

3. Enkelmann V., Lieser G., Monkenbusch M., Müller W., Wegner G. — *Mol Cryst. Liq. Cryst.*, 1981, vol. 77, p. 111.
4. James C. W., Chien, Frank E., Karasz, Michael A., Schen J. A. Hirsch — *Makromolecules*, 1983, vol. 18, p. 1694.
5. Цветков В. И., Эским Б. Е., Френкель С. Я. — Структура макромолекул в растворах. М., Наука, 1984, с. 299.
6. Матнишян А. А., Кобрянский В. М. — *Арм. хим. ж.*, 1984, т. 37, № 7, с. 465.

Армянский химический журнал, т. 40, № 6, стр. 391—392 (1987 г.)

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.514+547.592.12

СИНТЕЗ 1,1-ДИАЦЕТИЛАМИНОЦИКЛОАЛКАНОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ АЦЕТОНИТРИЛА С ЦИКЛИЧЕСКИМИ КЕТОНАМИ

Р. С. ВАРТАНЯН, В. О. МАРТИРОСЯН, К. Р. КОЛОЗЯН

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна
АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 17 III 1987

Известно, что в условиях реакции Риттера кетоны, способные подвергаться альдольной конденсации, образуют с нитрилами β-ациламинокетоны [1].

Нами установлено, что при взаимодействии циклопентанона и циклогексанона с избытком ацетонитрила в присутствии концентрированной серной кислоты при 50—60° образуются соответствующие 1,1-диацетиламиноциклоалканы, не описанные в литературе.

Экспериментальная часть

ИК спектр снят на приборе UR-20, ПМР спектр—на «Varian T-60» с использованием в качестве внутреннего стандарта ТМС.

1,1-Диацетиламиноциклопентан (I). К смеси 8,4 г (0,1 моля) циклопентанона, 10,2 г (0,25 моля) ацетонитрила при перемешивании прибавляют по каплям 10 мл конц. серной кислоты так, чтобы температура не превышала 60°. Перемешивание продолжают 16 ч при комнатной температуре. Реакционную смесь выливают на 40 г льда, нейтрализуют поташом, подщелачивают 15% раствором едкого кали, экстрагируют хлороформом, промывают водой и сушат сульфатом магния. После отгонки растворителя получают 14,8 г (80%) соединения I в виде белых кристаллов с т. пл. 217—219°, R_f 0,61 (хлороформ-метанол, 5:1): Найдено %: С 58,60; Н 8,61; N 15,10. $C_9H_{16}N_2O_2$. Вычислено %: С 58,69; Н 8,69; N 15,21. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1670 и 1682 (C=O), 3280 и 3310 (NH). Спектр ПМР (в CCl_4), δ , м. д.: 8,00 с (2NH), 2,26 м (2- CH_2 -5- CH_2), 2,00 с (2CO- CH_2), 1,68 м (3- CH_2 , 4- CH_2).

1,1-Диацетиламиноциклогексан (II). Аналогично из 9,8 г (0,1 моля) циклогексанона, 10,2 г (0,25 моля) ацетонитрила и 10 мл конц. серной кислоты получают 15,7 г (79) II в виде белых кристаллов с т. пл. 238—240°, R, 0,58 (хлороформ-метанол. 5:1). Найдено %: С 60,20; Н 9,00; N 14,02. C₁₀H₁₈N₂O₂. Вычислено %: С 60,60; Н 9,09; N 14,14. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1670 и 1682 (C=), 3280 и 3310 (NH). Спектр ПМР (в CCl₄), δ , м. д.: 7,80 с (2NH), 2,20 м (2-CH₂, 6-CH₂), 2,00 с (2CO-CH₃), 1,60 м (2,4,5-CH₂).

ЛИТЕРАТУРА

1. Хорин А. Я., Чижиков О. С., Кочетков Н. К. — ЖОХ, 1959, т. 29, с. 3411. № 10, с. 3411.

Армянский химический журнал, т. 40, № 6, стр. 391—392 (1987 г.)

УДК 547.822

К СПОСОБУ ПОЛУЧЕНИЯ 1-(2'-ФЕНЭТИЛ)- 2-МЕТИЛ-4-ПИПЕРИДОНА

Р. С. ВАРТАНЯН, В. О. МАРТИРОСЯН и К. Р. КОЛОЗЯН

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миндзояна
АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 17 III 1987

Известно, что 1-(2'-фенэтил)-4-пиперидоны широко используются в качестве исходных соединений для получения новых синтетических обезболивающих веществ класса 4-анилинопиперидинов [1].

В связи с этим нами разработан и осуществлен новый способ получения 1-(2'-фенэтил)-2-метил-4-пиперидона. Ранее известный метод заключается в реакции циклизации по методу Дикмана [2].

Известный способ имеет ряд недостатков: невысокий общий выход, огнеопасность процесса, токсичность этилакрилата, длительность процесса (более 50 дней).

В предлагаемом способе получения 1-(2'-фенэтил)-2-метил-4-пиперидона в качестве исходного соединения использован метилвинилэтилкарбинол, известным методом [3] превращенный в смесь β -метилдивинилкетона и его метоксипроизводных, взаимодействие которых с β -фенэтиламиноом приводит к искомому пиперидону с высоким выходом.

Экспериментальная часть

ИК спектр снят на приборе UR-20, ПМР спектр — на «Varian T-60» с использованием в качестве внутреннего стандарта ТМС.

1-(2'-Фенэтил)-2-метил-4-пиперидон. Смесь 100 г β -метилдивинилкетона и его метоксипроизводных, 60,5 г (0,5 моля) фенэтиламина и 40 мл воды оставляют при комнатной температуре 2 дня, после чего добавляют 300 мл этанола и кипятят с обратным холодильником 5 ч. После отгонки растворителя добавляют конц. соляную кислоту до