

ТИБЕНЗОЛСУЛЬФОНАТ ТЕТРАФЕНИЛФОСФОРА. СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пентафенилфосфора с оксидом серы SO_2 (стеклянная ампула, $24\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч) с последующей перекристаллизацией целевого продукта из воды получен тиобензолсульфонат тетрафенилфосфония $[\text{Ph}_4\text{P}]^+ [\text{PhSO}_2\text{S}]^-$ (**1**). Комплекс **1** охарактеризован методами рентгеноструктурного анализа и ИК-спектроскопии. Представляет собой бесцветные кристаллы с т. пл. $164\text{ }^\circ\text{C}$, растворимые в аренах и полярных растворителях. В ИК-спектре комплекса **1** присутствуют полосы, характеризующие колебания связей P–C (756 cm^{-1}), S–S (488 cm^{-1}), SO_2 ($1109, 1234\text{ cm}^{-1}$) и фенильных групп ($3055, 1439, 1020, 691\text{ cm}^{-1}$). Рентгеноструктурный анализ комплекса проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (Mo K_α -излучение, $\lambda = 0,71073\text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 K . Кристаллографические характеристики: **1** – моноклинная сингония, пространственная группа $P2_1/n$, $a = 10,419(17)$, $b = 13,23(2)$, $c = 18,58(4)\text{ \AA}$, $\beta = 99,74(5)$ град., $V = 2524(8)\text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $\rho_{\text{выч}} = 1,349\text{ г/см}^3$, $F(000) = 1073,8$, размер кристалла $0,14 \times 0,14 \times 0,1\text{ мм}$, интервалы индексов отражений $18 \leq h \leq 18$, $-21 \leq k \leq 21$, $-22 \leq l \leq 22$, всего отражений 96987, независимых отражений 16158 ($R_{\text{int}} = 0,0701$), число уточняемых параметров 392, $GOOF$ 1,060, R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$: $R_1 = 0,1304$, $wR_2 = 0,2093$. Кристалл **1** состоит из тетраэдрических тетрафенилфосфониевых катионов и тиобензолсульфонатных анионов, в которых отрицательный заряд локализован на терминальных атомах серы и кислорода (S–S $1,940(3)\text{ \AA}$, S=O $1,443(5)$, $1,449(4)\text{ \AA}$, S–C $1,775(6)\text{ \AA}$).

Ключевые слова: тиобензолсульфонат тетрафенилфосфония, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Пентафенильные соединения фосфора, сурьмы и висмута привлекают внимание с момента их открытия Нобелевским лауреатом Г. Виттигом [1] в середине XX века и по настоящее время [2–32]. Наряду с классическими реакциями замещения для пентафенилфосфора (ПФФ) известны и необычные, среди которых можно выделить примеры использования ПФФ в органическом синтезе для получения эфиров [33], реакции внедрения формальдегида по связи фосфор–углерод [34] и присоединения диоксида углерода к ПФФ с образованием оксафосфолана [35].

В настоящей работе описан новый пример окислительно-восстановительной реакции с участием ПФФ.

Экспериментальная часть

Тиобензолсульфонат тетрафенилфосфония $[\text{Ph}_4\text{P}]^+ [\text{PhSO}_2\text{S}]^-$ (**1**)

Смесь 248 мг ($0,5\text{ ммоль}$) сольвата пентафенилфосфора с бензолом и 5 мл жидкого оксида серы SO_2 выдерживали в стеклянной ампуле 1 ч при $24\text{ }^\circ\text{C}$. Удаляли растворитель, остаток перекристаллизовывали из воды. Выделившиеся бесцветные кристаллы фильтровали и сушили. Получили 97 мг соединения **1** (38 \%) с т. пл. $164\text{ }^\circ\text{C}$.

ИК-спектр ($\bar{\nu}$, см^{-1}): $3055, 1585, 1483, 1472, 1437, 1315, 1234, 1109, 1059, 1020, 995, 756, 723, 691, 609, 527, 488$.

