

СИНТЕЗ, СТРОЕНИЕ И ФОТОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПРОИЗВОДНЫХ: (2-MeO-5-BrC₆H₃)₃SbR₂, R = OC(O)C₆F₅, ON=CHC₆H₄Br-2, OSO₂C₆H₄CH₃-4

А.Н. Ефремов

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Окисление *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы гидропероксидом третичного бутила в диэтиловом эфире в присутствии пентафторбензойной кислоты, 2-бромбензальдоксима и 4-метилбензолсульфоновой кислоты (1:1:2 мольн.) приводит к образованию *бис*(пентафторбензоата) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (**1**), *бис*(2-бромбензальдоксимата) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (**2**), *бис*(4-метилбензолсульфоната) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (**3**) соответственно. Соединения идентифицированы методом рентгеноструктурного анализа (РСА). По данным РСА, атомы сурьмы в кристаллах **1** [C₃₅H₁₈Br₃F₁₀O₇Sb, *M* 1101,97; сингония триклинная, группа симметрии $P\bar{1}$; параметры ячейки: $a = 10,541(7)$, $b = 13,427(11)$, $c = 16,165(8)$ Å; $\alpha = 65,46(3)$, $\beta = 72,34(3)$, $\gamma = 68,58(3)$ град.; $V = 1906(2)$ Å³; размер кристалла 0,65×0,3×0,25 мм; интервалы индексов отражений $-14 \leq h \leq 14$, $-18 \leq k \leq 18$, $-21 \leq l \leq 21$; всего отражений 81715; независимых отражений 9657; R_{int} 0,0475; $GOOF$ 1,027; $R_1 = 0,0360$, $wR_2 = 0,0839$; остаточная электронная плотность 1,59/−1,67 e/Å³], **2** [C₃₅H₂₈Br₃N₂O₅Sb, *M* 1077,89; сингония моноклинная, группа симметрии $P2_1/c$; параметры ячейки: $a = 13,378(6)$, $b = 20,636(8)$, $c = 14,251(8)$ Å; $\alpha = 90$, $\beta = 100,955(19)$, $\gamma = 90$ град.; $V = 3863(3)$ Å³; размер кристалла 0,35×0,14×0,1 мм; интервалы индексов отражений $-16 \leq h \leq 17$, $-27 \leq k \leq 27$, $-19 \leq l \leq 19$; всего отражений 103306; независимых отражений 9780; R_{int} 0,0798; $GOOF$ 1,021; $R_1 = 0,0520$, $wR_2 = 0,1218$; остаточная электронная плотность 1,69/−1,54 e/Å³], **3** (соливат с бензолом) [C₄₁H₃₈Br₃O₉S₂Sb, *M* 1100,31; сингония триклинная, группа симметрии $P\bar{1}$; параметры ячейки: $a = 9,643(6)$, $b = 10,102(5)$, $c = 23,634(14)$ Å; $\alpha = 77,74(3)$, $\beta = 88,69(3)$, $\gamma = 74,82(3)$ град.; $V = 2170(2)$ Å³; размер кристалла 0,36×0,22×0,16 мм; интервалы индексов отражений $-13 \leq h \leq 12$, $-13 \leq k \leq 13$, $-31 \leq l \leq 31$; всего отражений 84202; независимых отражений 11146; R_{int} 0,0454; $GOOF$ 1,066; $R_1 = 0,0385$, $wR_2 = 0,0818$; остаточная электронная плотность 0,93/−0,78 e/Å³] имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксилатных, оксиматных и сульфонатных лигандов в аксиальных положениях (аксиальные углы составляют 176,4(1)° для **1**, 169,1(1)° для **2**, 169,72(9)° для **3**). Расстояния Sb–O составляют 2,086(2) и 2,120(2) Å для **1**, 2,069(3) и 2,072(3) Å для **2**, 2,134(3) и 2,118(3) Å для **3**. Длины связей Sb–C изменяются в интервалах 2,097(3)–2,108(3) Å для **1**, 2,119(6)–2,123(6) Å для **2**, 2,104(3)–2,123(3) Å для **3**. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2045964 для **1**, № 2064391 для **2**, № 2055547 для **3**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>). Изучена фотокаталитическая активность синтезированных соединений на примере фотодеструкции метиленового синего.

Ключевые слова: *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьма, 2-бромбензальдоксим, пентафторбензойная кислота, 4-метилбензолсульфоновая кислота, окислительный синтез, строение, рентгеноструктурный анализ, фотокаталитическая активность.

Введение

Производные триарилсурьмы общей формулы Ar₃SbX₂, где X – лиганд, связанный с атомом сурьмы через атом кислорода, являются биологически активными соединениями, оказывающими противоопухолевое, антилейшманиозное и антибактериальное действие [1–9], обладающими электрохимическими и фотолюминесцентными свойствами [10, 11]. Имеются примеры их использования в качестве фотокатализаторов [12–14]. Такие производные могут быть получены по реакциям замещения из дигалогенидов триарилсурьмы и кислоты НХ в присутствии акцептора галогеноводорода [1–8, 15–17]. Удобным одностадийным методом синтеза производных триарилсурьмы общей формулы Ar₃SbX₂ является окислительный метод. Так, например, были получены дикарбоксилаты [18, 19], диоксиматы [20, 21], дисульфонаты [22, 23] трифенил- и три-*пара*-толилсурьмы.

В настоящей работе продолжено изучение окислительного метода синтеза арильных соединений сурьмы(V) из триарилсурьмы на примере *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы и осуществлена проверка фотокаталитической активности полученных соединений.

Экспериментальная часть

Синтез бис(пентафторбензоата) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (2-CH₃O-5-BrC₆H₃)₃Sb[OC(O)C₆F₅]₂ (1). К раствору 100 мг (0,147 ммоль) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы и 62 мг (0,294 ммоль) пентафторбензойной кислоты в 30 мл эфира прибавляли 19 мг (0,147 ммоль) 70%-ного водного раствора *трет*-бутилгидропероксида и выдерживали 24 ч при 20 °С. После испарения растворителя остаток перекристаллизовывали из смеси растворителей бензол–*n*-октан (2:1 объемн.). Получили 147 мг (91 %) неокрашенных кристаллов соединения **1** с т. пл. 159 °С.

ИК-спектр, (ν , см⁻¹): 3103, 3016, 2943, 2850, 1678, 1649, 1577, 1521, 1494, 1475, 1442, 1377, 1334, 1282, 1259, 1184, 1149, 1114, 1107, 1093, 1047, 1014, 991, 925, 883, 825, 812, 752, 709, 671, 621, 586, 538, 518, 487, 443.

