

## Reaktionsprodukte aus Chlorsulfonium-Salzen und Alkoholen bzw. Wasser und deren IR-Spektren

Wolfgang Warthmann<sup>1)</sup> und Armin Schmidt\*

Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart,  
D-7000 Stuttgart-80, Pfaffenwaldring 55

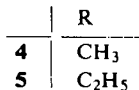
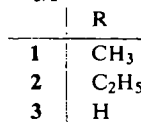
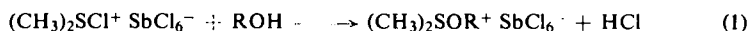
Eingegangen am 19. August 1974

Chlormethylsulfonium-hexachloroantimonate(V) reagieren mit Wasser bzw. Alkoholen unter Bildung von Hydroxymethyl- bzw. Alkoxyethylsulfonium-hexachloroantimonaten(V) (1–7). Die IR-Spektren dieser Verbindungen wurden zugeordnet.

### Products of the Reaction of Chlorsulfonium Salts with Alcohols or Water and their I.R. Spectra

Chlormethylsulfonium hexachloroantimonates(V) react with water or alcohols to yield hydroxymethyl- or alkoxyethylsulfonium hexachloroantimonates(V) (1–7). The i. r. spectra of these compounds were assigned.

Alkylchlorphosphonium-Kationen reagieren mit Alkoholen bzw. Wasser unter Bildung von Alkoxy- bzw. Hydroxyphosphonium-Salzen<sup>2)</sup>. Im Zusammenhang mit diesen Untersuchungen interessierten uns analoge Reaktionen der Chlorsulfoniumsalze nach den Gl. (1)–(3) und insbesondere die bisher nicht beschriebenen Schwingungsspektren der resultierenden Verbindungen.



Von diesen Alkoxyalzen wurden das Methoxydimethyl-<sup>3,4)</sup> (1) und Äthoxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (2)<sup>3)</sup> nach Gl. (1) bereits von anderer Seite dargestellt. 2 wurde dabei nach Gl. (1) durch Übergießen des Chlorsulfoniumsalzes

<sup>1)</sup> W. Warthmann, Teil einer der Univ. Stuttgart einzureichenden Dissertation.

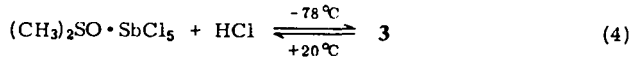
<sup>2)</sup> A. Schmidt, Z. Anorg. Allg. Chem. **362**, 129 (1968); K. Pressl und A. Schmidt, Chem. Ber. **106**, 2217 (1973).

<sup>3)</sup> H. Meerwein, K. F. Zinner und R. Gipp, Liebigs Ann. Chem. **688**, 67 (1965); H. Meerwein, E. Battenberg, H. Gold, W. Pfeil und G. Willfang, J. Prakt. Chem. **2** (154), 83 (1939).

<sup>4)</sup> S. G. Smith und S. Winstein, Tetrahedron **3**, 317 (1958).

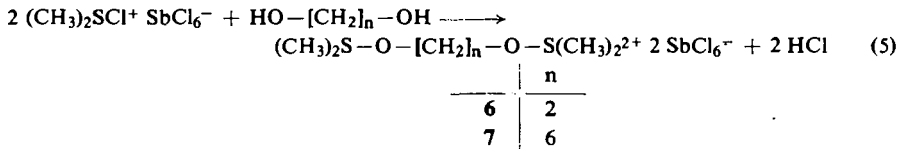
mit Äthanol und anschließendem Abziehen des Alkohols gewonnen. Wir erhielten diese Substanz in Dichlormethan als Lösungsmittel und einer äquivalenten Menge an Alkohol in erheblich besseren Ausbeuten.

Die Reaktion nach Gl. (1) für  $R = H$  führt nicht zum Hydroxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (3), sondern zum bekannten 1:1-Addukt aus Dimethylsulfoxid und Antimon(V)-chlorid<sup>5</sup>. Die Bildung dieser Additionsverbindung muß über 3 erfolgen, da dieses bei tiefer Temperatur nach Gl. (4) darstellbar ist, beim Anwärmen im Lösungsmittel auf 20°C jedoch entgegen der Bildungsreaktion wieder zerfällt.



