

B₁₆H₂₀

1968

В. Н.
16 20

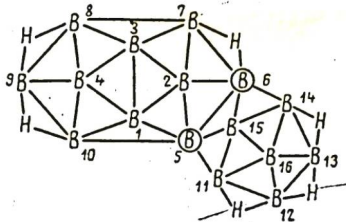
17 Б396. Структура нового бороводорода, $B_{16}H_{20}$.
 Friedman Lawrence B., Cook Richard E.,
 Glick Milton D. Structure of the new boron-hydride
 $B_{16}H_{20}$. «J. Amer. Chem. Soc.», 1968, 90, № 24, 6862—6863
 (англ.)

Структура

Проведено рентгеноструктурное исследование (автоматич. дифрактометр, 1059 отражений) нового бороводорода, $B_{16}H_{20}$ (I), полученного пиролизом $B_9H_{13}S(CH_3)_2$. Кристаллы монокл., a 5,85, b 13,67, c 16,75 Å; β $100^\circ 50'$; $Z=4$; ρ (изм.) 0,94—1,00; ф. гр. $P2_1/c$. Структура решена прямым методом Сейра и уточнена МНК в изотропном приближении, атомы H локализованы разностным синтезом, $R=0,08$. I — первый структурно изученный нейтральный боран, не обладающий молек. симметрией.

См. н/об.

Х. 1969. 17



Геометрию **1** можно рассматривать, как икосаэдрич. $B_{10}H_{14}$ и B_3H_{12} фрагменты, соединенные общим ребром $B_{(5)}-B_{(6)}$ (рис.). Длины связей $B-B$ 1,7—1,8 А, исключение составляют $B_{(5)}-B_{(6)}$ 1,68 и $B_{(5)}-B_{(10)}$ и $B_{(7)}-B_{(8)}$ 1,91 и 2,02 А. **1** имеет 6 мостиковых и 14 концевых атомов Н, длины связей $B-H$ соотв. 1,3 и 1,1 А. Все атомы В шестикординатные.

И. С. Астахова

ВР-У-6245

1968

$B_{16}H_{20}$

$B_{10}H_{14}$

T_{tr}

$B_{18}H_{22}$

6 В9. Химия боранов. Х. Новый устойчивый боран $B_{16}H_{20}$. Plešek J., Heřmánek S., Hanousek F. Chemistry of boranes. X. Novel stable borane $B_{16}H_{20}$. «Collect. Czechosl. Chem. Commun», 1968, 33, № 3, 699—705 (англ.)

Методами масс- и ИК-спектроскопии, снятия спектров в УФ-области, рентгенофазового анализа и ТСХ изучен боран $B_{16}H_{20}$ (I). Для получения I нагревали $B_9H_{13}SMe_2$ (II) в вакууме. Наблюдали выделение H_2 , диметилсульфида (III) и смеси боранов. Выход III 45,6%, содержание боранов в III 0,1%. Бораны, собранные при -78° , сублимировали при 60° в вакууме. Сублимиат состоял, в основном, из $B_{10}H_{14}$ (IV). Выделен чистый IV с т. пл. 99° . Выход IV 15,4%. Остаток после выделения IV снова

МЖНО

+2



Х. 1969. 6

сублимировали при 110° в вакууме и получали неочищенный I. В интервале $100-30^\circ$ получили загрязненный $B_{18}H_{22}$ (V), после перекристаллизации к-рого из гор. пентана получили V с т. пл. $179-80^\circ$. Выход V 27,2%. Маточный р-р от перекристаллизации V после объединения с сублимированным I снова подвергли сублимации при 100° в вакууме. Выделены бесцв. иглообразные кристаллы I с т. пл. $108-12^\circ$. Выход I 6,7%. I устойчив к действию O_2 воздуха. Методом ТСХ на силикагеле, обработанном $MeCOOH$, с применением в кач-ве элюантов гексана, циклогексана, Thf или бензола установлено, что значение коэф. R_f для боранов увеличивается по ряду IV—I—V, причем небольшая разность в величине R_f обусловлена только небольшими различиями в форме и размере молекул боранов. V обладает лучшей р-римостью в алифатич. углеводах по сравнению с I. В р-ре гексана V флуоресцирует в отличие от I. I легко гидролизуется. Описано взаимодействие I и III с образованием IV, кол-во к-рого увеличивалось в течение 24 час., а затем уменьшалось, образуя соединение с общей ф-лой $B_{10}H_{12}(SMe_2)_2$ и продукт неустойчивого состава. Изучено также взаимодействие I с PPh_3 ; наблюдали образование $B_{10}H_{12}(PPh_3)_2$. Э. Д. Рязанова

$B_{16}H_{20}$

1970

1 B511. Кристаллическая и молекулярная структура гексадекаборана (20). Friedman Lawrence B., Cook Richard E., Glick Milton D. The crystal and molecular structure of hexadecaborane (20). «Inorg. Chem.», 1970, 9, № 6, 1452—1458 (англ.)

Проведено рентгеноструктурное исследование (дифрактометр, λ Mo- $K\alpha$, 1095 отражений, метод Сейра, МНК в анизотропном приближении, $R=5,4\%$) $B_{16}H_{20}$ (I). Кристаллы монокл., a 5,849, b 13,67, c 16,75 Å, ρ 100,83°, ρ 0,94—1,00, $Z=4$, ф. гр. $P2_1/c$. Молекула состоит из 2 икосаэдрич. фрагментов $B_{10}H_{14}$ и B_8H_{12} , асимметрично сочлененных по общему ребру и открытых в противоположные стороны. В соответствии с номенклатурой Липскомба I должен быть назван октаборан-(12)[3,8 : 5,6]декабораном(14). Длины связей B—B 1,680—2,015, B—H (концевых) 1,08—1,16, B—H (мостиковых) 1,20—1,36 Å. Обсуждается механизм образования I, его хим. св-ва и возможность существования др. боранов, молекулы к-рых построены из икосаэдрич. фрагментов.

Н. Г. Бокний

стр-ра
(крист.)
и
мол. мод

X. 1970¹. 1