

Л. М. Потиха, А. В. Туров, В. А. Ковтуненко

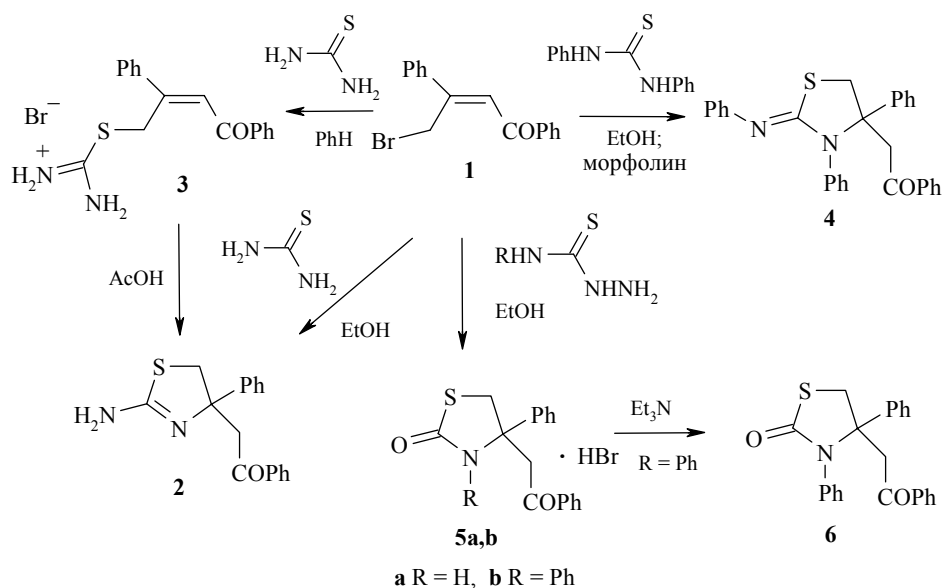
**КОНДЕНСАЦИЯ  $\gamma$ -БРОМДИПНОНА С ТИОКАРБАМИДАМИ:  
СИНТЕЗ 4,4-ДИЗАМЕЩЕННЫХ 4,5-ДИГИДРО-1,3-ТИАЗОЛ-2-АМИНОВ  
И ТИАЗОЛИДИН-2-ОНОВ**

При взаимодействии 1,3-дифенил-4-бром-2-бутен-1-она с тиомочевинной или N,N'-дифенилтиомочевинной образуются 2-(2-амино-4-фенил-4,5-дигидро-1,3-тиазол-4-ил)- и 2-[3,4-дифенил-2-(фенилимино)-1,3-тиазолидин-4-ил]-1-фенил-1-этанон – продукты нуклеофильного замещения атома галогена и присоединения по Михаэлю по положению 3 системы 2-бутен-1-она. Аналогичная реакция с тиосемикарбазидом и 1-фенилтиосемикарбазидом приводит к гидробромидам 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-4-фенил- и 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-3,4-дифенил-1,3-тиазолидин-2-ону соответственно.

**Ключевые слова:** 2-амино-4,5-дигидро-1,3-тиазол,  $\gamma$ -бромдипнон, 2,4-дифенилтиофен, 1,3-тиазолидин-2-он, тиомочевина, тиосемикарбазид.

Тиокарбамиды – нуклеофильные реагенты с широкими синтетическими возможностями в синтезе гидрированных азолов и азинов [1, 2], представляющих интерес как биологически активные вещества широкого спектра действия [3]. Взаимодействие  $\alpha$ -галогенкарбонильных соединений с тиомочевинами и тиосемикарбазидами – распространенный метод синтеза производных 2-амино-1,3-тиазола [2]. К тиазолам ведет и использование в этой реакции некоторых активированных аллилгалогенидов [4–9] или винилогов  $\alpha$ -галогенкарбонильных соединений [7, 10]. Ранее [11] нами показано, что взаимодействие 1,3-дифенил-4-бром-2-бутен-1-она ( $\gamma$ -бромдипнона) (**1**) с тиомочевинной приводит к замещенному 2-аминотиазолу – 2-(2-амино-4-фенил-4,5-дигидро-1,3-тиазол-4-ил)-1-фенилэтанону (**2**). В данной работе более подробно рассмотрены особенности синтеза, строение и свойства продуктов реакций  $\gamma$ -бромдипнона **1** с тиокарбамидами.