Wird 3 bei tiefer Temperatur isoliert, dann ist es auch bei Raumtemperatur unbegrenzt haltbar. Zu dessen Stabilisierung im festen Zustand dürfte wohl im wesentlichen die Gitterenergie beitragen.

Umsetzungen von Chlordimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) mit zweiwertigen Alkoholen wie 1,2-Äthandiol oder 1,6-Hexandiol führen nach Gl. (5) glatt zum Äthylendioxybis[dimethylsulfonium]- (6) bzw. Hexamethylendioxybis[dimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)] (7).



Gl. (5) entsprechende Umsetzungen von Dichlormethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) führten nicht zu den erwarteten Produkten.

Nach Gl. (2) konnten wir die bisher unbekanntenen Dimethoxymethyl- und Diäthoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (4, 5), allerdings in vergleichsweise schlechten Ausbeuten, erhalten. Versuche, das Dihydroxymethylsulfonium-Salz darzustellen, führten auch unter den verschiedensten Reaktionsbedingungen stets zu schmierigen Reaktionsprodukten wechselnder Zusammensetzungen.

Auch Alkoholysversuche nach Gl. (3) führten nicht zu den erwarteten Trialkoxysulfonium-Salzen. Wir vermuten, daß diese zwar intermediär auftreten, jedoch nach der aus der Phosphorchemie bekannten Arbusov-Reaktion nach Gl. (6) unter Alkylchlorid-Abspaltung zerfallen. Die dabei sich bildenden Ester der schwefligen Säure dürften mit Antimon(V)-chlorid, wie von *Meerwein*<sup>6</sup> gezeigt wurde, unter Bildung von Alkoxyantimonotetrachlorid (Gl. (7)) reagieren.



<sup>5</sup> I. Lindquist und P. Einarson, Acta Chem. Scand. 13, 420 (1959).

<sup>6</sup> H. Meerwein, K. Bodenbrenner, P. Borner, F. Kunert und K. Wunderlich, Liebigs Ann. Chem. 632, 38 (1968).

Für diese Annahme spricht die Tatsache, daß wir neben Chlorwasserstoff und Alkylchloriden auch Schwefeldioxid als gasförmige Reaktionsprodukte beobachteten. Alkoxyantimontetrachlorid konnten wir jedoch nicht isolieren, was sicher damit zusammenhängt, daß dieses sowohl mit Alkohol<sup>7)</sup> als auch mit Chlorwasserstoff unter diesen Reaktionsbedingungen in noch nicht eindeutig gekläarter Weise reagiert.



Versuche, die Ester der schwefligen Säure nach Gl. (8) mit Trialkyloxonium-hexachloroantimonaten(V) zu den gesuchten Trialkoxysulfonium-Salzen zu alkylieren, führten ebenfalls nicht zum Erfolg. Auch hier bilden sich Alkylchlorid und Schwefeldioxid neben bisher nicht identifizierbaren löslichen Komponenten.

Tab. 1. Zuordnung der IR-Spektren von Methoxydimethyl-, Dimethoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (1 und 4) sowie von Dimethylsulfid<sup>8)</sup>

Zuordnung	$(CH_3)_2SOCH_3^+ SbCl_6^-$ (1)	$CH_3S(OCH_3)_2^+ SbCl_6^-$ (4)	$(CH_3O)_2SO$ <sup>8)</sup>
$\nu CH_3$ (S) as	3015 s 2995 s	3015 Sch 3005 s-m	-
$\nu CH_3$ (O)	2945 ss	2945 ss	3011 sst 2957 sst 2900 m 2837 st
$\nu CH_3$ (S) s	2915 sm	2915 sm	---
$\delta CH_3$ (O) as	1430 ss	1440 s 1432 s	1456 sst
$\delta CH_3$ (O) s	1370 Sch	1390 ss	1378 ss
$\delta CH_3$ (S) as Geg. T. Gl. T.	1415 sm 1400 Sch	?	-
$\delta CH_3$ (S) s Geg. T. Gl. T.	1386 s 1325 ss	1305 s	-
$\nu S-O$	-	-	1209 sst
$\rho CH_3$ (S)	1039 s 995 s	?	-
$\rho, \gamma CH_3$ (O)	1030 s 1005 s	?	?
$\nu C-O$ <sup>as</sup> <sub>s</sub>	948 m	945 mst 926 sst	988 sst 959 sst
$\gamma CH_3$ (S)	915 ss	982 mst	-
$\nu S-O$ <sup>as</sup> <sub>s</sub>	758 sm	782 m 758 s	733 sst 688 sst
$\nu C-S$	?	595 ss	-
$\nu SbCl$ as	330 sst	332 sst	-

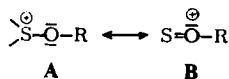
<sup>7)</sup> R. Laber und A. Schmidt, Z. Anorg. Allg. Chem. **405**, 71 (1974).

