

СИНТЕЗ И ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ТЕТРА(ПАРА-ТОЛИЛ)СУРЬМЫ

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пента(*пара*-толил)сурьмы с оксимами и карбоновыми кислотами в бензоле синтезированы оксиматы и карбоксилаты тетра(*пара*-толил)сурьмы *p*-Tol₄SbX (X = ON=CHR, R = CHCPh (1), C₆H₄(Br-3) (2); X = OC(O)R', R' = CH₂OC₆H₃Cl₂-2,4 (3), CF₂CF₂C(O)OH (4). Строение соединений 1–4 установлено методом рентгеноструктурного анализа (РСА). По данным РСА, атомы сурьмы в комплексах 1–3 имеют координацию искаженной тригональной бипирамиды с тремя арильными лигандами в экваториальной плоскости, при этом аксиальные углы CSbO составляют 178,94(5), 174,4(2) и 176,95(5)°. Кристалл 4 состоит из искаженных тетраэдрических катионов тетра(*пара*-толил)стибония (углы CSbC 106,6(2)°–112,46(19)°) и однозарядных анионов тетрафторэтандиовой кислоты. Данные РСА: (1) [C₃₇H₃₆NOSb, M = 632,42; триклинная сингония, пр. гр. P-1; параметры ячейки: a = 10,789(4) Å, b = 10,811(5) Å, c = 14,558(5) Å; α = 73,389(18)°, β = 75,201(15)°, γ = 87,55(2)°, V = 1572,3(11) Å³, Z = 2; ρ(выч.) = 1,336 г/см³; μ = 0,906 мм⁻¹; F(000) = 648,0; обл. сбора по 2θ: 6,04–75,9°; -18 ≤ h ≤ 18, -18 ≤ k ≤ 18, -25 ≤ l ≤ 25; всего отражений 115476; независимых отражений 16980 (R_{int} = 0,0449); GOOF = 1,003; R-фактор 4,58 %]; (2) [C₃₅H₃₃NOSbBr, M = 685,28; триклинная сингония, пр. гр. P-1; параметры ячейки: a = 10,719(18) Å, b = 10,731(13) Å, c = 15,85(2) Å; α = 101,53(4)°, β = 92,31(8)°, γ = 119,11(5)°, V = 1541(4) Å³, Z = 2; ρ(выч.) = 1,477 г/см³; μ = 2,219 мм⁻¹; F(000) = 688,0; обл. сбора по 2θ: 5,5–77,08°; -16 ≤ h ≤ 16, -17 ≤ k ≤ 17, -25 ≤ l ≤ 25; всего отражений 60962; независимых отражений 12480 (R_{int} = 0,0604); GOOF = 1,429; R-фактор 10,99 %]; (3) [C₃₆H₃₃O₃Cl₂Sb, M = 706,27; триклинная сингония, пр. гр. P-1; параметры ячейки: a = 10,621(5) Å, b = 11,016(5) Å, c = 15,809(9) Å; α = 103,55(2)°, β = 108,00(2)°, γ = 98,34(2)°, V = 1662,1(14) Å³, Z = 2; ρ(выч.) = 1,411 г/см³; μ = 1,024 мм⁻¹; F(000) = 716,0; обл. сбора по 2θ: 5,68–60,22°; -14 ≤ h ≤ 14, -15 ≤ k ≤ 15, -22 ≤ l ≤ 22; всего отражений 110814; независимых отражений 9738 (R_{int} = 0,0348); GOOF = 1,041; R-фактор 2,74 %]; (4) [C₃₂H₂₉F₄O₄Sb, M = 675,30; триклинная сингония, пр. гр. P-1; параметры ячейки: a = 10,223(15) Å, b = 12,011(14) Å, c = 12,949(14) Å; α = 74,32(3)°, β = 89,65(7)°, γ = 86,99(5)°, V = 1529(3) Å³, Z = 2; ρ(выч.) = 1,467 г/см³; μ = 0,961 мм⁻¹; F(000) = 680,0; обл. сбора по 2θ: 6,536–56,708°; -13 ≤ h ≤ 13, -16 ≤ k ≤ 16, -17 ≤ l ≤ 17; всего отражений 44836; независимых отражений 7568 (R_{int} = 0,0449); GOOF = 1,052; R-фактор 6,02 %]. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов соединений 1–4 депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 2130472, 2131085, 2131084, 2126158; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: пента(*пара*-толил)сурьма, реакция, оксим, карбоновая кислота, 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 Ph₄SbX (X – электроотрицательная группа) [2]. В меньшей степени изучены подобные толильные производные [3–24]. С целью расширения экспериментального материала по данному направлению в настоящей работе изучены реакции пента(*пара*-толил)сурьмы с циннамальдоксимом, 3-бромбензальдоксимом, 2,4-дихлорфеноксисукусной и тетрафторантарной кислотой. Продуктами реакций являлись соответствующие оксиматы тетра(*пара*-

толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHCH}=\text{CHPh}$ (**1**), $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{Br}-3)$ (**2**) и карбоксилаты тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_3(\text{Cl}_2-2,4)$ (**3**), $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{OH}$ (**4**), строение которых было доказано рентгеноструктурным анализом.

