

# ТРИФЕНИЛСУРЬМА И ПЕНТАФЕНИЛСУРЬМА – ИСХОДНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ В СИНТЕЗЕ ФЕНИЛЬНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ПЯТИВАЛЕНТНОЙ СУРЬМЫ. СТРОЕНИЕ ТРИФЕНИЛСУРЬМЫ, БИС(3,4-ДИФТОРБЕНЗОАТО)ТРИФЕНИЛСУРЬМЫ И КАРБОНАТА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ

**А.Н. Ефремов, В.В. Шарутин**

*Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия*

В настоящей работе уточнено строение трифенилсурьмы (**1**). Взаимодействием эквивалентных количеств сольвата пентафенилсурьмы ( $\text{Ph}_5\text{Sb} \cdot 0,5\text{PhH}$ ) (**2**) с 3,4-дифторбензойной кислотой в бензоле получена и структурно охарактеризована бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьма  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2-3,4]_2$  (**3**). А также уточнено строение триклинной модификации карбоната тетрафенилсурьмы (**4**). По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD – детектор, Mo  $K_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор), кристаллы характеризуются:  $\text{C}_{36}\text{H}_{30}\text{Sb}_2$  (**1**),  $M 706,10$ ; сингония триклинная, группа симметрии  $P\bar{1}$ ; параметры ячейки:  $a = 10,941(11)$ ,  $b = 11,825(16)$ ,  $c = 13,747(13) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 102,57(5)^\circ$ ,  $\beta = 104,22(5)^\circ$ ,  $\gamma = 108,35(6)^\circ$ ;  $V = 1550(3) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 2$ ; размер кристалла  $0,5 \times 0,44 \times 0,11 \text{ мм}$ ; интервалы индексов отражений  $-13 \leq h \leq 14$ ,  $-15 \leq k \leq 15$ ,  $-17 \leq l \leq 17$ ; всего отражений 37455; независимых отражений 6837;  $R_{\text{int}} 0,0252$ ;  $GOOF 1,121$ ;  $R_1 = 0,0257$ ,  $wR_2 = 0,0605$ ; остаточная электронная плотность  $-0,84/0,23 \text{ e/\AA}^3$ ;  $\text{C}_{32}\text{H}_{21}\text{O}_4\text{F}_4\text{Sb}$  (**3**),  $M 667,24$ ; сингония моноклинная, группа симметрии  $C2/c$ ; параметры ячейки:  $a = 12,652(5)$ ,  $b = 22,466(10)$ ,  $c = 11,561(5) \text{ \AA}$ ;  $\beta = 120,027(15)^\circ$ ;  $V = 2845(2) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ ; размер кристалла  $0,5 \times 0,45 \times 0,12 \text{ мм}$ ; интервалы индексов отражений  $-16 \leq h \leq 16$ ,  $-28 \leq k \leq 28$ ,  $-14 \leq l \leq 14$ ; всего отражений 27275; независимых отражений 3163;  $R_{\text{int}} 0,029$ ;  $GOOF 1,107$ ;  $R_1 = 0,0372$ ,  $wR_2 = 0,1058$ ; остаточная электронная плотность  $1,61/-0,53 \text{ e/\AA}^3$ ;  $\text{C}_{49}\text{H}_{40}\text{O}_3\text{Sb}_2$  (**4**),  $M 920,31$ ; сингония триклинная, группа симметрии  $P\bar{1}$ ; параметры ячейки:  $a = 10,093(4)$ ,  $b = 13,994(5)$ ,  $c = 15,665(6) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 73,917(15)^\circ$ ,  $\beta = 79,76(2)^\circ$ ,  $\gamma = 74,312(15)^\circ$ ;  $V = 2034,0(13) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 2$ ; размер кристалла  $0,26 \times 0,22 \times 0,05 \text{ мм}$ ; интервалы индексов отражений  $-12 \leq h \leq 12$ ,  $-17 \leq k \leq 17$ ,  $-20 \leq l \leq 20$ ; всего отражений 50553; независимых отражений 9006;  $R_{\text{int}} 0,0333$ ;  $GOOF 1,066$ ;  $R_1 = 0,0239$ ,  $wR_2 = 0,0522$ ; остаточная электронная плотность  $-0,43/0,77 \text{ e/\AA}^3$ . Атомы сурьмы в **3** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных положениях (угол  $\text{OSbO} - 174,13(12)^\circ$ , расстояния  $\text{Sb}-\text{C}$  и  $\text{Sb}-\text{O}$  составляют  $2,101(3)-2,118(4) \text{ \AA}$  и  $2,118(3) \text{ \AA}$ ). Структурная организация в кристаллах **3** и **4** обусловлена слабыми межмолекулярными контактами типа  $\text{O} \cdots \text{H}-\text{C}$   $2,49$  и  $2,56 \text{ \AA}$  соответственно. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2117872 для **1**, № 2121388 для **3**, № 2121833 для **4**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

*Ключевые слова:* сольват, пентафенилсурьма, бензол, бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьма, синтез, строение, трифенилсурьма, карбонат тетрафенилсурьмы, рентгеноструктурный анализ.

В основе одного из эффективных способов синтеза соединений пятивалентной сурьмы лежит реакция окислительного присоединения, когда из триарильных соединений сурьмы, кислоты  $\text{HX}$  и пероксида получают арильные производные пятивалентной сурьмы  $\text{Ar}_3\text{SbX}_2$ . Указанная реакция впервые была осуществлена на примере синтеза диацетата трифенилсурьмы из трифенилсурьмы, уксусной кислоты и пероксида водорода [1]. Именно по этой схеме были синтезированы дикарбоксилаты трифенилсурьмы [2], диоксиматы трифенилсурьмы [3] и другие производные пятивалентной сурьмы общей формулы  $\text{Ph}_3\text{SbX}_2$  [4].

