

## 5,5-ДИЭТИЛ-2,2,2-ТРИФЕНИЛБЕНЗ[с]ОКСАФОСФОЛАН, СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

**А.В. Рыбакова**

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

Взаимодействием этилмагнийбромида с 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфофаном в эфире, последующим гидролизом реакционной смеси, удалением растворителя и перекристаллизацией целевого продукта из смеси бензол-октан (3:1 объемн.) с выходом 82 % получен 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфан (**1**). Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение **1**. РСА проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker ( $MoK_{\alpha}$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор). Бесцветный кристалл  $C_{29}H_{29}OP$ , размер  $0,57 \times 0,33 \times 0,32 \text{ мм}$ ,  $P-1$ ,  $a = 10,262(5)$ ,  $b = 12,194(6)$ ,  $c = 19,478(14) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 83,03(3)$ ,  $\beta = 81,67(3)$ ,  $\gamma = 79,504(16) \text{ град.}$ ,  $V = 2360(2) \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{выч}} = 1,195 \text{ г/см}^3$ ,  $\mu = 0,135 \text{ мм}^{-1}$ ,  $F(000) 904,0$ . Параметры ячейки и интенсивности 114431 отражений, из которых 13180 наблюдаемых с  $I \geq 3\sigma$ , измерены при  $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Окончательные значения факторов расходимости:  $R_1 = 0,0426$ ,  $wR_2 = 0,1003$  (CCDC 1982346). В кристалле присутствуют два типа (А и В) кристаллографически независимых молекул **1**. Координационный полиэдр атомов фосфора – тригональная бипирамида с атомом кислорода и фенильным лигандом в аксиальных положениях (аксиальные углы СРО равны  $174,05(7)^{\circ}$  и  $170,82(8)^{\circ}$ , причем одна из этильных групп в молекуле В разупорядочена по двум положениям, расстояния Р–О и Р–С составляют  $1,7783(15)$ ,  $1,7750(17) \text{ \AA}$  и  $1,8296(19)$ ,  $1,929(2) \text{ \AA}$ ). Длины экваториальных связей изменяются в интервале  $1,823(2)–1,867(2) \text{ \AA}$ , расстояния О–С равны  $1,428(3)$ ,  $1,419(4) \text{ \AA}$ . Суммы экваториальных углов СРС составляют  $359,34^{\circ}$  ( $132,17(9)^{\circ}$ ,  $114,40(9)^{\circ}$ ,  $112,77(9)^{\circ}$ ) и  $359,47^{\circ}$  ( $135,57(10)^{\circ}$ ,  $112,44(9)^{\circ}$ ,  $111,46(10)^{\circ}$ ), что близко к идеальному значению  $360^{\circ}$ . Атомы фосфора в молекулах А и В выходят из экваториальной плоскости к аксиальному фенильному заместителю на  $0,086$  и  $0,077 \text{ \AA}$  соответственно.

*Ключевые слова:* получение, 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфан, строение, рентгеноструктурный анализ.

В литературе описаны синтез и строение различных оксафосфанов [1–16], однако только в трех из них присутствует пятикоординированный фосфор, содержащий группировку  $PPH_3$  [14–16]. Известно, что синтез производных бензоксафосфанов можно осуществить из арена, фосфина и активированных кетонов [14], однако существует более простой метод синтеза подобных соединений из пентафенилфосфора, который может легко отщеплять один из фенильных лигандов при действии различных реагентов, таких как спирты, кислоты [15, 17–20] и диоксид углерода [15]. Продуктом последней реакции является 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфан, из которого с высоким выходом можно синтезировать широкий ряд замещенных бензоксафосфанов [16, 21, 22].

### Экспериментальная часть

**Синтез 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфана (1)** проводили по методике, описанной в [23]. Выход 82 %, т. пл.  $120 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . ИК-спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3064, 3053, 3022, 2970, 2960, 2929, 2875, 1950, 1894, 1822, 1764, 1587, 1481, 1463, 1433, 1375, 1327, 1309, 1290, 1263, 1222, 1186, 1165, 1145, 1122, 1111, 1082, 1076, 1060, 1041, 1033, 1018, 974, 920, 875, 840, 798, 767, 754, 731, 713, 702, 694, 671, 665, 646, 619, 596, 576, 559, 549, 532, 522, 503, 482, 462, 428.