<sup>8)</sup> P. Klaeboe, Acta Chem. Scand. **22**, 2817 (1968).

Tab. 2. Zuordnung der IR-Spektren von Äthoxydimethyl-, Diäthoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (**2** und **5**) sowie von Diäthylsulfid

Zuordnung	$(\text{CH}_3)_2\text{SOC}_2\text{H}_5^+$ $\text{SbCl}_6^-$ ( <b>2</b> )	$\text{CH}_3\text{S}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2^+$ $\text{SbCl}_6^-$ ( <b>5</b> )	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{SO}$
$\nu\text{CH}_3$ (S) as	3020 Sch 3010 st	3020 sm 3010 sm	— —
$\nu\text{CH}_3-\text{CH}_2$ (O)	2990 mst 2985 mst 2920 m	2990 s	2985 st 2938 sm 2900 sm
$\nu\text{CH}_3$ (S) s	2910 m	2920 m	—
$\delta\text{CH}_3\text{CH}_2$ (O) as	1468 mst	1468 m 1438 m	1475 s 1445 sm
s	1370 Sch	1390 m	1388 m 1363 Sch
$\delta\text{CH}_3$ (S) as Geg. T. Gl. T.	1420 mst 1400 Sch	?	—
$\delta\text{CH}_3$ (S) s Geg. T. Gl. T.	1390 st 1322 sm	?	—
$\nu\text{S}=\text{O}$	—	—	1205 st—sst
$\rho,\gamma\text{CH}_3\text{CH}_2$	1145 ss 1099 s	1150 sm 1098 sm	1157 s 1090 ss
$\rho\text{CH}_3$ (S) Geg. T. Gl. T.	1029 sm 1002 m	958 mst	—
$\gamma\text{CH}_3$ (S)	945 s	?	—
$\nu\text{CCO}$ as Geg. T. Gl. T.	964 m	995 mst 978 st	1014 Sch 1000 st
$\nu\text{CCO}$ s Geg. T. Gl. T.	895 st—sst	914 st 895 st—sst	895 st 874 sst
$\nu\text{SO}$ as s	755 sm	760 m 728 ss	740 Sch 707 mst
$\nu\text{C}-\text{S}$	?	?	—
$\nu\text{SbCl}$ as	331 sst	332 sst	—

Durch Vergleich mit den Spektren der Chlormethylsulfonium-Salze<sup>9)</sup> und denen der Ester der schwefligen Säure<sup>8)</sup> lassen sich alle durch S-Methyl- und durch Alkoxy-Gruppen bedingte IR-Absorptionen zwanglos den entsprechenden CH- bzw. CO-Schwingungen zuordnen (Tab. 1–4). Die SO-Valenzschwingungen absorbieren für **1**, **2** und **4–7** eindeutig im Bereich der SO-Einfachbindungen, so daß der Grundzustand dieser Kationen praktisch ausschließlich durch die Grenzform A bestimmt wird, d. h. daß es sich bei den isolierten Verbindungen um Sulfonium- und nicht um Sulfoxonium-Salze handelt.



<sup>9)</sup> W. Warthmann und A. Schmidt, Spectrochim. Acta **30A**, 1243 (1974).

