

СИНТЕЗ И ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ 2,3-ДИФТОР- И 2,3,4,5,6-ПЕНТАФТОРБЕНЗОАТА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ

А.Н. Ефремов

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пентафенилсурьмы с 2,3-дифторбензойной и 2,3,4,5,6-пентафторбензойной кислотами в бензоле получены с выходом до 98 % 2,3-дифторбензоат тетрафенилсурьмы (**1**) и 2,3,4,5,6-пентафторбензоат тетрафенилсурьмы (**2**), которые также были синтезированы по реакции перераспределения лигандов из пентафенилсурьмы и дикарбоксилатов трифенилсурьмы. Соединения идентифицированы методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. По данным РСА, атомы сурьмы в соединениях **1**, **2** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных позициях. Согласно данным РСА, проведенного на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединений: **1** пространственная группа $P\bar{1}$, $a = 9,857(5)$, $b = 10,154(7)$, $c = 14,362(11)$ Å, $\alpha = 83,74(4)^\circ$, $\beta = 82,59(3)$, $\gamma = 68,34(2)^\circ$, $V = 1321,9(16)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,475$ г/см³, $Z = 2$; **2** пространственная группа $P2_1/c$, $a = 16,186(9)$, $b = 8,771(6)$, $c = 20,413(13)$ Å, $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 113,073(17)$, $\gamma = 90,00^\circ$, $V = 2666(3)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,597$ г/см³, $Z = 4$. Аксиальные углы OSbO несколько различаются и составляют $177,90(5)^\circ$ в **1** и $179,00(5)^\circ$ в **2**. Суммы экваториальных углов CSbC имеют значения $356,89(9)^\circ$ (**1**), $355,85(7)^\circ$ (**2**). Расстояния Sb–C_{экви} в соединениях **1** и **2** составляют 2,116(2), 2,119(2), 2,118(2) и 2,1073(17), 2,1158(18), 2,1152(19) Å соответственно, что значительно короче длин связей Sb–C_{акс} (2,169(2) и 2,1617(19) Å). Организация молекул в кристаллах соединений обусловлена водородными связями и CН…π-взаимодействиями колец арильных и карбоксильных лигандов. Основным отличием структур **1** и **2** являются различные длины связей Sb–O (2,2864(18) и 2,3168(18) Å), что обусловлено увеличением электроотрицательности карбоксильного лиганда в **2**, вызванного присутствием пяти электроотрицательных атомов фтора в бензоатном заместителе. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1980908 (**1**); 1977189 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Ключевые слова: 2,3-дифторбензоат тетрафенилсурьмы, пентафторбензоат тетрафенилсурьмы, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Особенности молекулярного и кристаллического строения карбоксилатов тетраарилсурьмы обсуждались в монографии [1], однако влияние электроотрицательности карбоксилатного лиганда на длину связи Sb–O ранее не рассматривалось, поскольку для этого требовалось сравнить особенности строения как минимум двух схожих между собой сурьмаорганических молекул, отличающихся только числом электроотрицательных атомов в карбоксилатном заместителе. Для этой цели были выбраны 2,3-дифторбензоат тетрафенилсурьмы (**1**) и 2,3,4,5,6-пентафторбензоат тетрафенилсурьмы (**2**).

Реакции дефенилирования пентафенилсурьмы карбоновыми кислотами лежат в основе эффективного метода синтеза карбоксилатов тетрафенилсурьмы Ph₄SbOC(O)R [2–28]. Эффективный способ синтеза карбоксилатов тетраарилсурьмы основан на реакции замещения атома галогена в галогениде тетраарилсурьмы на карбоксилатную группу [29, 30]. Еще одним способом синтеза производных тетраарилсурьмы Ar₄SbX также является метод, основанный на реакции галогенида тетраарилсурьмы с соединениями, содержащими активный атом водорода, в присутствии амина [31, 32].

По другому способу карбоксилаты тетрафенилсурьмы получают из пентафенилсурьмы и дикарбоксилатов трифенилсурьмы, при этом выход целевого соединения приближается к количественному [33, 34]. Отметим работы [35, 36], в которых описан метод идентификации кар-

Химия элементоорганических соединений

боновых кислот, заключающийся в осаждении ацилатов тетраарилсурьмы при обработке водного раствора сульфата тетраарилсурьмы органической кислотой. Реакция эффективна лишь при определенном значении pH реакционной смеси; выход получаемых при этом сурьмаорганических соединений достигал 70–80 %. Из анализа литературных данных нами выбран первый метод синтеза карбоксилатов тетрафенилсурьмы.

В настоящей работе синтезированы и структурно охарактеризованы 2,3-дифторбензоат тетрафенилсурьмы (**1**) и 2,3,4,5,6-пентафторбензоат тетрафенилсурьмы (**2**).

Экспериментальная часть

Синтез 1 и 2 осуществляли по методикам, описанным в работе [16].

Соединение **1**, выход 89 %, т. пл. 189 °С. ИК-спектр, ν , см^{-1} : 3097, 3064, 3043, 2987, 1633, 1625, 1587, 1570, 1521, 1479, 1435, 1352, 1321, 1269, 1220, 1188, 1159, 1149, 1101, 1064, 1020, 997, 950, 833, 815, 779, 758, 736, 692, 669, 653, 623, 516, 468, 451, 426. Найдено, %: С 63,24; Н 3,95. $\text{C}_{31}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{F}_2\text{Sb}$. Вычислено, %: С 63,37; Н 3,92.