Найдено, %: С 38,28; Н 1,71. C₃₅H₁₈Br₃F₁₀O₇Sb. Вычислено, %: С 38,15; Н 1,65.

Аналогично получали соединения **2** и **3**.

Синтез бис(2-бромбензальдоксимата) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (2-CH₃O-5-BrC₆H₃)₃Sb(ON=CHC₆H₄Br-2)₂ (2). Бесцветные кристаллы, выход 86 %, т. пл. 180 °С. ИК-спектр, (ν , см⁻¹): 3061, 3007, 2935, 2841, 1571, 1473, 1438, 1373, 1327, 1282, 1269, 1247, 1207, 1178, 1143, 1116, 1089, 1047, 1018, 952, 877, 819, 806, 767, 754, 717, 694, 642, 619, 557, 518, 478, 443.

Найдено, %: С 39,51; Н 2,58. C₃₅H₂₈Br₃N₂O₅Sb. Вычислено, %: С 39,00; Н 2,62.

Синтез сольвата бис(4-метилбензолсульфоната) *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с бензолом (2-CH₃O-5-BrC₆H₃)₃Sb[OSO₂C₆H₄CH₃-4]₂ · PhH (3). Бежевые кристаллы, выход 85 %, т. пл. 185 °С. ИК-спектр, (ν , см⁻¹): 3066, 3001, 2941, 2885, 2839, 1575, 1560, 1475, 1436, 1377, 1311, 1301, 1280, 1257, 1182, 1163, 1132, 1097, 1041, 1010, 950, 916, 812, 678, 621, 569, 557, 524, 435, 422.

Найдено, %: С 44,64; Н 3,52. C₄₁H₃₈Br₃O₉S₂Sb. Вычислено, %: С 44,75; Н 3,49.

Элементный анализ на С и Н выполнен на элементном анализаторе Carlo Erba CHNS-O EA 1108. Температуры плавления измерены на синхронном термоанализаторе Netzsch 449C Jupiter.

ИК-спектры соединений **1–3** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см⁻¹.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов соединений **1–3** проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K α -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор) при 293 К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программ SMART и SAINT-Plus [24]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [25] OLEX2 [26]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ($U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{эки}}(\text{C})$). Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2045964 (**1**); 2064391 (**2**); 2055547 (**3**); deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

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

Параметр	1	2	3
Формула	C ₃₅ H ₁₈ Br ₃ F ₁₀ O ₇ Sb	C ₃₅ H ₂₈ Br ₃ N ₂ O ₅ Sb	C ₄₁ H ₃₈ Br ₃ O ₉ S ₂ Sb
<i>M</i>	1101,97	1077,89	1100,31
Сингония	триклинная	моноклинная	триклинная
Пр. группа	<i>P</i> $\bar{1}$	<i>P</i> 2 ₁ /с	<i>P</i> $\bar{1}$
<i>a</i> , Å	10,541(7)	13,378(6)	9,643(6)

Параметр	1	2	3
$b, \text{Å}$	13,427(11)	20,636(8)	10,102(5)
$c, \text{Å}$	16,165(8)	14,251(8)	23,634(14)
$\alpha, ^\circ$	65,46(3)	90	77,74(3)
$\beta, ^\circ$	72,34(3)	100,955(19)	88,69(3)
$\gamma, ^\circ$	68,58(3)	90	74,82(3)
$V, \text{Å}^3$	1906(2)	3863(3)	2170(2)
Z	2	4	2
$\rho(\text{выч.}), \text{г/см}^3$	1,920	1,853	1,684
$\mu, \text{мм}^{-1}$	3,964	5,928	3,546
$F(000)$	1060,0	2072,0	1088,0
Размер кристалла, мм	$0,65 \times 0,3 \times 0,25$	$0,35 \times 0,14 \times 0,1$	$0,36 \times 0,22 \times 0,16$
Область сбора данных по 2θ , град	6,158–57	6,092–56,998	6,102–57,482
Интервалы индексов отражений	$-14 \leq h \leq 14,$ $-18 \leq k \leq 18,$ $-21 \leq l \leq 21$	$-16 \leq h \leq 17,$ $-27 \leq k \leq 27,$ $-19 \leq l \leq 19$	$-13 \leq h \leq 12,$ $-13 \leq k \leq 13,$ $-31 \leq l \leq 31$
Измерено отражений	81715	103306	84202
Независимых отражений	9657	9780	11146
R_{int}	0,0475	0,0798	0,0454
Переменных уточнения	540	437	499
GOOF	1,027	1,021	1,066
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0360,$ $wR_2 = 0,0839$	$R_1 = 0,0520,$ $wR_2 = 0,1218$	$R_1 = 0,0385,$ $wR_2 = 0,0818$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0466,$ $wR_2 = 0,0893$	$R_1 = 0,0890,$ $wR_2 = 0,1413$	$R_1 = 0,0516,$ $wR_2 = 0,0866$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{Å}^3$	1,59/–1,67	1,69/–1,54	0,93/–0,78

Таблица 2

Длины связей и валентные углы в молекулах соединений 1–3

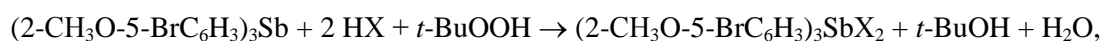
Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град.}$
1			
Sb(1)–O(4)	2,086(2)	O(4)Sb(1)O(6)	176,38(9)
Sb(1)–O(6)	2,120(2)	O(4)Sb(1)C(1)	98,91(12)
Sb(1)–C(1)	2,108(3)	O(4)Sb(1)C(11)	88,10(12)
Sb(1)–C(11)	2,097(3)	O(4)Sb(1)C(21)	87,94(11)
Sb(1)–C(21)	2,111(3)	C(1)Sb(1)O(6)	82,82(12)
Sb(1)⋯O(1)	3,093(3)	C(1)Sb(1)C(21)	124,58(12)
Sb(1)⋯O(2)	3,183(4)	C(11)Sb(1)O(6)	88,32(12)
Sb(1)⋯O(3)	3,094(3)	C(11)Sb(1)C(1)	110,79(13)
Sb(1)⋯O(5)	3,212(3)	C(11)Sb(1)C(21)	124,43(13)
Sb(1)⋯O(7)	3,338(4)	C(21)Sb(1)O(6)	93,70(11)
2			
Sb(1)–O(4)	2,069(3)	O(4)Sb(1)O(5)	169,11(15)
Sb(1)–O(5)	2,072(3)	O(4)Sb(1)C(1)	94,33(17)
Sb(1)–C(1)	2,123(5)	O(4)Sb(1)C(11)	80,88(17)
Sb(1)–C(11)	2,123(6)	O(4)Sb(1)C(21)	89,54(18)
Sb(1)–C(21)	2,119(6)	O(5)Sb(1)C(1)	96,49(17)
Sb(1)⋯O(1)	3,035(4)	O(5)Sb(1)C(11)	92,70(17)
Sb(1)⋯O(2)	3,074(6)	O(5)Sb(1)C(21)	87,00(17)
Sb(1)⋯O(3)	3,165(5)	C(1)Sb(1)C(11)	119,2(2)
Sb(1)⋯N(1)	2,895(4)	C(21)Sb(1)C(1)	115,2(2)
Sb(1)⋯N(2)	2,887(4)	C(21)Sb(1)C(11)	125,2(2)
3			
Sb(1)–O(7)	2,134(3)	O(4)Sb(1)O(7)	169,72(9)

