

## РЕАКЦИИ ПЕНТАФЕНИЛ- И ПЕНТА(ПАРА-ТОЛИЛ)СУРЬМЫ С ФУМАРОВОЙ КИСЛОТОЙ

**В.В. Шарутин, А.Д. Семенова**

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пентафенилсурьмы с фумаровой кислотой в бензоле (24 ч, 24 °С, мольное соотношение 4:3) получен сольват с бензолом  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4 \cdot 2\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{H} \cdot 3\text{PhH}$  (**1**). При молярном соотношении исходных реагентов 2:1 имеет место образование биядерного производного фумаровой кислоты  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4$  (**2**). В аналогичных реакциях пента(пара-толил)сурьмы с фумаровой кислотой образуются аддукт  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot \text{HOOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OH} \cdot 4\text{PhH}$  (**3**) и сольват биядерного производного фумаровой кислоты с бензолом  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot 3\text{PhH}$  (**4**) соответственно. По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного при 293 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD-детектор, Mo  $K_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073$  Å, графитовый монохроматор), атомы сурьмы в кристаллах **1** [ $\text{C}_{63}\text{H}_{53}\text{O}_6\text{Sb}_2$ ,  $M$  1149,55; сингония триклинная, группа симметрии  $P\bar{1}$ ; параметры ячейки:  $a = 9,938(4)$ ,  $b = 14,999(8)$ ,  $c = 19,088(8)$  Å;  $\alpha = 92,833(17)$ ,  $\beta = 102,148(16)$ ,  $\gamma = 99,02(3)$  град.;  $V = 2737(2)$  Å<sup>3</sup>; размер кристалла  $0,3 \times 0,17 \times 0,05$  мм; интервалы индексов отражений  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-20 \leq k \leq 20$ ,  $-25 \leq l \leq 25$ ; всего отражений 89119; независимых отражений 14039;  $R_{\text{int}} 0,0698$ ;  $GOOF 1,070$ ;  $R_1 = 0,0442$ ,  $wR_2 = 0,0675$ ; остаточная электронная плотность  $0,47/-0,80$  e/Å<sup>3</sup>], **2** [ $\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{Sb}$ ,  $M$  487,18; сингония моноклинная, группа симметрии  $C2/c$ ; параметры ячейки:  $a = 28,35(3)$ ,  $b = 10,453(15)$ ,  $c = 17,49(2)$  Å;  $\beta = 93,01(5)$  град.;  $V = 5176(12)$  Å<sup>3</sup>; размер кристалла  $0,2 \times 0,12 \times 0,08$  мм; интервалы индексов отражений  $-26 \leq h \leq 30$ ,  $-11 \leq k \leq 11$ ,  $-19 \leq l \leq 13$ ; всего отражений 6329; независимых отражений 3283;  $R_{\text{int}} 0,1220$ ;  $GOOF 1,318$ ;  $R_1 = 0,1253$   $wR_2 = 0,3080$ ; остаточная электронная плотность  $2,09/-4,45$  e/Å<sup>3</sup>], **3** [ $\text{C}_{88}\text{H}_{86}\text{O}_8\text{Sb}_2$ ,  $M$  1515,09; сингония триклинная, группа симметрии  $P\bar{1}$ ; параметры ячейки:  $a = 13,35(2)$ ,  $b = 13,50(2)$ ,  $c = 14,15(2)$  Å;  $\alpha = 67,02(5)$ ,  $\beta = 62,29(6)$ ,  $\gamma = 65,63(6)$  град.;  $V = 1994(5)$  Å<sup>3</sup>; размер кристалла  $0,55 \times 0,33 \times 0,28$  мм; интервалы индексов отражений  $-17 \leq h \leq 17$ ,  $-17 \leq k \leq 17$ ,  $-18 \leq l \leq 18$ ; всего отражений 54923; независимых отражений 9183;  $R_{\text{int}} 0,0604$ ;  $GOOF 1,069$ ;  $R_1 = 0,0494$   $wR_2 = 0,1159$ ; остаточная электронная плотность  $1,83/-1,68$  e/Å<sup>3</sup>], **4** [ $\text{C}_{39}\text{H}_{38}\text{O}_2\text{Sb}$ ,  $M$  660,44; сингония триклинная, группа симметрии  $P\bar{1}$ ; параметры ячейки:  $a = 11,328(6)$ ,  $b = 12,416(7)$ ,  $c = 12,997(6)$  Å;  $\alpha = 82,24(2)$ ,  $\beta = 72,87(2)$ ,  $\gamma = 75,50(3)$  град.;  $V = 1687,5(15)$  Å<sup>3</sup>; размер кристалла  $0,23 \times 0,17 \times 0,05$  мм; интервалы индексов отражений  $-14 \leq h \leq 14$ ,  $-15 \leq k \leq 15$ ,  $-16 \leq l \leq 16$ ; всего отражений 40178; независимых отражений 7469;  $R_{\text{int}} 0,2589$ ;  $GOOF 1,029$ ;  $R_1 = 0,0627$ ,  $wR_2 = 0,1275$ ; остаточная электронная плотность  $0,95/-1,72$  e/Å<sup>3</sup>], имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами углерода и кислорода в аксиальных положениях (аксиальные углы составляют  $173,65(10)$ ,  $175,74(11)^\circ$  для **1**;  $176,6(7)^\circ$  для **2**;  $176,07(10)^\circ$  для **3**;  $178,41(16)^\circ$  для **4**). Расстояния Sb–O составляют  $2,253(2)$  и  $2,240(2)$  Å для **1**;  $2,262(17)$  Å для **2**;  $2,302(3)$  Å для **3** и  $2,234(4)$  Å для **4**. Длины связей Sb–C изменяются в узком интервале значений ( $2,110(3)$ – $2,176(3)$  Å для **1**;  $2,114(2)$ – $2,18(3)$  Å для **2**;  $2,109(5)$ – $2,188(4)$  Å для **3**;  $2,113(5)$ – $2,184(5)$  Å для **4**). Структурная организация в кристаллах обусловлена слабыми межмолекулярными контактами типа  $\text{C}=\text{O} \cdots \text{H}$  ( $1,83$ – $2,71$  Å для **1**,  $1,81$ – $2,71$  Å для **3**,  $2,69$  Å для **4**). В кристаллах **1**, **3**, **4** блоки двух дикарбоновых кислот связаны между собой через цепочки  $-\text{C}=\text{O} \cdots \text{HOOC}(\text{O})-$  ( $1,83$ ;  $1,83$ ;  $1,81$  Å соответственно). Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2217281 для **1**, (№ 2214920 для **2**, № 2220380 для **3**, № 2217063 для **4**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

