

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ КОМПЛЕКСОВ ПАЛЛАДИЯ

$[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2]^+_2[\text{PdBr}_4]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}-2]^+_2[\text{PdBr}_4]^{2-} \cdot 2 \text{ DMSO}$
и $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-цикло}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO}-\text{S})]^-$

В.С. Сенчури, **В.С. Васильева**, **Е.М. Крынина**, **А.А. Старцева**
Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием дибромида палладия с бромидом аллил-, 2-гидроксibenзил- и цикло-гексилтрифенилфосфония (2:1 мольн.) с последующей перекристаллизацией продуктов реакций из ацетонитрила, диметилсульфоксида и диэтилсульфоксида соответственно синтезированы комплексы $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$ (**1**), $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}-2]^+[\text{PdBr}_4]^{2-} \cdot 2 \text{ DMSO}$ (**2**) и $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-цикло}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO}-\text{S})]^-$ (**3**). По данным РСА, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкрупном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD-детектор, Mo K_α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор), кристаллов **1** $[\text{C}_{42}\text{H}_{40}\text{Br}_4\text{P}_2\text{Pd}]$, $M 1032,72$; сингония триклинная, группа симметрии $P-1$; параметры ячейки: $a = 10,19(5)$, $b = 10,35(5)$, $c = 10,90(5) \text{ \AA}$; $\alpha = 78,1(5)$ град., $\beta = 76,0(2)$ град., $\gamma = 75,6(2)$ град.; $V = 1067(9) \text{ \AA}^3$; размер кристалла $0,28 \times 0,27 \times 0,17 \text{ мм}$; интервалы индексов отражений $-10 \leq h \leq 10$, $-10 \leq k \leq 10$, $-10 \leq l \leq 10$; всего отражений 6954; независимых отражений 2198; $R_{\text{int}} 0,0631$; $GOOF 1,028$; $R_1 = 0,0648$, $wR_2 = 0,1525$; остаточная электронная плотность $1,54/-1,02 \text{ e/\AA}^3$, **2** $[\text{C}_{54}\text{H}_{56}\text{Br}_4\text{O}_4\text{P}_2\text{PdS}_2]$, $M 1321,08$; сингония ромбическая, группа симметрии $Pbca$; параметры ячейки: $a = 14,976(15)$, $b = 15,315(17)$, $c = 24,97(2) \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90,00$ град.; $V = 5727(10) \text{ \AA}^3$; размер кристалла $0,27 \times 0,25 \times 0,11 \text{ мм}$; интервалы индексов отражений $-17 \leq h \leq 17$, $-16 \leq k \leq 16$, $-28 \leq l \leq 28$; всего отражений 87312; независимых отражений 4238; $R_{\text{int}} 0,0826$; $GOOF 1,119$; $R_1 = 0,0475$, $wR_2 = 0,0981$; остаточная электронная плотность $0,80/-0,38 \text{ e/\AA}^3$ и **3** $[\text{C}_{28}\text{H}_{36}\text{Br}_3\text{OPPdS}]$, $M 797,73$; сингония ромбическая, группа симметрии $P2_12_12_1$; параметры ячейки: $a = 13,534(9)$, $b = 13,547(9)$, $c = 16,907(12) \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90,00$ град.; $V = 3100(4) \text{ \AA}^3$; размер кристалла $0,55 \times 0,37 \times 0,33 \text{ мм}$; интервалы индексов отражений $-13 \leq h \leq 13$, $-13 \leq k \leq 13$, $-17 \leq l \leq 17$; всего отражений 33931; независимых отражений 3559; $R_{\text{int}} 0,0446$; $GOOF 1,117$; $R_1 = 0,0334$, $wR_2 = 0,0783$; остаточная электронная плотность $0,68/-0,64 \text{ e/\AA}^3$ атомы фосфора в катионах имеют мало искаженную тетраэдрическую координацию с валентными углами СРС $(106,9(7)-111,9(9)^\circ$, $106,1(3)-111,2(3)^\circ$ и $104,7(4)-113,8(4)^\circ$, длины связей P–C составляют $1,795(15)-1,862(18) \text{ \AA}$, $1,767(7)-1,853(6) \text{ \AA}$, $1,799(10)-1,802(9) \text{ \AA}$ соответственно. В моноядерных плоскокватратных анионах $[\text{PdBr}_4]^{2-}$ **1**, **2** *транс*- и *цис*-углы BrPdBr равны 180 и $88,3(4)^\circ$, $91,7(4)^\circ$ и $86,69(8)^\circ$, $93,31(8)^\circ$; в $[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO}-\text{S})]^-$ комплекса **3** углы BrPdBr-*транс* $177,29(6)^\circ$, SPdBr-*транс* $177,54(9)^\circ$, BrPdBr-*цис* $(90,07(7), 90,15(7)^\circ)$, SPdBr-*цис* $(88,26(10), 91,43(11)^\circ)$. Длины связей Pd–Br в **1–3** составляют $2,442(11)$, $2,463(9) \text{ \AA}$, $2,4217(17)$, $2,4407(16) \text{ \AA}$ и $2,4243(19)-2,4471(18) \text{ \AA}$. Диэтилсульфоксидный лиганд в **3** координируется с атомом Pd посредством атома серы, длина связи Pd–S равна $2,263(3) \text{ \AA}$.