**ИК-спектр** соединения **1** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S втаблетке KBr в области  $4000–400 \text{ см}^{-1}$ .

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединения **1** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker ( $Mo K_{\alpha}$ -излучение,  $\lambda 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор) при  $293 \text{ К}$ . Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения

проведены по программам SMART и SAINT-Plus [23]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [24] и OLEX2 [25]. 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 (№ 1982346; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>) [26].

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры **1**

Параметр	Значение
Формула	C <sub>58</sub> H <sub>58</sub> O <sub>2</sub> P <sub>2</sub>
<i>M</i>	848,98
Сингония	Триклинная
Пр. группа	<i>P</i> -1
<i>a</i> , Å	10,262(5)
<i>b</i> , Å	12,194(6)
<i>c</i> , Å	19,478(14)
$\alpha$ , град.	83,03(3)
$\beta$ , град.	81,67(3)
$\gamma$ , град.	79,504(16)
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	2360(2)
<i>Z</i>	2
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1,195
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	0,135
<i>F</i> (000)	904,0
Форма кристалла (размер, мм)	0,57 × 0,33 × 0,32
Область сбора данных по 2 $\theta$ , град.	5,7–59,26
Интервалы индексов отражений	-14 ≤ <i>h</i> ≤ 14, -16 ≤ <i>k</i> ≤ 16, -26 ≤ <i>l</i> ≤ 26
Измерено отражений	114431
Независимых отражений	13180
<i>R</i> <sub>int</sub>	0,0393
Переменных уточнения	563
GOOF	1,012
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0426, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,1003
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,0799, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,1893
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å <sup>3</sup>	1,73/-0,66

Таблица 2

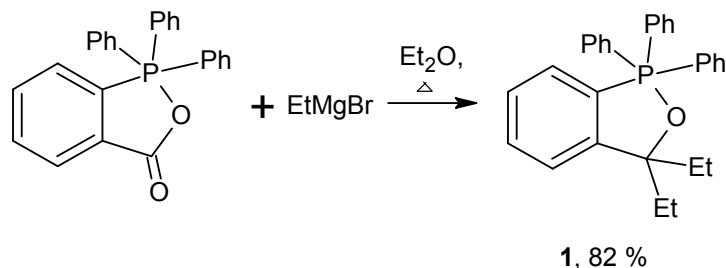
Длины связей и валентные углы для структуры **1**

Связь <i>d</i> , Å		Угол $\omega$ , град.°	
P(1)–O(1)	1,7783(15)	O(1)P(1)C31	85,48(8)
P(1)–C(31)	1,858(2)	O(1)P(1)C(21)	174,05(7)
P(1)–C(1)	1,864(2)	C(31)P(1)C(1)	132,17(9)
P(1)–C(11)	1,8296(19)	C(11)P(1)C(31)	114,40(9)
P(1)–C(21)	1,926(2)	C(11)P(1)C(1)	112,77(9)
P(2)–O(2)	1,7750(17)	C(11)P(1)C(21)	95,35(8)
P(2)–C(41)	1,867(2)	O(2)P(2)C(41)	85,43(9)
P(2)–C(51)	1,929(2)	O(2)P(2)C(51)	170,82(8)
P(2)–C(71)	1,848(2)	C(71)P(2)C(41)	135,57(10)
P(2)–C(61)	1,823(2)	C(61)P(2)C(41)	112,44(9)
O(1)–C(37)	1,428(3)	C(61)P(2)C(51)	96,32(9)
O(2)–C(77)	1,419(3)	C(61)P(2)C(71)	111,46(10)

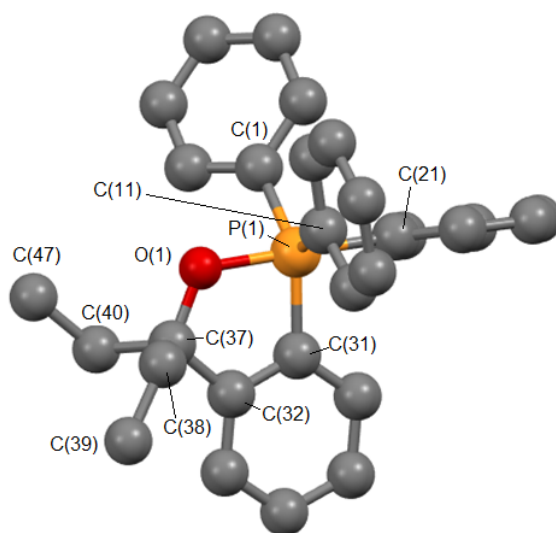
## Обсуждение результатов

К настоящему времени известны два способа синтеза производных бензоксафосфолана, по первому из которых их получение осуществляют из арина, фосфина и активированных кетонов [14], а во втором в качестве прекурсора бензоксафосфолана используют 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолан [16, 21, 22].