Экспериментальная часть

Синтез циннамальдоксимата тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHCH}=\text{CHPh}$ (1**).** К раствору 288 мг (0,50 ммоль) пента(пара-толил)сурьмы в 15 мл бензола прибавляли 73 мг (0,50 ммоль) циннамальдоксима и перемешивали раствор 1 ч при комнатной температуре. Затем прибавляли 3 мл октана и упаривали раствор до объема 4 мл. Наблюдали образование 253 мг (80 %) бесцветных кристаллов комплекса **1** с т. пл. = 164 °С. ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3026, 3009, 2916, 1591, 1558, 1491, 1447, 1391, 1342, 1308, 1209, 1186, 1132, 1059, 1015, 970, 905, 800, 745, 689, 604, 569, 604, 569, 549, 476, 459. Найдено, %: С 63,26; Н 5,20. $\text{C}_{37}\text{H}_{36}\text{NOSb}$. Вычислено, %: С 70,21; Н 5,69.

Соединения **2–4** получали аналогично.

3-Бромбензальдоксимат тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{Br}-3)$ (2**).** Бесцветные кристаллы, 87 %, т. пл. = 153 °С. ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3059, 3011, 2967, 2916, 2863, 1585, 1545, 1493, 1466, 1420, 1393, 1325, 1312, 1260, 1211, 1188, 1161, 1117, 1069, 1040, 1016, 970, 918, 908, 845, 797, 772, 694, 679, 569, 644, 581, 567, 521, 482, 436. Найдено, %: С 61,16; Н 4,90. $\text{C}_{35}\text{H}_{33}\text{NOSbBr}$. Вычислено, %: С 61,29; Н 4,82.

2,4-Дихлорфеноксиацетат тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_3(\text{Cl}_2-2,4)$ (3**).** Бесцветные кристаллы, 89 %, т. пл. = 151 °С. ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3024, 2918, 1657, 1591, 1474, 1431, 1389, 1373, 1318, 1279, 1260, 1246, 1231, 1190, 1103, 1072, 1065, 1045, 1015, 912, 864, 839, 804, 725, 698, 646, 608, 577, 557, 471, 442. Найдено, %: С 61,10; Н 4,81. $\text{C}_{36}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{Cl}_2\text{Sb}$. Вычислено, %: С 61,17; Н 4,67.

Кислый тетрафторсукцинат тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{OH}$ (4**).** Бесцветные кристаллы, 91 %, т. пл. = 242 °С. ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3019, 2922, 2866, 1638, 1593, 1493, 1447, 1393, 1358, 1312, 1265, 1190, 1175, 1146, 1101, 1065, 1013, 978, 800, 772, 638, 573, 480, 440. Найдено, %: С 56,79; Н 4,38. $\text{C}_{32}\text{H}_{29}\text{F}_4\text{O}_4\text{Sb}$. Вычислено, %: С 56,83; Н 4,29.

ИК-спектры соединений 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 таблице.

Таблица

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур 1–4

Параметр	1	2	3	4
Формула	$\text{C}_{37}\text{H}_{36}\text{NOSb}$	$\text{C}_{35}\text{H}_{33}\text{NOSbBr}$	$\text{C}_{36}\text{H}_{33}\text{O}_3\text{Cl}_2\text{Sb}$	$\text{C}_{32}\text{H}_{29}\text{F}_4\text{O}_4\text{Sb}$
M	632,42	685,28	706,27	675,30
Сингония	Триклинная	Триклинная	Триклинная	Триклинная
Пространственная группа	$P-1$	$P-1$	$P-1$	$P-1$
a , Å	10,789(4)	10,719(18)	10,621(5)	10,223(15)
b , Å	10,811(5)	10,731(13)	11,016(5)	12,011(14)
c , Å	14,558(5)	15,85(2)	15,809(9)	12,949(14)
α , град.	73,389(18)	101,53(4)	103,55(2)	73,32(3)
β , град.	75,201(15)	92,31(8)	108,00(2)	89,65(7)
γ , град.	87,55(2)	119,11(5)	98,34(2)	86,99(5)
V , Å^3	1572,3(11)	1541(4)	1662,1(14)	1529(3)
Z	2	2	2	2

