

СПОСОБ СИНТЕЗА БЕНЗОЛСУЛЬФОНАТА ТЕТРА(ПАРА-ТОЛИЛ)СТИБОНИЯ ИЗ ХЛОРИДА ТЕТРА(ПАРА-ТОЛИЛ)СТИБОНИЯ И БЕНЗОЛСУЛЬФОНОВОЙ КИСЛОТЫ

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием хлорида тетра(*пара*-толил)стибония $p\text{-ToI}_4\text{SbCl}$ (**1**) с бензолсульфоновой кислотой в воде синтезирован бензолсульфонат тетра(*пара*-толил)стибония $p\text{-ToI}_4\text{SbOSO}_2\text{Ph}$ (**2**). Строение соединений **1**, **2** установлено методом рентгеноструктурного анализа (РСА). По данным РСА, хлорид тетра(*пара*-толил)стибония $p\text{-ToI}_4\text{SbCl}$ (**1**) [$\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{ClSb}$, $M = 521,70$; моноклинная сингония, пр. гр. $P2_1/n$; параметры ячейки: $a = 9,786(3) \text{ \AA}$, $b = 23,168(8) \text{ \AA}$, $c = 12,026(5) \text{ \AA}$; $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 113,689(16)^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$, $V = 2496,6(16) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$; $\rho(\text{выч.}) = 1,388 \text{ г/см}^3$; $\mu = 1,224 \text{ мм}^{-1}$; $F(000) = 1056,0$; обл. сбора по 2θ : $6,44\text{--}56,72^\circ$; $-13 \leq h \leq 13$, $-30 \leq k \leq 30$, $-15 \leq l \leq 15$; всего отражений 59454; независимых отражений 6189 ($R_{\text{int}} = 0,0394$); $\text{GOOF} = 1,055$; R -фактор 2,72 %] имеет молекулярное строение с искаженной тригонально-бипирамидальной координацией атома сурьмы (углы CSbC варьируются в пределах $96,12(8)\text{--}124,83(8)^\circ$, аксиальный угол CSbCl составляет $174,91(6)^\circ$, расстояния Sb--C и Sb--Cl составляют $2,107(2)\text{--}2,170(2)$ и $2,7230(13) \text{ \AA}$). Аналогичное строение имеет бензолсульфонат тетра(*пара*-толил)стибония $p\text{-ToI}_4\text{SbOSO}_2\text{Ph}$ (**2**) [$\text{C}_{34}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{Sb}$, $M = 643,1$; ромбическая сингония, пр. гр. $Pbca$; параметры ячейки: $a = 9,923(8) \text{ \AA}$, $b = 18,923(16) \text{ \AA}$, $c = 32,72(3) \text{ \AA}$; $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 90,00^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$, $V = 6146(9) \text{ \AA}^3$, $Z = 8$; $\rho(\text{выч.}) = 1,391 \text{ г/см}^3$; $\mu = 0,997 \text{ мм}^{-1}$; $F(000) = 2624,0$; обл. сбора по 2θ : $5,954\text{--}56,644^\circ$; $-8 \leq h \leq 12$, $-25 \leq k \leq 25$, $-43 \leq l \leq 43$; всего отражений 73682; независимых отражений 7553 ($R_{\text{int}} = 0,0589$); $\text{GOOF} = 1,076$; R -фактор 4,93 %, углы CSbC варьируются в пределах $97,72(14)\text{--}118,77(15)^\circ$, аксиальный угол CSbO составляет $176,44(13)^\circ$, расстояния Sb--C и Sb--O составляют $2,105(4)\text{--}2,150(4)$ и $2,409(3) \text{ \AA}$]. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов соединений **1** и **2** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 2167562 и 2126493; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: хлорид, бензолсульфонат, тетра(*пара*-толил)стибоний, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ

Введение

Возрастающий интерес к органическим соединениям сурьмы во многом определяется растущим потенциалом их применения в самых разнообразных областях практической деятельности: в качестве лекарственных препаратов, биоцидов, фунгицидов, в качестве реагентов и компонентов каталитических систем при полимеризации, в тонком органическом синтезе, в качестве антиоксидантов и др. [1]. Одними из наиболее исследованных сурьмаорганических соединений являются фенильные производные пентавалентной сурьмы общей формулы $\text{Ph}_4\text{Sb}]\text{X}$ (X – электроотрицательная группа) [2]. В меньшей степени изучены подобные толильные производные [3–24]. С целью расширения экспериментального материала по данному направлению в настоящей работе изучена реакция хлорида тетра(*пара*-толил)стибония (**1**) с бензолсульфоновой кислотой, единственным сурьмаорганическим продуктом которой является бензолсульфонат тетра(*пара*-толил)стибония (**2**). Для комплексов **1** и **2** приведены результаты рентгеноструктурного исследования.

Экспериментальная часть

Синтез бензолсульфоната тетра(*пара*-толил)стибония $p\text{-ToI}_4\text{SbOSO}_2\text{Ph}$ (2**).** К раствору 261 мг (0,50 ммоль) хлорида тетра(*пара*-толил)стибония (**1**) в 15 мл воды прибавляли при перемешивании раствор 79 мг (ммоль) бензолсульфоновой кислоты в 5 мл воды. После испарения воды из фильтрата получили 310 мг (97 %) бесцветных кристаллов комплекса **2** с т. пл. 146°C .

ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 1280 ср., 1170 оч.с., 1130 с. (SO_2). Найдено, %: С 63,26; Н 5,20. $\text{C}_{34}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{SSb}$. Вычислено, %: С 63,45; Н 5,13.

ИК-спектр соединения **2** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S; образец готовили таблетированием с KBr (область поглощения 4000–400 cm^{-1}).

Рентгеноструктурный анализ проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре Bruker D8 QUEST (Mo K_{α} -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [25]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [26] и OLEX2 [27]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1.

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

Параметр	1	2
Формула	$\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{ClSb}$	$\text{C}_{34}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{SSb}$
M	521,70	643,41
Сингония	Моноклинная	Ромбическая
Пространственная группа	$P2_1/n$	$Pbca$
a , Å	9,786(3)	9,923(8)
b , Å	23,168(8)	18,932(16)
c , Å	12,026(5)	32,72(3)
α , град.	90,00	90,00
β , град.	113,689(16)	90,00
γ , град.	90,00	90,00
V , Å^3	2496,6(16)	6146(9)
Z	4	8
ρ (выч.), г/см^3	1,388	1,391
μ , мм^{-1}	1,224	0,997
$F(000)$	1056,0	2624,0
Форма кристалла (размер, мм)	$0,47 \times 0,32 \times 0,1$	$0,21 \times 0,2 \times 0,13$
Область сбора данных по 2θ , град.	6,44–56,72	5,954–56,644
Интервалы индексов отражений	$-13 \leq h \leq 13$, $-30 \leq k \leq 30$, $-15 \leq l \leq 15$	$-8 \leq h \leq 12$, $-25 \leq k \leq 25$, $-43 \leq l \leq 43$
Измерено отражений	59454	73682
Независимых отражений (R_{int})	6189 (0,0394)	7553 (0,0589)
Отражений с $I > 2\sigma(I)$	5133	4775
Переменных уточнения	275	359
GOOF	1,055	1,076
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0272$, $wR_2 = 0,0581$	$R_1 = 0,0493$, $wR_2 = 0,0981$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0383$, $wR_2 = 0,0620$	$R_1 = 0,0955$, $wR_2 = 0,1148$
Остаточная электронная плотность (min/max), $e/\text{Å}^3$	–0,52/0,23	–0,58/0,60

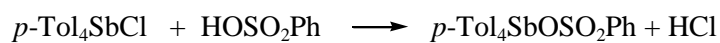
Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов соединения **1** и **2** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2167562 и 2126493; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Известно, что реакции обмена галогенид-аниона в галогенидах тетраарилстибония используются для получения различных комплексов металлов [2]. Интересный случай замещения галогенид-аниона на остаток более сильной кислоты описан авторами работы [28], в которой описываются реакции галогенидов органилтрифенилфосфония с аренсульфоновыми кислотами в воде, приводящие к образованию аренсульфонатов органилтрифенилфосфония.