В продолжение исследования синтеза и особенностей строения фенильных производных пентавалентного фосфора [19] исследованы особенности взаимодействия 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана с этилмагнийбромидом:



Противоречивые данные о температуре плавления полученного 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана (118 °С [22] и 124 °С [16]) заставили тщательно повторить эксперимент, в результате которого были уточнены температура плавления целевого продукта (120 °С) и выход соединения **1**, полученного по методике [22]. Ранее была определена методом РСА его структура [16], в настоящей работе уточнено строение **1**. В кристалле присутствуют два типа (А и В) кристаллографически независимых молекул **1**. Координационный полиэдр атомов фосфора – тригональная бипирамида (см. рисунок) с атомом кислорода и фенильным лигандом в аксиальных положениях (аксиальные углы СРО равны 174,05(7)° (А) и 170,82(8)° (В), причем одна из этильных групп в молекуле В разупорядочена по двум положениям, расстояния Р–О и Р–С в молекулах А и В составляют 1,7783(15), 1,7750(17) Å и 1,8296(19), 1,929(2) Å соответственно, что значительно отличается от суммы ковалентных радиусов соответствующих атомов [27].



**Строение молекулы А 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана (1)**  
(атомы водорода не показаны)

Длины экваториальных связей изменяются в интервале 1,823(2)–1,867(2) Å, расстояния О–С равны 1,428(3) Å (в молекуле А), 1,419(4) Å (в молекуле В). Суммы экваториальных углов СРС в молекулах А и В составляют 359,34° (132,17(9)°, 114,40(9)°, 112,77(9)°) и 359,47° (135,57(10)°, 112,44(9)°, 111,46(10)°), что близко к идеальному значению 360°. Атомы фосфора выходят из экваториальной плоскости к аксиальному фенильному заместителю на 0,086 и 0,077 Å соответственно.

В ИК-спектре **1** колебания групп P-Ph наблюдаются в виде уширенной интенсивной полосы с частотой поглощения  $1433\text{ см}^{-1}$ . К деформационным колебаниям связей (P-Ph) могут быть отнесены полосы средней интенсивности при  $1082$  и  $1033\text{ см}^{-1}$ . Кроме того, в ИК-спектре соединения **1** имеются полосы поглощения ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ):  $974$ ,  $1041$ – $1060$  (P-O-C). Следует отметить, что отсутствует полоса колебания C=O группы, характерная для ИК-спектра исходного 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана.

### Выводы

В настоящей работе уточнены выход, температура плавления и особенности строения 5,5-диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана.

### Благодарности

Выражаю признательность проф. В.В. Шарутину за рентгеноструктурный анализ кристалла соединения **1**.