Строение базового реагента для получения фенильных производных пятивалентной сурьмы ранее изучалось [5], однако только в настоящей работе удалось выполнить наиболее точное ис-

следование особенностей структуры трифенилсурьмы (**1**). По данным рентгеноструктурного анализа, атомы сурьмы в двух кристаллографически независимых молекулах трифенилсурьмы имеют тетрагональную координацию с атомами углерода фенильных заместителей и неподеленной электронной парой в вершинах тетраэдра (рис. 1, табл. 1). Длины связей Sb–C и величины углов CSbC равны 2,148(3)–2,166(3) Å и 95,12(13)°–97,87(11)° соответственно.

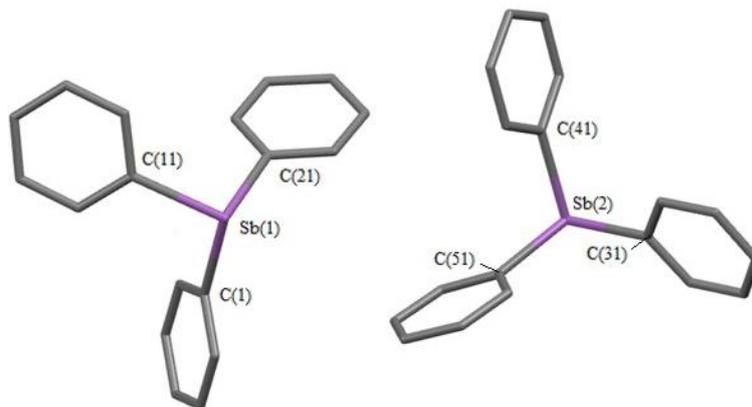
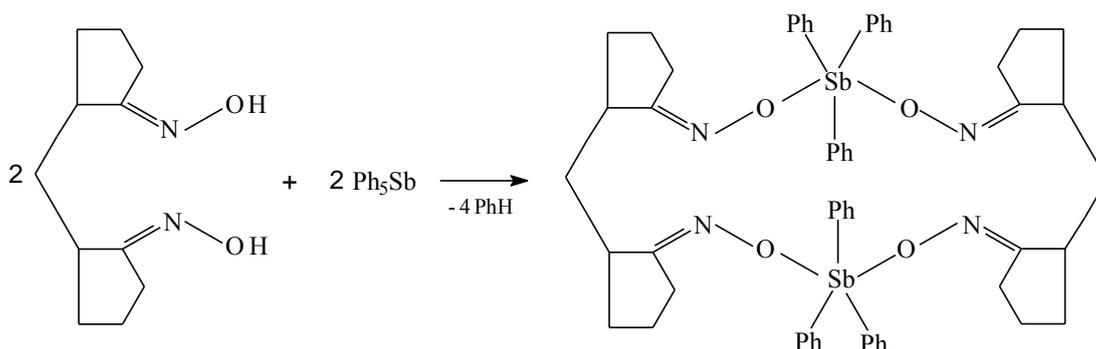


Рис. 1. Строение соединения 1

Не менее важным соединением в химии фенильных производных сурьмы является пентафенилсурьма (**2**), синтез которой впервые был описан в 1952 году [6], а особенности ее строения – несколько позже [7–10]. Известно, что пентафенилсурьма является прекурсором для получения многочисленных фенильных производных пятивалентной сурьмы [4]. Как правило, одноосновные карбоновые кислоты легко отщепляют одну фенильную группу в **2** [11–15] с образованием карбоксилатов тетрафенилсурьмы, которые, в свою очередь, образуют с кислотами аддукты  $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)R}\cdot\text{HO}(\text{O})\text{R}$  [16]. Реакции дикарбоновых кислот в зависимости от соотношения исходных реагентов могут сопровождаться замещением одного или двух активных атомов водорода в карбоксильных группах [17–19].

Показано, что взаимодействие диоксима метиленидциклопентанона-2,2' с пентафенилсурьмой в жестких условиях (90 °С, 5 ч) при мольном соотношении исходных реагентов 1:2 соответственно приводит к образованию макроциклического сурьмаорганического соединения – бис-μ-[(метиленидциклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы], в молекулах которого симметричные диоксимные радикалы чередуются со структурными блоками трифенилсурьмы [20].



В настоящей работе описан подобный случай отщепления 3,4-дифторбензойной кислотой двух фенильных заместителей от пентафенилсурьмы с образованием бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьмы. Несмотря на эквимольное соотношение исходных реагентов, продуктом реакции являлась бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьма (**3**).



## Химия элементоорганических соединений

В ИК-спектре соединения **3** наблюдается полоса поглощения средней интенсивности валентных колебаний связей Sb–C при  $428\text{ см}^{-1}$ . Наличие карбонильной группы характеризуется присутствием полосы поглощения валентных колебаний связи C=O сильной интенсивности при  $1634\text{ см}^{-1}$ . Полосы поглощения, характеризующие колебания  $\nu(\text{C}-\text{O})$  в карбоксилатных лигандах, наблюдаются при  $1333\text{ см}^{-1}$ . ИК-спектр соединения **3** также содержит характерные полосы валентных колебаний углеродного скелета ароматических фрагментов:  $1508, 1481, 1425\text{ см}^{-1}$ . Валентным колебаниям связей  $\text{C}_{\text{Ar}}-\text{H}$  отвечает полоса поглощения средней интенсивности при  $3022\text{ см}^{-1}$ , внеплоскостным деформационным колебаниям этих же связей – полосы при  $823, 794$  и  $758\text{ см}^{-1}$ , плоскостным деформационным колебаниям – полосы при  $1113, 1065$  и  $1022\text{ см}^{-1}$  [21–23].

По данным РСА, в centrosymmetric молекулах соединения **3** атомы сурьмы имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксилатных лигандов в аксиальных положениях (рис. 3).

