

АЦИЛИРОВАНИЕ N-БЕНЗИЛМОЧЕВИНЫ НЕКОТОРЫМИ ЗАМЕЩЕННЫМИ БЕНЗОЙНЫМИ КИСЛОТАМИ

Н. С. ДОБЫЧИНА, А. Г. ПЕЧЕНКИН, С. Г. ВЕШКУРЦЕВА

(Представлена научным семинаром химико-технологического факультета)

Ранее нами было установлено [1], что бензилмочевина обладает высокой противосудорожной активностью и вместе с тем значительной токсичностью. Было найдено, что при ацилировании бензилмочевины карбоновыми кислотами жирного ряда токсичность ее снижается, однако в ряде случаев, в зависимости от ацилирующей кислоты, снижается и противосудорожная активность.

Представляло интерес выяснить, как влияет на противосудорожную активность и токсичность бензилмочевины ацилирование последней кислотами ароматического ряда.

С этой целью был синтезирован ряд соединений общей формулы $C_6H_5CH_2HNCON \begin{cases} R \\ R_1 \end{cases}$, где $R - COC_6H_4Cl$ (о, п); COC_6H_4Br (п); $COC_6H_3Cl_2$ (2, 4; COC_6H_4I (п, о); $COC_6H_4NO_2$ (м, о, п). $R_1 = R$ или H.

Ацилирование бензилмочевины проводилось кислотами в присутствии треххлористого фосфора.

Ранее нами [2] был разработан способ ацилирования бензилмочевины кислотами жирного ряда в присутствии треххлористого фосфора. Представляло интерес проверить применимость этого способа для ацилирования бензилмочевины кислотами ароматического ряда.

При ацилировании бензилмочевины кислотами жирного ряда в присутствии треххлористого фосфора получают N, N¹ — бензилацилмочевины. В результате ацилирования бензилмочевины кислотами ароматического ряда получают как моно- так и диацилпроизводные бензилмочевины. Можно предположить, что обе ацильные группы в молекуле бензилмочевины становятся к одному атому азота. Подтверждением этого предположения могут быть данные спектрального анализа, которые будут приведены позднее.

Ацилирование проводилось в одинаковых температурных условиях и при одинаковых соотношениях реагирующих веществ, однако продолжительность реакции ацилирования была различной. (Конец реакции определялся по прекращению выделения HCl).

Замечено, что скорость ацилирования бензилмочевины замещенными бензойными кислотами, как правило, находится в прямой зависимости от силы кислоты.

Экспериментальная часть

В трехгорлую колбу, снабженную обратным холодильником, капельной воронкой и мешалкой, загружается бензилмочевина и кислота в мо-

Таблица 1



№ п.п.	R	R ₁	Количество исходных продуктов			Продолжительность реакции, час	Т. пл., °С	Результаты анализа, %				Выход % технического продукта
			бензил-мочев., %	кислота, %	PCl ₅ , мг			найденно N	вычисленно по N	найденно Hal	вычисленно Hal	
1	COC ₆ H ₄ Cl—п	COC ₆ H ₄ Cl—п	10	20,8	2	12	155—157	6,57	6,55	15,3	16,6	95
2	COC ₆ H ₄ Cl—о	H	10	20,8	2	10	154—155	9,64	9,60	11,80	12,20	41
3	COC ₆ H ₃ Cl ₂	COC ₆ H ₄ Cl ₂ —	10	25	4	12	150—151	5,61	5,61			50
4	COC ₆ H ₄ Br—п	COC ₆ H ₄ Br—п	10	26,6	4	15	118—119	5,58	5,64	29,79	31,0	61
5	COC ₆ H ₄ J—п	COC ₆ H ₄ J—п	10	33	4	15	167—168	4,38	4,59			31
6	COC ₆ H ₄ J—о	H	10	33	4	12	176—177	7,20	7,37	34,75	34,41	33
7	COC ₆ H ₄ NO ₂ —п	COC ₆ H ₄ NO ₂ —п	10	22	4	15	131—133	12,63	12,5			70
8	COC ₆ H ₄ NO ₂ —о	COC ₆ H ₄ NO ₂ —о	10	22	4	12	120—121	12,35	12,5			64
9	COC ₆ H ₄ NO ₂ —м	H	10	22	4	12	185—186	14,70	14,04			19

лярных соотношениях 1 : 1, затем прибавляется сухой ксилол. Реакционная смесь нагревается до 75°C (в бане), после чего к ней по каплям прибавляется из капельной воронки треххлористый фосфор в молярном отношении к кислоте 1 : 3. После прибавления треххлористого фосфора температура бани поднимается до 120°C и поддерживается в течение 10—15 часов в зависимости от ацилирующей кислоты.

По окончании реакции реакционная масса декантируется с желтого сиропобразного осадка фосфористой кислоты и отделяется от растворителя испарением на воздухе или на водяной бане.

Получающийся осадок обрабатывается 10-процентным раствором соды, промывается водой, перекристаллизовывается из смеси изопропилового спирта с водой (2 : 1).

Все продукты ацилирования — белые кристаллические вещества, не растворимые в воде, растворимые в спирте, бензоле, хлороформе, диоксане.

Данные по синтезу и анализу полученных веществ приведены в табл. 1.

Выводы

1. Изучена реакция ацилирования N-бензилмочевины замещенными бензойными кислотами в присутствии треххлористого фосфора. Найдено, что в отличие от ацилирования бензилмочевины кислотами жирного ряда, при ацилировании замещенными бензойными кислотами получают диацилпроизводные.

2. Получено 9 ацилпроизводных бензилмочевины, не описанных в литературе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Н. С. Добычина. Диссертация, Томск, 1966.
 2. Н. С. Добычина, А. Г. Печенкин, Л. Г. Тигнибидина. Авт. свид. № 188957, заявл. 29.12.1965, опубл. 17.11.1966.
-