

РЕАКЦИЯ ОКИСЛЕНИЯ ТРИС[(2-МЕТОКСИ)(5-БРОМ)ФЕНИЛ]СУРЬМЫ ТРЕТ-БУТИЛГИДРОПЕРОКСИДОМ В ПРИСУТСТВИИ 3,4-ДИОКСИБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

В.В. Белов

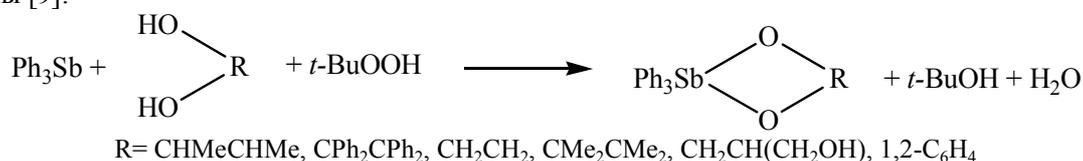
Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с 3,4-дигидроксibenзойной кислотой в присутствии *трет*-бутилгидропероксида (1:2:1 мольн.) в диэтиловом эфире при комнатной температуре синтезирован и структурно охарактеризован сольват 4-карбоксихирокатехолато-О,О'-*трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с хлороформом (5-Br-2-MeOC₆H₃)₃Sb[O,O'-C₆H₃-COOH-4] · 2 CHCl₃. По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединения **1**: пространственная группа *P2₁/n*, *a* = 9,302(2), *b* = 21,166(5), *c* = 19,517(6) Å, α = 90,00°, β = 96,302(13)°, γ = 90,00°, *V* = 3819(17) Å³, ρ_{выч} = 1,862 г/см³, *Z* = 4. Атом сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с одним из атомов кислорода пирокатехолатного лиганда в аксиальном положении. Длина связи Sb–С лежит в интервале значений 2,107(5)–2,131(5) Å. Экваториальные углы CSbC равны 95,9(2)–125,7(1)°. Длины связей Sb–O неравноценны (2,095(4) и 2,013(3) Å), но близки к сумме ковалентных радиусов атомов сурьмы и кислорода 2,05 Å. В кристалле **1** присутствуют тесные контакты атомов водорода хлороформа с атомами кислорода катехолатного лиганда (2,40 Å) и атома водорода катехолатного лиганда с атомами хлора молекул хлороформа (2,95 Å). В кристаллах соединение **1** находится в виде димеров, где две молекулы связываются между собой двумя водородными связями O(6)⋯H(7) (1,864 Å) при сумме ван-дер-ваальсовых радиусов водорода и кислорода 2,57 Å. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2144306; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

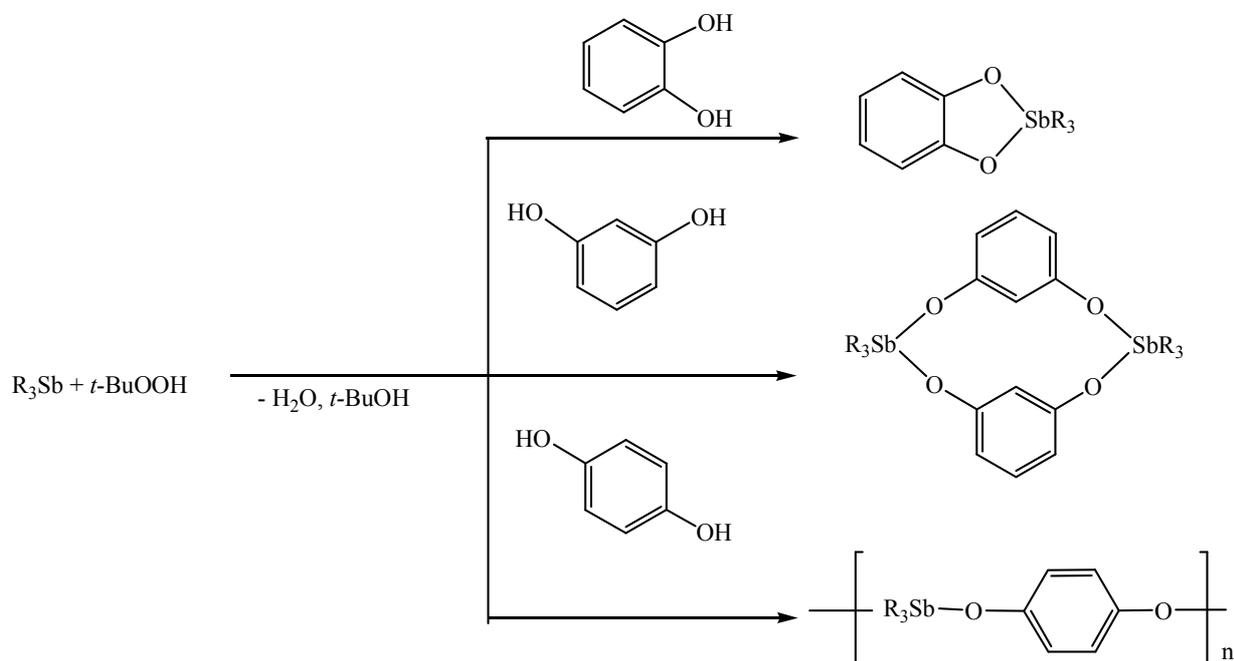
Ключевые слова: 3,4-дигидроксibenзойная кислота, *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьма, реакция окислительного присоединения, синтез, строение, ИК-спектр, рентгеноструктурный анализ.

Введение

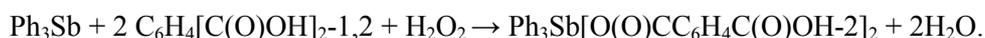
Синтез арильных производных пятивалентной сурьмы, основанный на реакции окислительного присоединения триарилсурьмы пероксидом в присутствии кислот HX, впервые предложенный в работе [1], в настоящее время хорошо изучен для широкого спектра органических соединений сурьмы (дикарбоксилаты, дисульфонаты, диароксиды, диоксиматы и др. [2–7]). Его достоинством является одностадийность, мягкие условия проведения реакций и высокий выход единственного продукта. Реакции окислительного присоединения триарилсурьмы с органическими N-кислотами в присутствии пероксида водорода или *трет*-бутилгидропероксида (могут использоваться другие органические окислители), как правило, дают производные Ar₃SbX₂ (при мольном соотношении триарилсурьмы и кислоты 1:2) [2, 5–7] либо (Ar₃SbX)₂O (при соотношении 1:1) [8], где X – остаток кислоты. Однако окислительный синтез соединений сурьмы недостаточно исследован при использовании в качестве N-кислот би- и полифункциональных соединений, результатом которого могут быть продукты разнообразного строения. Немногочисленные примеры указанных реакций известны. Так, показано, что трифенилсурьма взаимодействует с вицинальными диолами в присутствии *трет*-бутилгидропероксида с образованием циклических соединений сурьмы [9]:



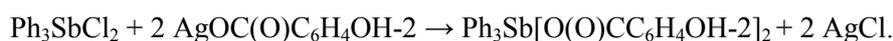
Строение продукта реакции трифенилсурьмы с дигидроксибензолами определяется расположением гидроксильных групп в ароматическом кольце [10]. В случае пирокатехина образуется 5-членный *орто*-фенилендиоксид трифенилсурьмы, резорцина – макроциклическое соединение, при взаимодействии с гидрохиноном получается полимерный гидрохинолят трифенилсурьмы:



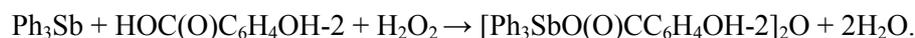
Однако при взаимодействии трифенилсурьмы с фталевой кислотой вместо ожидаемого продукта, содержащего пятичленный цикл, был получен дифталат трифенилсурьмы со свободными карбоксильными группами [11]:



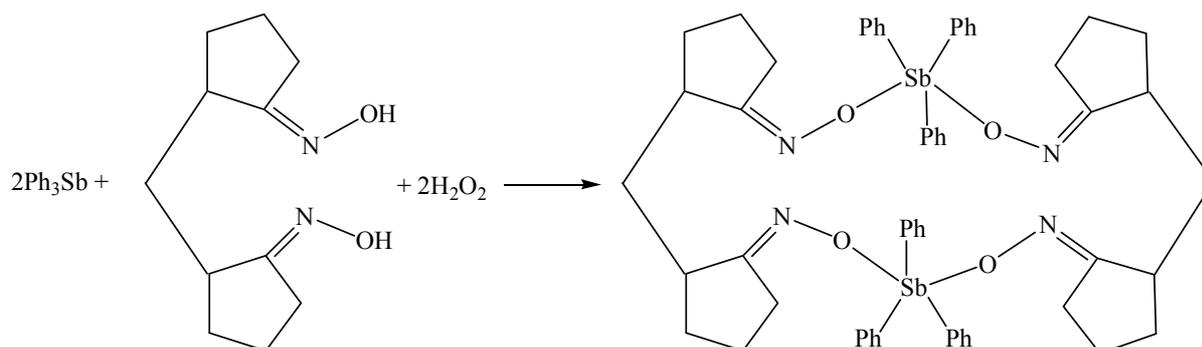
В реакции дихлорида трифенилсурьмы с салицилатом серебра принимает участие только карбоксильная группа, но не гидроксильная. Продуктом реакции при мольном соотношении 1:2 является *бис*(2-гидроксибензоат) трифенилсурьмы [12]:

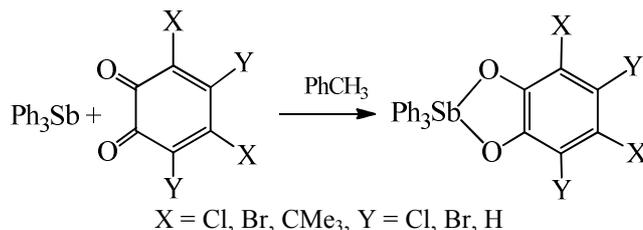


При взаимодействии трифенилсурьмы с салициловой кислотой в присутствии окислителя образуется μ_2 -оксо-*бис*[(2-гидроксибензоато)фенилсурьма] [13]:



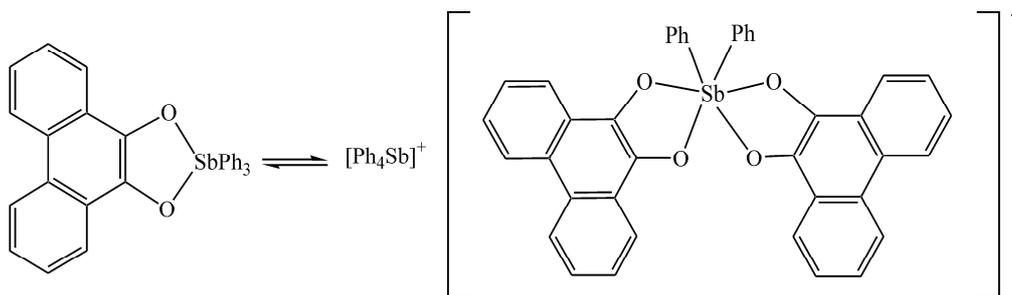
Взаимодействием трифенилсурьмы с диоксिमом 2,2'-метилениди(циклопентан-1-она) в присутствии пероксида водорода синтезирован центросимметричный биядерный макроциклический комплекс *бис*- μ_2 -[(метиленидициклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы] [14]:





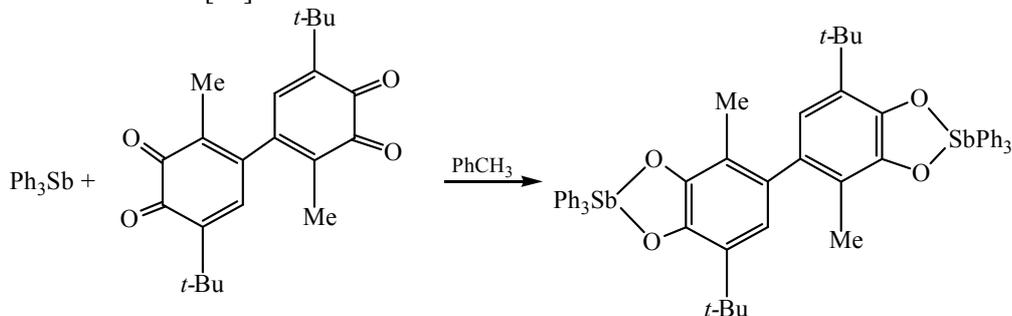
Позже по этой схеме было синтезировано большое количество катехолатов трифенилсурьмы с различными заместителями в катехолатном цикле [23–30]. В большинстве случаев реакции протекают в мягких условиях без образования побочных продуктов.

Однако при взаимодействии трифенилсурьмы и фенантренхинона-9,10 была получена (фенантрен-9,10-диolato)трифенилсурьма(V). Показано, что молекулярный комплекс находится в равновесии с ионным комплексом в растворе толуола [31]:

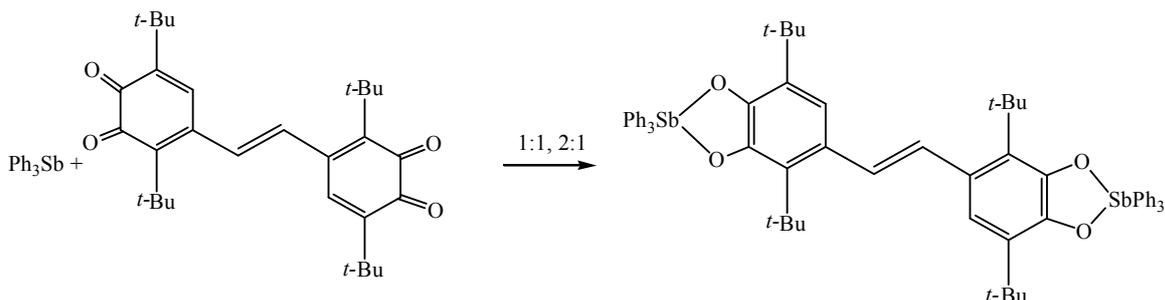


Аналогично синтезирована [4,5-(1,1,4,4-тетраметилбутан-1,4-диил)катехолато]-трифенилсурьма(V), но в отличие от предыдущего случая, превращение в ионный комплекс не является обратимым и протекает только в полярных растворителях, таких как хлороформ и ацетон [32].

