

## СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ГИДРАТА 1-НАФТАЛИНСУЛЬФОНАТА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ

О.К. Шарутина

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием эквимольных количеств пентафенилсурьмы и 1-нафталинсульфоновой кислоты в бензоле получен и структурно охарактеризован гидрат 1-нафталинсульфоната тетрафенилсурьмы  $\text{Ph}_4\text{SbOSO}_2\text{Naft}\cdot\text{H}_2\text{O}$  (**1**). По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD – детектор,  $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор), кристалла **1** [ $\text{C}_{34}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{SSb}$ ,  $M$  655,38; сингония триклинная, группа симметрии  $P-1$ ; параметры ячейки:  $a = 9,456(3)$ ,  $b = 12,541(4)$ ,  $c = 13,980(6) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 74,151(15)$  град.,  $\beta = 79,979(19)$  град.,  $\gamma = 68,178(12)$  град.;  $V = 1475,7(9) \text{ \AA}^3$ ; размер кристалла  $0,5 \times 0,5 \times 0,23$  мм; интервалы индексов отражений  $-12 \leq h \leq 12$ ,  $-16 \leq k \leq 16$ ,  $-18 \leq l \leq 18$ ; всего отражений 20654; независимых отражений 5934;  $R_{int}$  0,0385;  $GOOF$  1,202;  $R_1 = 0,1215$ ,  $wR_2 = 0,3556$ ; остаточная электронная плотность  $1,98/-2,53 \text{ e/\AA}^3$ ] атомы сурьмы имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами углерода и кислорода в аксиальных положениях (угол  $\text{CSbO}$   $172,3(6)^\circ$ , расстояние  $\text{Sb}\cdots\text{O}$  составляет  $2,84(1) \text{ \AA}$ ). Длины связей  $\text{Sb}-\text{C}$  и  $\text{S}-\text{O}$  в **1** изменяются в узком интервале значений ( $2,000(13)$ – $2,132(13) \text{ \AA}$  и  $1,441(4)$ – $1,456(4) \text{ \AA}$ ). Структурная организация в кристалле **1** обусловлена слабыми межмолекулярными контактами типа  $\text{S}=\text{O}\cdots\text{H}-\text{C}$   $2,50$ – $2,71 \text{ \AA}$ . Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структуры **1** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2115624; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

*Ключевые слова:* 1-нафталинсульфоновая кислота, пентафенилсурьма, 1-нафталинсульфонат тетрафенилсурьмы, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

### Введение

Методы синтеза и особенности строения арильных соединений сурьмы систематизированы и описаны в обзоре [1] и монографии [2]. Из органических производных сурьмы(V), безусловно, наиболее распространены и разнообразны соединения общей формулы  $\text{Ar}_4\text{SbX}_2$ . Соединения  $\text{Ar}_4\text{SbX}$  не столь многочисленны, но со структурной точки зрения интересны тем, что характер связывания сурьмы с группой X может сильно различаться. Так, в гидрокситетрафенилсурьме  $\text{Ph}_4\text{SbOH}$  длина связи  $\text{Sb}-\text{O}$  равна  $2,048 \text{ \AA}$  [3], в метокситетрафенилсурьме  $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_3$  –  $2,061 \text{ \AA}$  [4], в бензилокситетрафенилсурьме  $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_2\text{Ph}$  –  $2,092 \text{ \AA}$  [5], что близко к сумме ковалентных радиусов атомов-партнеров связи. В других соединениях подобного состава связь  $\text{Sb}-\text{X}$  характеризуется как координационная, поскольку указанное расстояние существенно превышает сумму ковалентных радиусов атомов, например, в нитрате тетра(*para*-толил)сурьмы  $p\text{-Tol}_4\text{SbNO}_3$  оно составляет  $2,680 \text{ \AA}$  [6], в бензоилцианамиде тетрафенилсурьмы  $\text{Ph}_4\text{SbN}(\text{CN})\text{C}(\text{O})\text{Ph}$  расстояние  $\text{Sb}-\text{N}$  равно  $2,67 \text{ \AA}$  [7]. И наконец, существуют ионные соединения, состоящие из катионов  $[\text{Ar}_4\text{Sb}]^+$  и анионов  $\text{X}^-$ , в которых отрицательный заряд делокализован (например, кислый сульфат тетрафенилсурьмы, хлорат тетрафенилсурьмы, перхлорат тетрафенилсурьмы и др. [2]).