### Литература

1. Toullec, P. Hetero-Diels–Alder Reactions of 2*H*-Phospholes with Aldehydes / P. Toullec, L. Ricard, F. Mathey // *J. Org. Chem.* – 2003. – V. 68, № 7. – P. 2803–2806. DOI: 10.1021/jo020720j.
2. Synthesis and Chemistry of 2-Phosphafurans / M.P. Duffy, Y. Lin, F. Ho et al. // *Organometallics.* – 2010. – V. 29, № 22. – P. 5757–5758. DOI: 10.1021/om100778f.
3. Kyri, A.W. A Novel Route to C-unsubstituted 1,2-Oxaphosphetane and 1,2-Oxaphospholane Complexes / A.W. Kyri, G. Schnakenburg, R. Streubel // *Chem. Commun.* – 2016. – V. 52, № 55. – P. 8593–8595. DOI: 10.1039/C6CC04667C.
4. Evidence for Terminal Phosphinidene Oxide Complexes in O,P,C-Cage Complex Formation: Rearrangement of Oxaphosphirane Complexes / R. Streubel, C. Murcia-Garcia, G. Schnakenburg et al. // *Organometallics.* – 2015. – V. 34, iss. 11. – P. 2676–2682. DOI: 10.1021/acs.organomet.5b00029.
5. Миронов, В.Ф. Каркасные соединения тетракоординированного фосфора с эндоциклическими связями P-C: синтез и реакционная способность / В.Ф. Миронов, Г.А. Ивкова, Л.М. Бурнаева // *Журн. общ. химии.* – 2016. – Т. 86, № 12. – С. 1987–1999.
6. Formation of a Bowl-Shaped, Pentacyclic Phosphonium Cage by Methylation of a Nucleophilic Phosphinidene / M. Driess, N. Muresan, K. Merz et al. // *Angew. Chem., Int. Ed.* – 2005. – V. 44, iss. 41. – P. 6734–6737. DOI: 10.1002/anie.200501990.
7. Double Diastereoselective Intramolecular Cyclopropanation to *P*-Chiral [3.1.0]-Bicyclic Phosphonates / J.D. Moore, K.T. Sprott, A.D. Wroblewski et al. // *Org. Lett.* – 2002. – V. 4, iss. 4. – P. 2357–2360. DOI: 10.1021/ol026080o.
8. Moore, J.D. Conformationally Constrained  $\alpha$ -Boc-Aminophosphonates via Transition Metal-Catalyzed/Curtius Rearrangement Strategies / J.D. Moore, K.T. Sprott, P.R. Hanson // *J. Org. Chem.* – 2002. – V. 67, iss. 23. – P. 8123–8129. DOI: 10.1021/jo0262208.
9. Double Diastereoselective Intramolecular Cyclopropanation to *P*-Chiral [3.1.0]-Bicyclic Phosphonates / J.D. Moore, K.T. Sprott, A.D. Wroblewski et al. // *Org. Lett.* – 2002. – V. 4, iss. 14. – P. 2357–2360. DOI: 10.1021/ol026080o.
10. Moore, J.D. Substituent Effects in the Double Diastereotopic Differentiation of  $\alpha$ -Diazophosphonates Via Intramolecular Cyclopropanation / J.D. Moore, P.R. Hanson // *Tetrahedron: Asymm.* – 2003. – V. 14, iss. 7. – P. 873–880. DOI: 10.1016/S0957-4166(03)00081-8.
11. CPh<sub>3</sub> as a Functional Group in P-heterocyclic Chemistry: Elimination of HCPh<sub>3</sub> in the Reaction of *P*-CPh<sub>3</sub> Substituted Li/Cl Phosphinidenoid Complexes with Ph<sub>2</sub>C=O / C.M. Garcia, A.E. Ferao, G. Schnakenburg et al. // *Dalton Trans.* – 2016. – V. 45, iss. 6 – P. 2378–2385. DOI: 10.1039/C5DT04595A.
12. Hatano, M. Cover Picture: Chiral Magnesium(II) Binaphtholates as Cooperative Brønsted/Lewis Acid–Base Catalysts for the Highly Enantioselective Addition of Phosphorus Nucleophiles to  $\alpha,\beta$ -Unsaturated Esters and Ketones / M. Hatano, T. Horibe, K. Ishihara // *Angew. Chem., Int. Ed.* – 2013. – V. 52, Iss. 17. – P. 4549–4554. DOI: 10.1002/anie.201302124.
13. Bestmann, H.J. Phosphinalkylene, 50. Zur Struktur von 2,2,2-Triphenyl-1,2 $\lambda^5$ -oxaphospholanen / H.J. Bestmann, C. Riemer, R. Dötzer // *Chem. Ber.* – 1992. – V. 125, iss. 1. – P. 225–229. DOI: 10.1002/cber.19921250135.