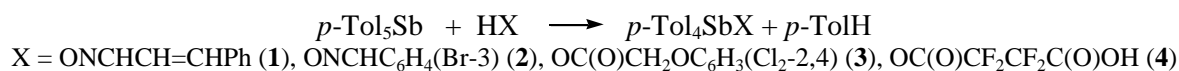
Параметр	1	2	3	4
ρ (выч.), г/см ³	1,336	1,477	1,411	1,467
μ , мм ⁻¹	0,906	2,219	1,024	0,961
$F(000)$	648,0	688,0	716,0	680,0
Форма кристалла (размер, мм)	0,29 × 0,25 × 0,14	0,5 × 0,41 × 0,23	0,39 × 0,26 × 0,17	0,5 × 0,14 × 0,07
Область сбора данных по 2θ , град.	6,04–75,9	5,5–77,08	5,68–60,22	6,536–56,708
Интервалы индексов отражений	$-18 \leq h \leq 18$, $-18 \leq k \leq 18$, $-25 \leq l \leq 25$	$-16 \leq h \leq 16$, $-17 \leq k \leq 17$, $-25 \leq l \leq 25$	$-14 \leq h \leq 14$, $-15 \leq k \leq 15$, $-22 \leq l \leq 22$	$-13 \leq h \leq 13$, $-16 \leq k \leq 16$, $-17 \leq l \leq 17$
Измерено отражений	115476	60962	110814	44836
Независимых отражений (R_{int})	16980	12480	9738	7568
Отражений с $I > 2\sigma(I)$	11412	7776	8276	5801
Переменных уточнения	365	356	383	396
GOOF	1,003	1,429	1,041	1,052
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0458$, $wR_2 = 0,0870$	$R_1 = 0,1099$, $wR_2 = 0,3330$	$R_1 = 0,0274$, wR_2 $= 0,0640$	$R_1 = 0,0602$, $wR_2 = 0,1659$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0862$, $wR_2 = 0,0979$	$R_1 = 0,1796$, $wR_2 = 0,3880$	$R_1 = 0,0379$, wR_2 $= 0,0687$	$R_1 = 0,0826$, $wR_2 = 0,1900$
Остаточная электронная плотность (min/max), e/Å ³	-0,54/1,27	-3,14/2,34	-0,56/0,42	-0,77/0,89

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов соединений **1–4** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 2130472, 2131085, 2131084, 2126158; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Известно, что кислоты (HX) деариллируют пентаарилсурьму до производных Ar_4SbX с выходом до 95 % [1, 2].

В продолжение исследования реакций пентаарилсурьмы с соединениями, содержащими активный атом водорода, было изучено взаимодействие пента(*пара*-толил)сурьмы с циннамальдоксимом, 3-бромбензальдоксимом, 2,4-дихлорфеноксиуксусной и тетрафторантарной кислотами. Показано, что взаимодействие эквимольных количеств реагентов в растворе бензола при комнатной температуре приводит к образованию циннамальдоксимата, 3-бромбензальдоксимата, 2,4-дихлорфеноксиацетата и кислого тетрафторсукцината тетра(*пара*-толил)сурьмы (**1–4**) соответственно:



Исходная пентаарилсурьма исчезала из реакционной смеси в течение часа (ход реакции контролировали методом ТСХ, элюент бензол). В случае карбоновых кислот реакции шли несколько быстрее, чем с оксимами, что можно объяснить более высокой реакционной способностью первых. При добавлении к реакционной смеси октана наблюдали кристаллизацию целевого продукта. После практически полного упаривания растворителя образующиеся кристаллы фильтровали, сушили и взвешивали.

Строение соединений **1–4** установлено методом рентгеноструктурного анализа (РСА) (рис. 1–4). По данным РСА, атомы сурьмы в комплексах **1–3** имеют координацию искаженной тригональной бипирамиды с тремя арильными лигандами в экваториальной плоскости, при этом аксиальные углы CSbO составляют 178,94(5), 174,4(2) и 176,95(5)°. Электроотрицательная группа (оксимная или карбоксильная) в соединениях **1–3** находится в аксиальном положении, что полностью согласуется с теорией отталкивания электронных пар валентных орбиталей, причем

наблюдаемые длины связей Sb–O (2,1785(16), 2,147(6), 2,3319(15) Å) несколько превосходят сумму ковалентных радиусов связанных между собой атомов-партнеров (2,14 Å) [28].