Аренсульфоновые кислоты относятся к сильным кислотам (по кислотности сравнимы с серной кислотой). Неплоское тетраэдрическое строение сульфогруппы исключает  $\pi, \pi$ -сопряжение с бензольным ядром. Взаимодействие является индукционным и приводит к тому, что электрофильная сульфогруппа вызывает смещение электронов ароматического ядра. Наличие трех атомов кислорода обеспечивает эффективную делокализацию заряда в группе  $\text{SO}_3$  и стабилизацию аниона, поэтому связь  $\text{Sb}-\text{O}$  в аренсульфонатах тетраарилсурьмы  $\text{Ar}_4\text{SbOSO}_2\text{R}$  имеет ионный характер. Расположение катиона и аниона в кристаллической ячейке, а также расстояние  $\text{Sb}\cdots\text{O}$  (при наличии координации аниона и катиона) определяется влиянием факторов, обеспечивающих минимум энергии кристаллической решетки в целом [8–18].

Настоящая работа посвящена синтезу и установлению строения гидрата 1-нафталинсульфоната тетрафенилсурьмы.

### Экспериментальная часть

Элементный анализ на С и Н выполнен на элементном анализаторе Carlo Erba CHNS-O EA 1108.

Температура плавления измерена на синхронном термоанализаторе Netzsch 449C Jupiter.

**ИК-спектр** соединения **1** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см<sup>-1</sup>.

**Рентгеноструктурный анализ (РСА)** кристалла **1** проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K<sub>α</sub>-излучение, λ = 0,71073 Å, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программ SMART и SAINT-Plus [19]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [20] OLEX2 [21]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ( $U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{эб}}(\text{C})$ ). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2115624; deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

**Синтез гидрата 1-нафталинсульфоната тетрафенилсурьмы (1).** Смесь 0,253 г (0,5 ммоль) пентафенилсурьмы и 0,104 г (0,5 ммоль) 1-нафталинсульфоновой кислоты в 15 мл бензола нагревали до образования прозрачного раствора, добавляли 2 мл октана и выдерживали 24 ч при комнатной температуре. Получили 0,27 г (82 %) неокрашенных кристаллов **1** с т. разл. 115 °С.

ИК-спектр, (ν, см<sup>-1</sup>): 3559, 3489, 3053, 1628, 1437, 1335, 1265, 1240, 1200, 1180, 1159, 1146, 1070, 1043, 1030, 1022, 997, 970, 922, 826, 802, 775, 745, 694, 685, 611, 565, 519, 461, 447, 420.

Найдено, %: С 61,09; Н 4,1. Для C<sub>34</sub>H<sub>29</sub>O<sub>4</sub>SSb. Вычислено, %: С 61,25; Н 4,42.

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры 1

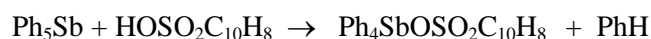
Параметр	Соединение 1
Формула	C <sub>34</sub> H <sub>29</sub> O <sub>4</sub> SSb
<i>M</i>	655,38
<i>T</i> , К	293
Сингония	Триклинная
Пр. группа	<i>P</i> -1
<i>a</i> , Å	9,456(3)
<i>b</i> , Å	12,541(4)
<i>c</i> , Å	13,980(6)
α, град.	74,151(15)
β, град.	79,979(19)
γ, град.	68,178(12)
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	1475,7(9)
<i>Z</i>	2
ρ(выч.), г/см <sup>3</sup>	1,475
μ, мм <sup>-1</sup>	1,042
<i>F</i> (000)	664,0
Размер кристалла, мм	0,5 × 0,5 × 0,23
Область сбора данных по 2θ, град.	6,3–58,52
Интервалы индексов отражений	-12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -16 ≤ <i>k</i> ≤ 16, -18 ≤ <i>l</i> ≤ 18
Измерено отражений	20654
Независимых отражений	5934
<i>R</i> <sub>int</sub>	0,0385
Переменных уточнения	364
GOOF	1,203
<i>R</i> -факторы по <i>F</i> <sup>2</sup> > 2σ( <i>F</i> <sup>2</sup> )	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,1215, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,3556
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0,1383, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0,3729
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å <sup>3</sup>	1,98/-2,53

