

## СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ХЛОРИДА ТРИЦИМАНТРЕНИЛОЛОВА

**В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин**

*Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия*

Взаимодействием дихлорида дицимантренилолова или хлорида олова с цимантрениллитием в растворе тетрагидрофурана при  $-78\text{ }^\circ\text{C}$  синтезирован хлорид трицимантренилолова  $[(\text{CO})_3\text{MnC}_5\text{H}_4]_3\text{SnCl}$  (**1**) с выходом 92 и 96 % соответственно. Строение полученного соединения исследовано методами ИК спектроскопии и РСА. В ИК-спектре комплекса **1** наблюдаются характерные полосы поглощения, относящиеся к валентным колебаниям карбонильных групп при 1920 и 2016  $\text{cm}^{-1}$ . По данным рентгеноструктурного анализа, выполненного на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (MoK $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073\text{ \AA}$ , графитовый монохроматор) при 293 K, соединение **1** кристаллизуется в моноклинной кристаллической решетке и относится к пространственной группе  $P2_1/c$ . Параметры кристаллической ячейки составляют:  $a = 7,087(5)\text{ \AA}$ ,  $b = 17,841(15)\text{ \AA}$ ,  $c = 21,180(16)\text{ \AA}$ ,  $\alpha = \gamma = 90,00$ ,  $\beta = 95,91(3)$  град.,  $V = 2664(4)\text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $\rho_{(\text{выч.})} = 1,903\text{ г/см}^3$ ,  $F(000) = 1480,0$ , размер кристалла  $0,68 \times 0,55 \times 0,03$  мм; область сбора данных по  $\theta$   $5,78\text{--}55,14$  град., интервалы индексов отражений  $-9 \leq h \leq 9$ ,  $-23 \leq k \leq 23$ ,  $-27 \leq l \leq 27$ ; всего отражений 111198; независимых отражений 6108; переменных уточнения 343, GOOF 1,097;  $R_1 = 0,0312$ ;  $wR_2 = 0,0722$ ; остаточная электронная плотность  $0,52\text{--}0,63\text{ e/\AA}^3$ . Атомы олова в **1** имеют искаженную тетраэдрическую координацию: углы  $\text{CSnC}$   $104,68(10)^\circ\text{--}106,79(10)^\circ$ , связи  $\text{Sn-C}$  изменяются в интервале  $2,108(3)\text{--}2,116(4)\text{ \AA}$ , расстояние  $\text{Sn-Cl}$  составляет  $2,3503(16)\text{ \AA}$ . Структурная организация кристалла комплекса **1** обусловлена межмолекулярными связями  $\text{H}\cdots\text{O}$  ( $2,57, 2,59\text{ \AA}$ ),  $\text{C}\cdots\text{O}$  ( $3,157\text{ \AA}$ ) и  $\text{Sn}(1)\cdots\text{O}(9)$  ( $3,193\text{ \AA}$ ).

*Ключевые слова:* хлорид трицимантренилолова, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

### Введение

Известно, что органические соединения олова общей формулы  $\text{R}_4\text{Sn}$ ,  $\text{R}_2\text{SbX}_2$  и  $\text{R}_3\text{SbX}$  (X – электроотрицательный лиганд) являются эффективными стабилизаторами поливинилхлорида и катализаторами реакций OH-содержащих соединений с изоцианатами [1, 2]. Можно ожидать, что свойства оловоорганических производных при замене алкильных или арильных заместителей при атоме олова на цимантренильные группы не будут изменяться. Отметим, что цимантренильные соединения известны для широкого ряда элементов: Li [3], Hg [4], B [5, 6], Ni [7], Ge, Pb [8], Ag [9], Cu [10], Au [11], P [12], Ti [13], Sb [14, 15], однако подобные соединения четырехвалентного олова с цимантренильными радикалами представлены в литературе единичными примерами [16–19]. Так, например, из цимантренильных производных олова известны дихлорид дицимантренилолова  $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_2\text{SnCl}_2$  [16] и хлорид трицимантренилолова  $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{SnCl}$  [19], первое из которых синтезировали из дицимантренилртути и дихлорида олова, а второе – из цимантрениллития и хлорида олова(IV) с выходом 73 % [20].

