

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ СОЛЬВАТА 2,4-ДИНИТРОБЕНЗОЛСУЛЬФОНАТА ТЕТРА(*пара*-ТОЛИЛ)СУРЬМЫ С АЦЕТОНОМ

Н.М. Тарасова

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием эквимольных количеств пента-*пара*-толилсурьмы с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой в бензоле с последующей перекристаллизацией из водного ацетона получен и структурно охарактеризован сольват 2,4-динитробензолсульфонат тетра(*пара*-толил)сурьмы с ацетоном $p\text{-Tol}_4\text{SbOSO}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\text{-2,4} \cdot \text{Me}_2\text{C}=\text{O}$ (**1**). По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкратном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD- детектор, Mo K_α -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор) кристалла **1** [$\text{C}_{37}\text{H}_{37}\text{N}_2\text{O}_8\text{SSb}$, M 791,50; сингония моноклинная, группа симметрии $C2/c$; параметры ячейки: $a = 23,232(13)$, $b = 13,522(9)$, $c = 23,812(15)$ Å; $\beta = 102,22(3)$ град.; $V = 7311(8)$ Å³; размер кристалла 0,4×0,14×0,07 мм; интервалы индексов отражений $-34 \leq h \leq 34$, $-19 \leq k \leq 19$, $-35 \leq l \leq 31$; всего отражений 111477; независимых отражений 12261; R_{int} 0,0870; $GOOF$ 1,009; $R_1 = 0,0411$, $wR_2 = 0,0710$; остаточная электронная плотность 0,37/−0,68 e/Å³], атомы сурьмы имеют искаженную тетраэдрическую координацию (CSbC 99,85(9)–123,74(9)°), однако присутствует координация одного из атомов кислорода сульфогруппы с центральным атомом металла (расстояние $\text{Sb}\cdots\text{O}$ составляет 2,814(4) Å), поэтому правильнее считать координацию центрального атома металла тригонально-бипирамидальной (аксиальный угол $\text{O}(1)\text{Sb}(1)\text{C}(11)$ 172,78(8)°, экваториальные углы составляют 123,74(8), 114,60(8), 102,92(8)°. Длины связей $\text{Sb}-\text{C}$ в **1** изменяются в узком интервале значений (2,091(2)–2,111(2) Å). Структурная организация в кристалле **1** обусловлена слабыми межмолекулярными контактами типа $\text{O}\cdots\text{H}-\text{C}$ 2,25–2,69 Å. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структуры **1** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2123785; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: 2,4-динитробензолсульфоновая кислота, пента(*пара*-толил)сурьма, ацетон, сольват, 2,4-динитробензолсульфонат тетра(*пара*-толил)сурьмы, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

К настоящему времени известны две обзорные работы, в которых описаны методы синтеза [1] и особенности строения арильных соединений сурьмы [2]. Из всех органических соединений сурьмы менее всего представлены ее сульфонатные производные, среди которых следует выделить сульфонаты тетраарилсурьмы $\text{Ar}_4\text{SbOSO}_2\text{R}$, преимущественно получаемые из пентаарилсурьмы и кислоты [3–13]. Продолжая исследования в указанном направлении в настоящей работе описаны синтез и кристаллическое строение сольвата 2,4-динитробензолсульфоната тетра(*пара*-толил)сурьмы с ацетоном.

Экспериментальная часть

Синтез сольвата 2,4-динитробензолсульфоната тетра(*пара*-толил)сурьмы с ацетоном (1**).** К раствору 0,073 г (0,13 ммоль) пента-*пара*-толилсурьмы в 10 мл бензола прибавляли 0,032 г (0,13 ммоль) 2,5-динитробензолсульфоновой кислоты и нагревали до образования прозрачного раствора, через 24 ч растворитель испаряли при комнатной температуре, остаток перекристаллизовывали из смеси вода – ацетон 10:2. Получили 0,065 г (68 %) прозрачных бесцветных кристаллов **1** с т. разл. 88 °С. Найдено: С 56,02; Н 4,72; $\text{C}_{37}\text{H}_{37}\text{N}_2\text{O}_8\text{SSb}$. Вычислено: С 56,10; Н 4,67.

