

(2-КАРБОКСИ)БЕНЗОЛСУЛЬФОНАТЫ ТЕТРАФЕНИЛФОСФОРА И ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ. СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

А.Н. Ефремов, В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пентафенилфосфора и пентафенилсурьмы с 2-сульфобензойной кислотой в бензоле получены с выходом до 90 % (2-карбоксии)бензолсульфонаты тетрафенилфосфония $[\text{Ph}_4\text{P}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (**1**) и тетрафенилстибония $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (**2**). Соединения **1** и **2** были также синтезированы из хлоридов тетрафенилфосфония, -стибония и 2-сульфобензойной кислоты в воде с выходом до 89 %. Комплексы охарактеризованы методами рентгеноструктурного анализа и ИК-спектроскопии. Представляют собой бесцветные кристаллы с т. пл. 202 °С (**1**) и 160 °С (**2**), растворимые в аренах и полярных растворителях. В ИК-спектре комплексов **1** и **2** присутствуют полосы, характеризующие колебания связей P–C (763 cm^{-1}) и Sb–C (447 cm^{-1}) соответственно. Также в спектрах присутствуют колебания структурных фрагментов C=O (1705 (**1**) и 1718 (**2**) cm^{-1}), OSO_2 (1261, 1170, 1157 (**1**) и 1251, 1170, 1157 (**2**) cm^{-1}), O–H (3396 (**1**) и 3419 (**2**) cm^{-1}) и ароматических групп (3080, 3062, 1587, 14363, 1436, 723, 690 (**1**) и 3072, 3049, 1589, 1479, 1433, 738, 729 (**2**) cm^{-1}). Рентгеноструктурный анализ комплексов проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (Mo K_α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Кристаллографические характеристики: $\text{C}_{31}\text{H}_{25}\text{O}_5\text{SP}$ (**1**) – тетрагональная сингония, пространственная группа $I\bar{4}$, $a = 18,319(17)$, $b = 18,319(17)$, $c = 16,067(17) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90,00$ град., $V = 5392(8) \text{ \AA}^3$, $Z = 8$, $\rho_{\text{выч}} = 1,332 \text{ г/см}^3$, $F(000) = 2256,0$, размер кристалла $0,16 \times 0,16 \times 0,12$ мм, интервалы индексов отражений $-24 \leq h \leq 24$, $-21 \leq k \leq 24$, $-21 \leq l \leq 21$, всего отражений 49841, независимых отражений 6496 ($R_{\text{int}} = 0,1110$), число уточняемых параметров 431, $GOOF$ 0,863, R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$: $R_1 = 0,0492$, $wR_2 = 0,0988$; $\text{C}_{31}\text{H}_{25}\text{O}_5\text{SSb}$ (**2**) – триклинная сингония, пространственная группа $P\bar{1}$, $a = 9,529(3)$, $b = 10,584(3)$, $c = 13,745(5) \text{ \AA}$, $\alpha = 94,619(17)$, $\beta = 97,731(18)$, $\gamma = 90,336(16)$ град., $V = 1369,0(7) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $\rho_{\text{выч}} = 1,531 \text{ г/см}^3$, $F(000) = 636,0$, размер кристалла $0,36 \times 0,28 \times 0,26$ мм, интервалы индексов отражений $-12 \leq h \leq 12$, $-13 \leq k \leq 13$, $-17 \leq l \leq 17$, всего отражений 34082, независимых отражений 6043 ($R_{\text{int}} = 0,0213$), число уточняемых параметров 344, $GOOF$ 1,122, R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$: $R_1 = 0,0201$, $wR_2 = 0,0509$.

Ключевые слова: (2-карбоксии)бензолсульфонат тетрафенилфосфония, -стибония, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Пентафенильные соединения фосфора, сурьмы и висмута привлекают внимание с момента их открытия Нобелевским лауреатом Г. Виттигом [1] в середине XX века и по настоящее время [2–31]. Наряду с классическими реакциями замещения для пентафенилфосфора (ПФФ) известны и необычные, среди которых можно выделить примеры использования ПФФ в органическом синтезе для получения эфиров [32], реакции внедрения формальдегида по связи фосфор–углерод [33] и присоединения диоксида углерода к ПФФ с образованием оксафосфола-на [34]. Не менее интересными являются реакции пентафенилсурьмы (ПФС) [3], среди которых следует выделить реакции ПФС с аренсульфоновыми кислотами [35–38], особенно с полифункциональными аренсульфоновыми кислотами [39]. В настоящей работе описаны способы получения двух бифункциональных производных тетрафенилфосфония и тетрафенилстибония.

Экспериментальная часть

(2-Карбоксии)бензолсульфонат тетрафенилфосфора $[\text{Ph}_4\text{P}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (1**).**
А) Смесь 247 мг (0,5 ммоль) сольвата пентафенилфосфора с бензолом и 101 мг (0,5 ммоль) 2-сульфобензойной кислоты в 10 мл бензола выдерживали 1 мин при 80 °С. Охлаждали, добавляли 1 мл октана и медленно удаляли растворитель. Выделившиеся бесцветные кристаллы отфильтро-

вывали и сушили. Получили 260 мг соединения **1** (96 %) с т. пл. 202 °С. Найдено, %: С 68,68; Н 4,37. $C_{31}H_{25}O_5PS$. Вычислено, %: С 68,82; Н 4,26. ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3080, 3062, 2956, 2384, 2256, 1822, 1705, 1587, 1566, 1483, 1463, 1436, 1340, 1296, 1261, 1170, 1157, 1139, 1122, 1109, 1072, 1028, 995, 950, 802, 763, 752, 723, 702, 690, 619, 572, 528, 455, 426, 410. Б) Смесь 187 мг (0,5 ммоль) хлорида тетрафенилфосфония и 101 мг (0,5 ммоль) 2-сульфобензойной кислоты в 10 мл воды нагревали до образования прозрачного раствора, затем медленно испаряли растворитель. Получили 265 мг (98 %) соединения **1**.