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град.
Sb(1)–O(4)	2,118(3)	O(4)Sb(1)C(11)	84,88(11)
Sb(1)–C(11)	2,123(3)	C(11)Sb(1)O(7)	89,50(11)
Sb(1)–C(21)	2,108(3)	C(21)Sb(1)O(7)	84,55(11)
Sb(1)–C(1)	2,104(3)	C(21)Sb(1)O(4)	91,30(11)
Sb(1)⋯O(1)	3,092(3)	C(21)Sb(1)C(11)	123,10(12)
Sb(1)⋯O(2)	2,952(3)	C(1)Sb(1)O(7)	91,54(12)
Sb(1)⋯O(3)	3,073(3)	C(1)Sb(1)O(4)	98,73(11)
Sb(1)⋯O(5)	3,740(4)	C(1)Sb(1)C(11)	125,96(12)
Sb(1)⋯O(8)	3,312(3)	C(1)Sb(1)C(21)	110,77(12)

Фотокаталитическую активность соединений **1–3** оценивали путем фотодеградации в их присутствии водного раствора красителя метиленового синего (МС) при температуре окружающей среды 20 °С. Фотокаталитические реакции выполнены по методике [12]. Навески **1–3** массой 20 мг и 50 мл водного раствора МС концентрации 5 мг/л помещали в кварцевый стакан объемом 100 мл. Для установления адсорбционно-десорбционного равновесия полученную суспензию перемешивали на магнитной мешалке в темноте в течение 30 мин. Фотокаталитический тест проводили при помощи облучателя (длина волны – 395 нм, полуширина пика излучения – 2 нм, освещённость – 600 Вт/м²). Облучатель с кварцевым стаканом помещали на магнитную мешалку. Суспензию облучали при постоянном перемешивании в течение 1 ч. Отбор проб проводили каждые 15 мин шприцом, далее отфильтровывали в кювету через мембранный шприцевой фильтр с размерами пор 0,22 мкм. Измерение концентрации МС осуществляли методом УФ-спектроскопии с помощью спектрометра Shimadzu UV2700 при длине волны 291 нм (раствор сравнения – дистиллированная вода).

Обсуждение результатов

Найдено, что взаимодействие *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с пентафторбензойной кислотой, 2-бромбензальдоксимом и 4-метилбензолсульфоновой кислотой в присутствии *трет*-бутилгидропероксида при мольном соотношении реагентов 1:2:1 в диэтиловом эфире приводит к образованию дикарбоксилата, диоксимата и дисульфоната *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы соответственно с выходом до 98 %.



После перекристаллизации твердого остатка из смеси растворителей *n*-октан–бензол (1:2 объемн.) получены кристаллы, пригодные для рентгеноструктурного анализа (РСА).

В ИК-спектрах соединений **1–3** наблюдается полоса поглощения средней интенсивности валентных колебаний связей Sb–C при 443, 443 и 446 см⁻¹ соответственно. Валентным колебаниям карбонильной группы в ИК-спектре соединения **1** соответствует полоса поглощения при 1678 см⁻¹, колебаниям ν(C=N) в **2** – при 1554 см⁻¹, колебаниям ν(S=O) в **3** – при 1163 см⁻¹. Полосы поглощения, характеризующие колебания ν(C_{Ar}–O–C_{Me}) в арильных лигандах, наблюдаются при 1014, 1047 (**1**), 1018, 1047 (**2**) и 1010, 1041 (**3**) см⁻¹. Полосы поглощения валентных колебаний метильных групп расположены в ИК-спектрах при 2943 (**1**), 2935 (**2**) и 2941 (**3**) см⁻¹ (асимметричные колебания) и при 2850 (**1**), 2841(**2**) и 2839 (**3**) см⁻¹ (симметричные колебания). ИК-спектры соединений также содержат характерные полосы валентных колебаний углеродного скелета ароматических фрагментов: 1577, 1494, 1442 см⁻¹ для **1**, 1571, 1473, 1438 см⁻¹ для **2**, 1575, 1475, 1438 см⁻¹ для **3**. Валентным колебаниям связей C_{Ar}–H отвечает полоса поглощения средней интенсивности при 3103 (**1**), 3061 (**2**) и 3066 (**3**) см⁻¹ [27–29].

По данным РСА в молекулах производных *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы атомы сурьмы имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксилатных, оксиматных и сульфонатных лигандов в аксиальных положениях (рис. 1–3). Дисульфонат триарилсурьмы после перекристаллизации представляет собой сольват (2-CH₃O-5-

Химия элементоорганических соединений

$\text{BrC}_6\text{H}_3)_3\text{Sb}(\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3)_2 \cdot \text{PhH}$ (**3**). В молекуле дикарбоксилата триарилсурьмы **1** фрагмент – C_6F_5 разупорядочен по двум положениям с заселенностью атомов 0,41/0,59.