Соединение **2**, выход 91 %, т. пл. 161 °С (с разл.). ИК-спектр, ν , см^{-1} : 3068, 2987, 2926, 1656, 1645, 1573, 1516, 1485, 1436, 1332, 1274, 1192, 1182, 1163, 1103, 1068, 1018, 989, 925, 914, 823, 750, 738, 692, 653, 615, 580, 503, 462, 451, 418. Найдено, %: С 57,96; Н 3,19. $\text{C}_{31}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{F}_5\text{Sb}$. Вычислено, %: С 58,03; Н 3,12.

ИК-спектры соединений **1**, **2** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетках КВг в области 4000–400 см^{-1} .

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов соединений **1**, **2** проведен на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [37]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [38], OLEX2 [39]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структур 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 (№ 1980908 (**1**); 1977189 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур **1**, **2**

Параметр	1	2
<i>M</i>	587,24	641,22
Сингония	Триклинная	Моноклинная
Пр. группа	$P\bar{1}$	$P2_1/c$
<i>a</i> , \AA	9,857(5)	16,186(9)
<i>b</i> , \AA	10,154(7)	8,771(6)
<i>c</i> , \AA	14,362(11)	20,413(13)
α , град	83,74(4)	90,00
β , град	82,59(3)	113,073(17)
γ , град	68,34(2)	90,00
<i>V</i> , \AA^3	1321,9(16)	2666(3)
<i>Z</i>	2	4
ρ (выч.), г/см^3	1,475	1,597
μ , мм^{-1}	1,083	1,097
<i>F</i> (000)	588,0	1272,0
Размер кристалла, мм	$0,32 \times 0,28 \times 0,11$	$0,27 \times 0,21 \times 0,13$
Область сбора данных по 2θ , град	6,92–74,46	5,96–68,84
Интервалы индексов отражений	$-16 \leq h \leq 16$, $-17 \leq k \leq 17$, $-24 \leq l \leq 24$	$-25 \leq h \leq 25$, $-13 \leq k \leq 13$, $-32 \leq l \leq 32$

Окончание табл. 1

Параметр	1	2
Измерено отражений	94563	111355
Независимых отражений	13547 ($R_{int} = 0,0542$)	11210 ($R_{int} = 0,0337$)
Переменных уточнения	325	352
<i>GOOF</i>	1,014	1,032
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0431,$ $wR_2 = 0,0734$	$R_1 = 0,0289,$ $wR_2 = 0,0619$
<i>R</i> -факторы по все отражениям	$R_1 = 0,0941,$ $wR_2 = 0,0841$	$R_1 = 0,0491,$ $wR_2 = 0,0692$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{Å}^3$	0,47/-0,55	0,41/-0,77

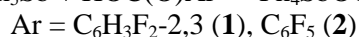
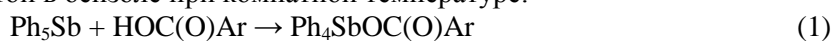
Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1, 2

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω , град.
1			
Sb(1)–O(1)	2,2864(18)	C(21)Sb(1)O(1)	86,15(8)
Sb(1)–C(21)	2,116(2)	C(21)Sb(1)C(11)	129,38(9)
Sb(1)–C(11)	2,119(2)	C(21)Sb(1)C(1)	113,15(8)
Sb(1)–C(1)	2,118(2)	C(21)Sb(1)C(31)	94,19(8)
Sb(1)–C(31)	2,169(2)	C(11)Sb(1)O(1)	82,98(8)
O(1)–C(47)	1,280(2)	C(11)Sb(1)C(31)	95,22(8)
F(2)–C(43)	1,344(3)	C(1)Sb(1)O(1)	83,27(7)
F(1)–C(42)	1,345(3)	C(1)Sb(1)C(11)	114,36(9)
O(2)–C(47)	1,223(2)	C(1)Sb(1)C(31)	98,49(7)
C(21)–C(22)	1,376(3)	C(31)Sb(1)O(1)	177,90(5)
2			
Sb(1)–O(1)	2,3168(18)	C(31)Sb(1)O1	179,00(5)
Sb(1)–C(31)	2,1617(19)	C(1)Sb(1)O1	84,24(6)
Sb(1)–C(1)	2,1073(17)	C(1)Sb(1)C31	95,34(7)
Sb(1)–C(11)	2,1152(19)	C(1)Sb(1)C11	130,17(6)
Sb(1)–C(21)	2,1158(18)	C(1)Sb(1)C21	110,59(7)
O(1)–C(47)	1,278(2)	C(11)Sb(1)O1	84,69(6)
F(5)–C(46)	1,346(3)	C(11)Sb(1)C31	94,90(7)
F(2)–C(43)	1,345(5)	C(11)Sb(1)C21	115,09(6)
F(1)–C(42)	1,319(3)	C(21)Sb(1)O1	80,35(6)
F(3)–C(44)	1,338(3)	C(21)Sb(1)C31	100,65(6)
F(4)–C(45)	1,344(5)	C(47)O(1)Sb1	125,50(11)
O(2)–C(47)	1,219(2)	C(36)C(31)Sb1	120,72(12)

Обсуждение результатов

В данной работе синтез карбоксилатов тетрафенилсурьмы осуществлен по реакции пентафенилсурьмы с карбоновой кислотой в бензоле при комнатной температуре:



Установлено, что независимо от соотношения исходных реагентов, продуктами реакции являются карбоксилаты тетрафенилсурьмы.

