

— ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ —

Научная статья

УДК 547.745

<http://doi.org/10.17072/2223-1838-2025-2-74-82>

**Взаимодействие 3-ароилпирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-трионов
с тиогликолевой кислотой**

Яна Денисовна Фёдорова, Александр Иванович Кобелев, Андрей Николаевич Масливец

Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия

Аннотация. Исследовано взаимодействие пирролобензоксазинтрионов с тиогликолевой кислотой, изучены механизмы протекающих реакций. Методами спектроскопии (ЯМР, ИК) идентифицированы продукты превращения, а также установлены их температуры плавления и растворимость.

Ключевые слова: пирролобензоксазинтрионы; S-нуклеофилы; тиогликолевая кислота.

Для цитирования: Фёдорова Я.Д., Кобелев А.И., Масливец А.Н. Взаимодействие 3-ароилпирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-трионов с тиогликолевой кислотой // Вестник Пермского университета. Серия «Химия». 2025. Т.15, № 1. С. 74–82. <http://doi.org/10.17072/2223-1838-2025-2-74-82>

Original Article

<http://doi.org/10.17072/2223-1838-2025-2-74-82>

**Interaction of 3-aroilpyrrol[2,1-c][1,4]benzoxazine-1,2,4-triones
with thioglycolic acid**

Yana D. Fedorova, Alexandr I. Kobelev, Andrey N. Maslivets

Perm State University, Perm, Russia

Abstract. The interaction of pyrrolobenzoxazinetriones with thioglycolic acid was investigated, the mechanisms of the reactions were studied. The transformation products were identified by spectroscopy methods (NMR, IR), and their melting points and solubility were determined.

Keywords: pyrrolobenzoxazinetriones; S-nucleophiles; thioglycolic acid.

For citation: Fedorova, Ya.D., Kobelev A.I., Maslivets, A.N. (2025) Interaction of 3-aroilpyrrol[2,1-c][1,4]benzoxazine-1,2,4-triones with thioglycolic acid, *Bulletin of Perm University. Chemistry*, vol. 15, no. 2, pp. 74–82. (in Russ.) <http://doi.org/10.17072/2223-1838-2025-2-74-82>

Пирролобензоксазинтрионы (ПБТ) являются многофункциональными органическими соединениями, так как получено много гетероциклических систем в результате нуклеофильных превращений ПБТ с различными нуклеофильными реагентами [1–6].

Реакции 3-ароилпирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-трионов с S-нуклеофилами мало изучены [7]. Превращения ПБТ под действием серосодержащих нуклеофилов приводят к гетероциклическим системам, содержащим в своем составе серу [8, 9]. Многие органические соединения серы являются веществами, обладающими биологической активностью [10–12].

Нами проведено исследование взаимодействия 3-ароилпирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-триона (**1a**) с тиогликолевой кислотой, путем выдерживания реагентов в соотношении 1:1 в среде безводного этилацетата при температуре 65°C в течение суток (до исчезновения фиолетовой окраски исходного ПБТ) (схема 1). При взаимодействии ПБТ с тиогликолевой кислотой при повышенной температуре

тиогликолевая кислота димеризуется с выделением водорода, который реагирует с ПБТ.

Установлено, что в результате образуются 3-бензоил-2-гидрокси-1*H*-бензо[*b*]пирроло[1,2-*d*]-[1,4]оксазин-1,4(3*aH*)-дион и 2-((3-бензоил-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1*H*-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (**2a** и **3a**).

Соединение **3a** – бесцветное высокоплавкое вещество, легкорастворимое в ДМСО и ДМФА, ацетоне, растворимое в этаноле, труднорастворимое в ароматических углеводородах, четыреххлористом углеводе, 1,4-диоксане, хлороформе, нерастворимое в алканах, этилацетате и воде, дающее положительную пробу (вишневое окрашивание) на наличие енольной гидроксильной группы со спиртовым раствором хлорида железа (III).

В спектре ИК соединения **3a** присутствуют полосы валентных колебаний группы OH (3187 см⁻¹), лактонной, лактамной и бензоильной карбонильных групп (1668-1789 см⁻¹).