Рентгеноструктурный анализ кристаллов комплексов **1** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (Mo K_α -излучение, $\lambda = 0,71073\text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 K . Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [36]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [37] и OLEX2 [38]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структуры **1** 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 (№ 2036047 (1); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры 1

Параметр	
Формула	C ₃₀ H ₂₅ O ₂ PS ₂
<i>M</i>	512,64
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>
Параметры решетки:	
<i>a</i> , Å	10,419(17)
<i>b</i> , Å	13,23(2)
<i>c</i> , Å	18,58(4)
α, град.	90
β, град.	99,74(5)
γ, град.	90
<i>V</i> , Å ³	2524(8)
<i>Z</i>	4
ρ (выч.), г/см ³	1,349
μ _{мо} , мм ⁻¹	0,301
<i>F</i> (000)	1073,8
Размер кристалла, мм	0,14 × 0,14 × 0,1
2θ, град.	5,76–57
Интервалы индексов отражений	-14 ≤ <i>h</i> ≤ 14, -18 ≤ <i>k</i> ≤ 17, -25 ≤ <i>l</i> ≤ 25
Всего отражений	96987
Независимых отражений	16158 (<i>R</i> _{int} = 0,0701)
Число уточняемых параметров	317
<i>GOOF</i>	1,108
<i>R</i> -факторы по <i>F</i> ² > 2σ(<i>F</i> ²)	<i>R</i> ₁ = 0,1304, <i>wR</i> ₂ = 0,2093
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> ₁ = 0,1874, <i>wR</i> ₂ = 0,2339
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å ³	1,58/-1,31

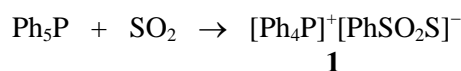
Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структуре 1

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град.
S(1)–S(2)	1,940(3)	O(1)S(1)S(2)	112,12(18)
S(1)–O(1)	1,449(4)	O(2)S(1)S(2)	112,1(2)
S(1)–O(2)	1,443(5)	O(2)S(1)O(1)	115,3(2)
S(1)–C(41)	1,775(6)	C(41)S(1)S(2)	106,17(15)
P(1)–C(11)	1,785(5)	C(41)S(1)S(1)	104,6(2)
P(1)–C(1)	1,791(5)	C(41)S(1)O(2)	105,5(2)
P(1)–C(31)	1,791(5)	C(21)P(1)C(31)	109,2(2)
P(1)–C(21)	1,794(5)	C(31)P(1)C(11)	112,8(2)

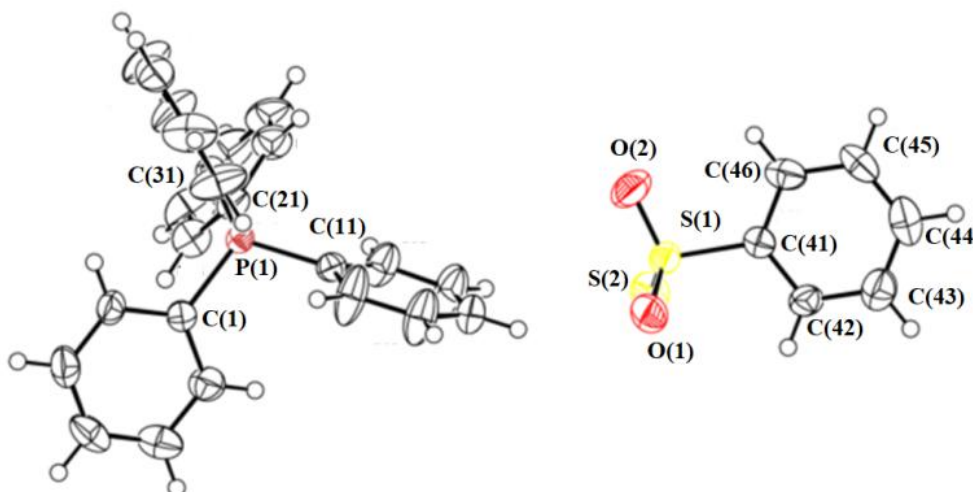
Обсуждение результатов

Установлено, что выдерживание раствора ПФФ в жидком оксиде серы SO₂ при комнатной температуре в течение 1 ч с последующим удалением растворителя и перекристаллизацией остатка из воды приводит к образованию тиобензолсульфоната тетрафенилфосфония [Ph₄P]⁺[PhSO₂S]⁻ (1).



Выделившиеся бесцветные кристаллы с т. пл. 164 °С хорошо растворимы в аренах и полярных растворителях и нерастворимы в алифатических углеводородах. В ИК-спектре комплекса **1** присутствуют полосы, характеризующие колебания связей P–C (756 см⁻¹), S–S (488 см⁻¹), SO₂ (1109, 1234 см⁻¹) и фенильных групп (3055, 1439, 1020, 691 см⁻¹).

