

АЦИЛИРОВАНИЕ N-(β-ОКСИЭТИЛ)-МОЧЕВИНЫ НЕКОТОРЫМИ КАРБОНОВЫМИ КИСЛОТАМИ

Н. С. ДОБЫЧИНА, А. Г. ПЕЧЕНКИН, Г. Ф. КРАСНЯТОВА

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

В продолжение работ [1] по изысканию препаратов с противосудорожной активностью нами был синтезирован ряд N-(β-оксиэтил)-ацилпроизводных мочевины.

N-(β-оксиэтил)-мочевина получалась по известной методике [2] путем конденсации мочевины с β-этаноламином.

Ацилирование N-(β-оксиэтил)-мочевины проводилось карбоновыми кислотами жирного ряда в присутствии треххлористого фосфора и хлорангидридами этих же кислот по методике, предложенной ранее нами [3]. В результате ацилирования получались либо N-(β-хлорэтил)-N'-ацилмочевины, либо диацилпроизводные оксиэтилмочевины, ацилирование проходило по окси- или по амидо-группе. Хлорирование проходило независимо от того, какой ацилирующий агент (кислота в присутствии треххлористого фосфора или хлорангидрид) применялся в реакции ацилирования. На получение моноацилпроизводных оксиэтилмочевины влияет соотношение реагирующих веществ. Так, если исходная оксиэтилмочевина и ацилирующий агент брались в эквимолекулярных количествах, то в результате ацилирования получались диацилпроизводные оксиэтилмочевины. При изменении соотношений реагирующих веществ в сторону увеличения количества ацилирующей кислоты или ее хлорангидрида в результате реакции получались, как правило, моноацилпроизводные, а окси-группа заменялась на хлор. Однако в некоторых случаях, например, при ацилировании изо-масляной и изо-валериановой кислотами диацилпроизводных получить не удалось, несмотря на изменение молярных соотношений в широких пределах. Температура реакции в изученном интервале и продолжительность реакции ацилирования не оказывали влияния на получение моно- или диацилпроизводных.

Идентификация полученных соединений проводилась по элементному анализу и ИК-спектрам.

Экспериментальная часть

В трехгорлую круглодонную колбу, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой помещается N-(β-оксиэтил)-мочевина в среде ксилола. Колба помещается на масляную баню, температура которой повышается до 75°, после чего в колбу из капельной воронки добавляется порциями треххлористый фосфор.

Таблица I

Общая формула: $R_1C_2H_4NHCONHCO_2$

| R_1 | R_2 | Молярные соотношения исходных продуктов | | | Т. пл. °С | Выход, % | Результаты анализа, % | | | |
|-------------------|------------------|---|---------|---------|-----------|----------|-----------------------|-------------|------------|--------------|
| | | оксиэтил мочевины | кислота | PCl_3 | | | найдено N | вычислено N | найдено Cl | вычислено Cl |
| Cl | CH_3 | 1 | 2 | $2/3$ | 159—160 | 27,6 | 17,28 | 17,02 | 21,90 | 21,51 |
| Cl | $CH_2CH_2CH_3$ | 1 | 2 | $2/3$ | 135—136 | 52,10 | 14,23 | 14,54 | 18,00 | 18,44 |
| Cl | $CH(CH_3)_2$ | 1 | 2 | $2/3$ | 136—137 | 47,5 | 14,93 | 14,54 | 18,71 | 18,44 |
| Cl | $(CH_2)_3CH_3$ | 1 | 2 | $2/3$ | 118—119 | 56 | 13,25 | 13,61 | 17,92 | 17,19 |
| Cl | $(CH_2)_4CH_3$ | 1 | 2 | $2/3$ | 124—125 | 39,6 | 13,00 | 12,69 | 16,60 | 16,01 |
| Cl | $CH_2CH(CH_3)_2$ | 1 | 2 | $2/3$ | 134—135 | 69,7 | 14,02 | 13,61 | 17,29 | 17,19 |
| $OCOCH_3$ | CH_3 | 1 | $3/4$ | 1 | 101—102 | 56 | 15,07 | 14,89 | | |
| $OCO(CH_2)_2CH_3$ | $(CH_2)_2CH_3$ | 1 | 1 | 1 | 95—96 | 16 | 11,43 | 11,47 | | |
| $OCO(CH_2)_3CH_3$ | $(CH_2)_3CH_3$ | 1 | 1 | 1 | 73—74 | 18 | 10,35 | 10,29 | | |

По прибавлении всего количества треххлористого фосфора температура в бане повышается до 125° и поддерживается в течение 12 часов до окончания реакции (проба на хлористый водород), затем реакционная масса декантируется с выпавшего сиропообразного осадка фосфористой кислоты, ксилол испаряется на водяной бане или на воздухе, а выпавший белый осадок обрабатывается содовым раствором, промывается водой и перекристаллизовывается из водно-спиртовой смеси 1:2.

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

Выводы

Синтезировано 6 не описанных в литературе N-(β -хлорэтил)-N¹-ацилмочевин и 3 диацилпроизводных N-(β -оксиэтил)-мочевины.

ЛИТЕРАТУРА

1. Н. С. Добычина. Диссертация. Томск, 1966.
 2. Н. А. Гольдберг, В. Г. Голов, Л. Г. Николаева, Э. А. Демина. Авт. свид. СССР № 176578, заявл. 5.03.65, опубл. 30.12.65. РЖХим, 1967, 1Н 68П.
 3. Н. С. Добычина, А. Г. Печенкин, Л. Г. Тигнибина. Авт. свид. № 188957, заявл. 29.12.65, опубл. 17.11.66. Ж. «Изобретения, промышленные образцы, товарные знаки», 1967.
-