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

ИК-спектр, (ν , см^{−1}): 3101, 3047, 2918, 1707, 1593, 1548, 1525, 1497, 1396, 1352, 1263, 1213, 1188, 1112, 1068, 1028, 902, 806, 800, 748, 740, 663, 632, 584, 565, 551, 532, 482, 466, 420.

Химия элементоорганических соединений

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

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла **1** проведен на автоматическом четырехкрупном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K_α-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 [14]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены с помощью программ SHELXL/PC [15], OLEX2 [16]. Структура определена прямым методом и уточнена 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 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	Соединение 1
Формула	C ₃₇ H ₃₇ N ₂ O ₈ SSb
<i>M</i>	791,50
<i>T</i> , К	293
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	<i>C2/c</i>
<i>a</i> , Å	23,232(13)
<i>b</i> , Å	13,522(9)
<i>c</i> , Å	23,812(15)
α, °	90,00
β, °	102,22(3)
γ, °	90,00
<i>V</i> , Å ³	7311(8)
<i>Z</i>	8
ρ(выч.), г/см ³	1,438
μ, мм ⁻¹	0,864
<i>F</i> (000)	3232,0
Размер кристалла, мм	0,4 × 0,14 × 0,07
Область сбора данных по 2θ, град.	6–63,34
Интервалы индексов отражений	–34 ≤ <i>h</i> ≤ 34, –19 ≤ <i>k</i> ≤ 19, –35 ≤ <i>l</i> ≤ 31
Измерено отражений	111477
Независимых отражений	12261
<i>R</i> _{int}	0,0870
Переменных уточнения	448
GOOF	1,009
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	<i>R</i> ₁ = 0,0411, <i>wR</i> ₂ = 0,0710
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> ₁ = 0,0998, <i>wR</i> ₂ = 0,0841
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å ³	0,37/–0,68

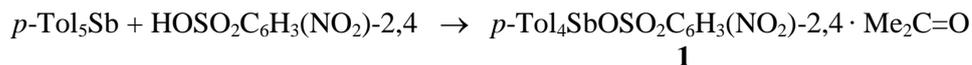
Таблица 2
Длины связей и валентные углы в соединении 1

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град.
Sb(1)–C(31)	2,100(2)	O(1)Sb(1)C(11)	172,78(8)
Sb(1)–C(21)	2,091(2)	C(21)Sb(1)C(31)	123,74(8)
Sb(1)–C(11)	2,111(2)	C(21)Sb(1)C(11)	102,92(8)
Sb(1)–C(1)	2,095(2)	C(21)Sb(1)C(1)	107,81(9)
Sb(1)···O(1)	2,814(4)	C(1)Sb(1)C(31)	114,60(8)
S(1)–O(1)	1,4488(17)	C(1)Sb(1)C(11)	105,21(10)
S(1)–O(3)	1,4360(18)	O(1)S(1)C(41)	105,01(10)
S(1)–O(2)	1,4380(18)	O(3)S(1)O(1)	113,53(11)
S(1)–C(41)	1,799(2)	O(3)S(1)O(2)	114,17(11)

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2123785; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Найдено, что продуктом реакции пента(*пара*-толил)сурьмы с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой в бензоле является 2,4-динитробензолсульфонат тетра(*пара*-толил)сурьмы, который выделяли из реакционной смеси после перекристаллизации из водного ацетона в виде сольвата *p*-Tol₄SbOSO₂C₆H₃(NO₂)_{2,4} · Me₂C=O (**1**):



Бесцветные прозрачные кристаллы **1** устойчивы к действию влаги и кислорода воздуха, растворимы в ацетоне, ароматических углеводородах, хлороформе и диоксане. В ИК-спектре сульфоната **1** присутствуют характерные для сульфопроизводных полосы R-SO₂-OR группы при 1188 см⁻¹ и очень сильная полоса S=O группы при 1213 см⁻¹. Ряд интенсивных сигналов в интервале 1352–1593 см⁻¹ относится к колебаниям нитро-групп [17]. Полосы валентных колебаний Sb-O и Sb-C связей располагаются при 420 см⁻¹ и 482 см⁻¹ соответственно [18].