Аналогично получали (2-карбокси)бензолсульфонат тетрафенилсурьмы (**2**), бесцветные кристаллы, т. пл. 160 °С (93 % и 97 %). ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3145, 3072, 3049, 2951, 2544, 1977, 1899, 1832, 1766, 1718, 1620, 1589, 1568, 1479, 1433, 1361, 1336, 1296, 1251, 1170, 1157, 1138, 1120, 1066, 1018, 1002, 995, 974, 925, 900, 879, 860, 837, 800, 758, 738, 729, 702, 688, 644, 619, 570, 526, 495, 455, 447, 424. Найдено, %: С 58,86; Н 4,02. $C_{31}H_{25}O_5SSb$. Вычислено, %: С 58,95; Н 3,96.

ИК-спектры соединений регистрировали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в области 4000–400 cm^{-1} (таблетки KBr).

Рентгеноструктурный анализ кристаллов комплексов **1** и **2** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (MoK α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [40]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [41] и OLEX2 [42]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1** и **2** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2144288 (**1**), 2123516 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

Таблица 1

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

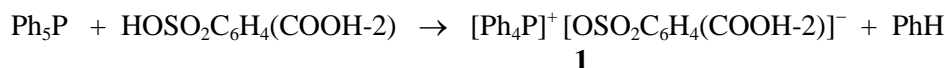
Параметр	1	2
Формула	$C_{31}H_{25}O_5PS$	$C_{31}H_{25}O_5SSb$
<i>M</i>	512,64	631,32
Сингония	Тетрагональная	Триклинная
Пр. группа	$I\bar{4}$	$P\bar{1}$
<i>a</i> , \AA	18,319(17)	9,529(3)
<i>b</i> , \AA	18,319(17)	10,584(3)
<i>c</i> , \AA	16,067(17)	13,745(5)
α , град.	90,00	94,619(17)
β , град.	99,00	97,731(18)
γ , град.	90,00	90,336(16)
<i>V</i> , \AA^3	5392(8)	1369,0(7)
<i>Z</i>	8	2
ρ (выч.), g/cm^3	1,332	1,531
μ_{Mo} , mm^{-1}	0,219	1,123
<i>F</i> (000)	2256,0	636,0
Размер кристалла, мм	0,16 × 0,16 × 0,12	0,36 × 0,28 × 0,26
2 θ , град.	5,58–55,98	5,74–54,32
Интервалы индексов отражений	–24 ≤ <i>h</i> ≤ 24, –21 ≤ <i>k</i> ≤ 24, –21 ≤ <i>l</i> ≤ 21	–12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, –13 ≤ <i>k</i> ≤ 13, –17 ≤ <i>l</i> ≤ 17
Всего отражений	49841	34082
Независимых отражений	6496 ($R_{int} = 0,1110$)	6043 ($R_{int} = 0,0213$)
Число уточняемых параметров	431	344
<i>GOOF</i>	0,863	1,122
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0492$, $wR_2 = 0,0988$	$R_1 = 0,0201$, $wR_2 = 0,0509$
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,1606$, $wR_2 = 0,1192$	$R_1 = 0,0221$, $wR_2 = 0,0520$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{\AA}^3$	0,16/–0,19	0,20/–0,65