Кристалл **1** состоит из тетраэдрических тетрафенилфосфониевых катионов и тиобензолсульфонатных анионов (см. рисунок), в которых отрицательный заряд локализован на терминальных атомах серы и кислорода (S–S 1,940(3) Å, S=O 1,443(5), 1,449(4) Å, S–C 1,775(6) Å).



Строение тиобензолсульфоната тетрафенилфосфора [Ph₄P]⁺ [PhSO₂S]⁻ (**1**)

Выводы

Таким образом, взаимодействие пентафенилфосфора с оксидом серы SO₂ приводит к образованию тиобензолсульфоната тетрафенилфосфора, в котором образование связи S–S можно объяснить окислительно-восстановительной реакцией с участием атомов серы.

Литература

1. Wittig, G. Zur Reaktions Weise des Pentaphenylphosphorus und Einiger Derivate / G. Wittig, G. Geissler // *Ann.* – 1953. – Bd. 580. – P. 44–57.
2. Зыкова, А.Р. Синтез и строение арильных соединений фосфора / А.Р. Зыкова // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия»*. – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 5–50. DOI: 10.14529/chem200401
3. Шарутин, В.В. Синтез, реакции и строение арильных соединений пятивалентной сурьмы / В.В. Шарутин, А.И. Поддельский, О.К. Шарутина // *Коорд. хим.* – 2020. – Т. 46, вып. 10. – С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011.
4. Шарутин, В.В. Синтез, строение и применение арильных соединений висмута / В.В. Шарутин, Т.В. Мосунова // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия»*. – 2020. – Т. 12, № 3. – С. 7–66. DOI: 10.14529/chem200301
5. Разуваев, Г.А. Исследование свободно-радикальных реакций пентафенилфосфора / Г.А. Разуваев, Н.А. Осанова // *Докл. АН СССР*. – 1955. – Т. 104, № 4. – С. 552–554.
6. Разуваев, Г.А. Некоторые гетеролитические реакции пентафенилфосфора и пентафенилсурьмы / Г.А. Разуваев, Н.А. Осанова, И.К. Григорьева // *Изв. АН СССР. Сер. хим.* – 1969. – № 10. – С. 2234–2237.
7. Шарутин, В.В. Пентафенильные соединения фосфора, сурьмы, висмута и их производные. Возможности применения в органическом синтезе: дис. ... д-ра хим. наук. – Иркутск, 1995. – 257 с.
8. Шарутин, В.В. Роль стерических факторов в процессах термического разложения пентафенильных соединений фосфора, сурьмы и висмута. Арилирование элементоорганических и органических соединений арильными производными пятикоординированного висмута / В.В. Шарутин // *Журн. общ. химии*. – 1988. – Т. 58. – Вып. 10. – С. 2305–2311.

9. Шарутин, В.В. Карбоксилаты и сульфонаты тетрафенилфосфора. Синтез и строение / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 1. – С. 80–89. DOI: 10.1134/S1070363209010125.
10. Синтез и строение карбоксилатов тетрафенилфосфора / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.В. Рыбакова и др. // Журн. общ. химии. – 2018. – Т. 88, № 8. – С. 1308–1313. DOI: 10.1134/S0044460X18080139.
11. 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, № 7. – P. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
12. Шарутин, В.В. Синтез и строение сольвата 1,2-дифенилэтандиондиоксимата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$ и 1,2-дифенил(2-окси)этанонксимата тетрафенилсурьмы $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$ / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина // Журн. неорг. химии. – 2013. – Т. 58, № 4. – С. 460–467. DOI: 10.7868/S0044457X13040181.
13. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand / C. Ma, Q. Zhang, J. Sun et al. // J. Organomet. Chem. – 2006. – V. 691, № 11. – P. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide) / G.M. Arvanitis, M.E. Berardini, T.B. Acton et al. // Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem. – 1993. – V. 82, № 1–4. – P. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. 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.
16. Шарутин, В.В. Синтез и строение ароксидов тетрафенилсурьмы Ph_4SbOAr ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{трет-Бу}-4)$, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорг. химии. – 2017. – Т. 62, № 3. – С. 290–295. DOI: 10.7868/S0044457X17030151.
17. 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
18. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of $\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2\text{SbPh}_4$ and $(\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2)_2\text{Sb}(4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4)_3$ / R.-C. Liu, Y.-Q. Ma, L. Yu et al. // Appl. Organomet. Chem. – 2003. – V. 17, № 9. – P. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491.
19. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid / J.-S. Li, Y.-Q. Ma, J.-R. Cui et al. // Appl. Organomet. Chem. – 2001. – V. 15, № 7. – P. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
20. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes / L. Quan, H. Yin, J. Cui, et al. // J. Organomet. Chem. – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
21. Синтез и строение 3,3,3-трифторпропанатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2019. – Т. 64, № 10. – С. 1051–1056. DOI: 10.1134/S0044457X19100131.
22. Фторсодержащие карбоксилаты тетраарилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 4. – С. 482–486. DOI: 10.31857/S0044457X20040170.
23. 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.
24. 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.

25. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 5. – С. 356–363.
26. Синтез и строение 1-адамantanкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамantanкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1643.
27. Шарутин, В.В. Синтез и строение производных тетра-*para*-толилсурьмы (4- MeC_6H_4)₄SbX, 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. Шарутина // Журн. неорг. химии. – 2017. – Т. 62, № 7. – С. 925–929.
28. Сенчурин, В.С. 4-Нитрофенилацетаты тетра- и три(*para*-толил)сурьмы. Синтез и особенности строения / В.С. Сенчурин, Е.Д. Орленко // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 2. – С. 66–74. DOI: 10.14529/chem190207
29. Фторсодержащие карбоксилаты тетраарилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов, Е.В. Артемьева // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 4. – С. 482–486. DOI: 10.31857/S0044457X20040170.
30. Сенчурин, В.С. Синтез и строение фенильных производных висмута(V) $\text{Ph}_3\text{Bi}[\text{OC}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,5]_2 \cdot 0.5\text{PhH}$, $\text{Ph}_4\text{BiOC}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,5$ и Ph_4BiBr / В.С. Сенчурин, В.В. Шарутин, О. К. Шарутина // Журнал неорганической химии. – 2020. – Т. 65, № 3. – С. 320–326. – DOI 10.31857/S0044457X20030125.
31. Шарутин, В.В. Исследование кристаллических структур гидросульфата тетрафенилвисмута, 2,4-динитробензолсульфоната тетрафенилвисмута и аддукта нитрата тетрафенилвисмута с водой / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журнал структурной химии. – 2020. – Т. 61, № 5. – С. 776–783. – DOI 10.26902/JSC_id55423.
32. Шарутин, В.В. Синтез и строение производных тетрафенилвисмута(V) Ph_4BiCl , $[\text{Ph}_4\text{Bi}\cdot\text{DMSO}\cdot\text{O}][\text{PtBr}_3\cdot\text{DMSO}\cdot\text{S}]$ и $[\text{Ph}_4\text{Bi}]_2[\text{PtCl}_6]$ / В. В. Шарутин, О. К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 11. – С. 1516–1521. DOI: 10.31857/S0044457X20110173.
33. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P(V) and Sb(V) / G.A. Razuvaev, N.A. Osanova, T.G. Brilkina et al. // J. Organomet. Chem. – 1975. – V. 99, № 1. – P. 93–106. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)8636.
34. Взаимодействие пентафенилфосфорана с параформом / В.В. Жидков, В.В. Шарутин, В.К. Бельский, Н.С. Магомедова // Журн. общ. химии. – 1995. – Т. 65, № 2. – С. 251–256.
35. Шарутин, В.В. Термическое разложение пентафенилфосфорана в присутствии диоксида углерода / В.В. Шарутин, В.Т. Бычков, В.А. Лебедев // Журн. общ. химии. – 1986. – Т. 56, № 2. – С. 325–328.
36. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
37. 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.
38. 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.

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

Поступила в редакцию 4 августа 2021 г.