С целью разработки оптимальной методики синтеза 2-аминотиазола **2** нами испытаны разные условия реакции  $\gamma$ -бромдипнона **1** с тиомочевинной: нагревание смеси реагентов в бензоле, спирте, уксусной кислоте и сплавление в присутствии ацетата натрия. Проведение реакции в присутствии основания приводит к сложной смеси неидентифицированных продуктов, а в кислой среде (НОАс) – к образованию соли 2-аминотиазола **2**·HBr, но с выходом меньшим (< 40%), чем в случае использования в качестве растворителя спирта [11]. При нагревании реагентов в бензоле получена (согласно данным спектра ЯМР  $^1\text{H}$  (ДМСO- $d_6$ ) некристаллизованного продукта) смесь продуктов, состоящая из гидробромида S-(4-оксо-2,4-дифенил-2-бутенил)изотиомочевинны (**3**) и гидробромида 2-аминотиазола **2**·HBr.



Строение основного продукта реакции – тиурониевой соли **3**, установлено на основании данных элементного анализа и его спектральных характеристик: в спектре ЯМР  $^1\text{H}$  наблюдаются два двухпротонных уширенных сигнала групп  $\text{NH}_2$  при 9.21 и 9.01 м. д., а также синглеты протонов группы  $\text{C}_{(1)}\text{H}_2$  и протона Н-3 остатка  $\gamma$ -замещенного дипнона при 4.83 (2H) и 7.51 м. д. (1H) соответственно. При кипячении соли **3** в уксусной кислоте в течение 10 мин происходит ее циклизация в гидробромид 2-аминотиазола **2**·HBr.

Свободное основание 2-аминотиазола **2** получено при взаимодействии соли **2**·HBr с морфолином [11], однако суммарный выход этого соединения по  $\gamma$ -бромдипнону невысок (35%). Основные потери, очевидно, объясняются низкой гидролитической устойчивостью 2-амино-4,5-дигидро-1,3-тиазолов в кислой среде [2, 12]. Не исключена также возможность отщепления фрагмента ацетофенона в присутствии оснований [5, 6, 13], однако выделить 4-фенил-1,3-тиазол-2-амин из смеси продуктов гидролиза нам не удалось. Протекание процессов гидролиза является основной причиной низкого выхода 2-[3,4-дифенил-2-(фенилимино)-1,3-тиазолидин-4-ил]-1-фенилэтанона (**4**) – продукта взаимодействия  $\gamma$ -бромдипнона **1** с N,N'-дифенилтиомочевинной. При этом удалось выделить в индивидуальном состоянии только свободное основание. Попытки очистить гидробромид соединения **4** перекристаллизацией оказались безуспешными, ввиду легкости его разрушения при нагревании, как в протонных (спирты, уксусная кислота), так и в апротонных растворителях (ацетонитрил, нитрометан).

Особенностью спектра ЯМР  $^1\text{H}$  2-(фенилимино)тиазола **4** (см. табл. 1), как и в случае соединения **2** [11], является наличие сигналов протонов двух метиленовых групп с расщеплением, характерным для АВ-спиновых систем: 4.30 (д,  $\text{H}_\text{A}$ -5), 3.56 (д,  $\text{H}_\text{B}$ -5) с КССВ 11.0 Гц и 4.21 (д,  $4\text{-CH}_\text{A}\text{H}_\text{B}$ ), 4.02 (д,  $4\text{-CH}_\text{A}\text{H}_\text{B}$ ) с КССВ 16.0 Гц. Окончательное подтверждение структуры продукта **4** получено на основании данных спектра ЯМР  $^{13}\text{C}$ .