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1 и 2

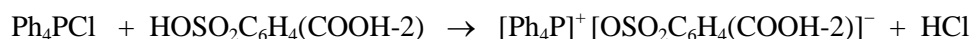
Связь	Длина, Å	Угол	ω, град.
1			
S(1)–O(1)	1,441(9)	O(1)S(1)O(2)	114,4(10)
S(1)–O(2)	1,450(9)	O(1)S(1)O(3)	118,8(8)
S(1)–O(3)	1,467(7)	O(1)S(1)C(1)	105,7(8)
S(1)–C(1)	1,788(6)	O(2)S(1)O(3)	110,9(8)
S(1')–O(1')	1,443(9)	O(2)S(1)C(1)	101,5(7)
S(1')–O(2')	1,477(7)	O(3)S(1)C(1)	103,1(5)
S(1')–O(3')	1,435(7)	O(1')S(1')O(2')	112,7(10)
S(1')–C(1')	1,774(5)	O(1')S(1')C(1')	106,9(10)
P(1A)–C(1A) ¹	1,811(5)	O(2')S(1')C(1')	105,5(5)
P(1A)–C(1A)	1,811(5)	O(3')S(1')O(1')	111,1(11)
P(1A)–C(7A)	1,793(5)	O(3')S(1')O(2')	112,8(7)
P(1A)–C(7A) ¹	1,793(5)	O(3')S(1')C(1')	107,3(6)
P(1B)–C(1B)	1,792(6)	C(1A ¹)P(1A)C(1A)	103,8(3)
P(1B)–C(1B) ²	1,792(6)	C(7A)P(1A)C(1A ¹)	112,5(3)
P(1B)–C(1B) ³	1,792(6)	C(7A)P(1A)C(1A)	111,3(3)
P(1B)–C(1B) ⁴	1,792(6)	C(7A)P(1A)C(7A ¹)	105,6(3)
P(1C)–C(1C) ⁵	1,792(6)	C(1B ²)P(1B)C(1B ³)	111,4(2)
P(1C)–C(1C) ⁶	1,792(6)	C(1B)P(1B)C(1B ⁴)	111,4(2)
P(1C)–C(1C) ⁷	1,792(6)	C(1C ⁵)P(1C)C(1C ⁶)	111,4(2)
Преобразования симметрии: ¹ -X,1-Y,+Z; ² 1-X,1-Y,+Z; ³ +Y,1-X,1-Z; ⁴ 1-Y,+X,1-Z; ⁵ -X,2-Y,+Z; ⁶ -1+Y,1-X,1-Z; ⁷ 1-Y,1+X,1-Z			
2			
Sb(1)–C(1)	2,0811(17)	C(1)Sb(1)C(21)	106,77(7)
Sb(1)–C(21)	2,1081(17)	C(1)Sb(1)C(11)	108,20(6)
Sb(1)–C(11)	2,1027(17)	C(1)Sb(1)C(31)	111,21(6)
Sb(1)–C(31)	2,1010(17)	C(11)Sb(1)C(21)	108,21(6)
S(1)–O(3)	1,4707(15)	C(31)Sb(1)C(21)	109,42(7)
S(1)–O(2)	1,4461(14)	C(31)Sb(1)C(11)	112,80(6)
S(1)–O(1)	1,4399(14)	O(3)S(1)C(41)	104,33(8)
S(1)–C(41)	1,7854(17)	O(2)S(1)O(3)	112,87(9)

Обсуждение результатов

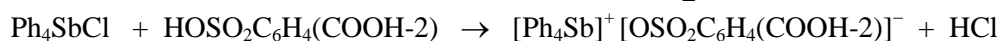
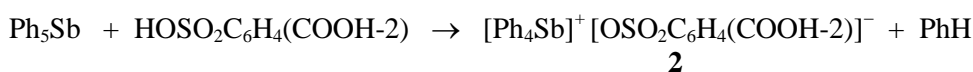
Установлено, что выдерживание смеси ПФФ и (2-карбокситетрафенилфосфония)бензолсульфоновой кислоты в бензоле приводит к образованию (2-карбокситетрафенилфосфония)бензолсульфоната тетрафенилфосфония $[\text{Ph}_4\text{P}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (**1**) с выходом 96 %:



Соединение **1** выделяли также при концентрировании водного раствора, содержащего эквивалентные количества хлорида тетрафенилфосфония и (2-карбокситетрафенилфосфония)бензолсульфоновой кислоты с выходом 96 %.



Нами показано, что аналогичные реакции характерны и для подобных производных сурьмы.



Выделившиеся бесцветные кристаллы хорошо растворимы в аренах и полярных растворителях и нерастворимы в алифатических углеводородах.

В ИК-спектре комплекса **1** присутствует полоса поглощения валентных колебаний связей P–C при 763 см^{-1} , связи Sb–C комплекса **2** регистрируются в спектре при 447 см^{-1} . Наличие карбонильной группы характеризуется присутствием полосы поглощения валентных колебаний связи C=O высокой интенсивности при 1705 (**1**) и 1718 (**2**) см^{-1} . Валентные колебания связанной OH-группы проявляются при 3396 (**1**) и 3419 (**2**) см^{-1} . Колебаниям $\nu(\text{OSO}_2)$ принадлежит ряд полос при 1261 , 1170 , 1157 (**1**) и 1251 , 1170 , 1157 (**2**) см^{-1} . Ароматические фрагменты характеризуют полосы при 1587 , 1463 , 1436 см^{-1} (**1**); 1589 , 1479 , 1433 см^{-1} (**2**). Валентным колебаниям связей $\text{C}_{\text{Ar}}\text{--H}$ отвечают полосы поглощения слабой интенсивности при 3080 , 3062 (**1**), 3072 , 3049 (**2**) см^{-1} , внеплоскостным деформационным колебаниям этих же связей – полосы высокой интенсивности при 723 , 690 см^{-1} (**1**); 738 , 729 см^{-1} (**2**).

По данным РСА, соединения **1** и **2** представляют собой ионные комплексы с тетраэдрической координацией центрального атома в катионе и (2-карбокси)бензолсульфонат-анионом (рис. 1 и 2). В кристалле **1** присутствуют по три типа centrosymmetричных кристаллографически независимых катионов тетрафенилфосфора. Элемент симметрии – инверсионно-поворотная ось четвертого порядка – проходит непосредственно через атомы фосфора. Анион в **1** разупорядочен по двум положениям с заселенностью атомов $0,51/0,49$.