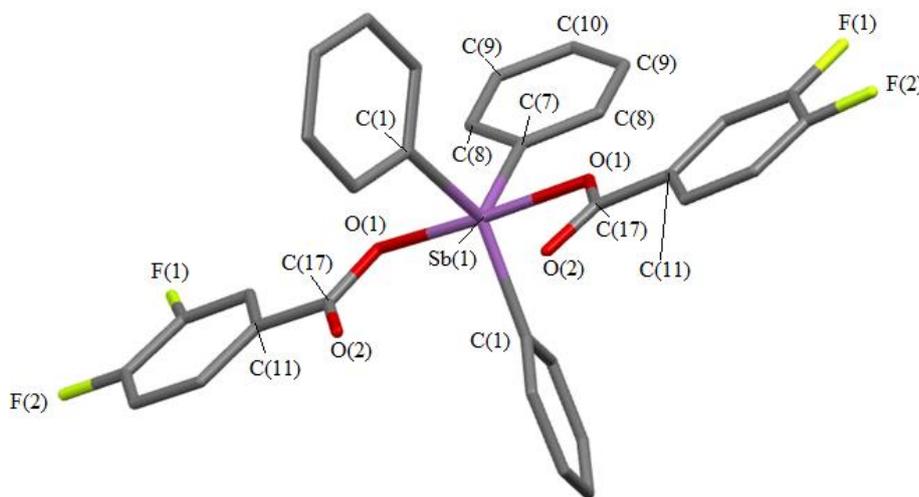


Рис. 2. Строение соединения **3** (атомы водорода не показаны)

Сумма углов CSbC в экваториальной плоскости молекулы составляет  $359,96(11)^\circ$ , аксиальный угол OSbO равен  $174,13(12)^\circ$ , атом сурьмы не выходит из экваториальной плоскости. Конформация арильных лигандов по отношению к экваториальной плоскости  $[\text{C}_3]$  пропеллерная. Двугранные углы между плоскостями бензольных колец и экваториальной плоскостью составляют  $20,20^\circ$   $[\text{C}(1)-\text{C}(6)]$ ,  $78,01^\circ$   $[\text{C}(7)-\text{C}(10)]$ . Длины связей Sb–C имеют близкие значения:  $2,101(3), 2,118(4)\text{ \AA}$ , а расстояния Sb–O ( $2,118(3)\text{ \AA}$ ) соизмеримы с ковалентными длинами связей Sb–O ( $2,05\text{ \AA}$  [24]). Плоскости карбоксильных групп практически компланарны (угол между ними составляет  $5,24^\circ$ ), а карбоксилатные лиганды в молекулах **3** расположены таким образом, что внутримолекулярные контакты  $\text{Sb}\cdots\text{O}(=\text{C})$  формируются внутри наибольшего экваториального угла CSbC ( $137,6(2)^\circ$ ), что характерно для большинства структурно охарактеризованных дикарбоксилатов триарилсурьмы [5]. Бидентатные карбоксилатные лиганды координируют на атом металла симметрично, при этом внутримолекулярные расстояния  $\text{Sb}\cdots\text{O}(=\text{C})$  равны  $3,014(5)\text{ \AA}$ , что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов Sb и O ( $3,58\text{ \AA}$  [25]).

Пентафенилсурьма способна реагировать с кислородом [26] и углекислым газом [27]. Выделенный в последней работе карбонат бис(тетрафенилсурьмы) способен реагировать с солями тетрафенилстибония, присоединяя еще один катион за счет изменения структурной функции карбонатной группы с  $\mu_2$ -хелатно-мостиковой на  $\mu_3$ -мостиковую, с образованием ионных комплексов с трис(тетрафенилстибокс)метилий-катионом [28]. Так, при кристаллизации продуктов реакций пентафенилсурьмы с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой из смеси бензол–октан на воздухе наряду с целевым продуктом – 2,4-динитробензолсульфонатом тетрафенилсурьмы – с выходом 32 % выделен сольват ионного комплекса сурьмы с трехкоординированным атомом углерода в катионе  $[(\text{Ph}_4\text{SbO})_3\text{C}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4]^- \cdot 3\text{PhH}$ . Катион имеет практически плоский цен-

тральный фрагмент  $\text{CO}_3\text{Sb}_3$ . Углы  $\text{OCO}$  и  $\text{COSb}$  близки к  $120^\circ$ , связи  $\text{C}-\text{O}$  изменяются в интервале  $1,277(4)$ – $1,290(3)$  Å, расстояния  $\text{Sb}-\text{O}$  [ $2,266(2)$ – $2,299(2)$  Å] превышают сумму ковалентных радиусов атомов сурьмы и кислорода. Минорным продуктом реакции является карбонат бис(тетрафенилсурьмы) (**4**), из которого, как полагают авторы, и образуется ионный комплекс, поэтому интересно было изучить структуру карбоната тетрафенилсурьмы более тщательно.

В настоящей работе уточнена структура триклинной модификации карбоната тетрафенилсурьмы **4**, которая ранее была установлена с точностью  $R = 4,9\%$  в работе [29]. Результаты нашего исследования кристалла **4** были более точными ( $R = 3,7\%$ ), чем в работе [28]. Координационные полиэдры двух атомов сурьмы в **4** различны: один из атомов сурьмы имеет тригонально-бипирамидальное окружение ( $\text{OSbC}_{\text{акс}} 176,38(8)^\circ$ ), другой – искаженное октаэдрическое (*транс*-углы  $\text{CSbO}$   $154,59(8)$ ,  $157,47(8)^\circ$  (рис. 3).

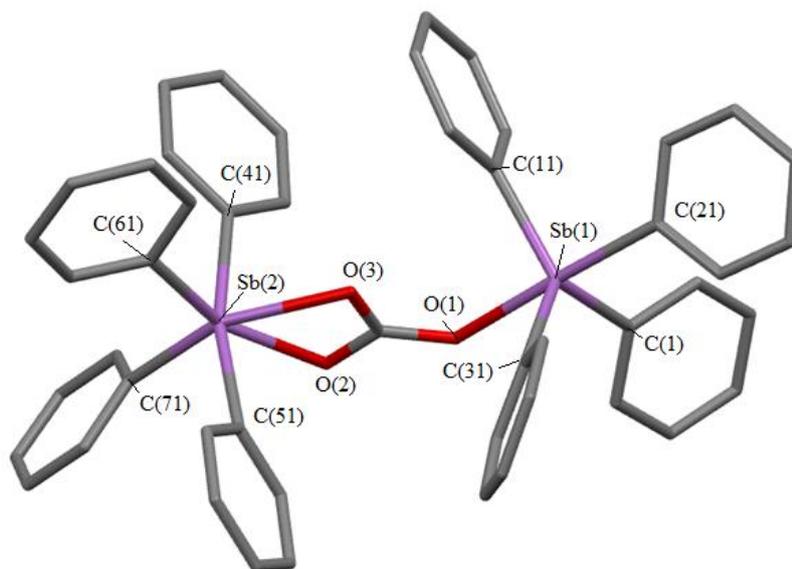


Рис. 3. Строение соединения **4** (атомы водорода не показаны)