Спектральные характеристики 4,5-дигидро-1,3-тиазолов\*

Соединение	ИК спектр, $\nu$ , $\text{см}^{-1}$	Спектр ЯМР $^1\text{H}$ , $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц)		
		ArH	$\text{C}_{(5)}\text{H}_2$	4- $\text{CH}_2$
<b>4</b>	1620 (уш., C=O, C=N), 1580, 1230, 750 (C-S), 683	7.76 (2H, д, $^3J = 8.0$ , H-2''',6'''), 7.59 (2H, д, $^3J = 8.0$ , H-2''',6'''), 7.56 (1H, т, $^3J = 8.0$ , H-4'''), 7.44 (2H, т, $^3J = 8.0$ , H-3''',5'''), 7.42 (2H, т, $^3J = 8.0$ , H-3''',5'''), 7.34 (1H, т, $^3J = 8.0$ , H-4'''), 7.27 (2H, т, $^3J = 8.0$ , H-3''',5'''), 7.15 (2H, т, $^3J = 8.0$ , H-3',5'), 7.01 (4H, м, H-2',6', H-4',4''), 6.88 (2H, д, $^3J = 8.0$ , H-2'',6'')	4.30 (д, H <sub>A</sub> ), 3.56 (д, $^2J = 11.0$ , H <sub>B</sub> )	4.21 (д, H <sub>A</sub> ), 4.02 (д, $^2J = 16.0$ , H <sub>B</sub> )
<b>5a**</b>	1650 (уш., C=O), 1585, 1420, 1280, 763 (C-S), 690	7.84 (2H, д, $^3J = 8.2$ , H-2'',6''), 7.53–7.42 (7H, м, H-2',3',5',6', H-3''–5''), 7.38 (1H, т, д, $^3J = 6.0$ , $^4J = 2.4$ , H-4')	4.47 (д, H <sub>A</sub> ), 3.89 (д, $^2J = 11.2$ , H <sub>B</sub> )	4.12 (д, H <sub>A</sub> ), 3.64 (д, $^2J = 17.6$ , H <sub>B</sub> )
<b>5b</b>	1625 (уш., C=O), 1590, 1220, 770 (C-S), 695	7.91 (2H, д, $^3J = 7.2$ , H-2''',6'''), 7.55–7.45 (11H, м, H-2',3',5',6',2'',3'',5'',6'', H-3''–5'''), 7.39 (2H, м, H-4',4'')	4.56 (д, H <sub>A</sub> ), 3.90 (д, $^2J = 10.8$ , H <sub>B</sub> )	4.17 (д, H <sub>A</sub> ), 3.69 (д, $^2J = 17.6$ , H <sub>B</sub> )
<b>6</b>	1625 (уш., C=O), 1590, 1380, 1225, 940, 757 (C-S), 690	7.74 (2H, м, H-2''',6'''), 7.54 (2H, д, $^3J = 7.8$ , H-2'',6''), 7.44–7.39 (5H, м, H-3'',5'', H-3''–5'''), 7.32 (1H, т, $^3J = 7.5$ , H-4''), 7.28 (2H, т, $^3J = 8.0$ , H-3',5'), 7.02 (1H, т, $^3J = 8.0$ , H-4'), 6.90 (2H, д, $^3J = 8.0$ , H-2',6')	3.83 (д, H <sub>A</sub> ), 3.65 (д, $^2J = 10.8$ , H <sub>B</sub> )	3.88 (д, H <sub>A</sub> ), 3.37 (д, $^2J = 17.6$ , H <sub>B</sub> )

\* Обозначения сигналов ароматических протонов и атомов углерода приведены на рисунке.

\*\* Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ : 10.59 (1H, уш., SH), 10.49 (1H, уш., NH).