Описаны реакции трифенилсурьмы с дибензохинонами, в результате которых выделены биядерные катехолатные комплексы сурьмы. Так, первый дикатехолат трифенилсурьмы получен по реакции окислительного присоединения с 4,4'-ди-(3-метил-6-трет-бутил-*o*-бензохиноном) при мольном соотношении 2:1 [23]:

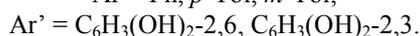
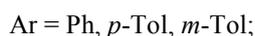
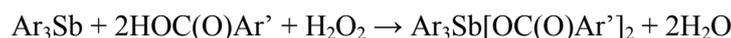


При мольном соотношении 1:1 получен монокатехолат трифенилсурьмы. Однако известны реакции трифенилсурьмы с ди-*орто*-хинонами, продуктами которых являются дикатехолаты вне зависимости от мольного соотношения реагентов. Например, реакции трифенилсурьмы с ди-*орто*-хиноном, в состав которого входит этиленовый мостик, протекают с образованием дикатехолатов трифенилсурьмы [33]:



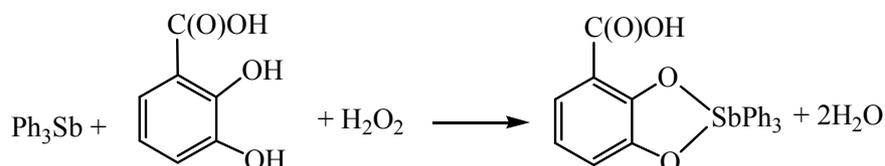
Несмотря на то, что реакции окислительного присоединения триарильных соединений сурьмы изучены достаточно хорошо, существуют отдельные реагенты, поведение которых в таких реакциях практически не исследовано. К ним относятся органические соединения с функциональными группами, содержащими атомы водорода с различной подвижностью, такие как дигидроксibenзойные кислоты.

Установлено, что 2,3- и 2,6-дигидроксibenзойные кислоты в реакциях с трифенил-, три(*мета*-толил)- и три(*пара*-толил)сурьмой в диэтиловом эфире в присутствии пероксида водорода проявляют себя как монофункциональные соединения: в реакции участвует только карбоксильная группа, при этом гидроксильные группы остаются инертными [34, 35]. Продуктами реакции являются дикарбоксилаты триарилсурьмы:



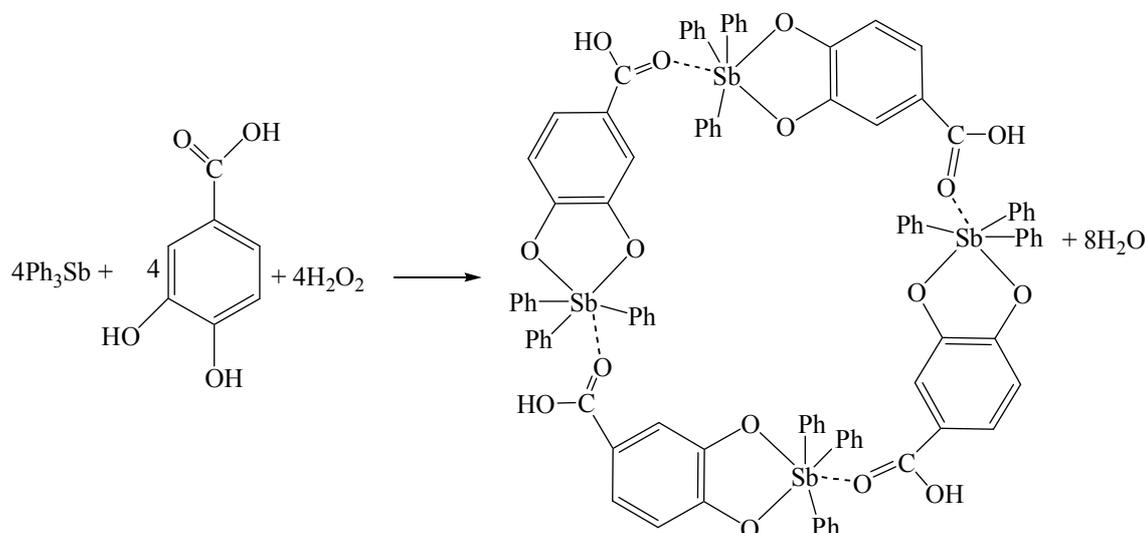
Следует отметить, что строение продуктов реакций не зависело от мольного соотношения реагентов (1:2:1 или 1:1:1).

Теоретически реакция трифенилсурьмы с 2,3-дигидроксibenзойной кислотой может протекать с образованием замещенного пирокатехолата [35]:



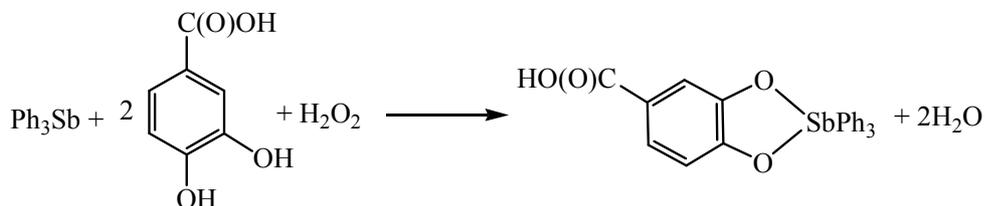
Согласно расчетам методом DFT (теория функционала плотности), энергия образования *бис*(2,3-дигидроксibenзоата) трифенилсурьмы составляет $-70,2$ ккал/моль, в то время как аналогичное значение для пирокатехолата равно $-51,1$ ккал/моль. Можно предположить, что образование 2,3-дигидроксibenзоата трифенилсурьмы термодинамически более выгодно по причине сохранения в его молекуле системы водородных связей $\text{C}=\text{O}\cdots\text{O}-\text{H}$, как и в структуре 2,3-дигидроксibenзойной кислоты, которая разрушилась бы при образовании пирокатехолата и сохранилась в 2,3-дигидроксibenзоате трифенилсурьмы.

Показано, что 3,4-дигидроксibenзойная кислота в реакции с трифенилсурьмой в присутствии пероксида водорода независимо от мольного соотношения (1:1:1 или 1:2:1) в растворе диэтилового эфира реагирует как дигидроксibenзол. Продуктом реакции является тетраэдерный макроцикл *тетракис*(μ_2 -4-карбоксипирокатехолато- $\text{O}, \text{O}'\text{O}''$)-*тетракис*[трифенилсурьмы(V)] [36]:

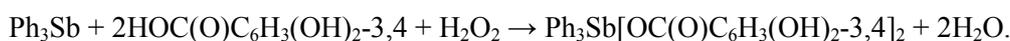


В четырехядерном макроцикле лиганды связаны с атомом сурьмы двумя гидроксильными атомами кислорода, образуя хелатный цикл, а на соседний атом сурьмы координируют атомом кислорода карбонильной группы.

Можно предположить возможность образования других продуктов взаимодействия трифенилсурьмы с 3,4-дигидроксибензойной кислотой, например, мономерного соединения 4-карбоксихирокатехолато-О,О'-трифенилсурьмы(V):

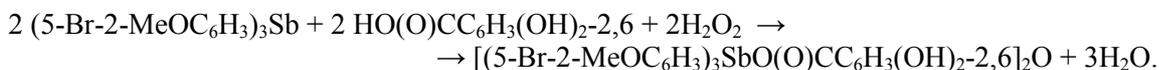


Или бис(3,4-дигидроксибензоата) трифенилсурьмы:



Согласно DFT-расчетам, энергии образования мономера и бис(3,4-дигидроксибензоата) трифенилсурьмы очень близки (–58,6 и –56,8 ккал/моль соответственно). При этом образование макроцикла является более энергетически выгодным (–71,8 ккал/моль), поскольку при тетрамеризации 4-карбоксихирокатехолато-О,О'-трифенилсурьмы(V) формируются сразу две связи – водородная и координационная $\text{Sb} \cdots \text{O}=\text{C}$, что обеспечивает существенное понижение энергии ($\Delta E=13$ ккал/моль).