В продолжение изучения методов синтеза цимантренильных производных олова в настоящей работе исследованы реакции цимантрениллития с хлоридом олова и дихлоридом дицимантренилолова.

### Экспериментальная часть

**Синтез хлорида трицимантренилолова  $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{SnCl}$  (**1**).** К охлажденному до температуры  $-78\text{ }^\circ\text{C}$  раствору 0,486 г (1,0 ммоль) дихлорида дицимантренилолова в 50 мл тетрагидрофурана по каплям прибавляли раствор 0,465 г (3,0 ммоль) цимантрениллития в 50 мл тетрагидрофурана, перемешивали при указанной температуре 1 ч, затем прибавляли 1 мл воды и нагревали реакционную смесь до комнатной температуры, удаляли растворитель. Остаток хроматографировали методом колоночной хроматографии ( $l = 30\text{ мм}$ ,  $d = 15\text{ мм}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Выделяли 0,551 г (92 %), слабо-желтые кристаллы, т. разл.  $140\text{ }^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ): 3132, 3113, 3090, 2016,

## Химия элементоорганических соединений

1920, 1402, 1364, 1312, 1200, 1157, 1065, 1042, 1030, 924, 874, 837, 669, 635, 617, 538, 420. Найдено, %: С 31,53, Н 1,62.  $C_{24}H_{12}O_9Mn_3SnCl$ . Вычислено, %: С 31,60, Н 1,57.

Соединение **1** также синтезировали по аналогичной методике из цимантрениллита и хлорида олова (4:1 мольн.).

ИК-спектры записывали на Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетках KBr. Рентгеноструктурный анализ кристалла комплекса **1** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (Mo  $K_{\alpha}$ -излучение,  $\lambda$  0,71073 Å, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [21]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [22] и OLEX2 [23]. Структура определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структуры **1** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1833579 (**1**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры

Параметр	Значение
Формула	$C_{24}H_{12}O_9Mn_3SnCl$
$M$	763,30
$T$ , К	293,15
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	$P2_1/c$
$a$ , Å	7,087(5)
$b$ , Å	17,841(15)
$c$ , Å	21,180(16)
$\alpha$ , °	90,00
$\beta$ , °	95,91(3)
$\gamma$ , °	90,00
$V$ , Å <sup>3</sup>	2664(4)
$Z$	4
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1,903
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	2,466
$F(000)$	1480,0
Размер кристалла (мм)	0,68 × 0,55 × 0,03
Область сбора данных по $\theta$ , град	5,78 – 55,14
Интервалы индексов отражений	$-9 \leq h \leq 9$ , $-23 \leq k \leq 23$ , $-27 \leq l \leq 27$
Измерено отражений	111198
Независимых отражений	6108
Переменных уточнения	343
GOOF	1,097
$R$ -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0312$ , $wR_2 = 0,0722$
$R$ -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0390$ , $wR_2 = 0,0763$
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å <sup>3</sup>	0,52/–0,63

Таблица 2

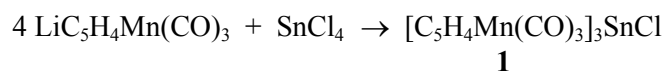
## Основные длины связей и валентные углы в структуре