Химия элементоорганических соединений

Карбоксилаты тетрафенилсурьмы также синтезировали по реакции перераспределения радикалов из пентафенилсурьмы и дикарбоксилатов трифенилсурьмы по методике, описанной в [32, 34].



Отметим, что выход полученных по указанной реакции целевых продуктов был несколько ниже, чем в реакции (1). Исходные дикарбоксилаты трифенилсурьмы получали по реакции окислительного присоединения из трифенилсурьмы и карбоновой кислоты в присутствии гидропероксида третичного бутила в эфире при комнатной температуре по методике, описанной в [40–43].

Строение соединений подтверждено методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. Кристаллы, пригодные для РСА, были выделены после перекристаллизации продуктов реакции из смеси бензол – октан (2:1 объемн.). Соединения представляют собой твердые, устойчивые на воздухе бесцветные вещества с четкой температурой плавления.

В ИК-спектрах соединений **1**, **2** наблюдаются интенсивные полосы поглощения валентных колебаний фрагмента SbC_3 при 451, 468 и 451, 462 cm^{-1} соответственно. Полосы поглощения при 1625, 1633 cm^{-1} (**1**) и 1645, 1656 cm^{-1} (**2**) характеризуют колебания $\nu(\text{C}=\text{O})$ [44]. ИК-спектры соединений содержат полосы валентных колебаний углеродного скелета арильных групп: 1479, 1435 cm^{-1} (**1**); 1485, 1436 cm^{-1} (**2**). Валентным колебаниям связей $\text{C}_{\text{Ar}}-\text{H}$ отвечает полоса поглощения средней интенсивности при 3064 (**1**), 3068 (**2**) cm^{-1} , а внеплоскостным деформационным колебаниям этих же связей – интенсивные полосы при 736 и 692 (**1**), 738 и 692 (**2**) cm^{-1} .

По данным РСА, атомы сурьмы в соединениях **1**, **2** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных позициях (рис. 1, 2).

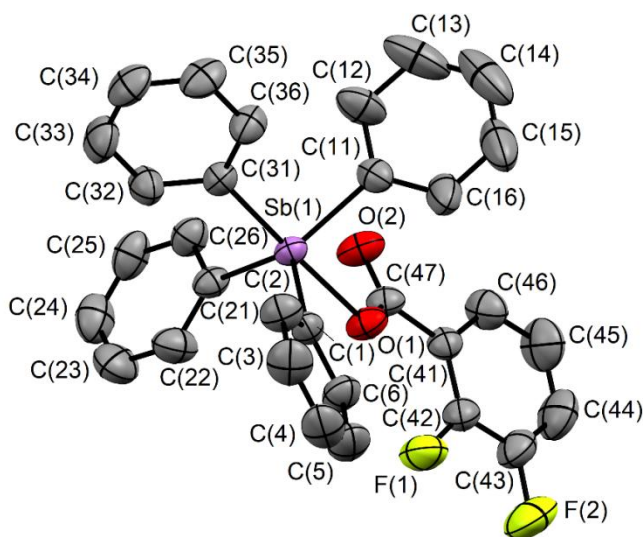


Рис. 1. Строение соединения **1**

Аксиальные углы OSbC несколько различаются и составляют $177,90(5)^\circ$ в **1** и $179,00(5)^\circ$ в **2**. Суммы экваториальных углов CSbC имеют значения $356,89(9)^\circ$ (**1**), $355,85(7)^\circ$ (**2**), что характерно для подобных соединений сурьмы [45]. Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости $[\text{C}_3]$ в сторону аксиального атома углерода на 0,215 (**1**) и 0,248 (**2**) Å. Чтобы минимизировать внутри- и межмолекулярные взаимодействия, фенильные кольца повернуты вокруг связей $\text{Sb}-\text{C}_{\text{экв}}$ таким образом, что двугранные углы между экваториальной плоскостью и плоскостями колец составляют $8,59^\circ$ [$\text{C}(21)-\text{C}(26)$], $38,32^\circ$ [$\text{C}(11)-\text{C}(16)$], $81,48^\circ$ [$\text{C}(1)-\text{C}(6)$] в **1**; $10,77^\circ$ [$\text{C}(1)-\text{C}(6)$], $49,63^\circ$ [$\text{C}(21)-\text{C}(26)$], $56,65^\circ$ [$\text{C}(11)-\text{C}(16)$] в **2**. Отметим, что плоскость фенильного кольца $\text{C}(21)-\text{C}(26)$ в соединении **1** практически компланарна экваториальной плоскости, при этом угол между плоскостями $[\text{C}_3]$ и кольца $\text{C}(1)-\text{C}(6)$ приближается к 90° .