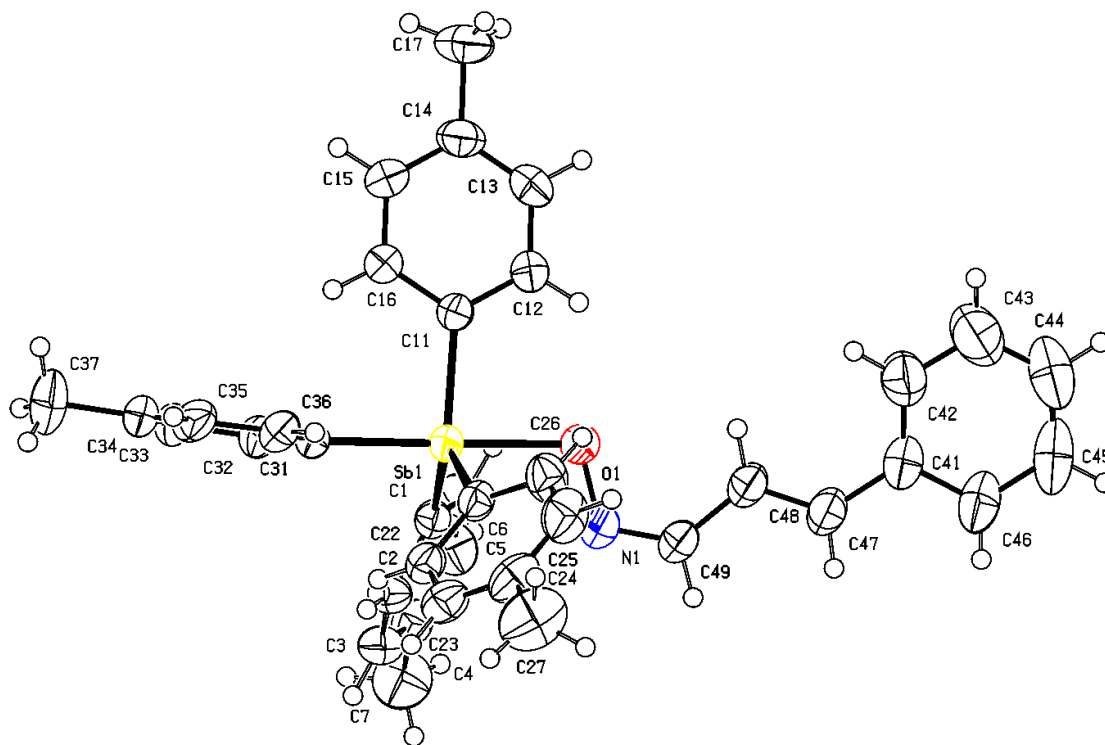


Рис. 1. Строение циннамальдоксимата тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHCH}=\text{CHPh}$ (1)

