

Неорганическая химия

УДК 546.865+547.47+548.312.5

DOI: 10.14529/chem220206

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ КОМПЛЕКСОВ ПАЛЛАДИЯ [Ph₃PCH₂C(O)Me][PdCl₃(dmso-S)] и [Ph₄Sb(dmso-O)][PdBr₃(dmso-S)]

В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Из галогенида тетраорганилфосфония, -стибония и дигалогенида палладия в присутствии соляной или бромоводородной кислоты получены ионные комплексы палладия с моноядерными анионами [Ph₃PCH₂C(O)Me][PdCl₃(dmso-S)] и [Ph₄Sb(dmso-O)][PdBr₃(dmso-S)], строение которых установлено методом рентгеноструктурного анализа. В состав комплексов входят тетраэдрические катионы тетраорганилфосфония, -стибония и квадратные анионы [PdHal₃(dmso-S)]⁻. По данным РСА, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD – детектор, Mo K_α-излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор), кристаллов **1** [C₂₃H₂₆O₂PCl₃PdS, *M* 610,22; сингония моноклинная, группа симметрии *P2₁/c*; параметры ячейки: *a* = 14,204(4), *b* = 9,827(3), *c* = 19,722(6) \AA ; $\alpha = \gamma = 90,00$ град., $\beta = 110,850(12)$ град.; *V* = 2572,6(13) \AA^3 ; размер кристалла $0,22 \times 0,2 \times 0,14$ мм; интервалы индексов отражений $-27 \leq h \leq 27$, $-19 \leq k \leq 19$, $-33 \leq l \leq 38$; всего отражений 146030; независимых отражений 20362; *R_{int}* 0,0504; *GOOF* 1,016; *R₁* = 0,0473, *wR₂* = 0,0937; остаточная электронная плотность 0,61/-1,44 e/ \AA^3] и **2** [C₁₄H₁₆OSBr_{1,5}Pd_{0,5}S_{0,5}, *M* 466,27; сингония моноклинная, группа симметрии *P2₁2₁2₁*; параметры ячейки: *a* = 9,308(10), *b* = 15,707(16), *c* = 21,65(3) \AA ; $\alpha = \gamma = 90,00$ град., $\beta = 90,90$ град.; *V* = 3165(6) \AA^3 ; размер кристалла $0,46 \times 0,29 \times 0,25$ мм; интервалы индексов отражений $-11 \leq h \leq 12$, $-21 \leq k \leq 21$, $-29 \leq l \leq 29$; всего отражений 52839; независимых отражений 8521; *R_{int}* 0,0479; *GOOF* 1,027; *R₁* = 0,0311, *wR₂* = 0,0593; остаточная электронная плотность 0,84/-0,95 e/ \AA^3] атомы фосфора и сурьмы в катионах имеют мало искаженную тетраэдрическую координацию с валентными углами CPC 105,76(7)–110,31(7) $^\circ$ и CSbC 100,03(16)–117,62(15) $^\circ$, которые мало отличаются от теоретического значения, и близкими длинами связей P–C [1,7903(15)–1,8037(16) \AA] и Sb–C [2,061(5)–2,100(4) \AA]. Связь P–C_{Alk} длиннее [1,8037(16) \AA], чем связи P–C_{Ph}. В плоскоквадратных анионах [PdHal₃(dmso-S)]⁻ длины связей Pd–Cl и Pd–Br изменяются в интервалах 2,2918(7)–2,3012(8) и 2,371(3)–2,403(2) \AA соответственно, а расстояния S–Pd [2,2492(6) и 2,237(2) \AA] меньше суммы ковалентных радиусов атомов палладия и серы (2,44 \AA). Цис-углы ClPdCl [89,88(3) $^\circ$] и BrPdBr [88,93(4) $^\circ$, 89,59(4) $^\circ$] практически не отличаются от теоретического значения (90 $^\circ$); значения транс-углов ClPdCl и SPdCl сравнимы между собой и составляют 178,15(2) $^\circ$ и 178,714(19) $^\circ$. Аналогичные величины для комплекса **2** равны 174,22(3) $^\circ$ и 177,53(4) $^\circ$. Отклонение атома палладия от плоскостей Cl₃S и Br₃S незначительно (0,019 и 0,033 \AA). Структурная организация в кристаллах комплексов сформирована на межионными контактами S=O···H–C 2,56–2,72 \AA (**1**) и 2,44–2,62 \AA (**2**); Pd–Cl···H–C (2,83–2,93 \AA) и Br···H (2,86–3,04 \AA). Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1907718 (**1**), № 1979208 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: комплекс палладия(II), ацетонилтрифенилфосфониевый, тетрафенилстибониевый, катион, диметилсульфоксид, диметилсульфоксидотригалогенопалладат-анион, синтез, строение, рентгеноструктурные исследования.

Введение

Координационная химия комплексов палладия интересна из-за их эффективного применения в катализе [1–10], широкого использования в реакциях органического и элементоорганического синтеза [11–15]. В настоящее время интенсивно изучаются структурные особенности координационных соединений палладия. Многочисленные структурно охарактеризованные ионные гало-

генсодержащие комплексы палладия в основном представлены моноядерными $[\text{PdHal}_4]^{2-}$ и, в меньшей степени, биядерными $[\text{Pd}_2\text{Hal}_6]^{2-}$ анионами [16]. Влияние растворителей на дизайн Pd-содержащих анионов, а также взаимных превращений анионов друг в друга в различных растворителях сообщалось в [17]. Ранее сообщалось о синтезе комплексов палладия с S-координированной молекулой диметилсульфоксида в моноядерных анионах $[\text{PdHal}_3(\text{dmso-S})]^-$ [18–28], однако бромсодержащие производные среди них немногочисленны.

В настоящей работе продолжено изучение синтеза и особенностей строения неизвестных ранее ионных комплексов палладия $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}][\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})]$ и $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})][\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})]$.

Экспериментальная часть

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

ИК-спектр комплексов записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 cm^{-1} .

