

СТРОЕНИЕ СУРЬМАОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

$[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$, $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$,
 $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$, $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$
 и $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение пяти органических соединений сурьмы $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$ (**1**), $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$ (**2**), $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$ (**3**), $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**4**) и $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**5**). РСА соединений проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (MoK $_{\alpha}$ -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Соединение $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$ (**1**), размер кристалла $0,53 \times 0,4 \times 0,22 \text{ мм}$, $R-3$, $a = 19,221(6)$, $b = 19,221(6)$, $c = 11,935(4) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 90,00$, $\gamma = 120,00$ град., $V = 3818,6(17) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0484$, $wR_2 = 0,0900$. $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$ (**2**), размер кристалла $0,26 \times 0,19 \times 0,16 \text{ мм}$, $Ia-3$, $a = 22,238(13)$, $b = 22,238(13)$, $c = 22,238(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 90,00$, $\gamma = 90,00$ град., $V = 10997(19) \text{ \AA}^3$, $Z = 48$, $R_1 = 0,0372$, $wR_2 = 0,0855$. $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$ (**3**), размер кристалла $0,39 \times 0,29 \times 0,19 \text{ мм}$, $P-1$, $a = 11,985(8)$, $b = 12,186(7)$, $c = 14,292(10) \text{ \AA}$, $\alpha = 72,30(3)$, $\beta = 69,64(3)$, $\gamma = 61,79(3)$ град., $V = 1699,8(19) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0388$, $wR_2 = 0,1246$. $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**4**), размер кристалла $0,2 \times 0,17 \times 0,07 \text{ мм}$, $P-1$, $a = 12,654(8)$, $b = 13,217(9)$, $c = 14,672(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 64,42(3)$, $\beta = 79,73(3)$, $\gamma = 65,66(2)$ град., $V = 2017(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0350$, $wR_2 = 0,0870$. $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**5**), размер кристалла $0,55 \times 0,4 \times 0,19 \text{ мм}$, $P-1$, $a = 12,34(3)$, $b = 12,95(2)$, $c = 14,41(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 81,73(6)$, $\beta = 66,94(10)$, $\gamma = 66,31(7)$ град., $V = 1940(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0721$, $wR_2 = 0,1558$.

Ключевые слова: строение, органический, соединение, сурьма, рентгеноструктурный анализ.

При исследовании состава продуктов реакций органических соединений элементов в лаборатории химии элементоорганических соединений Южно-Уральского государственного университета широко используется метод рентгеноструктурного анализа, с помощью которого исследуется строение органических производных элементов. В настоящей работе определено строение пяти неизвестных ранее соединений сурьмы $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$ (**1**), $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$ (**2**), $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$ (**3**), $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**4**), $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ (**5**), полученных методами классической химии элементоорганических соединений [1], охарактеризованных также элементным анализом.

Экспериментальная часть

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **1–5** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (MoK $_{\alpha}$ -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [2]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [3] и OLEX2 [4]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–4** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур 1–5

Параметр	Значение				
	1	2	3	4	5
Формула	C ₂₄ H ₁₂ O ₉ Mn ₃ Sb	C ₂₄ H ₃₀ I ₂ N ₃ Sb	C ₃₂ H ₂₁ N ₄ O ₁₂ Sb	C ₄₁ H ₃₃ N ₄ O ₁₂ Sb	C ₃₈ H ₂₄ O ₁₂ F ₃ SbN ₄
<i>M</i>	730,92	736,07	775,28	895,46	907,36
Сингония	Тригональная	Кубическая	Триклинная	Триклинная	Триклинная
Пр. группа	<i>R</i> -3	<i>Ia</i> -3	<i>P</i> -1	<i>P</i> -1	<i>P</i> -1
Параметры решетки:					
<i>a</i> , Å	19,221(6)	22,238(13)	11,985(8)	12,654(8)	12,34(3)
<i>b</i> , Å	19,221	22,238	12,186(7)	13,217(9)	12,95(2)
<i>c</i> , Å	11,935(4)	22,238	14,292(10)	14,672(13)	14,41(2)
α, град.	90,00	90,00	72,30(3)	64,42(3)	81,73(6)
β, град.	90,00	90,00	69,64(3)	79,73(3)	66,94(10)
γ, град.	120,00	90,00	61,79(3)	65,66(2)	66,31(7)
<i>V</i> , Å ³	3818,6(17)	10997(19)	1699,8(19)	2017(3)	1940(6)
<i>Z</i>	2	48	2	2	2
ρ(выч.), г/см ³	0,636	1,778	1,515	1,475	1,553
μ _{Mo} , мм ⁻¹	0,851	3,264	0,879	0,752	0,793
<i>F</i> (000)	708,0	5632,0	776,0	908,0	908,0
Размер кристалла, мм	0,53×0,4×0,22	0,26×0,19×0,16	0,39×0,29×0,19	0,2×0,17×0,07	0,55×0,4×0,19
2θ, град.	5,96 – 82,68	6,346 – 54,894	6,16 – 48,36	6 – 45,66	6,1 – 40,08
Интервалы индексов отражений	-35 ≤ <i>h</i> ≤ 32, -35 ≤ <i>k</i> ≤ 35, -22 ≤ <i>l</i> ≤ 22	-28 ≤ <i>h</i> ≤ 28, -28 ≤ <i>k</i> ≤ 28, -28 ≤ <i>l</i> ≤ 28	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, -16 ≤ <i>l</i> ≤ 16	-13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, -15 ≤ <i>l</i> ≤ 15	-11 ≤ <i>h</i> ≤ 11, -12 ≤ <i>k</i> ≤ 12, -13 ≤ <i>l</i> ≤ 13
Всего отражений	31431	85005	29826	30349	10483
Независимых отражений	5658 (<i>R</i> _{int} = 0,0387)	2098 (<i>R</i> _{int} = 0,0610)	5408 (<i>R</i> _{int} = 0,0238)	5429 (<i>R</i> _{int} = 0,0428)	3500 (<i>R</i> _{int} = 0,0304)
Число отражений с <i>F</i> ² > 2σ(<i>F</i> ²)	3576	1529	4970	4637	2945
Число уточняемых параметров	112	123	442	526	523
<i>GOOF</i>	1,051	1,133	1,135	1,038	1,148
<i>R</i> -факторы по <i>F</i> ² > 2σ(<i>F</i> ²)	<i>R</i> ₁ = 0,0484, <i>wR</i> ₂ = 0,0900	<i>R</i> ₁ = 0,0372, <i>wR</i> ₂ = 0,0855	<i>R</i> ₁ = 0,0388, <i>wR</i> ₂ = 0,1246	<i>R</i> ₁ = 0,0350, <i>wR</i> ₂ = 0,0870	<i>R</i> ₁ = 0,0721, <i>wR</i> ₂ = 0,1558
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> ₁ = 0,0975, <i>wR</i> ₂ = 0,1037	<i>R</i> ₁ = 0,0600, <i>wR</i> ₂ = 0,1046	<i>R</i> ₁ = 0,0423, <i>wR</i> ₂ = 0,1285	<i>R</i> ₁ = 0,0465, <i>wR</i> ₂ = 0,0933	<i>R</i> ₁ = 0,0896, <i>wR</i> ₂ = 0,1706
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å ³	0,57/–0,88	0,49/–0,65	1,80/–0,36	1,48/–0,39	1,62/–0,47

Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1–5

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град
1			
Sb(1)–C(1 ¹)	2,1464(19)	C(1 ¹)Sb(1)C(1 ²)	94,34(7)
Sb(1)–C(1 ²)	2,1464(19)	C(1 ²)Sb(1)C(1)	94,34(7)
Sb(1)–C(1)	2,146(2)	C(1 ¹)Sb(1)C(1)	94,34(7)
Mn(1)–C(1)	2,1410(19)	C(1)Mn(1)C(3)	65,08(9)
Mn(1)–C(2)	2,126(2)	C(2)Mn(1)C(1)	38,67(8)
Преобразования симметрии: ¹ 1– <i>y</i> , 1+ <i>x</i> – <i>y</i> , + <i>z</i> ; ² + <i>y</i> – <i>x</i> , 1– <i>x</i> , + <i>z</i>			
2			
Sb(1)–I(1)	2,8842(10)	I(1)Sb(1)I(2)	180,00(3)
Sb(1)–I(2)	2,8919(10)	C(1A ¹)Sb(1)I1	95,0(7)
Sb(1)–C(1A)	2,03(4)	C(1A ²)Sb(1)I1	95,0(7)
Sb(1)–C(1A ¹)	2,03(4)	C(1A)Sb(1)I1	95,0(7)
Sb(1)–C(1A ²)	2,03(4)	C(1A ¹)Sb(1)I2	85,0(7)
Sb(1)–C(1B ²)	2,19(5)	C(1A ²)Sb(1)I2	85,0(7)
Sb(1)–C(1B)	2,19(5)	C(1A)Sb(1)I2	85,0(7)
Sb(1)–C(1B ¹)	2,19(5)	C(1A ¹)Sb(1)C1A ²	119,3(2)

Окончание табл. 2

Связь	Длина, Å	Угол	ω , град
Преобразования симметрии: ¹ +y, +z, +x; ² +z, +x, +y			
3			
Sb(1)–O(1)	2,156(3)	C(21)Sb(1)O(2)	88,79(15)
Sb(1)–C(21)	2,116(4)	C(21)Sb(1)O(1)	89,54(15)
Sb(1)–C(1)	2,109(4)	C(1)Sb(1)O(2)	86,88(15)
Sb(1)–C(11)	2,108(5)	C(1)Sb(1)O(1)	88,64(16)
O(2)–C(47)	1,303(5)	C(1)Sb(1)C(21)	113,34(17)
O(1)–C(37)	1,300(6)	C(11)Sb(1)O(2)	90,28(15)
O(4)–C(47)	1,223(6)	C(11)Sb(1)O(1)	94,75(15)
O(3)–C(37)	1,226(6)	C(11)Sb(1)C(21)	137,01(17)
O(7)–N(1)	1,212(6)	C(11)Sb(1)C(1)	109,52(17)
4			
Sb(1)–O(7)	2,144(3)	O(1)Sb(1)O(7)	177,62(11)
Sb(1)–O(1)	2,127(3)	C(1)Sb(1)O(7)	89,68(13)
Sb(1)–C(1)	2,124(4)	C(1)Sb(1)O(1)	88,47(13)
Sb(1)–C(21)	2,099(5)	C(21)Sb(1)O(7)	89,24(15)
Sb(1)–C(11)	2,102(5)	C(21)Sb(1)O(1)	89,98(15)
O(7)–C(47)	1,299(5)	C(21)Sb(1)C(1)	110,04(17)
O(8)–C(47)	1,226(5)	C(21)Sb(1)C(11)	143,2(2)
O(11)–N(4)	1,207(5)	C(11)Sb(1)O(7)	90,14(15)
O(10)–N(3)	1,210(5)	C(11)Sb(1)O(1)	91,82(15)
5			
Sb(1)–O(3)	2,133(8)	O(3)Sb(1)O(1)	176,3(3)
Sb(1)–O(1)	2,142(8)	O(3)Sb(1)C(1)	88,0(4)
Sb(1)–C(21)	2,107(13)	C(21)Sb(1)O(3)	90,1(4)
Sb(1)–C(11)	2,099(12)	C(21)Sb(1)O(1)	91,0(4)
Sb(1)–C(1)	2,135(11)	C(21)Sb(1)C(1)	110,0(5)
O(3)–C(47)	1,306(13)	C(11)Sb(1)O(3)	90,5(4)
O(1)–C(37)	1,303(14)	C(11)Sb(1)O(1)	90,7(4)
O(4)–C(47)	1,204(14)	C(11)Sb(1)C(21)	141,8(5)
O(2)–C(37)	1,206(14)	C(11)Sb(1)C(1)	108,2(5)
O(12)–N(4)	1,209(14)	C(1)Sb(1)O(1)	88,3(4)

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1985274 (1), 1990697 (2), 1913590 (3), 1974359 (4), 1957180 (5); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Соединения сурьмы с элементоорганическими заместителями представлены в литературе единичными примерами [5–8]. Известны сурьмаорганические производные с цимантренильными группами $[C_5H_4Mn(CO)_3]SbHal_2$ (Hal = Cl, Br), полученные окислением трицимантренилсурьмы дигалогенидом меди [5, 6] или галогеном [8]. Однако исследование кристаллической структуры трицимантренилсурьмы (1) ранее не проводилось.

Одними из наименее изученных производных пятивалентной сурьмы являются дигалогенидтриарилсурьмы: дифториды [9–11], дихлориды [12–21], дибромиды [13, 15, 22–26] и диiodиды [22, 26–28]. Известно, что триорганилсурьма окисляется иодом до диiodидаттриорганилсурьмы [29], поэтому в продолжение исследования окислительного метода синтеза дигалогенидовтриарилсурьмы [5, 8, 30] была изучена реакция *трис*(4-диметиламинофенил)сурьмы с иодом в бензоле, протекающая с образованием диiodида *трис*(4-диметиламинофенил)сурьмы(4- $Me_2NC_6H_4$)₃SbI₂ (2).