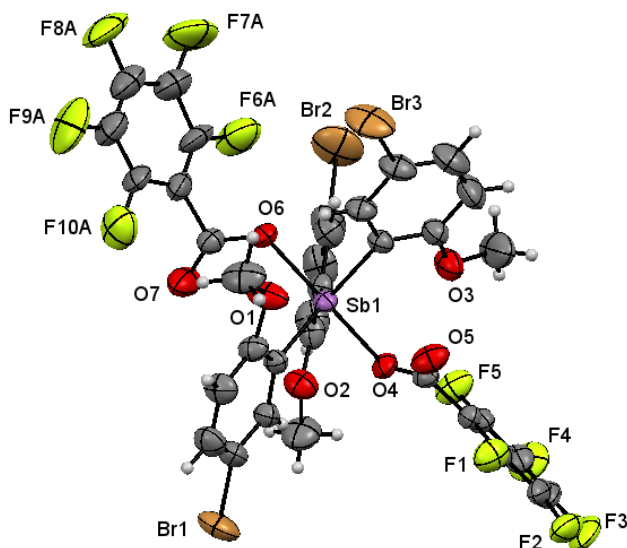


Рис. 1. Строение соединения **1** (разупорядоченные атомы не приведены)

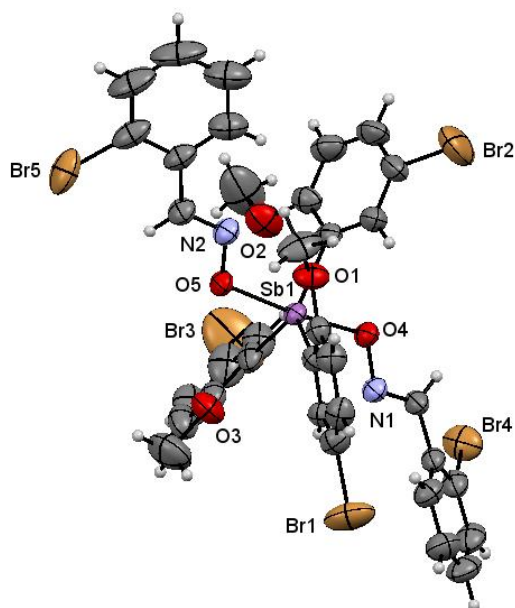


Рис. 2. Строение соединения **2**

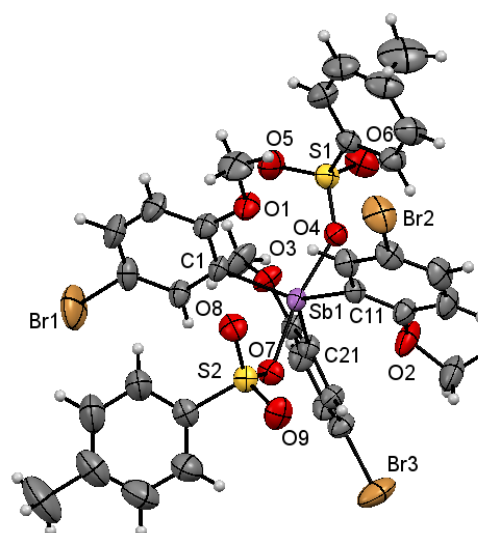


Рис. 3. Строение соединения **3**
(сольватная молекула бензола не приведена)

Суммы углов в экваториальной плоскости CSbC в молекулах **1–3** составляют $359,8(2)^\circ$, $359,6(2)^\circ$ и $359,83(12)^\circ$ соответственно. Аксиальные углы OSbO отклоняются от значения в 180° и составляют $176,4(1)^\circ$ (**1**), $169,1(1)^\circ$ (**2**) и $169,72(9)^\circ$ (**3**). Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости $[\text{C}_3]$ на $0,056$ (**1**), $0,073$ (**2**) и $0,051$ (**3**) Å. Плоские арильные кольца повернуты вокруг связей $\text{Sb}-\text{C}_{\text{экв}}$ таким образом, чтобы минимизировать внутри- и межмолекулярные взаимодействия.

Экваториальные заместители в диоксимате *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы **2** находятся дальше от центрального атома (длины связей $\text{Sb}-\text{C}$ изменяются в пределах $2,119(6)$ – $2,123(6)$ Å), чем аксиальные (расстояния $\text{Sb}-\text{O}$ составляют $2,069(3)$ и $2,072(3)$ Å). Обратное наблюдается в дисульфонате триарилсурьмы **3**, а в дикарбоксилате **1** удаленность заместителей от атома сурьмы практически одинакова. Длины связей $\text{Sb}-\text{C}$ и $\text{Sb}-\text{O}$ при этом равны $2,097(3)$ – $2,108(3)$ Å и $2,086(2)$, $2,120(2)$ Å в **1**, $2,104(3)$ – $2,123(3)$ Å и $2,134(3)$, $2,118(3)$ Å в **3**.

Как правило, карбоксилатные лиганды в молекулах структурно охарактеризованных дикарбоксилатов триарилсурьмы имеют *цис*-ориентацию относительно экваториального фрагмента C₃Sb и формирование внутримолекулярных контактов Sb...O(=C) происходит внутри одного экваториального угла, значение которого может возрастать до 161,47(6)° [30]. Однако в соединении **1** карбонильные атомы кислорода находятся напротив разных экваториальных углов, которые изменяются в интервалах 110,8(1)–124,6(1)°, как и в ранее охарактеризованных молекулах дикарбоксилатов *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы [31]. Внутримолекулярные расстояния Sb...O(=C) равны 3,212(3), 3,338(4) Å, что меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов Sb и O (3,58 Å [32]). В структуре диоксимата триарилсурьмы **2** присутствуют внутримолекулярные контакты между атомами сурьмы и азота оксиматных лигандов. Расстояния Sb...N составляют 2,895(4), 2,887(4) Å. В соединении **3** наблюдается дополнительная координация только одного сульфонатного лиганда, расстояние Sb...O(=S) составляет 3,312(4) Å.

В молекулах **1–3** наблюдаются укороченные расстояния между атомами кислорода метокси-групп и атомом сурьмы (3,085(7), 3,087(6), 3,165(6) Å для **1**, 3,035(4), 3,074(6), 3,165(5) Å для **2**, 2,952(3), 3,073(3), 3,092(3) Å для **3**), что близко к значениям аналогичных расстояний в молекуле *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы (2,985, 3,051 и 3,052 Å [33]), вследствие чего координационное число атома металла повышается в **1** и **2** до 10 (5+2+3), а в **3** – до 9 (5+1+3).