Структурная организация в кристаллах обусловлена межмолекулярными водородными связями $\text{H}\cdots\text{Br}$ $2,93-3,00 \text{ \AA}$ (**1**), $2,85-2,97 \text{ \AA}$ (**2**), $2,85-2,91 \text{ \AA}$ (**3**), а также $\text{H}\cdots\text{O}$ $2,47 \text{ \AA}$ в (**3**). Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур **1–3** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1990748 (**1**), 1898992 (**2**), 1898989 (**3**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: дибромид палладия, бромид органилтрифенилфосфония, ацетонитрил, диметилсульфоксид, диэтилсульфоксид, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Комплексные соединения палладия находят широкое применение в качестве высокоэффективных катализаторов [1–11], как и ионные комплексы с анионом $[\text{PdCl}_3(\text{dmsO}-\text{S})]^-$ [12–14]. Мно-

гочисленные структурно охарактеризованные ионные галогенсодержащие комплексы палладия в основном представлены моноядерными $[\text{PdHal}_4]^{2-}$ и $\text{PdHal}_3(\text{dmsO}-S)^-$, где $\text{Hal} = \text{Cl}$ [12–17], Br [18–21] и в меньшей степени биядерными $[\text{Pd}_2\text{Hal}_6]^{2-}$ $\text{Hal} = \text{Br}$ [19–21], I [22] анионами. Изучение влияния растворителей, таких как ацетонитрил, *N,N*-диметилформамид и диметилсульфоксид, на дизайн Pd,Br-содержащих анионов обсуждалось в работах [19–21].

В настоящей работе описаны особенности синтеза ионных фосфониевых комплексов, содержащих бромопалладат(II)-анионы различного строения и рассмотрено влияние растворителей, таких как ацетонитрил, диметил- и диэтилсульфоксид, на дизайн Pd,Br-содержащих анионов.

Экспериментальная часть

Синтез $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2]_2^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$ (1). В 2 мл 48%-ной бромистоводородной кислоты растворяли 0,15 г бромида палладия (II) (0,56 ммоль) и при перемешивании прибавляли раствор 0,43 г (1,12 ммоль) бромида аллилтрифенилфосфония в 20 мл горячей воды. Наблюдалось образование осадка коричневого цвета, который отфильтровывали, сушили и растворяли в 15 мл ацетонитрила. После испарения растворителя получили 0,53 г (91 %) красно-коричневых кристаллов **1** с т. разл. 156 °С. ИК-спектр, (ν , см^{-1}): 3049, 3015, 2974, 2889, 2859, 1584, 1481, 1435, 1314, 1184, 1161, 1111, 995, 924, 827, 750, 719, 691, 602, 540, 519, 503.

Синтез $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}-2]_2^+[\text{PdBr}_4]^{2-} \cdot 2 \text{ DMSO}$ (2) выполняли по методике, аналогичной для комплекса **1**, исходя из бромида палладия (II) 0,15 г (0,56 ммоль) и бромида 2-гидроксибензилтрифенилфосфония 0,50 г (1,12 ммоль) с последующей перекристаллизацией осадка из диметилсульфоксида. Соединение **2**: кристаллы коричневого цвета, т. разл. 166 °С, выход 0,63 г (85 %). ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3327, 3057, 2993, 2955, 2878, 1587, 1503, 1483, 1456, 1437, 1279, 1113, 997, 864, 826, 775, 746, 718, 689, 519, 501, 492.

Синтез $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-цикло}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO}-S)]^-$ (3) выполняли по методике, аналогичной для комплекса **1**, исходя из бромида палладия (II) 0,15 г (0,56 ммоль) и бромида циклогексилтрифенилфосфония 0,48 г (1,12 ммоль) с последующей перекристаллизацией осадка из диэтилсульфоксида. Соединение **3**: кристаллы коричневого цвета, т. разл. 140 °С, выход 0,34 г (76 %). ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3073, 3051, 3032, 2928, 2860, 1585, 1483, 1439, 1384, 1327, 1269, 1188, 1107, 1074, 995, 885, 851, 787, 764, 746, 723, 691, 544, 527, 517, 469.

ИК-спектры соединений **1–3** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см^{-1} .

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов **1–3** проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo 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 [23]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [24] OLEX2 [25] Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ($U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{экр}}(\text{C})$). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2.

Таблица 1
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур **1–3**

Параметр	Соединение		
	1	2	3
Формула	$\text{C}_{42}\text{H}_{40}\text{Br}_4\text{P}_2\text{Pd}$	$\text{C}_{54}\text{H}_{56}\text{Br}_4\text{O}_4\text{P}_2\text{PdS}_2$	$\text{C}_{28}\text{H}_{36}\text{Br}_3\text{OPPdS}$
<i>M</i>	1032,72	1321,08	797,73
<i>T</i> , К	293	293	293
Сингония	триклинная	ромбическая	ромбическая
Пр. группа	<i>P</i> -1	<i>Pbca</i>	<i>P2₁2₁2₁</i>
<i>a</i> , Å	10,19(5)	14,976(15)	13,534(9)
<i>b</i> , Å	10,35(5)	15,315(17)	13,547(9)
<i>c</i> , Å	10,90(5)	24,97(2)	16,907(12)