В основе одного из эффективных способов синтеза соединений пятивалентной сурьмы лежит реакция окислительного присоединения, когда из триарильных соединений сурьмы, кислоты HX

и пероксида получают арильные производные пятивалентной сурьмы Ar_3SbX_2 . Указанная реакция впервые была осуществлена на примере синтеза диацетата трифенил сурьмы из трифенилсурьмы, уксусной кислоты и пероксида водорода [31]. Именно по этой схеме были синтезированы дикарбоксилаты трифенилсурьмы [32–34], три-*мета*-толилсурьмы [35], дикарбоксилаты *трис*-(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы [36–39], *трис*-(4-*N,N*-диметиламинофенил)сурьмы [8, 40, 41]. Отметим, что, несмотря на наличие двух карбоксильных групп в *орто*-фталевой кислоте, ее взаимодействие с трифенилсурьмой в присутствии пероксида водорода протекает по классической схеме реакции окислительного присоединения [42]. Эффективным методом можно считать способ синтеза, основанный на взаимодействии триарилсурьмы с гидропероксидами в присутствии карбоновой кислоты. Взаимодействие триарилсурьмы с карбоновыми кислотами в эфире в присутствии *трет*-бутилгидропероксида приводит к образованию дикарбоксилатов трифенилсурьмы [43–47], *трис*-(4-фторфенил)сурьмы [48–50], *трис*-(3-фторфенил)сурьмы [51, 52]. В продолжение исследования реакций окислительного присоединения проведены реакции трифенилсурьмы, *трис*(*мета*-толил)сурьмы и *трис*(3-фторфенил)сурьмы с 3,5-динитробензойной кислотой в присутствии *трет*-бутилгидропероксида и исследовано кристаллическое строение образующихся при этом дикарбоксилатов триарилсурьмы $Ar_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_{2-3,5}]_2$ ($Ar = Ph$ (**3**), 2-MeO,5-BrC₆H₃ (**4**), (3-FC₆H₄) (**5**)).

По данным РСА, молекула соединения **1** имеет конфигурацию тригональной пирамиды (рис. 1). Равенство длин связей Sb–C (2,146(2) Å) и валентных углов CSbC (94,34(7)°) указывает на высокую симметрию молекулы **1**. Уменьшение значения валентных углов CSbC от идеальных тетраэдрических углов объясняется наличием неподеленной электронной пары на атоме сурьмы. Цимантренильные лиганды в плоскости *ипсо*-атомов углерода повернуты в одну сторону на угол 49,49(9)°.

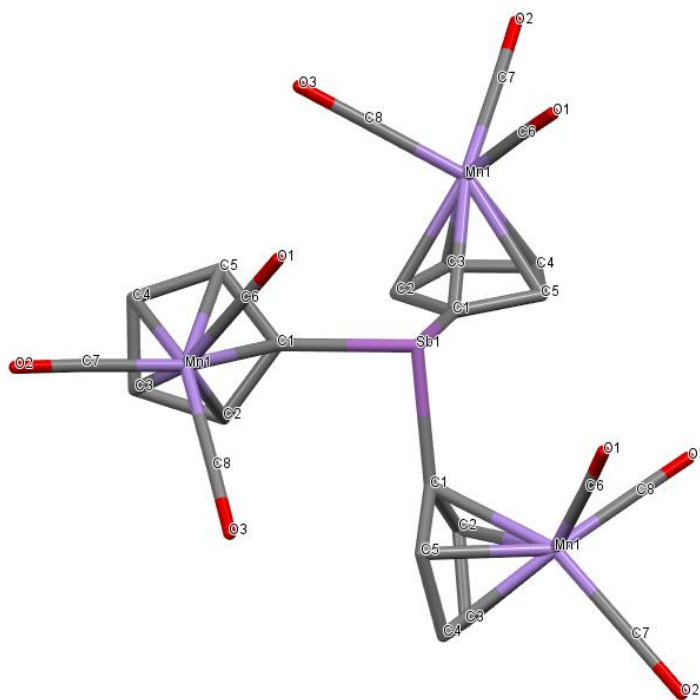


Рис. 1. Строение трицимантренилсурьмы (**1**) (атомы водорода не показаны)

В кристаллах соединений **2–5** атомы сурьмы имеют координацию тригональной бипирамиды с электроотрицательными атомами X в аксиальных положениях (рис. 2–5). Углы XSbX составляют 180, 174,16(11), 177,62(11) и 176,3(3)° соответственно. Длины связей Sb–C (2,03(4)–2,19(5) Å в **2**, 2,108(5)–2,116(4) Å в **3**, 2,099(5)–2,124(4) Å в **4** и 2,099(12)–2,135(11) Å в **5**) близки по своему значению между собой. Несмотря на схожее строение и общую для комплексов **3–5** триклинную сингонию, незначительные отличия в их кристаллической структуре имеются. Расстояния Sb–O(2,135(3), 2,156(3) Å в **3**, 2,127(3), 2,144(3) Å в **4** и 2,133(8), 2,142(8) Å в **5**) близки по своему

значению к сумме ковалентных радиусов сурьмы и кислорода (2.07 Å[53]). В соединениях **3–5** наблюдаются тесные внутримолекулярные контакты между атомом металла и карбонильными атомами кислорода (2,993(3), 2,981(3) Å в **3**, 2,994(3), 2,895(3) Å в **4** и 2,953(8), 2,952(8) Å в **5**), что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов указанных атомов (3,70 Å [53]) и характерно для большинства других дикарбоксилатов триарилсурьмы [54].

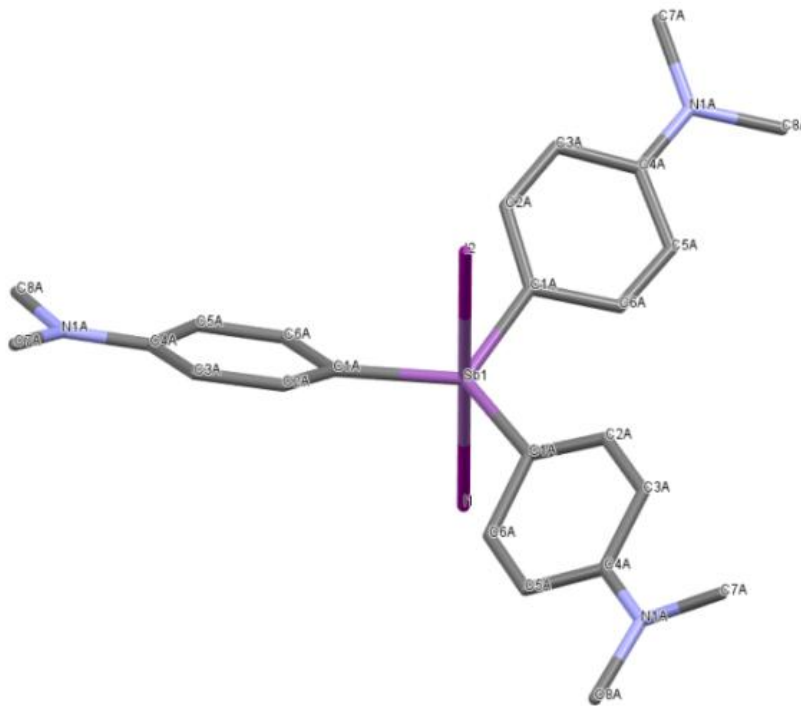


Рис. 2. Строение диодида *трис*(4-диметиламинофенил)сурьмы (**2**) (атомы водорода не показаны)