Рентгеноструктурный анализ (PCA) кристаллов комплексов проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Мо K_{α} -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 [29]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELLXL/PC [30], OLEX2 [31]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ($U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{экв}}(\text{C})$). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1907718 (1), № 1979208 (2); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Синтез $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}][\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})]$ (1). 0,100 г (0,56 ммоль) дихлорида палладия растворяли в избытке хлороводородной кислоты и при перемешивании прибавляли к горячему раствору 0,400 г (1,13 ммоль) хлорида ацетонилтрифенилfosфония в 15 мл горячей воды. Выпавший осадок тетрахлоропалладата ацетонилтрифенилfosфония темно-коричневого цвета фильтровали и сушили. Выход количественный. Высушенный осадок растворяли в 5 мл ДМСО и после испарения растворителя наблюдали образование коричневых кристаллов комплекса 1 с т. разл. 135 °C, выход 82 %. ИК-спектр ($\nu, \text{ см}^{-1}$): 3059, 3013, 3003, 2959, 2911, 2866, 1713, 1585, 1485, 1439, 1414, 1354, 1315, 1298, 1153, 1119, 1028, 995, 920, 845, 750, 721, 691, 515, 503, 488, 432, 424. Найдено, %: C 45,22, H 4,30. $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{SPCl}_3\text{Pd}$. Вычислено, %: C 45,26 H 4,26.

Синтез $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})][\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})]$ (2). Получали по аналогичной методике, исходя из дибромида палладия, бромида тетрафенилстибния и бромоводородной кислоты. Выход 74 %, т. разл. 110 °C. ИК-спектр ($\nu, \text{ см}^{-1}$): 3072, 3053, 3045, 3024, 2997, 2911, 2854, 1478, 1434, 1399, 1335, 1294, 1184, 1179, 1163, 1157, 1111, 1072, 1023, 996, 951, 916, 891, 458. Найдено, %: C 36,00, H 3,29. $\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{S}_2\text{SbBr}_3\text{Pd}$. Вычислено, %: C 36,06 H 3,43.

Таблица 1
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур 1 и 2

Параметр	1	2
Формула	$\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{PdS}$	$\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{OB}_{\text{Br},1,5}\text{P}_{0,5}\text{S}_{0,5}$
M	610,22	466,27
$T, \text{ К}$	293	293
Сингония	Моноклинная	Ромбическая
Пр. группа	$P2_1/c$	$P2_12_12_1$
$a, \text{\AA}$	14,204(4)	9,308(10)
$b, \text{\AA}$	9,827(3)	15,707(16)
$c, \text{\AA}$	19,722(6)	21,65(3)
$\alpha, \text{град.}$	90,00	90,00
$\beta, \text{град.}$	110,850(12)	90,00
$\gamma, \text{град.}$	90,00	90,00

Неорганическая химия

Окончание табл. 1

Параметр	1	2
$V, \text{ \AA}^3$	2572,6(13)	3165(6)
Z	4	8
$\rho(\text{выч.}), \text{ г/см}^3$	1,576	1,957
$\mu, \text{ мм}^{-1}$	1,194	5,366
$F(000)$	1232,0	1800,0
Размер кристалла, мм	$0,22 \times 0,2 \times 0,14$	$0,46 \times 0,29 \times 0,25$
Область сбора данных по 20, град.	6,02–88,6	6,22–58,8
Интервалы индексов отражений	$-27 \leq h \leq 27,$ $-19 \leq k \leq 19,$ $-33 \leq l \leq 38$	$-11 \leq h \leq 12,$ $-21 \leq k \leq 21,$ $-29 \leq l \leq 29$
Измерено отражений	146030	52839
Независимых отражений	20362	8521
R_{int}	0,0504	0,0479
Переменных уточнения	283	338
$GOOF$	1,016	1,027
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0473, wR_2 = 0,0937$	$R_1 = 0,0311, wR_2 = 0,0593$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,1154, wR_2 = 0,1155$	$R_1 = 0,0470, wR_2 = 0,0643$
Остаточная электронная плотность (min/max), $\text{e}/\text{\AA}^3$	0,61/–1,44	0,84/–0,95

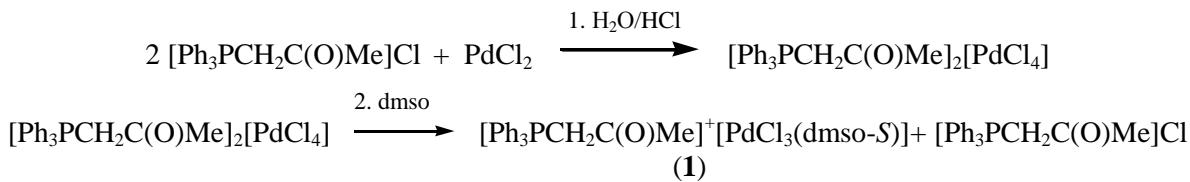
Таблица 2
Длины связей и валентные углы в соединениях 1 и 2

Связь	$d, \text{ \AA}$	Угол	$\omega, \text{ град.}$
1			
Pd(1)–Cl(1)	2,2918(7)	Cl(1)Pd(1)Cl(2)	178,15(2)
Pd(1)–Cl(2)	2,3012(8)	Cl(1)Pd(1)Cl(3)	89,88(3)
Pd(1)–Cl(3)	2,2987(7)	Cl(3)Pd(1)Cl(2)	89,88(3)
Pd(1)–S(1)	2,2492(6)	S(1)Pd(1)Cl(1)	91,40(3)
S(1)–O(2)	1,4693(15)	S(1)Pd(1)Cl(2)	88,83(3)
S(1)–C(17)	1,776(2)	S(1)Pd(1)Cl(3)	178,714(19)
S(1)–C(18)	1,766(2)	O(2)S(1)Pd(1)	115,67(6)
P(1)–C(1)	1,7903(15)	O(2)S(1)C(17)	107,29(12)
P(1)–C(11)	1,7981(15)	O(2)S(1)C(18)	109,26(14)
P(1)–C(7)	1,8037(16)	C(17)S(1)Pd(1)	113,40(6)
2			
Pd(1)–Br(2)	2,4033(18)	Br(1)Pd(1)Br(2)	88,93(4)
Pd(1)–Br(1)	2,376(3)	Br(3)Pd(1)Br(2)	89,59(4)
Pd(1)–Br(3)	2,371(3)	Br(3)Pd(1)Br(1)	174,22(3)
Pd(1)–S(2)	2,237(2)	S(2)Pd(1)Br(2)	177,53(4)
S(2)–O(2)	1,456(4)	S(2)Pd(1)Br(1)	91,73(5)
S(2)–C(10)	1,747(5)	S(2)Pd(1)Br(3)	89,99(5)
S(2)–C(9)	1,752(5)	C(31)Sb(1)C(1)	100,03(16)
S(1)–O(1)	1,468(3)	C(21)Sb(1)C(31)	114,18(17)
S(1)–C(8)	1,698(7)	C(21)Sb(1)C(1)	102,28(17)
S(1)–C(7)	1,710(9)	C(11)Sb(1)C(31)	116,44(16)
Sb(1)–C(31)	2,087(4)	C(11)Sb(1)C(21)	117,62(15)
Sb(1)–C(21)	2,075(4)	C(11)Sb(1)C(1)	102,35(15)
Sb(1)–C(11)	2,061(5)	O(2)S(2)Pd(1)	115,17(19)
Sb(1)–C(1)	2,100(4)	O(2)S(2)C(10)	108,6(3)