Формирование пространственной сетки в кристалле соединения **1** обусловлено наличием слабых водородных связей типа C=O...H–C (2,63, 2,57 Å) и C–F...H–C (2,50, 2,42, 2,54, 2,66, 2,61 Å). В кристалле соединения **2** присутствуют межмолекулярные контакты =N–O...H–C (2,49, 2,68, 2,56 Å) и C–Br...H–C (2,86 Å). Пространственная сетка кристалла соединения **3** формируется посредством образования слабых водородных связей типа S=O...H–C (2,40, 2,69, 2,57, 2,63 Å). Сольватная молекула бензола также принимает участие в упаковке молекул соединения **3**, образуя межмолекулярные водородные связи типа Ph–H...Br–C (2,92 Å). Во всех кристаллических структурах наблюдаются SH...π-взаимодействия.

Для оценки фотокаталитической активности соединений проводили фотодеградацию в их присутствии водного раствора МС. При этом в отсутствие комплексов разложение МС не наблюдалось. Потеря МС на шприцевом фильтре составила в среднем 0,6 мг/л и учтена при расчетах. Результаты исследований представлены на рис. 4 в виде зависимости концентрационных соотношений (C/C₀) красителя МС от времени облучения (τ, мин).

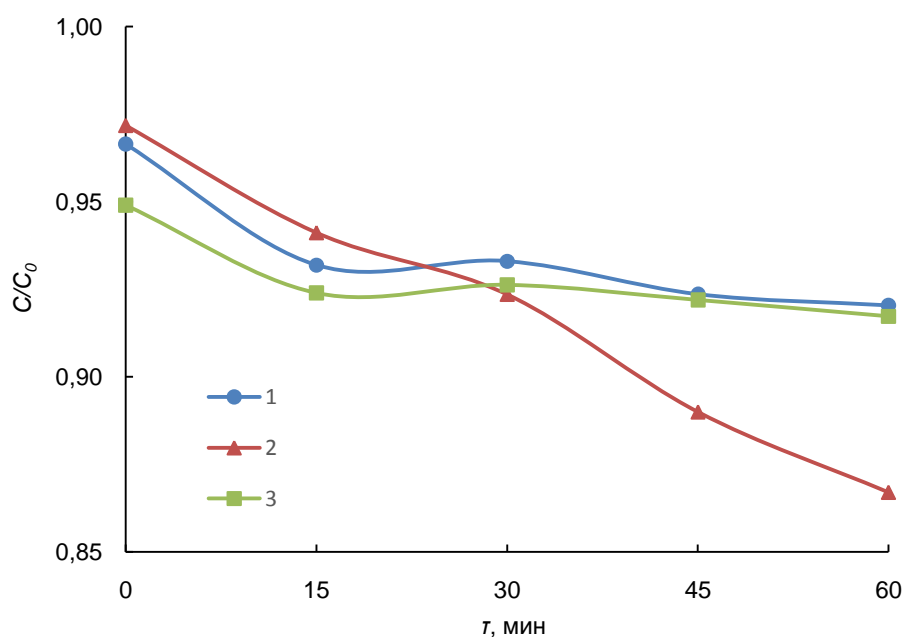


Рис. 4. Изменение приведенной концентрации (C/C₀) при УФ-облучении (τ, мин) раствора МС в присутствии 1–3

Так, при облучении в течение 60 мин растворов, содержащих **1–3**, разложение МС составило 4,8, 10,8, 3,3 % соответственно, что существенно ниже, чем при использовании в качестве фотокатализаторов (2-CH₃O-5-BrC₆H₃)₃Sb[OC(O)R]₂ (R = C₆H₄-2,3,4,5, CF₂Br, CF₂CF₂CF₃), где распад МС составлял 20–26 % [13]. Снижение концентрации МС в растворах, содержащих соединения **1** и **3**, в результате сорбции сопоставимо со снижением его концентрации в результате фотокатализа.

Выводы

Таким образом, взаимодействие *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы с пентафторбензойной кислотой, 2-бромбензальдоксимом и 4-метилбензолсульфоновой кислотой в присутствии *трет*-бутилгидропероксида (1:2:1 мольн.) приводит к образованию дикарбоксилата, диоксимата и дисульфоната *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы. По данным РСА, в молекулах производных *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы атомы сурьмы имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксилатных, оксиматных и сульфонатных лигандов в аксиальных положениях. В молекулах синтезированных соединений наблюдаются короткие контакты между атомами кислорода метокси-групп и атомом сурьмы. Соединения обладают низкой фотокаталитической активностью разложения метиленового синего под действием УФ-облучения.

Финансирование работы

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

Благодарность

Выражаю благодарность проф. В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

Литература

1. Synthesis and *in vitro* antitumor activity of some triarylantimony *di*(N-phenylglycinates) / Yu L., Ma Y.-Q., Wang G.-C., Li J.-S. // *Heteroat. Chem.* 2004. Vol. 15, no. 1. P. 32–36. DOI: 10.1002/hc.10208
2. Structural elucidation and bioassays of newly synthesized pentavalent antimony complexes / T. Iftikhar, M.K. Rauf, S. Sarwar et al. // *J. Organomet. Chem.* 2017. Vol. 851. P. 89–96. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2017.09.002
3. A structural investigation of heteroleptic pentavalent antimonials and their leishmanicidal activity / R. Mushtaq, M.K. Rauf, M. Bond et al. // *Appl. Organomet. Chem.* 2016. Vol. 30, no. 6. P. 465–472. DOI: 10.1002/aoc.3456
4. Structural investigations, anti-leishmanial, antibacterial and docking studies of new pentavalent antimony carboxylates / L. Saleem, A.A. Altaf, A. Badshah et al. // *Inorg. Chim. Acta.* 2018. Vol. 474. P. 148–155. DOI: 10.1016/j.ica.2018.01.036
5. Novel triphenylantimony(V) and triphenylbismuth(V) complexes with benzoic acid derivatives: structural characterization, *in vitro* antileishmanial and antibacterial activities and cytotoxicity against macrophages / A. Islam, J.G. Da Silva, F.M. Berbet et al. // *Molecules.* 2014. Vol. 19, no. 5. P. 6009–6030. DOI: 10.3390/molecules19056009
6. Synthesis, characterization and antileishmanial studies of some bioactive heteroleptic pentavalent antimonials / R. Mushtaq, M.K. Rauf, M. Bolt et al. // *Appl. Organomet. Chem.* 2016. Vol. 31, no. 5. P. e3606. DOI: 10.1002/aoc.3606
7. Ma Y.Q., Yu L., Li J.S. Synthesis and biological activity of some triarylantimony dipyrazolecarboxylates // *Heteroat. Chem.* 2002. Vol. 13, no. 4. P. 299–301. DOI: 10.1002/hc.10033
8. Anti-leishmanial activity of heteroleptic organometallic Sb(V) compounds / M.I. Ali, M.K. Rauf, A. Badshah et al. // *Dalton Trans.* 2013. Vol. 42, no. 48. P. 16733. DOI: 10.1039/c3dt51382c
9. Perspectives of antimony compounds in oncology / P. Sharma, D. Perez, A. Cabrera et al. // *Acta Pharm. Sinica.* 2008. Vol. 29, no. 8. P. 881–890. DOI: 10.1111/j.1745-7254.2008.00818.x
10. Synthesis, X-ray studies, electrochemical properties, evaluation as *in vitro* cytotoxic and antibacterial agents of two antimony(III) complexes with dipicolinic acid / S. Abdolmaleki, N. Yarmohammadi, H. Adib et al. // *Polyhedron.* 2019. Vol. 159. P. 239–250. DOI: 10.1016/J.POLY.2018.11.063
11. Crystals of Sb³⁺-coordination complexes exhibiting yellowish green emissions with outstanding lifetimes / H.-X. Qi, H. Jo, H.E. Lee et al. // *J. Solid State Chem.* 2019. Vol. 274. P. 69–74. DOI: 10.1016/J.JSSC.2019.03.018