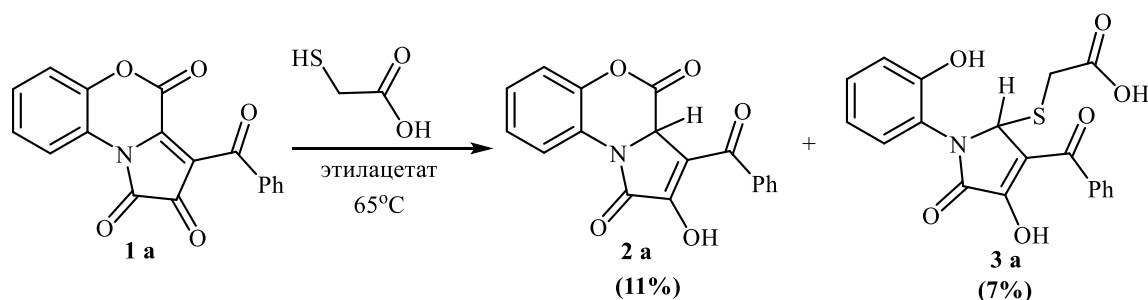


Схема 1. Взаимодействие ПБТ (**1a**) с тиогликолевой кислотой в этилацетате при температуре 65 °C

В спектре ЯМР ¹H соединения **3a**, кроме сигналов протонов ароматических колец и связанных с ними групп, присутствует синглет протона при атоме углерода C^{3a} (5.87 м.д.), а также уширенный синглет протона группы OH (11.81 м.д.).

В спектре ЯМР ¹³C соединения **3a**, кроме сигналов атомов углерода алифатических заместителей, ароматических колец и связанных с ними групп, присутствуют характерные сигналы атома C^{3a} (55.6 м.д.) и бензоильной карбонильной группы (189.3 м.д.).

Проведено исследование влияния условий проведения взаимодействия пирролобензоксазинтриона **1а**с тиогликолевой кислотой на выход соединения **3а**. Результаты исследования приведены в таблице.

Таблица.

Результаты исследования влияния условий проведения реакции на выход продукта реакции **3а** при комнатной температуре.

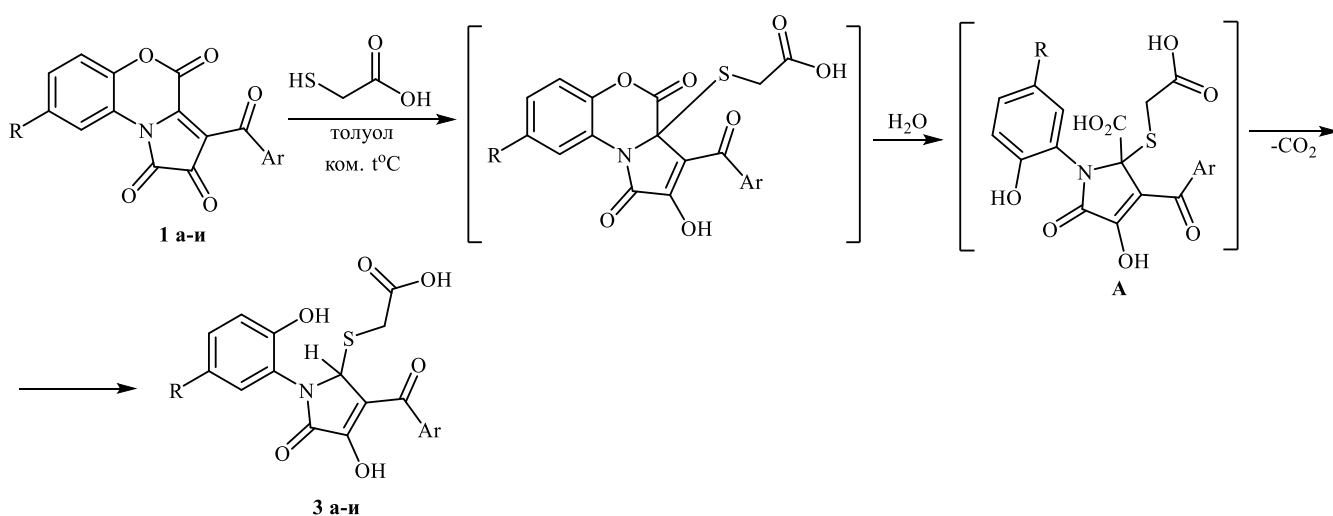
Растворитель	Соотношение реагентов (1а:ТГК)	Выход соединения 3а, %
Этилацетат	1:2	18
Этилацетат	1:4	48
Дихлорметан	1:1	40
Толуол	1:1	75
Толуол	1:2	80
Толуол	1:4	73

Исходя из данных таблицы подобраны оптимальные условия для синтеза соединений **3**, а

именно выдерживание реагентов в среде безводного толуола с избытком тиогликолевой кислоты (1:2) при комнатной температуре.

