

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ДИФТОРИДА ТРИС(2-МЕТОКСИ-5-ХЛОРФЕНИЛ)СУРЬМЫ

В.В. Белов

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием дибромидом трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы и фторида натрия в водно-ацетоновом растворе получен с выходом 92 % дифторид трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы (**1**), кристаллизующийся из смеси ацетонитрил–октан. Соединение идентифицировано методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. По данным РСА, кристаллы **1** желто-коричневого цвета имеют мало искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с аксиально расположенными атомами галогена. Согласно данным РСА, проведенного на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединения: пространственная группа $P\bar{1}$, $a = 12,93(10)$, $b = 14,84(18)$, $c = 15,1(2)$ Å, $\alpha = 64,5(6)^\circ$, $\beta = 65,6(4)^\circ$, $\gamma = 65,1(3)^\circ$, $V = 2269(46)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,711$ г/см³, $Z = 2$. Длины связей Sb–C равны 2,09(4), 2,08(5) и 2,06(4) Å, валентные углы CSbC составляют 116,99(2), 122,05(2), 120,86(1)°. Значения длин связей Sb–F равны 1,995(3) и 1,936 (3). Атомы кислорода метокси-групп координируются на атом металла [внутримолекулярные расстояния Sb⋯Оме 3,25(5); 3,04(3) и 3,11(5) Å]. Валентные углы Sb⋯О (О(3)–Sb(1)–О(1), О(1)–Sb(1)–О(2), О(2)–Sb(1)–О(3)) равны 108,2(9), 114,4(7) и 115,3(9)° соответственно. Аксиальный угол FSbF равен 179,13(9)°, экваториальные углы имеют значения 114,78(3), 116,01(2) и 113,45(2)°.

Ключевые слова: синтез, дифторид трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Органические производные пентавалентной сурьмы достаточно хорошо изучены [1–41], из которых более всего изучены производные пентавалентной сурьмы Ar_3SbX_2 (X – электроотрицательный лиганд) [42–57]. Известны арильные соединения сурьмы, в которых центральный атом координируется с атомами кислорода [58–62]. Настоящая работа посвящена исследованию взаимодействия фторида натрия с дибромидом трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы и определению структурных особенностей полученного соединения методом рентгеноструктурного анализа.

Экспериментальная часть

Синтез дифторида трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы $C_{42}H_{36}O_6F_4Cl_6Sb_2$ (**1**).

К водному раствору 269 мг (0,640 ммоль) фторида натрия прибавляли 500 мг (0,640 ммоль) трис(2-метокси-5-хлорфенил)дибромид сурьмы в 20 мл ацетона, перемешивали и оставляли на ночь. Выделившийся осадок фильтровали и сушили. После перекристаллизации твердого остатка из смеси ацетонитрил–октан (3:1 объемн.) получили 390 мг (92 %) бледно-желтых кристаллов соединения **1** с $t_{\text{пл}} = 178,3$ °С.

ИК-спектр, ν , см⁻¹: 3099, 3076, 3005, 2972, 2941, 2895, 2843, 2536, 1762, 1577, 1479, 1463, 1440, 1362, 1286, 1274, 1255, 1236, 1180, 1153, 1141, 1107, 1056, 1024, 997, 885, 808, 742, 709, 682, 640, 545, 522, 487, 445.

Найдено, %: С 43,02; Н 3,19. $C_{42}H_{36}O_6F_4Cl_6Sb_2$. Вычислено, %: С 43,15; Н 3,11.

ИК-спектр соединения **1** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см⁻¹.

Элементный анализ на С, Н проведен на анализаторе Carlo-Erba 1106.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла соединения **1** проводили на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_{α} -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [63]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [64], OLEX2 [65]. Струк-

Химия элементоорганических соединений

тура определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структуры приведены в табл. 1. Основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Таблица 1
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры 1