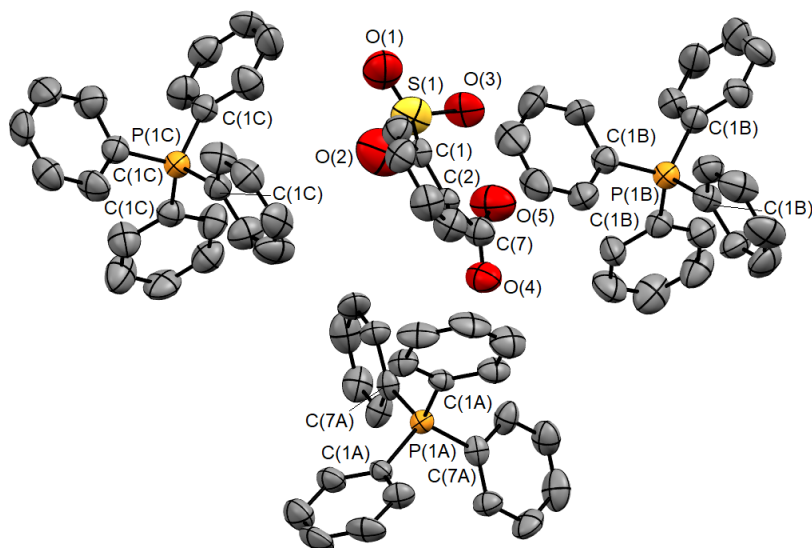


Рис. 1. Строение (2-карбокси)бензолсульфоната тетрафенилфосфора $[\text{Ph}_4\text{P}]^+ [\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (атомы водорода и разупорядоченный фрагмент не приведены) (1)

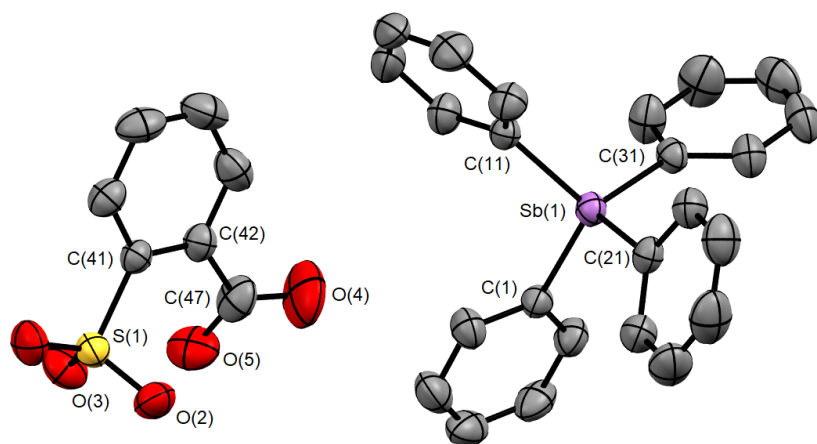


Рис. 2. Строение (2-карбокси)бензолсульфоната тетрафенилсурьмы $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+ [\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)]^-$ (атомы водорода не приведены) (2)

Тетраэдрическая координация атомов фосфора в катионах соединения **1** и сурьмы – в **2** искажена в незначительной степени. Углы CPC или CSbC отклоняются от теоретического значения и варьируются в пределах $103,8(3)^\circ\text{--}112,5(3)^\circ$ (**1**), $106,77(7)^\circ\text{--}112,80(6)^\circ$ (**2**). В катионах тетрафенил-

Химия элементоорганических соединений

фосфора среднее значение длин связей P–C составляет 1,796(6) Å. В сурьмаорганическом катионе комплекса **2** расстояния Sb–C близки между собой и изменяются в пределах 2,0811(17)–2,1081(17) Å. Геометрия анионов соответствует геометрии (2-карбокситетрафенил)бензолсульфоновой кислоте.

Формирование пространственной сетки кристаллов соединений **1** и **2** обусловлено наличием водородных связей и CН \cdots π-взаимодействий. Водородные связи наблюдаются между ароматическими протонами катиона и атомами кислорода аниона и составляют 2,60 Å для C=O \cdots H и 2,57, 2,53, 2,60, 2,70, 2,49 Å для S=O \cdots H в **1**; 2,51, 2,60 Å для C=O \cdots H, 2,68, 2,72, 2,71 Å для S=O \cdots H и 2,71 Å для C–O \cdots H в **2**. Контакт между катионами не наблюдается, однако анионы взаимодействуют между собой за счет водородных связей типа C–O \cdots H (2,71 Å) в **1** и S=O \cdots H (2,49 Å) в **2**. Интересно отметить, что в анионах имеет место внутримолекулярное взаимодействие S=O \cdots HO(O)C, которое имеет величину 1,70 Å и 1,75 Å для соединений **1** и **2** соответственно.

Выводы

Таким образом, взаимодействие пентафенилфосфора и пентафенилсурьмы с (2-карбокситетрафенил)бензолсульфоновой кислотой приводит к образованию (2-карбокситетрафенил)бензолсульфонатов тетрафенилфосфора и -сурьмы, которые можно также синтезировать из хлоридов тетрафенилфосфора, -сурьмы и (2-карбокситетрафенил)бензолсульфоновой кислоты в воде. Строение синтезированных комплексов доказано методом РСА.