Окончание табл. 1

Параметр	Соединение		
	1	2	3
$\alpha, ^\circ$	78,1(5)	90	90
$\beta, ^\circ$	76,0(2)	90	90
$\gamma, ^\circ$	75,6(2)	90	90
$V, \text{Å}^3$	1067(9)	5727(10)	3100(4)
Z	1	4	4
$\rho(\text{выч.}), \text{г/см}^3$	1,607	1,532	1,709
$\mu, \text{мм}^{-1}$	4,282	3,285	4,604
$F(000)$	508,0	2640,0	1576,0
Размер кристалла, мм	0,28 × 0,27 × 0,17	0,27 × 0,25 × 0,11	0,55 × 0,37 × 0,33
Область сбора данных по θ , град.	3,898 – 50	5,564 – 47,946	6,02 – 43,136
Интервалы индексов отражений	$-10 \leq h \leq 10$, $-10 \leq k \leq 10$, $-10 \leq l \leq 10$	$-17 \leq h \leq 17$, $-16 \leq k \leq 16$, $-28 \leq l \leq 28$	$-13 \leq h \leq 13$, $-13 \leq k \leq 13$, $-17 \leq l \leq 17$
Измерено отражений	6954	87312	33931
Независимых отражений	2198	4238	3559
R_{int}	0,0631	0,0826	0,0446
Переменных уточнения	223	311	319
GOOF	1,028	1,119	1,117
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0648$, $wR_2 = 0,1525$	$R_1 = 0,0475$, $wR_2 = 0,0981$	$R_1 = 0,0334$, $wR_2 = 0,0783$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0992$, $wR_2 = 0,1810$	$R_1 = 0,0807$, $wR_2 = 0,1110$	$R_1 = 0,0351$, $wR_2 = 0,0796$
Остаточная электрон- ная плотность (min/max), $e/\text{Å}^3$	1.54/-1,02	0,80/-0,38	0,68/-0,64

Таблица 2

Длины связей и валентные углы для соединений 1–3

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	ω , град.
1			
Pd(1)–Br(1)	2,463(9)	Br(1)Pd(1)Br(1a)	180,0
Pd(1)–Br(2)	2,442(11)	Br(2)Pd(1)Br(2a)	180,00(9)
P(1)–C(1)	1,816(16)	Br(1)Pd(1)Br(2)	91,7(4)
P(1)–C(7)	1,826(19)	Br(1)Pd(1)Br(2a)	88,3(4)
P(1)–C(11)	1,795(15)	C(11)P(1)C(21)	106,9(7)
P(1)–C(21)	1,862(18)	C(7)P(1)C(21)	111,9(9)
Преобразование симметрии: а) 2–X, –Y, –Z			
2			
Pd(1)–Br(1)	2,4217(17)	Br(1)Pd(1)Br(1a)	180,00(3)
Pd(1)–Br(2)	2,4407(16)	Br(2)Pd(1)Br(2a)	180,0
P(1)–C(1)	1,790(4)	Br(1)Pd(1)Br(2)	93,31(8)
P(1)–C(11)	1,767(7)	Br(1)Pd(1)Br(2a)	86,69(8)
P(1)–C(21)	1,783(7)	C(11)P(1)C(21)	106,1(3)

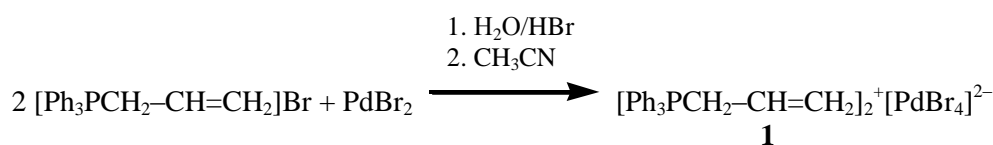
Связь	d, Å	Угол	ω, град.
P(1)–C(37)	1,853(6)	C(1)P(1)C(37)	111,2(3)
S(1)–O(2)	1,608(12)		
Преобразование симметрии: а) 1–X, 1–Y, –Z			
3			
Pd(1)–Br(1)	2,4243(19)	Br(1)Pd(1)Br(3)	177,29(6)
Pd(1)–Br(2)	2,4471(18)	S(1)Pd(1)Br(2)	177,54(9)
Pd(1)–Br(3)	2,4278(19)	Br(1)Pd(1)Br(2)	90,15(7)
Pd(1)–S(1)	2,263(3)	Br(2)Pd(1)Br(3)	90,07(7)
S(1)–O(1)	1,525(15)	S(1)Pd(1)Br(1)	91,43(11)
P(1)–C(1)	1,799(10)	S(1)Pd(1)Br(3)	88,26(10)
P(1)–C(11)	1,802(5)	C(11)P(1)C(31)	104,7(4)
P(1)–C(21)	1,802(9)	C(1)P(1)C(11)	113,8(4)
P(1)–C(31)	1,801(10)		

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1990748 для **1**, № 1898992 для **2** и № 1898989 для **3**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