Параметр	1
Формула	$C_{42}H_{36}O_6F_4Cl_6Sb_2$
M	1168,91
Сингония	Триклинная
Пр. группа	$P-1$
a , Å	12,93(10)
b , Å	14,84(18)
c , Å	15,1(2)
α , град.	64,5(6)
β , град.	65,6(4)
γ , град.	65,1(3)
V , Å ³	2269(46)
Z	2
ρ (выч.), г/см ³	1,711
μ , мм ⁻¹	1,605
$F(000)$	1152,0
Размер кристалла, мм	0,30 × 0,25 × 0,04
Область сбора данных по 2θ , град.	5,48–58,72
Интервалы индексов отражений	$-17 \leq h \leq 15$, $-19 \leq k \leq 19$, $-20 \leq l \leq 19$
Измерено отражений	31322
Независимых отражений	10670 ($R_{int} = 0,3695$)
Переменных уточнения	547
$GOOF$	1,113
R -факторы по $I > 2\sigma(I)$	$R_1 = 0,1997$, $wR_2 = 0,4098$
R -факторы по все отражениям	$R_1 = 0,4352$, $wR_2 = 0,5320$
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å ³	2,07/–3,06

Таблица 2
Основные длины связей (d) и валентные углы (ω) в структуре 1

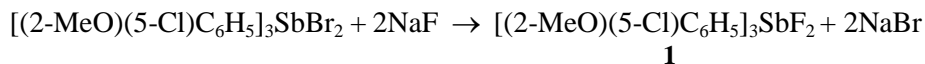
Связь	d , Å	Угол	ω , град
Sb(1)–F(1)	1,93(3)	F(1)Sb(1)C(11)	85,3(16)
Sb(1)–C(11)	2,08(5)	F(1)Sb(1)C(3)	88,4(12)
Sb(1)–C(3)	2,09(2)	F(1)Sb(1)C(21)	92,9(13)
Sb(1)–O(21)	2,07(4)	F(1)Sb(1)F(2)	179,1(8)
Sb(1)–F(2)	1,99(3)	C(11)Sb(1)C(3)	116,7(14)
Sb(2)–F(3)	1,99(3)	C(21)Sb(1)C(11)	122,2(14)
Sb(2)–F(4)	1,93(3)	C(21)Sb(1)C(3)	121,0(12)
Sb(2)–C(51)	2,04(3)	F(2)Sb(1)C(11)	94,4(16)
Sb(2)–C(61)	2,18(4)	F(2)Sb(1)C(3)	91,0(12)
Sb(2)–C(41)	2,09(5)	F(2)Sb(1)C(21)	88,8(17)
Cl(6)–C(65)	1,62(6)	F(3)Sb(2)C(51)	88,8(17)
Cl(4)–C(45)	1,57(4)	F(3)Sb(2)C(61)	82,0(15)

Обсуждение результатов

Известно несколько эффективных способов получения соединений типа Ar_3SbX_2 , среди которых следует выделить реакции замещения атомов галогена на иные группы. Это прежде всего реакции замещения с участием дигалогенидов триарилсурьмы с натриевыми, калиевыми или се-

ребряными солями кислот. Данный метод синтеза является одностадийным и характеризуется мягкими условиями протекания реакций, высоким выходом и чистотой целевого продукта.

Синтез дифторида *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы осуществлен по реакции обмена между дибромидом *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы и фторидом натрия в водно-ацетоновом растворе при комнатной температуре. Последующая перекристаллизация твердого остатка из смеси ацетонитрил–октан позволила выделить кристаллы, пригодные для РСА.



Соединение **1** представляет собой кристаллы жёлто-коричневого цвета с четкой температурой плавления, хорошо растворимые в ароматических углеводородах и полярных растворителях. Строение комплекса подтверждено методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

В ИК-спектре соединения **1** наблюдаются характеристические полосы колебаний [66, 67] при $\sim 450\text{ см}^{-1}$ (Sb–C), 1255 см^{-1} (O–C), 1480 см^{-1} (Ar), 2843 см^{-1} (H–C_{Alk}), 3076 см^{-1} (H–C_{Ar}).

По данным РСА, атом сурьмы в молекуле соединения **1** имеет мало искажённую тригонально-бипирамидальную координацию с аксиально расположенными атомами галогена (рис. 1).

