

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)-N¹-ацилмочевины, либо диацилпроизводные оксиэтилмочевины, ацилирование проходило по окси- или по амидо-группе. Хлорирование проходит 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 1

Общая формула: $R_1C_2H_4NHCONHCO R_2$

R_1	R_2	Молярные соотношения исходных продуктов			Т. пл. °C	Выход %	Результаты анализа. %			
		оксиэтил мочевина	кисло- та	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 № 1176578, заявл. 5.03.65, опубл. 30.12.65. РЖХим, 1967, 1Н 68П.
 3. Н. С. Добычина, А. Г. Печенкин, Л. Г. Тигнибидина. Авт. свид. № 188957, заявл. 29.12.65, опубл. 17.11.66. Ж. «Изобретения, промышленные образцы, товарные знаки», 1967.
-