14. Rapid Access to Benzoxaphospholes and Their Spiro Analogues by a Three-Component Coupling Involving Arynes, Phosphines, and Activated Ketones / A. Bhunia, T. Roy, R.G. Gonnade et al. // *Org. Lett.* – 2014. – V. 16, iss. 19. – P. 5132–5135. DOI: 10.1021/ol502490t.
15. Термолиз пентафенилфосфорана в присутствии диоксида углерода / В.В. Шарутин, В.Т. Бычков, В.А. Лебедев и др. // *ЖОХ.* – 1986. – Т. 56, вып. 2. – С. 325–328.
16. Взаимодействие пентафенилфосфорана с параформом / В.В. Жидков, В.В. Шарутин, В.К. Бельский и др. // *ЖОХ.* – 1995. – Т. 65, вып. 2. – С. 251 – 256.
17. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P<sup>V</sup> and Sb<sup>V</sup> / G.A. Razuvaev, N.A. Osanova, T.G. Brilkina et al. // *J. Organometal. Chem.* – 1975. – V. 99, Iss. 1. – P. 93–106. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)86365-2.
18. Синтез и строение карбоксилатов и сульфонов тетрафенилфосфония / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // *ЖОХ.* – 2009. – Т. 79, вып. 1. – С. 80 – 89.
19. Синтез и строение карбоксилатов тетрафенилфосфония / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.В. Рыбакова и др. // *ЖОХ.* – 2018. – Т. 88, вып. 8. – С. 1308–1313. DOI: 10.1134/S0044460X18080139.
20. Шарутин, В.В. Синтез и строение 2,4-динитробензолсульфоната тетрафенилфосфония. В.В. Шарутин, Н. Мукушева, А.В. Уржумова // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* – 2018. – Т. 10, № 2. – С. 48–54. DOI: 10.14529/chem180206.
21. Шарутин, В.В. Роль стерических факторов в процессах термического разложения пентафенильных соединений фосфора, сурьмы, висмута / В.В. Шарутин // *ЖОХ.* – 1988. – Т. 58, вып. 10. – С. 2305–2311.
22. Шарутин, В.В. Реакции 5-оксо-2,2,2-трифенилбенз[с]-1,2-оксафосфолана с реактивом гриньяра и иодистоводородной кислотой. Термолиз иодида трифенил-(*o*-карбоксийфенил)-фосфония / В.В. Шарутин // *ЖОХ.* – 1990. – Т. 60, вып. 6. – С. 1265–1267.
23. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
24. 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.
25. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // *J. Appl. Cryst.* – 2009. – V. 42. – P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
26. The Cambridge Crystallographic Database. Release. 2019. Cambridge. <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.
27. Бацанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бацанов // *Журн. неорган. химии.* – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.

**Рыбакова Анастасия Владимировна** – кандидат химических наук, доцент кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: [rybakovaav@susu.ru](mailto:rybakovaav@susu.ru).

*Поступила в редакцию 30 января 2020 г.*

DOI: 10.14529/chem200202

## 5,5-DIETHYL-2,2,2-TRIPHENYLBENZ[с]OXAPHOSPHOLANE, SYNTHESIS AND STRUCTURE

**A.V. Rybakova**, [rybakovaav@susu.ru](mailto:rybakovaav@susu.ru)  
*South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation*

5,5-Diethyl-2,2,2-triphenylbenz[с]-1,2-oxaphospholane (**1**) was obtained in 82 % yield by interaction of ethylmagnesium bromide with 5-oxo-2,2,2-triphenylbenz[с]-1,2-oxaphospholane in ether, followed by hydrolysis of the reaction mixture, removal of the solvent, and recrystal-

lization of the target product from the benzene-octane mixture (3: 1 vol.). Structure **1** was determined by X-ray diffraction analysis. X-ray diffraction analysis of the complex was performed on a Bruker D8 Quest automatic four-circle diffractometer (MoK $\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073$  Å, graphite monochromator) at 293 K. Colorless crystal C<sub>29</sub>H<sub>29</sub>OP, crystal size 0.57×0.33×0.32 mm, *P*-1, *a* = 10.262(5), *b* = 12.194(6), *c* = 19.478 (14) Å,  $\alpha = 83.03(3)$ ,  $\beta = 81.67(3)$ ,  $\gamma = 79.504(16)$  degrees, *V* = 2360(2) Å<sup>3</sup>, *Z* = 2,  $\rho_{\text{calc}} = 1.195$  g/cm<sup>3</sup>,  $\mu = 0.135$  mm<sup>-1</sup>, *F*(000) 904.0. The parameters of the cell and the intensity of 114431 reflections, of which 13180 were observed with  $I \geq 3\sigma$ , were measured at 20 °C. The final values of the divergence factors are:  $R_1 = 0.0426$ ,  $wR_2 = 0.1003$  (CCDC 1982346). In crystal **1** there are two types (A and B) of crystallographically independent molecules. The coordination polyhedron of phosphorus atoms is a trigonal bipyramid with an oxygen atom and a phenyl ligand in axial positions (the axial CPO angles are 174.05 (7)° and 170.82 (8)°, and one of the ethyl groups in molecule B is disordered in two positions, the P–O and P–C distances are 1.7783(15), 1.7750(17) Å and 1.8296(19), 1.929 (2) Å). The lengths of the equatorial bonds vary in the range 1.823(2)–1.867(2) Å, the O–C distances are 1.428(3), 1.419(4) Å. The sums of the equatorial CPC angles are 359.34° (132.17(9)°, 114.40(9)°, 112.77(9)°) and 359.47° (135.57(10)°, 112.44(9)°, 111.46(10)°), which are close to the ideal value of 360°. The phosphorus atoms in molecules A and B protrude from the equatorial plane to the axial phenyl substituent at 0.086 and 0.077 Å, respectively.