Далее исследовано взаимодействие 3-ароилпирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-трионов (**1а-и**) с тиогликолевой кислотой в подобранных оптимальных условиях (схема 2). В результате взаимодействия были получены 2-((3-ароил-4-гидрокси-1-(2-гидроксиарил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусные кислоты (**3а-и**).

Исследуемое взаимодействие протекает, по-видимому, через стадию присоединения SH-группы тиогликолевой кислоты к атому углерода C^{3a} пирролдионов **1а-и**, гидролизом лактонной карбонильной группы с образованием кислоты **A** с последующим декарбоксилированием и образованием соединений **3а-и**.



1,3: Ar = Ph, R = H (**а**); Ar = Ph, R = Cl(**б**); Ar = Ph, R = Br (**в**); Ar = C₆H₄Cl-4, R = H (**г**);

Ar = C₆H₄Br-4, R = H (**д**); Ar = C₆H₄F-4, R = H(**е**), Ar = Ph, R = Me(**ж**);

Ar = C₆H₄Me-4, R = H (**з**); Ar = C₆H₄OMe-4, R = H (**и**).

Схема 2. Взаимодействие ПБТ (**1а-и**) с тиогликолевой кислотой в оптимальных условиях

Соединения **3а-и** – желтые высокоплавкие вещества, легкорастворимые в ДМСО и ДМФА, ацетоне, растворимые в этаноле, труднорастворимые в ароматических углеводородах, четыреххлористом углероде, 1,4-диоксане,

хлороформе, нерастворимые в алканах, этилацетате и воде, дающие положительную пробу (вишневое окрашивание) на наличие енольной гидроксильной группы со спиртовым раствором хлорида железа (III).

В спектрах ИК соединений **3а-и** присутствуют полосы валентных колебаний групп ОН ($3078-3179\text{ см}^{-1}$), лактонной, лактамной и ароматической карбонильных групп ($1661-1764\text{ см}^{-1}$).

В спектрах ЯМР ^1H соединений **3а-и**, кроме сигналов протонов ароматических колец и связанных с ними групп, присутствуют два дублета группы CH_2 ($3.19-3.10$ и $3.06-3.03$ м.д.), синглет протона при атоме углерода C^{3a} ($6.19-6.24$ м.д.), один синглет протонов группы ОН ($9.69-10.34$ м.д.), а также два уширенных синглета протонов группы ОН ($11.58-12.11$ и $12.42-12.60$ м.д.).

В спектрах ЯМР ^{13}C соединений **3а-и**, кроме сигналов атомов углерода алифатических заместителей, ароматических колец и связанных с ними групп, присутствуют характерные сигналы атома углерода CH_2 -группы ($29.5-30.0$ м.д.), атома углерода C^{3a} ($62.4-63.0$ м.д.) и атом углерода в группе $-\text{COAr}$ ($187.2-188.7$ м.д.).

Экспериментальная часть

ИК спектры полученных соединений записывали на спектрометре PerkinElmerSpectrumTwo в вазелиновом масле. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C записывали на спектрометре Bruker Avance III HD 400 в $\text{DMSO}-d_6$. Индивидуальность синтезированных соединений подтверждали методом ТСХ на пластинках Sorbfil, Merck, элюенты – этилацетат-метанол, 3:1, этилацетат, проявляли парами йода. Исходные пирролобензоксазинтрионы **1а-и** синтезировали взаимодействием соответствующих енаминов с оксалилхлоридом по ранее описанным методикам [13].

3-бензоил-2-гидрокси-1H-бензо[b]пирроло [1,2-d][1,4]оксазин-1,4(3aH)-дион (2а).