Связь	Длина, Å	Угол	$\omega$ , град.
Sn(1)–Cl(1)	2,3503(16)	C(1)Sn(1)Cl(1)	105,82(10)
Sn(1)–C(1)	2,109(3)	C(11)Sn(1)Cl(1)	104,68(10)
Sn(1)–C(11)	2,108(3)	C(21)Sn(1)Cl(1)	106,79(10)
Sn(1)–C(21)	2,116(4)	C(1)Sn(1)C(11)	113,11(13)
Mn(1)–C(1)	2,155(4)	C(1)Sn(1)C(21)	112,76(13)
Mn(1)–C(2)	2,148(4)	C(11)Sn(1)C(21)	112,86(12)
Mn(1)–C(3)	2,140(4)	C(2)Mn(1)C(3)	38,01(15)
Mn(1)–C(4)	2,127(4)	C(1)Mn(1)C(4)	64,71(14)
Mn(1)–C(5)	2,132(4)	C(7)Mn(1)C(8)	91,31(19)
Mn(1)–C(6)	1,792(4)	C(6)Mn(1)C(8)	93,6(2)
Mn(1)–C(7)	1,791(4)	C(2)Mn(1)C(6)	90,90(18)
Mn(1)–C(8)	1,800(4)	C(1)Mn(1)C(7)	156,74(16)
O(1)–C(6)	1,145(5)		
O(2)–C(7)	1,149(5)		
O(3)–C(8)	1,139(5)		

## Обсуждение результатов

Известно, что взаимодействие цимантрениллития с тетрахлоридом олова (мольное соотношение 3:1 соответственно) приводит к образованию хлорида трицимантренилолова с выходом 73 %.

Нами показано, что при мольном соотношении исходных реагентов 4:1 выход целевого продукта повышается до 96 %.



Взаимодействие цимантрениллития с дихлоридом дицимантренилолова (мольное соотношение 2:1 или 3:1) при  $-78^\circ\text{C}$  в растворе тетрагидрофурана также сопровождается образованием хлорида трицимантренилолова с выходом до 92 %.



Невозможность синтеза тетрацимантренилолова можно объяснить стерическими затруднениями, вызванные присутствием в **1** трех большеобъемных цимантренильных лигандов. Отметим, что на возможность подобных пространственных затруднений в реакции трицимантрениллития с иодом указывали авторы работы [15].

Соединение **1** представляет собой слабо-желтое кристаллическое вещество, устойчивое к действию влаги и кислорода воздуха, хорошо растворимое в ароматических углеводородах, четыреххлористом углероде, тетрагидрофуране, хлороформе. Строение полученного соединения исследовано методами ИК спектроскопии и РСА. В ИК-спектре комплекса **1** наблюдаются характерные полосы поглощения, относящиеся к валентным колебаниям карбонильных групп при  $1920$  и  $2016 \text{ см}^{-1}$ , что существенно отличается от соответствующих полос цимантрена ( $1943$  и  $2025 \text{ см}^{-1}$ ) [24].

Ранее структура **1** была определена методом РСА [14], однако точность определения была невелика ( $R$ -фактор составлял 13 %). В настоящей работе строение **1** было определено с большей точностью ( $R$ -фактор 3 %). По данным РСА (рис. 1, табл. 2) атом олова в молекуле соединения **1** имеет тетрагональную координацию ( $\text{CSnC } 104,68(10)^\circ$ – $106,79(10)^\circ$ ), цимантренильные лиганды повернуты карбонильными группами в сторону атома хлора, связи Sn–C изменяются в интервале  $2,108(3)$ – $2,116(4)$  Å, что близко к наблюдаемым аналогичным расстояниям ( $2,109$  Å) в дихлориде дицимантренилолова (**2**) [18], а длина связи Sn–Cl ( $2,3503(16)$  Å) значительно выше, чем в **2** ( $2,315$  и  $2,320$  Å).