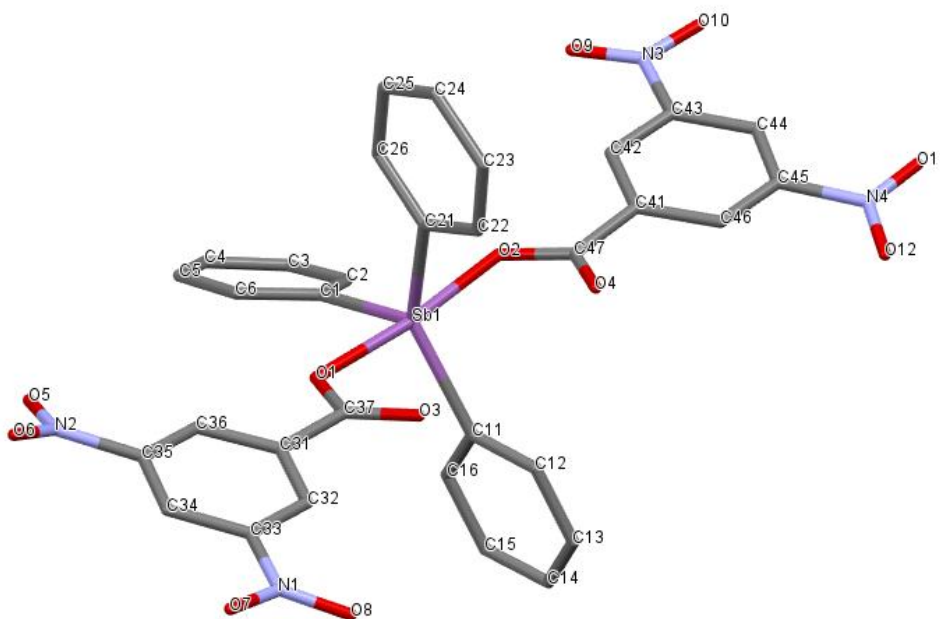


Рис. 3. Строение *бис*(3,5-динитробензоата) трифенилсурьмы (**3**) (атомы водорода не показаны)

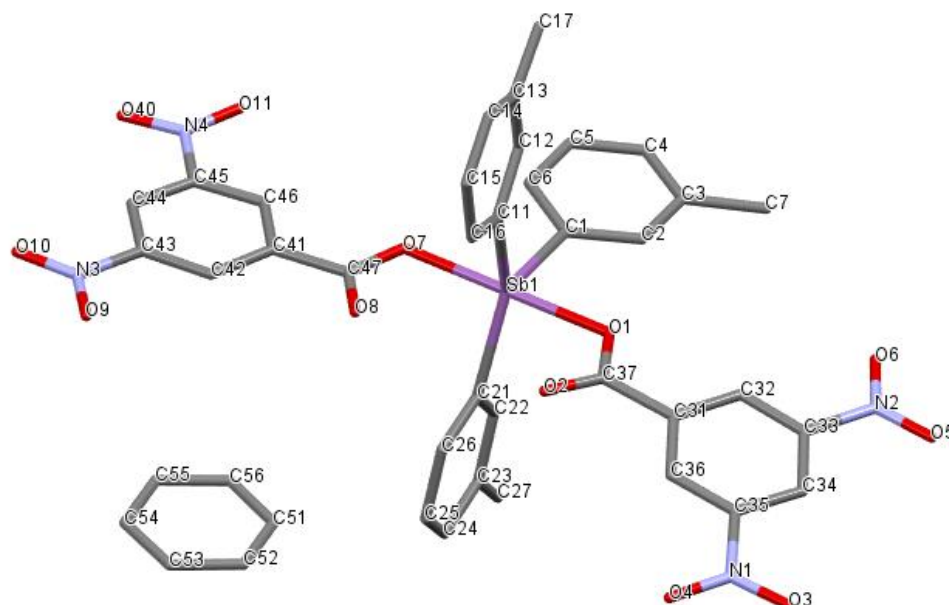


Рис. 4. Строение сольвата бис(3,5-динитробензоата) трис(мета-толил)сурьмы с бензолом (4) (атомы водорода не показаны)

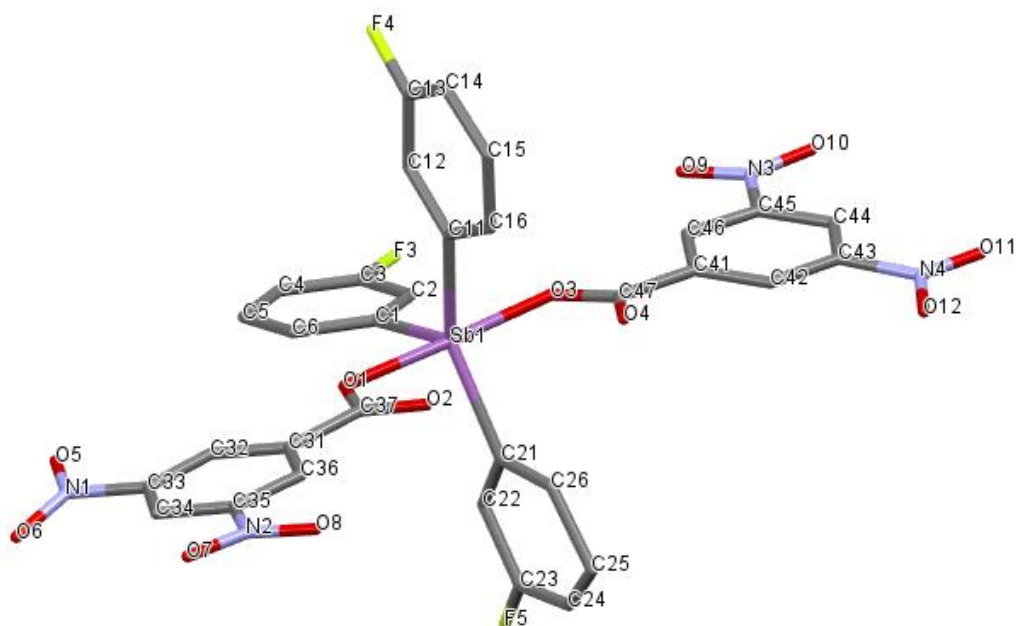


Рис. 5. Строение бис(3,5-динитробензоата) трис(3-фторфенилсурьмы) (5) (атомы водорода и молекула сольватного бензола не показаны)

Выводы

В настоящей работе методом PCA расшифровано строение пяти арильных соединений сурьмы $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$, $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$, $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$, $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2-PhH$ и $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2-PhH$.

Литература

1. Шарутин, В.В. Именные реакции в химии элементоорганических соединений / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2011. – 427 с.
2. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.