Для отнесения сигналов в сложной системе ароматических протонов и сигналов углерода были применены методы гомоядерной (COSY) и гетероядерной (HMBC и HMQC) двумерной корреляционной спектроскопии, а для выяснения пространственной близости отдельных протонов измерен спектр NOESY (табл. 2). На рисунке показаны отнесения сигналов и стрелками – структурно-значимые корреляции HMBC. Так, для соединения **4** протоны с химическими сдвигами 4.31 и 3.56 м. д. имеют корреляции с двумя четвертичными атомами углерода, поглощающими при 144.49 и 71.04 м. д., которые отвечают узловым атомам C-1'''' и C-4. Последний атом имеет также корреляции с сигналами протонов метиленовой группы 4- $\text{CH}_2$  и ароматическими протонами H-2''', H-6''', отстоящими на 3 химические связи. Корреляция протона H<sub>B</sub>-5 с четвертичным атомом углерода, поглощающим при 159.3 м. д. и не имеющим корреляций с другими протонами, позволяет отнести этот сигнал к атому C-2. Отнесение сигнала протонов H-2''', H-6'''' осуществляется на основании

данных спектра NOESY: наблюдаются кросс-пики, свидетельствующие о пространственной близости указанных ароматических протонов и протонов метиленовых групп  $C_{(5)}H_2$  и  $4-CH_2$ . На основании полученных данных были сделаны отнесения и в спектре ЯМР  $^{13}C$  гидробромида 2-аминотиазола **2**·HBr.

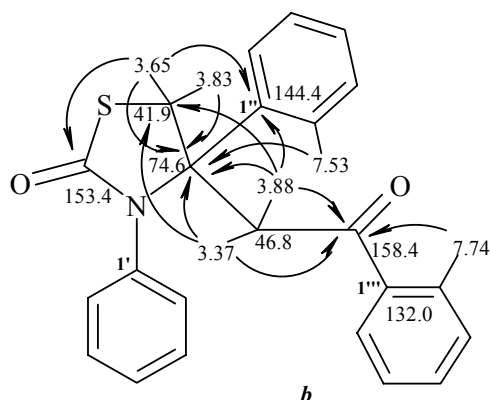
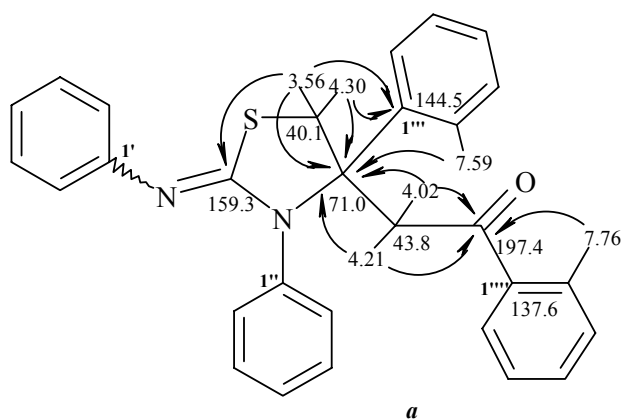
Известно, что при взаимодействии  $\alpha$ -галогенкарбонильных соединений с тиосемикарбазидами образуются производные 2-гидразино-1,3-тиазолов [2]. Винилоги  $\alpha$ -галогенкарбонильных соединений в этой реакции ранее не использовались. Нами найдено, что нагревание смеси  $\gamma$ -бромдипнона **1** с тиосемикарбазидом, или 1-фенилтиосемикарбазидом в этаноле или уксусной кислоте также приводит к производным 4,5-дигидро-1,3-тиазола. Однако, согласно данным элементного анализа и спектров ЯМР, продукты реакции не содержат в своей структуре остатка гидразина, а являются продуктами гидролиза 2-гидразинзамещенных тиазолов – гидробромидами 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-4-фенил- (**5a**) и 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-3,4-дифенил-1,3-тиазолидин-2-она (**5b**). Следует указать, что известные на сегодня наиболее популярные методы синтеза производных 1,3-тиазолидин-2-она основаны на взаимодействии труднодоступных  $\alpha$ -тиоцианокетонов с аминами [2] или на окислительном тиокарбоксилровании  $\alpha$ -аминоспиртов [14]. Альтернативный способ образования 1,3-тиазол-2-онов базируется на гидролизе некоторых 2-аминозамещенных 1,3-тиазолов [2].