*Keywords:* preparation, 5,5-diethyl-2,2,2-triphenylbenz[с]-1,2-oxaphospholane, structure, X-ray diffraction analysis.

### References

1. Toullec P., Ricard L., Mathey F. Hetero-Diels–Alder Reactions of 2*H*-Phospholes with Aldehydes. *J. Org. Chem.*, 2003, vol. 68, no. 7, pp. 2803–2806. DOI: 10.1021/jo020720j.
2. Duffy M.P., Lin Y., Ho F., & Mathey F. Synthesis and Chemistry of 2-Phosphafurans. *Organometallics.*, 2010, vol. 29, no. 22, pp. 5757–5758. DOI: 10.1021/om100778f.
3. Kyri A.W., Schnakenburg G., Streubel R. A Novel Route to C-unsubstituted 1,2-Oxaphosphetane and 1,2-Oxaphospholane Complexes. *Chem. Commun.*, 2016, vol. 52, no. 55, pp. 8593–8595. DOI: 10.1039/C6CC04667C.
4. Streubel R., Murcia-García C., Schnakenburg G., & Espinosa Ferao A. Evidence for Terminal Phosphinidene Oxide Complexes in O,P,C-Cage Complex Formation: Rearrangement of Oxaphosphirane Complexes. *Organometallics*, 2015, vol. 4, iss. 11, pp. 2676–2682. DOI: 10.1021/acs.organomet.5b00029.
5. Mironov V.F., Ivkova G.A., Burnaeva L.M. Tetracoordinate phosphorus cage compounds with endocyclic P–C bonds: Synthesis and reactivity. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2016, vol. 86, no. 12, pp. 2624–2635. DOI: 10.1134/S1070363216120094.
6. Driess M., Muresan N., Merz K., & Päch M. Formation of a Bowl-Shaped, Pentacyclic Phosphonium Cage by Methylation of a Nucleophilic Phosphinidene. *Angew. Chem., Int. Ed.*, 2005, vol. 44, iss. 41, pp. 6734–6737. DOI: 10.1002/anie.200501990.
7. Moore J.D., Sprott K.T., Wroblewski A.D., & Hanson P.R. Double Diastereoselective Intramolecular Cyclopropanation to *P*-Chiral [3.1.0]-Bicyclic Phosphonates. *Org. Lett.*, 2002, vol. 4, iss. 4, pp. 2357–2360. DOI: 10.1021/ol026080o.
8. Moore J.D., Sprott K.T., Hanson P.R. Conformationally Constrained  $\alpha$ -Boc-Aminophosphonates via Transition Metal-Catalyzed/Curtius Rearrangement Strategies. *J. Org. Chem.*, 2002, vol. 67, iss. 23, pp. 8123–8129. DOI: 10.1021/jo0262208.
9. Moore J.D., Sprott K.T., Wroblewski A.D., & Hanson P.R. Double Diastereoselective Intramolecular Cyclopropanation to *P*-Chiral [3.1.0]-Bicyclic Phosphonates. *Org. Lett.*, 2002, vol. 4, iss. 14, pp. 2357–2360. DOI: 10.1021/ol026080o.
10. Moore J.D., Hanson P.R. Substituent Effects in the Double Diastereotopic Differentiation of  $\alpha$ -Diazophosphonates Via Intramolecular Cyclopropanation. *Tetrahedron: Asymm.*, 2003, vol. 14, iss. 7, pp. 873–880. DOI: 10.1016/S0957-4166(03)00081-8.
11. García C.M., Ferao A.E., Schnakenburg G., & Streubel R. CPh<sub>3</sub> as a Functional Group in P-heterocyclic Chemistry: Elimination of HCPH<sub>3</sub> in the Reaction of *P*-CPh<sub>3</sub> Substituted Li/Cl Phosphinidenoid Complexes with Ph<sub>2</sub>C=O. *Dalton Trans.*, 2016, vol. 45, iss. 6, pp. 2378–2385. DOI: 10.1039/C5DT04595A.