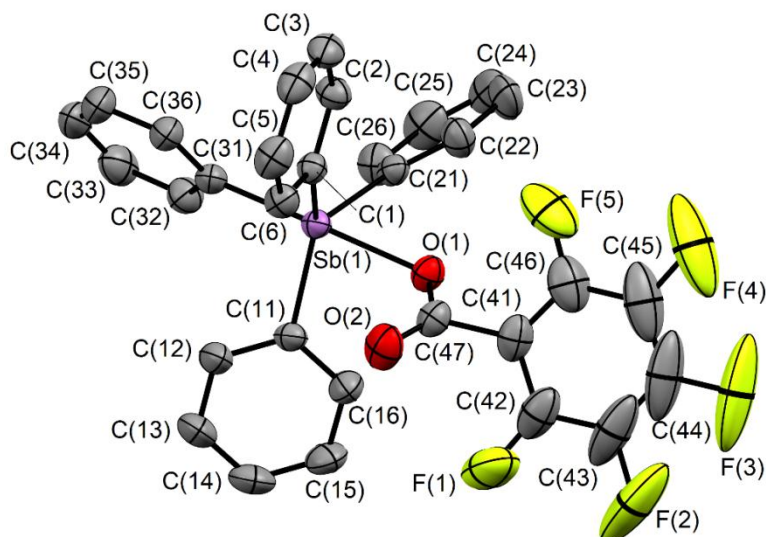


Рис. 2. Строение соединения 2

Расстояния Sb–C_{экв} в соединениях **1** и **2** составляют 2,116(2), 2,119(2), 2,118(2) и 2,1073(17), 2,1158(18), 2,1152(19) Å соответственно, что значительно короче длин связей Sb–C_{акс} (2,169(2) и 2,1617(19) Å). Основным отличием структур **1** и **2** являются различные длины связей Sb–O (2,2864(18) и 2,3168(18) Å), что обусловлено увеличением электроотрицательности карбоксильного лиганда в **2**, вызванного присутствием пяти электроотрицательных атомов фтора в бензоатном заместителе.

Наличие внутримолекулярных взаимодействий между атомом сурьмы и карбонильным атомом кислорода является неотъемлемой характеристикой карбоксилатов тетраарилсурьмы [1–28]. Величина контактов Sb…O=C в структурах соединений **1** и **2** составляет 3,189(2) и 3,509(2) Å соответственно, что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов сурьмы и кислорода (3,70 Å) [46]. Такое взаимодействие вызывает увеличение одного экваториального угла (129,38(9)° (**1**), 130,17(6)° (**2**)), расположенного со стороны внутримолекулярного контакта.

Формирование кристаллической структуры соединения **1** обусловлено наличием водородных связей с участием карбонильного атома кислорода (2,37, 2,56 Å) и C–H…π-взаимодействий колец арильных и карбоксильных лигандов. Данные взаимодействия структурируют молекулы кристалла в слои, расположенные ортогонально кристаллографической оси *c* (рис. 3).

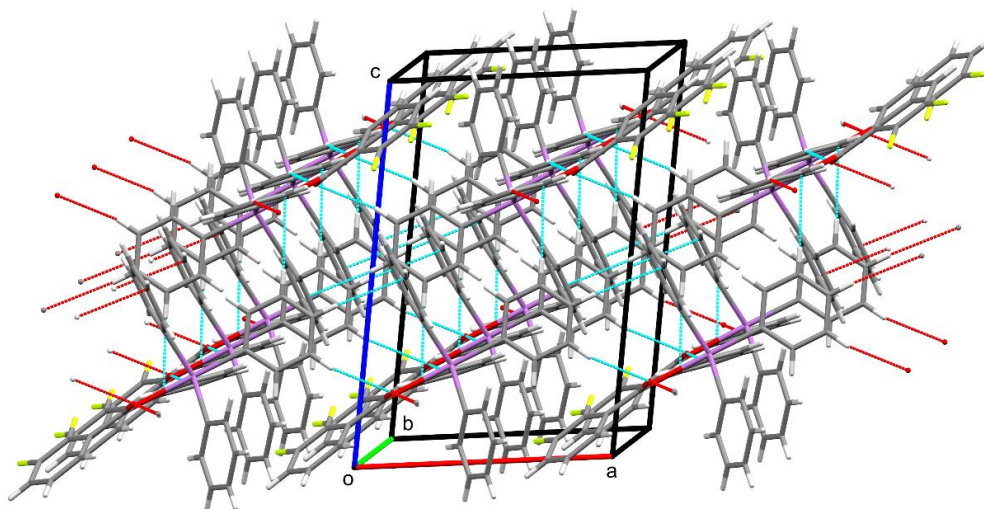


Рис. 3. Упаковка молекул в кристалле соединения 1

Пространственная сетка кристалла соединения **2** образуется не только благодаря взаимодействиям типа $\text{H}\cdots\text{O}=\text{C}$ (2,68 Å) и $\text{CH}\cdots\pi$, но и водородным связям с участием карбоксильного кислорода (2,71 Å) и атома фтора карбоксилатного лиганда (2,62 Å) (рис. 4).