К раствору 0.15 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1а** в 2 мл сухого этилацетата добавили 0.033 мл (1.0 ммоль) тиогликолевой кислоты, оставили при перемешивании и при температуре 65°C в

течение суток (до исчезновения фиолетовой окраски исходного пирролдиона **1а**), выпавший осадок отфильтровали. Выход 0.020 г (11.05%), бесцветные кристаллы, т.пл. $165-168^\circ\text{C}$ (разл., этилацетат). ИК спектр, см^{-1} : 3187 (ОН), 1789 , 1720 ($\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^4=\text{O}$), 1668 (COPh). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 5.90 с (C^{3a}H), 7.31 д ($J\ 2.6\text{ Гц}$, $3\text{H}_{\text{аром}}$), 7.51 д-д ($J\ 8.3$, 7.0 Гц , $2\text{H}_{\text{аром}}$), $7.63-7.67\text{ м}$ ($1\text{H}_{\text{аром}}$), 7.90 д-д-д ($J\ 7.2$, 5.7 , 3.1 Гц , $3\text{H}_{\text{аром}}$), 11.81 уш.с (ОН). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м.д.: 55.6 (C^{3a}), 113.1 , 116.7 , 120.3 , 123.1 , 124.5 , 126.0 , 128.2 (2C), 129.2 (2C), 132.9 , 137.3 , 143.2 , 150.7 , 160.5 , 163.0 , 189.3 (COPh). $\text{C}_{18}\text{H}_{11}\text{NO}_5$.

2-((3-бензоил-4-гидрокси-1-(2-гидроксибензил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)-тио) уксусная кислота (3а).

К раствору 0.15 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1а** в 2 мл сухого толуола добавили 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты, оставили при перемешивании при комнатной температуре в течение суток (до исчезновения фиолетовой окраски исходного пирролдиона **1а**), выпавший осадок отфильтровали. Выход 0.144 г (79.56%), желтые кристаллы, т.пл. $165-169^\circ\text{C}$ (разл., толуол). ИК спектр, см^{-1} : 3536 , 3138 (ОН), 1764 , 1692 ($\text{C}^1=\text{O}$, COOH), 1666 (COPh). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 3.06 д ($J\ 15.0\text{ Гц}$, CH_2), 3.14 д ($J\ 15.1\text{ Гц}$, CH_2), 6.21 с (C^{3a}H), 6.91 т.д ($J\ 7.6$, 1.4 Гц , $1\text{H}_{\text{аром}}$), 7.00 д-д ($J\ 8.2$, 1.3 Гц , $1\text{H}_{\text{аром}}$), $7.21-7.25\text{ м}$ ($1\text{H}_{\text{аром}}$), 7.35 д-д ($J\ 7.8$, 1.7 Гц , $1\text{H}_{\text{аром}}$), $7.50-7.54\text{ м}$ ($2\text{H}_{\text{аром}}$), $7.61-7.65\text{ м}$ ($1\text{H}_{\text{аром}}$), $7.85-7.87\text{ м}$ ($2\text{H}_{\text{аром}}$), $10.03 - 9.88\text{ м}$ (1H), 12.02 уш.с (ОН), 12.48 уш.с (ОН). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м.д.: 29.43 (CH_2), 62.44 (C^{3a}), 116.4 , 116.54 , 119.06 , 122.05 , 128.08 (2C), 128.93 , 129.01 (3C), 132.64 , 137.61 , 151.32 , 153.01 , 163.50 , 170.47 (2C), 188.21 (COPh). $\text{C}_{19}\text{H}_{13}\text{NO}_6\text{S}$.

Соединения (**3б-и**) синтезированы аналогично.

2-((3-бензоил-1-(5-хлор-2-гидроксифенил)-4-гидрокси-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота(3б).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1б** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.133 г (66,50%), желтые кристаллы, т.пл. 199-203°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3071 (ОН), 1735, 1693 (C^l=O, COOH), 1669 (COPh). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.09 д (*J* 15.2 Гц, CH₂), 3.17 д (*J* 15.1 Гц, CH₂), 6.24 с (1H), 7.00 д (*J* 8.8 Гц, 1H_{аром}), 7.28 д-д (*J* 8.8, 2.7 Гц, 1H_{аром}), 7.48 д (*J* 2.7 Гц, 1H_{аром}), 7.50 – 7.56 м (2H_{аром}), 7.61 – 7.66 м (1H_{аром}), 7.83 – 7.88 м (2H_{аром}), 10.32 с (1H), 12.11 уш.с (ОН), 12.54 уш.с (ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.5 (CH₂), 62.4 (C^{3a}), 116.5, 117.8, 122.1, 123.2, 128.1 (2C), 128.5, 128.7, 129.0 (2C), 132.7, 137.5, 151.1, 152.1, 163.4, 170.5 (2C), 188.2 (COPh). C₁₉H₁₂ClNO₆S.