В противоположность тиазолам строения **2** и **4**, тиазолидин-2-оны **5a,b** оказались неустойчивыми к гидролизу, как в кислой [15, 16], так и в основной среде. Свободное основание – 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-3,4-дифенил-1,3-тиазолидин-2-он (**6**) удалось выделить и охарактеризовать лишь при обработке триэтиламиноом соли 3-фенилзамещенного тиазолидин-2-она **5b**. Строение солей **5a,b** и основания **6** установлено на основании анализа их спектральных характеристик (табл. 1, 2). Для отнесения сигналов протонов в спектре ЯМР  $^1H$  и сигналов атомов углерода в спектре ЯМР  $^{13}C$  соединения **6** были применены методы гомоядерной (COSY) и гетероядерной (HMBC и HMQC) двумерной корреляционной спектроскопии, а для выяснения пространственной близости отдельных протонов измерен спектр NOESY.

Корреляции для основания **6** подобны указанным выше для соединения **4** (табл. 3). Так, протоны с химическими сдвигами 4.83 и 3.65 м. д. имеют корреляции с двумя четвертичными атомами углерода, поглощающими при 144.4 и 74.6 м. д., которые отвечают узловым атомам C-1" и C-4. Последний атом имеет также корреляции с сигналами протонов метиленовой группы  $4-CH_2$  и ароматическими протонами H-2", H-6", отстоящими на 3 химические связи. Кроме того, наблюдаются корреляции протона  $H_B-5$  с атомом C-2 (153.4 м. д.) и протона  $H_A-5$  – с атомом углерода метиленовой группы  $4-CH_2$  (46.85 м. д.). Также найдены соответствующие корреляции протонов группы  $4-CH_2$  с четвертичными атомами C-1", C-4 и C-5 (41.95 м. д.). На основании полученных данных были сделаны отнесения в спектрах ЯМР гидробромидов 2-оксотиазолов **5a,b**.

Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  соединений 4, 5a и 6

Соединение	Спектр ЯМР $^{13}\text{C}$ , $\delta$ , м. д.		
	C	CH	CH <sub>2</sub>
<b>4</b>	197.43 (C=O), 159.4 (C-2), 152.2 (C-1''), 144.49 (C-1'''), 139.73 (C-1'), 137.62 (C-1''), 71.04 (C-4)	133.81 (C-4'''), 129.49 (C-3'',5''), 129.30 (C-2',6'), 129.16 (C-3''',5'''), 129.12 (C-3''',5'''), 128.85 (C-3',5'), 128.5 (C-4'''), 128.21 (C-2'',6''), 126.82 (C-4'), 126.77 (C-2''',6'''), 123.45 (C-4''), 122.31 (C-2'',6'')	43.79 (4-CH <sub>2</sub> ), 40.40 (C-5)
<b>5a</b>	169.27 (C=O), 164.52 (C-2), 140.80 (C-1'), 132.80 (C-1''), 77.49 (C-4)	130.29 (C-4'''), 129.59 (C-3'',5''), 129.57 (C-3',5'), 129.18 (C-4'), 128.34 (C-2'',6''), 125.09 (C-2',6')	47.39 (4-CH <sub>2</sub> ), 44.55 (C-5)
<b>6</b>	158.4 (C=O), 153.4 (C-2), 151.6 (C-1'), 144.4 (C-1''), 132.05 (C-1'''), 74.6 (C-4)	130.9 (C-4'''), 129.68 (C-3',5'), 129.5 (C-3''',5'''), 129.35 (C-3'',5''), 128.5 (C-4''), 127.2 (C-2''',6'''), 125.8 (C-2'',6''), 123.9 (C-4'), 121.8 (C-2',6')	46.85 (4-CH <sub>2</sub> ), 41.95 (C-5)