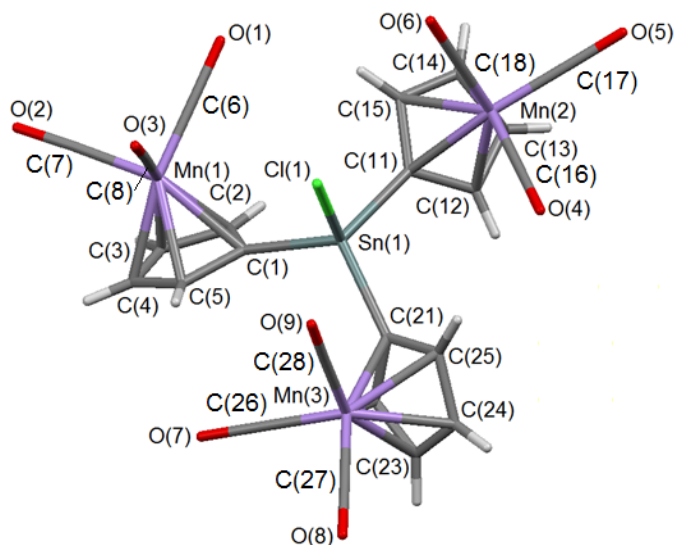


Рис. 1. Строение соединения 1

Структурная организация в кристалле обусловлена межмолекулярными контактами типа  $\text{H}\cdots\text{O}$  (2.57, 2.59 Å),  $\text{C}\cdots\text{O}$  (3.157 Å) и  $\text{Sn}(1)\cdots\text{O}(9)$  (3.193 Å), за счет которых в кристалле реализуются цепочки связанных между собой молекул **1** (рис. 2).

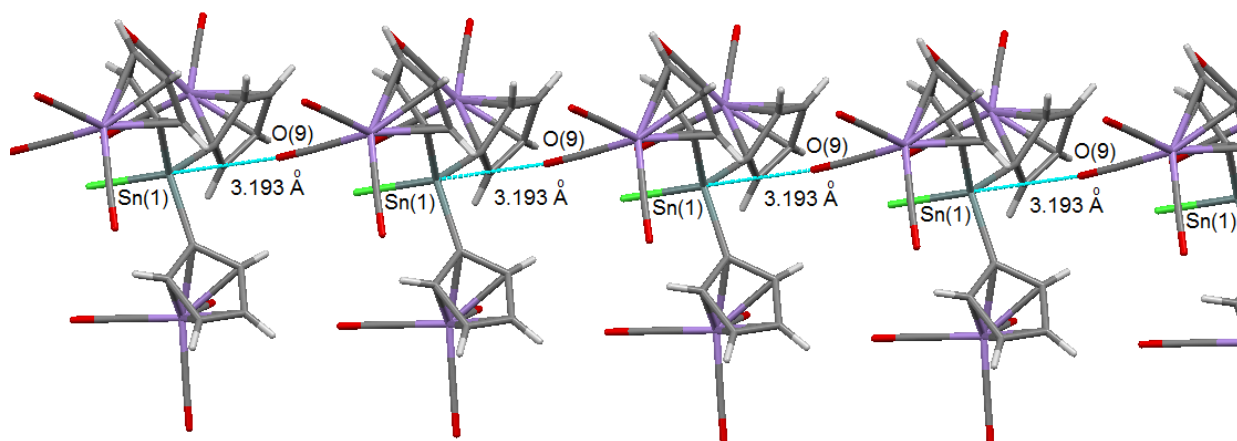


Рис. 2. Межмолекулярные контакты  $\text{Sn}\cdots\text{O}$  в молекуле **1** (ориентация вдоль кристаллографической оси *c*)

## Выводы

Взаимодействием дихлорида дицимантренилолова или хлорида олова с цимантрениллитием синтезирован хлорид трицимантренилолова  $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{SnCl}$  с выходом 92 и 96 % соответственно. Строение полученного соединения исследовано методами ИК-спектроскопии и РСА.

## Литература

1. Химическая энциклопедия: в 5 т: т. 1: Абл–Дар / редкол.: И.Л. Кнунянц (гл. ред.) [и др.]. – М.: Сов. энцикл., 1988. – С. 100.
2. Методы элементоорганической химии. Германий, олово, свинец / К.А. Кочешков, Н.Н. Землянский, Н.И. Шевердина, Е.М. Панов. – М.: Наука, 1968. – 704 с.
3. Металлирование циклопентадиенилмарганецтрикарбонила / А.Н. Несмеянов, К.Н. Анисимов, Р.Е. Колобова, Ю.В. Макаров // Изв. АН СССР, Сер. Химия. – 1968. – Т. 17, № 3. – С. 686.
4. Несмеянов, А.Н. Ртутные производные циклопентадиенил и метилциклопентадиенилмарганецтрикарбонила / А.Н. Несмеянов, К.Н. Анисимов, З.П. Валуева // Изв. АН СССР, Сер. Химия. – 1962. – Т. 11, № 9. – С. 1683–1684.