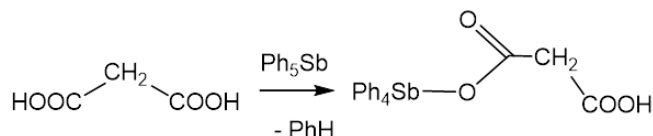
*Ключевые слова:* пентафенилсурьма, пента(пара-толил)сурьма, реакция, фумаровая кислота, продукты, строение сольватов карбоксилатов тетрафенил- и (пара-толил)сурьмы, синтез, строение, рентгеноструктурный анализ

**Введение**

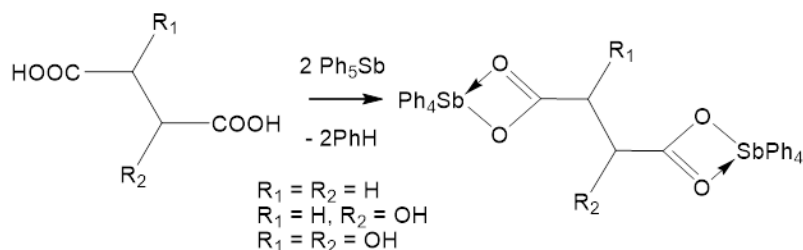
К настоящему времени известны эффективные методы синтеза фенильных производных сурьмы общей формулы  $\text{Ph}_4\text{SbX}$ , среди которых следует выделить их получение из пентафенилсурьмы и кислоты  $\text{HX}$  [1]. Так, описаны реакции пентафенилсурьмы с сульфоновыми кислотами [2–4], фенолами [5, 6], карбоновыми кислотами [7–10],  $\beta$ -дикетонами [11, 12], оксимами [13, 14]. При избытке кислоты (2 моль) могут образовываться аддукты, например,  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}_3 \cdot \text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{OH}$  или  $\text{Ph}_4\text{SbONO}_2 \cdot \text{HNO}_3$  [15].