Структурно-значимые корреляции НМВС для соединений 4 (a) и 6 (b)

## Протон-углеродные и протон-протонные корреляции для соединений 4, 6

Соединение	Спектр ЯМР $^1\text{H}$ , $\delta$ , м. д.	Химические сдвиги, $\delta$ , м. д.			
		углеродов, с которыми есть корреляции НМРС	углеродов, с которыми есть корреляции НМВС	протонов, с которыми есть корреляции NOESY	
4	3.56	40.4	71.04, 144.5, 159.3	7.59, 4.30	
	4.02	43.8	40.1, 71.04, 144.5, 197.43	4.22, 7.59, 7.76	
	4.21	43.8	40.1, 71.04, 197.43	4.02, 7.59	
	4.31	40.4	43.8, 71.04, 197.43	3.56	
	6.88	122.3	122.3, 123.45	7.27	
	7.01	129.3, 126.8, 123.45	122.3, 126.8, 129.3	7.15, 7.27	
	7.15	128.85	128.85, 139.73	7.01	
	7.27	129.5	122.3, 129.5, 152.2	7.00, 6.88	
	7.37	128.5	126.7	7.44	
	7.42	129.16	129.17, 137.6	7.56, 7.76	
	7.44	129.12	129.16, 144.5	7.37, 7.59	
	7.56	133.81	128.2	7.42	
	7.59	126.77	71.04, 126.7, 128.5	3.56, 4.02, 4.21, 7.44	
	7.76	128.2	128.2, 133.8, 197.43	4.02, 7.42	
	6	3.37	46.85	41.95, 74.6, 144.4, 158.4	3.88, 7.53, 7.74
		3.65	41.95	74.6, 144.4, 153.4	3.83, 7.53
3.83		46.85	41.95, 46.8, 74.6,	3.65	
3.88		41.95	144.4, 158.4	3.37	
6.90		121.8	121.8, 123.9	7.27	
7.02		123.9	121.8	7.27	
7.27		129.68	121.8, 129.7, 151.6	6.90, 7.02	
7.32		128.5	125.8	7.42	
7.42		129.35, 129.5	127.2, 129.5, 129.35, 132.0, 144.4	7.53, 7.74	
7.53		125.8	74.6, 125.8, 128.5	7.42	
7.74		127.2	130.9, 158.4	7.42	

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Температуры плавления определены на нагревательном приборе типа Voetius и не подвергались коррекции. ИК спектры (таблетки с KBr) зарегистрированы на приборе Pye-Unicam SP3-300. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  и эксперименты по гетеро- ядерной корреляции НМРС и НМВС проведены на спектрометре Varian Mercury-400 (400 и 100 МГц соответственно). Все двумерные эксперименты проводились с градиентной селекцией полезных сигналов. Время смешивания в импульсных последовательностях соответствовало  $^1J_{\text{CH}} = 8$  Гц. Количество экспериментов в спектрах НМРС составило 128, а в спектрах НМВС – 400. Во всех случаях растворитель ДМСО- $d_6$ , внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры получены на приборе ВЖХ-МС AGILENT/100-Series (ХИ, ацетонитрил, 0.05% муравьиной кислоты). Контроль за ходом реакций и чистотой полученных соединений осуществлялся с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254.