5. Renk, T. Metallocenylborane III. Darstellung und eigenschaften von ferrocenyl- und cymantrenylboranen / T. Renk, W. Ruf, W. Siebert // *Journal of Organometallic Chemistry*. – 1976. – V. 120, Issue 1. – P. 1–25. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)80400-3.
6. Бор- и галогенпроизводные трикарбонилциклопентадиенилмарганца и -рения / А.Н. Несмеянов, Р.Е. Колобова, Ю.В. Макаров, К.Н. Анисимов // *Изв. АН СССР, Сер. Химия*. – 1969. – Т. 18, № 9. – С. 1992–1995.
7. Никельорганические производные циклопентадиенилмарганецтрикарбонила и ферроцена / А.Н. Несмеянов, Э.Г. Перевалова, Л.Т. Хомик, Л.И. Леонтьева // *Докл. АН СССР*. – 1973. – Т. 209, № 4. – С. 869–871.
8. Синтез и исследование некоторых свойств  $\text{Ph}_3\text{Si}$ ,  $\text{Ph}_3\text{Ge}$ ,  $\text{Ph}_3\text{Sn}$  и  $\text{Ph}_3\text{Pb}$ -производных  $\pi$ -циклопентадиенилтрикарбонил марганца и рения / А.Н. Несмеянов, К.Н. Анисимов, Р.Е. Колобова, Ю.В. Макаров // *Изв. АН СССР, Сер. Химия*. – 1973. – Т. 22, № 12. – С. 2815–2817.
9. Несмеянов, А.Н. Циклопентадиенилмарганецтрикарбонилсеребро / А.Н. Несмеянов, В.А. Сазонова, Н.Н. Седова // *Докл. АН СССР*. – 1971. – Т. 198, № 3. – С. 590–592.
10. Несмеянов, А.Н. Циклопентадиенилмарганецтрикарбонилмедь / А.Н. Несмеянов, В.А. Сазонова, Н.Н. Седова // *Докл. АН СССР*. – 1972. – Т. 202, № 2. – С. 362–363.
11. Трифенилфосфинзолотоциклопентадиенилмарганецтрикарбонил / А.Н. Несмеянов, К.И. Грандберг, Т.В. Баукова и др. // *Изв. АН СССР, Сер. Химия*. – 1969. – Т. 18, № 9. – С. 2032–2033.
12. Несмеянов, А.Н. Трис-(циклопентадиенилтрикарбонилмарганец)фосфин и его производные / А.Н. Несмеянов, К.Н. Анисимов, З.П. Валуева // *Докл. АН СССР*. – 1974. – Т. 216, № 1. – С. 106–109.
13. Synthesis and crystal structure of *bis*[ $\sigma$ -tricarbonyl( $\eta^5$ -cyclopentadienyl)manganese]di- $\eta^5$ -cyclopentadienyltitanium / R.J. Daroda, G. Wilkinson, M.B. Hursthouse, K.M.A. Malic, M. Thornton-Pett // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* – 1980. – № 11. – P. 2315–2317. DOI: 10.1039/DT9800002315.
14. Сафьянов, Ю.Н. Молекулярная и кристаллическая структура дибромида трицимантренилсурьмы / Ю.Н. Сафьянов, Э.А. Кузьмин, В.В. Шарутин // *Кристаллография*. – 1984. – Т. 29, № 5. – С. 928–930.
15. Реакции трицимантренилсурьмы с галогенами. Синтез и строение дигидроксида трицимантренилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчуриин, П.В. Андреев // *Журн. общ. химии*. – 2018. – Т. 88, № 5. – С. 866–869.
16. Несмеянов, А.Н. Синтез и некоторые свойства оловоорганических производных цимантрена и ферроцена / А.Н. Несмеянов, Т.П. Толстая, В.В. Корольков // *Докл. АН СССР*. – 1973. – Т. 209, № 5. – С. 1113–1116.
17. Полнозамещенные оловоорганические производные цимантрена и ферроцена / А.Н. Несмеянов, Т.П. Толстая, В.В. Корольков, А.Н. Яркевич // *Докл. АН СССР*. – 1975. – Т. 221, № 6. – С. 1337–1340.
18. Бокий, Н.Г. Кристаллическая и молекулярная структура  $[(\text{C}_5\text{H}_4)\text{Mn}(\text{CO})_3]_2\text{SnCl}_2$  / Н.Г. Бокий, Ю.Т. Стручков // *Коорд. химия*. – 1978. – Т. 4, № 1. – С. 134–137.
19. Молекулярная и кристаллическая структура трицимантренилвисмута / Л.Н. Захаров, В.Г. Андрианов, Ю.Т. Стручков и др. // *Коорд. химия*. – 1980. – Т. 6, № 5. – С. 1104–1105.
20. Шарутин, В.В. Ферроценильные и цимантренильные соединения металлов IV–V групп: дис. ... канд. хим. наук / В.В. Шарутин. – Горький, 1982. – 112 с.
21. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
22. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
23. OLEX2: a complete structure solution, refinement and analysis program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea, J.A.K. Howard, H. Puschmann // *J. Appl. Cryst.* – 2009. – V. 42. – P. 339–341.
24. Интегральные интенсивности карбонильных полос в ИК-спектрах и ПМР-спектры замещенных в кольцах производных циклопентадиенилтрикарбонил марганца и рения / А.Н. Несмеянов, Г.Г. Дворянцева, Ж.П. Пустыльник и др. // *Докл. АН СССР*. – 1967. – Т. 174, № 2. – С. 368–371.