12. Two organoantimony (V) coordination complexes modulated by isomers of trifluoromethylbenzoate ligands: syntheses, crystal structure, photodegradation properties / X.-Y. Zhang, L. Cui, X. Zhang et al. // J. Mol. Struct. 2017. Vol. 1134. P. 742–750. DOI: 10.1016/j.molstruc.2017.01.039
13. Синтез, строение и фотохимические свойства комплексов Ar₃Sb[OC(O)C₆HF₄-2,3,4,5]₂, Ar₃Sb[OC(O)CF₂Br]₂, Ar₃Sb[OC(O)CF₂CF₂CF₃]₂ (Ar = C₆H₃OMe-2-Br-5) / Е.В. Артемьева, О.К. Шарутина, В.В. Шарутин, А.В. Буланова // Журн. неорг. химии. 2020. Т. 65, № 1. С. 25–33. DOI: 10.31857/S0044457X20010031
14. Synthesis and structure of a new tetranuclear macrocyclic antimony(v) complex / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Yu.O. Gubanova et al. // Mendeleev Commun. 2020. Vol. 30. P. 97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.032
15. Synthesis of heteroleptic pentavalent antimonials bearing heterocyclic cinnamate moieties and their biological studies / S. Sarwar, T. Iftikhar, M.K. Rauf et al. // Inorg. Chim. Acta. 2018. V. 476. P. 12–19. DOI: 10.1016/j.ica.2018.02.005
16. Investigations on the reactivity of arylantimony halides with N,O-donor ligands / P. Kishore, J. Ali, G. Narasimhulu, V. Baskar // J. Chem. Sci. 2018. Vol. 130, no. 7. P. 100. DOI: 10.1007/s12039-018-1495-3
17. Yin H., Quan L., Li L. Synthesis, spectroscopic and structural aspects of triphenylantimony(V) complex with internally functionalized acetylferroceneoxime: crystal and molecular structures of [C₅H₅FeC₅H₄C(CH₃)=NO]₂SbPh₃ and C₅H₅FeC₅H₄C(CH₃)=NOH // Inorg. Chem. Commun. 2008. Vol. 11. P. 1121–1124. DOI: 10.1016/j.inoche.2008.06.017
18. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Котляров А.П. Синтез и строение фенилпропионатов тетра- и трифенилсурьмы // Журн. неорганической химии. 2015. Т. 60, № 4. С. 525–528. DOI: 10.7868/S0044457X15040236
19. Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение дикарбоксилатов *трис*(4-фторфенилсурьмы): (4-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)R]₂, R = CH₂I, C₆F₅ // Изв. АН. Сер. хим. 2017. № 4. С. 707–710.
20. 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*(μ₃-2-hydroxybenzaloximate-O,O',N)-(μ₂-oxo)-*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. Vol. 6, no. 2. P. 5–14. DOI: 10.14529/chem220213
21. Синтез и строение диоксиматов трифенилсурьмы Ph₃Sb(ON=CHR)₂ (R = C₆H₄NO₂-2, C₆H₄NO₂-3, C₆H₄Br-2, C₆H₄Br-3, C₄H₂ONO₂-5) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Д.М. Габитова, С.Я. Шайхвалеева // Журн. неорганической химии. 2017. Т. 62, № 1. С. 61–68. DOI: 10.7868/S0044457X17010172
22. Синтез и строение моно-, би- и триарилсульфонатных производных триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. неорг. химии. 2018. Т. 63, № 7. С. 823–830. DOI: 10.1134/S0044457X18070188
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchutin V.S. Synthesis and structure of tri(*meta*-tolyl)antimony *bis*(benzenesulfonate) // Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry. 2015. Vol. 7, no. 4. P. 93–97. DOI: 10.14529/chem150412
24. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data collection and processing software for the SMART system. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
25. 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.
26. OLEX2: a complete structure solution, refinement and analysis program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea, J.A.K. Howard, H. Puschmann // J. Appl. Cryst. 2009. Vol. 42. P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726
27. Тарасевич Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений. М.: МГУ, 2012. 54 с.
28. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Щукин, Т.Г. Федупина. СПб.: СПбГЛТА, 2007. 54 с.
29. Spectral database for organic compounds, SDBS. Release 2021. National institute of advanced industrial science and technology. [Электронный ресурс]. URL: <https://sdb.sdb.aist.go.jp> (дата обращения: 10.09.2022).

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

31. Cambridge Crystallographic Database. Release 2020. Cambridge. deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>

32. Covalent radii revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats, M. Reves, J. Echeverria, E. Cremades, F. Barragan, S. Alvarez // Dalton Trans. 2008. Iss. 21. P. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J

33. 2-Метокси-5-бромфенильные соединения сурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, В.С. Сенчуриин, О.К. Шарутина, О.В. Чагарова // Журн. общ. химии. 2011. Т. 81, № 10. С. 1649–1652.

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

Поступила в редакцию 4 августа 2022 г.