При взаимодействии трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с 2,6-дигидроксибензойной кислотой вместо ожидаемого дикарбоксилата триарилсурьмы было получено биядерное сурьмаорганическое соединение – μ_2 -оксо-бис[(2,6-дигидроксибензоато)трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьма] с мостиковым атомом кислорода, выделенное из реакционной смеси после перекристаллизации из ацетонитрила в форме сольвата:



Возможная причина образования продукта иного строения стерические затруднения, создаваемые заместителями в арильных радикалах.

Экспериментальная часть

Синтез сольвата 4-карбоксихирокатехолато-О,О'-трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с хлороформом (5-Br-2-MeOC₆H₃)₃Sb[O,О'C₆H₃-COOH-4] · 2 CHCl₃ (1).

Смесь 100 мг (0,147 ммоль) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы, 45,34 мг (0,294 ммоль) 3,4-дигидроксибензойной кислоты и 19 мг (0,15 ммоль) 70%-ного водного раствора трет-бутилгидропероксида в 30 мл диэтилового эфира выдерживали при 20 °С в течение 24 ч. После медленного удаления растворителя получили 118 мг (75 %) бесцветных кристаллов, которые после перекристаллизации из смеси хлороформ–октан (2:1) имели $t_{\text{пл}} = 198$ °С. ИК-спектр, ν , см⁻¹: 3057, 2999, 2941, 2839, 2665, 2617, 2569, 2524, 2395, 2347, 2135, 1978, 1869, 1793, 1766, 1757, 1676, 1585, 1568, 1494, 1462, 1444, 1373, 1340, 1280, 1249, 1211, 1180, 1143, 1122, 1089, 1047, 1014, 941, 885, 812, 752, 711, 665, 640, 615, 578, 549, 524, 514, 432. Найдено, %: С 33,52; Н 2,35. С₃₀Н₂₄Br₃Cl₆O₇Sb. Вычислено, %: С 33,65; Н 2,26.

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

Элементный анализ проведен на приборе Carlo-Erba1106.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла **1** проводили на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_α-излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [37]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [38], OLEX2 [39]. Структура определена пря-

Органическая химия

мым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структуры приведены в табл. 1. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (для 1 № 2144306; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры 1

Параметр	1
Формула	$C_{30}H_{24}O_7Br_3SbCl_6$
M	1070,67
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	$P2_1/n$
$a, \text{Å}$	9,302(2)
$b, \text{Å}$	21,166(5)
$c, \text{Å}$	19,517(6)
$\alpha, \text{град.}$	90,00
$\beta, \text{град.}$	96,302(13)
$\gamma, \text{град.}$	90,00
$V, \text{Å}^3$	3819,6(17)
Z	4
ρ (выч.), г/см^3	1,862
$\mu, \text{мм}^{-1}$	4,323
$F(000)$	2072,0
Размер кристалла, мм	$0,5 \times 0,15 \times 0,1$
Область сбора данных по 2θ , град.	5,86–68,9
Интервалы индексов отражений	$-14 \leq h \leq 14,$ $-33 \leq k \leq 33,$ $-30 \leq l \leq 30$
Измерено отражений	142996
Независимых отражений	16036 ($R_{\text{int}} = 0,1400$)
Переменных уточнения	428
$GOOF$	1,008
R -факторы по $I > 2\sigma(I)$	$R_1 = 0,0780, wR_2 = 0,1634$
R -факторы по все отражениям	$R_1 = 0,1894, wR_2 = 0,2017$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{Å}^3$	1,81/–1,21

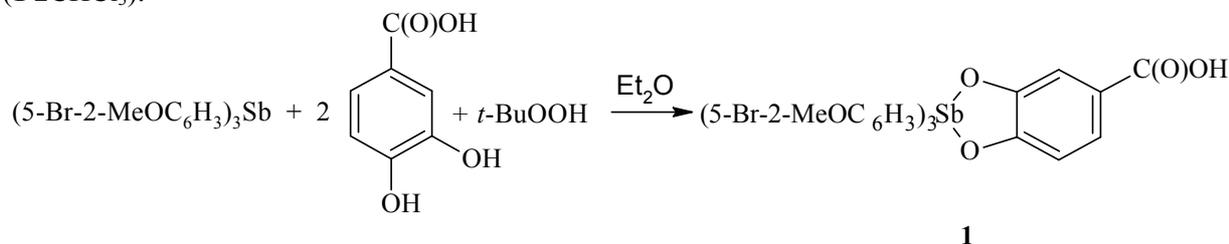
Таблица 2

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

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град}$
Sb(1)–O(4)	2,013(3)	O(4)Sb(1)O(5)	78,15(13)
Sb(1)–O(5)	2,096(4)	O(4)Sb(1)C(1)	87,32(16)
Sb(1)–C(1)	2,152(5)	O(4)Sb(1)C(11)	128,92(17)
Sb(1)–C(11)	2,131(5)	O(4)Sb(1)C(21)	102,80(17)
Sb(1)–C(21)	2,107(5)	O(5)Sb(1)C(1)	165,63(16)
Br(1)–C(5)	1,901(6)	O(5)Sb(1)C(11)	85,08(17)
Br(2)–C(15)	1,900(6)	O(5)Sb(1)C(21)	90,62(18)
Br(3)–C(25)	1,889(6)	C(11)Sb(1)C(1)	101,22(18)
C(14)–C(9)	1,711(13)	C(21)Sb(1)C(1)	95,96(19)
C(16)–C(9)	1,719(14)	C(21)Sb(1)C(11)	125,68(19)
C(15)–C(9)	1,724(13)	C(2)O(1)C(7)	120,4(5)
O(1)–C(2)	1,363(7)	C(33)O(4)Sb(1)	114,0(3)

Обсуждение результатов

В настоящей работе исследовано взаимодействие трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с 3,4-дигидроксибензойной кислотой в присутствии гидропероксида третичного бутила в эфире. Показано, что единственным сурьмаорганическим продуктом указанной реакции является замещенный пирокатехолат трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы, выделенный из реакционной смеси после перекристаллизации из смеси хлороформ-октан в виде сольвата с хлороформом (1·2CHCl₃):



В ИК-спектре соединения **1** присутствует интенсивная полоса поглощения при 432 см⁻¹, относящаяся к колебаниям Sb–C. Согласно справочным данным, карбонильные полосы поглощения карбоновой кислоты находятся при 1670 см⁻¹ [40,41], что сопоставимо с наблюдаемой в ИК-спектре соединения **1** полосой при 1676 см⁻¹. Для 3,4-дигидроксибензойной кислоты полоса колебаний гидроксильных групп (3200 см⁻¹) является характеристической, но в ИК-спектре синтезированного соединения **1** эта полоса отсутствует.

По данным РСА, в соединении **1** атом сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с одним из атомов кислорода пирокатехолатного лиганда в аксиальном положении (рис. 1).