Химия элементоорганических соединений

В продолжение исследований в области реакций замещения галогенид-аниона в арильных производных сурьмы изучена реакция хлорида тетра(*para*-толил)стибония (**1**) с бензолсульфоновой кислотой. Показано, что единственным продуктом указанной реакции является бензолсульфонат тетра(*para*-толил)стибония *p*-Tol₄SbOSO₂Ph (**2**):



2

Строение хлорида тетра(*para*-толил)стибония **1** (рис. 1) с низкими значениями *R*-фактора было ранее описано в [3, 4]; в настоящей работе его структура уточнена до *R* = 2,7 %. Комплекс имеет молекулярное строение с искаженной тригонально-бипирамидальной координацией атома сурьмы (углы CSbC варьируются в пределах 96,12(8)–124,83(8)°, аксиальный угол CSbCl составляет 174,91(6)°, расстояния Sb–C и Sb–Cl составляют 2,107(2)–2,170(2) и 2,7230(13) Å).

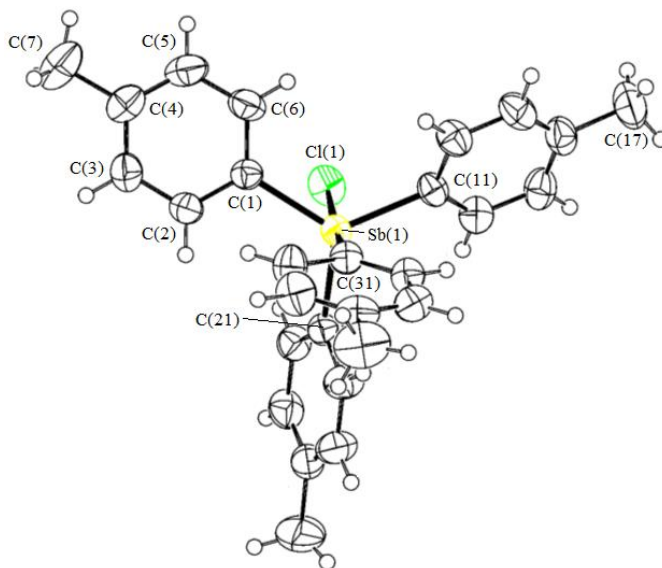


Рис. 1. Строение хлорида тетра(*para*-толил)стибония *p*-Tol₄SbCl (**1**)

О структуре комплекса **2** (рис. 2) ранее сообщалось в работах [6–8].

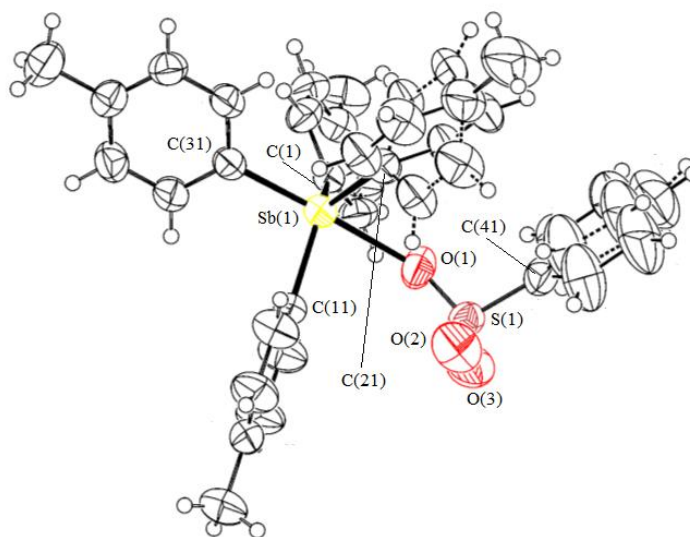


Рис. 2. Строение бензолсульфоната тетра(*para*-толил)стибония *p*-Tol₄SbOSO₂Ph (**2**)

