

АЦИЛИРОВАНИЕ БАРБИТУРАТОВ ХЛОРАНГИДРИДАМИ ЗАМЕЩЕННЫХ БЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ

А. А. ШЕСТЕРОВА, Г. С. САВЕЛЬЕВА, А. Г. ПЕЧЕНКИН

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Ранее [1, 2, 3] нами были получены *N*-бензоилпроизводные 5,5-фенилалкил- и 5,5-этилалкилбарбитуровых кислот. Как показали фармакологические испытания, все они в той или иной степени обладают противосудорожным действием. С целью изыскания новых противосудорожных средств и выяснения влияния заместителей, находящихся в ацильном остатке на противосудорожную активность, нами синтезированы ацилпроизводные барбитала, фенобарбитала и барбамила, содержащие в ацильном остатке бром (орто- и пара-положения) и нитрогруппу — пара-положение). Все описываемые соединения представляют собой белые кристаллические вещества, нерастворимые в воде, петролейном эфире; растворимы они при нагревании в бензоле, этиловом и изопропиловом спиртах, ацетоне, четыреххлористом углероде. Большинство из них растворяются без нагревания в хлороформе.

Ацилирование указанных барбитуратов проводилось хлорангидридами орто-бром-, пара-бром- и пара-нитро- бензойных кислот в присутствии пиридина.

Интересно отметить, что при ацилировании барбитуратов хлорангидридами бензойной [2] и парахлорбензойной кислот [3], наряду с моноацилпроизводными получают-ся (до 15%) диацилпроизводные. При ацилировании в тех же условиях хлорангидридами орто-бром-, пара-бром- и пара-нитро-бензойных кислот, также как и при ацилировании хлорангидридами орто-, мета-нитро-бензойных кислот [3], диацилпроизводные почти не образуются. Данные по анализу УФ- и ИК-спектрам полученных соединений приведены в табл. 1.

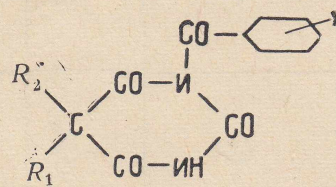


Рис. 1

Экспериментальная часть

0,1 моля барбитурата, 0,1 моля хлорангидрида, 0,1 моля пиридина помещают в трехгорлую колбу с обратным холодильником и мешалкой, нагревают на масляной бане при температуре 125-135°C в течение 2-6 час. Затем реакционную массу растворяют при нагревании в 40-50 мл бензола. Выпавший после охлаждения осадок высушивают, промывают

Таблица 1

Наименование	R_1	R_2	x	t плавления, °C	Выход очищенный, %	Растворитель перекристаллиз.	Анализ на азот		λ_{\max} $m\mu$	Частоты валентных колебаний	
							Вычисл., %	Найдено, %		CO	NH
1. 5,5-диэтил-1/3/-парабромбензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	C_2H_5	Br	138—140	18	петролейный эфир: бензол 3:2	7,62	7,24	266	1700- 1710, 1730, 1770,	3050 3140
2. 5,5-диэтил-1/3/-ортобром-бензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	C_2H_5	Br	134—136	32,7	четырёххлористый углерод	7,62	7,80	252	1667, 1698, 1720, 1759	3212
3. 5,5-фенилэтил-1/3/-парабром-бензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	C_6H_5	Br	200—202	13,2	дихлорэтан	6,70	7,28	265	1695, 1715, 1745, 1775	3068 3220
4. 5,5-фенилэтил-1/3/-ортобром-бензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	C_6H_5	Br	144—145	6,0	четырёххлористый углерод	6,70	6,70	252		
*5. 5,5-фенилэтил-1/3/-паранитробензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	C_6H_5	NO_2	162—164	26,5	хлороформ	11,04	11,54	264	1667, 1705, 1766	3095 3158
6. 5,5-этилизеоамил-1/3/-ортобром-бензоил-барбитуровая кислота	C_2H_5	изо- C_5H_{11}	Br	130—132	6	этиловый	6,84	7,00	252	1675, 1690, 1705, 1766	3058

* Получен [4] с т. пл. 161—162.

подкисленной водой, высушивают и перекристаллизовывают до постоянной температуры плавления. Растворители для перекристаллизации указаны в табл. 1. Вследствие трудности очистки соединения 2 и 4 (табл. 1) перед перекристаллизацией дважды пропускались в виде хлороформного раствора через колонку, наполненную окисью алюминия.

Выводы

Получено и передано для фармакологических испытаний шесть *N*-ацилпроизводных барбитуратов, содержащих в ацильном остатке бром (орто- и пара-положения) и нитро-группу (пара-положение).

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. П. Кулев, А. А. Шестерова. ЖОХ, 31, в. 4, 1378, 1961.
2. Л. П. Кулев, А. А. Шестерова. Труды первой научной конференции Томского отделения ВХО им. Д. И. Менделеева. Изд. ТГУ, Томск, 1969.
3. А. А. Шестерова, С. Д. Ярославцева, А. Г. Печенкин. Изв. ТПИ, т. 214.
4. Wojarski Iacek, Kahl Wladislaw, Roszn. chem., 1964, 38, № 10, 1493—1497.