Tab. 3. Zuordnung der IR-Spektren von Dimethylsulfoxid, von dessen 1:1-Addukt mit Antimon(V)-chlorid und von Hydroxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (3)

Zuordnung		$(\text{CH}_3)_2\text{SO}^{10)}$	$(\text{CH}_3)_2\text{SO} \cdot \text{SbCl}_5^{11)}$	$(\text{CH}_3)_2\text{SOH}^+ \text{SbCl}_6^- (3)$
$\nu\text{OH}$		—	—	3270 mst (br)
$\nu\text{CH}$ as		2973 m	3008 s	3020 Sch
s		2908 m	2995 sm	3008 m
$\delta\text{CH}_3$ as	Geg. T.	1455 m	2910 sm	2920 m
	Gl. T.	1440 m	1414 s	1419 st
$\delta\text{CH}_3$ s	Geg. T.	1419 m	1404 s	1402 st
	Gl. T.	1405 m	1392 ss	1389 st
$\delta\text{OH}$		—	—	1325 m
$\nu\text{SO}$		1102 sst	873 st—sst	1195 st (br)
$\rho\text{CH}_3$	Geg. T.	1016 m	1030 sm	840 sst
	Gl. T.	1006 m	980 sm	1035 st
$\gamma\text{CH}$		929 s	940 ss	978 mst
$\rho\text{OH}$		—	—	950 s
$\nu\text{C—S}$ as		689 m	720 m	875 m ?
s		672 m	680 ss	728 sm
$\nu\text{Sb—O}$		—	498 st	670 ss

Tab. 4. Zuordnung der IR-Spektren von Äthylendioxybis[dimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)] und Hexamethylenedioxybis[dimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)] (6 und 7)

Zuordnung		$(\text{CH}_3)_2\text{SO} - [\text{CH}_2]_2 - \text{OS}(\text{CH}_3)_2^{2+} 2 \text{SbCl}_6^- (6)$	$(\text{CH}_3)_2\text{SO} - [\text{CH}_2]_6 - \text{OS}(\text{CH}_3)_2^{2+} 2 \text{SbCl}_6^- (7)$
$\nu\text{CH}_3$ (S) as		3010 mst	3010 mst
s		2995 mst	2995 mst
		2910 m	2915 mst
$\nu\text{CH}_2$		2935 m	2940 ss
		2920 m	
$\delta\text{CH}_2$		1465 mst	1440 s
		1455 m	1386 Sch
$\delta\text{CH}_3$ (S) as	Geg. T.	1418 m	1415 m
	Gl. T.	1400 m	1405 mst
$\delta\text{CH}_3$ (S) s	Geg. T.	1325 m	1323 m
	Gl. T.	1308 s	?
$\rho, \gamma\text{CH}_2$		1265 mst	1250 s
			1235 s
$\rho\text{CH}_3$ (S)	Geg. T.	1040 mst	1039 st
	Gl. T.	998 mst	1010 Sch
$\gamma\text{CH}_3$ (S)		952 m	960 s
$\nu\text{CO}$		912 sst	910 sst
$\nu\text{CC}$		808 m	?
$\nu\text{SO}$ as		?	753 sm
s		735 mst	718 mst
$\nu\text{SbCl}_6$		330 sst	330 sst

10) W. D. Horrocks jr. und F. A. Cotton, Spectrochim. Acta 17, 134 (1961).

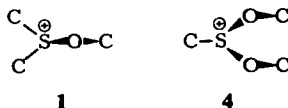
11) M. Burgard und M. J. F. Leroy, J. Mol. Struct. 20, 153 (1974).

Interessant ist ein Vergleich der CO- und SO-Valenzschwingungen von **1**, **4** und Dimethylsulfid (Tab. 5).

Tab. 5. CO- und SO-Valenzschwingungen von Methoxydimethyl-, Dimethoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) (**1** und **4**) und von Dimethylsulfid

	$(\text{CH}_3)_2\text{SOCH}_3^+$ $\text{SbCl}_6^-$ ( <b>1</b> )	$\text{CH}_3\text{S}(\text{OCH}_3)_2^+$ $\text{SbCl}_6^-$ ( <b>4</b> )	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{SO}$ <sup>8)</sup>
$\nu_{\text{CO}}$ as	948	945	988
s		926	959
Mittel	(948)	(936)	(973)
$\nu_{\text{SO}}$ as	758	782	733
s		758	688
Mittel	(758)	(770)	(711)

Beim Übergang von **1** nach **4** erfährt die CO-Valenzschwingung eine langwellige, die SO-Valenzschwingung dagegen eine kurzwellige Verschiebung, was durch unterschiedlich polare Anteile in den kovalenten CO- und SO-Bindungen erklärbar ist. Auf Grund der Elektronegativitätsunterschiede der Bindungspartner sind die CO- und SO-Bindungen so polarisiert, daß der Schwerpunkt der negativen Ladung zum O-Atom hin verschoben ist.