По данным РСА, молекулы **2** имеют тригонально-бипирамидальное строение. Сульфонатная группа находится в аксиальном положении, что полностью согласуется с теорией отталкивания электронных пар валентных орбиталей, причем наблюдаемая длина связи Sb–O (2,409(3) Å) превосходит сумму ковалентных радиусов связанных между собой атомов (2,14 Å [29]). Углы CSbC варьируются в пределах 97,72(14)–118,77(15)°, аксиальный угол CSbO составляет 176,44(13)°, расстояния Sb–C составляют 2,105(4)–2,150(4) Å.

Заключение

Таким образом, впервые по реакции замещения из хлорида тетра(*пара*-толил)стибония (**1**) и бензолсульфоновой кислоты получен бензолсульфонат тетра(*пара*-толил)стибония (**2**) с выходом 97 %; строение комплексов **1** и **2** доказано методом рентгеноструктурного анализа.

Литература

1. Кочешков К.А., Сколдинов А.П., Землянский Н.Н. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут. М.: Наука, 1976. 483 с.
2. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. Синтез, реакции и строение арильных соединений пятивалентной сурьмы // Коорд. химия. 2020. Т. 46, № 10. С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011.
3. Кристаллическая структура C₂₈H₂₈ClSb / К.Н. Акатова, Р.И. Бочкова, В.А. Лебедев и др. // Докл. АН СССР. 1983. Т. 268, № 6. С. 1389–1391.
4. Строение галогенидов тетраарилсурьмы и изотиоцианата тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакузина и др. // Коорд. химия. 2005. Т. 31, № 2. С. 117–124.
5. Синтез и строение *N,N*-диметилдитиокарбаматов тетрафенилсурьмы и тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова и др. // Коорд. химия. 2003. Т. 29, № 1. С. 13–17.
6. Сульфонаты тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Л.П. Панова, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1997. Т. 67, № 9. С. 1531–1535.
7. Синтез и строение 4-метилбензолсульфоната тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакузина, И.В. Егорова и др. // Коорд. химия. 2003. Т. 29, № 5. С. 336–340.
8. Реакции пентаарилсурьмы с диацилатами триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакузина, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1997. Т. 67, № 9. С. 1536–1541.
9. Синтез и строение 4-метилбензолсульфоната тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.А. Тарасова, А.Н. Харсика, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1999. Т. 69, № 12. С. 1979–1981.
10. Внедрение триоксида серы по связи Sb–C в пентаарилсурьме / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 11. С. 1932.
11. Синтез и строение оксиматов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Коорд. химия. 2002. Т. 28, № 8. С. 581–590.
12. Синтез и строение оксиматов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Журн. общ. химии. 2001. Т. 71, № 8. С. 1317–1321.
13. Арокситетраарильные соединения сурьмы. Синтез, строение и термическое разложение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, П.Е. Осипов и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 6. С. 931–936.
14. Сопшина Д.М. Синтез и строение продукта реакции пента-*пара*-толилсурьмы с гептафторпропил(*t*-бутил)дикетоном-1,3 *p*-Tol₄Sb[*t*-BuC(O)CHC(O)C₃F₇] // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2022. Т. 14, № 1. С. 50–58. DOI: 10.14529/chem220106.
15. Ефремов А.Н., Шарутин В.В. Реакции пентафенилсурьмы и пента(*пара*-толил)сурьмы с каликсареном [4-*t*-BuC₆H₂OH(S-2)]₄ // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2021. Т. 13, № 1. С. 47–57. DOI: 10.14529/chem210105.
16. Шарутина О.К. Ферроценкарбоксилат тетра(*пара*-толил)сурьмы. Синтез и строение // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2021. Т. 13, № 4. С. 63–71. DOI: 10.14529/chem210404.