Стоит отметить, что при взаимодействии пентафенилсурьмы и кислоты  $\text{HX}$ , как правило, происходит отщепление только одной фенильной группы от атома сурьмы. В то же время показано, что взаимодействие диоксима метиленидициклопентанона-2,2' с пентафенилсурьмой в жестких условиях (90 °С, 5 ч) при мольном соотношении исходных реагентов 1:2 соответственно приводит к образованию макроциклического сурьмаорганического соединения – бис- $\mu$ -[(метиленидициклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы], в молекулах которого симметричные диоксимные радикалы чередуются со структурными блоками  $\text{Ph}_3\text{Sb}$  [16]. При взаимодействии оксима ацетофенона с пента(*пара*-толил)сурьмой и оксима циклогексанона с пентафенилсурьмой (1:1 мольн.) при нагревании реакционной смеси в течение часа на водяной бане образовывался бис(ацетофеноноксимат) три(*пара*-толил)сурьмы (выход 89 %) и бис(циклогексанонноксимат) трифенилсурьмы (выход 66 %). Если же реакцию проводили при комнатной температуре, то выделяли соответственно бензофеноноксимат тетра(*пара*-толил)сурьмы (выход 93 %) и циклогексанонноксимат тетрафенилсурьмы (выход 70 %) [17]. Неожиданный результат был получен авторами [18] в реакции пентафенилсурьмы с 3,4-дифторбензойной кислотой в бензоле, когда в качестве основного продукта была выделена бис(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьма  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-3,4}]_2$ . Весьма эффективным методом синтеза карбоксилатов тетраарилсурьмы является их получение по реакции перераспределения радикалов из пентаарилсурьмы и дикарбоксилата триарилсурьмы [19, 20].

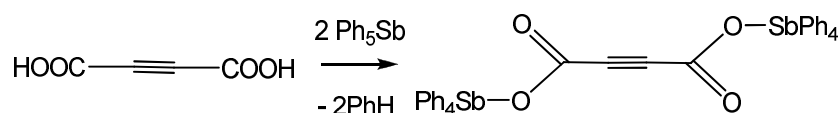
Взаимодействием эквимольных количеств пентафенилсурьмы и малоновой кислоты в толуоле получен кислый малонат тетрафенилсурьмы [21]:



В то же время реакции других двухосновных карбоновых кислот (янтарной, яблочной и винной) с двумя молями пентафенилсурьмы (толуол, 48 ч) приводят к образованию биядерных производных сурьмы с выходом до 98 % [22]:



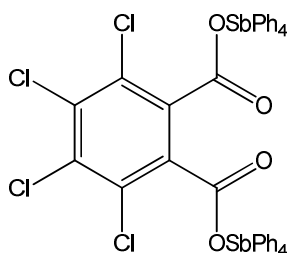
Продуктом реакции ацетилендикарбоновой кислоты с двумя молями пентафенилсурьмы (толуол, 24 ч, 23 °С, 1:2 мольн.) является ацетилендикарбоксилат бис(тетрафенил)сурьмы [23]:



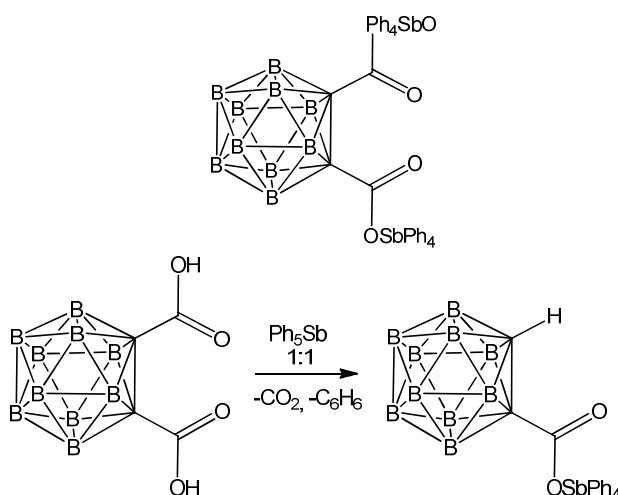
Отметим, что взаимодействие эквимольных количеств ацетилендикарбоновой кислоты и пентафенилсурьмы сопровождалось элиминированием углекислого газа, при этом имело место образование пропиолата тетрафенилсурьмы, который синтезировали также из пентафенилсурьмы и пропиоловой кислоты [24].

## Химия элементоорганических соединений

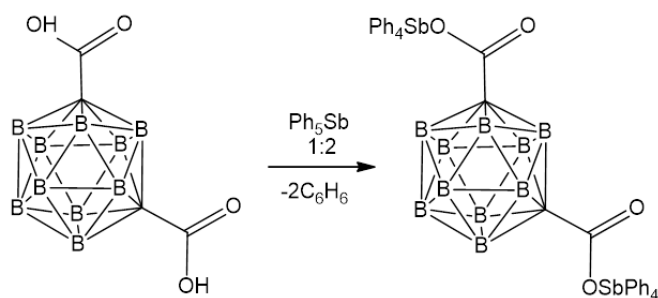
Особенностью взаимодействия пентафенилсурьмы с тетрахлорфталевой кислотой является то, что даже при соотношении реагентов 1:1 продуктом реакции является биядерное соединение [25]:



Если продуктом реакции пентафенилсурьмы с карборандикарбоновой кислотой при мольном соотношении исходных реагентов 2:1 (толуол, 24 °С, 18 ч) является биядерное производное сурьмы (94 %), то взаимодействие эквимольных количеств реагентов протекает с элиминированием углекислого газа и образованием монокарбосилата тетрафенилсурьмы [26]:



В то же время *мета*-карборандикарбоновая кислота реагирует в растворе бензола с пентафенилсурьмой независимо от соотношения исходных реагентов с образованием только биядерного дикарбосилата [27]:



В продолжение исследования реакционной способности дикарбоновых кислот с пентафенил- и пента(*пара*-толил)сурьмой изучено взаимодействие последних с фумаровой кислотой в растворе бензола.

### Экспериментальная часть

**Реакции пентафенилсурьмы с фумаровой кислотой.** Смесь 0,728 г (1,32 ммоль) пентафенилсурьмы и 0,116 г (0,99 ммоль) фумаровой кислоты в 15 мл бензола выдерживали при комнатной температуре 12 ч, добавляли 2 мл гептана и медленно удаляли растворитель (24 ч). Получили 0,674 г (88 %) неокрашенных кристаллов сольвата  $\text{Ph}_4\text{SbOC(O)CH=CHC(O)OSbPh}_4 \cdot 2\text{Ph}_4\text{SbOC(O)CH=CHC(O)H} \cdot 3\text{PhH}$  (**1**) с бензолом с т. разл. 185 °С. ИК-спектр, ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ): 3055, 3032, 1705, 1645, 1612, 1585, 1572, 1479, 1435, 1308, 1227, 1184, 1065, 1020, 997, 980, 797, 729, 691, 648, 579, 447, 420. Найдено: С 65,59; Н 4,70.  $\text{C}_{126}\text{H}_{106}\text{O}_{12}\text{Sb}_4$ . Вычислено: С 65,77; Н 4,61.

В аналогичных условиях при мольном соотношении исходных реагентов 2:1 из реакционной смеси выделяли  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4$  (**2**), 90 %, т. разл. 208 °С. ИК-спектр, ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ): 3051, 1607, 1587, 1574, 1479, 1433, 1395, 1350, 1265, 1188, 1157, 1065, 1020, 997, 980, 800, 733, 694, 656, 571, 449, 419. Найдено: С 63,89; Н 4,42.  $\text{C}_{52}\text{H}_{42}\text{O}_4\text{Sb}_2$ . Вычислено: С 64,07; Н 4,31.