3. 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.
4. 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.
5. Сафьянов, Ю.Н. Молекулярная и кристаллическая структура дибромида трицимантренилсурьмы $[C_5H_4Mn(CO)_3]SbBr_2$ / Ю.Н. Сафьянов, Е.А. Кузьмин, В.В. Шарутин // Кристаллография. – 1984. – Т. 29, № 5. – С. 928–930.
6. Реакции трицимантренилсурьмы и трицимантренил висмута с CuX_2 ($X=Cl, Br$) / В.В. Шарутин, В.Т. Бычков, Ю.Н. Сафьянов и др. // Журн. общ. химии. – 1985. – Т. 55, № 7. – С. 1652–1653.
7. Synthesis and Characterization of Neopentyl- and [(Trimethylsilyl)methyl]antimony Compounds. Molecular Structures of $(Me_3CCH_2)_3Sb$, $(Me_3CCH_2)_3SbI_2$, $(Me_3SiCH_2)_3Sb$ and $(Me_3SiCH_2)_3SbI_2$ / D.G. Hendershot, J.C. Pazik, C. George, A.D. Berry // Organometallics. – 1992. – V. 11, № 6. – P. 2163–2168. DOI: 10.1021/om000042a003.
8. Реакции трицимантренилсурьмы с галогенами. Синтез и строение дигидроксида трицимантренилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, П.В. Андреев // Журн. общ. химии. – 2018. – Т. 88, № 5. – С. 866–869.
9. Чехлов, А.Н. Кристаллическая структура дифтортрифенилсурьмы с необычными внутримолекулярными водородными связями $C-H \cdots F$ / А.Н. Чехлов // Докл. АН СССР. – 1993. – Т. 328, № 2. – С. 205–208.
10. Синтез и строение дифторида, дихлорида и дибензоататрис(4-*N,N*-диметиламинофенил)сурьмы(V) / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2008. – Т. 78, № 12. – С. 1999–2006.
11. Yang, M. Synthesis and Properties of Triarylhalostibonium Cations / M. Yang, F.P. Gabbai // Inorg. Chem. – 2017. – V. 56. – P. 8644–8650. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00293.
12. Bone, S.P. Phenylantimony(V) Fluoride Halides: Isolation and Crystal Structures of $SbPh_2Br_2F \cdot SbPh_2Br_3$, $(SbPh_2BrF)_2O$ and $SbPh_3Cl_{1.8}F_{0.2}$ / S.P. Bone, M.J. Begley, D.B. Sowerby // J. Chem. Soc., Dalton Trans. – 1992. – P. 2085–2091. DOI: 10.1039/DT9920002085.
13. Begley, M.J. Structures of Triphenylantimony(V) Dibromide and Dichloride / M.J. Begley, D.B. Sowerby // Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun. – 1993. – V. 49. – P. 1044–1046. DOI: 10.1107/S0108270192011958.
14. Synthesis and Structure of Tri-*m*-tolylantimony Dichloride / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, I.I. Pavlushkina et al. // Russ. J. Gen. Chem. – 2000. – V. 70, № 8. – P. 1227–1228.
15. Mahalakshmi, H. X-ray Structures of Dichlorotri(pentafluorophenyl)antimony(V) and Dibromotri(pentafluorophenyl)antimony (V) / H. Mahalakshmi, V.K. Jain, E.R.T. Tiekink // Main Group Met. Chem. – 2001. – V. 24. – P. 391. DOI: 10.1515/MGMC.2001.24.6.391.
16. Синтез и строение дихлорида три-*n*-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // Журн. общ. химии. – 2002. – Т. 72, № 3. – С. 421–422.
17. Реакции *транс*- $[OsO_2Cl_2L_2]$ ($L = PPh_3, AsPh_3, SbPh_3$) с уксусной кислотой / А.Н. Беляев, А.В. Еремин, С.А. Симонова и др. // Журнал прикладной химии. – 2002. – Т. 75, № 12. – С. 1947–1950.
18. MacDonald, D.J. A New Polymorph of Dichloridotriphenylantimony / D.J. MacDonald, M.C. Jennings, K.E. Preuss // Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun. – 2010. – V. 66. – m137–m140. DOI: 10.1107/S010827011001437X.
19. Qiao, Y. *trans*-Tris(4-bromophenyl)dichloridoantimony(V) / Y. Qiao, J. Jiang, J. Cui // Acta Crystallogr. Sect. E: Struct. Rep. Online. – 2012. – V. 68. – m1552. DOI: 10.1107/S160053681204809X.
20. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (\pm)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in Vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties / J. Jiang, H. Yin, F. Wang et al. // Dalton Trans. – 2013. – V. 42. – P. 8563–8566. DOI: 10.1039/C3DT50221J.
21. Синтез и строение дихлорида и дибромида *трис*(4-этилфенил)сурьмы $(4-EtC_6H_4)_3SbCl_2$ и $(4-EtC_6H_4)_3SbBr_2$ / П.В. Андреев, В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2017. – Т. 9, № 3. – С. 59–64. DOI: 10.14529/chem170307.