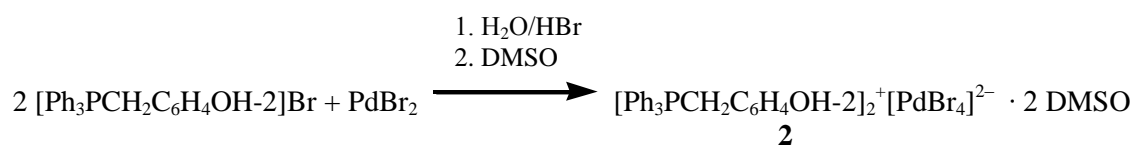
Обсуждение результатов

С целью изучения влияния растворителей на дизайн Pd,Br-содержащих анионов нами исследованы реакции дибромида палладия с бромидом аллил-, 2-гидроксибензил- и циклогексилтрифенилфосфония. Установлено, что при смешении водного раствора бромида органилтрифенилфосфония с раствором дибромида палладия в бромоводородной кислоте (2:1 мольн.) наблюдается образование осадка коричневого цвета, который после фильтрования промывали дистиллированной водой, сушили и перекристаллизовывали из ацетонитрила, ДМСО или диэтилсульфоксида.

Установлено, что в случае бромида аллилтрифенилфосфония перекристаллизация из ацетонитрила с последующим испарением растворителя приводила к образованию красно-коричневых игольчатых кристаллов комплекса тетрабромопалладата аллилтрифенилфосфония (**1**):

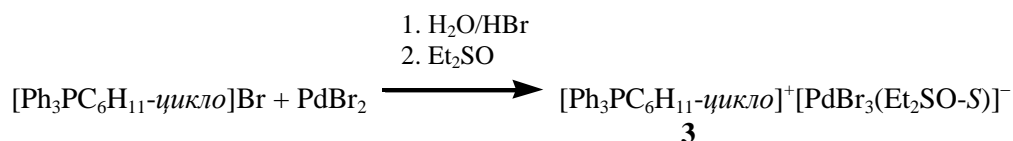


По аналогичной схеме протекает реакция между дибромидом палладия и бромидом 2-гидроксибензилтрифенилфосфония. В этом случае продуктом реакции после перекристаллизации из ДМСО являются коричневые кристаллы сольватного комплекса тетрабромопалладата 2-гидроксибензилтрифенилфосфония с диметилсульфоксидом (**2**):



Однако в случае тетрабромопалладата циклогексилтрифенилфосфония перекристаллизация из диэтилсульфоксида сопровождалась реакцией лигандного обмена бромид иона на молекулу

диэтилсульфоксида с образованием коричневых кристаллов комплекса трибromo(*S*-диэтилсульфоксидо)палладата *цикло*-гексилтрифенилфосфония (**3**):



Отметим, что соединение **3** является вторым примером структурно охарактеризованного фосфониевого комплекса с анионом $[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO-S})]^-$ [26].

По данным РСА комплексов **1–3**, атомы фосфора органилтрифенилфосфониевых катионов имеют слабо искаженную тетраэдрическую координацию (рис. 1–3). Валентные углы СРС (106,9(7)–111,9(9)° (**1**), 106,1(3)–111,2(3)° (**2**), 104,7(4)–113,8(4)° (**3**)) мало отличаются от теоретического значения, наибольшее отклонение наблюдается для катиона **3**. Расстояния Р–С (1,795(15)–1,862(18) Å (**1**), 1,767(7)–1,853(6) Å (**2**), 1,799(10)–1,802(9) Å (**3**)) близки к сумме ковалентных радиусов атомов фосфора и углерода 1,88 Å [27]. Отметим, что в катионах комплексов **1** и **3** расстояния между атомами фосфора и углерода аллильного (1,826(19) Å) и *цикло*гексильного лигандов (1,801(10) Å) имеют промежуточное значение в сравнении с длинами связей Р–С_{Ph} (1,795(15)–1,862(18) для **1** и 1,799(10)–1,802(9) Å для **3**). В то же время в **2** связь Р–С_{гидроксibenз} (1,853(6) Å) длиннее связей Р–С_{Ph} (1,767(7)–1,790(4) Å).