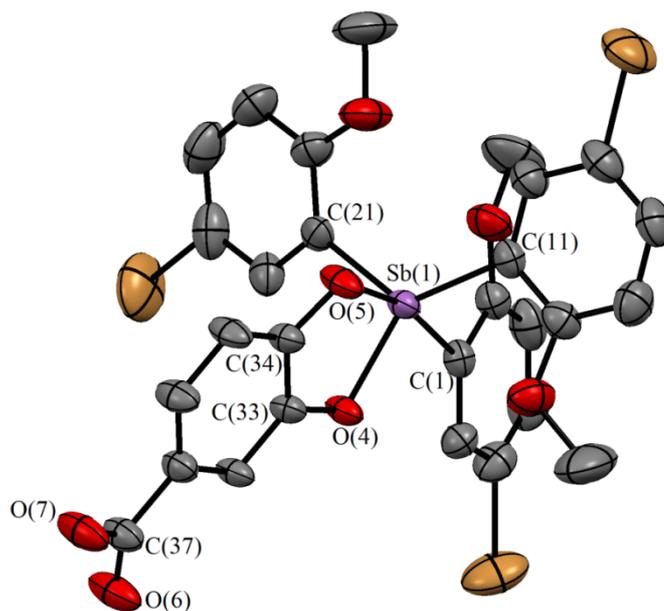


Рис. 1. Общий вид молекулы **1**
(атомы водорода и молекула сольватного хлороформа не показаны)

Длины связей Sb–C в **1** изменяются в интервале 2,107(5)–2,131(5) Å, что близко к сумме ковалентных радиусов атомов сурьмы и углерода 2,12 Å [43]. Длины связей Sb–O неравноценны (2,095(4) и 2,013(3) Å), но близки к сумме ковалентных радиусов атомов сурьмы и кислорода 2,05 Å [43]. Экваториальные углы CSbC равны 95,9(2)–125,7(1)°, аксиальный угол O(5)Sb(1)C(1) составляет 165,6(2)°, что отличается от стандартной величины в идеальной тригональной бипирамиде. В кристалле **1** присутствуют тесные контакты атомов водорода хлороформа с атомами кислорода катехолатного лиганда (2,40 Å) и атома водорода катехолатного лиганда с атомами хлора молекул хлороформа (2,95 Å). В кристаллах соединение **1** находится в виде димеров, где две мо-

лекулы связываются между собой двумя водородными связями O(6)⋯H(7) (1,864 Å) при сумме ван-дер-ваальсовых радиусов водорода и кислорода 2,57 Å (рис. 2) [43].

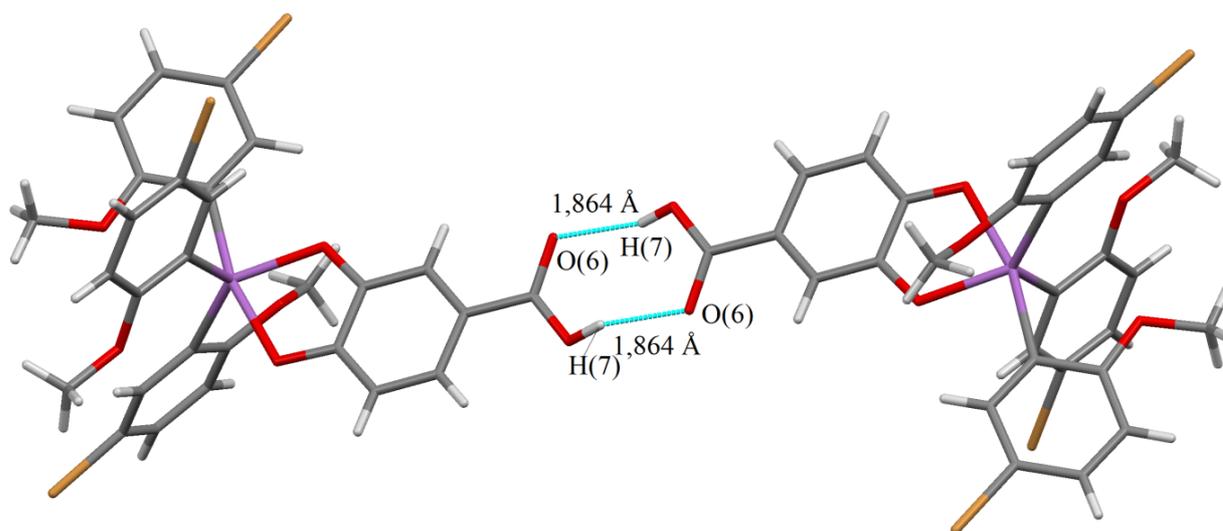


Рис. 2. Внутримолекулярные водородные связи в кристалле соединения 1 (молекула сольватного хлороформа не показана)

Выводы

Строение продукта реакции триарилсурьмы с дигидроксibenзойными кислотами обусловливается как строением кислоты (расположение гидроксильных групп в бензольном кольце), так и природой арильного радикала: *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьма реагирует с 2,6-дигидроксibenзойной кислотой с образованием биядерного сурьмаорганического продукта с мостиковым атомом кислорода; 3,4-дигидроксibenзойная кислота в реакции с *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмой выступает в качестве дигидроксibenзола.

Благодарность

Выражаю признательность профессору В.В. Шарутину за помощь в работе над публикацией и рентгеноструктурный анализ кристалла соединения 1.

Литература

1. Brief Note Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimony Diacetate, and Pentaphenylantimony / T.C. Thepe, R.I. Garascia, M.A. Selvoski, A.N. Pattel // Ohio S. Sci. – 1977. – V. 77, № 3. – P. 134–135.
2. Гушин, А.В. Синтез и строение диметакрилата триметилсурьмы / А.В. Гушин, Е.А. Лахина, П.В. Андреев // Журн. общ. химии. – 2017. – Т. 87, № 11. – С. 1856–1859. DOI: 10.1134/S1070363217110135
3. Синтез, строение акрилата тетрафенилсурьмы и введение его в полиметилметакрилат // А.В. Гушин, Д.В. Шашкин, Т.С. Щербакова, Н.В. Сомов, Е.В. Баранов, Г.К. Фукин, А.С. Шавырин, В.И. Рыкалин, В.А. Додонов // Вестник ННГУ. – 2010. – № 6. – С. 68–72.
4. One-step Synthesis of Pentavalent Triphenylantimony Derivatives $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OSiR}_3)_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{NMe}_2)_2$: X-ray Molecular Structure of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OSiMe}_3)_2$ / E.Y. Ladilina, V.V. Semenov, G.K. Fukin, A.V. Gushchin, V.A. Dodonov, I.V. Zhdanovich, J.-P. Finet // J. Organomet. Chem. 2007. – V. 692, № 26. – P. 5701–5708.
5. Синтез и строение бис(2,5-диметилбензолсульфоната) три(*орто*-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, М.К. Карцева // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2017. – Т. 9, № 3. – С. 71–75.