Финансирование работы

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

Литература

1. Wittig G., Geissler G. Zur Reaktions Weise des Pentaphenylphosphorus und Einiger Derivate // Ann. 1953. Bd. 580. P. 44–57.
2. Зыкова А.Р. Синтез и строение арильных соединений фосфора // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2020. Т. 12, № 4. С. 5–50. DOI: 10.14529/chem200401
3. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. Синтез, реакции и строение арильных соединений пятивалентной сурьмы // Коорд. хим. 2020. Т. 46, вып. 10. С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011
4. Шарутин В.В., Мосунова Т.В. Синтез, строение и применение арильных соединений висмута // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2020. Т. 12, № 3. С. 7–66. DOI: 10.14529/chem200301
5. Разуваев Г.А., Осанова Н.А. Исследование свободно-радикальных реакций пентафенилфосфора // Докл. АН СССР. 1955. Т. 104, № 4. С. 552–554.
6. Разуваев Г.А., Осанова Н.А., Григорьева И.К. Некоторые гетеролитические реакции пентафенилфосфора и пентафенилсурьмы // Изв. АН СССР. Сер. хим. 1969. № 10. С. 2234–2237.
7. Шарутин В.В. Пентафенильные соединения фосфора, сурьмы, висмута и их производные. Возможности применения в органическом синтезе: дис. ... д-ра хим. наук. Иркутск, 1995. 257 с.
8. Шарутин В.В. Роль стерических факторов в процессах термического разложения пентафенильных соединений фосфора, сурьмы и висмута. Арирование элементоорганических и органических соединений арильными производными пятикоординированного висмута // Журн. общ. химии. 1988. Т. 58. Вып. 10. С. 2305–2311.
9. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. Карбоксилаты и сульфонаты тетрафенилфосфора. Синтез и строение // Журн. общ. химии. 2009. Т. 79, № 1. С. 80–89. DOI: 10.1134/S1070363209010125
10. Синтез и строение карбоксилатов тетрафенилфосфора / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.В. Рыбакова, Ю.О. Губанова // Журн. общ. химии. 2018. Т. 88, № 8. С. 1308–1313. DOI: 10.1134/S0044460X18080139.
11. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates / J.-S. Li, R.-C. Liu, X.-B. Chi, G.-C. Wang, Q.-S. Guo // Inorg. Chim. Acta. 2004. Vol. 357, no. 7. P. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012
12. Шарутин В.В., Молокова О.В., Шарутина О.К. Синтез и строение сольвата 1,2-дифенилэтанондиоксимата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом Ph₄SbONC(Ph)C(Ph)ONSbPh₄

2PhCH₃ и 1,2-дифенил(2-окси)этаноксимата тетрафенилсурьмы Ph₄SbONC(Ph)CH(Ph)OH // Журн. неорг. химии. 2013. Т. 58, № 4. С. 460–467. DOI: 10.7868/S0044457X13040181

13. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand / C. Ma, Q. Zhang, J. Sun, R. Zhang // J. Organomet. Chem. 2006. Vol. 691, no. 11. P. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049

14. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide) / G.M. Arvanitis, M.E. Berardini, T.B. Acton, P.E. Dumas // Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem. 1993. Vol. 82, no. 1–4. P. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416

15. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы // Коорд. химия. 2014. Т. 40, № 2. С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108

16. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Синтез и строение ароксидов тетрафенилсурьмы Ph₄SbOAg (Ag = C₆H₄C₆H₇, C₆H₂(Br₂-2,6)(*m*pet-Bu-4), C₆H₃(NO₂)₂-2,4, C₆H₂(Br₂-2,6)(NO₂-4)) // Журн. неорг. химии. 2017. Т. 62, № 3. С. 290–295. DOI: 10.7868/S0044457X17030151

17. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova, O.S. Eltsov // Inorg. Chim. Acta. 2019. Vol. 494. P. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029

18. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocene-carboxylates and Crystal Structures of C₅H₅FeC₅H₄CO₂SbPh₄ and (C₅H₅FeC₅H₄CO₂)₂Sb(4-CH₃C₆H₄)₃ / R.-C. Liu, Y.-Q. Ma, L. Yu, J.-S. Li, J.-R. Cui, R.-Q. Wang // Appl. Organomet. Chem. 2003. Vol. 17, no. 9. P. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491

19. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid / J.-S. Li, Y.-Q. Ma, J.-R. Cui, R.-Q. Wang // Appl. Organomet. Chem. 2001. Vol. 15, № 7. P. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200

20. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes / L. Quan, H. Yin, J. Cui, M. Hong, L. Cui, M. Yang, D. Wang // J. Organomet. Chem. 2009. Vol. 694, no. 23. P. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041

21. Синтез и строение 3,3,3-трифторпропанатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов, Е.В. Артемьева // Журн. неорг. химии. 2019. Т. 64, № 10. С. 1051–1056. DOI: 10.1134/S0044457X19100131

22. Фторсодержащие карбоксилаты тетраарилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов, Е.В. Артемьева // Журн. неорг. химии. 2020. Т. 65, № 4. С. 482–486. DOI: 10.31857/S0044457X20040170

23. Синтез фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь, А.П. Пакулина, Ю.В. Гатилов, Н.Ю. Адонин // Журн. общ. химии. 2002. Т. 72, № 3. С. 419–420.

24. Синтез и строение пентафторбензоата тетрафенилсурьмы и нитрата тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. 2001. Т. 27, № 6. С. 423–427.

25. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. 2002. Т. 28, № 5. С. 356–363.

26. Синтез и строение 1-адамantanкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамantanкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. 2009. Т. 79, № 10. С. 1636–1643.

27. Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение производных тетра-*para*-толилсурьмы (4-MeC₆H₄)₄SbX, X = OC(O)C₆H₄(NO₂-2), OC(O)C≡CPh, ON=CHC₆H₄(NMe₂-4) // Журн. неорг. химии. 2017. Т. 62, № 7. С. 925–929.