TETRAPHENYLPHOSPHONIUM THIOBENZENESULFONATE.
SYNTHESIS AND STRUCTURE

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The reaction of pentaphenylphosphorus with sulfur dioxide SO₂ (glass ampoule, 24 °C, 1 h) followed by recrystallization of the target product from water has given tetraphenylphosphonium thiobenzenesulfonate [Ph₄P]⁺ [PhSO₂S]⁻ (**1**). Complex **1** has been characterized by X-ray structural analysis and IR spectroscopy. It has the form of colorless crystals with m.p. 164 °C, soluble in arenes and polar solvents. The IR spectrum of complex **1** contains bands characterizing the vibrations of the P–C bonds (756 cm⁻¹), S–S (488 cm⁻¹), SO₂ (1109, 1234 cm⁻¹), and phenyl groups (3055, 1439, 1020, 691 cm⁻¹). The X-ray structural analysis of the complex has been carried out on an automatic four-circle D8 Quest Bruker diffractometer (MoKα radiation, λ = 0.71073 Å, graphite monochromator) at 293 K. Crystallographic characteristics: **1** – monoclinic syngony, space group P2₁/n, a = 10.419(17), b = 13.23(2), c = 18.58(4) Å, β = 99.74(5) degrees, V = 2524(8) Å³, Z = 4, ρ_{calc} = 1.349 g/cm³, F(000) = 1073.8, crystal size 0.14 × 0.14 × 0.1 mm, reflection index intervals 18 ≤ h ≤ 18, -21 ≤ k ≤ 21, -22 ≤ l ≤ 22, total reflections 96987, independent reflections 16158 (R_{int} = 0.0701), number of refined parameters 392, GOOF 1.060, R-factors for F² > 2σ(F²): R₁ = 0.1304, wR₂ = 0.2093. Crystal **1** consists of tetrahedral tetraphenylphosphonium cations and thiobenzenesulfonate anions, in which the negative charge is localized on the terminal sulfur atom (S–S 1.940(3) Å, S = O 1.443(5), 1.449(4) Å, S–C 1.775(6) Å).

Keywords: tetraphenylphosphonium thiobenzenesulfonate, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis.

References

1. Wittig G., Geissler G. Zur Reaktions Weise des Pentaphenylphosphorus und Einiger Derivate. *Ann.*, 1953, bd. 580, pp. 44–57.
2. Zykova A.R. [Synthesis and Structure of Aryl Phosphorus Compounds]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 4, pp. 5–50. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200401
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Poddel'sky A.I. Aryl Compounds of Pentavalent Antimony: Syntheses, Reactions, and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2020, vol. 46, no. 10, pp. 663–728. – DOI: 10.1134/S1070328420100012.
4. Sharutin V.V., Mosunova T.V. [Synthesis, Structure and Application of Aryl Bismuth Compounds]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 3, pp. 7–66. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200301
5. Razuvaev G.A., Osanova N.A. [Study of Free-radical Pentaphenylphosphorus]. *Dokl. AN SSSR* [Report Academy of Sciences of the USSR], 1955, no. 4(104), pp. 552–554. (in Russ.)
6. Razuvaev G.A., Osanova N.A., Grigorieva I.K. [Some Heterolytic Reactions of Pentaphenylphosphorus and Pentaphenylantimony]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khim.* [Izv. Academy of Sciences of the USSR. Ser. Chem], 1969, no. 10, pp. 2234–2237. (in Russ.)
7. Sharutin V.V. *Pentafenil'nye soedineniya fosfora, sur'my, vismuta i ikh proizvodnykh. Vozmozhnosti primeneniya v organicheskom sinteze*. Diss. dokt. khim. nauk [Pentaphenyl Compounds of Phosphorus, Antimony, Bismuth and Their Derivatives. Applications in Organic Synthesis. Doct. Sci. Diss. (Chem.)]. Irkutsk, 1995. 257 p.
8. Sharutin V.V. The Role of Steric Factors in the Processes of Thermal Decomposition of Pentaphenyl Compounds of Phosphorus, Antimony and Bismuth. Arylation of Organoelement and Organic Compounds with Aryl Derivatives of Five-coordinated Bismuth. *J. Gen. Chem.*, 1988, no. 10(58), pp. 2305–2311.
9. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Boyarkina E.A. Tetraphenylphosphorus carboxylates and sulfonates. Synthesis and structure. *J. Gen. Chem.*, 2009, no. 1(79), pp. 78–87. DOI: 10.1134/S1070363209010125.