**Шарутин Владимир Викторович** – доктор химических наук, главный научный сотрудник управления научной и инновационной деятельности, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutin50@mail.ru.

**Сенчурин Владислав Станиславович** – кандидат химических наук, доцент, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: senvl@rambler.ru.

Поступила в редакцию 4 сентября 2018 г.

DOI: 10.14529/chem180408

## SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TRICYMANTRENYLTIN CHLORIDE

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

V.S. Senchurin, senvl@rambler.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Interaction of dicymantrenyltin dichloride or tin chloride with cymantenyllithium in tetrahydrofuran at  $-78^{\circ}\text{C}$  leads to formation of tricymantrenyltin  $[(\text{CO})_3\text{MnC}_5\text{H}_4]_3\text{SnCl}$  (**1**), yielding 92 % and 96 %, respectively. The structure of the obtained compound has been investigated by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. The IR spectrum of complex **1** contains the characteristic absorption bands related to stretching vibrations of carbonyl groups at 1920 and 2016  $\text{cm}^{-1}$ . According to the X-ray analysis data of obtained on an automatic diffractometer D8 Quest Bruker (MoK $\alpha$ -radiation,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , graphite monochromator) at 293 K, compound **1** is crystallized in a monoclinic crystal lattice, the spatial group is  $\text{P}2_1/c$ . Cell parameters:  $a = 7,087(5) \text{ \AA}$ ,  $b = 17,841(15) \text{ \AA}$ ,  $c = 21,180(16) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \gamma = 90,00$ ,  $\beta = 95,91(3)$  degrees,  $V = 2664(4) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $\rho_{(\text{sub.})} = 1,903 \text{ g/cm}^3$ ,  $F(000) 1480,0$ , the crystal size is  $0.68 \times 0.55 \times 0.03 \text{ mm}$ ;  $\theta$  range of data collection  $5.78\text{--}55.14$  degrees, range of refraction indices  $9 \leq h \leq 9$ ,  $-23 \leq k \leq 23$ ,  $-27 \leq l \leq 27$ ; total reflections 111198; independent reflections 6108; refinement variables 343; GOOF 1.097;  $R_1 = 0,0312$ ;  $wR_2 = 0,0722$ ; residual electron density  $0.52\text{--}0.63 \text{ e/\AA}^3$ . The tin atoms in **1** have a distorted tetrahedral coordination; the CSnC angles are  $104.68(10)^\circ\text{--}106.79(10)^\circ$ , the Sn–C bond lengths change within the range  $2.108(3)\text{--}2.116(4) \text{ \AA}$ , the Sn–Cl distance is  $2.3503(16) \text{ \AA}$ . The structural organization of the complex **1** crystal is controlled by intermolecular bonds  $\text{H}\cdots\text{O}$  ( $2.57, 2.59 \text{ \AA}$ ),  $\text{C}\cdots\text{O}$  ( $3.157 \text{ \AA}$ ) и  $\text{Sn}(1)\cdots\text{O}(9)$  ( $3.193 \text{ \AA}$ ).