12. Hatano M., Horibe T., Ishihara K. Cover Picture: Chiral Magnesium(II) Binaphtholates as Cooperative Brønsted/Lewis Acid–Base Catalysts for the Highly Enantioselective Addition of Phosphorus Nucleophiles to  $\alpha,\beta$ -Unsaturated Esters and Ketones. *Angew. Chem., Int. Ed.*, 2013, vol. 52, iss. 17, pp. 4549–4554. DOI: 10.1002/anie.201302124.
13. Bestmann H.J., Riemer C., Dötzer R. Phosphinalkylene, 50. Zur Struktur von 2,2,2-Triphenyl-1,2 $\lambda^5$ -oxaphospholanen. *Chem. Ber.*, 1992, vol. 125, iss. 1, pp. 225–229. DOI: 10.1002/cber.19921250135.
14. Bhunia A., Roy T., Gonnade R.G., & Biju A.T. Rapid Access to Benzoxaphospholes and Their Spiro Analogues by a Three-Component Coupling Involving Arynes, Phosphines, and Activated Ketones. *Org. Lett.*, 2014, vol. 16, iss. 19, pp. 5132–5135. DOI: 10.1021/ol502490t.
15. Sharutin V.V., Bychkov V.T., Lebedev V.A., Bochkova R.I., Kuz'min E.A. [Thermolysis of Pentaphenyl Phosphorane in the Presence of Carbon Dioxide]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1986, vol. 56, no. 2, pp. 325–328. (in Russ.)
16. Zhidkov V.V., Sharutin V.V., Bel'skiy V.K., Magomedova N.S. [Interaction pentaphenylantimony with paraform]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1995, vol. 65, iss. 2, pp. 251–256. (in Russ.)
17. Razuvaev G.A., Osanova N.A., Brilkina T.G., Zinovjeva T.I., Sharutin V.V. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P<sup>V</sup> and Sb<sup>V</sup>. *J. Organometal. Chem.*, 1975, vol. 99, iss. 1, pp. 93–106. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)86365-2.
18. Shaturin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Boyarkina E.A. Tetraphenylphosphonium Carboxylates and Sulfonates. Synthesis and Structure. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2009, vol. 79, no. 1, pp. 78–87. DOI: 10.1134/S1070363209010125.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Rybakova A.V., Gubanov Y.O. Synthesis and Structure of Tetraphenylphosphonium Carboxylates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2018, vol. 88, № 8, pp. 1629–1634. DOI: 10.1134/S1070363218080133.
20. Sharutin V.V., Mukusheva N., Urzhumova A.V. [Synthesis and Structure of Tetraphenylphosphonium 2,4-Dinitrobenzenesulfonate]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2018, vol. 10, no. 2, pp. 48–54. DOI: 10.14529/chem180206.
21. Sharutin V.V. [The Role of Steric Factors in the Thermal Decomposition of Pentaphenyl Compounds of Phosphorus, Antimony, and Bismuth.]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1988, vol. 58, iss. 10, pp. 2305–2311. (in Russ.)
22. Sharutin V.V. [The Reaction of 5-Oxo-2,2,2-triphenylenes[c]-1,2-oxaphosphorin with Grignard and Hydroiodic acid. Thermolysis of Triphenyl-(*o*-carboxyphenyl)-phosphonium Iodide]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1990, vol. 60, iss. 6, pp. 1265–1267.
23. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
24. 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.
25. 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.
26. The Cambridge Crystallographic Database. Release. 2019. Cambridge. <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.
27. Batsanov S.S. [Atomic Radiuses of the Elements]. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1991, vol. 36, no. 12, pp. 3015–3037. (in Russ.)

Received 30 January 2020

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Рыбакова, А.В. 5,5-Диэтил-2,2,2-трифенилбенз[с]оксафосфолан, синтез и строение / А.В. Рыбакова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 2. – С. 16–22. DOI: 10.14529/chem200202

### FOR CITATION

Rybakova A.V. 5,5-Diethyl-2,2,2-triphenylbenz[c]oxaphospholane, Synthesis and Structure. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 2, pp. 16–22. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200202