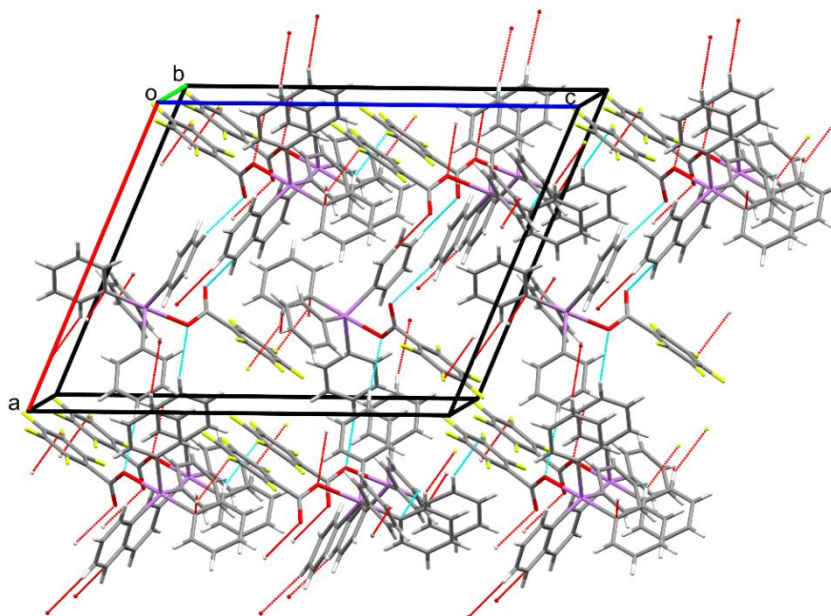


Рис. 4. Упаковка молекул в кристалле соединения **2**

Выводы

Таким образом, взаимодействием пентафенилсурьмы с 2,3-дифторбензойной и 2,3,4,5,6-пентафторбензойной кислотами в бензоле получены 2,3-дифторбензоат тетрафенилсурьмы (**1**) и 2,3,4,5,6-пентафторбензоат тетрафенилсурьмы (**2**), которые также были синтезированы по реакции перераспределения лигандов из пентафенилсурьмы и дикарбоксилатов трифенилсурьмы. Соединения идентифицированы методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. По данным РСА, атомы сурьмы в соединениях **1**, **2** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных позициях.

Благодарности

Выражаю благодарность проф. В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

Литература

1. Шарутин, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы(V) / О.К. Шарутин, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издат. центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.
2. Синтез и строение 3,3,3-трифторпропанатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутин, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорган. химии. – 2019. – Т. 64, № 10. – С. 1051–1056. DOI: 10.1134/S0044457X19100131.
3. Шарутин, В.В. Синтез и строение производных тетра-*para*-толилсурьмы $(4\text{-MeC}_6\text{H}_4)_4\text{SbX}$, $\text{X} = \text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2)_2$, $\text{OC}(\text{O})\text{C}\equiv\text{CPh}$, $\text{ON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{NMe}_2)_4$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутин // Журн. неорган. химии. – 2017. – Т. 62, № 7. – С. 925–929. DOI: 10.7868/S0044457X17070224.
4. Шарутин, В.В. Синтез и строение 2-гидрокси-4-тетрафенилстибоксibenзоата тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутин, Ю.О. Губанова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2017. – Т. 9, № 4. – С. 56–60. DOI: 10.14529/chem170409.
5. Синтез и строение 1-адамтанкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамтанкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутин и др. // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1641.
6. Шарутин, В.В. Синтез и строение *N*-бензоилглицината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутин, К.А. Хныкина // Журн. неорган. химии. – 2016. – Т. 61, № 2. – С. 192–194. DOI: 10.7868/S0044457X16020197.

7. Шарутин, В.В. Синтез и строение фенилпропионатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Р. Котляров // Журн. неорган. химии. – 2015. – Т. 60, № 4. – С. 525–528. DOI: 10.7868/S0044457X15040236.
8. Шарутин, В.В. Синтез и строение 4-оксибензоатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорган. химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1182–1186. DOI: 10.7868/S0044457X14090189.
9. Синтез и термическое разложение производных ацилокситетрафенилсурьмы / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин и др. // Изв. РАН. Сер. хим. – 1996. – № 1. – С. 194–198.
10. Reactions of Pentaphenylantimony with Dicarboxylic acids / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.P. Rakusina et al. // J. Organomet. Chem. – 1997. – V. 536, № 1. – P. 87–92. DOI: 10.1016/S0022-328X(96)06463-7.
11. Синтез и строение кислого фталата тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, И.Г. Мельникова и др. // Изв. РАН. Сер. хим. – 1996. – № 8. – С. 2082–2085.
12. Синтез и строение 2-фуруината и бензоататетрафенилсурьмы / В.А. Шарутин, А.П. Пакузина, Т.П. Платонова и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 11. – С. 803–808.
13. Синтез и строение ниацината тетрафенилсурьмы / В.А. Шарутин, А.П. Пакузина, Т.П. Платонова и др. // Журн. общ. химии. – 2003. – Т. 73, № 2. – С. 234–237.
14. Синтез и строение пентафторбензоата тетрафенилсурьмы и нитрата тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. – 2001. – Т. 27, № 6. – С. 423–427.
15. Синтез фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Журн. общ. химии. – 2002. – Т. 72, № 3. – С. 419–420.
16. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 5. – С. 356–363.
17. Синтез и строение тетрафторфталата *бис*(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Журн. неорг. химии. – 2002. – Т. 72, № 12. – С. 2029–2032.
18. Фенилглиоксилат тетрафенилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Журн. неорг. химии. – 2002. – Т. 72, № 2. – С. 245–248.
19. Шарутин, В.В. Синтез и строение кислого малоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина // Журн. неорг. химии. – 2014. – Т. 59, № 2. – С. 247. DOI: 10.7868/S0044457X14020184.
20. Шарутин, В.В. Синтез и строение сукцината, малата и тартрата *бис*(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2014. – Т. 40, № 9. – С. 559. DOI: 10.7868/S0132344X14090072.
21. Sharutin, V.V. Interaction of Pentaphenylantimony with Acetylenedicarboxylic Acid. Molecular Structure of *Bis*(tetraphenylantimony) Acetylenedicarboxylate / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Yu.O. Gubanova // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2015. – V. 7, № 4. – P. 17–22. DOI: 10.14529/chem150403.
22. Шарутин, В.В. Синтез и строение тетрафторфталата *бис*(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. неорг. химии. – 2015. – Т. 60, № 3. – С. 340. DOI: 10.7868/S0044457X15030174.
23. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // J. Organomet. Chem. – 2015. – V. 798. – P. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002.
24. Шарутин, В.В. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Коорд. химия. – 2014. – Т. 40, № 2. – С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108.
25. Synthesis and Structure of *Bis*(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // Mendeleev Commun. – 2018. – V. 28, № 6. – P. 621–622. DOI: 10.1016/j.mencom.2018.11.019.
26. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // Inorg. Chim. Acta. – 2019. – V. 494. – P. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029
27. Шарутин, В.В. Синтез и строение салицилальдоксиматов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова // Журн. неорг. химии. – 2012. – Т. 57, № 6. – С. 902.