2-((3-бензоил-1-(5-бром-2-гидроксифенил)-4-гидрокси-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3в).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1в** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.152 г (69,73%), желтые кристаллы, т.пл. 194-196°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3179 (ОН), 1693, 1683 (C^l=O, COOH), 1668 (COPh). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.10 д (*J* 15.1 Гц, CH₂), 3.16 д (*J* 15.1 Гц, CH₂), 6.23 с (1H), 6.96 д (*J* 8.7 Гц, 1H_{аром}), 7.39 д-д (*J* 8.7, 2.5 Гц, 1H_{аром}), 7.55 – 7.49 м (2H_{аром}), 7.59 д (*J* 2.5 Гц, 1H_{аром}), 7.61 – 7.66 м (1H_{аром}), 7.84 – 7.88 м (2H_{аром}), 10.34 с (1H), 11.94 уш.с (ОН), 12.56 уш.с (ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.5 (CH₂), 62.4 (C^{3a}), 109.3, 116.5, 118.4, 123.6, 128.1 (2C), 128.8, 129.1 (2C), 131.3, 131.6, 137.5, 151.2, 152.6, 163.4, 170.5 (2C), 188.1 (COPh). C₁₉H₁₂BrNO₆S.

2-((3-(4-хлорбензоил)-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3г).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1г** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.141 г (71,57%), желтые кристаллы, т.пл. 190-195°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3128 (ОН), 1710, 1691 (C^l=O, COOH), 1665 (COAr). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.05 д (*J* 15.2 Гц, CH₂), 3.12 д (*J* 15.2 Гц, CH₂), 6.19 с (1H), 6.90 т-д (*J* 7.6, 1.3 Гц, 1H_{аром}), 6.99 д-д (*J* 8.2, 1.4 Гц, 1H_{аром}), 7.23 д-д-д (*J* 8.2, 7.3, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.34 д-д (*J* 7.9, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.55 – 7.61 м (2H_{аром}), 7.83 – 7.88 м (2H_{аром}), 9.96 с (1H), 12.48 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.8 (CH₂), 62.9 (C^{3a}), 116.6, 117.1, 119.6, 122.5, 128.7 (3C), 129.5, 131.4 (3C), 136.9, 138.0, 152.4, 153.6, 163.9, 171.1, 187.4 (COAr). C₁₉H₁₂ClNO₆S.

2-((3-(4-бромбензоил)-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3д).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1д** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.144 г (66,06%), желтые кристаллы, т.пл 174-178 °C (разл.,толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3132 (ОН), 1711, 1690 (C^l=O, COOH), 1661 (COAr). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.05 д (*J* 15.2 Гц, CH₂), 3.12 д (*J* 15.2 Гц, CH₂), 6.19 с (1H), 6.90 т-д (*J* 7.6, 1.3 Гц, 1H_{аром}), 6.9 – 7.02 м (1H_{аром}), 7.23 т-д (*J* 7.8, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.34 д-д (*J* 7.9, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.69 – 7.81 м (4H_{аром}), 9.91 – 10.02 м (1H), 12.42 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.8 (CH₂), 62.9 (C^{3a}), 116.6, 117.1, 119.6, 122.5, 127.1, 129.5 (2C), 131.5 (3C), 137.3, 152.5, 153.6, 163.9, 171.1 (2C), 187.6 (COAr). C₁₉H₁₂BrNO₆S.

2-((3-(4-фторбензил)-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3е).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1е** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.124 г (65,26%), желтые кристаллы, т.пл 188-192°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3095 (ОН), 1715, 1693 (C^l=O, COOH), 1665 (COAr). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.05 д (*J* 15.1 Гц, CH₂), 3.12 д (*J* 15.1 Гц, CH₂), 6.19 с (1H), 6.90 т.д (*J* 7.6, 1.4 Гц, 1H_{аром}), 6.99 д.д (*J* 8.2, 1.3 Гц, 1H_{аром}), 7.23 д.д.д (*J* 8.1, 7.4, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.31 – 7.37 м (3H_{аром}), 7.90 – 7.96 м (2H_{аром}), 9.96 с (1H), 12.54 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.9 (CH₂), 62.9 (C^{3a}), 115.7 (*J* 21.9 Гц, 2C), 116.8, 117.1, 119.6, 122.6, 129.5, 132.5 (*J* 9.4 Гц, 2C), 134.8 (*J* 2.7 Гц), 152.0, 153.6, 164.7 (*J* 251.4 Гц), 171.1 (2C), 172.4, 187.2 (COAr). C₁₉H₁₂FNO₆S.