DOI: 10.14529/chem220403

SYNTHESIS, STRUCTURE, AND PHOTOCHEMICAL PROPERTIES OF DERIVATIVES: (2-MeO-5-BrC₆H₃)₃SbR₂, R = OC(O)C₆F₅, ON=CHC₆H₄Br-2, OSO₂C₆H₄CH₃-4

A.N. Efremov, efremov_an94@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Oxidation of *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony with tertiary butyl hydroperoxide in diethyl ether in the presence of pentafluorobenzoic acid, 2-bromobenzaldoxime, and 4-methylbenzenesulfonic acid (1:1:2 mole ratio) leads to formation of *bis*(pentafluorobenzoate) *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony (**1**), *bis*(2-bromobenzaldoximate) *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony (**2**), *bis*(4-methylbenzenesulfonate) *tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony (**3**), respectively. The compounds have been identified by X-ray diffraction analysis. According to the X-ray diffraction data, the antimony atoms in crystals **1** [C₃₅H₁₈Br₃F₁₀O₇Sb, *M* 1101.97; triclinic system, space group *P* $\bar{1}$; cell parameters: *a* = 10.541(7), *b* = 13.427(11), *c* = 16.165(8) Å; α = 65.46(3), β = 72.34(3), γ = 68.58(3) deg.; *V* = 1906(2) Å³; crystal size 0.65 × 0.3 × 0.25 mm; index ranges $-14 \leq h \leq 14$, $-18 \leq k \leq 18$, $-21 \leq l \leq 21$; total reflections 81715; independent reflections 9657; *R*_{int} 0.0475; *GOOF* 1.027; *R*₁ = 0.0360, *wR*₂ = 0.0839; residual electron density 1.59/–1.67 e/Å³], **2** [C₃₅H₂₈Br₅N₂O₅Sb, *M* 1077.89; monoclinic system, space group *P*2₁/*c*; cell parameters: *a* = 13.378(6), *b* = 20.636(8), *c* = 14.251(8) Å; α = 90, β = 100.955(19), γ = 90 deg.; *V* = 3863(3) Å³; crystal size 0.35 × 0.14 × 0.1 mm; index ranges $-16 \leq h \leq 17$, $-27 \leq k \leq 27$, $-19 \leq l \leq 19$; total reflections 103306; independent reflections 9780; *R*_{int} 0.0798; *GOOF* 1.021; *R*₁ = 0.0520 *wR*₂ = 0.1218; residual electron density 1.69/–1.54 e/Å³], **3** (benzene solvate) [C₄₁H₃₈Br₃O₉S₂Sb, *M* 1100.31; triclinic system, space group *P* $\bar{1}$; cell parameters: *a* = 9.643(6), *b* = 10.102(5), *c* = 23.634(14) Å; α = 77.74(3), β = 88.69(3), γ = 74.82(3) deg.; *V* = 2170(2) Å³; crystal size 0.36 × 0.22 × 0.16 mm; index ranges $-13 \leq h \leq 12$, $-13 \leq k \leq 13$, $-31 \leq l \leq 31$; total reflections 84202; independent reflections 11146; *R*_{int} 0.0454; *GOOF* 1.066; *R*₁ = 0.0385, *wR*₂ = 0.0818; residual electron density 0.93/–0.78 e/Å³] have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the oxygen atoms of the carboxylate, oximate and sulfonate ligands in axial positions (the axial angles are 176.4(1)° for **1**, 169.1(1)° for **2**, 169.72(9)° for **3**). The Sb–O distances are 2.086(2) and 2.120(2) Å for **1**, 2.069(3) and 2.072(3) Å for **2**, 2.134(3) and 2.118(3) Å for **3**. The Sb–C bond lengths vary in the intervals 2.097(3)–2.108(3) Å in **1**, 2.119(6)–2.123(6) Å in **2**, 2.104(3)–2.123(3) Å in **3**. Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and bond angles for the structures are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (No. 2045964 for **1**, No. 2064391 for **2**, No. 2055547 for **3**; depo-

sit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>). The photocatalytic activity of the synthesized compounds was studied by photodestruction of methylene blue as an example.

Keywords: tris(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony, 2-bromobenzaldoxime, pentafluorobenzoic acid, 4-methylbenzenesulfonic acid, oxidative synthesis, structure, X-ray diffraction analysis, photocatalytic activity