6. Синтез и строение 2,4,6-трихлорфеноксов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, А.О. Щелоков // Журн. общ. химии. – 2016. – Т. 86, № 1. – С. 92–99.
7. Шарутин, В.В. Синтез и строение салицилальдоксиматов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова // Журн. неорганической химии. – 2012. – Т. 57, № 6. – С. 902–907.
8. Шарутин, В.В. μ_2 -Оксо-бис[(2,5-динитрофеноксо)триарилсурьма]. Синтез, строение, реакции с пентаарилсурьмой / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Коорд. химия. – 2020. – Т. 46, № 1. – С. 45–55.
9. Додонов, В.А. Реакции трифенилсурьмы с α -диолами в присутствии гидропероксида третичного бутила / В.А. Додонов, С.Н. Забурдяева, Н.Н. Невкина // Металлоорг. хим. – 1989. – Т. 2, № 6. – С. 1296–1297.
10. Синтезы производных сурьмы (V) из триметил- и трифенилсурьмы (III), двухатомных фенолов и гидропероксида третичного бутила / В.А. Додонов, А.Ю.Фёдоров, Р.И. Усятинский, С.Н. Забурдяева, А.В. Гушин // Изв. АН. Сер. хим. – 1995. – № 4. – С. 748–751.
11. Шарутин, В.В. Синтез и строение дифталата трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорганической химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1178–1181.
12. Characterising Secondary Bonding Interactions within Triaryl Organoantimony(V) and Organobismuth(V) complexes / H. Baruchki, S.L. Coles, J.F. Costello, T. Gerbish, M.B. Hursthouse // Dalton Trans. – 2000. – № 14. – P. 2319–2325.
13. Синтез, строение и реакции соединений сурьмы $(Ar_3SbX)_2O$, $X=Hal$, NO_2 , NO_3 , OSO_2R , $OC(O)R'$, OAr' / В.В. Шарутин, А.П. Пакулина, О.К. Шарутина, Н.В. Насонова, А.В. Герасименко, М.А. Пушилилин // Химия и компьютерное моделирование. Бутлеровские сообщения. – 2002. – Т. 3, № 11. – С. 13–22.
14. Новый метод синтеза бис- μ -[(метилendiциклопентанон-2,2'-диоксимато)-трифенилсурьмы] / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина, Т.И. Акимова // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 8. – С. 1297–1300.
15. Синтез и строение бис- μ -[(метилendiциклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы] / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина, Е.А. Алябова, Ю.А. Кухарев, Т.И. Акимова, М.А. Пушилилин // Коорд. химия. – 2005. – Т. 31, № 3. – С. 172–176.
16. Синтез и строение 6,6,6-трифтор-3-гексанон-5,5-диолатотрифенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакулина, О.К. Шарутина, Т.С. Почекутова // Журн. неорганической химии. – 2008. – Т. 53, № 11. – С. 1857–1860.
17. The One Stage Synthesis and Crystal Structure of 5,5,5-Trifluoro-2-pentanone-4,4-diolato-triphenylantimony(V) / A.V. Gushchin, R.I. Usyatinsky, G. K. Fukin, V. A. Dodonov // Main Group Chem. – 1998. – V. 2, № 3. – P. 187–190.
18. The Peculiarities of Tri(*o*-tolyl)antimony and Tri(*m*-tolyl)-antimony Reactions with 2-hydroxybenzaloxime. The Molecular Structures of Tri(*o*-tolyl)antimony Bis(2-hydroxybenzaloximate) and Bis(μ_3 -2-hydroxybenzaloximate-O,O',N)-(μ_2 -оксо)-bis[di(*m*-tolyl)antimony] / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, E.V. Artem'eva, M.S. Makerova // Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry. – 2014. – V. 6, № 2. – P. 5–14.
19. Шарутин, В.В. Особенности взаимодействия трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с 2-оксибензальдоксимом. Строение бис(μ_3 -2-оксибензальдоксимато-O,O',N)-(μ_2 -оксо)-бис(5-бром-2-метоксифенил)дисурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. неорганической химии. – 2014. – Т. 59, № 11. – С. 1507–1511.
20. Синтез и строение бис(μ_3 -2-оксибензальдоксимато-O,O',N)-(μ_2 -оксо)-тетракис(*n*-толил)дисурьмы, -тетракис(3-фторфенил)дисурьмы и -тетракис(4-фторфенил)дисурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов, Е.В. Артемьева // Журн. неорганической химии. – 2019. – Т. 64, № 5. – С. 482–489.
21. Über die Reaktion von $SbPh_3$ mit $S_3N_2Cl_2$ Kristallstrukturen von $[Ph_3SbSNSN]$ und $[(Ph_3SbCl_2)_2 \cdot S_4N_4]$ / F. Kunkel, K. Harms, H.-C. Kang, W. Massa, K. Dehnicke // Z. Naturforsch. – 1997. – V. 52 b. – 193–198.

22. Tetraarylbutyldimethylantimony – a New Sb Source for Low-temperature Organometallic Vapor Phase Epitaxial Growth of In Sb / C.H. Chen, G.B. Stringfellow, D.C. Gordon et al. // *Appl. Phys. Lett.* – 1992. – V. 61, № 2. – P. 204–206.
23. Oxidative Addition Reaction of o-quinones to Triphenylantimony. Novel Triphenylantimony Catecholate Complexes / V.K. Cherkasov, E.V. Grunova, A.I. Poddel'sky, G.K. Fukin // *J. Organomet. Chem.* – 2005. – V. 690, № 5. – P. 1273–1281.
24. Hexacoordinate Triphenylantimony(V) Complex with Tridentate *Bis*-(3,5-di-*tert*-butylphenolate-2-yl)-amine Ligand. Synthesis, NMR and X-ray Study / A.I. Poddel'sky, N.V. Somov, Yu.A. Kurskii, V.K. Cherkasov // *J. Organomet. Chem.* – 2008. – V. 693, № 21–22. – P. 3451–3455.
25. The Binuclear Trimethyl/triethylantimony(V) *Bis*-catecholate Derivatives of Four-electron Reduced 4,4'-Di-(3-methyl-6-*tert*-butyl-*o*-benzoquinone) / A.I. Poddel'sky, N.V. Somov, N.O. Druzhkov, V.K. Cherkasov // *J. Organomet. Chem.* – 2011. – V. 696, № 2. – P. 517–522.
26. Cyclic Endoperoxides Based on Triphenylantimony(V) Catecholates: The Reversible Binding of Dioxygen / G.A. Abakumov, V.K. Cherkasov, E.V. Grunova et al. // *Doklady Chemistry.* – 2005. – V. 405. – P. 222–225.
27. New Dioxygen-inert Triphenylantimony(V) Catecholate Complexes Based on o-Quinones with Electron-withdrawing Groups / A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov, A.Yu. Kurskii et al. // *Russ. Chem. Bull.* – 2009. – V. 58. – P. 532–537.
28. Redox Transformations and Antiradical Activity of Triarylantimony(V) 3,6-Di-*tert*-butyl-4,5-dimethoxycatecholates / I.V. Smol'yaninov, A.I. Poddel'skii, S.A. Smol'yaninova, N.O. Movchan // *Russ. J. Gen. Chem.* – 2014. – V. 84, № 9. – P. 1523–1529.
29. Triarylantimony(V) Catecholates – Derivatives of 4,5-Difluoro-3,6-di-*tert*-butyl-*o*-benzoquinone / A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov, G.K. Fukin et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2016. – V. 824, № 1. – P. 1–6.
30. 3,6-Di-*tert*-butylcatecholates of Trialkyl/triaryl-antimony(V) / A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov, G.K. Fukin et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2018. – V. 867, № 15. – P. 238–245.
31. Triphenylantimony(V) Catecholates and o-Amidophenolates: Reversible Binding of Molecular Oxygen / V.K. Cherkasov, G.A. Abakumov, E.V. Grunova et al. // *Chem. Eur. J.* – 2006. – V. 12. – P. 3916–3927.
32. Antimony(V) Catecholato Complexes Based on 5,5,8,8-Tetramethyl-5,6,7,8-tetrahydronaphthalenequinone-2,3. Crystal Structure of $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{Ph}_2\text{Sb}(\text{Cat})_2]^-$ / A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov, N.V. Somov et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2010. – V. 695, № 4. – P. 530–536.
33. New *Bis*-*o*-benzoquinoid Ligands with Ethylene Bridge and their Metal Complexes. Synthesis, Spectroscopy and X-ray Study / A.I. Poddel'sky, A.V. Piskunov, N.O. Druzhkov et al. // *Z. Anorg. Allg. Chem.* – 2009. – V. 635. – P. 2563–2571.
34. Синтез и строение *бис*(дигидроксibenзоатов) триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Ю.О. Губанова, А.С. Фоминых // *Журн. общ. химии.* – 2020. – Т. 90, № 1. – С. 136–142.
35. Пупкова, Ю.О. Особенности взаимодействия пентаарилсурьмы и триарилсурьмы с полифункциональными карбоновыми кислотами: дис. ... канд. хим. наук: 02.00.08 / Ю.О. Пупкова. – Челябинск, 2021. – 127 с.
36. Synthesis and Structure of a New Tetranuclear Macrocyclic Antimony(v) Complex / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // *Mendeleev Commun.* – 2020. – V. 30, № 6. – P. 97–99.
37. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
38. 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.
39. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // *J. Appl. Cryst.* – 2009. – V. 42. – P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
40. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
41. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Щукин и др. – СПб.: СПбГЛТА, 2007. – 54 с.