2-((3-бензил-1-(5-метил-2-гидроксифенил)-4-гидрокси-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3ж).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1ж** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.155 г (82,45%), желтые кристаллы, т.пл 185-188°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3151 (ОН), 1728, 1692 (C^l=O, COOH), 1668 (COPh). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 2.25 с (Me), 3.05 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 3.14 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 6.19 с (1H), 6.88 д (*J* 8.2 Гц, 1H_{аром}), 7.03 д.д (*J* 8.3, 2.1 Гц, 1H_{аром}), 7.15 д (*J* 2.1 Гц, 1H_{аром}), 7.52 д.д (*J* 8.2, 6.9 Гц, 2H_{аром}), 7.6 – 7.66 м (1H_{аром}), 7.83 – 7.87 м (2H_{аром}), 9.69 м (1H), 12.55 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 20.5 (Me), 29.9 (CH₂), 62.9 (C^{3a}), 116.9, 116.9, 122.3, 128.4, 128.6, 128.6 (2C), 129.3, 129.6 (2C), 129.7, 129.9, 133.2, 151.2, 151.9, 164.0, 171.1, 188.7 (COPh). C₂₀H₁₅NO₆S.

2-((3-(4-метилбензил)-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3з).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1з** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.153 г (81,38%), оранжевые кристаллы, т.пл 184-187°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3133 (ОН), 1711, 1692 (C^l=O, COOH), 1665 (COAr). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 2.41 с (Me), 3.04 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 3.13 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 6.20 с (1H), 6.90 т.д (*J* 7.6, 1.3 Гц, 1H_{аром}), 6.99 д.д (*J* 8.2, 1.2 Гц, 1H_{аром}), 7.23 т.д (*J* 7.8, 1.6 Гц, 1H_{аром}), 7.30 – 7.37 м (3H_{аром}), 7.77 д (*J* 7.9 Гц, 2H_{аром}), 9.96 с (1H), 12.54 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 21.7 (Me), 30.0 (CH₂), 63.0 (C^{3a}), 117.1, 119.6, 122.3 (3C), 129.5, 129.6, 129.8 (3C), 135.5, 143.7, 151.3, 153.6, 164.1, 170.9, 188.4 (COAr). C₂₀H₁₅NO₆S.

2-((3-(4-метоксибензил)-4-гидрокси-1-(2-гидроксифенил)-5-оксо-2,5-дигидро-1H-пиррол-2-ил)тио)уксусная кислота (3и).

Получен из раствора 0.150 г (1.0 ммоль) пирролдиона **1и** и 0.066 мл (2.0 ммоль) тиогликолевой кислоты. Выход 0.133 г (68,21%), желтые кристаллы, т.пл 185-187°C (разл., толуол). ИК спектр, см⁻¹: 3176 (ОН), 1708, 1691 (C^l=O, COOH), 1667 (COAr). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3.03 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 3.12 д (*J* 15.0 Гц, CH₂), 3.87 с (OMe), 6.20 с (1H), 6.90 т.д (*J* 7.6, 1.4 Гц, 1H_{аром}), 6.99 д.д (*J* 8.2, 1.4 Гц, 1H_{аром}), 7.03 – 7.10 м (2H_{аром}), 7.22 д.д.д (*J* 8.1, 7.3, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.34 д.д (*J* 7.8, 1.7 Гц, 1H_{аром}), 7.86 – 7.90 м (2H_{аром}), 9.96 с (1H), 12.51 уш.с (2ОН). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м.д.: 29.5 (CH₂), 55.5 (OMe), 62.6 (C^{3a}), 113.5 (3C), 116.5, 119.0, 122.1, 128.9, 129.1, 130.1, 131.6 (3C), 150.1, 153.0, 163.1, 163.6, 170.4, 186.7 (COAr). C₂₀H₁₅NO₇S.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проектFSNF-2025-0013).

