

БЕНЗОИЛПРОИЗВОДНЫЕ ЭТИЛАЛКИЛБАРБИТУРОВЫХ КИСЛОТ

А. А. ШЕСТЕРОВА, С. Д. ЯРОСЛАВЦЕВА

(Представлена научным семинаром кафедр и лабораторий органического
синтеза ХТФ)

Получены и исследованы самые разнообразные производные барбитуровой кислоты. Многие из них нашли широкое применение в медицинской практике. Достаточно изучена зависимость гипнотического и снотворного действия барбитуратов от их строения. В продолжение ранее [1, 2] начатых исследований по изысканию препаратов противосудорожного действия в ряду производных барбитуровой кислоты в настоящей работе мы предприняли синтез *N*-моно-и *N*₁*N*'-дibenzoилпроизводных 5,5-этилалкилбарбитуровых кислот. В качестве алкильных радикалов нами выбраны: C_2H_5 , *n*- C_3H_7 , изо- C_3H_7 , *n*- C_4H_9 , изо- C_4H_9 , *n*- C_5H_{11} , изо- C_5H_{11} .

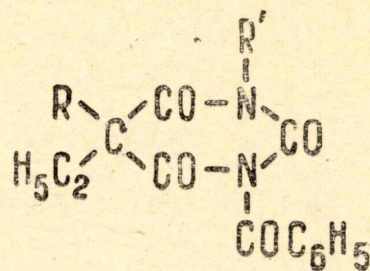
Этилалкилмалоновые эфиры, необходимые для синтеза барбитуровых кислот, получены алкилированием малонового эфира, бромистыми алкилами в абсолютном этиловом спирте в присутствии этилата натрия. Этилалкилбарбитуровые кислоты получались конденсацией соответствующих малоновых эфиров с мочевиной [3].

Benzoилирование осуществлялось действием бензоилхлорида на этилалкилбарбитуровые кислоты в присутствии пиридина. Benzoилпроизводные этилалкилбарбитуровых кислот представляют собой белые кристаллические вещества, нерастворимые в воде и растворимые в спирте, эфире, бензоле, ацетоне, хлороформе. В данном ряду бензоилпроизводных этилалкилбарбитуровых кислот — 5,5-диэтил-*N*-benzoил, 5,5-этил-изоамил-*N*-benzoил, 5,5-этил-изоамил-*N*, *N*'-дibenzoилбарбитуровые кислоты описаны нами ранее [2], 5,5-диэтил-*N,N*'-дibenzoилбарбитуровая кислота получена Розенбергом другим методом [4].

Экспериментальная часть

В трехгорлую колбу с обратным холодильником, мешалкой и капельной воронкой помещается 0,02 моля этилалкилбарбитуровой кислоты, 0,02 моля пиридина и 0,02 моля хлористого бензоила. Реакционная смесь нагревается при перемешивании на масляной бане в течение 4 часов (температура бани 125—130°C). После чего реакционная масса заливается 50 мл бензола, перемешивалась при нагревании в течение 10 минут. Осадок солянокислого пиридина, выпавший после охлаждения бензольного раствора, отфильтровывался и промывался бензолом. На следующий день из бензольного фильтрата отделяется сиропообразный продукт, который тщательно промывается ледяной водой до затвердева-

Таблица 1



№ п.п.	R	R'	Брутто-формула	Т пл., °C	Содержание, %					
					C		H		N	
					найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено
1 ^{x)}	C ₂ H ₅	COC ₆ H ₅	C ₂₂ H ₂₀ O ₅ N ₂	236 - 237	67,64	67,34	5,28	5,10	7,38	7,14
2	n-C ₃ H ₇	H	C ₁₆ H ₁₅ O ₄ N ₂	140—142	63,88	63,57	6,00	5,96	9,44	9,27
3	n-C ₃ H ₇	COC ₆ H ₅	C ₂₃ H ₂₂ O ₅ N ₂	194—198	68,48	67,97	5,95	5,41	7,04	6,89
4	n-C ₄ H ₉	H	C ₁₇ H ₂₀ O ₄ N ₂	90—94	65,25	64,55	6,43	6,67	9,05	8,86
5	n-C ₄ H ₉	COC ₆ H ₅	C ₂₄ H ₂₄ O ₅ N ₂	154—156	69,00	68,5	5,87	5,71	6,72	6,62
6	изо-C ₃ H ₇	H	C ₁₆ H ₁₈ O ₄ N ₂	130—132	63,41	63,57	6,05	5,96	9,39	9,27
7	изо-C ₃ H ₇	COC ₆ H ₅	C ₂₃ H ₂₂ O ₅ N ₂	212—214	67,87	67,97	5,72	5,41	6,92	6,89
8	изо-C ₄ H ₉	H	C ₁₇ H ₂₀ O ₄ N ₂	113—115	64,97	64,55	6,61	6,67	8,89	8,86
9	изо-C ₄ H ₉	COC ₆ H ₅	C ₂₄ H ₂₄ O ₅ N ₂	153—154	68,54	68,5	5,97	5,71	6,56	6,62
10	n-C ₅ H ₁₁	H	C ₁₈ H ₂₂ O ₄ N ₂	92—94	65,61	65,4	6,64	6,6	8,8	8,48
11	n-C ₅ H ₁₁	COC ₆ H ₅	C ₂₅ H ₂₆ O ₅ N ₂	124—126	69,03	69,1	6,01	5,9	6,72	6,45

^{x)}Соединение получено Розенбергом [4] с т. пл. 236—237°.

ния. Продукт растворяется при нагревании в минимальном количестве спирта. По охлаждению отфильтровывается выделившееся дибензоилпроизводное. Из спиртового фильтра монобензоилпроизводное осаждается водой. Продукты очищались повторной перекристаллизацией из спирта.

Данные элементарного анализа синтезированных соединений приведены в таблице.

Выводы

Синтезировано 11 бензоилпроизводных барбитуровых кислот, из них 10 не описано в литературе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. П. Кулев, Г. М. Степнова, В. Г. Столярчук, О. Н. Нечаева. ЖОХ, 30, 1385, 1960.
 2. Л. П. Кулев, А. А. Шестерова. ЖОХ, 31, 1378, 1961.
 3. I honle Moment. I. Am. Chem. Soc., 45, 246, 1923.
 4. H. Rosenberg. Герм. пат. 631097; С. А., 30, 6136, 1936.
-