Длины связей и валентные углы в соединении 1

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град.
Sb(1)–C(1)	2,11(2)	O(1)Sb(1)C(1)	172,3(8)
Sb(1)–C(11)	2,100(13)	C(1)Sb(1)C(11)	101,1(6)
Sb(1)–C(31)	2,106(12)	C(31)Sb(1)C(11)	119,0(5)
Sb(1)–C(21)	2,132(13)	C(11)Sb(1)C(21)	116,6(6)
Sb(1)⋯O(2)	2,839(8)	C(31)Sb(1)C(1)	103,5(6)
S(1)–O(1)	1,456(11)	C(31)Sb(1)C(21)	112,1(5)
S(1)–O(2)	1,441(11)	O(1)S(1)C(41)	105,6(7)
S(1)–O(3)	1,443(10)	O(2)S(1)O(1)	112,3(8)
S(1)–C(41)	1,782(16)	O(2)S(1)O(3)	113,2(7)

### Обсуждение результатов

Найдено, что продуктом реакции пентафенилсурьмы с 1-нафталинсульфоновой кислотой в бензоле является 1-нафталинсульфонат тетрафенилсурьмы, который выделен из реакции в форме гидрата  $\text{Ph}_4\text{SbOSO}_2\text{C}_{10}\text{H}_8 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (**1**) с выходом 82 %:



Бесцветные прозрачные кристаллы, устойчивые к действию влаги и кислорода воздуха, растворимые в ацетоне, ароматических углеводородах, хлороформе и диоксане, выделялись из реакционной смеси в течение 24 ч.

По данным РСА, в **1** атомы сурьмы имеют сильно искаженную тригонально-бипирамидальную координацию за счет координации атома кислорода (рис. 1). Расстояние  $\text{Sb}(1)\cdots\text{O}(2)$  (2,84(1) Å) значительно больше суммы ковалентных радиусов атомов кислорода и сурьмы (2,14 Å [22]), но меньше суммы соответствующих ван-дер-ваальсовых радиусов (3,7 Å [23]).

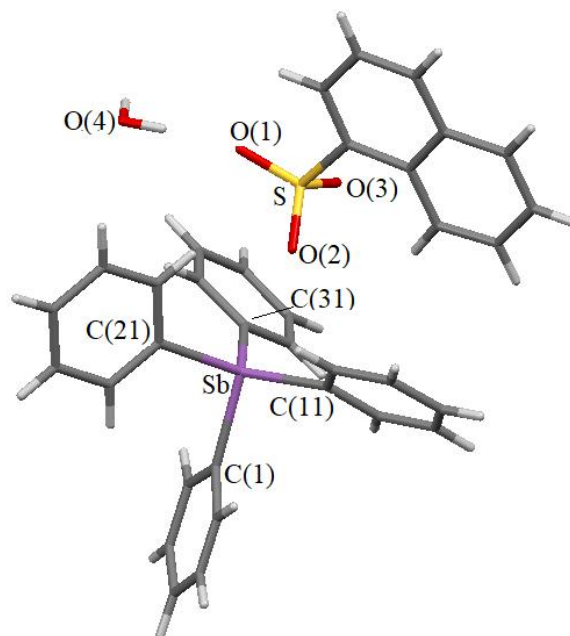


Рис. 1. Строение соединения 1

Искажение тригонально-бипирамидального полиэдра атома сурьмы в **1** подтверждается значительным отклонением валентных углов от теоретических значений. Так, все углы  $\text{CSbC}$  в экваториальной плоскости меньше  $120^\circ$  (сумма экваториальных углов составляет  $347,4(5)^\circ$ ). Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости в направлении аксиально расположенного атома

углерода на 0,432 Å. В связи с этим валентные углы между аксиальными и экваториальными заместителями существенно отличаются от 90°: значения углов C(1)SbC(11, 21, 31) равны 100,8(7)–103,5(6)°, углов O(2)SbC(11, 21, 31) – 71,7(5)–85,1(5)°. Аксиальный угол O(2)SbC(1) равен 172,3(6)°.

Расстояние Sb–C(1) составляет 2,11(2) Å, среднее значение длин экваториальных связей Sb–C(11, 21, 31) – 2,11(1) Å. Отношение длины аксиальной связи Sb–C к среднему значению экваториальных связей Sb–C равно 1. Расстояние Sb(1)⋯O(2) (2,84(1) Å) значительно превосходит сумму ковалентных радиусов атомов.