Список источников

1. Машевская И.В., Махмудов Р.Р., Александрова Г.А. и др. Синтез, анальгетическая и антибактериальная активность продуктов взаимодействия гетерено[а]-дигидро-2,3-пирролдионов с фенилгидразинами // Химико-фармацевтический журнал. 2001. Т. 35. № 2. С. 11–13. <https://doi.org/10.1023/A1010464619724>
2. Куслина Л.В., Машевская И.В., Слепухин П.А. и др. Новое направление взаимодействия гетерено[а]пиррол-2,3-дионов с NH-нуклеофилами // Журнал органической химии 2012. Т. 48. № 1. С. 149–150. <https://doi.org/10.1134/S1070428012010253>
3. Степанова Е.Е., Масливец А.Н. Региоселективная альдольная конденсация пирролобензоксазинтрионов и циклоалканонов // Журнал органической химии. 2014. Т. 50, № 9. С. 1380–1381. <https://doi.org/10.1134/S1070428014090267>
4. Рачева Н.Л., Масливец А.Н. Спиро-гетероциклизация пирроло[2,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-триона под действием димедона // Журнал органической химии. 2007. Т. 43, № 1. С. 152–153. <https://doi.org/10.1134/S1070428007010241>
5. Бабеньшиева А.В., Масливец В.А., Масливец А.Н. Спиро-гетероциклизация пирролобензоксазинтрионов под действием тиомочевины // Журнал органической химии. 2007. Т. 43, № 10. С. 1579–1580 <https://doi.org/10.1134/S107042800710034>
6. Тутынина Н.М., Таурова Л.Ф., Масливец А.Н. Прямая спиро-гетероциклизация пирролобензоксазинтрионов под действием дифенилгуанидина // Журнал органической химии. 2014. Т. 50, № 8. С. 1232–1233. <https://doi.org/10.1134/S1070428014080284>
7. Lukmanova D.N., Pchelintseva D.I., Dmitriev M.V. et al. Reaction of Hetareno [e] pyrrole-2, 3-diones with Thiols: An Approach to Two Distinct 5-Thio-Substituted Pyrrole-2-one Derivatives // Chemistry Select. 2021. V. 6. № 45. P. 12623–12627. <https://doi.org/10.1002/slct.202103243>
8. Belozeroва D.N., Sukhanova P.V., Dmitriev M.V. et al. Switchable Synthesis of Benzothiazoles, Benzothiazines and Benzothiazepines through the Reaction of Hetareno[e]pyrrole-2,3-diones with o-Aminothiophenol // Chemistry Select. 2024. V. 9, № 11. P. e202304753. <https://doi.org/10.1002/slct.202304753>
9. Кобелев А.И., Степанова Е.Е., Дмитриев М.В. и др. Спирогетероциклизация пирролобензоксазинтрионов под действием тиобензамида. Синтез спи-ро[тиазоло-5,2'-пирролов] // Журнал органической химии. 2018. Т. 54, № 5. С. 766–770. <https://doi.org/10.1134/S1070428018050159>
10. Машковский М.Д. Лекарственные препараты. М.: Новая волна, 2012. 764 с.
11. Hulin B., McCarthy P.A., Gibbs E.M. The glitazone family of antidiabetic agents // Current Pharmaceutical Design. 1996. V. 2, № 1. P. 85–102. <https://doi.org/10.2174/1381612802666220920215821>

12. Breslow R. On the mechanism of thiamine action. IV. 1 Evidence from studies on model systems // Journal of the American Chemical Society. 1958. V. 80, № 14. P. 3719–3726. <https://doi.org/10.1021/ja01547a064>

13. Масливец А.Н., Машевская И.В., Смирнова Л.И. и др. Пятичленные 2,3-диоксогетероциклы. Синтез 3-ароил-1,2-дигидро-4Н-пирроло[5,1-с][1,4]бензоксазин-1,2,4-трионов и их взаимодействие с водой и спиртами // Журнал органической химии. 1992. Т. 28, № 12. С. 2545–2553.

Информация об авторах

Фёдорова Яна Денисовна, студент, Пермский государственный национальный исследовательский университет (614068, г. Пермь, ул. Букирева, 15), yanatckach@gmail.com.

Кобелев Александр Иванович, кандидат химических наук, доцент кафедры органической химии химического факультета, Пермский государственный национальный исследовательский университет (614068, г. Пермь, ул. Букирева, 15), Kai1993@psu.ru.

Масливец Андрей Николаевич, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой органической химии химического факультета, Пермский государственный национальный исследовательский университет (614068, г. Пермь, ул. Букирева, 15), koh2@psu.ru.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов

Поступила 12 мая 2025 г.; принята к публикации 21 июня 2025 г.