По данным РСА, атомы сурьмы имеют искаженную тетраэдрическую координацию (CSbC 99,85(9)°–123,74(9)°), однако присутствие координации атома кислорода сульфогруппы с центральным атомом металла (расстояние Sb...O составляет 2,814(4) Å, что значительно больше суммы ковалентных радиусов указанных атомов (2,14 Å [19]), но меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов (3,7 Å [20]), предполагает считать координацию центрального атома металла тригонально-бипирамидальной (аксиальный угол O(1)Sb(1)C(11) 172,78(8)°, экваториальные углы составляют 123,74(8)°, 114,60(8)°, 102,92(8)°) (рис. 1).

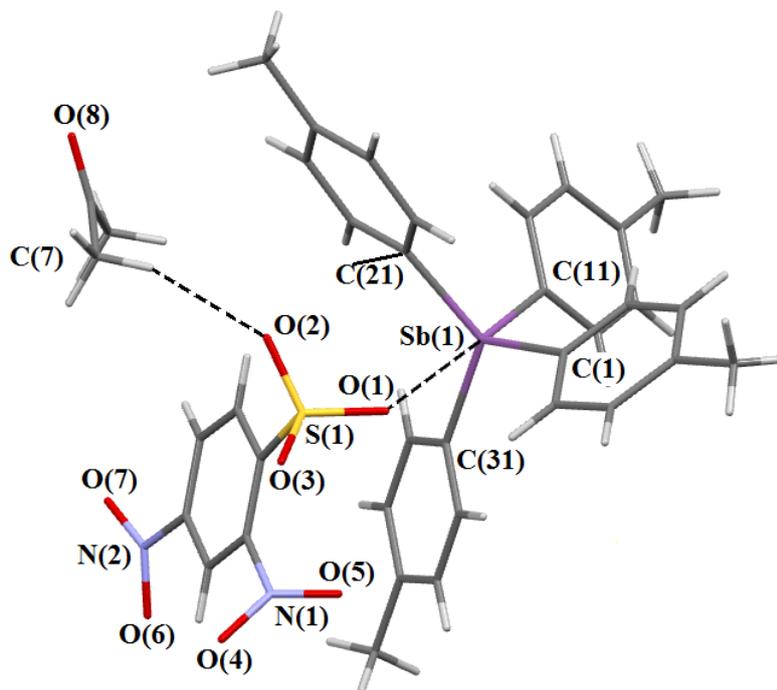


Рис. 1. Строение соединения **1**

Геометрия 2,4-динитробензолсульфонатного лиганда определяется в том числе наличием короткого контакта O(3)···O(5) (2,85 Å, при сумме ван-дер-ваальсовых радиусов 3,02 Å [20]), который, в свою очередь, препятствует более тесной координации лиганда с атомом сурьмы. Расстояния Sb–C в **1** изменяются в узком интервале значений (2,091(2)–2,111(2) Å), длины связей

S–O в сульфонатных группах **1** варьируют в интервале 1,4360(18)–1,4488(17) Å, что сравнимо с аналогичными расстояниями, наблюдаемыми в сульфонатных производных сурьмы иного строения [21–27]. Кристаллическая ячейка содержит восемь молекул сульфоната **1**, расположенных в ее объеме, и восемь молекул сольватного растворителя, располагающихся парами между молекулами соединения **1** и образующих своеобразные каналы в кристаллической решетке (рис. 2).

