

УДК 542.957.1+546.814

ХИМИЯ

Л. С. МЕЛЬНИЧЕНКО, Н. Н. ЗЕМЛЯНСКИЙ, Н. Д. КОЛОСОВА,  
академик К. А. КОЧЕШКОВ

### РЕАКЦИЯ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ РАДИКАЛОВ В РЯДУ АЦИЛЬНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ОЛОВА

В то время как реакция между соединениями класса  $R_4Sn$  и галоидными солями олова изучена достаточно подробно <sup>(1)</sup>, какие-либо данные для ацильных производных олова в литературе отсутствуют.

Мы нашли, что (дихлор)диацетат олова реагирует с тетраалкилоловом согласно следующему уравнению:

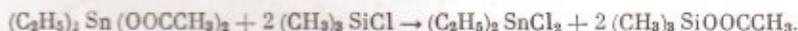


Реакция проходит при 175—180° в течение 2 час. с выходом 80—85%. При нагревании до 200—210° тетраэтилолова с тетраацетатом олова в течение 10 час. образуется диацетат диэтилолова:



Специальными опытами было показано, что (дихлор)диацетат и тетраацетат олова устойчивы в условиях проведения эксперимента.

С целью дополнительной идентификации диацетат диэтилолова был превращен в соответствующий дихлорид:



Тетрабутилолово \* реагирует с тетраацетатом олова в тех же условиях, что и тетраэтилолово. Анализ продукта методом газо-жидкостной хроматографии показывает, что образующийся диацетат дибутилолова содержит примесь исходного тетрабутилолова. Вследствие близких температур кипения этих веществ разделить их перегонкой в вакууме не удастся. Поэтому диацетат дибутилолова очищался через стадию получения соответствующей окиси.

#### Экспериментальная часть

Синтез и очистку веществ проводят в атмосфере сухого азота или аргона.

Получение (хлор)ацетата диэтилолова. Эквимолекулярные количества тетраэтилолова и (дихлор)диацетата олова нагревали при температуре бани 175—180° в течение 2 час. Продукт реакции кристаллизовали из уксусного ангидрида. Получали 85,9% (хлор)ацетата диэтилолова с т. пл. 94°, что соответствует литературным данным <sup>(1)</sup>.

Найдено %: Cl 13,24; Sn 43,51

$C_8H_{18}O_2ClSn$ . Вычислено %: Cl 13,09; Sn 43,77

Получение (хлор)ацетата дибутилолова. Вещество получено аналогично предыдущему. Выход 83,2%, т. пл. 60—61°. Литературные данные <sup>(1)</sup>: т. пл. 60—61°. Смешанная проба с (хлор)ацетатом дибутилолова, полученным независимым путем <sup>(1)</sup>, без депрессии. Анализ вещества соответствует формуле  $C_{10}H_{21}O_2ClSn$ .

\* Везде  $n-C_4H_9$ .

Получение диацетата диэтилолова. Эквимолекулярные количества тетраацетата олова и тетраэтилолова нагревали при  $210^{\circ}$  и перемешивании в течение 10 час. и смесь перегоняли в вакууме. Получали 71,0% диацетата диэтилолова с т. кип.  $90-91^{\circ}/1$  мм, т. пл.  $44-45^{\circ}$  (в запаянном капилляре), что соответствует литературным данным (<sup>1</sup>).

К диацетату диэтилолова прибавляли небольшой избыток свежеперегнанного триметилхлорсилана. Летучие вещества отгоняли в вакууме (5 мм рт. ст.) при обычной температуре. В остатке получали двухлористое диэтилово (выход количественный) с т. пл.  $84^{\circ}$ . Смешанная проба без депрессии. Чистота вещества подтверждена газо-хроматографическим анализом.

Получение диацетата дибутилолова. Синтез вещества проводили в описанных выше условиях. Продукт реакции перегоняли в вакууме. Получали 73,4% вещества с т. кип.  $114-115^{\circ}/1$  мм. По данным газо-хроматографического анализа оно представляло собой диацетат дибутилолова с небольшой примесью тетрабутилолова. Последовательной обработкой продукта щелочью и уксусным ангидридом получали чистый диацетат дибутилолова, константы которого соответствуют литературным данным (<sup>1</sup>). Выход 56,3%.

Физико-химический институт  
им. Л. Я. Карпова  
Москва

Поступило  
26 II 1971

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

<sup>1</sup> К. А. Кочешков, Н. Н. Землянский и др., Методы элементоорганической химии. Германий, олово, свинец, «Наука», 1968.