References

1. Mashevskaya, I.V., Makhmudov, R.R., Aleksandrova, G.A., Duvalov, A.V. and Maslivets, A.N. (2001) Synthesis, analgesic, and antibacterial activity of the products of interaction of hetereno[a]-dihydro-2,3-pyrrolediones with phenylhydrazines, *Pharmaceutical Chemistry Journal* vol. 35, no. 2, pp. 69–71.
2. Kuslina, L.V., Mashevskaya, I.V., Slepukhin, P.A. and Maslivets, A.N. (2012) New pathway of the reaction of hetareno[a]pyrrole-2,3-diones with NH-nucleophiles, *Russian Journal of Organic Chemistry* vol. 48, no. 1, pp. 145–146.
3. Stepanova, E.E. and Maslivets, A.N. (2014) Regioselective aldol condensation of pyrrolobenzoxazinetriones with cycloalkanones, *Russian Journal of Organic Chemistry* vol. 50, no. 9, pp. 1394–1395.
4. Racheva, N.L. and Maslivets, A.N. (2007) Spiro heterocyclization of pyrrolo[2,1-c][1,4]benzoxazine-1,2,4-triones with dimedone, *Russian Journal of Organic Chemistry*, vol. 43, no. 1, pp. 158–159.
5. Babenysheva, A.V., Maslivets, V.A. and Maslivets, A.N. (2007) Spiro-heterocyclization of pyrrolobenzoxazinetriones effected by thiourea, *Russian Journal of Organic Chemistry*, vol. 43, no. 10, pp. 1577–1578.
6. Tutynina, N.M., Tairova, L.F. and Maslivets, A.N. (2014) Direct spiro-heterocyclization of pyrrolobenzoxazinetriones under the action of diphenylguanidine, *Russian Journal of Organic Chemistry* vol. 50, no. 8, pp. 1218–1219.
7. Lukmanova, D.N., Pchelintseva, D.I., Dmitriev, M.V., Balandina, S.Y., Mashevskaya, I.V. and Chaudhary, S. (2021) Reaction of Hetareno[e]pyrrole-2,3-diones with Thiols: An Approach to Two Distinct 5-Thio-Substituted Pyrrole-2-one Derivatives, *Chemistry Select*, vol. 6, no. 45, pp. 12623–12627.

8. Belozerova, D.N., Sukhanova, P.V., Dmitriev, M.V. and Mashevskaya, I.V. (2024) Switchable Synthesis of Benzothiazoles, Benzothiazines and Benzothiazepines through the Reaction of Hetareno[*e*]pyrrole-2,3-Diones with *o*-Aminothiophenol, *Chemistry Select* vol. 9, no. 11, pp. e202304753.
9. Kobelev, A.I., Stepanova, E.E., Dmitriev, M.V., Denislamova, E.S. and Maslivets, A.N. (2018) Spiro-heterocyclization of Pyrrolobenzoxazinetriones under the Action of Thiobenzamide. Synthesis of Spiro[thiazolo-5,2'-pyrroles], *Russian Journal of Organic Chemistry* vol. 54, no. 5, pp. 766–770.
10. Mashkovsky, M.D. (2012) Medicines, Moscow, New Wave (in Russian).
11. Hulin, B., McCarthy, P.A. and Gibbs, E.M. (1996) The glitazone family of antidiabetic agents, *Current Pharmaceutical Design*, vol. 2, no. 1, pp. 85–102.
12. Breslow, R. (1958) On the mechanism of thiamine action. IV. 1 Evidence from studies on model systems, *Journal of the American Chemical Society*, vol. 80, no. 14, pp. 3719–3726.
13. Maslivets, A.N., Mashevskaya, I.V., Smirnov, a L.I., Krasnykh, O.P., Shurov, S.N. and Andreychikov, Y.S. (1992) Five-membered 2,3-dioxoheterocycles. Synthesis of 3-aryl-1,2-dihydro-4*H*-pyrrolo[5,1-*c*][1,4]benzoxazine-1,2,4-triones and their interaction with water and alcohols, *Russian Journal of Organic Chemistry* vol. 28, no. 12, pp.2545–2553.

Information about the authors

Yana D. Fedorova, student, Perm State University (15, Bukireva St., Perm, Russia, 614068), yanatchach@gmail.com.

Alexandr I. Kobelev, Candidate of Chemical Sciences, Associate professor, Department of Organic Chemistry, Perm State University (15, Bukireva St., Perm, Russia, 614068), Kai1993@psu.ru.

Andrey N. Maslivets, Doctor of Chemical Sciences, Professor, Head of the Department of Organic Chemistry, Perm State University (15, Bukireva St., Perm, Russia, 614068), koh2@psu.ru.

Conflicts of interests

The authors declare no conflicts of interests.

Submitted 12 May 2025; accepted 21 June 2025