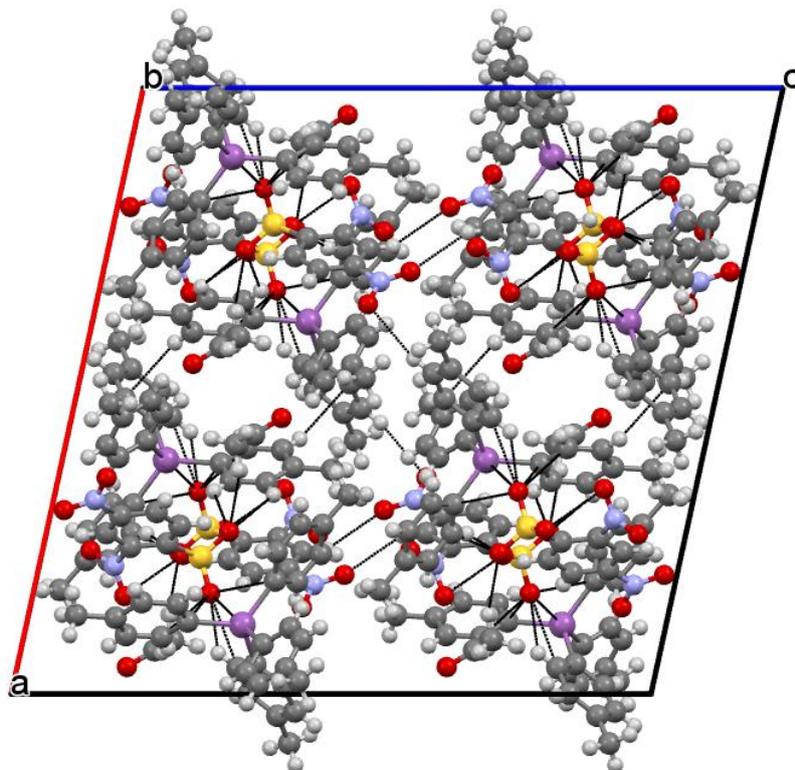


Рис. 2. Вид кристаллической решетки сульфоната **1** вдоль оси *b*

Структурная организация кристалла **1** формируется за счет слабых межмолекулярных контактов типа O··H–C 2,25–2,69 Å, а также π-стекинг-эффекта параллельно расположенных толильных заместителей и нитробензольных колец сульфонатных лигандов.

Выводы

Установлено, что взаимодействие эквимольных количеств пента(*para*-толил)сурьмы с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой в бензоле приводит к образованию 2,4-динитробензолсульфоната тетра(*para*-толил)сурьмы, который после перекристаллизации из водного ацетона выделен в виде сольвата $p\text{-Tol}_4\text{SbOSO}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)\text{-}2,4 \cdot \text{Me}_2\text{C}=\text{O}$ с тригонально-бипирамидальной координацией центрального атома металла, координированный одним из атомов кислорода сульфонатной группы.

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. <https://doi.org/10.1134/S1070328420100012>
2. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.
3. Ruther, R. Synthesis of Tetraphenylstibonium Alkyl- and Arylsulfonates. Crystal Structure of Tetraphenylstibonium Benzenesulfonate Hydrate / R. Ruther, F. Huber, H. Preut // J. Organomet. Chem. – 1985. – V. 295, № 1. – P. 21–27. DOI: 10.1016/0022-328X(85)88068-2
4. 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.

5. 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.
6. 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.
7. Синтез и строение новых кристаллических модификаций 4-метилбензолсульфонатов тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакулина, В.С. Сенчурин и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28. – С. 577.
8. Синтез и строение 4-метилбензолсульфоната тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакулина, И.В. Егорова и др. // Коорд. химия. – 2003. – Т. 29, № 5. – С. 336–340.
9. Синтез и строение органосульфонов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакулина и др. // Коорд. химия. – 2004. – Т. 30, № 1. – С. 15–24. DOI: 10.1023/B:RUCO.0000011636.28262.d3
10. Синтез и строение сурьма- и висмуторганических производных 4-сульфофенола и 2,4-дисульфофенола / В.В. Шарутин, И.В. Егорова, А.П. Пакулина и др. // Коорд. химия. – 2007. – Т. 33, № 3. – С. 176–183.
11. Шарутин, В.В. Кристаллические модификации бензолсульфоната тетра-*пара*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорг. химии. – 2013. – Т. 58, № 11. – С. 1454–1457. DOI: <https://doi.org/10.7868/S0044457X13110196>
12. Pan, B. [Sb(C₆F₅)₄][B(C₆F₅)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
13. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of Ph₄Sb(OTf) and Ph₃Sb(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
14. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
15. 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.
16. 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.
17. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
18. Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of Triphenylantimony(V) Complexes with Internally Functionalized Oximes: Crystal and Molecular Structure of [Ph₃Sb{ON=C(Me)C₅H₄N-2}]}₂ / A. Gupta, R.K. Sharma, R. Bohra et al. // Polyhedron. – 2002. – V. 21, I. 23, P. 2387–2392. [https://doi.org/10.1016/S0277-5387\(02\)01155-5](https://doi.org/10.1016/S0277-5387(02)01155-5)
19. 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.
20. 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, Iss. 19. – P. 5806–5812. DOI: 10.1021/jp8111556.
21. Синтез и строение μ -оксобис[(аренсульфонато)триарилсурьмы] / В.В. Шарутин, И.В. Егорова, И.И. Павлушкина и др. // Коорд. химия. – 2003. – Т. 29, № 2. – С. 89–94.
22. Синтез и строение бис(аренсульфонатов) триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова и др. // Журнал общей химии. – 2003. – Т. 73, № 3. – С. 380–384. DOI: 10.1023/A:1024945617228
23. Sharutin, V.V. Synthesis and Structure of Tri(*meta*-tolyl)antimony Bis(benzenesulfonate) / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, V.S. Senchurin // Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry. – 2015. – V. 7, № 4. – P. 93–97. DOI: 10.14529/chem150412
24. Синтез и строение бис(2,5-диметилбензолсульфоната) три(*орто*-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2017. – Т. 9, № 3. – С. 71–75. DOI: 10.14529/chem170309.