**Гидробромид S-(4-оксо-2,4-дифенил-2-бутенил)изоцианомочевины (3).** Смесь 1 г (3.32 ммоль)  $\gamma$ -бромдипнона и 0.25 г (3.32 ммоль) тиомочевины в 50 мл бензола перемешивают 8 ч при нагревании на водяной бане (40 °С). Выдерживают при комнатной температуре еще 8 ч. Осадок отфильтровывают, промывают спиртом и дважды перекристаллизовывают из уксусной кислоты. Выход 0.41 г (33%), т. пл. 162–164 °С (MeCO<sub>2</sub>H). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3250 (уш., NH<sub>2</sub>), 3050, 1640 (C=O), 1450, 1223, 770 (C–S), 660. Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 9.21 (2H, уш. с, NH<sub>2</sub>); 9.01 (2H, уш. с, NH<sub>2</sub>); 8.07 (2H, д, *J* = 8.0, H-2",6"); 7.74 (2H, д, *J* = 8.0, H-2',6'); 7.66 (1H, т, *J* = 8.0, H-4"); 7.54 (2H, т, *J* = 8.0, H-3",5"); 7.51 (1H, с, H-3); 7.50 (3H, м, H-3',5'); 4.83 (2H, с, C<sub>(1)</sub>H<sub>2</sub>). Масс-спектр, *m/z* (*I*<sub>отн.</sub>, %): 297 [M–Br]<sup>+</sup> (58), 192 (100). Найдено, %: Br 21.20; N 7.45; S 13.51. C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>BrN<sub>2</sub>OS. Вычислено, %: Br 21.18; N 7.42; S 13.50.

**Гидробромид 2-(2-амино-4-фенил-4,5-дигидро-1,3-тиазол-4-ил)-1-фенилэтанона (2·HBr).** Раствор 0.37 г (1 ммоль) соли тиокарбамида **3** в 10 мл уксусной кислоты кипятят 10 мин. Выпавший после охлаждения осадок отфильтровывают, промывают ацетоном. Выход 0.25 г (67.5%), т. пл. 194–196 °С (из AcOH) (т. пл. 196 °С [11]). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3150 (уш., NH<sub>2</sub>), 1647 (уш., C=O, C=N), 1225, 995, 740 (C–S), 675. Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 197.69 (C=O); 173.0 (C-2); 142.34 (C-1'); 136.76 (C-1"); 134.25 (C-4"); 129.25 (C-3",5"); 129.11 (C-3',5"); 128.77 (C-2",6"); 128.32 (C-4'); 125.61 (C-2',6'); 71.0 (C-4); 47.13 (4-CH<sub>2</sub>); 44.12 (C-5). Масс-спектр, *m/z* (*I*<sub>отн.</sub>, %): 297 [M–Br]<sup>+</sup> (100).

**2-(2-Амино-4-фенил-4,5-дигидро-1,3-тиазол-4-ил)-1-фенилэтанон (2)** получают по методике, приведенной в работе [11]. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3500 (NH<sub>2</sub>), 3100, 1645 (уш., C=O, C=N), 1220, 1000, 755 (C–S), 685.

**2-[3,4-Дифенил-2-(фенилимино)-1,3-тиазолидин-4-ил]-1-фенилэтанон (4).** Смесь 1 г (3.32 ммоль)  $\gamma$ -бромдипнона и 0.76 г (3.32 ммоль) N,N'-дифенилтиомочевины в 50 мл этанола кипятят 1 ч. Растворитель упаривают. Остаток растворяют в 2 мл морфолина и прибавляют 50 мл воды. Осадок отфильтровывают, промывают водой, 2-пропанолом. Перекристаллизовывают из 2-пропанола. Выход 0.71 г (48%), т. пл. 88–90 °С (*i*-PrOH). Масс-спектр, *m/z* (*I*<sub>отн.</sub>, %): 449 [M+H]<sup>+</sup> (100). Найдено, %: C 77.57; H 5.34; N 6.27; S 7.16. C<sub>29</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>OS. Вычислено, %: C 77.65; H 5.39; N 6.24; S 7.15.