28. Сенчурин В.С., Орленко Е.Д. 4-Нитрофенилацетаты тетра- и три(*para*-толил)сурьмы. Синтез и особенности строения // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2019. Т. 11, № 2. С. 66–74. DOI: 10.14529/chem190207

29. Сенчурин В.С., Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение фенильных производных висмута(V) Ph₃Bi[OC₆H₃(NO₂)₂-2,5]₂ · 0.5 PhH, Ph₄BiOC₆H₃(NO₂)₂-2,5 и Ph₄BiBr // Журн. неорг. химии. 2020. Т. 65, № 3. С. 320–326. DOI: 10.31857/S0044457X20030125

30. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Исследование кристаллических структур гидросульфата тетрафенилвисмута, 2,4-динитробензолсульфоната тетрафенилвисмута и аддукта

нитрата тетрафенилвисмута с водой // Журн. структ. химии. 2020. Т. 61, № 5. С. 776–783. DOI: 10.26902/JSC_id55423

31. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Синтез и строение производных тетрафенилвисмута(V) Ph_4BiCl , $[\text{Ph}_4\text{Bi}\cdot\text{DMSO}\cdot\text{O}][\text{PtBr}_3\cdot\text{DMSO}\cdot\text{S}]$ и $[\text{Ph}_4\text{Bi}]_2[\text{PtCl}_6]$ // Журн. неорг. химии. 2020. Т. 65, № 11. С. 1516–1521. DOI: 10.31857/S0044457X20110173.

32. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P(V) and Sb(V) / G.A. Razuvaev, N.A. Osanova, T.G. Brilkina, T.I. Zinovjeva, V.V. Sharutin // J. Organomet. Chem. 1975. Vol. 99, no. 1. P. 93–106. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)8636

33. Взаимодействие пентафенилфосфорана с параформом / В.В. Жидков, В.В. Шарутин, В.К. Бельский, Н.С. Магомедова // Журн. общ. химии. 1995. Т. 65, № 2. С. 251–256.

34. Шарутин В.В., Бычков В.Т., Лебедев В.А. Термическое разложение пентафенилфосфорана в присутствии диоксида углерода // Журн. общ. химии. 1986. Т. 56, № 2. С. 325–328.

35. 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. P. 21–28. DOI: 10.1016/0022-328X(85)88068-2

36. Сульфонаты тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Л.П. Панова, В.К. Бельский // Журн. общ. хим. 1997. Т. 67, вып. 9. С. 1531–1535.

37. Синтез и строение 2,4-диметилбензолсульфоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.А. Тарасова и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, вып. 8. С. 1311–1314.

38. Синтез и строение органосульфонов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. 2004. Т. 30, № 1. С. 15–24.

39. Синтез и строение сурьма- и висмуторганических производных 4-сульфофенола и 2,4-дисульфофенола / В.В. Шарутин, И.В. Егорова, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. 2007. Т. 33, № 3. С. 176–183.

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

41. 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.

42. OLEX2: 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. Vol. 42. P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726

Ефремов Андрей Николаевич – аспирант, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: efremov_an94@mail.ru.

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

Поступила в редакцию 8 апреля 2022 г.

DOI: 10.14529/chem220304

TETRAPHENYLPHOSPHORUS AND TETRAPHENYLANTIMONY (2-CARBOXY)BENZENESULFONATES. SYNTHESIS AND STRUCTURE

A.N. Efremov, efremov_an94@mail.ru

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tetraphenylphosphonium $[\text{Ph}_4\text{P}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}\cdot 2)]^-$ (2-carboxy)benzenesulfonates (1)
and tetraphenylstibonium $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}\cdot 2)]^-$ (2-carboxy)benzenesulfonates (2)