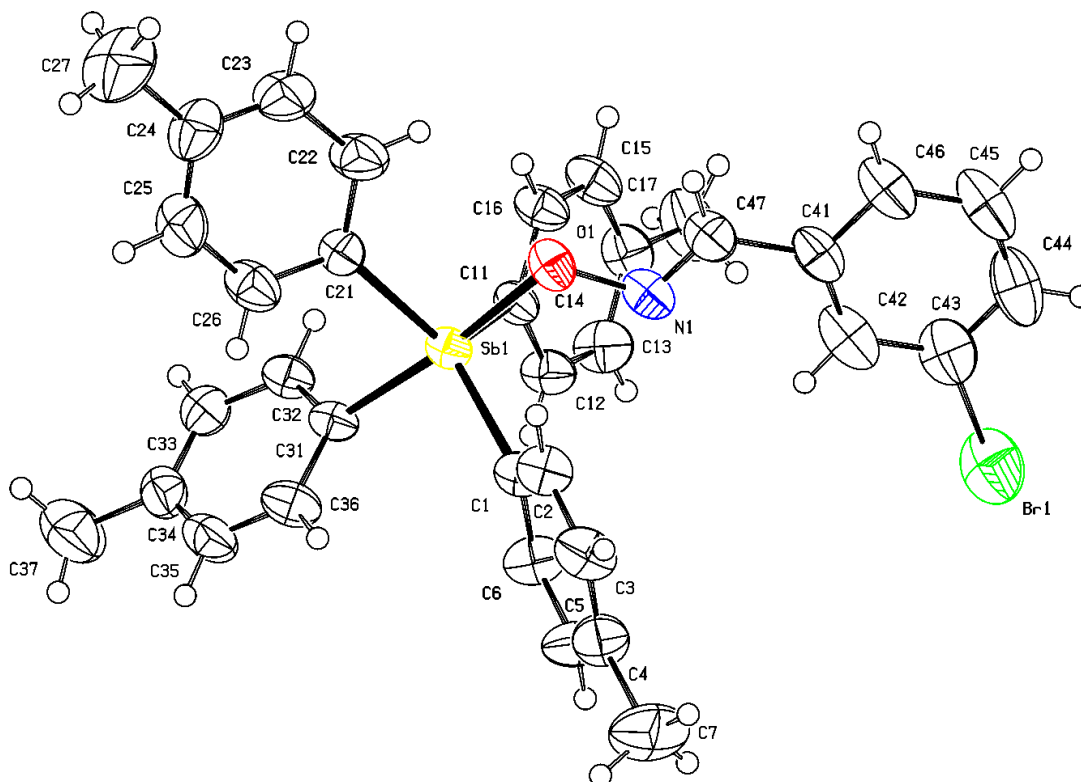


Рис. 2. Строение 3-бромбензальдоксимата тетра(пара-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{Br}-3)$ (2)

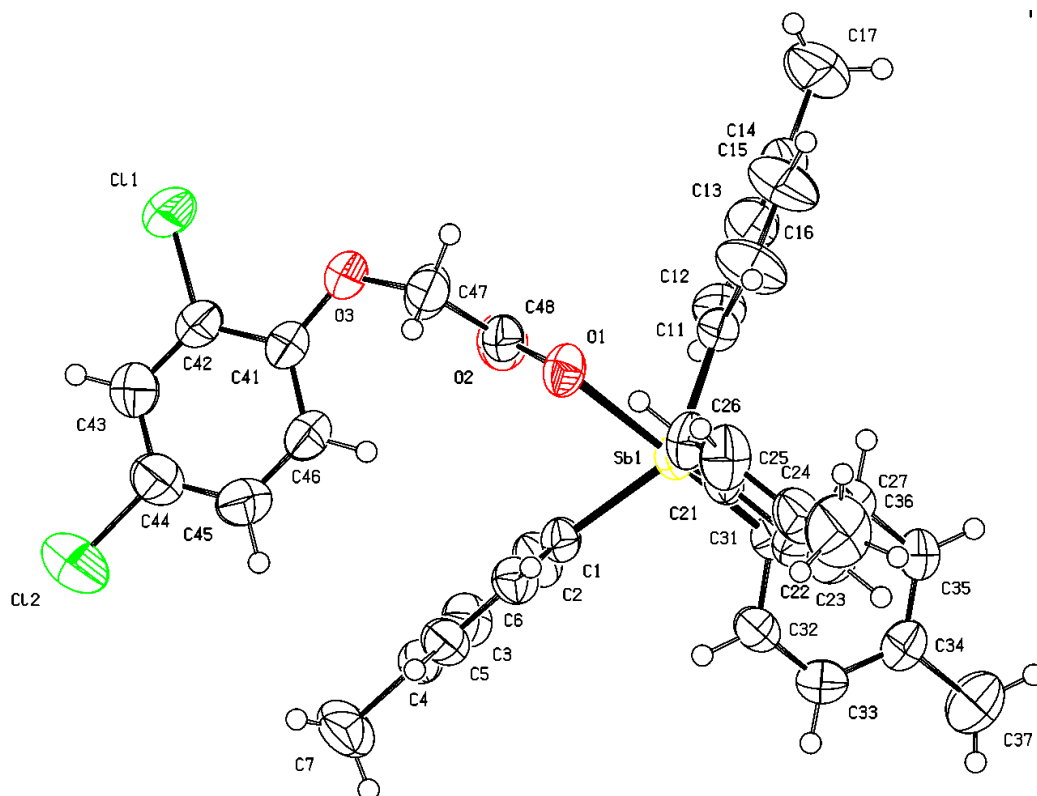


Рис. 3. Строение 2,4-дихлорфеноксиацетата тетра(*пара*-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbOC(O)CH}_2\text{OC}_6\text{H}_3(\text{Cl}_{2-2,4})$ (3)

Кристалл **4** состоит из искаженных тетраэдрических катионов тетра(*пара*-толил)стибония (углы $\text{CSbC } 106,6(2)^\circ\text{--}112,46(19)^\circ$) и однозарядных анионов тетрафторэтановой кислоты.

