

***p*-Tolytelluro-dimethylstiban –
ein Molekül mit Tellur-Antimon-Bindung**

p-Tolytelluro-dimethylstibane.
A Molecule with the
Tellurium-Antimony-Bond

Wolf-Walther du Mont und
Tevfik Severengiz

Fachbereich Chemie
der Universität Oldenburg,
Postfach 2503, D-2900 Oldenburg

Hans Joachim Breunig*

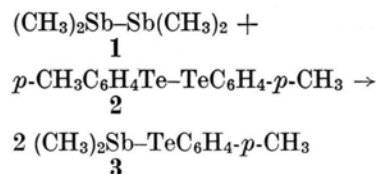
Fachbereich 02 (Chemie)
der Universität Bremen,
Leobener Straße, D-2800 Bremen

Z. Naturforsch. **38b**, 1306–1307 (1983);
eingegangen am 5. Juli 1983

MS, ¹²⁵Te NMR, Tellurium-Antimony Bond

Tetramethyldistibane reacts with equimolar amounts of di-*p*-tolylditelluride to yield quantitatively *p*-tolytellurodimethylstibane, the first molecule with a Te–Sb bond. The compound has been characterised by elemental analysis and by NMR and mass spectra.

Tetramethyldistiban (**1**) zeigt ähnlich wie einige Ditelluride und elementares Iod in Lösung und in flüssiger Phase eine andere Farbe als in festem Zustand, was auf zwischenmolekulare Wechselwirkungen im Kristall hindeutet [1–3]. In diesem Zusammenhang interessierte uns das Verhalten von Molekülen, die eine Sb–Te-Bindung als Chromophor enthalten. Molekülverbindungen mit Sb–Te-Verknüpfung wurden unseres Wissens bisher nicht beschrieben. Als ersten Vertreter der Tellurostibane stellten wir *p*-Tolytelluro-dimethylstiban (**3**) her, das sich rasch und vollständig bildet, wenn man Ditolylditellurid mit äquimolaren Mengen an **1** in Substanz oder in einem inerten Lösungsmittel wie Benzol oder Toluol umsetzt.



Die Reaktion läßt sich titrationsartig durchführen: Legt man das rote Ditellurid (**2**) vor, so ist beim

Farbumschlag von rot nach gelb die Reaktion abgeschlossen. Danach lassen sich die Edukte **1** und **2** auch spektroskopisch (¹H- und ¹²⁵Te-NMR, MS) nicht mehr nachweisen, **3** wird durch Entfernen des Lösungsmittels unter vermindertem Druck als gelbe Flüssigkeit isoliert.

Die Vollständigkeit der Bildung von **3** steht im Gegensatz zu den Gleichgewichts-Dismutationen von Dimethylditellurid mit Tetramethyldiphosphan oder Tetramethyldiarsan [4]. Gründe dafür könnten in der größeren Ionen-Kovalenz-Resonanzenergie von Sb–Te-Bindungen zu suchen sein. Insofern ähnelt die Dismutation des Distibans mit Ditolylditellurid eher der Umsetzung von **1** mit elementarem Iod [5, 6].

Die für das Distiban **1** typischen temperaturabhängigen Farbänderungen lassen sich an **3** nicht mehr beobachten. **3** behält auch beim Einfrieren oder beim Lösen in Benzol, Toluol oder Chloroform seine gelbe Farbe. An Luft tritt Rotfärbung durch Rückbildung des Ditellurids **2** ein, unter Schutzgas ist **3** dagegen beständig.

Die Identität von **3** ist außer durch Analysendaten besonders durch sein EI-Massenspektrum gesichert, das als intensivste Signalschar die des Molekülions zeigt. Die Intensitätsverteilung entspricht den errechneten Werten; der Abbau der Substituenten erfolgt bis zum nitrosyl-analogen Fragmentation SbTe⁺. Daneben treten Signale der Ionen (CH₃)₂Sb⁺ und C₇H₇Te⁺ sowie Umlagerungsprodukte auf. Das ¹H-NMR-Spektrum zeigt das erwartete Signalmuster, die Protonen der (CH₃)₂Sb-Gruppe weisen beim Übergang von **1** (δ 0,87 ppm) zu **3** (δ 1,02 ppm) eine Entschirmung auf, die sich beim Übergang zu (CH₃)₂SbI (δ 1,27 ppm) entsprechend fortsetzt. Das ¹²⁵Te-NMR-Signal von **3** ist um 295 ppm hochfeld-verschoben gegenüber dem Ditellurid **2**.

Experimentelles

Darstellung von *p*-Tolytelluro-dimethylstiban (**3**)

Zu 0,43 g (1,4 mmol) Tetramethyldistiban **1** [7] gibt man 0,62 g (1,4 mmol) Ditolylditellurid **2** [8]. Nach 10 h Rühren bei Raumtemp. hat sich **3** quantitativ als gelbe Flüssigkeit gebildet.

¹H-NMR: In C₆H₆: δ (CH₃–Sb) 1,02 ppm; in CDCl₃: δ 1,27 s (6H, CH₃–Sb), 2,30 s (3H, CH₃–C), 6,8–7,1 m (2H) und 7,5–7,7 m (2H) –C₆H₄–. ¹²⁵Te-NMR δ –295 ppm (in C₆D₆) (2 als Standard). MS (35 eV, 20 °C) *m/z* (rel. Intens.) 372(100) M⁺, 357(95) M⁺–CH₃, 342(40) M⁺–2CH₃, 251(25) SbTe⁺, 234(5) C₇H₇TeCH₃⁺, 227(25) C₇H₇SbCH₃⁺, 219(18) C₇H₇Te⁺, 212(10) C₇H₇Sb⁺, 151(20) (CH₃)₂Sb⁺, 136(10) CH₃Sb⁺, 91(95) C₇H₇.

C₉H₁₃SbTe (370,4)

Ber. C 29,2 H 3,51,

Gef. C 29,6 H 3,56.

* Sonderdruckanforderungen an Priv.-Doz. Dr. H. J. Breunig.

- [1] D. J. Sandman, J. C. Stark und B. M. Foxman, *Organometallics* **1**, 739 (1982).
- [2] F. A. Paneth und H. Loleit, *J. Chem. Soc.* **1985**, 366.
- [3] A. J. Ashe III, W. Butler und T. R. Diephouse, *J. Am. Chem. Soc.* **103**, 207 (1981).
- [4] P. Dehnert, J. Grobe, W. Hildebrandt und D. Le Van, *Z. Naturforsch.* **34b**, 1646 (1979).
- [5] H. J. Breunig und H. Jawad, *J. Organomet. Chem.* **243**, 417 (1983).
- [6] Vollständige Dismutation wurde auch zwischen **2** und sperrigen Diphosphanen beobachtet: W.-W. du Mont, R. Hensel und T. Severengiz, *Int. Conf. on Phosph. Chem.*, Nizza 1983, Abstr.
- [7] H. J. Breunig, V. Breunig-Lyriti und T. P. Knobloch, *Chem.-Ztg.* **101**, 399 (1977).
- [8] K. J. Irgolic und W. S. Haller, *J. Organomet. Chem.* **38**, 97 (1972).