Keywords: cymantrenyl chloride, synthesis, structure, X-ray analysis.

### References

1. *Khimicheskaya entsiklopediya: v 5 t. t. 1: Abl–Dar* [Chemical Encyclopedia in 5 Vol.: Vol. 1. Abl–Dar]. Moscow: Sov. Enc. 1988, p. 100.
2. Kocheshkov K.A., Zemlyanskiy N.N., Sheverdina N.I., Panov E.M. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Germaniy, olovo, svinets* [Methods of Organoelement Chemistry. Germanium, Tin, Lead]. Moscow: Nauka, 1968, 704 p. (in Russ.).
3. Nesmeyanov A.N., Anisimov K.N., Kolobova R.E., Makarov Yu.V. [Metalation of Cyclopentadienyltricarbonylmanganese]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khimiya*. 1968, vol. 17, no. 3, p. 686. (in Russ.).
4. Nesmeyanov A.N., Anisimov K.N., Kolobova R.E., Valuyeva Z.P. [Mercury Derivatives of Manganese Cyclopentadienyl and Methylcyclopentadienyltricarbonyl]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khimiya*. 1962, vol. 11, no. 9, pp. 1683–1684. (in Russ.).
5. Renk T., Ruf W., Siebert W. Metallocenylborane III. Darstellung und Eigenschaften von Ferrocenyl- und Cymantrenylboranen. *J. Organomet. Chem.* 1976, vol. 120, no. 1, pp. 1–25. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)80400-3. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)80400-3.
6. Nesmeyanov A.N., Kolobova R.E., Makarov Yu.V., Anisimov K.N. [Borono and Halo Derivatives of Tricarbonylcyclopentadienylmanganese and -Rhenium]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khimiya*. 1969, vol. 18, no 2, pp. 1992–1995. (in Russ.).