In **1** dürften die beiden Methylgruppen dazu beitragen, daß die SO-Bindung stärker polarisiert ist als in **4**. Das hat aber zur Folge, daß die CO-Bindung in **1** kovalenter als in **4** sein muß. Da die Lage der entsprechenden Valenzschwingungen durch den kovalenten Bindungsanteil bestimmt wird, bestätigen die Verschiebungen der Absorptionen diese Annahme.

Im Dimethylsulfid wird durch die Ausbildung einer SO-Doppelbindung die positive Formalladung am S-Atom abgebaut und damit dessen Elektronegativität verringert. Die zur Methoxygruppe ausgerichtete SO-Bindung muß dann polarer, die CO-Bindung kovalenter als in **1** und **4** werden. Das äußert sich in einer Erniedrigung der SO- und einer Erhöhung der CO-Kraftkonstanten.

Prinzipiell ähnliche Verhältnisse liegen in den Äthoxyverbindungen vor. Allerdings sind in diesem Falle die Ergebnisse nicht mehr so eindeutig, da durch Kopplung der C—C- mit der C—O-Valenzschwingung die Lage der betrachteten Absorptionen in nicht abschätzbarer Weise beeinflusst wird.

Vergleicht man die SO-Valenzabsorptionen des 1:1-Adduktes aus Dimethylsulfid und Antimon(V)-chlorid sowie von **3** mit denen von **1** und **4**, dann stellt man fest, daß in diesen beiden Verbindungen ein erheblicher SO-Mehrfachbindungsanteil, wie das durch die Grenzform **B** zum Ausdruck gebracht wird, vorliegen muß, d. h., daß diesen Substanzen Sulfoxoniumcharakter zukommt. Das ist verständlich, wenn

man annimmt, daß die Sb--O- und die O—H-Bindung im Vergleich zur CO-Bindung sehr stark polar sind. Dem O-Atom steht dann genügend Ladung zur Ausbildung einer partiellen SO-p<sub>π</sub>-d<sub>π</sub>-Bindung zur Verfügung.

Dem *Institut für Anorganische Chemie der Universität Stuttgart* danken wir für die Überlassung von Chemikalien und Geräten. Der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* und dem *Fonds der Chemischen Industrie* sind wir für finanzielle Unterstützung zu Dank verpflichtet.

## Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen wurden in wasserfreien Lösungsmitteln unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit durchgeführt. Die IR-Spektren wurden im Bereich 4000–1320 cm<sup>-1</sup> als Verreibungen in Hostafonöl und zwischen 1320 und 250 cm<sup>-1</sup> in Nujol mit einem linear in Wellenzahlen registrierenden IR-Spektrophotometer PE 457 (Perkin-Elmer) aufgenommen. Schmp. und Analysen der neuen Verbindungen s. Tab. 6.

1) *Methoxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)* (1) wurde nach l. c.<sup>3)</sup> hergestellt.

2) *Äthoxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)* (2): Zu einer Suspension von 4.32 g (10.0 mmol) Chlordimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) in 20 ml Dichlormethan wird unter Rühren bei Raumtemp. eine Lösung von 0.46 g (10.0 mmol) Äthanol in 10 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> getropft. Unmittelbar nach Beginn des Zutropfens entwickelt sich Chlorwasserstoff, und der Bodenkörper geht in Lösung. Nach 2stdg. Kochen unter Rückfluß wird das Lösungsmittel i. Vak. abgezogen. Aus 1,2-Dichloräthan/Dichlormethan (1:2) farblose, an der Luft zerfließliche Kristalle. Ausb. 3.8 g (86%).

3) *Hydroxydimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)* (3): 3.15 g (8.35 mmol) des 1:1-Adduktes aus Dimethylsulfoxid und Antimon(V)-chlorid<sup>5)</sup> werden in 25 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> gelöst. Nach Einleiten von Chlorwasserstoff bei -78°C scheidet sich ein farbloser, feinkristalliner Festkörper ab, der bei -78°C abfiltriert und i. Vak. getrocknet wurde. Nachwaschen mit CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> darf nicht erfolgen, da die Substanz unter HCl-Abspaltung in Lösung geht. Als Festkörper ist die Substanz unzersetzt lagerbar. Ausb. 3.12 g (90%).