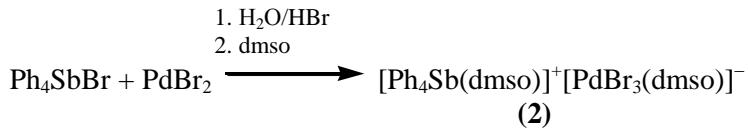
Обсуждение результатов

Для синтеза ионных комплексов палладия водный раствор галогенида алкилтрифенилfosфона или тетрафенилстибона приливали к раствору дигалогенида палладия в галоидоводородной кислоте, при этом наблюдали образование осадка коричневого цвета, который после фильтрования и высушивания перекристаллизовывали из диметилсульфоксида.

После испарения растворителя в первом случае получали диметилсульфоксидотрихлоропалладат ацетонилтрифенилfosфония $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}(\text{O})\text{Me}]^+[\text{PdCl}_3(\text{dmso}-S)]^-$ в виде коричневых кристаллов:



Аналогично синтезировали *S*-диметилсульфоксидотрибромопалладат *O*-диметилсульфоксидотетрафенилстибония:



Соединения 1, 2 – коричневые кристаллические вещества, устойчивые к действию влаги и кислорода воздуха, хорошо растворимые в ацетонитриле, хлороформе, тетрагидрофуране и нерастворимые в алифатических углеводородах.

В ИК-спектрах комплексов **1** и **2** наблюдаются интенсивные полосы поглощения в областях 1439 и 995, а также 1434 и 996 cm^{-1} , которые характеризуют валентные колебания связей P–C_{Ph} и Sb–C_{Ph} соответственно [32]. Наблюдаемое смещение полос поглощения связи S=O (1119 и 1111 cm^{-1}) в коротковолновую область по сравнению с несвязанным диметилсульфоксидом (1055 cm^{-1}) характерно для подобных комплексов с S-координированным ДМСО [33].

По данным РСА, кристаллы комплексов **1**, **2** состоят из тетраэдрических катионов ацетонил-трифенилfosфония, тригонально-бипирамидальных катионов (*O*-диметилсульфоксида)тетрафенилстибония и моноядерных квадратных анионов $[\text{PdHal}_3(\text{dmso}-S)]$ (рис. 1, 2).