7. Nesmeyanov A.N., Perevalova E.G., Khomik L.T., Leont'yeva L.I. [Organonickel Derivatives of Cyclopentadienylmanganetricarbonyl and Ferrocene]. *Dokl. AN SSSR*. 1973, vol. 209, no. 4, pp. 869–871. (in Russ.).
8. Nesmeyanov A.N., Anisimov K.N., Kolobova R.E., Makarov Yu.V. [Synthesis and Study of Some Properties of Triphenylsilicon, Triphenylgermanium, Triphenyltin and Triphenyllead Derivatives of Manganese and Rhenium  $\pi$ -cyclopentadienyltricarbonyls]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khimiya*. 1973, vol. 22, no. 12, pp. 2815–2817. (in Russ.).
9. Nesmeyanov A.N., Sazonova V.A., Sedova N.N. [Cyclopentadienylmanganetricarbonylsilver]. *Dokl. AN SSSR*. 1971, vol. 198, no. 3, pp. 590–592. (in Russ.).
10. Nesmeyanov A.N., Sazonova V.A., Sedova N.N. [Cyclopentadienylmanganetricarbonylcopper]. *Dokl. AN SSSR*. 1972, vol. 202, no. 2, pp. 362–363. (in Russ.).
11. Nesmeyanov A.N., Grandberg K.I., Baukova T.V., Kosina A.N., Perevalova E.G. [(Triphenylphosphine)goldtricarbonylmanganese]cyclopentadienyl]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khimiya*. 1969, vol. 18, no. 9, pp. 2032–2033. (in Russ.).
12. Nesmeyanov A.N., Anisimov K.N., Valuyeva Z.P. [Tris-(cyclopentadienyltricarbonylmanganese) phosphine and its Derivatives]. *Dokl. AN SSSR*. 1974, vol. 216, no. 1, pp. 106–109. (in Russ.).
13. Daroda R.J., Wilkinson G., Hursthouse M.B., Malic K.M.A., Thornton-Pett M. Synthesis and Crystal Structure of Bis[ $\sigma$ -tricarbonyl( $\eta^5$ -cyclopentadienyl)manganese]di- $\eta^5$ -cyclopentadienyltitanium. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1980, no. 11, pp. 2315–2317. DOI: 10.1039/DT9800002315.
14. Saʼyanov Yu.N., Kuz'min E.A., Sharutin V.V. [Molecular and Crystal Structure of Tricymantrenylantimony Dibromide]. *Crystallogr. Rep.* 1984, vol. 29, no. 5, pp. 928–930. (in Russ.).
15. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Andreev P.V. Reactions of Tricymantrenylantimony with Halogens. Synthesis and Structure of Tricymantrenylantimony Dihydroxide. *Rus. J. Gen. Chem.*, 2018, vol. 88, no. 5, pp. 1049–1052. DOI: 10.1134/S1070363218050353.
16. Nesmeyanov A.N., Tolstaya T.P., Korol'kov V.V. [Synthesis and Some Properties of Organotin Derivatives of Cymantrene and Ferrocene]. *Dokl. AN SSSR*. 1973, vol. 209, no. 5, pp. 1113–1116. (in Russ.).
17. Nesmeyanov A.N., Tolstaya T.P., Korol'kov V.V., Yarkevich A.N. [Full-substituted Organotin Derivatives of Cymantrene and Ferrocene]. *Dokl. AN SSSR*. 1975, vol. 221, no. 6, pp. 1337–1340. (in Russ.).
18. Bokiyy N.G., Struchkov Yu.T. [Crystal and Molecular Structure [(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>)Mn(CO)<sub>3</sub>]<sub>2</sub>SnCl<sub>2</sub>]. *Coord. Chem.* 1978, vol. 4, issue 1, pp. 134–137. (in Russ.).
19. Zaharov L.N., Andrianov V.G., Struchkov Yu.T., Sharutin V.V., Suvorova O.N. [The Molecular and Crystal Structure of Tricymantrenylbismuth]. *Coord. Chem.*, 1980, vol. 6, issue 5, pp. 1104–1105. (in Russ.).
20. Sharutin V.V. *Ferrotsenil'nye i tsimantrenil'nye soedineniya metallov IV–V grupp: Diss. kand. khim. nauk* [Ferrocenyl and Cymantrenyl Compounds of Metals of Group IV–V. Cand. Sci. Diss.]. Gorky, 1982. 112 p. (in Russ.).
21. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
22. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
23. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
24. Nesmeyanov A.N., Dvoryantseva G.G., Pustyl'nik Zh.P., Sheynker Yu.N., Kolobova R.E., Anisimov K.N. [Integral Intensities of Carbonyl Bands in IR Spectra and PMR Spectra of Manganese and Rhenium Cyclopentadiene Derivatives Substituted in Rings]. *Dokl. AN SSSR*. 1967, vol. 174, no. 2, pp. 368–371. (in Russ.).

Received 4 September 2018

#### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Синтез и строение хлорида трицимантрениллола / В.В. Шарутин, В.С. Сенчуриин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2018. – Т. 10, № 4. – С. 75–81. DOI: 10.14529/chem180408

#### FOR CITATION

Sharutin V.V., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of Tricymantrenyltin Chloride. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2018, vol. 10, no. 4, pp. 75–81. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem180408