17. Сенчурин В.С., Орленко Е.Д. 4-Нитрофенилацетаты тетра- и три(*пара*-толил)сурьмы. Синтез и особенности строения // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2019. Т. 11, № 2. С. 66–74. DOI: 10.14529/chem190207.
18. 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.
19. Синтез и строение пентафтор- и пентахлорфенокислов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов, П.В. Андреев // Журн. неорг. химии. 2017. Т. 62, № 10. С. 1330–1336. DOI: 10.7868/S0044457X17100075.
20. Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение производных тетра(*пара*-толил)сурьмы (4- MeC_6H_4) $_4\text{SbX}$, X = $\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2-2)$, $\text{OC}(\text{O})\text{C}=\text{CPh}$, $\text{ON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{NMe}_2-4)$ // Журн. неорг. химии. 2017. Т. 62, № 7. С. 925–929. DOI: 10.7868/S0044457X17070224.
21. Синтез и строение комплексов иридия $[\textit{p}\text{-Tol}_4\text{Sb}]^+[\textit{p}\text{-Tol}_4\text{Sb}(\text{DMSO})]^{2-}$ и $[\textit{p}\text{-Tol}_4\text{Sb}(\text{DMSO})]^{2+}[\text{IrBr}_4(\text{DMSO})_2]^-$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин, Н.В. Сомов // Журн. неорг. химии. 2016. Т. 61, № 8. С. 1017–1022. DOI: 10.7868/S0044457X16080146.
22. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н. Исследование кристаллических структур 2,4,6-трихлорфеноксида и 3,4,5-трифторбензоата тетра(*n*-толил)сурьмы // Журн. структ. химии. 2020. Т. 61, № 9. С. 1490–1497. DOI: 10.26902/JSC_id60682.
23. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н. Арильные сурьмаорганические производные трехкоординированного углерода // Журн. неорг. химии. 2020. Т. 65, № 1. С. 49–55. DOI: 10.31857/S0044457X20010158.
24. 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.
25. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data collection and processing software for the SMART system. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
26. 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.
27. 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.
28. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Механошина Е.С. Синтез и строение органосульфонов органилтрифенилфосфония $[\text{Ph}_3\text{PR}][\text{OSO}_2\text{R}']$, R = Ph, R' = $\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2-2,5$; R = $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{-cyclo}$, R' = $\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2-2,5$; R = CH_2OMe , R' = $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$; R = CH_2OMe , R' = $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH}-2)$ // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2022. Т. 14, № 2. С. 41–51. DOI: 10.14529/chem220205.
29. Covalent radii revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats et al. // Dalton Trans. 2008. P. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.

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

Поступила в редакцию 27 июля 2022 г.

**SYNTHESIS METHOD OF TETRA(PARA-TOLYL)STIBONIUM
BENZENESULFONATE FROM TETRA(PARA-TOLYL)STIBONIUM
CHLORIDE AND BENZENESULPHONIC ACID**

