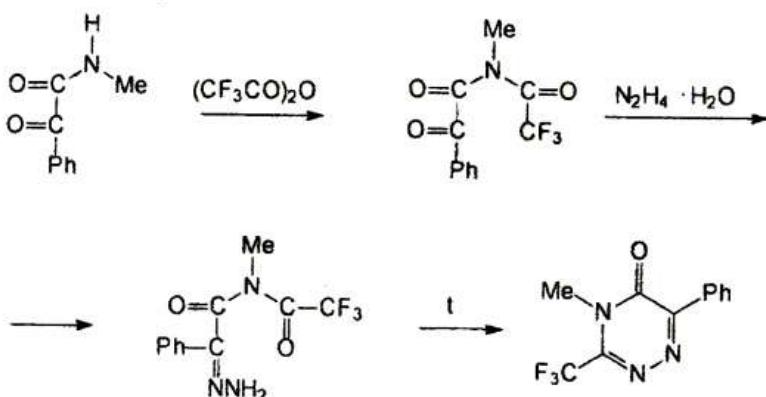


НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА 4-МЕТИЛ-5-ОКСО-3-ТРИФОРМЕТИЛ-6-ФЕНИЛ-1,2,4-ТРИАЗИНА

М.В. Костина, Н.Е. Мельниченко, Л.М. Миронович

В литературе описано получение 4-метил-5-оксо-3-трифторометил-6-R-2H-1,2,4-триазинов. Синтез ведут в несколько стадий. Вначале конденсацией амидразонов с α -кетокарбоновыми кислотами или взаимодействием гидразингидрата с нитрилами α -тиоэфиров получают 3-трифторометил-5-оксо-6-R-4H-1,2,4-триазины, которые в дальнейшем подвергают метилированию.

При метилировании CH_3I получают смесь двух продуктов метилирования по атомам азота гетероцикла: 3-трифторометил-2-метил-5-оксо-6-фенил-1,2,4-триазин и 3-трифторометил-4-метил-5-оксо-6-фенил-1,2,4-триазин, а при метилировании диазометаном кроме того выделяют еще и продукт O-метилирования.



Нами предложен новый метод синтеза 4-метил-5-оксо-3-R-6-R-1,2,4-триазина конденсацией гидразингидрата в спирте с N-метил-N'-трифторацетиламидом бензоилмуравьиной кислоты. Взаимодействием трифторуксусного ангидрида в пиридине с N-метиламидом бензоилмуравьиной кислоты получен N-метил-N'-трифторацетиламид бензоилмуравьиной кислоты, который подвергали циклизации при кипячении с 84 % гидразингидратом в пропаноле-2. Промежуточный гидразон из реакционной смеси не выделяли для увеличения выхода продукта реакции.

Синтезированный 4,5-дигидро-4-метил-3-трифторометил-6-фенил-1,2,4-триазин представляет собой белое кристаллическое вещество, нерастворимое в воде. Строение соединения подтверждено данными элементного анализа, ИК и ЯМР ^1H спектроскопии.

В инфракрасном спектре соединения наблюдаются характеристические полосы поглощения при $1600, 1560, 1490, 1460 \text{ см}^{-1}$ ($\text{C}=\text{C}, \text{C}=\text{N}$); $1105, 1027, 965 \text{ см}^{-1}$ (область «отпечатков пальцев» гетероцикла). Валентное колебание карбонильной группы находится при 1720 см^{-1} , трифторометильной - при $1380, 1305 \text{ см}^{-1}$.