Интервалы изменения длин связей  $\text{Sb}-\text{C}$  в структуре **4** составляют  $2,0992(15)$ – $2,634(2)$  Å, а расстояния  $\text{Sb}-\text{O}$  равны  $2,1844(17)$ – $2,3104(17)$  Å, что больше суммы ковалентных радиусов указанных элементов [27]. Длины связей  $\text{C}-\text{O}$  в карбонатных группах составляют  $1,281(3)$ ;  $1,277(3)$ ;  $1,296(3)$  Å, при этом более короткой связи  $\text{Sb}-\text{O}$  соответствует более длинная связь  $\text{C}-\text{O}$ .

### Экспериментальная часть

**Сольват пентафенилсурьмы с бензолом  $\text{Ph}_5\text{Sb} \cdot \frac{1}{2}\text{PhH}$  (**2**).** После перекристаллизации пентафенилсурьмы из бензола получили бесцветные кристаллы с т. разл.  $135,5^\circ\text{C}$ . Найдено: С 72,41; Н 5,19.  $\text{C}_{32}\text{H}_{21}\text{O}_4\text{F}_4\text{Sb}$ . Вычислено: С 72,49; Н 5,13.

**Синтез бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьмы  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-3,4}]_2$  (**3**).** Смесь  $0,150$  г ( $0,27$  ммоль) сольвата пентафенилсурьмы с бензолом и  $0,043$  г ( $0,27$  ммоль) 3,4-дифторбензойной кислоты в  $10$  мл бензола нагревали  $5$  минут при  $80^\circ\text{C}$ , охлаждали до комнатной температуры и добавляли  $2$  мл октана. Через  $24$  ч выделяли  $0,06$  г ( $41\%$ ) бесцветных кристаллов **3** с т. разл.  $134^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ):  $3022$ ,  $2953$ ,  $1634$ ,  $1599$ ,  $1508$ ,  $1481$ ,  $1425$ ,  $1333$ ,  $1273$ ,  $1227$ ,  $1200$ ,  $1113$ ,  $1065$ ,  $1023$ ,  $997$ ,  $937$ ,  $901$ ,  $839$ ,  $802$ ,  $779$ ,  $770$ ,  $733$ ,  $692$ ,  $638,546$ ,  $489$ ,  $451$ ,  $428$ . Найдено: С 57,37; Н 3,21.  $\text{C}_{32}\text{H}_{21}\text{O}_4\text{F}_4\text{Sb}$ . Вычислено: С 57,55; Н 3,15.

Элементный анализ на С и Н выполнен на элементном анализаторе Carlo Erba CHNS-O EA 1108. Температуры плавления измерены на синхронном термоанализаторе Netzsch 449C Jupiter (рис. 4).

**ИК-спектр** соединения **3** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке  $\text{KBr}$  в области  $4000$ – $400$   $\text{см}^{-1}$ .

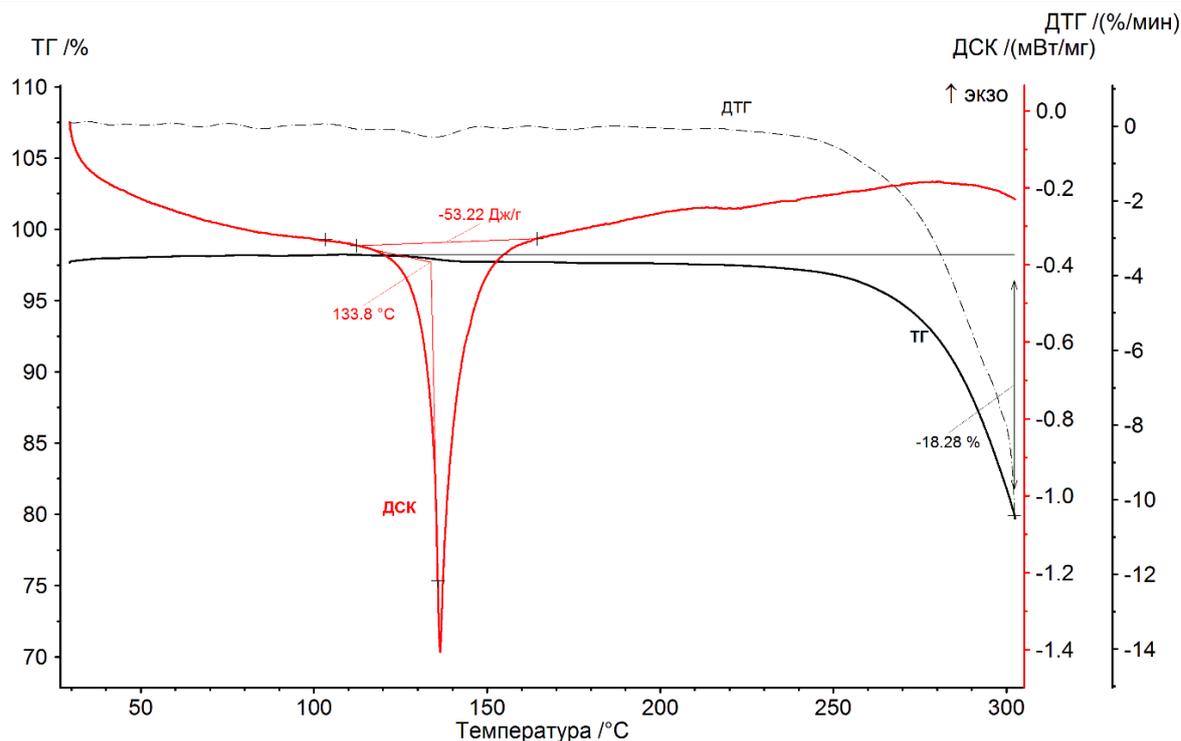


Рис. 4. Кривые ДТГ и ДСК для образца 3

**Рентгеноструктурный анализ (РСА)** кристаллов проведен на автоматическом четырех-кружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программ SMART и SAINT-Plus [30]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [31], OLEX2 [32]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ( $U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{экр}}(\text{C})$ ). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2.