Можно считать, что в кристалле присутствуют тесные ионные пары: катионы [Ph<sub>4</sub>Sb]<sup>+</sup> и координированные нафталинсульфонатные анионы.

Анионы гидратированы молекулами воды, которые являются «мостиковыми» между сульфонатными группами, образуя восьмичленный цикл (6 атомов кислорода и 2 атома серы) (рис. 2). Расстояния между атомами кислорода молекул воды и сульфонатных групп O(4)⋯O(1) и O(4)⋯O(3) составляют 2,82(2) и 2,89(2) Å, что свидетельствует о существовании слабых водородных связей. Аналогичные «димеры» имеют место в кристаллах гидрата бензолсульфоната тетрафенилсурьмы [3]. Кроме того, молекулы воды имеют короткие контакты (O⋯H–C) с катионами.

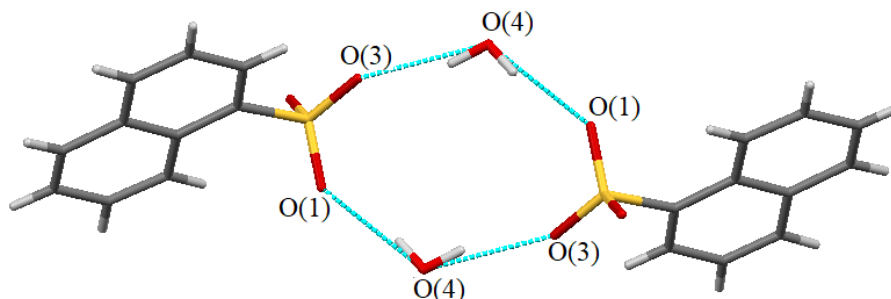


Рис. 2. Межмолекулярные водородные связи в кристалле 1

В аренсульфонатных группах расстояния S–O близки: 1,441(11), 1,443(10), 1,456(11) и соответствуют двойной связи S=O (1,43 Å [24]. Длина связи S–C равна 1,782(16) Å) и близка к справочным данным (1,817 Å [24]). Атом серы имеет искаженное тетраэдрическое окружение, о чем свидетельствуют величины валентных углов (105,0(6)–113,7(7)°), которые незначительно отклоняются от 109,5°.

Комплекс **1** изоструктурен полученному ранее гидрату 1-нафталинсульфонату тетрафенилвисмута [25].

### Выводы

Установлено, что взаимодействие эквимольных количеств пентафенилсурьмы с 1-нафталинсульфоновой кислотой в присутствии влаги воздуха приводит к образованию гидрата 1-нафталинсульфоната тетрафенилсурьмы, в кристалле которого имеются тесные ионные пары. Тетраэдрическая координация атома сурьмы в катионе сильно искажена, и ее можно рассматривать как искаженную тригонально-бипирамидальную, за счет взаимодействия Sb⋯O. Особенностью структуры является наличие межмолекулярных водородных связей с участием молекул воды.

### Благодарность

Выражаю признательность профессору В.В. Шарутину за рентгеноструктурный анализ кристалла соединения **1**.

### Литература

1. Шарутин, В.В. Синтез, реакции и строение арильных соединений пентавалентной сурьмы / В.В. Шарутин, А.И. Поддельский, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2020. – Т. 46, № 10. – С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011.
2. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.