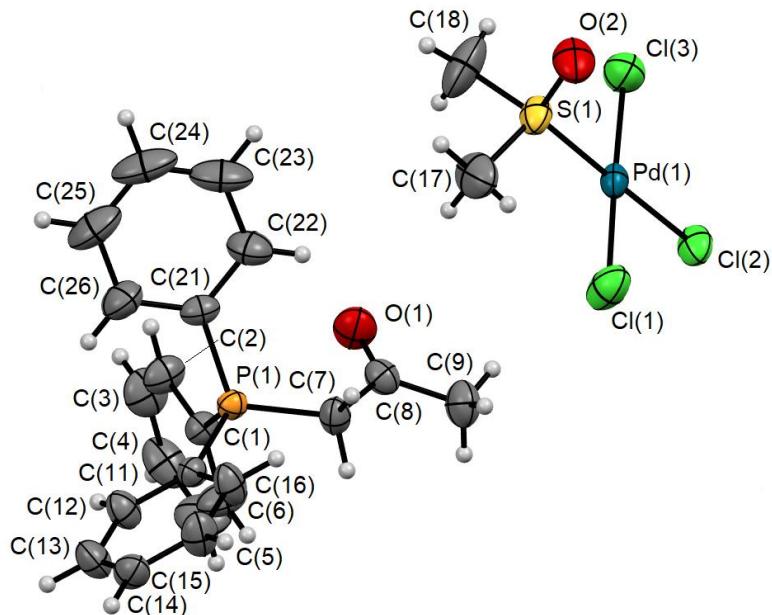


Рис. 1. Строение комплекса 1

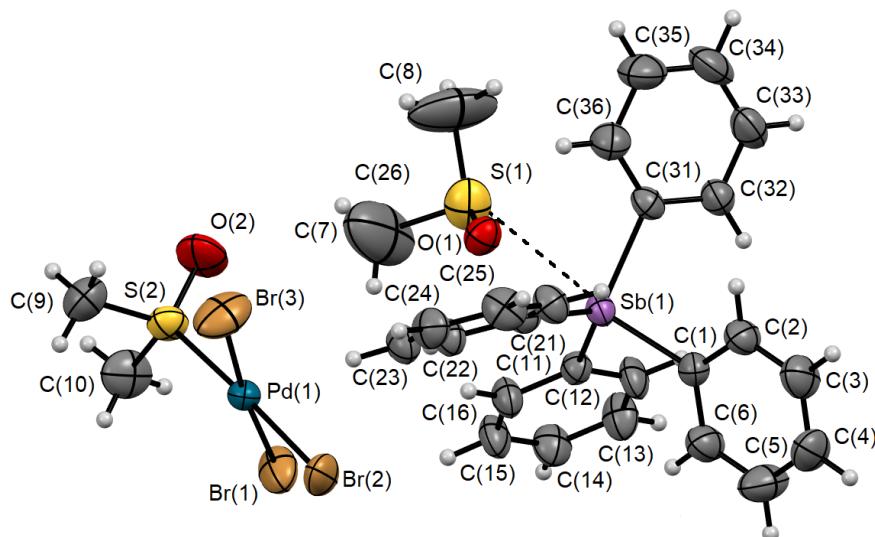


Рис. 2. Строение комплекса 2

Атом фосфора в катионе **1** имеет мало искаженную тетраэдрическую координацию с валентными углами CPC 105,76(7)–113,03(8) Å, которые мало отличаются от теоретического значения, и близкими длинами связей P–C, причем расстояние P–C_{Alk} (1,8037(16) Å) длиннее, чем связи P–C_{Ph} [1,7903(15)–1,7981(15) Å]. В плоскоквадратных анионах [PdCl₃(dmsso-S)][−] длины связей Pd–Cl изменяются в интервалах 2,2918(7)–2,3012(8) Å, а расстояние S–Pd [2,2492(6) Å] меньше суммы ковалентных радиусов атомов палладия и серы (2,44 Å [34]). *Цис*-углы ClPdCl [89,88(3)°] практически не отличаются от теоретического значения (90°); значения *транс*-углов ClPdCl и SPdCl сравнимы между собой и составляют 178,15(2) и 178,714(3)°. В катионе **2** молекула диметилсульфоксида координирована через кислород с атомом сурьмы (O···Sb 2,617 Å), который имеет координацию тригональной бипирамиды (аксиальный угол CSbO 178,42°). Валентные углы CSbC изменяются в интервале 100,03(16)–117,62(15) Å, длины связей Sb–C составляют 2,061(5)–2,100(4) Å. В плоскоквадратных анионах [PdBr₃(dmsso-S)][−] длины связей Pd–Br изменяются в интервалах 2,371(3)–2,4033(18) Å, расстояние S–Pd [2,237(2) Å] меньше суммы ковалентных радиусов атомов палладия и серы (2,44 Å [34]). *Цис*-углы BrPdBr [88,93(3)° и 89,59(4)°] мало отличаются от теоретического значения (90°); значения *транс*-углов BrPdBr и SPdBr сравнимы между собой и составляют 174,22(3)° и 177,53(4)°. В анионах комплексов **1**, **2** отклонение атома палладия от плоскости Hal₃S составляет 0,019 и 0,033 Å соответственно, причем минимальная величина проявляется в структуре **1**.

Структурная организация в кристаллах комплексов сформирована межионными контактами O···H 2,56–2,72 Å (**1**) и 2,44–2,62 Å (**2**), что близко к сумме ван-дер-ваальсовых радиусов атомов кислорода и водорода (2,7 Å). В кристаллах **1** и **2** также присутствуют сокращенные расстояния Cl···H (2,83–2,93 Å) и Br···H (2,86–3,04 Å), что близко к сумме ван-дер-ваальсовых радиусов атомов хлора, водорода (3,0 Å) и брома, водорода (3,1 Å) [35].

Выводы

Из галогенидов ацетонилтрифенилfosфония, тетрафенилстибония и дигалогенида палладия в присутствии галогеноводородной кислоты получены ионные комплексы палладия с квадратными моноядерными анионами [PdHal₃(dmsso-S)][−] Hal = Cl, Br, строение которых доказано рентгеноструктурным анализом.

Литература

- Palladium Complexes with Pyrimidine-functionalized N-heterocyclic Carbene Ligands: Synthesis, Structure and Catalytic Activity / D. Meyer, M.A. Taige, A. Zeller et al. // Organometallics. – 2009. – Vol. 28, № 7. – P. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.