25. Rütther, R. Nonaphenyltristiboxane-1,5-diyl Disulfonates / R. Rütther, F. Huber, H. Preut // *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* – 1987. – V. 26, № 9. – P. 906–907. DOI: 10.1002/anie.198709061.

26. Синтез и строение моно-, би- и триядерных органилсульфонатных производных триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // *Журн. неорг. химии.* – 2018. – Т. 63. № 7. – С. 823–830. DOI: 10.1134/S0044457X18070188.

27. Cambridge Crystallographic Data Center, 2021.

Тарасова Наталья Михайловна – кандидат химических наук, доцент, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: tarasovanm@susu.ru

Поступила в редакцию 21 января 2022 г.

DOI: 10.14529/chem220203

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF THE ACETONE SOLVATE OF TETRA(*para*-TOLYL)ANTIMONY 2,4-DINITROBENZENESULFONATE

N.M. Tarasova, tarasovanm@susu.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

By the interaction of equimolar amounts of penta-*para*-tolylantimony with 2,4-dinitrobenzenesulfonic acid in benzene, followed by recrystallization from aqueous acetone, the tetra-(*para*-tolyl)antimony 2,4-dinitrobenzenesulfonate acetone solvate $\text{To}_4\text{SbOSO}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\cdot 2.4 \cdot \text{Me}_2\text{C}=\text{O}$ (**1**) was obtained and structurally characterized. According to X-ray diffraction analysis of crystal **1** [$\text{C}_{37}\text{H}_{37}\text{N}_2\text{O}_8\text{SSb}$, M 791.50; monoclinic syngony, space group $C2/c$; cell parameters: $a = 23.232(13)$, $b = 13.522(9)$, $c = 23.812(15)$ Å; $\beta = 102.22(3)$ degrees.; $V = 7311(8)$ Å³; crystal size $0.4 \times 0.14 \times 0.07$ mm; reflection index intervals $-34 \leq h \leq 34$, $-19 \leq k \leq 19$, $-35 \leq l \leq 31$; total reflections 111477; independent reflections 12261; R_{int} 0.0870; GOOF 1.009; $R_1 = 0.0411$, $wR_2 = 0.0710$; residual electron density $0.37/-0.68$ e/Å³] performed by an automatic four-circle D8 Quest Bruker diffractometer (MoK α radiation, $\lambda = 0.71073$ Å, graphite monochromator) at 293 K, the antimony atoms have a distorted tetrahedral coordination (the CSbC angles are $99.85(9)^\circ$ – $123.74(9)^\circ$). However, due to the coordination of one of the sulfo group oxygen atoms with the central metal atom (the Sb \cdots O distance is $2.814(4)$ Å) it is more correct to consider the coordination of the central metal atom as trigonal-bipyramidal (axial angle O(1)Sb(1)C(11) $172.78(8)^\circ$, the equatorial angles are $123.74(8)$, $114.60(8)$, $102.92(8)^\circ$). The Sb–C bond lengths in compound **1** vary in a narrow interval ($2.091(2)$ – $2.111(2)$ Å). The structural organization in crystal **1** is caused by weak intermolecular contacts of the O \cdots H–C type, 2.25 – 2.69 Å. Complete tables of coordinates of atoms, bond lengths and valence angles for structure **1** are deposited at the Cambridge Structural Data Bank (No. 2123785; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Keywords: 2,4-dinitrobenzenesulfonic acid, penta(*para*-tolyl)antimony, acetone solvate, tetra(*para*-tolyl)antimony 2,4-dinitrobenzenesulfonate, 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. 663–728. DOI: 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. 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. 21–27. DOI: 10.1016/0022-328X(85)88068-2
4. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Panova L.P., Bel'skiy V.K. [The Tetra- and Triphenylantimony Sulfonates]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1997, vol. 67, no. 9, pp. 1531–1535. (in Russ.)
5. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova V.A., Chasika A.N., Bel'skiy V.K. [Synthesis and Structure of 4-Methylbenzenesulfonate Tetra-*para*-tolylantimony]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1999, vol. 69, no 12, pp. 1979–1981. (in Russ.)
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova V.A., Kovaleva T.A., Bel'skiy V.K. [Synthesis and Structure of 2,4-Dimethylbenzenesulfonate Tetraphenylantimony]. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2000, vol. 70, no 8, pp. 1311–1314. (in Russ.)
7. 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: 10.1023/a:1019749427770
8. 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. 336–340. DOI: 10.1023/a:1023667500059
9. 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, pp. 13–22. DOI: 10.1023/B:RUCO.0000011636.28262.d3
10. 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.
11. 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.
12. 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
13. Robertson A.P.M., Chitnis S.S., Jenkins H.A., Mc Donald 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
14. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
15. 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.
16. 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.
17. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.
18. Gupta A., Sharma R.K., Bohra R., Jain V.K., Drake J.E., Hursthouse M.B., Light M.E. Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of Triphenylantimony(V) Complexes with Internally Functionalized Oximes: Crystal and Molecular Structure of [Ph₃Sb{ON=C(Me)C₃H₄N-2}]. *Polyhedron*, 2002, vol. 21, no. 23, pp. 2387–2392. DOI: 10.1016/S0277-5387(02)01155-5
19. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragán F., Alvarez S. Covalent Radii Revisited. *Dalton Trans.*, 2008, no. 21, pp. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J
20. 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.
21. Sharutin V.V., Egorova I.V., Pavlushkina I.I., Pakusina A.P., Nasonova N.V., Pushilin M.A., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A., Sergienko A.S. μ -Oxo-Bis[(arenesulfonato)triphenylantimony]:

Synthesis and Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2003, vol. 29, no. 2, pp. 83–88. DOI: 10.1023/A:1022325831721.

22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Platonova T.P., Pakusina A.P., Panova L.P., Fukin G.K., Zakharov L.N. Synthesis and Structure of Triarylantimony Bis(arenesulfonates). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2003, vol. 73, no. 3, pp. 354–357. DOI: 10.1023/A:1024945617228.

23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of Tri(meta-tolyl)antimony Bis(benzene-sulfonate). *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2015, vol. 7, no. 4, pp. 93–97. DOI: 10.14529/chem150412

24. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Kartseva M.K. [Synthesis and Structure of Tri(orthotolyl)antimony Bis(2,5-dimethylbenzenesulfonate)]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2017, vol. 9, no. 3, pp. 71–75. DOI: 10.14529/chem170309 (in Russ.).

25. R  ther R., Huber F., Preut H. Nonaphenyltristiboxane-1,5-diyl Disulfonates. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, 1987, vol. 26, no 9, pp. 906–907. DOI: 10.1002/anie.198709061.

26. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Kartseva M.K., Andreev P.V. Mono-, Bi-, and Trinuclear Triarylantimony Organysulfonate Derivatives: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2018, vol. 63, no. 7, pp. 867–873. DOI: 10.1134/S0036023618070185.

27. Cambridge Crystallographic Data Center, 2021.

Received 21 January 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Тарасова, Н.М. Синтез и строение сольвата 2,4-динитробензолсульфоната тетра(*пара*-толил)сурьмы с ацетоном / Н.М. Тарасова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 2. – С. 25–32. DOI: 10.14529/chem220203

FOR CITATION

Tarasova N.M. Synthesis and Structure of the Acetone Solvate of Tetra(*para*-tolyl)antimony 2,4-Dinitrobenzenesulfonate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022, vol. 14, no. 2, pp. 25–32. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220203