3. Beauchamp, A.L. Molecular Structure of Tetraphenylantimony Hydroxide / A.L. Beauchamp, M.J. Bennett, F.A. Cotton // *J. Amer. Chem. Soc.* – 1969. – V. 91, № 2. – P. 297 – 301. DOI: [org/10.1021/ja01030a015](https://doi.org/10.1021/ja01030a015).
4. Crystal and Molecular Structures of Methoxytetraphenylantimony and Dimethoxytriphenylantimony / K. Shen, W.E. McEwen, S.J. La Placa et al. // *J. Amer. Chem. Soc.* – 1968. – V. 90, № 7. – P. 1718–1723. DOI: [org/10.1021/ja01009a009](https://doi.org/10.1021/ja01009a009).
5. Взаимодействие пентафенилфосфорана с параформом / В.В. Жидков, В.В. Шарутин, В.К. Бельский и др. // *Журн. общ. химии.* – 1995. – Т. 65, вып. 2. – С. 251–256.
6. 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.
7. Пономарева, В.В. Бензоилцианамиды органических производных олова(IV) и сурьмы(V) / В.В. Пономарева, К.В. Домасевич, В.В. Скопенко // *Журн. неорг. химии.* – 1995. – Т. 40, № 11. – С. 1863–1868.
8. Ruther, R. Synthesis of Tetraphenylstibonium Alkyl- and Arylsulfonates. Crystall Structure of Tetraphenylstibonium Benzenesulfonate Hydrate / R. Ruther, F. Huber, H. Preut // *J. Organomet. Chem.* – 1985. – V. 295, iss. 1. – P. 21–28. DOI: [org/10.1016/0022-328X\(85\)88068-2](https://doi.org/10.1016/0022-328X(85)88068-2).
9. Сульфонаты тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Л.П. Панова и др. // *Журн. общ. хим.* – 1997. – Т. 67, вып. 9. – С. 1531–1535.
10. Синтез и строение 4-метилбензолсульфоната тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.А. Тарасова и др. // *Журн. общ. хим.* – 1999. – Т. 69, вып. 12. – С. 1979–1981.
11. Синтез и строение 2,4-диметилбензолсульфоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.А. Тарасова и др. // *Журн. общ. хим.* – 2000. – Т. 70, вып. 8. – С. 1311–1314.
12. Синтез и строение новой кристаллической модификации 4-метилбензолсульфоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, В.С. Сенчури и др. // *Коорд. химия.* – 2002. – Т. 28, № 8. – С. 577–580.
13. Синтез и строение 4-метилбензолсульфоната тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, И.В. Егорова и др. // *Коорд. химия.* – 2003. – Т. 29, № 5. – С. 336–340.
14. Синтез и строение органосульфонов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // *Коорд. химия.* – 2004. – Т. 30, № 1. – С. 15–24.
15. Синтез и строение сурьма- и висмуторганических производных 4-сульфофенола и 2,4-дисульфопофенола / В.В. Шарутин, И.В. Егорова, А.П. Пакусина и др. // *Коорд. химия.* – 2007. – Т. 33, № 3. – С. 176–183.
16. Шарутин, В.В. Кристаллические модификации бензолсульфоната тетра-пара-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчури // *Журн. неорг. химии.* – 2013. – Т. 58, № 11. – С. 1454–1457. DOI: [10.7868/S0044457X13110196](https://doi.org/10.7868/S0044457X13110196).
17. Pan, B. [Sb(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>4</sub>]: An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt that Activates Strong Element-Fluorine Bonds / B. Pan, F.P. Gabbai // *J. Am. Chem. Soc.* – 2014. – V. 136, № 27. – P. 9564–9567. DOI: [10.1021/ja505214m](https://doi.org/10.1021/ja505214m).
18. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of Ph<sub>4</sub>Sb(OTf) and Ph<sub>3</sub>Sb(OTf)<sub>2</sub> as Lewis Acceptors / A.P.M. Robertson, S.S. Chitnis, H.A. Jenkins et al. // *Chem.-Eur. J.* – 2015. – V. 21, № 21. – P. 7902–7912. DOI: [org/10.1002/chem.201406469](https://doi.org/10.1002/chem.201406469).
19. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
20. 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.
21. 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](https://doi.org/10.1107/S0021889808042726).
22. Covalent Radii Revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats et al. // *Dalton Trans.* – 2008. – Iss. 21. – P. 2832–2838. DOI: [10.1039/B801115J](https://doi.org/10.1039/B801115J).

23. Consistent Van der Waals Radii for the Whole Main Group / M. Mantina, A.C. Chamberlin, R. Valero et al. // *J. Phys. Chem. A.* – 2009. – Vol. 113, № 19. – P. 5806–5812. DOI: 10.1021/jp8111556.

24. Tables of Bond Lengths Determined by X-ray and Neutron Diffraction. Part. 1. Bond Lengths in Organic Compounds / F.H. Allen, O. Kennard, D.G. Watson et al. // *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II.* – 1987. – № 12, pt. 2. – P. S1–S19. DOI: org/10.1039/P298700000S1.

25. The Cambridge Crystallographic Database. Release. 2018. Cambridge. <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.