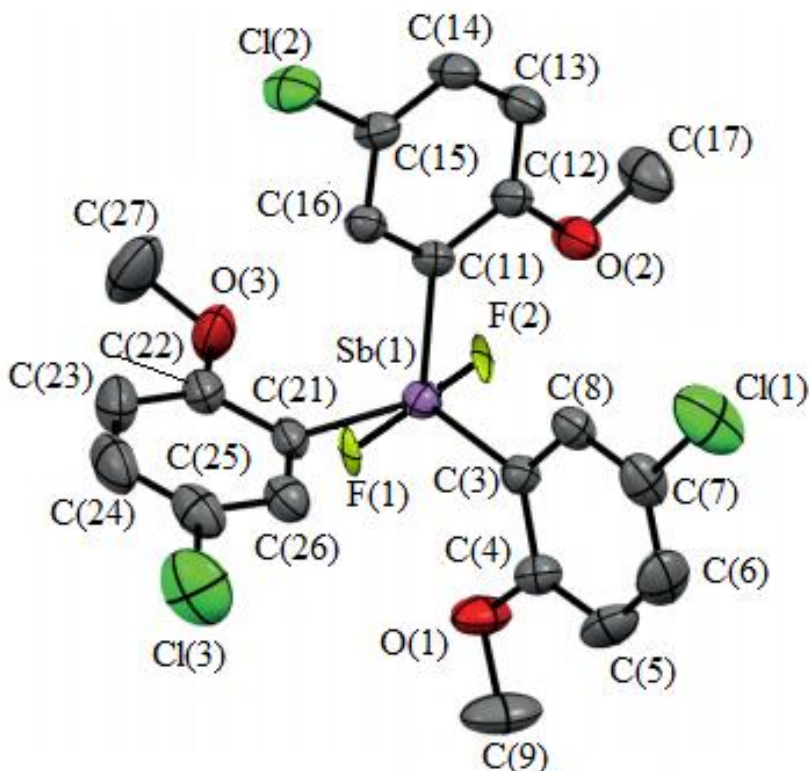


Рис. 1. Общий вид молекулы дифторида *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы (атомы водорода не показаны)

Длины связей Sb–C равны 2,09(4), 2,08(5) и 2,06(4) Å, а валентные углы CSbC составляют 116,99(2), 122,05(2), 120,86(1)°. Значения длин связей Sb–F равны 1,995(3) и 1,936(3) Å. Атомы кислорода метоксигрупп координированы на атом металла [внутримолекулярные расстояния Sb⋯ОМе составляют 3,25(5); 3,04(3) и 3,11(5) Å]. Аксиальный угол FSbF равен 179,13(9)°. Данные контакты структурируют молекулы соединения **1** в кристалле в слои, расположенные перпендикулярно кристаллографической оси *b* (рис. 2).

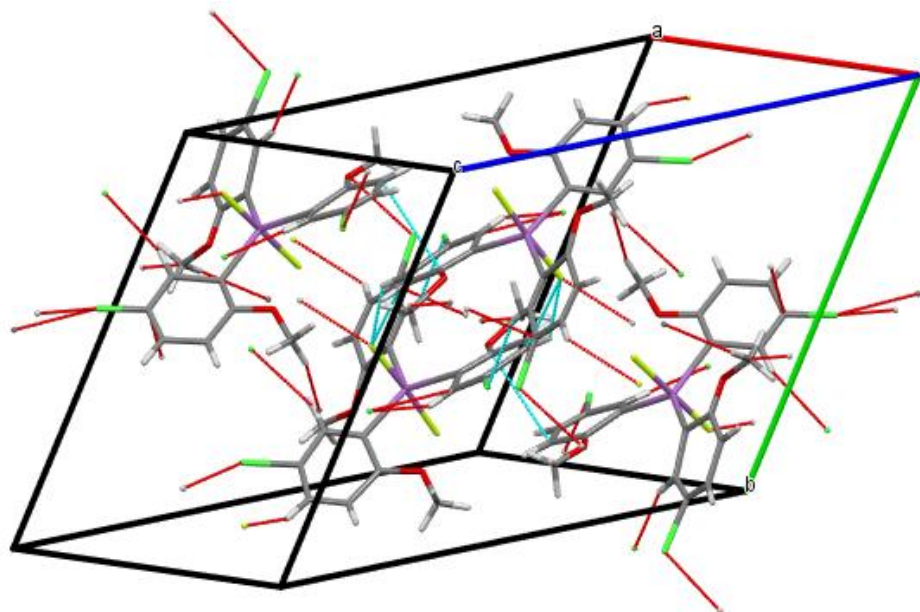


Рис. 2. Упаковка ионов комплекса 1 в кристалле (показан только один слой)

Выводы

Таким образом, по реакции ионного обмена фторида натрия с дибромидом *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы получен и структурно охарактеризован дифторид *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы. Соединение 1 имеет мало искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с аксиально расположенными атомами фтора.