2. Air and Moisture Tolerant Synthesis of a Chelated *bis*(NHC) Methylpalladium(II) Complex Relevant to Alkyl Migration Processes in Catalysis / M.G. Gardiner, C.C. Ho, D.S. McGuinness et al. // Austr. J. Chem. – 2020. – Vol. 73. – P. 1158–1164. DOI: 10.1071/CH20194.
3. Sterically Hindered N-aryl/Benzyl Substituted Piperidoimidazolin-2-ylidene Palladium Complexes and their Catalytic Activities / E. Gacal, S. Denizalti, A. Kinal et al. // Tetrahedron. – 2018. – Vol. 74, № 47. – P. 6829–6838. DOI: 10.1016/j.tet.2018.10.003.
4. Mansour, W. Regioselective Synthesis of Chromones via Cyclocarbonylative Sonogashira Coupling Catalyzed by Highly Active Bridged-*bis*(N-heterocyclic carbene)palladium(II) Complexes / W. Mansour, M. Fettouhi, B. El Ali // ACS Omega. – 2020. – Vol. 5, № 50. – P. 32515–32529. DOI: 10.1021/acsomega.0c04706.
5. Soft Heteroleptic N-heterocyclic Carbene Palladium(ii) Species for Efficient Catalytic Routes to Alkynones via Carbonylative Sonogashira Coupling / W. Mansour, R. Suleiman, M. Fettouhi et al. // ACS Omega. – 2020. – V. 5, № 50. – P. 23687–23702. DOI: 10.1021/acsomega.0c02413.
6. Complex of *tris*(Z-styryl)phosphine with PdCl_2 as a New Catalyst for the Sonogashira Reaction/ B.A. Trofimov, S.F. Vasilevsky, N.K. Gusarova et al. // Mendeleev Commun. 2008. – V. 18, № 6. – P. 318–319. DOI: 10.1016/j.mencom.2008.11.010.
7. Structure and Catalytic Properties of (Acetylacetato- $\kappa^2 O,O'$)*bis*(2-furyl)phosphine) Palladium(II) Tetrafluoroborate / M.V. Bykov, Z.D. Abramov, T.S. Orlov et al. // J. Struct. Chem. – 2021. – V. 62, № 8. – P. 1218–1228. DOI: 10.1134/S0022476621080072.
8. Reaction of Elemental Phosphorus with α -Methylstyrenes: One-pot Synthesis of Secondary and Tertiary Phosphines, Prospective Bulky Ligands for Pd(II) Catalysts / A.V. Artem'ev, S.F. Malysheva, N.K. Gusarova et al. // Tetrahedron. – 2016. – V. 72, № 4. – P. 443–450. DOI: 10.1016/j.tet.2015.11.009.
9. A New Access to Tri(1-naphthyl)phosphine and its Catalytically Active Palladacycles and Luminescent Cu(I) Complex / A.V. Artem'ev, V.A. Kuimov, E.A. Matveeva et al. // Inorg. Chem. Commun. – 2017. – V. 86. – P. 94–97. DOI: 10.1016/j.inoche.2017.09.008.
10. Palladium (II) Complexes Containing 2-Phenylpyridine Derivatives: Synthesis, Molecular Structures, and Catalytic Activity for Suzuki–Miyaura Cross-coupling Reactions / A. Adamson, Y.P. Budiman, I. Mkhald et al. // J. Struct. Chem. – 2020. – V. 61. – P. 466–475. DOI: 10.1134/S0022476620030130.
11. Defluorinative Functionalization of Pd(II) Fluoroalkyl Complexes / M.M.W. Wolfe, J.P. Shanahan, J.W. Kampf et al. // J. Am. Chem. Soc. – 2020. – V. 142, № 43. – P. 18698–18705. DOI: 10.1021/jacs.0c09505.
12. Mori, M. Sterically Demanding 8-(Diphenylphosphino)quinoline Complexes of Group 10 Metal(II): Synthesis, Crystal Structures, and Properties in Solution / M. Mori, Y. Sunatsuki, T. Suzuki // Inorg. Chem. – 2020. – V. 59, № 24. – P. 18225–18240. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.0c02706.
13. Cycloneophylpalladium(IV) Complexes: Formation by Oxidative Addition and Selectivity of their Reductive Elimination Reaction / A. Behnia, M.A. Fard, J.M. Blacquiere et al. // Organometallics. – 2020. – V. 39, № 22. – P. 4037–4050. DOI: 10.1021/acs.organomet.0c00615.
14. Bismuthanes as Hemilabile Donors in an O_2 -Activating Palladium(0) Complex / K. Materne, B. Braun-Cula, C. Herwig et al. // Chem.-Eur. J. – 2017. – V. 23. – P. 11797–11801. DOI: 10.1002/chem.201703489.
15. Lin, T.-P. σ -Accepting Properties of a Chlorobismuthine Ligand / T.-P. Lin, I.-Sh. Ke, F.P. Gabbaï // Angew. Chem., Int. Ed. – 2012. – V. 51. – P. 4985–4988. DOI: 10.1002/anie.201200854.
16. Cambridge Crystallographic Data Center. 2021. (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
17. Синтез и строение комплексов палладия [$\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3$][PdBr_4], [$\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3$][Pd_2Br_6]·DMF и [$\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3$][$\text{PdBr}_3(\text{dmsO}-\text{S})$]₂ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. общ. химии. – 2017. – Т. 87, № 1. – С. 128–133.
18. Шарутин, В.В. Синтез и строение комплексов палладия [$\text{Ph}_3\text{PhCH}_2\text{P}^+$][$\text{PdCl}_3(\text{dmsO})^-$]·dmsO, [Ph_4P^+][$\text{PdCl}_3(\text{dmsO})^-$] и [$\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmsO})^+$][$\text{PdCl}_3(\text{dmsO})^-$] / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина // Журн. неорган. химии. – 2013. – Т. 58, № 5. – С. 616–620.
19. Синтез и строение комплексов палладия: [$\text{Ph}_3(\text{цикло-}\text{C}_3\text{H}_5)\text{P}^+$]₂[PdBr_4]²⁻, [$\text{Ph}_3(\text{цикло-}\text{C}_3\text{H}_5)\text{P}^+$]₂[Pd_2Br_6]²⁻, [$\text{Ph}_3(\text{цикло-}\text{C}_3\text{H}_5)\text{P}^+$][$\text{PdBr}_3(\text{dmsO})^-$] / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Коорд. химия. – 2015. – Т. 41, № 7. – С. 430–437.

Неорганическая химия

20. Synthesis and Structure of Palladium Complex $[Ph_3PCH=CHPPh_3]^{2+}[PdBr_3(DMSO)]^-_2 \cdot DMSO$ / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, V.S. Senchurin et al. // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2015. – Т. 7, № 2. – С. 11–16.
21. Ярыгина, Д.М. Синтез и строение комплексов палладия $[Ph_3PMe]^{+}[PdBr_3(DMSO)]^-$ и $[Ph_3P(CH_2)_6PPh_3]^{2+}[PdBr_3(Et_2SO)]^-_2$ / Д.М. Ярыгина, А.Е. Баталов, В.С. Сенчурин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2018. – Т. 10, № 3. – С. 51–58. DOI: 10.14529/chem180306.
22. Синтез и строение комплексов палладия: $[Ph_3PC_6H_{11}-cyclo]^{+}[PdBr_3(Dmso-S)]^-$, $[Ph_3PBu]^{+}[PdCl_3(Dmso-S)]^-$ и $[Ph_3PCH_2CH=CHCH_2PPh_3]^{2+}[PdCl_4]^-_2 \cdot Dmf$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. неорган. химии. – 2018. – Т. 63, № 6. – С. 712–717. DOI: 10.7868/S0044457X18060089.
23. Катионно-анионные комплексы Pd^{II} с катионом адамантилимидаэолия: синтез, структурные исследования и МАО-ингибирующая активность / М.С. Денисов, М.В. Дмитриев, Д.В. Ерошенко и др. // Журн. неорган. химии. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 38–50. DOI: 10.1134/S0044457X19010057.
24. Structure of a Diorganotelluroxonium(IV) Cation, $\{[2,6-(CH_2NMe_2)_2C_6H_3Te(\mu-O)]_2\}_2^+$, with the Tri-chlorido-(dimethyl sulfoxide)-platinum(II) Anion / A. Gupta, R. Deka, R.J. Butcher et al. // Acta Cryst. – 2020. – V. E76. – P. 1520–1524. DOI: 10.1107/S2056989020011482.
25. Hazell, A. Mono-, Di- and Poly-nuclear Transition-metal Complexes of a bis(Tridentate) Ligand: Towards *p*-Phenylenediamine-bridged co-ordination Polymers / A. Hazell, C.J. McKenzie, L.P. Nielsen // J. Chem. Soc., Dalton Trans. – 1998. – P. 1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
26. Co-ordination of Promethazine {10-[2-(Dimethyl(amino)propyl]phenothiazine} Hydrochloride with Palladium(II): X-ray Crystal Structure of a Trichloro-palladium(II) Product / W.J. Geary, N.J. Mason, L.A. Nixon et al. // Chem. Commun. – 1980. – № 22. – P. 1064–1065. DOI: 10.1039/c39800001064.
27. Schroeter, F. Tailored Palladate Tunable Aryl Alkyl Ionic Liquids (TAAILs) / F. Schroeter, J. Soellner, T. Strassner // Chem.-Eur. J. – 2019. – V. 25. – P. 2527–2537. DOI: 10.1002/chem.201804431.
28. Consecutive Modular Ligation as an Access Route to Palladium Containing Polymers / C. Lang, K. Pahnke, C. Kiefer et al. // Polym. Chem. – 2013. – Vol. 4, Iss. 21. – P. 5456–5462. DOI: 10.1039/C3PY00648D.
29. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
30. 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.
31. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea, J.A.K. Howard, H. Puschmann // J. Appl. Cryst. – 2009. – V. 42. – P. 339–341.
32. Казицына, Л.А. Применение УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии в органической химии / Л.А. Казицына, Н.Б. Куплетская. – М.: Высшая школа, 1971. – С. 50.
33. Кукушкин, Ю.Н. Вклад исследований диметилсульфоксидных комплексов в теории координационной химии / Ю.Н. Кукушкин // Коорд. химия. – 1997. – Т. 23, № 3. – С. 163–174.
34. 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.
35. 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.