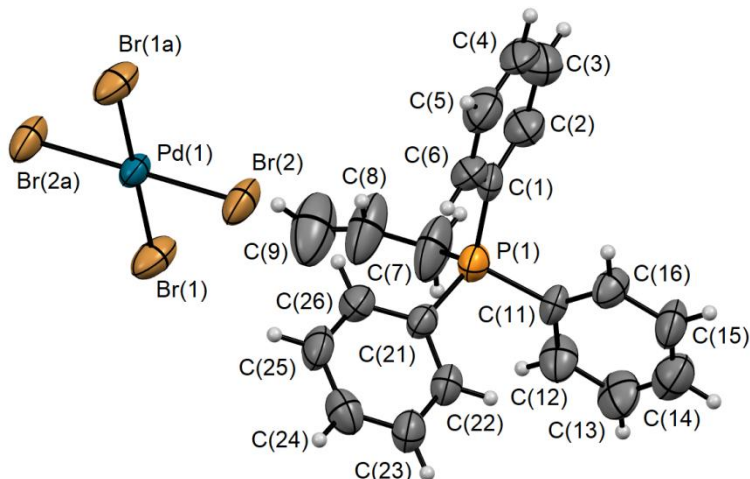


Рис. 1. Строение соединения 1

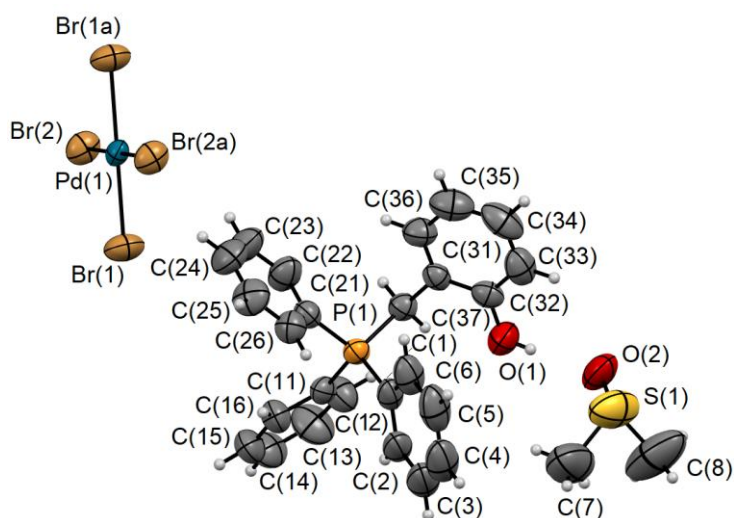


Рис. 2. Строение соединения 2

фосфониевыми катионами и моноядерными палладийсодержащими анионами. Перекристаллизация комплексов **1** и **2** из, соответственно, ацетонитрила и диметилсульфоксида не приводит к изменению структуры аниона, в случае соединения **3** перекристаллизация из диэтилсульфоксида сопровождается реакцией лигандного обмена бромид-иона на диэтилсульфоксид с образованием аниона $[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO}-S)]^-$.

Благодарности

Выражаем признательность проф. В.В. Шарутину за рентгеноструктурный анализ соединений **1–3**.

Литература

1. Cycloneophylpalladium(IV) Complexes: Formation by Oxidative Addition and Selectivity of Their Reductive Elimination Reactions / A. Behnia, M.A. Fard, J.M. Blacquiere, R.J. Puddephatt // *Organometallics*. 2020. Vol. 39, no. 22. P. 4037–4050. DOI: 10.1021/acs.organomet.0c00615.
2. On the Electronic Impact of Abnormal C4-Bonding in N-Heterocyclic Carbene Complexes / M. Heckenroth, A. Neels, M.G. Garnier et al. // *Chem. Eur. J.* 2009. Vol. 15, no. 37. P. 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.
3. 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. Vol. 18, no. 6. P. 318–319. DOI: 10.1016/j.mencom.2008.11.010.
4. Structure and Catalytic Properties of (Acetylacetonato- $\kappa^2\text{O},\text{O}'$)*bis*(tri(2-furyl)phosphine) Palladium(II) Tetrafluoroborate / M.V. Bykov, Z.D. Abramov, T.S. Orlov et al. // *J. Struct. Chem.* 2021. Vol. 62, no. 8. P. 1218–1228. DOI: 10.1134/S0022476621080072.
5. 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. Vol. 86. P. 94–97. DOI: 10.1016/j.inoche.2017.09.008.
6. 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. Vol. 72, no. 4. P. 443–450. DOI: 10.1016/j.tet.2015.11.009.
7. 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. Mkhaid et al. // *J. Struct. Chem.* 2020. Vol. 61. P. 466–475. DOI: 10.1134/S0022476620030130.
8. 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. Vol. 23. P. 11797–11801. DOI: 10.1002/chem.201703489.
9. Катионно-анионные комплексы Pd^{II} с катионом адамантилимидазолия: синтез, структурные исследования и MAO-ингибирующая активность / М.С. Денисов, М.В. Дмитриев, Д.В. Ерошенко и др. // *Журн. неорганической химии*. 2019. Т. 64, № 1. С. 38–50. DOI: 10.1134/S0044457X19010057.
10. Defluorinative Functionalization of Pd(II) Fluoroalkyl Complexes / M.M.W. Wolfe, J.P. Shanahan, J.W. Kampf, N.K. Szymczak // *J. Am. Chem. Soc.* 2020. Vol. 142, no. 43. P. 18698–18705. DOI: 10.1021/jacs.0c09505.
11. Consecutive Modular Ligation as an Access Route to Palladium Containing Polymers / C. Lang, K. Pahnke, C. Kiefer et al. // *Polym. Chem.* 2013. Vol. 4, no. 21. P. 5456–5462. DOI: 10.1039/C3PY00648D.
12. 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. P. 1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
13. 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, no. 7. P. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
14. Schroeter F., Soellner J., Strassner T. Cross-Coupling Catalysis by an Anionic Palladium Complex // *ACS Catal.* 2017. Vol. 7, no. 4. P. 3004–3009. DOI: 10.1021/acscatal.6b03655.
15. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. Синтез и строение комплекса палладия $[\text{Ph}_4\text{P}]^+_2[\text{PdCl}_4]^{2-}$ // *Бутлеровские сообщения*. 2011. Т. 28, № 20. С. 31–34.