**Гидробромид 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-4-фенил-1,3-тиазолидин-2-она (5a).** Смесь 1 г (3.32 ммоль)  $\gamma$ -бромдипнона и 0.3 г (3.32 ммоль) тиосемикарбазида в 50 мл этанола кипятят в течение 40 мин. Растворитель упаривают. Остаток перекристаллизовывают из уксусной кислоты. Выход 0.6 г (50%), т. пл. 199–202 °С (MeCO<sub>2</sub>H). Найдено, %: Br 21.13; N 3.74; S 8.50. C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>BrNO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: Br 21.12; N 3.70; S 8.48.

**Гидробромид 4-(2-оксо-2-фенилэтил)-3,4-дифенил-1,3-тиазолидин-2-она (5b)** получают по описанной выше методике синтеза продукта **5a**, используя вместо тиосемикарбазида 0.55 г (3.32 ммоль) 1-фенилтиосемикарбазида. Выход 0.87 г (58%), т. пл. 208–211 °С (разл., MeCO<sub>2</sub>H). Найдено, %: Br 17.61; N 3.10; S 7.10. C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>BrNO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: Br 17.59; N 3.08; S 7.06.

**4-(2-Оксо-2-фенилэтил)-3,4-дифенил-1,3-тиазолидин-2-он (6).** К суспензии 0.6 г (1.33 ммоль) соли **7b** в 5 мл 2-пропанола прибавляют 2 мл Et<sub>3</sub>N и нагревают до полного растворения соли. Растворитель и избыток Et<sub>3</sub>N упаривают. К остатку прибавляют 50 мл воды. Твердый осадок отфильтровывают, промывают 2-пропанолом и перекристаллизовывают из 2-пропанола. Выход 0.24 г (49%), т. пл. 225–227 °С (*i*-PrOH). Найдено, %: C 73.91; H 5.08; N 3.76; S 8.60. C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: C 73.97; H 5.13; N 3.75; S 8.59.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. А. Бакибаев, А. Ю. Яговкин, С. Н. Вострецов, *Успехи химии*, **67**, 333 (1998).
2. *The Chemistry of Heterocyclic Compounds*, J. V. Metzger (Ed.), John Wiley & Sons, Inc., New York, 1979, vol. 34, Pt. 1.
3. P. Catsoulacos, Ch. Camoutsis, *J. Heterocycl. Chem.*, **18**, 1485 (1981).
4. J. Liebscher, E. Mitzner, *Tetrahedron Lett.*, **26**, 4179 (1985).
5. J. Liebscher, M. Patzel, U. Bechstein, *Synthesis*, 968 (1989).
6. J. Svetlik, F. Turecek, I. Goljer, *J. Org. Chem.*, **55**, 4740 (1990).
7. T. P. Selby, B. K. Smith, *J. Heterocycl. Chem.*, **26**, 1237 (1989).
8. E. V. Krumkalns, D. L. Smiley, GB Pat. 2121414; *Chem. Abstr.*, **100**, 191866 (1983).
9. R. Robiette, A. Dekoker-Malengreau, J. Marchand-Brynaert, *Heterocycles*, **60**, 523 (2003).
10. M. M. Campbell, US Pat. 4582907; *Chem. Abstr.*, **105**, 78924 (1986).
11. Л. М. Потиха, В. А. Ковтуненко, *ХГС*, 625 (2007). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **43**, 521 (2007)].
12. Mitsui Toatsu Chemicals, Inc., Japan, Jpn. Pat. 57009758; *Chem. Abstr.*, **96**, 217230 (1982).
13. V. Kovtunencko, L. Potikha, A. Turov, *Synth. Commun.*, **34**, 3609 (2004).
14. T. Mizuno, J. Takahashi, A. Ogawa, *Tetrahedron*, **58**, 7805 (2002).
15. E. H. M. Abd Elall, M. I. Ashmawy, J. M. Mellor, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 2729 (1987).
16. Mitsui Toatsu Chemicals, Inc., Japan, Jpn. Pat. 60056951; *Chem. Abstr.*, **103**, 104540 (1985).

Киевский национальный университет  
им. Тараса Шевченко, Киев 01033, Украина  
e-mail: potikha\_l@mail.ru

Поступило 27.02.2007