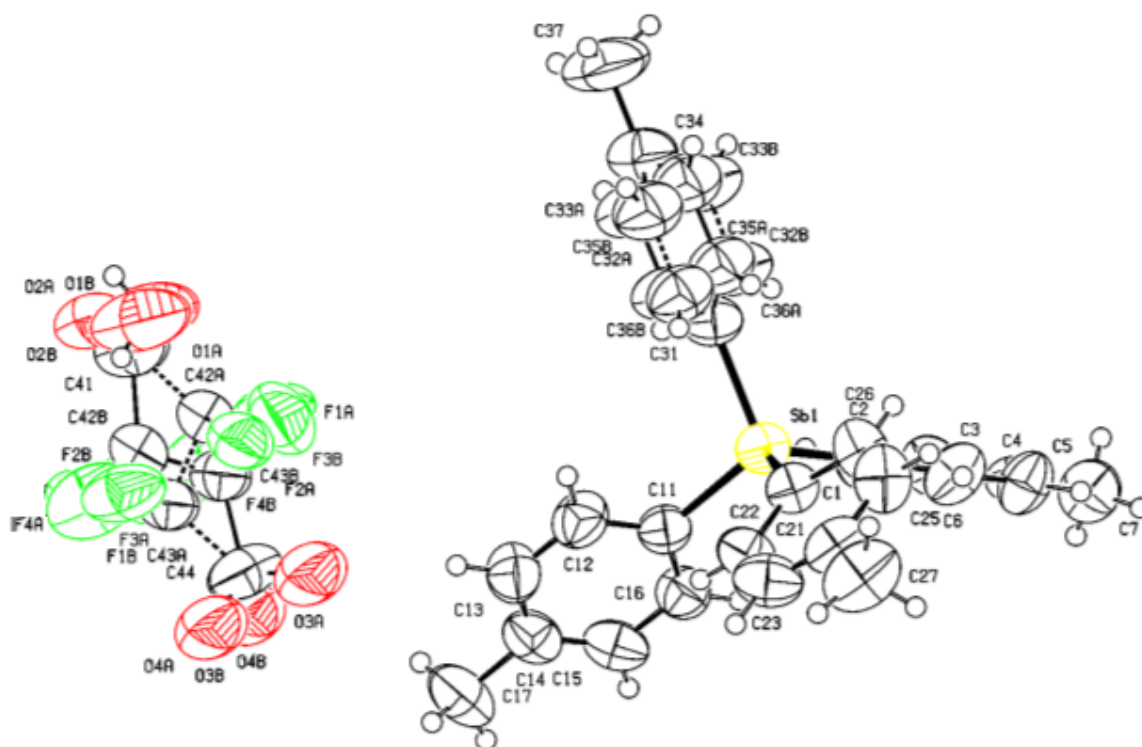


Рис. 4. Строение кислого тетрафторсукцината тетра(*пара*-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbOC(O)CF}_2\text{CF}_2\text{C(O)OH}$ (4)

Анионы в кристалле комплекса **4** посредством водородных связей связываются в димеры (рис. 5).