22. Syntheses and Crystal Structures of Covalent Trialkylantimony Hydroxo Bromide and Related Trialkylantimony(V) Halides / L. Balazs, H.J. Breunig, I. Chesher, E. Lork // *J. Organomet. Chem.* – 2002. – V. 648, № 1. – P. 33–38. DOI: 10.1016/S0022-328X(01)01467-X.
23. Webster, M. Dibromotriphenylantimony(V), a Second Polymorph / M. Webster // *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.* – 1998. – V. 54. – P. 570–572. DOI: 10.1107/S0108270197018040.
24. Шарутин, В.В. Синтез, строение и реакции дибромиды *трис*(4-фторфенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // *Журн. общ. химии.* – 2016. – Т. 86, № 8. – С. 1360–1365.
25. Синтез и строение дибромиды три(*пара*-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // *Коорд. химия.* – 2002. – Т. 28, № 12. – С. 887–889.
26. Reactions of Dihalogenotriorgano-phosphorus, -Arsenic and -Antimony Compounds with $[\text{Fe}_2(\text{CO})_9]$. Single-crystal Structures of the Iron(III) Complexes $[(\text{Ph}_3\text{PO})_2\text{H}][\text{FeBr}_4]$ and $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{FeI}_4] \cdot \text{Ph}_3\text{SbI}_2$ and of $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{Ph}_3\text{P})_2]$ / H.P. Lane, S.M. Godfrey, C.A. McAuliffe, R.G. Pritchard // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* – 1994. – № 22. – P. 3249–3255. DOI: 10.1039/DT9940003249.
27. Solid-state Structures of Triarylantimony Dihalides; the Isolation of Some Mixed-halide Species and Crystal Structures of Ph_3SbI_2 and $[\text{Ph}_4\text{Sb}]\text{I}_3$ / N. Bricklebank, S.M. Godfrey, H.P. Lane et al. // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* – 1994. – P. 1759–1763. DOI: 10.1039/DT9940001759.
28. Baker, L.-J. Structural Investigations of the Organoantimony(V) Halides Ph_4SbX and Ph_3SbX_2 (X = Cl, Br or I) in the Solid State and in Solution / L.-J. Baker, C.E.F. Rickard, M.J. Taylor // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* – 1995. – P. 2895–2899. DOI: 10.1039/DT9950002895.
29. Кочешков, К.А. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут / К.А. Кочешков, А.П. Сколдинов, Н.Н. Землянский. – М.: Наука, 1976. – 483 с.
30. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I_2 : Isolation of $[\text{R}_3\text{SbI}]^+$ Salt / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, S.A. Adonin, A.S. Novikov // *New J. Chem.* – 2020. – V. 44. – P. 14339–14342. DOI: 10.1039/D0NJ02774J.
31. Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimony Diacetate and Pentaphenylantimony / T.C. Thepe, R.J. Garascia, M.A. Selvoski et al. // *OhioJ. Sci.* – 1977. – V. 77, № 3. – P. 134–135.
32. Синтез и строение дикротоната трифенилсурьмы / А.В. Гуцин, О.С. Калистратова, Р.А. Верховых и др. // *Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского.* – 2013. – № 1. – С. 86–90.
33. Синтез и строение *бис*(1-адамантанкарбоксилата)трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // *Журн. неорган. химии.* – 2008. – Т. 53, № 8. – С. 1335–1341.
34. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, O.S. Kalistratova et al. // *Struct. Chem.* – 2016. – V. 27, № 1. – P. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
35. Синтез и строение *бис*(1-адамантанкарбоксилата) три-*м*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // *Журн. неорган. химии.* – 2011. – Т. 56, № 7. – С. 1125–1128.
36. 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.
37. Синтез и особенности строения *бис*(2-нитробензоата) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // *Коорд. химия.* – 2011. – Т. 37, № 10. – С. 782–785.
38. Шарутин, В.В. Синтез и строение *бис*(моногоалогенацетатов) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Д.С. Толстогузов // *Журн. общ. химии.* – 2014. – Т. 84, № 9. – С. 1516–1522.
39. Шарутин, В.В. Синтез и особенности строения дикарбоксилатов *трис*(5-бром,2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Журн. неорган. химии.* – 2014. – Т. 59, № 4. – С. 481–486.
40. Синтез и строение дикарбоксилатов и диароксидов *трис*(4-*N,N*-диметил-аминофенил)сурьмы(V) / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // *Журн. неорган. химии.* – 2011. – Т. 56, № 7. – С. 1129–1135.

41. Синтез и строение бис(4-метилбензоата) трис(4-N,N-диметиламинофенил)сурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчуриин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2011. – Т. 81, № 11. – С. 1789–1792.
42. Шарутин, В.В. Синтез и строение дифталата трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчуриин // Журн. неорган. химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1178–1181. DOI: 10.7868/S0044457X14090177.
43. 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.
44. Шарутин, В.В. Синтез и строение 4-оксибензоатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчуриин // Журн. неорган. химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1182–1186. DOI: 10.7868/S0044457X14090189.
45. Шарутин, В.В. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчуриин // Коорд. химия. – 2014. – Т. 40, № 2. – С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108.
46. Синтез и строение диакрилата трифенилсурьмы / А.В. Гущин, Л.К. Прыткова, Д.В. Шашкин и др. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. – 2010. – № 1. – С. 95–99.
47. Experimental and Theoretical Distribution of Electron Density and Thermopolimerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, A.V. Arapova et al. // J. Solid State Chem. – 2017. – V. 254. – P. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030
48. Шарутин, В.В. Синтез и строение дикарбоксилатов трис(4-фторфенил)сурьмы: $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{CH}_2\text{I}$, C_6F_5 / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Изв. АН. Серия хим. – 2017. – № 4. – С. 707–710. DOI: 10.1007/s11172-017-1796-6
49. Шарутин, В.В. Дикарбоксилаты трис(4-фторфенил)сурьмы $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{C}_{10}\text{H}_{15}$, C_3H_5 -цикло) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Журн. неорган. химии. – 2016. – Т. 61, № 1. – С. 46–50. DOI: 10.7868/S0044457X16010232.
50. Шарутин, В.В. Синтез и строение дикарбоксилатов трис(4-фторфенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. общ. химии. – 2016. – Т. 86, № 8. – С. 1366–1370.
51. Синтез и строение дикарбоксилатов трис(3-фторфенил)сурьмы: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}$, CH_2Br , CH_2Cl , $\text{CH}=\text{CHPh}$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Коорд. химия. – 2018. – Т. 44, № 5. – С. 333–339. DOI: 10.1134/S0132344X18050109.
52. Синтез и строение дикарбоксилатов трис(3-фторфенил)сурьмы: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$ ($\text{R} = \text{CH}_2\text{Cl}$, Ph , $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2-4$, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Р.В. Решетникова и др. // Журн. неорган. химии. – 2017. – Т. 62, № 11. – С. 1457–1463. DOI: 10.7868/S0044457X17110058.
53. Бацанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бацанов // Журн. неорган. химии. – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.
54. Cambridge Crystallographic Data Center, 2020.

Шарутин Владимир Викторович – доктор химических наук, главный научный сотрудник управления научной и инновационной деятельности, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutin50@mail.ru.

Поступила в редакцию 6 июля 2020 г.

STRUCTURE OF ORGANOANTIMONY COMPOUNDS

[C₅H₄Mn(CO)₃]Sb, (4-Me₂NC₆H₄)₃SbI₂, Ph₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂, (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH, AND (3-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The structure of five organoantimony compounds [C₅H₄Mn(CO)₃]Sb (**1**), (4-Me₂NC₆H₄)₃SbI₂ (**2**), Ph₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂ (**3**), (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH (**4**), and (3-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH (**5**) was determined by X-ray diffraction analysis. X-ray diffraction of the compounds was carried out on an automatic four-circle diffractometer D8 Quest Bruker (MoK_α, λ = 0.71073 Å, 293 K. [C₅H₄Mn(CO)₃]Sb (**1**), crystal size 0.53×0.4×0.22 mm, *R*-3, *a* = 19.221(6), *b* = 19.221(6), *c* = 11.935(4) Å, α = 90.00, β = 90.00, γ = 120.00 deg., *V* = 3818.6(17) Å³, *Z* = 2, *R*₁ = 0.0484, *wR*₂ = 0.0900. (4-Me₂NC₆H₄)₃SbI₂ (**2**), crystal size 0.26 × 0.19 × 0.16 mm, *Ia*-3, *a* = 22.238(13), *b* = 22.238(13), *c* = 22.238(13) Å, α = 90.00, β = 90.00, γ = 90.00 deg., *V* = 10997(19) Å³, *Z* = 48, *R*₁ = 0.0372, *wR*₂ = 0.0855. Ph₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂ (**3**), crystal size 0.39×0.29×0.19 mm, *P*-1, *a* = 11.985(8), *b* = 12.186(7), *c* = 14.292(10) Å, α = 72.30(3), β = 69.64(3), γ = 61.79(3) deg., *V* = 1699.8(19) Å³, *Z* = 2, *R*₁ = 0.0388, *wR*₂ = 0.1246. (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH (**4**), crystal size 0.2 × 0.17 × 0.07 mm, *P*-1, *a* = 12.654(8), *b* = 13.217(9), *c* = 14.672(13) Å, α = 64.42(3), β = 79.73(3), γ = 65.66(2) deg., *V* = 2017(3) Å³, *Z* = 2, *R*₁ = 0.0350, *wR*₂ = 0.0870. (3-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH (**5**), crystal size 0.55×0.4×0.19 mm, *P*-1, *a* = 12.34(3), *b* = 12.95(2), *c* = 14.41(2) Å, α = 81.73(6), β = 66.94(10), γ = 66.31(7) deg., *V* = 1940(6) Å³, *Z* = 2, *R*₁ = 0.0721, *wR*₂ = 0.1558.