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

Сенчурин Владислав Станиславович – доктор химических наук, профессор, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: senchurinvs@susu.ru

Поступила в редакцию 3 февраля 2022 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF PALLADIUM COMPLEXES [$\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}][\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})]$ AND [$\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})][\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})]$]

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

V.S. Senchurin, senchurinvs@susu.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Interaction of tetraorganylphosphonium, -stibonium halides with palladium dihalide in water in the presence of hydrochloric or hydrobromic acid, followed by recrystallization from dimethyl sulfoxide, has been used to synthesize palladium(II) ionic complexes with mononuclear anions [$\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}][\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})]$] and [$\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})][\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})]$]. The complexes include tetrahedral cations of tetraorganylphosphonium, -stibonium and square anions [$\text{PdHal}_3(\text{dmso-S})^-$]. According to the X-ray analysis data obtained on an automatic diffractometer D8 Quest Bruker (MoK α -radiation, $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$, graphite monochromator) at 293 K, of crystals **1** [$\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{PCl}_3\text{PdS}$, $M = 610.22$, monoclinic syngony, symmetry group $P2_1/c$; cell parameters: $a = 14.204(4) \text{ \AA}$, $b = 9.827(3) \text{ \AA}$, $c = 19.722(6) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90.00$ degrees, $\beta = 110.850(12)$ degrees; $V = 2572.6(13) \text{ \AA}^3$; the crystal size is $0.22 \times 0.2 \times 0.14$ mm; intervals of reflection indexes are $-27 \leq h \leq 27$, $-19 \leq k \leq 19$, $-33 \leq l \leq 38$; total reflections 146030; independent reflections 20362; $R_{int} 0.0504$; GOOF 1.016; $R_1 = 0.0473$, $wR_2 = 0.0937$; residual electron density $0.61/-1.44 \text{ e}/\text{\AA}^3$] and **2** [$\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{OSBr}_{1.5}\text{Pd}_{0.5}\text{S}_{0.5}$, $M = 466.27$, monoclinic syngony, symmetry group $P2_12_12_1$; cell parameters: $a = 9.308(10) \text{ \AA}$, $b = 15.707(16) \text{ \AA}$, $c = 21.65(3) \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90.00$ degrees, $\beta = 90.90$ degrees; $V = 3165(6) \text{ \AA}^3$; the crystal size is $0.46 \times 0.29 \times 0.25$ mm; intervals of reflection indexes are $-11 \leq h \leq 12$, $-21 \leq k \leq 21$, $-29 \leq l \leq 29$; total reflections 52839; independent reflections 8521; $R_{int} 0.0479$; GOOF 1.027; $R_1 = 0.0311$, $wR_2 = 0.0593$; residual electron density $0.84/-0.95 \text{ e}/\text{\AA}^3$] the phosphorus and antimony atoms in cations have a slightly distorted tetrahedral coordination with bond angles: CPC 105.76(7)–110.31(7) degrees and CSbC 100.03(16)–117.62(15) degrees, differ little from the theoretical value, and by close bond lengths: P–C [1.7903(15)–1.8037(16) \AA] and Sb–C [2.061(5)–2.100(4) \AA]. The P–C_{Alk} bond is longer [1.8037(16) \AA] than the P–C_{Ph}. In the [$\text{PdHal}_3(\text{dmso-S})^-$] square planar anions the Pd–Cl and Pd–Br bond lengths vary in the ranges 2.2918(7)–2.3012(8) and 2.371(3)–2.403(2) \AA , respectively, while the S–Pd distances [2.2492(6) and 2.237(2) \AA] are less than the sum of the covalent radii of palladium and sulfur atoms (2.44 \AA). The ClPdCl *cis*-angles [89.88(3) degrees] and BrPdBr ones [88.93(4) degrees, 89.59(4) degrees] practically do not differ from the theoretical value (90 degrees); the values of the ClPdCl and SPdCl *trans*-angles are comparable to each other and amount to 178.15(2) degrees and 178.714(19) degrees. Similar values for complex **2** are 174.22(3) degrees and 177.53(4) degrees. The deviation of the palladium atom from the Cl₃S and Br₃S planes is insignificant (0.019 and 0.033 \AA). The structural organization of crystals **1** and **2** is controlled by intermolecular bonds S=O···H–C 2.56–2.72 \AA (**1**) and 2.44–2.62 \AA (**2**); Pd–Cl···H–C (2.83–2.93 \AA) and Pd–Br···H–C (2.86–3.04 \AA). Complete tables of coordinates of atoms, bond lengths and valence angles for structures **1** and **2** are deposited at the Cambridge Structural Data Bank (no. 1907718 (**1**), 1979208 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Keywords: palladium(II) complex, acetonyltriphenylphosphonium, tetraphenylstibonium, cation, dimethyl sulfoxide, dimethyl sulfoxidetrihalopalladate anion, synthesis, structure, X-ray analysis.