10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Rybakova A.V., Gubanova Yu.O. Synthesis and Structure of Tetraphenylphosphorus Carboxylates. *J. Gen. Chem.*, 2018, no. 8(88), pp. 1629–1634. DOI: 10.1134/S1070363218080133.
11. 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, no. 7, pp. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
12. Sharutin V.V., Molokova O.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Bis*(tetraphenylantimony) 1,2-Diphenylethanedione Dioximate Toluene Solvate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$ and Tetraphenylantimony 2-Hydroxy-1,2-diphenylethanone Oximate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2013, vol. 58, no. 4, pp. 400–405. DOI: 10.1134/S0036023613040177.
13. Ma C., Zhang Q., Sun J., & Zhang R. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand. *J. Organomet. Chem.*, 2006, vol. 691, no. 11, pp. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Arvaniti G.M., Berardini M.E., Acton T.B., & Dumas P.E. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide). *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1993, vol. 82, no. 1–4, pp. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. 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.
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylantimony Aroxides Ph_4SbOAr (Ar = $\text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{tert}-\text{Bu}-4)$, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 3, pp. 295–300. DOI: 10.1134/S0036023617030147.
17. 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
18. Liu R.-C., Ma Y.-Q., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., & Wang R.-Q. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of $\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2\text{SbPh}_4$ and $(\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2)_2\text{Sb}(4-\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4)_3$. *Appl. Organomet. Chem.*, 2003, vol. 17, no. 9, pp. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491.
19. Li J.-S., Ma Y.-Q., Cui J.-R., & Wang R.-Q. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid. *Appl. Organomet. Chem.* 2001, vol. 15, no. 7, pp. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
20. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Cui L., Yang M., & Wang D. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
21. 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.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Fluorine-Containing Tetraarylantimony Carboxylates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 4, pp. 502–506. DOI: 10.1134/S0036023620040178.
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu. [Synthesis of Tetra- and Triaryl-antimony Fluorobenzoates]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 3, pp. 419–420. (in Russ.)
24. 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.
25. 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.
26. 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.

27. 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.

28. Senchurin V.S., Orlenko E.D. [4-Nitrophenylacetates of Tetra- and Tri-(*para*-tolyl) Antimony. Synthesis and Structural Features]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2019, vol. 11, no. 2, pp. 66–74. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190207.

29. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. and Artem'eva E.V. Fluorine-Containing Tetraarylantimony Carboxylates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 4, pp. 502–506. DOI: 10.1134/S0036023620040178

30. Senchurin V.S., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Phenyl Bismuth(V) Derivatives Ph₃Bi[OC₆H₃(NO₂)_{2-2,5}]₂ · 0.5PhH, Ph₄BiOC₆H₃(NO₂)_{2-2,5} and Ph₄BiBr: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 3, pp. 323–328. DOI: 10.1134/S0036023620030122

31. Sharutin, V.V. Study of the Crystal Structures of Tetraphenylbismuth Hydrosulfate, Tetraphenylbismuth 2,4-Dinitrobenzenesulfonate, and an Adduct of Tetraphenylbismuth Nitrate with Water. *J. Struct. Chem.*, 2020, vol. 61, no. 5, pp. 734–741. DOI 10.1134/S0022476620050091.

32. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylbismuth(V) Derivatives Ph₄BiCl, Ph₄BiCl, [Ph₄Bi·DMSO-*O*][PtBr₃·DMSO-*S*] and [Ph₄Bi]₂[PtCl₆]: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 11, pp. 1516–1521. DOI: 10.1134/S0036023620110170.

33. Razuvaev G.A., Osanova N.A., Brilkina T.G., Zinovjjeva T.I., Sharutin V.V. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P(V) and Sb(V). *J. Organomet. Chem.*, 1975, vol. 99, no. 1, pp. 93–106.

34. Zhidkov V.V., Sharutin V.V., Belsky V.K., Magomedova N.S. [Interaction of Pentaphenylphosphorane with Paraform]. *J. Gen. Chem.*, 1995, no. 2(65), pp. 251–256. (in Russ.)

35. Sharutin V.V., Bychkov V.T., Lebedev V.A., Bochkova R.I., Kuzmin E.A. [Thermal Decomposition of Pentaphenylphosphorus in the Presence of Carbon Dioxide – CO₂]. *J. Gen. Chem.*, 1986, no. 2(56), pp. 325–328. (in Russ.)

36. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.

37. 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.

38. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., & Puschmann H. OLEX2: Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.

Received 4 August 2021

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Тиобензолсульфонат тетрафенилфосфора. Синтез и строение / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2021. – Т. 13, № 4. – С. 55–62. DOI: 10.14529/chem210403

FOR CITATION

Sharutin V.V. Tetraphenylphosphonium Thiobenzene-sulfonate. Synthesis and Structure. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2021, vol. 13, no. 4, pp. 55–62. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem210403