

СИНТЕЗ АРОМАТИЧЕСКИХ СУЛЬФАМИДНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ НА ОСНОВЕ 4-АМИНОЭТИЛОВОГО ЭФИРА БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

М.Н. Маркова, П.П. Пурыгин¹

Получены два сульфамидных производных на основе 4-аминоэтилового эфира бензойной кислоты, содержащих имидазольный и 1,2,4-триазольный остатки. Структура соединений определена методами ИК- и ЯМР-спектроскопии.

Введение

Из литературных данных [1] известно, что введение сульфогруппы в ароматическое ядро придает веществу кислотные свойства, увеличивает растворимость его в воде и понижает токсичность. Сульфокислоты как таковые не являются фармацевтическими препаратами, но азолиды ароматических сульфокислот обладают широким спектром биологической активности. Так например, 1,2,4-триазаolid 4'-метоксибензолсульфокислоты проявляет гипогликемическую активность, а 1,2,4-триазаolid 4'-хлорбензолсульфокислоты обладает способностью угнетать центральную нервную систему [2]. Бензолсульфокислота образует ряд производных, которые дают весьма ценные лекарственные препараты. На основании этого нами были получены соединения общей формулой:

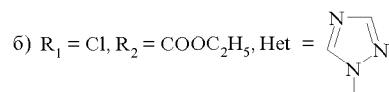
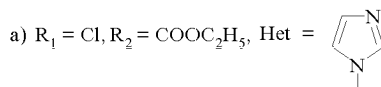
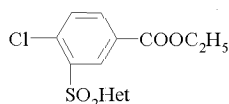


Схема 1.

¹ Маркова Марина Николаевна, Пурыгин Петр Петрович, кафедра органической химии Самарского государственного университета

Целевые продукты получали по методике [3]. Силилировали азотсодержащие гетероциклы по схеме:

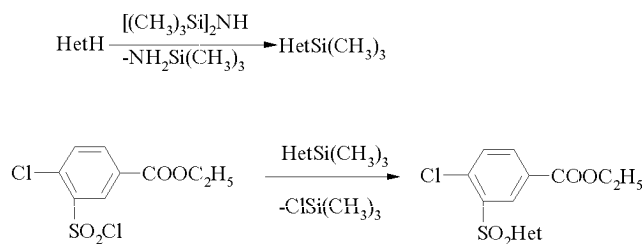


Схема 2.

1. Экспериментальная часть

Чистоту полученных соединений контролировали методом тонкослойной хроматографии. ИК спектры соединений сняты на спектрофотометре "ИКС-29 ЛОМО" (Россия) в таблетках КВг. Спектры ЯМР растворов веществ в бензоле для I а-б записаны на спектрометре Bruker WP-270 SY (270,12 МГц для ядер ^1H).

3-Сульфоно(1,2,4-триазилил-1)-4-хлорэтилбензоат. 0.05 г ($2 \cdot 10^{-4}$ моль) этилового эфира 3-хлоросульфонил-4-хлорбензойной кислоты растворили в 2 мл бензола. В реакционную смесь быстро добавили 0.1 мл N-триметилсилил-1,2,4- триазола. Реакционную смесь нагревали в течение 3 ч. Полученный раствор упарили на ротормном испарителе. Кристаллическое вещество белого цвета, без запаха, Тпл 112°C . ИК-спектр(ν , см^{-1}) $3300\text{--}2700\text{ см}^{-1}$ соответствует валентным колебаниям ассоциированных N-H-связей и накладываются на валентные колебания C=C-связей в ароматических системах. 1440 и 1310 см^{-1} валентные ассиметричные колебания и валентные симметричные колебания S=O-связей в сульфамидах. Спектр ПМР(δ , м. д.): 0,93; 0,97; 1,01 т (CH_3); 4,00; 4,03 к (CH_2); 6,59; 6,64 д (1H^2); 7,61; 7,65; 7,66; 7,69; 7,70 п (H^5 , H^6); 8,53 с (H^3); 9,09 ; 9,10 д (H^4).

3-Сульфоно(имидазолил-1)-4-хлорэтилбензоат. 0.05 г ($2 \cdot 10^{-4}$ моль) этилового эфира 3-хлоросульфонил-4-хлорбензойной кислоты растворили в 2 мл диэтилового эфира. Быстро внесли в реакционную среду 0.1 мл N-триметилсилилимидазола. Реакционную смесь нагревали в течение 2 ч. Полученный раствор упарили на ротормном испарителе и оставили на сутки. Выпавшие кристаллы продукта имеют белый цвет. Выход 75 %. Тпл $66,5\text{--}67^\circ\text{C}$. ИК- спектр(ν , см^{-1}): валентные колебания ассоциированных N-H связей $3300\text{--}2700\text{ см}^{-1}$ накладываются на валентные колебания C=C-связей в ароматических системах. 1440 и 1310 см^{-1} валентные ассиметричные колебания S=O-связей в сульфамидах. Спектр ПМР(δ , м. д.): 1,01; 1,05; 1,11 т (3H , CH_3); 4,06; 4,09; 4,12; 4,15 к (2H , CH_2); 6,86; 6,87 д (H^2); 6,880; 6,888; 6,89; 6,90 д.д (H^5 , H^6); 8,84; 8,85 д (H^2).

Литература

- [1] Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия. .М.:Медицина, Т.1, с.294.
- [2] Пат.3293259 (1965) США// Б. И. 1966. РЖ Химия. 1968. 14Н382.
- [3] Birkofer L., Gilgenberg W., Ritter A.// Angew. Chem. 1961. Bd 73. S.143.

THE SYNTHESIS OF SULFAMIDE DERIVATISES ON THE BASIS OF ETHYL ESTERS 4-AMINOBENZOIC ACIDM. Markova, P. Purygin²

The synthesis of sulfamide derivatives on the basis of ethyl esters 4-aminobenzoic acid. It has been synthesised 3-sulfo-(1,2,4- triazolyl-1)-4-chloroethylbenzoate and 3-sulfo-(imidazolyl-1)-4-chloroethylbenzoate. The structure of the synthesised compounds was confirmed by methods of IR and NMR spectroscopy.

²Marina Markovna, Pyotr Purygin, chair of organic chemistry, Samara state university.