Благодарности

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

Литература

1. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.
2. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide / G.-C. Wang, J. Xiao, L. Yu et al. // J. Organomet. Chem. – 2004. – V. 689, № 9. – P. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Синтез и строение цианамида тетрафенилсурьмы / И.В. Егорова, В.В. Жидков, И.П. Гришняк и др. // Журн. общ. химии. – 2014. – Т. 84, № 7. – С. 1176–1178.
4. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates / G.-C. Wang, Y.-N. Lu, J. Xiao et al. // J. Organomet. Chem. – 2005. – V. 690, № 1. – P. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate / V.A. Trush, K.E. Gubina, V.M. Amirkhanov et al. // Polyhedron. – 2005. – V. 24, № 9. – P. 1007–1014. DOI: 10.1016/j.poly.2005.01.023.
6. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination / H. Yamamichi, S. Matsukawa, S. Kojima et al. // Heteroat. Chem. – 2011. – V. 22, № 3–4. – P. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. 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.
8. Синтез, структурное и MAS ЯМР (^{13}C , ^{15}N) спектральное исследование комплексов тетрафенилсурьмы с N,N-диалкилдитиокарбаматными лигандами: проявление канформационной изомерии / А.В. Иванов, А.П. Пакулина, М.А. Иванов и др. // Докл. акад. наук СССР. – 2005. – Т. 401, № 5. – С. 643–647.

9. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OTf})$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OTf})_2$ as Lewis Acceptors / A.P.M. Robertson, S.S. Chitnis, H.A. Jenkins et al. // Chem. – Eur. J. – 2015. – V. 21, № 21. – P. 7902–7913. DOI:10.1002/chem.201406469.
10. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations / M. Yang, N. Pati, G. Belanger-Chabot et al. // Dalton Trans. – 2018. – V. 47. – P. 11843–11850. DOI:10.1039/C8DT00702K.
11. Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure / K.V. Domasevich, V.V. Skopenko, R. Kempe et al. // Russ. J. Inorg. Chem. – 1998. – V. 43, № 2. – P. 192–195.
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)этанондиоксиматтетрафенилсурьмы $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$ / 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. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V) / N. Dinsdale, J.C. Jeffrey, R.J. Kilby et al. // Inorg. Chim. Acta. – 2007. – V. 360, № 1. – P. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.
16. Perrin, C.L. Symmetry of Metal Chelates / C.L. Perrin, Y.-J. Kim // Inorg. Chem. – 2000. – V. 39, № 17. – P. 3902–3910. DOI:10.1021/ic000382+.
17. Pan, B. $[\text{Sb}(\text{C}_6\text{F}_5)_4][\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$: 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.
18. 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.
19. Domasevitch, K.V. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures / K.V. Domasevitch, N.N. Gerasimchuk, A. Mokhir // Inorg. Chem. – 2000. – V. 39, № 6. – P. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Шарутин, В.В. Синтез и строение ароксидов тетрафенилсурьмы Ph_4SbOAr ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)$ (*трет*-Bu-4), $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорг. химии. – 2017. – Т. 62, № 3. – С. 290–295. DOI: 10.7868/S0044457X17030151.
21. Шарутин, В.В. Новый способ получения ароксидов хлоротрифенилсурьмы $\text{Ph}_3\text{SbCl}(\text{OAr})$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Коорд. химия. – 2016. – Т. 42, № 1. – С. 34–38. DOI: 10.7868/S0132344X15120075.
22. 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.
23. Bone, S.P. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its / S.P. Bone, D.B. Sowerby // Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem. – 1989. – V. 45, № 1–2. – P. 23–29. DOI:10.1080/10426508908046072.
24. Синтез и строение ниацината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакулина, Т.П. Платонова и др. // Журн. общ. химии. – 2004. – Т. 74, № 2. – С. 234–237.
25. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands / H.-D. Yin, L.-Y. Wen, J.-C. Cui et al. // Polyhedron. – 2009. – V. 28, № 14. – P. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.

26. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety / L. Quan, H.-D. Yin, J.-C. Cui et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework / L.-Y. Wen, H.-D. Yin, W.-K. Li et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2010. – V. 363, № 4. – P. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of $C_5H_5FeC_5H_4CO_2SbPh_4$ and $(C_5H_5FeC_5H_4CO_2)_2Sb(4-CH_3C_6H_4)_3$ / 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.
29. 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.
30. 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.
31. Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$, $[SbPh_3(OMe)_2]_2ox$ and $(SbPh_4)_2ox$ / P.M. Millington, D.B. Sowerby // *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* – 1992. – V. 7. – P. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Термохимические свойства $Ph_4Sb(OC(O)C_{10}H_{15})$ и $Ph_3Sb(OC(O)C_{10}H_{15})_2$ / Д.В. Лякаев, А.В. Маркина, Е.В. Хабарова и др. // *Журн. физ. химии.* – 2018. – Т. 92, № 9. – С. 1384–1389. DOI: 10.1134/S0044453718090170.
33. 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.
34. 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.
35. 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.
36. 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.
37. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь, А.П. Пакузина и др. // *Коорд. химия.* – 2002. – Т. 28, № 5. – С. 356–363.
38. Синтез и строение феноксиацетата и этилмалоната тетрафенилсурьмы $Ph_4SbOC(O)R$ [$R = CH_2OPh, CH_2C(O)OC_2H_5$] / В.В. Шарутин, А.П. Пакузина, О.П. Задачаина и др. // *Коорд. химия.* – 2004. – Т. 30, № 6. – С. 426–431.
39. Синтез и строение 1-адамтанкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамтанкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // *Журн. общ. химии.* – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1643.
40. Кочешков, К.А. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут / К.А. Кочешков, А.П. Сколдинов, Н.Н. Землянский. – М.: Наука, 1976. – 483 с.
41. 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.
42. 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.
43. Qiao, Y. *Trans-tris*(4-bromophenyl)dichloridoantimony(V) / Y. Qiao, J. Jiang, J. Cui // *Act Crystallogr. Sect. E: Struct. Rep. Online.* – 2012. – V. 68. – m1552. DOI: 10.1107/S160053681204809X.

44. 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.
45. Чехлов, А.Н. Кристаллическая структура дифтортрифенилсурьмы с необычными внутри-молекулярными водородными связями С-Н...F / А.Н. Чехлов // Докл. АН СССР. – 1993. – Т. 328, № 2. – С. 205–208.
46. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I₂: Isolation of [R₃SbI]⁺ 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.
47. 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.
48. Реакции *транс*-[OsO₂Cl₂L₂] (L = PPh₃, AsPh₃, SbPh₃) с уксусной кислотой / А.Н. Беляев, А.В. Еремин, С.А. Симонова и др. // Журнал прикладной химии. – 2002. – Т. 75, № 12. – С. 1947–1950.
49. 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.
50. 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.
51. Синтез и строение дифторида, дихлорида и дибензоата трис(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.
52. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (±)-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.
53. 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.
54. Solid-state Structures of Triarylantimony Dihalides; the Isolation of Some Mixed-halide Species and Crystal Structures of Ph₃SbI₂ and [Ph₄Sb]I₃ / N. Bricklebank, S.M. Godfrey, H.P. Lane et al. // *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* – 1994. – P. 1759–1763. DOI: 10.1039/DT9940001759.
55. Baker, L.-J. Structural Investigations of the Organoantimony(V) Halides Ph₄SbX and Ph₃SbX₂ (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.
56. Синтез и строение дибромид три(пара-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 12. – С. 887–889.
57. Diverse Structures and Remarkable Oxidizing Ability of Triaryl(bismuthane) Oxides. Comparative Study on the Structure and Reactivity of a Series of Triaryl(pnictogen) Oxides / Y. Matano, H. Nomura, T. Hisanaga et al. // *Organometallics.* – 2004. – V. 23, № 23. – P. 5471–5480.
58. Синтез и особенности строения бис(2-нитробензоата) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Координационная химия. – 2011. – Т. 37, № 10. – С. 782–785.
59. 2-Метокси-5-бромфенильные соединения сурьмы. Синтез и строение / В. В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О. К. Шарутина и др. // Журнал общей химии. – 2011. – Т. 81, № 10. – С. 1649–1652.
60. Matano, Y. Synthesis and Structural Comparison of Triaryl(sulfonylimino)pnictoranes / Y. Matano, H. Nomura, H. Suzuki // *Inorg. Chem.* – 2002. – V. 41, № 7. – P. 1940–1948. DOI: 10.1021/ic0110575.
61. Синтез и особенности строения бис(циклопропанкарбоксилата) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журнал общей химии. – 2012. – Т. 82, № 10. – С. 1646–1649.
62. Шарутин, В.В. Синтез и особенности строения дикарбоксилатов трис(5-бром,2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журнал неорганической химии. – 2014. – Т. 59, № 4. – С. 481. DOI 10.7868/S0044457X14040217.