16. Синтез и строение комплексов палладия: $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-цикло}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO-S})]^-$, $[\text{Ph}_3\text{PBU}]^+[\text{PdCl}_3(\text{DMSO-S})]^-$ и $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{PPh}_3]^{2+}[\text{PdCl}_4]^- \cdot \text{DMFA}$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, П.В. Андреев // Журн. неорган. химии. 2018. Т. 63, № 6. С. 712–717. DOI: 10.7868/S0044457X18060089.

17. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. Синтез и строение комплексов палладия $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{P}]^+[\text{PdCl}_3(\text{dmsO})]^- \cdot \text{dmsO}$, $[\text{Ph}_4\text{P}]^+[\text{PdCl}_3(\text{dmsO})]^-$ и $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmsO})]^+[\text{PdCl}_3(\text{dmsO})]^-$ // Журн. неорган. химии. 2013. Т. 58, № 5. С. 616–620.

18. Синтез и строение комплекса палладия $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{DMSO})][\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]$ / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина, А.В. Гушин // Бутлеровские сообщения. 2012. Т. 29, № 2. С. 26–30.

19. Особенности взаимодействия тетрабромопалладийводородной кислоты с бромидом тетраорганилфосфония в различных растворителях. Синтез и строение комплексов палладия: $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_5\text{H}_9)\text{P}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{BuP}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_5\text{H}_9)\text{P}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$, $[\text{Ph}_3\text{BuP}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$ и $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$ / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина, А.В. Гушин // Бутлеровские сообщения. 2012. Т. 30, № 6. С. 41–49.

20. Синтез и строение комплексов палладия: $[\text{Ph}_3(\text{цикло-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$, $[\text{Ph}_3(\text{цикло-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3(\text{цикло-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{PdBr}_3(\text{dmsO})]^-$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, И.А. Ильченко // Коорд. химия. 2015. Т. 41, № 7. С. 430–437. DOI: 10.7868/S0132344X15070087.

21. Синтез и строение комплексов палладия $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{PdBr}_4]$, $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{Pd}_2\text{Br}_6] \cdot \text{DMF}$ и $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{PdBr}_3(\text{dmsO-S})]_2$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. общ. химии. 2017. Т. 87, № 1. С. 128–133.

22. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Синтез и строение комплексов палладия: $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmsO})]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$ и $[\text{Ph}_3\text{EtP}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$ // Бутлеровские сообщения. 2012. Т. 30, № 6. С. 50–56.

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

24. 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.

25. OLEX2: Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // J. Appl. Cryst. 2009. Vol. 42. P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.

26. Ярыгина Д.М., Баталов А.Е., Сенчурин В.С. Синтез и строение комплексов палладия $[\text{Ph}_3\text{PMe}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$ и $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_6\text{PPh}_3]^{2+}[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO})]_2^-$ / Д.М. Ярыгина, А.Е. Баталов, В.С. Сенчурин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2018. Т. 10, № 3. С. 51–58. DOI: 10.14529/chem180306.

27. Covalent radii revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats et al. // Dalton Trans. 2008. P. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.

28. Бацанов С.С. Атомные радиусы элементов // Журн. неорган. химии. 1991. Т. 36, № 12. С. 3015–3037.

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

Васильева Вера Сергеевна – студент химического факультета, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: vasileva.vs97@mail.ru.

Крынина Елизавета Матвеевна – студент химического факультета, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: kryninalm@mail.ru.

Старцева Анна Андреевна – студент химического факультета, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: anka.startseva@gmail.com.

Поступила в редакцию 6 мая 2022 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF PALLADIUM COMPLEXES [Ph₃PCH₂-CH=CH₂]₂⁺[PdBr₄]₂²⁻, [Ph₃PCH₂C₆H₄OH-2]₂⁺[PdBr₄]₂²⁻ · 2 DMSO AND [Ph₃PC₆H₁₁-cyclo]⁺[PdBr₃(Et₂SO)]⁻