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур 1, 3, 4

Параметр	1	3	4
Формула	C <sub>36</sub> H <sub>30</sub> Sb <sub>2</sub>	C <sub>32</sub> H <sub>21</sub> O <sub>4</sub> F <sub>4</sub> Sb	C <sub>49</sub> H <sub>40</sub> O <sub>3</sub> Sb <sub>2</sub>
<i>M</i>	706,10	667,24	920,31
<i>T</i> , К	293	293	293
Сингония	Триклинная	Моноклинная	Триклинная
Пр. группа	$P\bar{1}$	C2/c	$P\bar{1}$
<i>a</i> , Å	10,941(11)	12,652(5)	10,093(4)
<i>b</i> , Å	11,825(16)	22,466(10)	13,994(5)
<i>c</i> , Å	13,747(13)	11,561(5)	15,665(6)
$\alpha$ , °	102,57(5)	90,00	73,917(15)
$\beta$ , °	104,22(5)	120,027(15)	79,76(2)
$\gamma$ , °	108,35(6)	90,00	74,312(15)
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	1550(3)	2845(2)	2034,0(13)
<i>Z</i>	2	4	2
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1,513	1,558	1,503
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	1,764	1,032	1,369
<i>F</i> (000)	696,0	1328,0	920,0

Окончание табл. 1

Параметр	1	3	4
Размер кристалла, мм	0,5 × 0,44 × 0,11	0,5 × 0,45 × 0,12	0,26 × 0,22 × 0,05
Область сбора данных по 2θ, град.	5,74–54,42	6,6–54,32	5,802–54,44
Интервалы индексов отражений	-13 ≤ h ≤ 14, -15 ≤ k ≤ 15, -17 ≤ l ≤ 17	-16 ≤ h ≤ 16, -28 ≤ k ≤ 28, -14 ≤ l ≤ 14	-12 ≤ h ≤ 12, -17 ≤ k ≤ 17, -20 ≤ l ≤ 20
Измерено отражений	37455	27275	50553
Независимых отражений	6837	3163	9006
$R_{int}$	0,0252	0,0291	0,0333
Переменных уточнения	343	187	477
GOOF	1,121	1,107	1,066
R-факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0257,$ $wR_2 = 0,0605$	$R_1 = 0,0372,$ $wR_2 = 0,1058$	$R_1 = 0,0239,$ $wR_2 = 0,0522$
R-факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0330,$ $wR_2 = 0,0652$	$R_1 = 0,0425,$ $wR_2 = 0,1124$	$R_1 = 0,0349,$ $wR_2 = 0,0572$
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å <sup>3</sup>	-0,84/0,23	-0,53/1,61	-0,43/0,77

Таблица 2

## Длины связей и валентные углы в соединениях 1, 3, 4

Связь	d, Å	Угол	ω, град.
<b>1</b>			
Sb(1)–C(1)	2,163(3)	C(11)Sb(1)C(1)	95,87(11)
Sb(1)–C(11)	2,155(3)	C(11)Sb(1)C(21)	95,55(11)
Sb(1)–C(21)	2,158(4)	C(21)Sb(1)C(1)	97,46(14)
Sb(2)–C(51)	2,148(3)	C(51)Sb(2)C(31)	97,65(12)
Sb(2)–C(31)	2,165(3)	C(51)Sb(2)C(41)	95,12(13)
Sb(2)–C(41)	2,166(3)	C(31)Sb(2)C(41)	95,43(12)
<b>3</b>			
Sb(1)–O(1)	2,118(3)	O(1)Sb(1)O(1 <sup>1</sup> )	174,13(12)
Sb(1)–O(1 <sup>1</sup> )	2,118(3)	C(1 <sup>1</sup> )Sb(1)C(7)	111,18(11)
Sb(1)–C(7)	2,118(4)	C(1)Sb(1)C(7)	111,18(11)
Sb(1)–C(1)	2,101(3)	C(1 <sup>1</sup> )Sb(1)C(1)	137,6(2)
Sb(1)···O(2)	3,014(5)	C(1)Sb(1)O(1 <sup>1</sup> )	91,87(13)
Преобразования симметрии: <sup>1</sup> 2 <sub>-x</sub> , +y, 3/2-z			
<b>4</b>			
Sb(1)–C(31)	2,117(3)	C(31)Sb(1)C(1)	115,22(11)
Sb(1)–O(1)	2,2505(17)	C(11)Sb(1)C(1)	116,55(9)
Sb(1)–C(1)	2,119(2)	C(21)Sb(1)O(1)	176,38(8)
Sb(1)–C(11)	2,0992(15)	C(51)Sb(2)C(41)	167,09(9)
Sb(1)–C(21)	2,168(3)	C(71)Sb(2)O(3)	154,59(8)
Sb(2)–O(3)	2,3104(17)	C(71)Sb(2)C(7)	125,66(8)
Sb(2)–O(2)	2,1844(17)	C(61)Sb(2)O(2)	157,47(8)
Sb(2)–C(51)	2,169(2)	C(61)Sb(2)C(51)	92,76(10)
Sb(2)–C(71)	2,162(2)	C(61)Sb(2)C(71)	106,18(10)
Sb(2)–C(7)	2,634(2)	C(61)Sb(2)C(7)	128,14(9)
Sb(2)–C(61)	2,162(3)	C(61)Sb(2)C(41)	91,79(10)
Sb(2)–C(41)	2,173(2)	C(41)Sb(2)C(7)	84,92(8)

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2117872 для 1, 2121388 для 3, 2121833 для 4; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

### Выводы

Взаимодействием эквимольных количеств сольвата пентафенилсурьмы ( $\text{Ph}_5\text{Sb} \cdot 0,5\text{PhH}$ ) с 3,4-дифторбензойной кислотой в бензоле получена и структурно охарактеризована *бис*(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьма  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-}3,4]_2$ . Уточнено строение трифенилсурьмы и триклинной модификации карбоната тетрафенилсурьмы.

### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-33-90099.

### Литература

1. Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimonydiacetate and Pentaphenylantimony / T.C. Thepe, R.J. Garascia, M.A. Selvoski et al. // Ohio J. Sci. – 1977. – V. 77, № 3. – P. 134–135.
2. Синтез и строение *бис*(1-адамантанкарбоксилато)трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // Журн. неорг. химии. – 2008. – Т. 53, № 8. – С. 1335–1341.
3. Шарутин, В.В. Синтез и строение салицилальдоксиматов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова // Журн. неорг. химии. – 2012. – Т. 57, № 6. – С. 902.
4. Шарутин, В.В. Синтез, реакции и строение арильных соединений пятивалентной сурьмы / В.В. Шарутин, А.И. Поддельский, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2020. – Т. 46, № 10. – С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011.
5. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge. deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>
6. Wittig, G. Pentaphenyl-arsen und Pentaphenyl-antimon / G. Wittig, K. Clauss // Europ. J. Org. Chem. – 1952. – Bd. 577. – S. 26–39. DOI:10.1002/JLAC.19525770104.
7. Wheatley, P.J. An X-ray Diffraction Determination of the Crystal and Molecular Structure of Pentaphenylantimony / P.J. Wheatley // J. Chem. Soc. – 1964. – № 718. – P. 3718–3723. DOI: 10.1039/JR9640003718.
8. Beauchamp, A.L. A Reinvestigation of the Crystal and Molecular Structure of Pentaphenylantimony / A.L. Beauchamp, M.J. Bennett, F.A. Cotton // J. Am. Chem. Soc. – 1968. – V. 90. – P. 6675–6680. DOI: 10.1021/ja01026a020.
9. Brabant, C. Structure Crystalline du Pentaphenylantimone Dans le Solvate Cyclhexanique  $(\text{C}_6\text{H}_5)_5\text{Sb} \cdot \frac{1}{2} \text{C}_6\text{H}_{12}$  / C. Brabant, B. Blanck, A.L. Beauchamp // J. Organomet. Chem. – 1974. – V. 82. – P. 231–234. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)90360-7.
10. Geometry of Pentaphenylantimony in Solution: Support for a Trigonal Bipyramidal Assignment from X-ray Absorption Spectroscopy and Vibrational Spectroscopic Data / B. Lindquist-Kleissler, M. Weng, P. Le Magueres et al. // Inorg. Chem. – 2021. – V. 60. – P. 8566–8574. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.1c00496.
11. Синтез и строение 1-адамантанкарбоксилата тетрафенилсурьмы и *бис*(1-адамантанкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1643.
12. Шарутин, В.В. Синтез и строение N-бензоилглицината тетрафенилсурьмы. / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, К.А. Хныкина // Журн. неорганической химии. – 2016. – Т. 61, № 2. – С. 192–194. DOI: 10.7868/S0044457X16020197.
13. Шарутин, В.В. Синтез и строение фенилпропионатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Р. Котляров // Журн. неорганической химии. – 2015. – Т. 60, № 4. – С. 525–528. DOI: 10.7868/S0044457X15040236.
14. Шарутин, В.В. Синтез и строение 4-оксибензоатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорганической химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1182–1186. DOI: 10.7868/S0044457X14090189.
15. Синтез и строение кислого фталата тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, И.Г. Мельникова и др. // Изв. РАН. Сер. хим. – 1996. – № 8. – С. 2082–2085.

16. Синтез и строение аддуктов нитрата тетрафенилсурьмы с азотной кислотой и ацетата тетрафенилсурьмы с уксусной кислотой / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. неорган. химии. – 2008. – Т. 53, № 7. – С. 1194–1198.
17. Шарутин, В.В. Синтез и строение кислого малоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина // Журн. неорг. химии. – 2014. – Т. 59, № 2. – С. 247. DOI: 10.7868/S0044457X14020184.
18. Шарутин, В.В. Синтез и строение сукцината, малата и тартрата бис(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2014. – Т. 40, № 9. – С. 559. DOI: 10.7868/S0132344X14090072.
19. Sharutin, V.V. Interaction of Pentaphenylantimony with Acetylenedicarboxylic Acid. Molecular Structure of Bis(tetraphenylantimony) Acetylenedicarboxylate / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Yu.O. Gubanova // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2015. – Т. 7, № 4. – С. 17–22. DOI: 10.14529/chem150403
20. Синтез и строение бис- $\mu$ -[(метилендициклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы] / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина и др. // Коорд. химия. – 2005. – Т. 31, № 3. – С. 172–176.
21. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
22. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Щукин и др. – СПб.: СПбГЛТА, 2007. – 54 с.
23. Spectral Database for Organic Compounds, SDBS. Release 2021. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.
24. Covalent Radii Revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats et al. // Dalton Trans. – 2008. – V. 21. – P. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.
25. Consistent van der Waals Radii for the Whole Main Group / M. Mantina, A.C. Chamberlin, R. Valero et al. // J. Phys. Chem. A. – 2009. – V. 113, № 19. – P. 5806–5812. DOI: 10.1021/jp8111556.
26. Синтез, строение и реакции  $\mu$ -оксо-бис(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Коорд. химия. – 2001. – Т. 27, № 9. – С. 710–716.
27. Карбонат тетрафенилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова и др. // Журн. общ. химии. – 2001. – Т. 71, № 10. – С. 1637–1640.
28. Шарутин, В.В. Арильные сурьмаорганические производные трехкоординированного углерода / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Журн. неорган. химии. – 2020. – Т. 65, № 1. – С. 49–55. DOI: 10.31857/S0044457X20010158.
29. Ferguson, G. The Crystal and Molecular Structure of  $\mu$ -Carbonato-bis(tetraphenylantimony): a System Containing Penta- and Hexacoordinated Antimony / G. Ferguson, D.M. Hawley // Acta Cryst. – 1974. – V. 30. – P. 103–111. DOI: 10.1107/S0567740874002299.
30. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
31. 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.
32. 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.