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

64. 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.

65. 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.

66. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.

67. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Шукин и др. – СПб.: СПбГЛТА, 2007. – 54 с.

Белов Василий Васильевич – студент, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: vasya.belov.00@bk.ru

Поступила в редакцию 1 ноября 2021 г.

DOI: 10.14529/chem220107

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF *TRIS*(2-METHOXY-5-CHLOROPHENYL)ANTIMONY DIFLUORIDE

V.V. Belov, vasya.belov.00@bk.ru
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony difluoride (**1**) has been obtained by the substitution reaction between *tris*(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony dibromide and sodium fluoride in an aqueous acetone solution, yielding 92%, after crystallization from a mixture of acetonitrile and octane. The compound has been identified by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. According to the X-ray diffraction data, yellow-brown crystals **1** have a slightly distorted trigonal-bipyramidal coordination with axially arranged halogen atoms. According to a diffractometer D8 QUEST Bruker, the critical parameters of the unit cell of the compound are: space group *P*-1, *a* = 12.93(10), *b* = 14.84(18), *c* = 15.1(2) Å, α = 64.5(6)°, β = 65.6(4)°, γ = 65.1(3)°, *V* = 2269(46) Å³, ρ_{calc} = 1.711 g/cm³, *Z* = 2. The Sb–C bond lengths are 2.09(4), 2.08(5), and 2.06(4) Å, the CSbC valence angles are 116.99(2), 122.05(2), 120.86(1)°. The Sb–F bond lengths are 1.995(3) and 1.936(3). The oxygen atoms of the methoxy groups are coordinated to the metal atom [the Sb⋯OMe intramolecular distances equal 3.25(5), 3.04(3), and 3.11(5) Å]. The Sb⋯O valence angles are equal to 108.2(9), 114.4(7), and 115.3 (9)°, respectively. The FSbF axial angle is 179.13(9)°, and the equator angles are 114.78(3), 116.01(2), and 113.45(2)°.

Keywords: synthesis, *tris*(2-methoxy-5-chlorophenyl) antimony difluoride, X-ray diffraction analysis.

References

1. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.
2. Wang G.-C., Xiao J., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide. *J. Organomet. Chem.*, 2004, vol. 689, no. 9, pp. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Egorova I.V., Zhidkov V.V., Grinishak I.P., Rakhanskii A.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Cyanamide. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 7, pp. 1371–1373. DOI: 10.1134/S1070363214070214.