References

1. Yu L., Ma Y.-Q., Wang G.-C., Li J.-S. Synthesis and *in vitro* antitumor activity of some triarylantimony di(N-phenylglycinates). *Heteroat. Chem.* 2004;15(1):32–36. DOI: 10.1002/hc.10208
2. Iftikhar T., Rauf M.K., Sarwar S., Badshah A., Waseem D., Tahir M.N., Khan A., Khan K.M., Khan G.M. Structural elucidation and bioassays of newly synthesized pentavalent antimony complexes. *J. Organomet. Chem.* 2017;851:89–96. DOI: 10.1016/j.jorgchem.2017.09.002
3. Mushtaq R., Rauf M.K., Bond M., Badshah A., Ali M.I., Nadhman A., Yasinzai M., Tahir M.N. A structural investigation of heteroleptic pentavalent antimonials and their leishmanicidal activity. *Appl. Organomet. Chem.* 2016;30:465–472. DOI: 10.1002/aoc.3456
4. Saleem L., Altaf A.A., Badshah A., Rauf, M.K., Waseem A., Danish M., Azam S.S., Arshad M.N., Asiria A.M., Ahmad S., Gul R. Inorg. Structural investigations, anti-leishmanial, antibacterial and docking studies of new pentavalent antimony carboxylates. *Inorg. Chim. Acta.* 2018;474:148–155. DOI: 10.1016/j.ica.2018.01.036
5. Islam A., Da Silva J.G., Berbet F.M., Da Silva S.M., Rodrigues B.L., Beraldo H., Melo M.N., Frézard F., Demicheli C. Novel triphenylantimony(V) and triphenylbismuth(V) complexes with benzoic acid derivatives: structural characterization, *in vitro* antileishmanial and antibacterial activities and cytotoxicity against macrophages. *Molecules.* 2014;19(5):6009–6030. DOI: 10.3390/molecules19056009
6. Mushtaq R., Rauf M.K., Bolt M., Nadhman A., Badshah A., Tahir M.N., Yasinzai M., Khan K.M. Synthesis, characterization and antileishmanial studies of some bioactive heteroleptic pentavalent antimonials. *Appl. Organomet. Chem.* 2015; 31(5):e3606. DOI: 10.1002/aoc.3606
7. Ma Y.Q., Yu L., Li J.S. Synthesis and biological activity of some triarylantimony dipyrazolecarboxylates. *Heteroat. Chem.* 2002;13(4):299–301. DOI: 10.1002/hc.10033
8. Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A., Kumar I., Forsyth C.M., Junk P.C., Kedzierski L., Andrews P.C. Anti-leishmanial activity of heteroleptic organometallic Sb(V) compounds. *Dalton Trans.* 2013; 42(48):16733. DOI: 10.1039/c3dt51382c
9. Sharma P., Perez D., Cabrera A., Rosas N., Arias J.L. Perspectives of antimony compounds in oncology. *Acta Pharm. Sinica.* 2008;29(8):881–890. DOI: 10.1111/j.1745-7254.2008.00818.x
10. Abdolmaleki S., Yarmohammadi N., Adibi H., Ghadermazi M., Ashengroph M., Rudbari H.A., Bruno G. Synthesis, X-ray studies, electrochemical properties, evaluation as *in vitro* cytotoxic and antibacterial agents of two antimony(III) complexes with dipicolinic acid. *Polyhedron.* 2019;159:239–250. DOI: 10.1016/J.POLY.2018.11.063
11. Qi H.-X., Jo H., Lee H.E., Hong J., Ok K.M. Crystals of Sb³⁺-coordination complexes exhibiting yellowish green emissions with outstanding lifetimes. *J. Solid State Chem.* 2019;274:69–74. DOI: 10.1016/J.JSSC.2019.03.018
12. Zhang X.-Y., Cui L., Zhang X., Jin F., Fan Y.-H. Two organoantimony (V) coordination complexes modulated by isomers of trifluoromethylbenzoate ligands: syntheses, crystal structure, photodegradation properties. *J. Mol. Struct.* 2017;1134:742–750. DOI: 10.1016/j.molstruc.2017.01.039
13. Artem'eva E.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bulanova A.V. Complexes Ar₃Sb[OC(O)C₆HF₄-2,3,4,5]₂, Ar₃Sb[OC(O)CF₂Br]₂, and Ar₃Sb[OC(O)CF₂CF₂CF₃]₂ (Ar = C₆H₃OMe-2-Br-5): synthesis, structure, and photochemical properties. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(7):22–29. DOI: 10.1134/S0036023620010039
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Yu.O., Fominykh A.S., Eltsov O.S. Synthesis and structure of a new tetranuclear macrocyclic antimony(V) complex. *Mendeleev Commun.* 2020;30:97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.032
15. Sarwar S., Iftikhar T., Rauf M.K., Badshah A., Waseem D., Tahir M.N., Khan K.M., Khan G.M. Synthesis of heteroleptic pentavalent antimonials bearing heterocyclic cinnamate moieties and their biological studies. *Inorg. Chim. Acta.* 2018;476:12–19. DOI: 10.1016/j.ica.2018.02.005
16. Kishore P., Ali J., Narasimhulu G., Baskar V. Investigations on the reactivity of arylantimony halides with N,O-donor ligands. *J. Chem. Sci.* 2018;130(7):100. DOI: 10.1007/s12039-018-1495-3

17. Yin H., Quan L., Li L. Synthesis, spectroscopic and structural aspects of triphenylantimony(V) complex with internally functionalized acetylferroceneoxime: crystal and molecular structures of $[C_5H_5FeC_5H_4C(CH_3)=NO]_2SbPh_3$ and $C_5H_5FeC_5H_4C(CH_3)=NOH$. *Inorg. Chem. Commun.* 2008;11:1121–1124. DOI: 10.1016/j.inoche.2008.06.017
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kotlyarov A.R. Synthesis and structure of tetra- and triphenylantimony phenylpropiolates. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2015;60(4):465–468. DOI: 10.1134/s0036023615040221
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and structure of tris(4-fluorophenylantimony) dicarboxylate: $(4-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)R]_2$, R = CH_2I , C_6F_5 . *Russ. Chem. Bull.* 2017;66(4):707–710. DOI: 10.1007/s11172-017-1796-6. (In Russ.)
20. 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;6(2):5–14. DOI: 10.14529/chem220213. (In Russ.)
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gabitova D.M., Shaikhvaleeva S.Y. Triphenylantimony dioximates $Ph_3Sb(ON=CHR)_2$ (R = $C_6H_4NO_2-2$, $C_6H_4NO_2-3$, C_6H_4Br-2 , C_6H_4Br-3 , $C_4H_2ONO_2-5$): synthesis and structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2017;62(1):55–62. DOI: 10.1134/S003602361701017X
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Kartseva M.K., Andreev P.V. Mono-, Bi-, and Trinuclear triarylantimony organylsulfonate derivatives: synthesis and structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2018;63(7):867–873. DOI: 10.1134/S0036023618070185
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchutin V.S. Synthesis and structure of tri(*meta*-tolyl)antimony bis(benzenesulfonate). *Bull. South Ural State Univ. Ser. Chem.* 2015;7(4):93–97. DOI: 10.14529/chem150412
24. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data collection and processing software for the SMART system. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998
25. 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.
26. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a complete structure solution, refinement and analysis program. *J. Appl. Cryst.* 2009;42:339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.27
27. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR spectra of the main classes of organic compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.
28. 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.
29. Spectral Database for Organic Compounds, SDBS. Release 2021. National institute of advanced industrial science and technology.
30. 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):2131–2138. DOI: 10.1134/S1070363209100107
31. Cambridge Crystallographic Database. Release 2021. Cambridge.deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>
32. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Reves M., Echeverria J., Cremades E., Bar-ragan F., Alvarez S. Covalent radii revisited. *Dalton Trans.* 2008;21:2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.
33. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. 2-Methoxy-5-bromophenyl antimony compounds. Synthesis and structure. *Russ. J. Gen. Chem.* 2011;81(10):2102–2105. DOI: 10.1134/S1070363211100100

Received 4 August 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Ефремов А.Н. Синтез, строение и фотохимические свойства производных: $(2-MeO-5-BrC_6H_3)_3SbR_2$, R = $OC(O)C_6F_5$, $ON=CHC_6H_4Br-2$, $OSO_2C_6H_4CH_3-4$ // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 4. С. 34–44. DOI: 10.14529/chem220403

FOR CITATION

Efremov A.N. Synthesis, structure, and photochemical properties of derivatives: $(2-MeO-5-BrC_6H_3)_3SbR_2$, R = $OC(O)C_6F_5$, $ON=CHC_6H_4Br-2$, $OSO_2C_6H_4CH_3-4$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022;14(4):34–44. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem220403