**Ефремов Андрей Николаевич** – аспирант, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: efremov\_an94@mail.ru

**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 24 декабря 2021 г.

**TRIPHENYLANTIMONY AND PENTAPHENYLANTIMONY AS INITIAL COMPOUNDS IN THE SYNTHESIS OF PENTAVALENT ANTIMONY PHENYL DERIVATIVES. STRUCTURE OF TRIPHENYLANTIMONY, BIS(3,4-DIFLUOROBENZOATO)TRIPHENYLANTIMONY AND TETRAPHENYLANTIMONY CARBONATE**

A.N. Efremov, efremov\_an94@mail.ru

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

In this work, the structure of triphenylantimony (**1**) has been clarified. By the interaction of equimolar amounts of pentaphenylantimony solvate ( $\text{Ph}_5\text{Sb}\cdot 0.5\text{PhH}$ , **2**) with 3,4-difluorobenzoic acid in benzene *Bis*(3,4-difluorobenzoato)triphenylantimony  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-3,4}]_2$  (**3**) has been obtained for structural characterization. The structure of the triclinic modification of tetraphenylantimony carbonate (**4**) has also been clarified. According to the data of X-ray diffraction analysis carried out at 293 K on an automatic four-circle D8 Quest Bruker diffractometer (two-coordinate CCD detector,  $\text{MoK}_\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ , graphite monochromator), the crystals are characterized as follows:  $\text{C}_{36}\text{H}_{30}\text{Sb}_2$  (**1**),  $M$  706.10; triclinic system, space group  $P\bar{1}$ ; cell parameters:  $a = 10.941(11)$ ,  $b = 11.825(16)$ ,  $c = 13.747(13) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 102.57(5)^\circ$ ,  $\beta = 104.22(5)^\circ$ ,  $\gamma = 108.35(6)^\circ$ ;  $V = 1550(3) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 2$ ; crystal size  $0.5 \times 0.44 \times 0.11 \text{ mm}$ ; index ranges  $-13 \leq h \leq 14$ ,  $-15 \leq k \leq 15$ ,  $-17 \leq l \leq 17$ ; reflections collected 37455; independent reflections 6837;  $R_{\text{int}}$  0.0252;  $\text{GOOF}$  1.121;  $R_1 = 0.0257$ ,  $wR_2 = 0.0605$ ; the largest diff. peak/hole  $0.23 / -0.84 \text{ e/\AA}^3$ ;  $\text{C}_{32}\text{H}_{21}\text{O}_4\text{F}_4\text{Sb}$  (**3**),  $M$  667.24; monoclinic system, space group  $C2/c$ ; cell parameters:  $a = 12.652(5)$ ,  $b = 22.466(10)$ ,  $c = 11.561(5) \text{ \AA}$ ;  $\beta = 120.027(15)^\circ$ ;  $V = 2845(2) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ ; crystal size  $0.5 \times 0.45 \times 0.12 \text{ mm}$ ; index ranges  $-16 \leq h \leq 16$ ,  $-28 \leq k \leq 28$ ,  $-14 \leq l \leq 14$ ; reflections collected 27275; independent reflections 3163;  $R_{\text{int}}$  0.029;  $\text{GOOF}$  1.107;  $R_1 = 0.0372$ ,  $wR_2 = 0.1058$ ; the largest diff. peak/hole  $1.61 / -0.53 \text{ e/\AA}^3$ ;  $\text{C}_{49}\text{H}_{40}\text{O}_3\text{Sb}_2$  (**4**),  $M$  920.31; triclinic system, space group  $P\bar{1}$ ; cell parameters:  $a = 10.093(4)$ ,  $b = 13.994(5)$ ,  $c = 15.665(6) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 73.917(15)^\circ$ ,  $\beta = 79.76(2)^\circ$ ,  $\gamma = 74.312(15)^\circ$ ;  $V = 2034.0(13) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 2$ ; crystal size  $0.26 \times 0.22 \times 0.05 \text{ mm}$ ; index ranges  $-12 \leq h \leq 12$ ,  $-17 \leq k \leq 17$ ,  $-20 \leq l \leq 20$ ; reflections collected 50553; independent reflections 9006;  $R_{\text{int}}$  0.0333;  $\text{GOOF}$  1.066;  $R_1 = 0.0239$ ,  $wR_2 = 0.0522$ ; the largest diff. peak/hole  $0.77 / -0.43 \text{ e/\AA}^3$ . The antimony atoms in **3** have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the oxygen atoms in axial positions (the OSbO angle is  $174.13(12)^\circ$ , the Sb–C and Sb–O distances are  $2.101(3)$ – $2.118(4) \text{ \AA}$  and  $2.118(3) \text{ \AA}$ ). The structural organization in crystals **3** and **4** is due to weak intermolecular contacts of the  $\text{O}\cdots\text{H}\cdots\text{C}$  type,  $2.49$  and  $2.56 \text{ \AA}$ , respectively. Complete tables of atom coordinates, bond lengths and valence angles are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (No. 2117872 for **1**, No. 2121388 for **3**, No. 2121833 for **4**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

*Keywords:* solvate, pentaphenylantimony, benzene, bis(3,4-difluorobenzoato triphenylantimony), synthesis, structure, triphenylantimony, tetraphenylantimony carbonate, X-ray diffraction analysis

**References**

1. Thepe T.C., Garascia R.J., Selvoski M.A., Patel A.N. Improved methods for the synthesis of antimony triacetate, triphenylantimonydiacetate and pentaphenylantimony. *Ohio J. Sci.*, 1977, vol. 77, no. 3, pp. 134–135.
2. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Molokova O.V., Nevmeshkina L.A., Senchurin V.S. Bis(1-adamantanecarboxylato)triphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2008, vol. 53, no. 9, pp. 1242–1248. DOI: 10.1134/s0036023608080160.
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Salicylaldoximates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2012, vol. 57, no. 6, pp. 832–837. DOI: 10.1134/s0036023612010226.