42. 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.

43. 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.

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

Поступила в редакцию 14 февраля 2022 г.

DOI: 10.14529/chem220213

THE OXIDATION REACTION OF TRIS[(2-METHOXY)(5-BROMO)PHENYL]ANTIMONY BY *TERT*-BUTYL HYDROPEROXIDE IN THE PRESENCE OF 3,4-DIOXYBENZOIC ACID

V.V. Belov, vasya.belov.00@bk.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The interaction of *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony with 3,4-dioxybenzoic acid, in the presence of *tert*-butyl hydroperoxide (1:2:1 mol.) in diethyl ether at ambient temperature has given 4-carboxypyrocatecholato-O,O'-*tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony solvate with chloroform (5-Br-2-MeOC₆H₃)₃Sb[O,O'C₆H₃-COOH-4] · 2 CHCl₃, which has been structurally characterized. According to the X-ray diffraction data obtained on a Bruker D8 QUEST diffractometer, compound **1** has the following crystallographic parameters of the unit cell: space group *P*2₁/*n*, *a* = 9.302(2), *b* = 21.166(5), *c* = 19.517(6) Å, α = 90.00°, β = 96.302(13)°, γ = 90.00°, *V* = 3819(17) Å³, ρ_{calc} = 1.862 g/cm³, *Z* = 4. The antimony atom has a distorted trigonal-bipyramidal coordination with one of the oxygen atoms of the pyrocatecholate ligand in the axial position. The Sb–C bond length lies in the range of values 2.107(5)–2.131(5) Å. The CSbC equatorial angles are 95.9(2)–125.7(1)°. The Sb–O bond lengths are not equivalent (2.095(4) and 2.013(3) Å), but are close to the sum of the covalent radii of the antimony and oxygen atoms, 2.05 Å. Crystal **1** contains close contacts of the hydrogen atoms in chloroform with the oxygen atoms of the catecholate ligand (2.40 Å), as well as the hydrogen atoms of the catecholate ligand with the chlorine atoms of chloroform molecules (2.95 Å). Compound **1** in crystals is in the form of dimers, where two molecules are linked by two hydrogen bonds O(6)⋯H(7) (1.864 Å), while the sum of the Van der Waals radii of hydrogen and oxygen is 2.57 Å. Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and bond angles for structure **1** have been deposited at the Cambridge structural data Dank (No. 2144306; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Keywords: 3,4-dihydroxybenzoic acid, triarylantimony, *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony, oxidative addition reaction, synthesis, structure, IR spectrum, X-ray diffraction analysis.

References

1. Thepe T.C., Garascia R.I., Selvoski M.A., Pattel A.N. Brief Note Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimony Diacetate, and Pentaphenylantimony. *Ohio S. Sci.*, 1977, vol. 77, no. 3, pp. 134–135.
2. Gushchin A.V., Lakhanina E.A., Andreev P.V. [Synthesis and Structure of Trimethylantimony Dimethacrylate]. *Russian Journal of General Chemistry*, 2017, vol. 87, no. 11, pp. 2596–2599. DOI:10.1134/S1070363217110135. (in Russ.)
3. Gushchin A.V., Shashkin D.V., Schcherbakova T.S., Somov N.V., Baranov E.V., Fukin G.K., Shavyrin A.S., Rykalin V.I., Dodonov V.A. [Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony acrylate

and its Insertion into Polymethylmethacrylate]. *Vestnik of Lobachevsky State University of Nizhni Novgorod. Ser. Chemistry*. 2010, no. 6, pp. 68–72. (in Russ.)

4. Ladilina, E.Y., Semenov V.V., Fukin G.K., Guschchin A.V., Dodonov V.A., Zhadanovich I.V. One-step Synthesis of Pentavalent Triphenylantimony Derivatives $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OSiR}_3)_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{NMe}_2)_2$: X-ray Molecular Structure of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OSiMe}_3)_2$. *J. Organomet. Chem.* 2007, vol. 692, no. 26, pp. 5701–5708.

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

6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Shchelokov A.O. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony 2,4,6-Trichlorophenoxides. *Russian Journal of General Chemistry*. 2016, vol. 86, no. 1, pp. 85–91. DOI: 10.1134/S1070363216010151.

7. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Salicylaldoximates. *Rus. J. Inorg. Chem.*, 2012, vol. 57, no. 6, pp. 832–837. DOI: 10.1134/S0036023612010226.

8. Ruther R., Huber F., Preut H. Synthesis of Tetraphenylstibonium Alkyl- and Arylsulfonates. Crystall Structure of Tetraphenylstibonium Benzenesulfonate Hydrate. *J. Organomet. Chem.*, 1985, vol. 295, no. 1, pp. 21–28. DOI: org/10.1016/0022-328X(85)88068-2.

9. Dodonov V.A., Zaburdyayeva S.N., Nevkina N.N. [Reactions of Triphenylantimony with α -diols in the Presence of *tert*butyl]. *Metalloorg. Chem.*, 1989, vol. 2, no. 6, pp. 1296–1297. (in Russ.)

10. Dodonov V.A., Fedorov A.Yu., Usyatinsky R.I., Zaburdyayeva S.N., Gushchin A.V. [A One-step Oxidative Synthesis of Trimethylantimony(V) Diacylates]. *Izv. AN. Ser. Chem.*, 1995, no. 4, pp. 497–498. (in Russ.)

11. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. [Synthesis and Structure of Triphenylsurium Diphthalate]. *J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 1178–1181. (in Russ.) DOI: 10.7868/S0044457X14090177.

12. Baruchki H., Coles S.L., Costello J.F., Gerbish T., Hursthouse M.B. Characterising Secondary Bonding Interactions within Triaryl Organoantimony(V) and Organobismuth(V) Complexes. *Dalton Trans*, 2000, no. 14, pp. 2319–2325.

13. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Nasonova N.V., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. [Synthesis, Structure and Reactions Antimony Compounds $(\text{Ar}_3\text{SbX})_2\text{O}$, X = Hal, NO_2 , NO_3 , OSO_2R , $\text{OC}(\text{O})\text{R}'$, OAr']. *Butlerov Commun.*, 2002, no. 11, pp. 13–22. (in Russ.)

14. 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. (in Russ.) DOI: 10.1007/s11173-005-0068-4.

15. 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]. *Russian Journal of Coordination Chemistry*, 2005, vol. 31, no. 3, pp. 159–163. DOI: 10.1007/s11173-005-0068-4.

16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Pochekutova T.S. 6,6,6-Trifluoro-3-hexanone-5,5-diolatotriphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2008, vol. 53, no. 11, pp. 1737–1740. DOI: 10.1134/S0036023608110119.

17. Gushchin A.V., Usyatinsky R.I., Fukin G.K., Dodonov V.A. The One Stage Synthesis and Crystal Structure of 5,5,5-Trifluoro-2-pentanone-4,4-diolato-triphenylantimony(V). *Main Group Chem.*, 1998, vol. 2, no. 3, pp. 187–190.

