

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.724.3

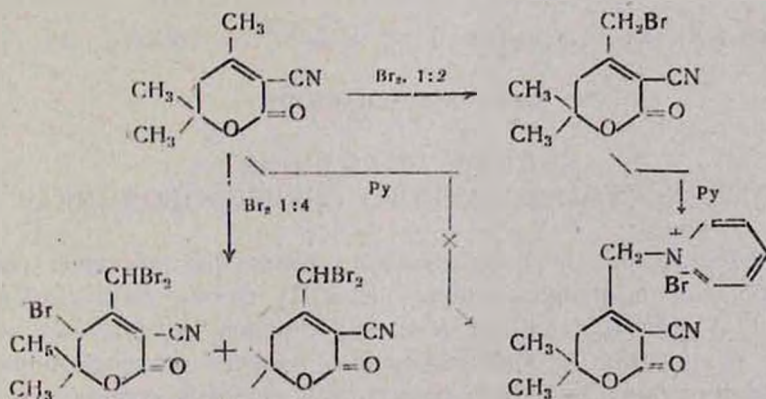
ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ НЕНАСЫЩЕННЫХ ЛАКТОНОВ.
ИЗУЧЕНИЕ РЕАКЦИИ КИНГА
ДЛЯ 3-ЦИАН-4-МЕТИЛПИРОНА-2

А. А. АВЕТИСЯН, Р. И. ГЕЗАЛЯН и Г. С. МЕЛИКЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 2 VII 1991

Ранее было найдено, что бромирование 3-циан- и 3-карбэтокси-4,5,5-триметил- Δ^3 -бутенолидов в зависимости от условий реакции приводит к 4-бромметил- или 4-дибромметил-5,5-диметил- Δ^3 -бутенолидам [1, 2]. При бромировании их 6-членного структурного аналога—3-циан-4,6,6-триметилпирона-2 [3] 2-кратным избытком молекулярного брома в растворе хлороформа при 75° в течение 4 ч, в присутствии перекиси бензоила выделен продукт монобромирования при С-4—3-циан-4-бромметил-6,6-диметилпирон-2. При проведении указанной реакции в аналогичных условиях при 4-кратном избытке брома нами выделена трудноразделимая смесь 3-циан-4-дибромметил-6,6-диметилпирона-2 и 3-циан-4-дибромметил-5-бром-6,6-диметилпирона-2. Продукты реакции Кинга на примере γ -лактонов привели к соединениям с антибактериальной активностью. Указанная реакция Кинга не имела место для 3-циан-4,6,6-триметилпирона-2. Необходимый бромид 3-циан-4-пиридилиумметил-6,6-диметилпирона-2 был получен нами нагреванием 3-циан-4-бромметил-6,6-диметилпирона-2 с пиридином в растворе спирта при 70° в течение 20 ч.



Строение полученных соединений доказано данными элементного анализа, ИК и ПМР спектров.

ИК спектры сняты на спектрофотометре «UR-20» в вазелиновом масле, ПМР—на «Tesla BS-497» 100 МГц, внутренний стандарт—ГМДС.

3-Циан-4-бромметил-6,6-диметилпирон-2. 1,65 г (0,01 моля) 3-циан-4,6,6-триметилпирона-2, 0,001 г перекиси бензоила, 1,32 г (0,02 моля) молекулярного брома в 20 мл безводного четыреххлористого углерода нагревали при 70—75° до прекращения выделения бромоводорода (4 ч). После удаления растворителя остаток перекристаллизовывали из этанола. Получили 1,7 г (70%) вещества, т. пл. 162—163°. ИК спектр, ν , см⁻¹: 2250 (C≡N), 1760 (C=O), 1640 (C=C). ПМР спектр, δ , м. д.: 1,46 с (6H, 2CH₃), 2,83 с (2H, CH₂), 4,33 с (2H, CH₂Br). Найдено, %: С 44,51; Н 4,20; N 5,44; Br 33,06. C₉H₁₀NO₂Br. Вычислено, %: С 44,28; Н 4,14; N 5,74; Br 32,74.

Бромид 3-циан-4-пиридиனுиметил-6,6-диметилпирона-2. 2,44 г (0,01 моля) 3-циан-4-бромметил-6,6-диметилпирона-2, 10 мл безводного пиридина и 60 мл безводного этанола кипятили 20 ч. После отгонки растворителей остаток перекристаллизовывали из воды. Получили 1,68 г (52%) вещества, т. пл. 124—125°. ИК спектр, ν , см⁻¹: 2240 (C≡N), 1755 (C=O), 1645 (C=C), 1590 (C₅H₅). Найдено, %: С 51,89; Н 4,91; N 9,02; Br 24,55. C₁₄H₁₅N₂O₂Br. Вычислено, %: С 52,02; Н 4,69; N 8,67; Br 24,72.

ЛИТЕРАТУРА

1. Аветисян А. А., Овсепян В. В., Токмаджян Г. Г.—ХГС, 1984, № 6, с. 740.
2. Аветисян А. А., Ахназарян А. А., Меликян Г. С.—Арм. хим. ж., 1991, т. 44, № 4, с. 257.
3. Аветисян А. А., Каграманян А. А., Меликян Г. С.—Арм. хим. ж., 1989, т. №2, № 11, с. 708.

Армянский химический журнал, т. 44, № 9—10, стр. 578—579 (1991 г.)

ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СВЕРХПРОВОДНИКА

Исследована возможность синтеза различных составов высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) систем Bi-Sr-Ca-Cu-O и Y-Ba-Cu-O [1] исходя из гомогенных растворов, содержащих металлические компоненты, стабилизированные за счет комплексообразования с органическим амином в присутствии добавок специального поверхностно-активного вещества (ПАВ). У₂O₃ и CuO или Bi₂O₃ и CuO растворяли в азотной кислоте, добавляли 33% водный раствор диметиламина для осаждения соответствующей смеси гидроксидов металлов в виде мелкодисперсных порошков. BaCO₃, CaCO₃, SrCO₃ растворяли в водном растворе уксусной кислоты, при этом указан-