**Шарутина Ольга Константиновна** – доктор химических наук, профессор, зав. кафедрой теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutinao@mail.ru

Поступила в редакцию 3 ноября 2021 г.

DOI: 10.14529/chem220103

## SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TETRAPHENYLANTIMONY 1-NAPHTALENESULFONATE

**O.K. Sharutina**, [sharutinao@mail.ru](mailto:sharutinao@mail.ru)  
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Interaction of equimolar amounts of pentaphenylantimony and 1-naphtalenesulfonic acid in benzene led to tetraphenylantimony 1-naphtalene monohydrate  $\text{Ph}_4\text{SbOSO}_2\text{Naft}\cdot\text{H}_2\text{O}$  (**1**), the structure of which was then characterized. According to the X-ray diffraction data, obtained on an automatic four-circle D8 Quest Bruker diffractometer (two-axis CCD detector,  $\text{MoK}_\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073$  Å, graphite monochromator) at 293 K for crystal **1**: [ $\text{C}_{34}\text{H}_{29}\text{O}_4\text{SSb}$ ,  $M$  655.38; triclinic syngony, symmetry group  $P-1$ ; cell parameters:  $a = 9.456(3)$ ,  $b = 12.541(4)$ ,  $c = 13.980(6)$  Å;  $\alpha = 74.151(15)$  deg.,  $\beta = 79.979(19)$  deg.,  $\gamma = 68.178(12)$  deg.;  $V = 1475.7(9)$  Å<sup>3</sup>; crystal size  $0.5\times 0.5\times 0.23$  mm; reflection index intervals  $-12 \leq h \leq 12$ ,  $-16 \leq k \leq 16$ ,  $-18 \leq l \leq 18$ ; total reflections 20654; independent reflections 5934;  $R_{int}$  0.0385;  $GOOF$  1.202;  $R_1 = 0.1215$ ,  $wR_2 = 0.3556$ ; residual electron density  $1.98/-2.53$  e/Å<sup>3</sup>], the antimony atoms have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the carbon and oxygen atoms in the axial positions (the CSbO angle is  $172.3(6)^\circ$ , the Sb $\cdots$ O distance equals  $2.84(1)$  Å). The Sb–C and S–O bond lengths in **1** change within a narrow range ( $2.000(13)$ – $2.132(13)$  Å and  $1.441(4)$ – $1.456(4)$  Å). The structural organization in crystal **1** is caused by weak intermolecular contacts of the S=O $\cdots$ H–C type,  $2.50$ – $2.71$  Å. Complete tables of atom coordinates, bond lengths and valence angles for structure **1** are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (No. 2115624; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

**Keywords:** 1-naphtalenesulfonic acid, pentaphenylantimony, tetraphenylantimony 1-naphtalenesulfonate, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis.

### References

1. Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. Aryl Compounds of Pentavalent Antimony: Syntheses, Reactions, and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2020, vol. 46, no. 10, pp. 663. DOI: org/10.1134/S1070328420100012.

2. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekulyarnye struktury organicheskikh soedineniy sur'my (V)*. [The Molecular Structure of Organic Compounds Antimony(V)]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ. Publ., 2012. 395 p. (in Russ.).

3. Beauchamp A.L., Bennett M.J., Cotton F.A. Molecular Structure of Tetraphenylantimony Hydroxide. *J. Amer. Chem. Soc.*, 1969, vol. 91, no. 2, pp. 297–301. DOI: org/10.1021/ja01030a015.

4. Shen K., McEwen W.E., La Placa S.J., Hamilton W.C., Wolf A.P. Crystal and Molecular Structures of Methoxytetraphenylantimony and Dimethoxytriphenylantimony. *J. Amer. Chem. Soc.*, 1968, vol. 90, no. 7, pp. 1718–1723. DOI: org/10.1021/ja01009a009.