4. 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. 663–728. DOI: 10.1134/S1070328420100012.
5. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge.deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>
6. Wittig G., Clauss K. Pentaphenyl-arsen und Pentaphenyl-antimon. *Europ. J. Org. Chem.*, 1952, Bd. 577, S. 26–39. DOI: 10.1002/JLAC.19525770104.
7. Wheatley P.J. An X-ray Diffraction Determination of the Crystal and Molecular Structure of Pentaphenylantimony. *J. Chem. Soc.*, 1964, no. 718, pp. 3718–3723. DOI: 10.1039/JR9640003718
8. Beauchamp A.L., Bennett M.J., Cotton F.A. A Reinvestigation of the Crystal and Molecular Structure of Pentaphenylantimony. *J. Am. Chem. Soc.*, 1968, vol. 90, pp. 6675–6680. DOI: 10.1021/ja01026a020.
9. Brabant C., Blanck B., Beauchamp A.L. Structure Crystalline du Pentaphenylantimone Dans le Solvate Cyclhexanique (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>Sb · ½ C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>. *J. Organomet. Chem.*, 1974, vol. 82, pp. 231–234. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)90360-7.
10. Lindquist-Kleissler B., Weng M., Le Magueres P., George G.N., Johnstone T.C. Geometry of Pentaphenylantimony in Solution: Support for a Trigonal Bipyramidal Assignment from X-ray Absorption Spectroscopy and Vibrational Spectroscopic Data. *Inorg. Chem.*, 2021, vol. 60, pp. 8566–8574. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.1c00496.
11. 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.
12. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Khnykina K. A. Tetraphenylantimony N-Benzoylglycinate: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2016, vol. 61, no. 2, pp. 180–182. DOI: 10.1134/s0036023616020194.
13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kotlyarov A.R. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Phenylpropiolates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 4, pp. 465–468. DOI: 10.1134/s0036023615040221.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin S.V. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony and Triphenylantimony 4-Oxybenzoates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 951–955. DOI: 10.1134/s0036023614090174.
15. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Mel'nikova L.G., Fukin G.K., Zakharov L.N., Yanovsky A.I., Struchkov Y.T. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Hydrogen Phthalate. *Russ. Chem. Bull.*, 1996, vol. 45, no. 8, pp. 1977–1980. DOI: 10.1007/bf01457791.
16. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Panova L.P. Adducts of Tetraphenylstibium Nitrate with Nitric Acid and of Tetraphenylstibium Acetate with Acetic Acid: Syntheses and Structures. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2008, vol. 53, no. 7, pp. 1110–1114. DOI: 10.1134/S0036023608070206
17. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Hydrogenmalonate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 2, pp. 115–118. DOI: 10.1134/s003602361402017x.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Bis(tetraphenylantimony) Succinate, Malate, and Tartrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 9, pp. 643–647. DOI: 10.1134/s1070328414090073.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Yu.O. Interaction of Pentaphenylantimony with Acetylenedicarboxylic Acid. Molecular Structure of Bis(tetraphenylantimony) Acetylenedicarboxylate. *Bull. SUSU. Ser. Chem.*, 2015, vol. 7, no. 4, pp. 17–22. DOI: 10.14529/chem150403.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Alyab'eva E.A., Kukharev Yu.A., Molokova O.V., Akimova T.I., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Bis-μ-[(methylenedicyclopentanone-2,2'-dioximato)triphenylantimony]. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2005, vol. 31, no. 3, pp. 159–163. DOI: 10.1007/s11173-005-0068-4.
21. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.

22. 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.
23. Spectral Database for Organic Compounds, SDBS. Release 2021. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology.
24. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Reves M., Echeverria J., Cremades E., Barragan F., Alvarez S. Covalent Radii Revisited. *Dalton Trans.*, 2008, vol. 21, pp. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.
25. 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.
26. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Platonova T.P., Nasonova N.V., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Sergienko S.S.  $\mu$ -Oxo-Bis(Tetraphenylantimony): Synthesis, Structure, and Reactions. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2001, vol. 27, no. 9, pp. 669–675. DOI: 10.1023/A:1017909824029.
27. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Platonova T.P., Pakusina A.P., Krivolapov D.B., Gubaidulin A.T., Litvinov I.A. Tetraphenylantimony Carbonate. Synthesis and Structure. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2001, vol. 71, no. 10, pp. 1550–1553. DOI: 10.1023/a:1013938600798
28. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. Arylantimony Derivatives of Three-Coordinated Carbon. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 1, pp. 45–51. DOI: 10.1134/S0036023620010155.
29. Ferguson G., Hawley D.M. The Crystal and Molecular Structure of  $\mu$ -Carbonato-bis(tetraphenylantimony): a System Containing Penta- and Hexacoordinated Antimony. *Acta Cryst.*, 1974, vol. 30, pp. 103–111. DOI: 10.1107/S0567740874002299.
30. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998
31. 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.
32. 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.

*Received 24 December 2021*

---

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Ефремов, А.Н. Трифенилсурьма и пентафенилсурьма – исходные соединения в синтезе фенильных производных пентавалентной сурьмы. строение трифенилсурьмы, бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьмы и карбоната тетрафенилсурьмы / А.Н. Ефремов, В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 2. – С. 14–24. DOI: 10.14529/chem220202

### FOR CITATION

Efremov A.N., Sharutin V.V. Triphenylantimony and Pentaphenylantimony as Initial Compounds in the Synthesis of Pentavalent Antimony Phenyl Derivatives. Structure of Triphenylantimony, Bis(3,4-Difluorobenzoato)Triphenylantimony and Tetraphenylantimony Carbonate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022, vol. 14, no. 2, pp. 14–24. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220202