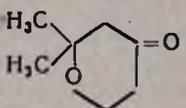
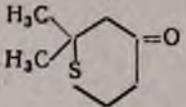
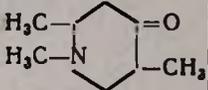


Экспериментальная часть

1,2,5-Триметил-4-этилиденпиперидин (III). К 0,2 моля (74,25 г) тщательно высушенного и измельченного трифенилэтилфосфонийбромида в 100 мл абсолютного эфира в атмосфере азота прикапывают заранее приготовленный эфирный раствор фениллития [из 0,2 моля (31,4 г) бромбензола и 0,41 г-ат (2,8 г) лития]. При этом происходит исчезновение соли фосфония и образование окрашенного в красный цвет раствора, свидетельствующее об образовании ильида. Затем к полученному раствору прикапывают 0,2 моля (28,2 г) 1,2,5-триметилпиперидона-4 [6]. При этом температура смеси постепенно поднимается до 35° и немед-

Исходные соединения		Кол-во взятого кетона, г (моли)	Выход, %	Молекулярная формула	Т. кип., °С/мм
Кетон	Ильид				
	$(C_6H_5)_3P=CH-CH_3$	25,6 (0,2)	74,6	$C_9H_{16}O$	161—162/760
	• •	21,6 (0,15)	77,8	$C_9H_{15}S$	164—166/7
	• •	28,2 (0,2)	73,2	$C_{10}H_{19}N$	164—165/9

ленно образуется белый осадок бетаина фосфония, разложение которого происходит медленно. Реакционную смесь перемешивают 5 суток при комнатной температуре, в атмосфере азота. Затем эфирный раствор отделяют от окиси трифенилфосфина, осадок 2 раза промывают эфиром, эфирные экстракты соединяют, 2 раза промывают водой, сушат сульфатом магния. После удаления эфира остаток перегоняют в вакууме. Получают 22,4 г (73,2%) 1,2,5-триметил-4-этилиденпиперидина (III).

Реакция с другими кетонами проводилась аналогично вышеописанной.

Константы полученных соединений и условия реакции приведены в таблице. Исходные гетероциклические соединения: 2,2-диметилтетрагидропиперан-4-он и 2,2-диметилтетрагидротиопиран-4-он получены известными способами по [7] и [8], соответственно.

2,2-Диметил-4-этил-4-хлортетрагидропиперан (IV). К смеси 6 г пирана I и 20 мл сухого эфира в присутствии нескольких кристаллов свежерасплавленного хлористого цинка при перемешивании подают сухой хлористый водород в течение 8 часов при 30°. Эфирный раствор 2 раза

промывают ледяной водой и сушат сульфатом магния. После удаления эфира остаток перегоняют в вакууме. Выход 6,1 г (81,3%); т. кип. 65—7°/8 мм; n_D^{20} 1,4680; d_4^{20} 0,9670; MR_D 47,80, вычислено 47,87. Найдено %: С 61,50; Н 9,50; Cl 20,18. C_6H_7ClO . Вычислено %: С 61,18; Н 9,69; Cl 20,06.

Гидролиз 2,2-диметил-4-этил-4-хлортетрагидропирана (IV). Смесь 2,6 г хлорида IV и 20 мл 15%-ного раствора карбоната калия кипятят при 95° 10 часов, экстрагируют эфиром, сушат сульфатом магния. После удаления эфира остаток перегоняют в вакууме; выход 1,3 г (57,5%); т. кип. 70—2°/3 мм; n_D^{20} 1,4620, что совпадает с литературными данными [5].

Таблица

n_D^{20}	d_4^{20}	MR_D		А н а л и з, %									
		найдено	вычислено	С		Н		N		S			
				найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено		
1,4705	0,9190	42,60	42,75	76,93	77,08	12,0	11,50						
1,5100	0,9502	48,87	49,00	69,60	69,61	10,03	9,73					20,35	20,65
1,4735	0,8640	49,82	49,65	78,11	78,43	12,09	12,42	8,95	9,15				

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. G. Wittig, G. Geissler, Lieb. Ann., 580, 44 (1953).
2. J. Dodonow, H. Medox, Ber., 61, 907 (1928).
3. G. Wittig, D. Wittenberg, Lieb. Ann., 606, 1 (1957).
4. Бейганд-Хильгетаг, Методы эксперимента в органической химии, Изд. «Химия», Москва, 1969, стр. 638.
5. И. Н. Назаров, И. В. Торгов, ЖОХ, 19, 1766 (1949).
6. И. Н. Назаров, В. А. Руденко, Изв. АН СССР, ОХН 1948, 610.
7. И. Н. Назаров, И. В. Торгов, Л. Н. Терехова, Изв. АН СССР, ОХН, 1943, 50.
8. И. Н. Назаров, А. И. Кузнецова, Изв. АН СССР, ОХН, 1948, 118.