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The interaction of tetra(*para*-tolyl)stibonium chloride *p*-Tol₄SbCl (**1**) with benzenesulfonic acid was used to synthesize tetra(*para*-tolyl)stibonium benzenesulfonate *p*-Tol₄SbOSO₂Ph (**2**). The structure of compounds **1**, **2** was established by X-ray diffraction analysis (XRD). According to XRD data, tetra(*para*-tolyl)stibonium chloride *p*-Tol₄SbCl (**1**) [C₂₈H₂₈ClSb, M = 521,70; monoclinic syngony, sp. gr. P21/*n*; cell parameters: $a = 9.786(3)$ Å, $b = 23.168(8)$ Å, $c = 12.026(5)$ Å; $\alpha = 90.00^\circ$, $\beta = 113.689(16)^\circ$, $\gamma = 90.00^\circ$, $V = 2496.6(16)$ Å³, $Z = 4$; $\rho(\text{calc.}) = 1.388$ g/cm³; $\mu = 1.224$ mm⁻¹; $F(000) = 1056.0$; region 2θ collection: $6.44\text{--}56.72^\circ$; $-13 \leq h \leq 13$, $-30 \leq k \leq 30$, $-15 \leq l \leq 15$; total reflections 59454; independent reflections 6189 ($R_{\text{int}} = 0.0394$); $GOOF = 1.055$; R -factor 2.72%] has a molecular structure with a distorted trigonal-bipyramidal coordination of the antimony atom (the CSbC angles vary within $96.12(8)\text{--}124.83(8)^\circ$, the CSbCl axial angle is $174.91(6)^\circ$, the Sb–C and Sb–Cl distances are $2.107(2)\text{--}2.170(2)$ and $2.7230(13)$ Å). Tetra(*para*-tolyl)stibonium benzenesulfonate *p*-Tol₄SbOSO₂Ph (**2**) [C₃₄H₃₃O₃SSb, M = 643,1; rhombic system, sp. gr. *Pbca*; cell parameters: $a = 9.923(8)$ Å, $b = 18.923(16)$ Å, $c = 32.72(3)$ Å; $\alpha = 90.00^\circ$, $\beta = 90.00^\circ$, $\gamma = 90.00^\circ$, $V = 6146(9)$ Å³, $Z = 8$; $\rho(\text{calc.}) = 1.391$ g/cm³; $\mu = 0.997$ mm⁻¹; $F(000) = 2624.0$; region collection for 2θ : $5.954\text{--}56.644^\circ$; $-8 \leq h \leq 12$, $-25 \leq k \leq 25$, $-43 \leq l \leq 43$; total reflections 73682; independent reflections 7553 ($R_{\text{int}} = 0.0589$); $GOOF = 1.076$; R -factor 4.93%, the CSbC angles vary within $97.72(14)\text{--}118.77(15)^\circ$, the CSbO axial angle is $176.44(13)^\circ$, the Sb–C and Sb–O distances are $2.105(4)\text{--}2.150(4)$ and $2.409(3)$ Å] has similar structure. Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and bond angles for compounds **1** and **2** have been deposited with the Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC 2167562 and 2126493) and are available, free of charge, at deposit@ccdc.cam.ac.uk and <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.

Keywords: chloride, benzenesulfonate, tetra(*para*-tolyl)stibonium, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis

References

1. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyanskiy N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut* [Organoelemental chemistry methods. Antimony, bismuth]. Moscow, Nauka Publ. 1976. 483 p. (In Russ.)
2. Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. Aryl Compounds of pentavalent antimony: syntheses, reactions, and structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2020;46(10):663–728. DOI: 10.1134/S1070328420100012
3. Akatova, K.N., Bochkova, R.I., Lebedev, V.A., Sharutin V.V., Belov N.V. [Crystal structure of C₂₈H₂₈ClSb]. *Dokl. Akad. Nauk SSSR*. 1983;268(6):1389–1391. (In Russ.)
4. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Smirnova S.A., Pushilin M.A. The structure of tetraarylantimony halides and tetraphenylantimony isothiocyanate. *Russ. J. Coord. Chem.* 2005;31(2):108–114. DOI: 10.1007/s11173-005-0036-z.
5. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Platonova T.P., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A., Bukvetskii B.V., Popov D.Yu. Synthesis and structure of *N,N*-dimethyldithiocarbamates of tetraphenylantimony and tetra-*p*-tolylantimony. *Russ. J. Coord. Chem.* 2003;29(1):11–15. DOI: 10.1023/A:1021830614766.
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Panova L.P., Bel'sky V.K. [Tetra- and triarylantimony sulfonates]. *Zhurnal obshey khimii*. 1997;67(9):1531–1535. (In Russ.)
7. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Egorova I.V., Ivanenko T.K., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S. Tetra-*p*-tolylantimony 4-methylbenzenesulfonate: synthesis and structure. *Russ. J. Coord. Chem.* 2003;29(5):336–340. DOI: 10.1023/A:1023667500059.

8. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Bel'sky V.K. [Reaction of Pentaarylantimony with Triarylantimony Diacylates]. *Zhurnal obshey khimii*. 1997; 67(9):1536–1541. (In Russ.)
9. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova T.A., Kharsika A.N. [Synthesis and Structure of Tetra-*p*-tolylantimony 4-Methylbenzenesulfonate]. *Zhurnal obshey khimii*. 1999;69(12):1979–1981. (In Russ.)
10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Platonova T.P., Pakusina A.P., Toichkina O.N. [Insertion of sulfur trioxide into the Sb–C bond in pentaarylantimony]. *Zhurnal obshey khimii*. 2000;70(11):1932. (In Russ.)
11. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S. Synthesis and structures of tetra- and triarylantimony oximates. *Russ. J. Coord. Chem.* 2002;28(8):544–553. DOI: 10.1023/A:1019701511840.
12. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Ettenko E.N., Krivolapov D.B., Gubaidullin A.T., Litvinov I.A. Synthesis and structure of tetra- and triarylantimony oximates. *Russ. J. Gen. Chem.* 2001;71(8):1243–1247. DOI: 10.1023/A:1013220911661.
13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Osipov P.E., Vorob'yova E.B., Muslin D.V., Bel'sky V.K. [Aroxytetraaryl compounds of antimony. Synthesis, structure and thermal decomposition]. *Zhurnal obshey khimii*. 2000;70(6):931–936. (In Russ.)
14. Sopshina D.M. Synthesis and structure of the reaction product of penta-*para*-tolylantimony with heptafluoropropyl(*t*-butyl)diketone-1,3 *p*-Tol₄Sb[t-BuC(O)CHC(O)C₃F₇]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2022;14(1):50–58. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem220106.
15. Efremov A.N., Sharutin V.V. Reactions of pentaphenylantimony and penta-*para*-tolylanimony with calixarene [4-*t*-BuC₆H₂OH(S-2)]₄. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2021;13(1):47–57. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem210105.
16. Sharutina O.K. Tetra(*para*-tolyl)antimony ferrocene carboxylate: synthesis and structure. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2021;13(4):63–71. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem210404.
17. 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.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., 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.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. Tetra- and triarylantimony pentafluoroand pentachlorophenoxides: synthesis and structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2017;62(10):1320–1326. DOI: 10.1134/S0036023617100163.
20. 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.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Somov N.V. Iridium complexes [p-Tol₄Sb]⁺[p-Tol₄Sb(DMSO)]⁺[IrBr₆]²⁻ and [p-Tol₄Sb(DMSO)]⁺[IrBr₄(DMSO)₂]⁻: synthesis and structure. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2016;61(8):969–974. DOI: 10.1134/S0036023616080143.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. A Study of crystal structures of tetra(*p*-tolyl)antimony 2,4,6-trichlorophenoxide and 3,4,5-trifluorobenzoate. *Russ. J. Struct. Chem.* 2020;61(9):1414–1421. DOI: 10.1134/S0022476620090085.
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. Arylantimony derivatives of three-coordinated carbon. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(1):45–51. DOI: 10.1134/S0036023620010155.
24. 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.
25. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data collection and processing software for the SMART system. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
26. 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.

27. 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.

28. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Mekhanoshina E.S. Synthesis and structure of organyltriphenylphosphonium organosulfonates $[\text{Ph}_3\text{PR}][\text{OSO}_2\text{R}']$, R = Ph, R' = C₆H₃Cl₂-2,5; R = C₆H₁₁-cyclo, R' = C₆H₃Cl₂-2,5; R = CH₂OMe, R' = C₆H₃(NO₂)₂-2,4; R = CH₂OMe, R' = C₆H₄(COOH-2). *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022;14(2):41–51. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem220205.

29. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragána F., Alvarez S. Covalent radii revisited. *Dalton Trans.* 2008:2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.

Received 27 July 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин В.В. Способ синтеза бензолсульфоната тетра(пара-толил)стибония из хлорида тетра(пара-толил)стибония и бензолсульфоновой кислоты // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 4. С. 64–71. DOI: 10.14529/chem220406

FOR CITATION

Sharutin V.V. Synthesis method of tetra(para-tolyl)stibonium benzenesulfonate from tetra(para-tolyl)stibonium chloride and benzenesulphonic acid. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022;14(4):64–71. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem220406