Keywords: structure, organic, compound, antimony, X-ray diffraction analysis.

References

1. Sharutin V.V. *Imennye reakcii v khimii elementoorganicheskikh soedineniy* [Nominal reactions in the chemistry of organoelement compounds]. Chelyabinsk, South Ural St. Unive. Publ., 2011. 427 p.
2. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
3. 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.
4. 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.
5. Saf'yanov Yu.N., Kuz'min E.A., Sharutin V.V. [Molecular and Crystal Structure of Tricymantrenylantimony Dibromide]. *Crystallogr. Rep.* 1984, vol. 29, no. 5, pp. 928–930. (in Russ.).
6. Sharutin V.V., Bychkov V.T., Saf'yanov Yu.N., Kuz'min E.A., Zaharova R.P. [Reactions of tricimantreneantimony and tricimantrenylbismuth with CuX₂ (X=Cl, Br)]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1985, vol. 55, no. 7, pp. 1652–1653. (in Russ.).
7. Hendershot D.G., Pazik J.C., George C., Berry A.D. Synthesis and Characterization of Neopentyl- and [(Trimethylsilyl)methyl]antimony Compounds. Molecular Structures of (Me₃CCH₂)₃Sb, (Me₃CCH₂)₃SbI₂, (Me₃SiCH₂)₃Sb and (Me₃SiCH₂)₃SbI₂. *Organometallics*, 1992, vol. 11, no. 6, pp. 2163–2168. DOI: 10.1021/om000042a003.
8. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Andreev P.V. Reactions of Tricymantrenylantimony with Halogens. Synthesis and Structure of Tricymantrenylantimony Dihydroxide. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2018, vol. 88, no. 5, pp. 1049–1052. DOI: 10.1134/S1070363218050353.
9. Chehlov A.N. [Crystal Structure of Difluorotriphenylantimony with Unusual Intramolecular Hydrogen Bonds C-H...F]. *Reports of USSR Academy of Sciences*, 1993, vol. 328, no. 2, pp. 205–208. (in Russ.).

10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Akulova E.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl)antimony(V) Difluoride, Dichloride, and Dibenzoate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2008, vol. 78, no. 12, pp. 2344–2352. DOI: 10.1134/S1070363208120098.
11. Yang M., Gabbai F.P. Synthesis and Properties of Triarylhalostibonium Cations. *Inorg. Chem.*, 2017, vol. 56, pp. 8644–8650. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00293.
12. Bone S.P., Begley M.J., Sowerby D.B. Phenylantimony(V) Fluoride Halides: Isolation and Crystal Structures of $\text{SbPh}_2\text{Br}_2\text{F}\cdot\text{SbPh}_2\text{Br}_3$, $(\text{SbPh}_2\text{BrF})_2\text{O}$ and $\text{SbPh}_3\text{Cl}_{1.8}\text{F}_{0.2}$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, pp. 2085–2091. DOI: 10.1039/DT9920002085.
13. Begley M.J., Sowerby D.B. Structures of Triphenylantimony(V) Dibromide and Dichloride. *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.*, 1993, vol. 49, pp. 1044–1046. DOI: 10.1107/S0108270192011958.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pavlushkina I.I., Senchurin V.S., Bel'skii V.K. Synthesis and Structure of Tri-*m*-tolylantimony Dichloride. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2000, vol. 70, no. 8, pp. 1227–1228.
15. Mahalakshmi H., Jain V.K., Tiekink E.R.T. X-ray Structures of Dichlorotri(pentafluorophenyl)antimony(V) and Dibromotri(pentafluorophenyl)antimony (V). *Main Group Met. Chem.*, 2001, vol. 24, pp. 391. DOI: 10.1515/MGMC.2001.24.6.391
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Platonova T.P., Belsky V.K. Synthesis and Structure of Tri(*p*-tolyl)antimony Dichloride. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2000, vol. 72, no. 3, pp. 393–393. DOI: 10.1023/A:1015491517061.
17. Belyaev A.N., Eremin A.V., Simanova S.A., Evreinova N.V. Reactions of *trans*-[OsO₂Cl₂L₂] (L = PPh₃, AsPh₃, SbPh₃) with Acetic Acid. *Russ. J. Appl. Chem.*, 2002, vol. 75, pp. 1947. DOI: 10.1023/A:1023366810613.
18. Mac Donald D.J., Jennings M.C., Preuss K.E. A New Polymorph of Dichloridotriphenylantimony. *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.*, 2010, vol. 66, pp. m137–m140. DOI: 10.1107/S010827011001437X.
19. Qiao Y., Jiang J., Cui J. *trans*-*Tris*(4-bromophenyl)dichloridoantimony(V). *Acta Crystallogr., Sect. E: Struct. Rep. Online.*, 2012, vol. 68, pp. m1552. DOI: 10.1107/S160053681204809X.
20. Jiang J., Yin H., Wang F., Han Z., Wang F., Cheng S., Hong M. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (±)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in Vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties. *Dalton Trans.*, 2013, vol. 42, pp. 8563–8566. DOI: 10.1039/C3DT50221J.
21. Andreev P.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of *Tris*(4-ethylphenyl)antimony Dichloride and *Tris*(4-ethylphenyl)antimony Dibromide (4-EtC₆H₄)₃SbCl₂ and (4-EtC₆H₄)₃SbBr₂. *Bulletin of South Ural State University. Ser. Chem.*, 2017, vol. 9, no. 3, pp. 59–64. DOI: 10.14529/chem170307.
22. Balazs L., Breunig H.J., Chesher I., Lork E. Syntheses and Crystal Structures of Covalent Triarylantimony Hydroxo Bromide and Related Trialkylantimony(V) Halides. *J. Organomet. Chem.*, 2002, vol. 648, no. 1, pp. 33–38. DOI: 10.1016/S0022-328X(01)01467-X.
23. Webster M. Dibromotriphenylantimony(V), a Second Polymorph. *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.*, 1998, vol. 54, pp. 570–572. DOI: 10.1107/S0108270197018040.
24. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis, Structure and Reactions of *Tris*(4-fluorophenyl)antimony Dibromide. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2016, vol. 86, no. 8, pp. 1896–1901. DOI: 10.1134/S1070363216080193.
25. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Platonova T.P., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S. Synthesis and Structure of Tri-*p*-tolylantimony Dibromide. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 12, pp. 831–833. DOI: 10.1023/A:1021674010337.
26. Lane H.P., Godfrey S.M., McAuliffe C.A., Pritchard R.G. Reactions of Dihalogenotriorganophosphorus, -Arsenic and -Antimony Compounds with [Fe₂(CO)₉]. Single-crystal Structures of the Iron(III) Complexes [(Ph₃PO)₂H][FeBr₄] and [Ph₄Sb][FeI₄]·Ph₃SbI₂ and of [Fe(CO)₅(Ph₃P)₂]. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 1994, no. 22, pp. 3249–3255. DOI: 10.1039/DT9940003249.
27. Bricklebank N., Godfrey S.M., Lane H.P., McAuliffe C.A., Pritchard R.G. Solid-state Structures of Triarylantimony Dihalides; the Isolation of Some Mixed-halide Species and Crystal Structures of Ph₃SbI₂ and [Ph₄Sb]I₃. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 1994, pp. 1759–1763. DOI: 10.1039/DT9940001759.