V.S. Senchurin, senchurinvs@susu.ru

V.S. Vasil'eva, vasileva.vs97@mail.ru

E.M. Krynina, kryninalm@mail.ru

A.A. Starceva, anka.startseva@gmail.com

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The interaction of palladium dibromide with allyl-, 2-hydroxybenzyl-, and cyclohexyltriphenylphosphonium bromides (2:1 mol.), followed by recrystallization of the reaction products from acetonitrile, dimethyl sulfoxide, and diethyl sulfoxide, respectively, has led to synthesis of complexes [Ph₃PCH₂-CH=CH₂]₂⁺[PdBr₄]₂²⁻ (**1**), [Ph₃PCH₂C₆H₄OH-2]₂⁺[PdBr₄]₂²⁻ · 2 DMSO (**2**), and [Ph₃PC₆H₁₁-cyclo]⁺[PdBr₃(Et₂SO-S)]⁻ (**3**). According to the X-ray analysis data obtained on an automatic diffractometer D8 Quest Bruker (Mo K_α-radiation, λ = 0.71073 Å, graphite monochromator) at 293 K, for crystals **1** [C₄₂H₄₀Br₄P₂Pd, M 1032.72, triclinic syngony, symmetry group P-1; cell parameters: a = 10.19(5) Å, b = 10.35(5) Å, c = 10.90(5) Å, α = 78.1(5) degrees, β = 76.0(2) degrees, γ = 75.6(2) degrees; V = 1067(9) Å³; crystal size is 0.28×0.27×0.17 mm; index ranges are -10 ≤ h ≤ 10, -10 ≤ k ≤ 10, -10 ≤ l ≤ 10; total reflections 6954; independent reflections 2198; R_{int} 0.0631; GOOF 1.028; R₁ = 0.0648, wR₂ = 0.1525; residual electron density 1.54/-1.02 e/Å³], **2** [C₅₄H₅₆Br₄O₄P₂PdS₂, M 1321.08, orthorhombic syngony, symmetry group Pbc_a; cell parameters: a = 14.976(15) Å, b = 15.315(17) Å, c = 24.97(2) Å, α = β = γ = 90.00 degrees; V = 5727(10) Å³; crystal size is 0.27×0.25×0.11 mm; index ranges are -17 ≤ h ≤ 17, -16 ≤ k ≤ 16, -28 ≤ l ≤ 28; total reflections 87312; independent reflections 4238; R_{int} 0.0826; GOOF 1.119; R₁ = 0.0475, wR₂ = 0.0981; residual electron density 0.80/-0.38 e/Å³], and **3** [C₂₈H₃₆Br₃OPPdS, M 797.73, orthorhombic syngony, symmetry group P2₁2₁2₁; cell parameters: a = 13.534(9) Å, b = 13.547(9) Å, c = 16.907(12) Å, α = β = γ = 90.00 degrees; V = 3100(4) Å³; crystal size is 0.55×0.37×0.33 mm; index ranges are -13 ≤ h ≤ 13, -13 ≤ k ≤ 13, -17 ≤ l ≤ 17; total reflections 33931; independent reflections 3559; R_{int} 0.0446; GOOF 1.117; R₁ = 0.0334, wR₂ = 0.0783; residual electron density 0.68/-0.64 e/Å³] the phosphorus atoms in cations have slightly distorted tetrahedral coordination with the CPC bond angles 106.9(7)–111.9(9) degrees, 106.1(3)–111.2(3) degrees, and 104.7(4)–113.8(4) degrees; the P–C bond lengths are 1.795(15)–1.862(18) Å, 1.767(7)–1.853(6) Å, 1.799(10)–1.802(9) Å, respectively. In the [PdBr₄]₂²⁻ mononuclear square planar anions of **1**, **2**, the BrPdBr *trans*- and *cis*-angles are 180 degrees and 88.3(4) degrees, 91.7(4) degrees, and 86.69(8) degrees, 93.31 (8) degrees; in the [PdBr₃(Et₂SO-S)]⁻ anion of complex **3** the BrPdBr-*trans* and SPdBr-*trans* angles are 177.29(6) degrees and 177.54(9) degrees, as distinct from the BrPdBr-*cis* (90.07(7) degrees, 90.15 (7) degrees), SPdBr-*cis* (88.26(10) degrees, 91.43(11) degrees). The Pd–Br bond lengths in **1–3** are 2.442(11), 2.463(9) Å, 2.4217(17), 2.4407(16) Å, and 2.4243(19)–2.4471(18) Å. The diethyl sulfoxide ligand in **3** is coordinated to the Pd atom *via* the sulfur atom; the Pd–S bond length is 2.263(3) Å. Structural organization in the crystals is caused by interionic hydrogen bonds (H···Br 2.93–3.00 Å (**1**), 2.85–2.97 Å (**2**), 2.85–2.91 Å (**3**) and H···O 2.47 Å in (**3**)). Complete tables of coordinates of atoms, bond lengths and valence angles for structures **1–3** are deposited at the Cambridge Structural Data Bank (No. 1990748 (**1**), 1898992 (**2**), 1898989 (**3**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

Keywords: palladium dibromide, organyltriphenylphosphonium bromide, acetonitrile, dimethylsulfoxide, diethylsulfoxide, synthesis, structure, X-ray analysis

References

1. Behnia A., Fard M.A., Blacquiere J.M., Puddephatt R.J. Cycloneophylpalladium(IV) Complexes: Formation by Oxidative Addition and Selectivity of Their Reductive Elimination Reactions. *Organometallics*. 2020;39(22):4037–4050. DOI: 10.1021/acs.organomet.0c00615.