References

1. Meyer D., Taige M.A., Zeller A., Hohlfeld K., Ahrens S., Strassner T. Palladium Complexes with Pyrimidine-Functionalized N-Heterocyclic Carbene Ligands: Synthesis, Structure and Catalytic Activity. *Organomet.*, 2009, vol. 28, no. 7, pp. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
2. Gardiner M.G., Ho C.C., McGuinness D.S., Liu Y.L. Air and Moisture Tolerant Synthesis of a Chelated *bis*(NHC) Methylpalladium(II) Complex Relevant to Alkyl Migration Processes in Catalysis. *Austr. J. Chem.*, 2020, vol. 73, pp. 1158–1164. DOI: 10.1071/CH20194.
3. Gacal E., Denizalti S., Kinal A., Gökcé A.G., Türkmen H. Sterically Hindered N-Aryl/benzyl Substituted Piperidoimidazolin-2-ylidene Palladium Complexes and Their Catalytic Activities. *Tetrahedron*, 2018, vol. 74, no. 47, pp. 6829–6838. DOI: 10.1016/j.tet.2018.10.003.
4. Mansour W., Fettouhi M., El Ali B. Regioselective Synthesis of Chromones via Cyclocarbonylative Sonogashira Coupling Catalyzed by Highly Active Bridged-Bis(N-Heterocyclic Car-

Неорганическая химия

bene)Palladium(II) Complexes. *ACS Omega*, 2020, vol. 5, no. 50, pp. 32515–32529. DOI: 10.1021/acsomega.0c04706.

5. Mansour W., Suleiman R., Fettouhi M., El Ali B. Soft Heteroleptic N-Heterocyclic Carbene Palladium(II) Species for Efficient Catalytic Routes to Alkynes via Carbonylative Sonogashira Coupling. *ACS Omega*, 2020, vol. 5, no. 50, pp. 23687–23702. DOI: 10.1021/acsomega.0c02413.

6. Trofimov B.A., Vasilevsky S.F., Gusalova N.K., Malysheva S.F., Baranov D.S., Mamatyuk V.I., Gatilov Yu.V. Complex of *Tris(Z-styryl)phosphine* with $PdCl_2$ as a New Catalyst for the Sonogashira Reaction. *Mendeleev Commun.*, 2008, vol. 18, no. 6, pp. 318–319. DOI: 10.1016/j.mencom.2008.11.010.

7. Bykov M.V., Abramov Z.D., Orlov T.S., Pakhomova M.V., Borodina T.N., Smirnov V.I., Suslov D.S. Structure and Catalytic Properties of (Acetylacetonato- $\kappa^2 O, O'$)bis(*tri*(2-furyl)phosphine) Palladium(II) Tetrafluoroborate. *J. Struct. Chem.*, 2021, vol. 62, no. 8, pp. 1218–1228. DOI: 10.1134/S0022476621080072.

8. Artem'ev A.V., Malysheva S.F., Gusalova N.K., Belogorlova N.A., Sukhov B.G., Sutyrina A.O., Matveeva E.A., Vasilevsky S.F., Govdi A.I., Gatilov Yu.V., Albanov A.I., Trofimov B.A. Reaction of Elemental Phosphorus with α -Methylstyrenes: One-pot Synthesis of Secondary and Tertiary Phosphines, Prospective Bulky Ligands for Pd(II) Catalysts. *Tetrahedron*, 2016, vol. 72, no. 4, P. 443–450. DOI: 10.1016/j.tet.2015.11.009.

9. Artem'ev A.V., Kuimov V.A., Matveeva E.A., Bagryanskaya I.Yu., Govdi A.I., Vasilevsky S.F., Rakhmanova M.I., Samultsev D.O., Gusalova N.K., Trofimov B.A. A New Access to Tri(1-naphthyl)phosphine and its Catalytically Active Palladacycles and Luminescent Cu(I) Complex. *Inorg. Chem. Commun.*, 2017, vol. 86, pp. 94–97. DOI: 10.1016/j.inoche.2017.09.008.

10. Adamson A., Budiman Y.P., Mkhaldid I., Muhammad R., Arshad M.N., Alhaddad M.R., Asiri A.M. Palladium (II) Complexes Containing 2-Phenylpyridine Derivatives: Synthesis, Molecular Structures, and Catalytic Activity for Suzuki–Miyaura Cross-Coupling Reactions. *J. Struct. Chem.*, 2020, vol. 61, P. 466–475. DOI: 10.1134/S0022476620030130.

11. Wolfe M.M.W., Shanahan J.P., Kampf J.W., Szymczak N.K. Defluorinative Functionalization of Pd(II) Fluoroalkyl Complexes. *J. Am. Chem. Soc.*, 2020, vol. 142, no. 43, pp. 18698–18705. DOI: 10.1021/jacs.0c09505.

12. Mori M., Sunatsuki Y., Suzuki T. Sterically Demanding 8-(Diphenylphosphino)quinoline Complexes of Group 10 Metal(II): Synthesis, Crystal Structures, and Properties in Solution. *Inorg. Chem.*, 2020, vol. 59, no. 24, pp. 18225–18240. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.0c02706.

13. Behnia A., Fard M.A., Blacquiere J.M., Puddephatt R.J. Cycloneophylpalladium(IV) Complexes: Formation by Oxidative Addition and Selectivity of Their Reductive Elimination Reaction. *Organometallics*, 2020, vol. 39, no. 22, pp. 4037–4050. DOI: 10.1021/acs.organomet.0c00615.

14. Materne K., Braun-Cula B., Herwig C., Frank N., Limberg C. Bismuthanes as Hemilabile Donors in an O_2 -Activating Palladium(0) Complex. *Chem.-Eur. J.*, 2017, vol. 23, pp. 11797–11801. DOI: 10.1002/chem.201703489.