5. Zhidkov V.V., Sharutin V.V., Belsky V.K., Magomedova N.S. [Interaction of Pentaphenylphosphorane with Paraform]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1995, vol. 65, no. 2, pp. 251–256. (in Russ.)
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Y., Starichenko V.F., Fokin 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. 423–427. DOI: 10.1023/A:1011335724711.
7. Ponomareva V.V., Domasevich K.V., Skopenko V.V. Benzoylcyanamides of Organic Derivatives of Tin(IV) and Antimony(V). *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1995, vol. 40, no. 11, pp. 1836–1868. (in Russ.)
8. Ruther R., Huber F., Preut H. Synthesis of Tetraphenylstibonium Alkyl- and Arylsulfonates. Crystal Structure of Tetraphenylstibonium Benzenesulfonate Hydrate. *J. Organomet. Chem.*, 1985, vol. 295, no. 1, pp. 21–28. DOI: org/10.1016/0022-328X(85)88068-2.
9. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Panova L.P., Belsky V.K. Tetra- and Triphenylantimony Sulfonates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1997, vol. 67, no. 9, pp. 1438–1442.
10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova T.A., Kharsika A.N., Bel'skii V.K. Synthesis and Structure of Tetra-*p*-Tolylantimony *p*-Toluenesulfonate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1999, vol. 69, no. 12, pp. 1892–1894.
11. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova T.A., Kovaleva T.A., Bel'sky V.K. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 2,4-Dimethylbenzenesulfonate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2000, vol. 70, no. 8, pp. 1311–1314. (in Russ.)
12. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Senchurin V.S., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A. Synthesis and Structure of New Crystal Modification of Tetraphenylantimony 4-Methylbenzenesulfonate. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 8, pp. 540–543. DOI: org/10.1023/A:1019749427770.
13. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Egorova I.V., Ivanenko T.K., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S. Tetra-*p*-Tolylantimony 4-Methylbenzenesulfonate: Synthesis and Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2003, vol. 29, no. 5, pp. 312–316. DOI: org/10.1023/A:1023667500059.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Platonova T.P., Gerasimenko A.V., Bukvetskii B.V., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Organosulfonates. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2004, vol. 30, no. 1, pp. 13–22. DOI: 10.1023/B:RUO.0000011636.28262.d3.
15. Sharutin V.V., Egorova I.V., Pakusina A.P., Sharutina O.K., Pushilin M.A. Synthesis and Structures of Organoantimony and Organobismuth Derivatives of 4-Sulfophenol and 2,4-Disulfophenol. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2007, vol. 33, no. 3, pp. 168–175. DOI: 10.1134/S1070328407030037
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Crystalline Modifications of Tetra-(*p*-tolyl)antimony Benzene Sulfonate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2013, vol. 58, no. 11, pp. 1302–1305. DOI: 10.1134/S0036023613110181
17. Pan B., Gabbai F.P. [Sb(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>4</sub>][B(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>4</sub>]: An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt that Activates Strong Element-Fluorine. *J. Am. Chem. Soc.*, 2014, vol. 136, no. 27, pp. 9564–9567. DOI: 10.1021/ja505214m.
18. Robertson A.P.M., Chitnis S.S., Jenkins H.A., McDonald R., Ferguson M.J., Burford N. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of Ph<sub>4</sub>Sb(OTf) and Ph<sub>3</sub>Sb(OTf)<sub>2</sub> as Lewis Acceptors. *Chem.-Eur. J.*, 2015, vol. 21, no. 21, pp. 7902–7912. DOI: org/10.1002/chem.201406469.
19. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
20. 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.
21. 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.
22. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragána F., Alvarez S. Covalent Radii Revisited. *Dalton Trans.*, 2008, iss. 21, pp. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.

23. Mantina M., Chamberlin A.C., Valero R., Cramer C.J., Truhlar D.G. Consistent Van der Waals Radii for the Whole Main Group. *J. Phys. Chem. A.*, 2009, vol. 113, no. 19, pp. 5806–5812. DOI: 10.1021/jp8111556.

24. Allen F.H., Kennard O., Watson D.G., Brammer L., Orpen A.G., Taylor R. Tables of Bond Lengths Determined by X-ray and Neutron Diffraction. Part. 1. Bond Lengths in Organic Compounds. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II*, 1987, no. 12, pt. 2, pp. S1–S19. DOI: org/10.1039/P298700000S1.

25. The Cambridge Crystallographic Database. Release. 2018. Cambridge. <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.

*Received 3 November 2021*

---

**ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ**

Шарутина, О.К. Синтез и строение гидрата 1-нафталинсульфоната тетрафенилсурьмы / О.К. Шарутина // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 1. – С. 24–31. DOI: 10.14529/chem220103

**FOR CITATION**

Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 1-Naphtalenesulfonate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022, vol. 14, no. 1, pp. 24–31. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220103

---