2. Heckenroth M., Neels A., Garnier M.G., Aebi Ph., Ehlers A.W., Albrecht M. On the Electronic Impact of Abnormal C4-Bonding in N-Heterocyclic Carbene Complexes. *Chem. Eur. J.* 2009;15(37): 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.
3. Trofimov B.A., Vasilevsky S.F., Gusarova N.K., Malysheva S.F., Baranov D.S., Mamatyuk V.I., Gatilov Yu.V. Complex of *Tris*(Z-styryl)phosphine with PdCl₂ as a New Catalyst for the Sonogashira Reaction. *Mendeleev Commun.* 2008;18(6): 318–319. DOI: 10.1016/j.mencom.2008.11.010.
4. 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-κ²O,O')bis(tri(2-furyl)phosphine) Palladium(II) Tetrafluoroborate. *J. Struct. Chem.* 2021;62(8):1218–1228. DOI: 10.1134/S0022476621080072.
5. 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., Gusarova 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;86:94–97. DOI: 10.1016/j.inoche.2017.09.008.
6. Artem'ev A.V., Malysheva S.F., Gusarova N.K., Belogorlova N.A., Sukhov B.G., Sutyryna 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;72(4):443–450. DOI: 10.1016/j.tet.2015.11.009.
7. 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;61: 466–475. DOI: 10.1134/S0022476620030130.
8. Materne K., Braun-Cula B., Herwig C., Frank N., Limberg C. Bismuthanes as Hemilabile Donors in an O₂-Activating Palladium(0) Complex. *Chem. Eur. J.* 2017;23:11797–11801. DOI: 10.1002/chem.201703489.
9. 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;64(1):56–67. DOI: 10.1134/S0036023619010054.
10. 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;142(43):18698–18705. DOI: 10.1021/jacs.0c09505
11. 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;4(21): 5456–5462. DOI: 10.1039/C3PY00648D.
12. 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;1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
13. 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;28(7):2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
14. Schroeter F., Soellner J., Strassner T. Cross-Coupling Catalysis by an Anionic Palladium Complex *ACS Catal.* 2017;7(4):3004–3009. DOI: 10.1021/acscatal.6b03655.
15. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Palladium Complexes [Ph₄P]⁺₂[PdCl₄]²⁻. *Butlerov communications.* 2011;28 (20):31–34. (In Russ.).
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Andreev P.V. Palladium Complexes [Ph₃PC₆H₁₁-цикло]⁺[PdBr₃(DMSO-S)]⁻, [Ph₃PBu]⁺[PdCl₃(DMSO-S)]⁻ and [Ph₃PCH₂CH=CHCH₂PPh₃]²⁺[PdCl₄]⁻·DMFA: Synthesis and Structure. *Rus. J. Inorg. Chem.* 2018;63(6):747–752. DOI: 10.1134/S0036023618060220.
17. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Palladium Complexes [[Ph₃PhCH₂P]⁺[PdCl₃(dmsO)]⁻·dmsO, [Ph₄P]⁺[PdCl₃(dmsO)]⁻, and [Ph₄Sb(dmsO)]⁺[PdCl₃(dmsO)]⁻. *Rus. J. Inorg. Chem.* 2013;58 (5): 543–547. DOI: 10.1134/S0036023613050203.

18. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Guschin A.V. Synthesis and Structure of Palladium Complexes $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{DMSO})][\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]$. *Butlerov Communications*. 2012;29(2):26–30. (In Russ.).
19. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Guschin A.V. Features of Interaction of Tetra-bromopalladiumhydrogen Acid with Tetraorganylphosphonium Bromides in Various Solvents. Synthesis and Structure of Palladium Complex: $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_5\text{H}_9)\text{P}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{BuP}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_5\text{H}_9)\text{P}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$, $[\text{Ph}_3\text{BuP}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$ and $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{PdBr}_3(\text{DMSO})]^-$. *Butlerov Communications*. 2012;30(6):41–49. (In Russ.).
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Il'chenko I.A. The Palladium Complexes $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$, $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{Pd}_2\text{Br}_6]^{2-}$, and $[\text{Ph}_3(\text{cyclo-C}_3\text{H}_5)\text{P}]^+[\text{PdBr}_3(\text{dmsO})]^-$: Synthesis and Structures. *Rus. J. Coord. Chem.* 2015;41(7):462–469. DOI: 10.1134/S1070328415070088.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Il'chenko I.A., Andreev P.V. Synthesis and Structure of the Palladium Complexes $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{PdBr}_4]$, $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{Pd}_2\text{Br}_6]\cdot\text{DMF}$, and $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3][\text{PdBr}_3(\text{dmsO-S})]_2$. *Rus. J. Gen. Chem.* 2017;87(1):122–127. DOI: 10.1134/S1070363217010194.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structure of Palladium Complexes $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{dmsO})]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{AmP}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$ and $[\text{Ph}_3\text{EtP}]^+[\text{Pd}_2\text{I}_6]^{2-}$. *Butlerov Communications*. 2012;30(6):50–56. (In Russ.).
23. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
24. 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.
25. 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.
26. 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;10(3):51–58. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem180306.
27. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragána F., Alvarez S. Covalent Radii Revisited. *Dalton Trans.* 2008;21:2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.
28. Batsanov S.S. The Atomic Radii of the Elements. *Rus. J. Inorg. Chem.* 1991;36(12):3015–3037. (In Russ.).

Received 6 May 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Синтез и строение комплексов палладия $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH-2}]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}\cdot 2\text{DMSO}$ и $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-цикло}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO-S})]^-$ / В.С. Сенчурин, В.С. Васильева, Е.М. Крынина, А.А. Старцева // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 3. С. 71–81. DOI: 10.14529/chem220308

FOR CITATION

Senchurin V.S., Vasil'eva V.S., Kryнина E.M., Starceva A.A. Synthesis and structure of palladium complexes $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{-CH}=\text{CH}_2]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}$, $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH-2}]^+[\text{PdBr}_4]^{2-}\cdot 2\text{DMSO}$ and $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_{11}\text{-cyclo}]^+[\text{PdBr}_3(\text{Et}_2\text{SO})]^-$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022;14(3):71–81. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem220308