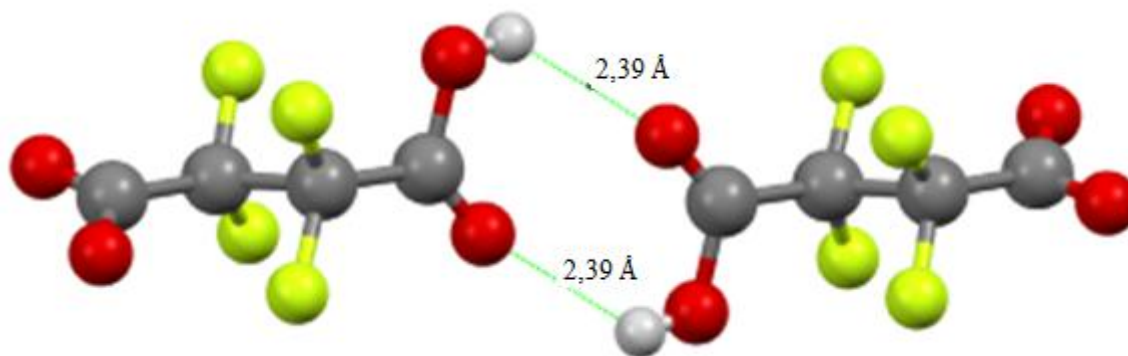


Рис. 5. Димерное строение анионов комплекса **4**

Заключение

Таким образом, впервые из пента(*para*-толил)сурьмы, оксимов и карбоновых кислот в бензоле синтезированы оксиматы и карбоксилаты тетра(*para*-толил)сурьмы $p\text{-Tol}_4\text{SbX}$ ($X = \text{ONCHR}$, $R = \text{CHCHPh}$ (**1**), $\text{C}_6\text{H}_4(\text{Br}-3)$ (**2**); $X = \text{OC(O)R}'$, $R' = \text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_3\text{Cl}_2\text{-2,4}$ (**3**), $\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C(O)OH}$ (**4**) с выходом до 91 %; строение комплексов **1–4** доказано методом рентгеноструктурного анализа.

Список источников

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 $\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{ClSb}$ / К.Н. Акатова, Р.И. Бочкова, В.А. Лебедев, В.В. Шарутин, Н.В. Белов // 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. Пакусина, С.А. Смирнова, М.А. Пушилилин // 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, А.П. Пакусина, А.В. Герасименко, Е.А. Герасименко, Б.В. Буквецкий, Д.Ю. Попов // 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. Пакусина, И.В. Егорова, Т.К. Иваненко, А.В. Герасименко, А.С. Сергиенко. // Коорд. химия. 2003. Т. 29, № 5. С. 336–340.
8. Реакции пентаарилсурьмы с диацилатами триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина, 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 $\text{Sb}-\text{C}$ в пентаарилсурьме / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова, А.П. Пакусина, О.Н. Тоичкина // 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, А.П. Пакусина, А.В. Герасименко, А.С. Сергиенко // 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, Е.Н. Эттенко, Д.Б. Криволапов, А.Т. Губайдуллин, И.А. Литвинов // 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, Е.Б. Воробьева, Д.В. Муслин, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 6. С. 931–936.
14. Сопшина Д.М. Синтез и строение продукта реакции пента-*nara*-толилсурьмы с гептафторпропил(*t*-бутил)дикетоном-1,3 $p\text{-ToI}_4\text{Sb}[t\text{-BuC}(\text{O})\text{CHC}(\text{O})\text{C}_3\text{F}_7]$ // 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(*nara*-толил)сурьмы с каликсареном $[4\text{-}t\text{-BuC}_6\text{H}_2\text{OH}(\text{S-2})_4]$ // Вестник ЮУрГУ. Сер. «Химия». 2021. Т. 13, № 1. С. 47–57. DOI: 10.14529/chem210105.
16. Шарутина О.К. Ферроценкарбоксилат тетра(*nara*-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(*nara*-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, А.П. Пакузина, Н.Ю. Адонин, В.Ф. Стариченко // Коорд. химия. 2002. Т. 28, № 5. С. 356–363.
19. Синтез и строение пентафтор- и пентахлорфеноксидов 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(*nara*-толил)сурьмы $(4\text{-MeC}_6\text{H}_4)_4\text{SbX}$, X = $\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2\text{-}2)$, $\text{OC}(\text{O})\text{C}=\text{CPh}$, $\text{ON}=\text{CHC}_6\text{H}_4(\text{NMe}_2\text{-}4)$ // Журн. неорг. химии. 2017. Т. 62, № 7. С. 925–929. DOI: 10.7868/S0044457X17070224.
21. Синтез и строение комплексов иридия $[p\text{-ToI}_4\text{Sb}]^+ [p\text{-ToI}_4\text{Sb}(\text{DMSO})]^+ [\text{IrBr}_6]^{2-}$ и $[p\text{-ToI}_4\text{Sb}(\text{DMSO})]^+ [\text{IrBr}_4(\text{DMSO})_2]^-$ / 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. Covalent radii revisited / B. Cordero, V. Gómez, A.E. Platero-Prats, M. Revés, J. Echeverría, E. Cremades, F. Barragána, S. Alvarez // Dalton Trans. 2008. P. 2832–2838. DOI: 10.1039/B801115J.

Шарутин Владимир Викторович – доктор химических наук, главный научный сотрудник управления научной и инновационной деятельности, Южно-Уральский государственный университет (Челябинск). E-mail: sharutin50@mail.ru.