were obtained by the interaction of pentaphenylphosphorus and pentaphenylantimony with 2-sulphobenzoic acid in benzene, yielding up to 90 %. Compounds **1** and **2** were also synthesized from tetraphenylphosphonium, -stibonium chlorides and 2-sulphobenzoic acid in water with maximal 89 % yield. The complexes were characterized by X-ray diffraction analysis and IR spectroscopy. They are colorless crystals with mp. 202°C (**1**) and 160°C (**2**), soluble in arenes and polar solvents. The IR spectrum of complexes **1** and **2** contains bands characterizing the vibrations of the P–C (763 cm⁻¹) and Sb–C (447 cm⁻¹) bonds, respectively. The spectra also contain vibrations of the following structural fragments: C=O (1705 (**1**) and 1718 (**2**) cm⁻¹), OSO₂ (1261, 1170, 1157 (**1**) and 1251, 1170, 1157 (**2**) cm⁻¹), O–H (3396 (**1**) and 3419 (**2**) cm⁻¹) and aromatic groups (3080, 3062, 1587, 14363, 1436, 723, 690 (**1**) and 3072, 3049, 1589, 1479, 1433, 738, 729 (**2**) cm⁻¹). The X-ray diffraction analysis of the complexes was carried out on a D8 Quest Bruker automatic four-circle diffractometer (Mo K_α radiation, λ = 0.71073 Å, graphite monochromator) at 293 K. Crystallographic characteristics: C₃₁H₂₅O₅SP (**1**) – tetragonal system, space group $I\bar{4}$, $a = 18.319(17)$, $b = 18.319(17)$, $c = 16.067(17)$ Å, $\alpha = \beta = \gamma = 90.00$ deg., $V = 5392(8)$ Å³, $Z = 8$, $\rho_{\text{calc}} = 1.332$ g/cm³, $F(000) = 2256.0$, crystal size 0.16 × 0.16 × 0.12 mm, index ranges $-24 \leq h \leq 24$, $-21 \leq k \leq 24$, $-21 \leq l \leq 21$, total reflections 49841, independent reflections 6496 ($R_{\text{int}} = 0.1110$), number of refined parameters 431, $GOOF$ 0.863, R -factors for $F^2 > 2\sigma(F^2)$: $R_1 = 0.0492$, $wR_2 = 0.0988$; C₃₁H₂₅O₅SSb (**2**) – triclinic system, space group $P\bar{1}$, $a = 9.529(3)$, $b = 10.584(3)$, $c = 13.745(5)$ Å, $\alpha = 94.619(17)$, $\beta = 97.731(18)$, $\gamma = 90.336(16)$ deg., $V = 1369.0(7)$ Å³, $Z = 2$, $\rho_{\text{calc}} = 1.531$ g/cm³, $F(000) = 636.0$, crystal size 0.36 × 0.28 × 0.26 mm, index ranges $-12 \leq h \leq 12$, $-13 \leq k \leq 13$, $-17 \leq l \leq 17$, total reflections 34082, independent reflections 6043 ($R_{\text{int}} = 0.0213$), number of refined parameters 344, $GOOF$ 1.122, R -factors for $F^2 > 2\sigma(F^2)$: $R_1 = 0.0201$, $wR_2 = 0.0509$.

Keywords: triphenylphosphonium (2-carboxy)benzenesulfonate, triphenylstibonium (2-carboxy)benzenesulfonate, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis.

References

1. Wittig G., Geissler G. Zur Reaktionsweise des Pentaphenylphosphorus und Einiger Derivate. *Ann.* 1953;580:44–57.
2. Zykova A.R. [Synthesis and Structure of Aryl Phosphorus Compounds]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2020;12(4):5–50. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem200401
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Poddel'sky A.I. Aryl Compounds of Pentavalent Antimony: Syntheses, Reactions, and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2020;46(10):663–728. DOI: 10.1134/S1070328420100012
4. Sharutin V.V., Mosunova T.V. [Synthesis, Structure and Application of Aryl Bismuth Compounds]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2020;12(3):7–66. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem200301
5. Razuvaev G.A., Osanova N.A. [Study of Free-radical Pentaphenylphosphorus]. *Dokl. AN SSSR.* 1955;4(104):552–554. (In Russ.)
6. Razuvaev G.A., Osanova N.A., Grigorieva I.K. [Some Heterolytic Reactions of Pentaphenylphosphorus and Pentaphenylantimony]. *Izv. AN SSSR. Ser. Khim.* 1969;10:2234–2237. (In Russ.)
7. Sharutin V.V. *Pentafenil'nye soedineniya fosfora, sur'my, vismuta i ikh proizvodnykh. Vozmozhnosti primeneniya v organicheskom sinteze.* Diss. dokt. khim. nauk [Pentaphenyl Compounds of Phosphorus, Antimony, Bismuth and Their Derivatives. Applications in Organic Synthesis. Doct. Sci. Diss. (Chem.)]. Irkutsk, 1995. 257 p.
8. Sharutin V.V. The Role of Steric Factors in the Processes of Thermal Decomposition of Pentaphenyl Compounds of Phosphorus, Antimony and Bismuth. Arylation of Organoelement and Organic Compounds with Aryl Derivatives of Five-coordinated Bismuth. *J. Gen. Chem.* 1988;10(58):2305–2311.
9. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Boyarkina E.A. Tetraphenylphosphorus Carboxylates and Sulfonates. Synthesis and Structure. *J. Gen. Chem.* 2009;1(79):78–87. DOI: 10.1134/S1070363209010125
10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Rybakova A.V., Gubanova Yu.O. Synthesis and Structure of Tetraphenylphosphorus Carboxylates. *J. Gen. Chem.* 2018;8(88):1629–1634. DOI: 10.1134/S1070363218080133