28. Шарутин, В.В. Синтез и строение оксиматов тетрафенилсурьмы: $\text{Ph}_4\text{SbON}=\text{CHR}$ ($\text{R} = \text{C}_6\text{H}_4\text{Br}-2, \text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2-2, \text{C}_4\text{H}_3\text{S}$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2017. – Т. 43, № 4. – С. 244–249. DOI: 10.7868/S0132344X17040065.
29. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety / L. Quan, H. Yin, J. Cui et al. // J. Organomet. Chem. – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
30. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands / H.-D. Yin, L.-Y. Wen, J.-C. Cui et al. // Polyhedron. – 2009. – V. 28, № 14. – P. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
31. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates / G.-C. Wang, Y.-N. Lu, J. Xiao et al. // J. Organomet. Chem. – 2005. – V. 690, № 1. – P. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
32. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates / J.-S. Li, R.-C. Liu, X.-B. Chi et al. // Inorg. Chim. Acta – 2004. – V. 357. – P. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
33. Способ получения солей тетрафенилстибония общей формулы Ph_4SbX [$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}, \text{OC}(\text{O})\text{Ph}, \text{SCN}$] / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 1996. – Т. 66, № 10. – С. 1755–1756.
34. Реакции пентаарилсурьмы с диацилатами триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакулина и др. // Журн. общ. хим. – 1997. – Т. 67, № 9. – С. 1536–1541.
35. Affsprung, H.E. Tetraphenylstibonium Sulfate as a Reagent for the Qualitative Analysis of Organic Acids / H.E. Affsprung, H.E. May // Analyt. Chem. – 1960. – V. 32. – P. 1164–1166. DOI: 10.1021/ac60165a034.
36. Affsprung, H.E. Tetratoylstibonium Sulfate a New Reagent for the Qualitative Analysis of Organic Acids / H.E. Affsprung, A.B. Gainer // Analyt. Chem. Acta. – 1962. – V. 27. – P. 578–584. DOI: 10.1016/S0003-2670(00)88556-6.
37. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
38. 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.
39. OLEX2: 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.
40. Синтез и строение бис(1-адамтанкарбоксилото)трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакулина и др. // Журн. неорг. химии. – 2008. – Т. 53, № 8. – С. 1335–1341.
41. Синтез, строение и фотохимические свойства комплексов $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{HF}_4-2,3,4,5]_2$, $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{Br}]_2$, $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3]_2$ ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_3\text{OMe}-2-\text{Br}-5$) / Е.В. Артемьева, О.К. Шарутина, В.В. Шарутин и др. // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 1. – С. 25–33. DOI: 10.31857/S0044457X20010031
42. Синтез и особенности строения бис(циклопропанкарбоксилата) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. общ. химии. – 2012. – Т. 82, № 10. – С. 1646–1649.
43. Шарутин, В.В. Синтез и особенности строения дикарбоксилатов трис(5-бром, 2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорг. химии. – 2014. – Т. 59, № 4. – С. 481. DOI: 10.7868/S0044457X14040217
44. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
45. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.
46. Бацанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бацанов // Журн. неорганической химии. – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.

Ефремов Андрей Николаевич – аспирант, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: efremov_an94@mail.ru

Поступила в редакцию 4 августа 2020 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE FEATURES OF TETRAPHENYLANTIMONY 2,3-DIFLUORO- AND 2,3,4,5,6-PENTAFLUOROBENZOATE