Поступила в редакцию 17 октября 2022 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF DERIVATIVES
TETRA(PARA-TOLYL)ANTIMONY

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tetra(*p*-tolyl)antimony oximates and carboxylates *p*-Tol₄SbX (X = ONCHR, R = CHCHPh (1), C₆H₄(Br-3) (2), X = OC(O)R', R' = CH₂OC₆H₃Cl₂-2.4 (3), CF₂CF₂C(O)OH (4)). X-ray diffraction analysis, antimony atoms in complexes **1–3** have a distorted trigonal bipyramid coordination with three aryl ligands in the equatorial plane, while the CSbO axial angles are 178.94(5)°, 174.4(2)°, and 176.95(5)°. Crystal **4** consists of distorted tetrahedral tetra(*p*-tolyl)stibonium cations (CSbC angles 106.6(2)°–112.46(19)°) and singly charged tetrafluoroethanedioic acid anions. X-ray diffraction data: (1) [C₃₇H₃₆NOSb, M = 632.42; triclinic syngony, sp. gr. *P*-1; cell parameters: *a* = 10.789(4) Å, *b* = 10.811(5) Å, *c* = 14.558(5) Å; α = 73.389(18)°, β = 75.201(15)°, γ = 87.55(2)°, *V* = 1572.3(11) Å³, *Z* = 2; ρ(calc.) = 1.336 g/cm³; μ = 0.906 mm⁻¹; *F*(000) = 648.0; region 2θ collection: 6.04°–75.9°; –18 ≤ *h* ≤ 18, –18 ≤ *k* ≤ 18, –25 ≤ *l* ≤ 25; total reflections 115476; independent reflections 16980 (*R*_{int} = 0.0449); *GOOF* = 1.003; *R*-factor 4.58 %]; (2) [C₃₅H₃₃NOSbBr, M = 685.28; triclinic syngony, sp. gr. *P*-1; cell parameters: *a* = 10.719(18) Å, *b* = 10.731(13) Å, *c* = 15.85(2) Å; α = 101.53(4)°, β = 92.31(8)°, γ = 119.11(5)°, *V* = 1541(4) Å³, *Z* = 2; ρ(calc.) = 1.477 g/cm³; μ = 2.219 mm⁻¹; *F*(000) = 688.0; region 2θ collection: 5.5°–77.08°; –16 ≤ *h* ≤ 16, –17 ≤ *k* ≤ 17, –25 ≤ *l* ≤ 25; total reflections 60962; independent reflections 12480 (*R*_{int} = 0.0604); *GOOF* = 1.429; *R*-factor 10.99 %]; (3) [C₃₆H₃₃O₃Cl₂Sb, M = 706.27; triclinic syngony, sp. gr. *P*-1; cell parameters: *a* = 10.621(5) Å, *b* = 11.016(5) Å, *c* = 15.809(9) Å; α = 103.55(2)°, β = 108.00(2)°, γ = 98.34(2)°, *V* = 1662.1(14) Å³, *Z* = 2; ρ(calc.) = 1.411 g/cm³; μ = 1.024 mm⁻¹; *F*(000) = 716.0; region 2θ collection: 5.68°–60.22°; –14 ≤ *h* ≤ 14, –15 ≤ *k* ≤ 15, –22 ≤ *l* ≤ 22; total reflections 110814; independent reflections 9738 (*R*_{int} = 0.0348); *GOOF* = 1.041; *R*-factor 2.74 %]; (4) [C₃₂H₂₉F₄O₄Sb, M = 675.30; triclinic syngony, sp. gr. *P*-1; cell parameters: *a* = 10.223(15) Å, *b* = 12.011(14) Å, *c* = 12.949(14) Å; α = 74.32(3)°, β = 89.65(7)°, γ = 86.99(5)°, *V* = 1529(3) Å³, *Z* = 2; ρ(calc.) = 1.467 g/cm³; μ = 0.961 mm⁻¹; *F*(000) = 680.0; region collection for 2θ: 6.536°–56.708°; –13 ≤ *h* ≤ 13, –16 ≤ *k* ≤ 16, –17 ≤ *l* ≤ 17; total reflections 44836; independent reflections 7568 (*R*_{int} = 0.0449); *GOOF* = 1.052; *R*-factor 6.02 %]. Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and bond angles for compounds **1**, **2**, **3** and **4** have been deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (CCDC 2130472, 2131085, 2131084, 2126158; deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

Keywords: penta(*para*-tolyl)antimony, reaction, oxime, carboxylic acid, X-ray diffraction analysis

Received 17 October 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин В.В. Синтез и особенности строения производных тетра(пара-толил)сурьмы // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2023. Т. 15, № 1. С. 50–57. DOI: 10.14529/chem230105

FOR CITATION

Sharutin V.V. Synthesis and structure of derivatives tetra(*para*-tolyl)antimony. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2023;15(1):50–57. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem230105