11. Li J.-S., Liu R.-C., Chi X.-B., Wang G.-C., Guo Q.-S. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates. *Inorg. Chim. Acta.* 2004;357(7):2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012
12. Sharutin V.V., Molokova O.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Bis(tetraphenylantimony) 1,2-Diphenylethanedione Dioximate Toluene Solvate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$ and Tetraphenylantimony 2-Hydroxy-1,2-diphenylethanone Oximate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2013;58(4):400–405. DOI: 10.1134/S0036023613040177
13. Ma C., Zhang Q., Sun J., Zhang R. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand. *J. Organomet. Chem.* 2006;691(11):2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049
14. Arvanitis G.M., Berardini M.E., Acton T.B., Dumas P.E. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide). *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.* 1993;82(1–4):127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416
15. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri- and Tetraphenylantimony Propiolates: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2014;40(2):109–114. DOI: 10.1134/S1070328414020109
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylantimony Aroxides Ph_4SbOAr (Ar = $\text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{tert}-\text{Bu}-4)$, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2017;62(3):295–300. DOI: 10.1134/S0036023617030147
17. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Eltsov O.S. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes. *Inorg. Chim. Acta.* 2019;494:211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029
18. Liu R.-C., Ma Y.-Q., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of $\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2\text{SbPh}_4$ and $(\text{C}_5\text{H}_5\text{FeC}_5\text{H}_4\text{CO}_2)_2\text{Sb}(4-\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4)_3$. *Appl. Organomet. Chem.* 2003;17(9):662–668. DOI: 10.1002/aoc.491
19. Li J.-S., Ma Y.-Q., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid. *Appl. Organomet. Chem.* 2001;15(7):639–645. DOI: 10.1002/aoc.200
20. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Cui L., Yang M., Wang D. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes. *J. Organomet. Chem.* 2009;694(23):3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Tri- and Tetraphenylantimony 3,3,3-Trifluoropropanates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2019;64(10):1229–1234. DOI: 10.1134/S0036023619100139
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Fluorine-Containing Tetraarylantimony Carboxylates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(4):502–506. DOI: 10.1134/S0036023620040178
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu. [Synthesis of Tetra- and Triaryl-antimony Fluorobenzoates]. *Russ. J. Gen. Chem.* 2002;72(3):419–420. (In Russ.)
24. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F., Fukin G.K., Zakharov L.N. Tetraphenylantimony Pentafluorobenzoate and Tetra-*p*-Tolylantimony Nitrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2001;27(6):393–397. DOI: 10.1023/a:1011335724711
25. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates: Synthesis and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2002;28(5):333–340. DOI: 10.1023/a:1015517216693
26. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 1-Adamantanecarboxylate and Triphenylantimony Bis(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.* 2009;79(10):2131–2136. DOI: 10.1134/s1070363209100107

27. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Tetra-*para*-tolylantimony Derivatives (4-MeC₆H₄)₄SbX, X = OC(O)C₆H₄(NO₂)₂, OC(O)C≡CPh, ON=CHC₆H₄(NMe₂)₄): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2017;62(7):905–909. DOI: 10.1134/s003602361707021x
28. Senchurin V.S., Orlenko E.D. [4-Nitrophenylacetates of Tetra- and Tri-(*para*-tolyl) Antimony. Synthesis and Structural Features]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2019;11(2):66–74. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem190207
29. Senchurin V.S., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Phenyl Bismuth(V) Derivatives Ph₃Bi[OC₆H₃(NO₂)_{2-2,5}]₂ · 0.5PhH, Ph₄BiOC₆H₃(NO₂)_{2-2,5} and Ph₄BiBr: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(3):323–328. DOI: 10.1134/S0036023620030122
30. Sharutin V.V. Study of the Crystal Structures of Tetraphenylbismuth Hydrosulfate, Tetraphenylbismuth 2,4-Dinitrobenzenesulfonate, and an Adduct of Tetraphenylbismuth Nitrate with Water. *J. Struct. Chem.* 2020;61(5):734–741. DOI 10.1134/S0022476620050091
31. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylbismuth(V) Derivatives Ph₄BiCl, Ph₄BiCl, [Ph₄Bi·DMSO-*O*][PtBr₃·DMSO-*S*] and [Ph₄Bi]₂[PtCl₆]: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(11):1516–1521. DOI: 10.1134/S0036023620110170
32. Razuvaev G.A., Osanova N.A., Brilkina T.G., Zinovjjeva T.I., Sharutin V.V. Alkyloxy- and Silyloxy-derivatives of P(V) and Sb(V). *J. Organomet. Chem.* 1975;99(1):93–106.
33. Zhidkov V.V., Sharutin V.V., Belsky V.K., Magomedova N.S. [Interaction of Pentaphenylphosphorane with Paraform]. *J. Gen. Chem.* 1995;2(65):251–256. (In Russ.)
34. Sharutin V.V., Bychkov V.T., Lebedev V.A., Bochkova R.I., Kuzmin E.A. [Thermal Decomposition of Pentaphenylphosphorus in the Presence of Carbon Dioxide]. *J. Gen. Chem.* 1986;2(56):325–328. (In Russ.)
35. Ruther R., Huber F., Preut H. Synthesis of Tetraphenylstibonium Alkyl- and Arylsulfonates. Crystal Structure of Tetraphenylstibonium Benzenesulfonate Hydrate. *J. Organomet. Chem.* 1985;295(1):21–28. DOI: org/10.1016/0022-328X(85)88068-2
36. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Panova L.P., Belsky V.K. Tetra- and Triphenylantimony Sulfonates. *J. Gen. Chem.* 1997;67(9):1438–1442.
37. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova T.A., Kovaleva T.A., Belsky V.K. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 2,3-Dimethylbenzenesulfonate. *J. Gen. Chem.* 2000;70(8):1229–1232.
38. 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;30(1):13–22. DOI: 10.1023/B:RUO.0000011636.28262.d3
39. 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. *J. Coord. Chem.* 2007;33(3):168–175. DOI: 10.1134/S1070328407030037
40. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
41. 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.
42. 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;42:339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726

Received 8 April 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Ефремов А.Н., Шарутин В.В. (2-Карбокси)бензолсульфонаты тетрафенилфосфора и тетрафенилсурьмы. Синтез и строение // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 3. С. 34–43. DOI: 10.14529/chem220304

FOR CITATION

Efremov A.N., Sharutin V.V. Tetraphenylphosphorus and tetraphenylantimony (2-carboxy)benzenesulfonates. Synthesis and structure. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022;14(3):34–43. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem220304