15. Lin T.-P., Ke I.-Sh., Gabbaï F.P. σ -Accepting Properties of a Chlorobismuthine Ligand. *Angew. Chem., Int. Ed.*, 2012, vol. 51, pp. 4985–4988. DOI: 10.1002/anie.201200854.

16. Cambridge Crystallographic Data Center. 2018. (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk/>).

17. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Il'chenko I.A., Andreev P.V. Synthesis and Structure of the Palladium Complexes $[Ph_3P(CH_2)_3PPh_3][PdBr_4]$, $[Ph_3P(CH_2)_3PPh_3][Pd_2Br_6] \cdot DMF$, and $[Ph_3P(CH_2)_3PPh_3][PdBr_3(dmso-S)]_2$. *Rus. J. Gen. Chem.*, 2017, vol. 87, no. 1, pp. 122–127. DOI: 10.1134/S1070363217010194.

18. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Palladium Complexes $[[Ph_3PhCH_2P]^+[PdCl_3(dmso)]^- \cdot dmso]$, $[Ph_4P]^+[PdCl_3(dmso)]^-$, and $[Ph_4Sb(dmso)]^+[PdCl_3(dmso)]^-$. *Rus. J. Inorg. Chem.*, 2013, vol. 58, no. 5, pp. 543–547. DOI: 10.1134/S0036023613050203.

19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Il'chenko I.A. The Palladium Complexes $[Ph_3(cyclo-C_3H_5)P]^+_2[PdBr_4]^{2-}$, $[Ph_3(cyclo-C_3H_5)P]^+_2[Pd_2Br_6]^{2-}$, and $[Ph_3(цикло-C_3H_5)P]_+[PdBr_3(dmso)]^-$: Synthesis and structures. *Rus. J. Coord. Chem.*, 2015, vol. 41, no. 7, pp. 462–469. DOI: 10.1134/S1070328415070088.

20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Il'chenko I.A. Synthesis and Structure of Palladium Complex $[Ph_3PCH=CHPPh_3]^{2+}[PdBr_3(DMSO)]^-_2 \cdot DMSO$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2015, vol. 7, no. 2, pp. 11–16.

21. Jarygina D.M., Batalov A.E., Senchurin V.S. [Synthesis and Structure of Palladium Complexes $[\text{Ph}_3\text{PMe}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$ and $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_6\text{PPh}_3]^{2+}[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO})]^-_2$]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2018, vol. 10, no. 3, pp. 51–58. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem180306.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Andreev P.V. Palladium Complexes $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-cyclo}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Dmso-S})]^-$, $[\text{Ph}_3\text{PBu}]^+[\text{PdCl}_3(\text{Dmso-S})]^-$, and $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH=CHCH}_2\text{PPh}_3]^{2+}[\text{PdCl}_4]^-_2$. *Dmf: Synthesis and Structure. Russ. J. Inorg. Chem.*, 2018, vol. 63, no. 6, pp. 747–752. DOI: 10.1134/S0036023618060220.
23. Denisov M.S., Dmitriev M.V., Eroshenko D.V., Slepukhin P.A., Shavkunov S.P., Glushkov V.A. Cationic–Anionic Pd(II) Complexes with Adamantylimidazolium Cation: Synthesis, Structural Study, and MAO-Inhibiting Activity. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 56–67. DOI: 10.1134/S0036023619010054.
24. Gupta A., Deka R., Butcher R.J., Singh H.B. Structure of a Diorganotelluroxonium(IV) Cation, $\{[2,6-(\text{CH}_2\text{NMe}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Te}(\mu-\text{O})]_2\}_2^+$, with the Tri-chlorido-(dimethyl sulfoxide)-platinum(II) Anion. *Acta Cryst.*, 2020, vol. E76, pp. 1520–1524. DOI: 10.1107/S2056989020011482.
25. Hazell A., McKenzie C.J., Nielsen L.P. Mono-, Di- and Poly-nuclear Transition-metal Complexes of a Bis(tridentate) Ligand: Towards *p*-Phenylenediamine-bridged Co-ordination Polymers. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1998, pp. 1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
26. Geary W.J., Mason N.J., Nixon L.A., Nowell I.W. Co-ordination of Promethazine {10-[2-(dimethyl(amino)propyl]phenothiazine} Hydrochloride with Palladium(II): X-ray Crystal Structure of a Trichloro-palladium(II) Product. *Chem. Commun.*, 1980, no. 22, pp. 1064–1065. DOI: 10.1039/c39800001064.
27. Schroeter F., Soellner J., Strassner T. Tailored Palladate Tunable Aryl Alkyl Ionic Liquids (TAAILs). *Chem.-Eur. J.*, 2019, vol. 25, pp. 2527–2537. DOI: 10.1002/chem.201804431.
28. Lang C., Pahnke K., Kiefer C., Goldmann A.S., Roesky P.W., Barner-Kowollik C. Consecutive Modular Ligation as an Access Route to Palladium Containing Polymers. *Polym. Chem.*, 2013, vol. 4, no. 21, pp. 5456–5462. DOI: 10.1039/C3PY00648D.
29. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
30. 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.
31. 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.
32. Kazicyna L.A., Kupletskaja N.B. *Применение УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии в органической химии* [Application of UV, IR and NMR Spectroscopy in Organic Chemistry]. Moscow. Vysshaja shkola, 1971, P. 50. (in Russ.).
33. Kukushkin Yu.N. [Contribution of Investigations of Dimethylsulfoxide Complexes in Coordination Chemistry Theory]. Koord. Khim. [Russian Journal of Coordination. Chemistry], 1997, vol. 23, no. 3, pp. 163–174. (in Russ.).
34. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragána F., Alvarez S. Covalent Radii Revisited. *Dalton Trans.* 2008, iss. 21, pp. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.
35. 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.

Received 3 February 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Синтез и строение комплексов палладия [$\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}$][$\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})$] и [$\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})$][$\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})$] / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 2. – С. 52–61. DOI: 10.14529/chem220206

FOR CITATION

Sharutin V.V., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of Palladium Complexes [$\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C(O)Me}$][$\text{PdCl}_3(\text{dmso-S})$] and [$\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmso-O})$][$\text{PdBr}_3(\text{dmso-S})$]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022, vol. 14, no. 2, pp. 52–61. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220206