4. Wang G.-C., Lu Y.-N., Xiao J., Yu L., Song H.-B., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates. *J. Organomet. Chem.*, 2005, vol. 690, no. 1, pp. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Trush V.A., Gubina K.E., Amirkhanov V.M., Swiatek-Kozłowska J., Domasevitch K.V. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate. *Polyhedron*, 2005, vol. 24, no. pp. 1007–1014.
6. Yamamichi H., Matsukawa S., Kojima S., Ando K., Yamamoto Y. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination. *Heteroat. Chem.*, 2011, vol. 22, no. 3–4, pp. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. 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.
8. Ivanov A.V., Pakusina A.P., Ivanov M.A., Sharutin V.V., Gerasimenko A.V., Anzutkin O.N., Grobner G., Forsling W. [Synthesis, Structural and MAS NMR (¹³C, ¹⁵N) Studies of Tetraphenylantimony Complexes with N,N-Dialkylthiocarbamate Ligands: a Phenomenon of Conformational Isomerism]. *Doklady Akademii Nauk SSSR*, 2005, vol. 401, no. 5, pp. 643–647. (in Russ.)
9. 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 Ph₄Sb(OTf) and Ph₃Sb(OTf)₂ as Lewis Acceptors. *Chem. – Eur. J.*, 2015, vol. 21, no. 21, pp. 7902–7913. DOI: 10.1002/chem.201406469.
10. Yang M., Pati N., Belanger-Chabot G., Hirai M., Gabbai F.P. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations. *Dalton Trans.*, 2018, vol. 47, pp. 11843–11850. DOI: 10.1039/C8DT00702K.
11. Domasevich K.V., Skopenko V.V., Kempe R., Mokhir A.A., Sieler J., Hoyer E. [Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure]. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1998, vol. 43, no. 2, pp. 192–195.
12. Sharutin V.V., Molokova O.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Bis(tetraphenylantimony)1,2-diphenylethanedione Dioximate Toluene Solvate Ph₄SbONC(Ph)C(Ph)ONSbPh₄ · 2PhCH₃ and Tetraphenylantimony 2-hydroxy-1,2-diphenylethanoneoximate Ph₄SbONC(Ph)CH(Ph)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. Arvanitis 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. Dinsdale N., Jeffrey J.C., Kilby R.J., Mansell S.M., Presly O.C., Russell C.A. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V). *Inorg. Chim. Acta*, 2007, vol. 360, no. 1, pp. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.
16. Perrin C.L., Kim Y.-J. Symmetry of Metal Chelates. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 17, pp. 3902–3910. DOI: 10.1021/ic000382+.
17. Pan B., Gabbai F.P. [Sb(C₆F₅)₄][B(C₆F₅)₄]: An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt That Activates Strong Element-Fluorine Bonds. *J. Am. Chem. Soc.*, 2014, vol. 136, no. 27, pp. 9564–9567. DOI: 10.1021/ja505214m.
18. 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.
19. Domasevitch K.V., Gerasimchuk N.N., Mokhir A. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 6, pp. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylantimony Aroxides Ph₄SbOAr (Ar = C₆H₄C₆H₇, C₆H₂(Br₂-2,6)(*tert*-Bu-4), C₆H₃(NO₂)₂-2,4, C₆H₂(Br₂-2,6)(NO₂-4)): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 3, pp. 295–300. DOI: 10.1134/S0036023617030147.

21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. New Preparation Method of Chlorotriphenylantimony Aryloxides $\text{Ph}_3\text{SbCl}(\text{OAr})$. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2016, vol. 42, no. 1, pp. 32–36. DOI:10.1134/S1070328415120076.
22. 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.
23. Bone S.P., Sowerby D.B. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its. *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1989, vol. 45, no. 1–2, pp. 23–29. DOI: 10.1080/10426508908046072.
24. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Popov D.Yu., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Nicotinate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2004, vol. 74, no. 2, pp. 207–210. DOI: 10.1023/B:RUGC.0000025501.29625.ff.
25. Yin H.-D., Wen L.-Y., Cui J.-C., Li W.-K. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands. *Polyhedron*, 2009, vol. 28, no. 14, pp. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
26. Quan L., Yin H.-D., Cui J.-C., Hong M., Wang D.-Q. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. Wen L.-Y., Yin H.-D., Li W.-K., Wang D.-Q. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework. *Inorg. Chim. Acta*, 2010, vol. 363, no. 4, pp. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. 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.
29. 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.
30. 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.
31. Millington P.M., Sowerby D.B., Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of $[\text{SbPh}_4][\text{SbPh}_2(\text{ox})_2]$, $[\text{SbPh}_3(\text{OMe})_2\text{ox}]$ and $(\text{SbPh}_4)_2\text{ox}$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, vol. 7, pp. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Lyakaev D.V., Markina A.V., Khabarova E.V., Smirnova N.N., Knyazev A.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Thermochemical Properties of $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OC}(\text{O})\text{C}_{10}\text{H}_{15})$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OC}(\text{O})\text{C}_{10}\text{H}_{15})_2$. *Russ. J. Phys. Chem.*, 2018, vol. 92, no. 9, pp. 1659–1633. DOI: 10.1134/S0036024418090170.
33. 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.
34. 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.
35. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.V., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Synthesis of Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 3, pp. 390–391. DOI: 10.1023/A:1015439500222.
36. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., 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.
37. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., 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.

38. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Zadachina O.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Phenoxyacetate and Ethylmalonate $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)R}$ ($\text{R} = \text{CH}_2\text{OPh}$ and $\text{CH}_2\text{C(O)OC}_2\text{H}_5$). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2004, vol. 30, no. 6, pp. 397–402. DOI: 10.1023/B:RUCO.0000030159.74150.a1.
39. 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. 2131–2138. DOI: 10.1134/S1070363209100107.
40. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyansky N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut* [Methods of the Organometallic Chemistry. Antimony, Bismuth]. Moscow: Nauka, 1976. 483 p.
41. 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 $(4\text{-EtC}_6\text{H}_4)_3\text{SbCl}_2$ and $(4\text{-EtC}_6\text{H}_4)_3\text{SbBr}_2$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2017, vol. 9, no. 3, pp. 59–64. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem170307.
42. 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.
43. 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.
44. 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.
45. 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.).
46. 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.
47. 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.
48. Belyaev A.N., Eremin A.V., Simanova S.A., Evreinova N.V. Reactions of *trans*- $[\text{OsO}_2\text{Cl}_2\text{L}_2]$ ($\text{L} = \text{PPh}_3, \text{AsPh}_3, \text{SbPh}_3$) with Acetic Acid. *Russ. J. Appl. Chem.*, 2002, vol. 75, pp. 1947. DOI: 10.1023/A:1023366810613.
49. 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.
50. 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.
51. 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.
52. Jiang J., Yin H., Wang F., Han Z., Wang F., Cheng S., Hong M. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (\pm)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties. *Dalton Trans.*, 2013, vol. 42, pp. 8563–8566. DOI: 10.1039/C3DT50221J.
53. Webster M. Dibromotriphenylantimony(V), a Second Polymorph. *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.*, 1998, vol. 54, pp. 570–572. DOI: 10.1107/S0108270197018040.
54. Brickelbank N., Godfrey S.M., Lane H.P., Mc Auliffe C.A., Pritchard R.G. Solid-state Structures of Triarylantimony Dihalides; the Isolation of Some Mixed-halide Species and Crystal Structures of Ph_3SbI_2 and $[\text{Ph}_4\text{Sb}]_3$. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 1994, pp. 1759–1763. DOI: 10.1039/DT9940001759.

55. 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.

56. 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.

57. Matano Y., Nomura H., Hisanaga T., Nakano H., Shiro M., Imahori H. Diverse Structures and Remarkable Oxidizing Ability of Triaryl(bismuthane) Oxides. Comparative Study on the Structure and Reactivity of a Series of Triaryl(pnictogen) Oxides. *Organometallics*, 2004, vol. 23, no. 23, pp. 5471–5480. DOI: 10.1021/om0494115.

58. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Chagarova O.V., Zelevets L.E. *Tris*(2-Methoxy-5-Bromophenyl)antimony *Bis*(2-Nitrobenzoate): Synthesis and Specific Features of the Structure. *Russ. Coord. Chem.*, 2011, vol. 37, no. 10, p. 781. DOI: 10.1134/S1070328411090089.

59. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Chagarova O.V. 2-Methoxy-5-bromophenyl Antimony Compounds. Synthesis and Structure. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2011, vol. 81, no. 10, p. 1649. DOI: 10.1134/S1070363211100100.

60. Matano Y., Nomura H., Suzuki H. Synthesis and Structural Comparison of Triaryl(sulfonylimino)pnictoranes. *Inorg. Chem.*, 2002, vol. 41, no. 7, pp. 1940–1948. DOI: 10.1021/ic0110575.

61. 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.

62. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 4, pp. 326–331. DOI: 10.1134/S0036023614040202.

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

64. 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.

65. 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.

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

67. Vasil'ev A.V., Grinenko E.V., Schukin A.O., Fedulina T.G. *Infrakrasnaya spektroskopiya organicheskikh i prirodnykh soedineniy* [Infrared spectroscopy of organic and natural compounds]. Saint Petersburg, SPbSFTU, 2007. 54 p.

Received 1 November 2021

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Белов, В.В. Синтез и строение дифторида *трис*(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы / В.В. Белов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 1. – С. 59–70. DOI: 10.14529/chem220107

FOR CITATION

Belov V.V. Synthesis and Structure of *Tris*(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony Difluoride. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022, vol. 14, no. 1, pp. 59–70. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220107