СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1168554 A

(51) 4 C 07 D 211/42, 211/60

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

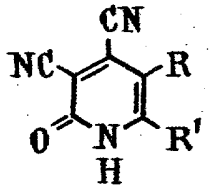
13 ТЕ... 13 БИБЛИО...

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

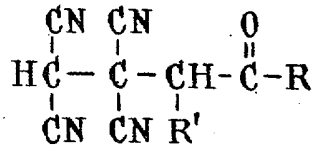
(21) 3674649/23-04
(22) 20.12.83
(46) 23.07.85. Бюл. № 27
(72) О.Е. Насакин, Е.Г. Николаев, Л.С. Шевницын, П.Б. Терентьев, А.Х. Булай, В.Д. Шелудяков, А.Н. Поливанов и С.Д. Данилов
(71) Чувашский государственный университет им. И.Н. Ульянова
(53) 547.824.02 (088.8)
(56) Dickinson C.L. Cyanocarbon chemistry XV. A new synthesis of 3,4-diciano-2(IH)-piridones. - "Journal of Amer. Chem. Soc.", 1960, v. 82, № 16, p. 4367-4369.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 5,6-ЗАМЕЩЕННЫХ 3,4-ДИЦИАНО-2(IH)-ПИРИДОНОВ общей формулы



где R - метил;
R' - водород, метил, пропил, амил или совместно R и R' - циклогексил,

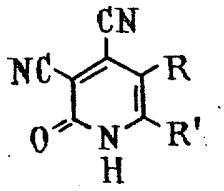
из тетрацианокетонов общей формулы



где R и R' имеют указанные значения, с использованием органического растворителя и воды, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью повышения выхода целевых соединений, упрощения процесса и расширения ассортимента целевых продуктов, тетрацианокетон формулы II обрабатывают смесью ацетона и воды в присутствии катализатора пировиноградной кислоты при 20-25°С и процесс проводят 1-3 ч.

(19) SU (11) 1168554 A

Изобретение относится к способу получения 5,6-замещенных 3,4-дициано-2(1H)-пиридонов общей формулы



где R - метил;

R' - водород, метил, пропил, амил или совместно R и R' - циклогексил, которые находят применение в качестве полупродукта в органическом синтезе и флюоресцирующих соединений.

Цель изобретения - повышение выхода целевых соединений, упрощение процесса и расширение ассортимента целевых продуктов.

Пример 1. 3,4-дициано-6-метил-2(1H)-пиридон .

Реакционную массу, состоящую из 9,3 г (0,05 М) 4,4,5,5-тетрацианопентанона-2, 4,4 г (0,05 М) пировиноградной кислоты, 20 мл воды и 10 мл ацетона, перемешивают при комнатной температуре в течение 2,5 ч. Выпавшее вещество отфильтровывают, из фильтрата отгоняют ацетон, к остатку добавляют 5%-ный раствор Na_2CO_3 до нейтральной реакции, выпавшее вещество отфильтровывают, осадки объединяют и перекристаллизовывают из этанола. Получают 6,1 г продукта (77%).

Найдено, %: C 60,5; H 3,2; N 26,2, $C_8H_5N_3O$

Вычислено, %: C 60,4; H 3,1; N 26,4.

Т.пл. 241-242°C (известная т.пл. 241-242°C).

Пример 2. В аналогичных условиях из 9,3 г (0,05 М) 4,4,5,5-тетрацианопентанона-2, 4,4 г (0,05 М) пировиноградной кислоты за 45 мин кристаллический продукт не образуется.

Пример 3. Аналогично примеру 1 из тех же реагентов за 4 ч получают 6,1 г продукта.

Пример 4. 3,4-Дициано-5,6-диметил-2(1H)-пиридон.

Аналогично примеру 1 из 10 г (0,05 М) 4,4,5,5-тетрациано-3-метилпентанона-2 за 1 ч получают 6,6 г (76%) продукта.

Найдено, %: C 62,6; H 4,2; N 24,0 $C_9H_7N_3O$

Вычислено, %: C 62,4; H 4,0; N 24,3.

Т. пл. 265-267°C.

Пример 5. 3,4-Дициано-6-метил-5-пропил-2(1H)-пиридон.

Аналогично примеру 1 из 11,4 г (0,05 моль) 4,4,5,5-тетрацианo-3-пропилпентанона-2 за 2 ч получают 7,1 г (71%) продукта с т.пл. 238-239°C.

Найдено, %: C 65,8; H 5,6; N 20,7 $C_{11}H_{11}N_3O$

Вычислено, %: C 65,7; H 5,5; N 20,9.

Пример 6. 3,4-Дициано-6-метил-5-амил-2(1H)-пиридон.

Аналогично примеру 1 из 12,8 г (0,05 М) 4,4,5,5-тетрациано-3-амилпентанона-2 за 2,5 ч получают 9,8 г (86%) продукта с т. пл. 192-194°C.

Найдено, %: C 68,3; H 6,7; N 18,3 $C_{13}H_{15}N_3O$

Вычислено, %: C 68,1; H 6,55; N 18,3.

Пример 7. 3,4-Дициано-5,6,7,8-тетрагидро-2(1H)-хинолон.

Аналогично примеру 1 из 11,3 г (0,05 М) 2(1',1',2',2'-тетрацианоэтил)-циклогексанона за 2,5 ч получают 5,7 г (57%) продукта.

Найдено, %: C 66,4; H 4,7; N 21,0 $C_{11}H_9N_3O$

Вычислено, %: C 66,3; H 4,5; N 21,1.

Т. пл. 266-267°C (известная т.пл. 259-261°C).

Таким образом, предлагаемый способ позволяет повысить выход целевых соединений до 57-86% и упростить способ их получения за счет проведения процесса в одну стадию при комнатной температуре.