A.N. Efremov, efremov_an94@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tetraphenylantimony 2,3-difluorobenzoate (**1**) and tetraphenylantimony 2,3,4,5,6-pentafluorobenzoate (**2**) was obtained by the interaction of pentaphenylantimony with 2,3-difluorobenzoic and 2,3,4,5,6-pentafluorobenzoic acids in benzene with a yield of up to 98 %. The compounds were also synthesized by the ligand redistribution reaction between pentaphenylantimony and triphenylantimony dicarboxylates. The compounds have been identified by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. According to the X-ray diffraction data, the antimony atoms in compounds **1** and **2** have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the oxygen atom in axial positions. X-ray diffraction analysis was performed on a D8 QUEST diffractometer (Bruker). The crystallographic parameters of the unit cell of the compounds: **1** space group $P\bar{1}$, $a = 9.857(5)$, $b = 10.154(7)$, $c = 14.362(11)$ Å, $\alpha = 83.74(4)^\circ$, $\beta = 82.59(3)$, $\gamma = 68.34(2)^\circ$, $V = 1321.9(16)$ Å³, $\rho_{\text{calc}} = 1.475$ g/cm³, $Z = 2$; **2** space group $P2_1/c$, $a = 16.186(9)$, $b = 8.771(6)$, $c = 20.413(13)$ Å, $\alpha = 90.00^\circ$, $\beta = 113.073(17)$, $\gamma = 90.00^\circ$, $V = 2666(3)$ Å³, $\rho_{\text{calc}} = 1.597$ g/cm³, $Z = 4$. The OSbO axial angles are slightly different and amount to $177.90(5)^\circ$ in **1** and $179.00(5)^\circ$ in **2**. The sums of the CSbC equatorial angles are $356.89(9)^\circ$ (**1**), $355.85(7)^\circ$ (**2**). The Sb–C_{eq} distances in compounds **1** and **2** are 2.116(2), 2.119(2), 2.118(2) and 2.1073(17), 2.1158(18), 2.1152(19) Å respectively, which are significantly shorter than the Sb–C_{ax} bond lengths (2.169(2) and 2.1617(19) Å). The organization of molecules in the crystals of compounds is due to hydrogen bonds and CH... π -interactions of the aryl and carboxyl ligands. The main difference between structures **1** and **2** is the different Sb–O bond lengths (2.2864(18) and 2.3168(18) Å), which is due to an increase in the electronegativity of the carboxyl ligand in **2**, caused by the presence of five electronegative fluorine atoms in the benzoate substituent.

Complete tables of atom coordinates, bond lengths and valence angles are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (No. 1980908 (**1**); 1977189 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Keywords: tetraphenylantimony 2,3-difluorobenzoate, tetraphenylantimony pentafluorobenzoate, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis.

References

1. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekulyarnye struktury organicheskikh soedineniy sur'my(V)* [Molecular Structures of Antimony(V) Organic Compounds]. Chelyabinsk, SUSU, 2012. 395 p.
2. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Tri- and Tetraphenylantimony 3,3,3-Trifluoropropanates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2019, vol. 64, no. 10, pp. 1229–1234. DOI: 10.1134/S0036023619100139
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Tetra-*para*-tolylantimony Derivatives (4-MeC₆H₄)₄SbX, X = OC(O)C₆H₄(NO₂-2), OC(O)C≡CPh, ON=CHC₆H₄(NMe₂-4): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 7, pp. 905–909. DOI: 10.1134/s003602361707021x.
4. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Yu.O. [Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 2-Hydroxy-4-tetraphenylstiboxybenzoate] *Bull. of the SUSU. Ser. Chemistry*, 2017, vol. 9, no. 4, pp. 56–60. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem170409.
5. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 1-Adamantanecarboxylate and Triphenylantimony Bis(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2009, vol. 79, no. 10, pp. 2131–2136. DOI: 10.1134/s1070363209100107.
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Khnykina K.A. Tetraphenylantimony N-Benzoylglycinate: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2016, vol. 61, no. 2, pp. 180–182. DOI: 10.1134/s0036023616020194.

7. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kotlyarov A.R. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Phenylpropiolates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 4, pp. 465–468. DOI: 10.1134/s0036023615040221.
8. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin S.V. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony and Triphenylantimony 4-Oxybenzoates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 951–955. DOI: 10.1134/s0036023614090174.
9. Sharutina O.K., Senchurin V.A., Sharutin V.V., Fukin G.K., Zakharov L.N., Yanovsky A.I., Struchkov Y.T. Synthesis and Thermal Decomposition of Derivatives of Acyloxytetraphenylantimony. *Russ. Chem. Bull.*, 1996, vol. 45, no. 1, pp. 186–190. DOI: 10.1007/bf01433760.
10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Belsky V.K. Reactions of Pentaphenylantimony with Dicarboxylic Acids. *J. Organomet. Chem.*, 1997, vol. 536, no. 1, pp. 87–92. DOI: 10.1016/S0022-328X(96)06463-7.
11. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Mel'nikova L.G., Fukin G.K., Zakharov L.N., Yanovsky A.I., Struchkov Y.T. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Hydrogen Phthalate. *Russ. Chem. Bull.*, 1996, vol. 45, no. 8, pp. 1977–1980. DOI: 10.1007/bf01457791.
12. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Egorova I.V., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S., Gerasimenko E.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 2-Furoinate and Benzoate. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 11, pp. 753–757. DOI: 10.1023/a:1021165112211.
13. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Popov D.Yu., Pushilin M.A. [Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Niacinate]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2003, vol. 73, no. 2, pp. 234–237. (in Russ.).
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Y., Starichenko V.F., Fukin G.K., Zakharov L.N. Tetraphenylantimony Pentafluorobenzoate and Tetra-*p*-Tolylantimony Nitrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2001, vol. 27, no. 6, pp. 393–397. DOI: 10.1023/a:1011335724711.
15. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.V., Pakusina A.P., Adonin N.Y., Starichenko V.F. Synthesis of Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 3, pp. 390–391. DOI: 10.1023/a:1015439500222.
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Y.V., Adonin N.Y., Starichenko V.F. Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates: Synthesis and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 5, pp. 333–340. DOI: 10.1023/a:1015517216693.
17. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Senchurin V.S., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Synthesis and Structure of *Bis*(tetraphenylantimony) Tetrafluorophthalate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 12, pp. 1920–1924. DOI: 10.1023/a:1023411228493.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Krivolapov D.B., Gubaidullin A.T., Litvinov I.A. Tetraphenylantimony Phenylglyoxylate: Synthesis and Structure. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 2, pp. 226–228. DOI: 10.1023/a:1015417500706.
19. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Hydrogenmalonate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 2, pp. 115–118. DOI: 10.1134/s003602361402017x.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K. *Bis*(tetraphenylantimony) Succinate, Malate, and Tartrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 9, pp. 643–647. DOI: 10.1134/s1070328414090073.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Yu.O. Interaction of Pentaphenylantimony with Acetylenedicarboxylic Acid. Molecular Structure of *Bis*(tetraphenylantimony) Acetylenedicarboxylate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2015, vol. 7, no. 4, pp. 17–22. DOI: 10.14529/chem150403.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Bis*(tetraphenylantimony) Tetrachlorophthalate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 3, pp. 292–294. DOI: 10.1134/s0036023615030171.
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Yu.O., Bregadze V.I., Glazun S.A. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid. *J. Organomet. Chem.*, 2015, vol. 798, pp. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002.

24. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri- and Tetraphenylantimony Propiolates: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 2, pp. 109–114. DOI: 10.1134/s1070328414020109.
25. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A., Andreev P.V. Synthesis and Structure of *Bis*(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate. *Mendeleev Commun.*, 2018, vol. 28, no. 6, pp. 621–622. DOI: 10.1016/j.mencom.2018.11.019.
26. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Eltsov O.S. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes. *Inorg. Chim. Acta*, 2019, vol. 494, pp. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029.
27. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Salicylaloximates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2012, vol. 57, no. 6, pp. 832–837. DOI: 10.1134/s0036023612010226.
28. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Syntheses and Structures of Tetraphenylantimony Oximates: $\text{Ph}_4\text{SbON}=\text{CHR}$ ($\text{R} = \text{C}_6\text{H}_4\text{Br}-2, \text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2-2, \text{C}_4\text{H}_3\text{S}$). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2017, vol. 43, no. 4, pp. 232–237. DOI: 10.1134/s1070328417040054.
29. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Wang D. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
30. Yin H.-D., Wen L.-Y., Cui J.-C., Li W.-K. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands. *Polyhedron*, 2009, vol. 28, no. 14, pp. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
31. Wang G.-C., Lu Y.-N., Xiao J., Yu L., Song H.-B., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates. *J. Organomet. Chem.*, 2005, vol. 690, no. 1, pp. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
32. Li J.-S., Liu R.-C., Chi X.-B., Wang G.-C., Guo Q.-S. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates. *Inorg. Chim. Acta*, 2004, vol. 357, pp. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
33. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Panova L.P. [Synthesis Method of Tetraphenylstibonium Salts with the General Formula Ph_4SbX [$\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{OC}(\text{O})\text{Ph}, \text{SCN}$]]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1996, vol. 66, no. 10, pp. 1755–1756. (in Russ.)
34. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Bel'skii V.K. Reactions of Pentaarylantimony with Triarylantimony Diacylates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1997, vol. 67, no. 9, pp. 1443–1448.
35. Affsprung H.E., May H.E. Tetraphenylstibonium Sulfate as a Reagent for the Qualitative Analysis of Organic Acids. *Analyt. Chem.*, 1960, vol. 32, pp. 1164–1166. DOI: 10.1021/ac60165a034.
36. Affsprung H.E., Gainer A.B. Tetratolylstibonium Sulfate a New Reagent for the Qualitative Analysis of Organic Acids. *Analyt. Chim. Acta*, 1962, vol. 27, pp. 578–584. DOI: 10.1016/S0003-2670(00)88556-6.
37. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
38. 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.
39. 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.
40. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Molokova O.V., Nevmeshkina L.A., Senchurin V.S. (2008). *Bis*(1-adamantanecarboxylato)triphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2008, vol. 53, no. 9, pp. 1242–1248. DOI: 10.1134/s0036023608080160.
41. Artem'eva E.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bulanova A.V. Complexes $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{HF}_4-2,3,4,5]_2$, $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{Br}]_2$, and $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3]_2$ ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_3\text{OMe}-2\text{-Br}-5$): Synthesis, Structure, and Photochemical Properties. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 7, pp. 22–29. DOI: 10.1134/S0036023620010039.

Химия элементоорганических соединений

42. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Chagarova O.V. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony *Bis*(cyclopropanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2012, vol. 82, no. 10, pp. 1665–1668. DOI: 10.1134/s1070363212100064.

43. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 4, pp. 326–331. DOI: 10.1134/s0036023614040202.

44. Tarasevich B.N. *IK spektry osnovnykh klassov organicheskikh soedinenij* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.

45. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.

46. Batsanov S.S. [Atomic Radiuses of the Elements]. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1991, vol. 36, no. 12, pp. 3015–3037. (in Russ.)

Received 4 August 2020

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Ефремов, А.Н. Синтез и особенности строения 2,3-дифтор- и 2,3,4,5,6-пентафторбензоата тетрафенилсурьмы / А.Н. Ефремов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 51–62. DOI: 10.14529/chem200402

FOR CITATION

Efremov A.N. Synthesis and Structure Features of Tetraphenylantimony 2,3-Difluoro- and 2,3,4,5,6-Pentafluorobenzoate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 4, pp. 51–62. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200402