4) *Umsetzung von Chlordimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) mit Wasser*: 4.32 g (10.0 mmol) des Salzes wurden bei Raumtemp. mit einer Lösung von 0.18 g (10.0 mmol) Wasser in 100 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> übergossen. Unter HCl-Entwicklung erfolgte Lösung. Nach 2stdg. Rühren bei Raumtemp. wurden ca. 80 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> abdestilliert. In der Kälte kristallisierte das 1:1-Addukt aus Dimethylsulfoxid und Antimon(V)-chlorid als farblose, feuchtigkeitsempfindliche Substanz aus. Ausb. 2.7 g (73%).

5) *Dimethoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)* (4) wurde wie unter 2), jedoch bei 0°C, dargestellt. Ansatz: 4.50 g (10.0 mmol) Dichlormethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) und 0.64 g (20.0 mmol) Methanol. Aus CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> farblose, feinkristalline, an der Luft zerfließliche Substanz. Ausb. 3.4 g (77%).

6) *Diäthoxymethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)* (5): Wie vorstehend beschrieben, aus 18.0 g (40.0 mmol) Dichlormethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) und 3.7 g (80.0 mmol) Äthanol. Aus 1,2-Dichloräthan farblose, feinkristalline, an der Luft zerfließliche Substanz. Ausb. 3.1 g (16%).

7) *Äthylendioxybis[dimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V)]* (6) wurde wie unter 2) dargestellt, jedoch blieb stets ein Bodenkörper, der abgesaugt und i. Vak. getrocknet wurde. Ansatz: 8.60 g (20.0 mmol) Chlordimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) und 0.62 g (10.0 mmol) Äthylenglycol. Ausb. 7.3 g (85%) farblose, feinkristalline Substanz.

8) *Hexamethylendioxybis(dimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V))* (7): Wie vorstehend beschrieben, aus 8.60 g (20.0 mmol) Chlordimethylsulfonium-hexachloroantimonat(V) und 1.20 g (10.0 mmol) 1,6-Hexandiol. Ausb. 9.0 g (100%) farblose, feinkristalline Substanz.

Tab. 6. Schmelzpunkte und Analysen der dargestellten Hexachloroantimonate

	Schmp.	Summenformel (Mol.-Masse)	Analyse			
			C	H	Cl	Sb
1	119°C	[C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> OS]SbCl <sub>6</sub> (427.5)	Ber. 8.42 Gef. 8.42	2.10 2.02	49.75 49.81	28.47 28.24
2	75–76°C (Lit. <sup>3)</sup> 104°C)	[C <sub>4</sub> H <sub>11</sub> OS]SbCl <sub>6</sub> (441.8)	Ber. 10.86 Gef. 10.77	2.49 2.34	48.18 48.15	27.57 27.63
3	109–110°C (Zers.)	[C <sub>2</sub> H <sub>7</sub> OS]SbCl <sub>6</sub> (413.6)	Ber. 5.81 Gef. 5.71	1.71 1.60	51.43 51.51	29.44 29.55
4	93°C	[C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> O <sub>2</sub> S]SbCl <sub>6</sub> (443.6)	Ber. 8.12 Gef. 8.11	2.02 2.01	47.95 47.73	27.45 27.31
5	74–76°C	[C <sub>5</sub> H <sub>13</sub> O <sub>2</sub> S]SbCl <sub>6</sub> (471.7)	Ber. 12.73 Gef. 12.26	2.78 2.67	45.10 45.12	25.81 26.02
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SO· SbCl <sub>5</sub>	114°C (Lit. <sup>5)</sup> 130°C)	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> OS·SbCl <sub>5</sub> (377.1)	Ber. 6.37 Gef. 6.34	1.60 1.52	47.00 47.46	32.28 31.97
6		[C <sub>6</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub> ][SbCl <sub>6</sub> ] <sub>2</sub> (853.3)	Ber. 8.45 Gef. 8.23	1.89 1.84	49.86 49.87	28.54 28.68
7	94–96°C	[C <sub>10</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub> ][SbCl <sub>6</sub> ] <sub>2</sub> (909.4)	Ber. 13.21 Gef. 13.10	2.66 2.64	46.78 46.53	26.78 26.49

[333/74]