18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Artem'eva E.V., Makerova M.S. The Peculiarities of Tri(*o*-tolyl)antimony and Tri(*m*-tolyl)-antimony Reactions with 2-Hydroxybenzaloxime. The Molecular Structures of Tri(*o*-tolyl)antimony *Bis*(2-hydroxybenzaloximate) and *Bis*(μ_3 -2-hydroxybenzaloximate-O,O',N)-(μ_2 -oxo)-*bis*[di(*m*-tolyl)antimony]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*, 2014, vol. 6, no. 2, pp. 5–14.

19. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Interaction Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony with 2-Oxybenzaloxime. Structure of *Bis*(μ_3 -2-oxybenzaloximate-O,O',N)-(μ_2 -oxo)-*bis*(5-bromo-2-methoxyphenyl)diantimony. *Journal of Inorganic Chemistry*, 2014, vol. 59, no. 11, pp. 1507–1511.

20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. [*Bis*(μ -3-2-oxybenzaloximate-O, O', N)-(2-oxo)-tetrakis(p-tolyl)diantimony, -tetrakis(3-fluorophenyl)diantimony, and -tetrakis(4-fluorophenyl)diantimony: Synthesis and Structure]. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2019, vol. 64, no. 5, pp. 597–604. DOI: 10.1134/S0036023619050188. (in Russ.)
21. Kunkel F., Harms K., Kang H.-C., Massa W., Dehnicke K. Über die Reaktion von SbPh_3 mit $\text{S}_3\text{N}_2\text{Cl}_2$ Kristallstrukturen von $[\text{Ph}_3\text{SbSNSN}]$ und $[(\text{Ph}_3\text{SbCl}_2)_2 \cdot \text{S}_4\text{N}_4]$. *Z. Naturforsch.*, 1997, vol. 52 b, pp. 193–198.
22. Chen C.H., Stringfellow G.B., Gordon D.C., Brown D.W., Vaartstra B.A. Tetraarylbutyl-dimethylantimony – a New Sb Source for Low-temperature Organometallic Vapor Phase Epitaxial Growth of In Sb. *Appl. Phys. Lett.*, 1992, vol. 61, no. 2, pp. 204–206.
23. Cherkasov V.K., Grunova E.V., Poddel'sky A.I., Fukin G.K. Oxidative addition Reaction of o-Quinones to Triphenylantimony. Novel Triphenylantimony Catecholate Complexes. *J. Organomet. Chem.*, 2005, vol. 690, no. 5, pp. 1273–1281.
24. Poddel'sky A.I., Somov N.V., Kurskii Yu.A., Cherkasov V.K. Hexacoordinate Triphenylantimony(V) Complex with Tridentate *Bis*-(3,5-di-tert-butyl-phenolate-2-yl)-amine Ligand. Synthesis, NMR and X-ray Study. *J. Organomet. Chem.*, 2008, vol. 693, no. 21–22, pp. 3451–3455.
25. Poddel'sky A.I., Somov N.V., Druzhkov N.O., Cherkasov V.K. The Binuclear trimethyl/triethylantimony(V) *Bis*-catecholate Derivatives of Four-electron Reduced 4,4'-Di-(3-methyl-6-tert-butyl-o-benzoquinone). *J. Organomet. Chem.*, 2011, vol. 696, no. 2, pp. 517–522.
26. Abakumov G.A., Cherkasov V.K., Grunova E.V., Poddel'sky A.I., Abakumova L.G., Kurskii A.Yu., Fukin G.K., Baranov E.V. Cyclic Endoperoxides Based on Triphenylantimony(V) Catecholates: The Reversible Binding of Dioxygen. *Doklady Chemistry*, 2005, vol. 405, pp. 222–225.
27. Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Kurskii A.Yu., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. New Dioxygen-inert Triphenylantimony(V) Catecholate Complexes Based on o-Quinones with Electron-withdrawing Groups. *Russ. Chem. Bull.*, 2009, vol. 58, pp. 532–537.
28. Smol'yaninov I.V., Poddel'skii A.I., Smol'yaninova S.A., Movchan N.O. Redox Transformations and Antiradical Activity of Triarylantimony(V) 3,6-Di-tert-butyl-4,5-dimethoxycatecholates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 9, pp. 1523–1529.
29. Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Fukin G.K., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. Triarylantimony(V) Catecholates – Derivatives of 4,5-Difluoro-3,6-di-tert-butyl-obenzoquinone. *J. Organomet. Chem.*, 2016, vol. 824, no. 1, pp. 1–6.
30. Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Fukin G.K., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. 3,6-Di-tert-butylcatecholates of Trialkyl/triaryl-antimony(V). *J. Organomet. Chem.*, 2018, vol. 867, no. 15, pp. 238–245.
31. Cherkasov V.K., Abakumov G.A., Grunova E.V., Poddel'sky A.I., Fukin G.K., Baranov E.V., Kurskii Yu.A., Abakumova L.G. Triphenylantimony(V) Catecholates and o-Amidophenolates: Reversible Binding of Molecular Oxygen. *Chem. Eur. J.*, 2006, vol. 12, pp. 3916–3927.
32. Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Somov N.V., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. Antimony(V) Catecholato Complexes Based on 5,5,8,8-Tetramethyl-5,6,7,8-tetrahydro-naphthalenequinone-2,3. Crystal Structure of $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{Ph}_2\text{Sb}(\text{Cat})_2]^-$. *J. Organomet. Chem.*, 2010, vol. 695, no. 4, pp. 530–536.
33. Poddel'sky A.I., Piskunov A.V., Druzhkov N.O., Fukin G.K., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. New *Bis*-o-benzoquinoid Ligands with Ethylene bridge and their Metal Complexes. Synthesis, Spectroscopy and X-ray Study. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 2009, vol. 635, pp. 2563–2571.
34. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Fominykh A.S. Synthesis and Structure of Triarylantimony *Bis*(dihydroxybenzoates). *Russian Journal of General Chemistry*, 2020, vol. 90, no. 1, pp. 105–110. DOI 10.1134/S1070363220010168
35. Pupkova Yu.O. *Osobennosti vzaimodejstviya pentaarilsur'my i triarilsur'my s polifunkcional'nymi karbonovymi kislotami*. Avtoref. cand. diss. [Features of interaction of pentaarylantimony and triarylantimony with polyfunctional carboxylic acids. Avtoref. cand. diss.]. Chelyabinsk, 2021. 127 p.
36. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Fominykh A.S., Eltsov O.S. Synthesis and Structure of a New Tetranuclear Macrocyclic Antimony(V) Complex. *Mendeleev Commun.*, 2020, vol. 30, no. 6, pp. 97–99.

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

38. 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.

39. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., & Puschmann H. OLEX2: Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726

40. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.

41. Vasil'ev A.V., Grinenko E.V., Schukin A.O., Fedulina T.G. *Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений* [Infrared Spectroscopy of Organic and Natural Compounds]. Saint-Petersburg, SPbSFTU, 2007. 54 p.

42. 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

43. 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 14 February 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Белов, В.В. Реакция окисления *трис*[(2-метокси)(5-бром)фенил]сурьмы *трет*-бутилгидропероксидом в присутствии 3,4-диоксибензойной кислоты / В.В. Белов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2022. – Т. 14, № 2. – С. 120–134. DOI: 10.14529/chem220213

FOR CITATION

Belov V.V. The Oxidation Reaction of *Tris*[(2-Methoxy)(5-Bromo)Phenyl]Antimony by *tert*-Butyl Hydroperoxide in the Presence of 3,4-Dioxybenzoic Acid. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022, vol. 14, no. 2, pp. 120–134. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem220213
