

УДК 542.957.1+546.814

ХИМИЯ

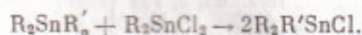
Л. С. МЕЛЬНИЧЕНКО, Н. Н. ЗЕМЛЯНСКИЙ, Н. Д. КОЛОСОВА,  
И. В. КАРАНДИ, академик К. А. КОЧЕШКОВ

### РЕАКЦИЯ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ РАДИКАЛОВ В РЯДУ НЕСИММЕТРИЧЕСКИХ ОЛОВООРГАНИЧЕСКИХ МОНОГАЛОГЕНИДОВ

Реакция перераспределения радикалов в ряду несимметрических оловоорганических моногалогенидов в литературе почти не описана. Согласно краткому сообщению<sup>(1)</sup>, при нагревании до 200° в запаянной ампуле диметилди(перфторфенил)олова с двуххлористым диметиловым образуется хлористое диметил(перфторфенил)олово. Авторы не приводят констант, данных анализа и выхода полученного соединения.

Кувила с сотрудниками<sup>(2)</sup> взаимодействием треххлористого бутилолова\* или двуххлористого метилбутилолова с тетраметилоловом получили с хорошим выходом хлористое диметилбутилолово. Однако это вещество образуется в смеси с хлористым триметилоловом.

Мы нашли, что соединения типа  $R_2R'SnCl$  и  $R_2(C_6H_5)_2SnCl$  образуются с хорошим выходом по реакции:



К хлоридам алкилди(фенилолова) приводит следующее сочетание компонентов:



При перегонке в вакууме возможно диспропорционирование хлоридов алкилфенилолова, что не позволяет получить их в достаточно чистом виде<sup>(3)</sup>. Целесообразнее, несмотря на некоторое снижение выхода конечного продукта, последовательной обработкой смеси щелочью и затем уксусной кислотой превратить хлориды алкилфенилолова в соответствующие ацетаты (выход на перекристаллизованный продукт 60—75%). Последние при действии на них триметилхлорсилана количественно превращаются в хлориды алкилфенилолова.

#### Экспериментальная часть

Получение хлористого метилдибутилолова. Эквимолекулярные количества диметилдибутилолова и двуххлористого дибутилолова нагревали при 75—80° в течение 3 час. и затем 3 часа при 140° (под конец температуру повышали до 200°). Продукт реакции перегоняли в вакууме. Получали 86,7% хлористого метилдибутилолова (т. кип. 87—88°/1 мм,  $n_D^{20}$  1,4952,  $d_4^{20}$  1,293).

Найдено %: С 38,50; Н 7,49; Cl 12,71; Sn 42,03  
C<sub>8</sub>H<sub>21</sub>ClSn. Вычислено %: С 38,14; Н 7,42; Cl 12,53; Sn 41,92

Степень чистоты вещества подтверждена газо-хроматографическим анализом.

Получение хлористого диэтилфенилолова. Эквимолекулярные количества двуххлористого диэтилолова и диэтилди(фенилолова)

\* Везде  $n-C_4H_9$ .

нагревали при  $210^{\circ}$  в течение 3 час. Продукт реакции растворяли в эфире и дважды обрабатывали 33% раствором едкого кали (рассчитанное количество, а затем — половина). Из органического слоя после обработки наибольшим избытком уксусной кислоты выделяли 60,3% ацетата диэтилфенилолова, т. пл.  $92-93^{\circ}$ , что соответствует литературным данным<sup>(3)</sup>. Результаты элементарного анализа вещества отвечают формуле  $C_{12}H_{18}O_2Sn$ . К полученному ацетату диэтилфенилолова приливали при обычной температуре свежеперегнанный триметилхлорсилан (50% избытка), и смесь выдерживали в вакууме до постоянного веса. При этом образовывалось хлористое диэтилфенилолово с  $n_D^{20}$  1,5655,  $d_4^{20}$  1,437. Данные элементарного анализа соответствуют формуле  $C_{16}H_{18}ClSn$ .

Получение хлористого этилдифенилолова. Этилтрифенилолово (2 мол.) и треххлористое этилолово (1 мол.) нагревали при  $120^{\circ}$  в течение 30 мин., затем 4 часа при  $210^{\circ}$  и 3 часа при  $150^{\circ}$ . Продукт реакции обрабатывали как описано в предыдущем опыте. Выход ацетата этилдифенилолова 77,3%, т. пл.  $123-124^{\circ}$  (лит. данные<sup>(4)</sup>: т. пл.  $123-125^{\circ}$ ). Элементарный анализ вещества отвечает формуле  $C_{18}H_{18}O_2Sn$ . Хлористое этилдифенилолово — бесцветная жидкость с  $n_D^{20}$  1,6000,  $d_4^{20}$  1,4501. Данные элементарного анализа соответствуют формуле  $C_{14}H_{18}ClSn$ .

Получение хлористого бутилдифенилолова. Вещество получено аналогично предыдущему. Выход ацетата бутилдифенилолова 58,2%, т. пл.  $99-100^{\circ}$ , что согласуется с литературными данными<sup>(4)</sup>. Данные элементарного анализа отвечают формуле  $C_{18}H_{22}O_2Sn$ . Хлористое бутилдифенилолово — бесцветная жидкость с  $n_D^{20}$  1,5935,  $d_4^{20}$  1,374. Данные элементарного анализа соответствуют формуле  $C_{16}H_{18}ClSn$ .

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

Поступило  
26 II 1971

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> A. G. Massey, E. W. Randall, D. Shaw, Chem. and Ind., 1963, 1244. <sup>2</sup> H. G. Kuivila, R. Sommer, D. C. Green, J. Org. Chem., 33, 1119 (1968). <sup>3</sup> Р. Ингам, С. Розенберг и др., Оловоорганические и германийорганические соединения, ИЛ, 1962. <sup>4</sup> G. J. M. van der Kerk, A. Tempel, Pat. Germ. West 1919927, 1969; Chem. Abstr., 72, 43874S (1970).