28. Baker L.-J., Rickard C.E.F., Taylor M.J. Structural Investigations of the Organoantimony(V) Halides Ph_4SbX and Ph_3SbX_2 ($\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$ or I) in the Solid State and in Solution. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 1995, pp. 2895–2899. DOI: 10.1039/DT9950002895.
29. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyanskii N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut.* [Methods of Organometallic Chemistry. Antimony, Bismuth]. Moscow, Nauka Publ., 1976, 483 p. (in Russ.).
30. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Adonin S.A., Novikov A.S. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I_2 : Isolation of $[\text{R}_3\text{SbI}]^+$ Salt. *New J. Chem.*, 2020, vol. 44, pp. 14339–14342. DOI: 10.1039/D0NJ02774J.
31. Thepe T.C., Garascia R.J., Selvoski M.A. Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimony Diacetate and Pentaphenylantimony. *Ohio J. Sci.*, 1977, vol. 77, no. 3, pp. 134–135.
32. Gushchin A.V., Kalistratova O.S., Verkhoviykh R.A., Somov N.V., Shashkin D.V., Dodonov V.A. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Dicrotonate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Nizhniy Novgorod*, 2013, no. 1, pp. 86–90. (in Russ.)
33. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Sharutina O.K., Molokova O.V., Nevmeshkina L.A., Senchurin V.S.. *Bis*(1-adamantanecarboxylato)triphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russ. J. Neorg. Chem.*, 2008, vol. 53, no. 8, pp. 1242–1248. DOI: 10.1134/S0036023608080160.
34. Fukin G.K., Samsonov M.A., Kalistratova O.S. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes. *Struct. Chem.*, 2016, vol. 27, no. 1, pp. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
35. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tri-*m*-tolylantimony *Bis*(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Neorg. Chem.*, 2011, vol. 56, no. 7, pp. 1060–1063. DOI: 10.1134/S0036023611070242.
36. 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.
37. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V., Zelevets L.E. *Tris*(2-methoxy-5-bromophenyl)antimony *Bis*(2-nitrobenzoate): Synthesis and Specific Features of the Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2011, vol. 37, no. 10, pp. 781–786. DOI: 10.1134/S1070328411090089.
38. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tolstoguzov D.S. Synthesis and Structure of *Bis*(monohaloacetates) of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 9, pp. 1754–1760. DOI: 10.1134/S1070363214090199.
39. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Neorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 4, pp. 326–331. DOI: 10.1134/S0036023614040202.
40. Shaturin V.V., Senchurin V.S., Shaturina O.K., Chagarova O.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl) Antimony(V) Dicarboxylates and Diaroxides. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2011, vol. 56, no. 7, pp. 1064–1070. DOI: 10.1134/S0036023611070254.
41. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl)antimony *Bis*(4-methyl benzoate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2011, vol. 81, no. 11, pp. 2242–2245. DOI: 10.1134/s1070363211110053.
42. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of Triphenylantimony Diphthalate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 947–950. DOI: 10.1134/S0036023614090162.
43. 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.
44. 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.
45. 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.

46. Gushchin A.V., Prytkova L.K., Shashkin D.V., Dodonov V.A., Fukin G.K., Shavyrin A.S., Rykalin V.I. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Diakrylate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Nizhni Novgorod*, 2010, no. 1, pp. 95–99. (in Russ.)

47. Fukin G.K., Samsonov M.A., Arapova A.V., Mazur A.S., Artamonova, T.O., Khodorkovskiy M.A., Vasilyev A.V. Experimental and Theoretical Distribution of Electron Density and Thermopolimerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex. *J. Solid State Chem.*, 2017, vol. 254, pp. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030.

48. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Tris*(4-fluorophenylantimony) Dicarboxylates: $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{CH}_2\text{I}$, C_6F_5 . *Russ. Chem. Bull.*, 2017, vol. 66, no. 4, pp. 707–710. DOI: 10.1007/s11172-017-1796-6.

49. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. *Tris*(4-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{C}_{10}\text{H}_{15}$, or cyclo- C_3H_5 : Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2016, vol. 61, no. 1, pp. 43–47. DOI: 10.1134/S003602361601023X.

50. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Tris*(4-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2016, vol. 86, no. 8, pp. 1902–1906. DOI: 10.1134/s107036321608020x.

51. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. [Synthesis and Structure of *Tris*(3-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}$, CH_2Br , CH_2Cl , $\text{CH}=\text{CHPh}$]]. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2018, vol. 44, no. 5, pp. 333–339. DOI: 10.1134/S0132344X18050109.

52. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Reshetnikova R.V., Lobanova E.V., Efremov A.N. *Tris*(3-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$ ($\text{R} = \text{CH}_2\text{Cl}$, Ph , $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ -4, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 11, pp. 1450–1457. DOI: 10.1134/S003602361711016X.

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

54. Cambridge Crystallographic Data Center, 2020.

Received 6 July 2020

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Строение сурьмаорганических соединений $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{Sb}$, $(4\text{-Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_3\text{SbI}_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$, $(3\text{-MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$ ·PhH и $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$ ·PhH / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 79–91. DOI: 10.14529/chem200405

FOR CITATION

Sharutin V.V. Structure of Organoantimony Compounds $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{Sb}$, $(4\text{-Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_3\text{SbI}_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$, $(3\text{-MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$ ·PhH, and $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$ ·PhH. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 4, pp. 79–91. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200405