**Реакции пента(пара-толил)сурьмы с фумаровой кислотой.** Смесь 0,288 г (0,5 ммоль) пента(пара-толил)сурьмы и 0,058 г (0,5 ммоль) фумаровой кислоты в 15 мл бензола нагревали до образования прозрачного раствора, добавляли 2 мл гептана и выдерживали 24 ч при комнатной температуре. Получили 0,344 г (91 %) неокрашенных кристаллов аддукта  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot \text{НОC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{ОН} \cdot 4\text{PhH}$  (**3**), 91 %, с т. разл. 195 °С. ИК-спектр, ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ): 3017, 2918, 1622, 1493, 1445, 1393, 1298, 1188, 1063, 1015, 988, 951, 795, 677, 573, 482, 419. Найдено: С 69,62; Н 5,73.  $\text{C}_{88}\text{H}_{86}\text{O}_8\text{Sb}_2$ . Вычислено: С 69,70; Н 5,68.

В аналогичных условиях при мольном соотношении исходных реагентов 2:1 из реакционной смеси выделяли сольват  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot 3\text{PhH}$  (**4**), 93 %, т. разл. 213 °С. ИК-спектр, ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ): 3015, 2957, 2920, 2862, 1622, 1491, 1445, 1393, 1298, 1211, 1188, 1063, 1015, 988, 951, 795, 677, 573, 482, 419. Найдено: С 70,67; Н 5,83.  $\text{C}_{78}\text{H}_{76}\text{O}_4\text{Sb}_2$ . Вычислено: С 70,86; Н 5,75.

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 **1–4** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетке КВг в области 4000–400  $\text{см}^{-1}$ .

**Рентгеноструктурный анализ (РСА)** кристаллов проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo  $K_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , 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 [28]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [29] OLEX2 [30]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ( $U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{эвк}}(\text{C})$ ). 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 1–4

Параметр	1	2	3	4
Формула	$\text{C}_{63}\text{H}_{53}\text{O}_6\text{Sb}_2$	$\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{Sb}$	$\text{C}_{44}\text{H}_{43}\text{O}_4\text{Sb}$	$\text{C}_{39}\text{H}_{38}\text{O}_2\text{Sb}$
$M$	1149,55	487,18	757,53	660,44
Сингония	Триклинная	Моноклинная	Триклинная	Триклинная
Пр. группа	$P\bar{1}$	$C2/c$	$P\bar{1}$	$P\bar{1}$
$a$ , $\text{Å}$	9,938(4)	28,35(3)	13,35(2)	11,328(6)
$b$ , $\text{Å}$	14,999(8)	10,453(15)	13,50(2)	12,416(7)
$c$ , $\text{Å}$	19,088(8)	17,49(2)	14,15(2)	12,997(6)
$\alpha$ , °	92,833(17)	90	67,02(5)	82,24(2)
$\beta$ , °	102,148(16)	93,01(5)	62,29(6)	72,87(2)
$\gamma$ , °	99,02(3)	90	65,63(6)	75,50(3)
$V$ , $\text{Å}^3$	2737(2)	5176(12)	1994(5)	1687,5(15)
$Z$	2	8	2	2
$\rho$ (выч.), $\text{г/см}^3$	1,395	1,250	1,262	1,300
$\mu$ , $\text{мм}^{-1}$	1,037	1,082	0,731	0,848
$F(000)$	1162,0	1952,0	780,0	678,0
Размер кристалла, мм	0,3 × 0,17 × 0,05	0,2 × 0,12 × 0,08	0,55 × 0,33 × 0,28	0,23 × 0,17 × 0,05
Область сбора данных по $2\theta$ , град.	4,84–57,64	4,16–46,1	5,74–55,54	5,68–54,44
Интервалы индексов отражений	$-13 \leq h \leq 13$ , $-20 \leq k \leq 20$ , $-25 \leq l \leq 25$	$-26 \leq h \leq 30$ , $-11 \leq k \leq 11$ , $-19 \leq l \leq 13$	$-17 \leq h \leq 17$ , $-17 \leq k \leq 17$ , $-18 \leq l \leq 18$	$-14 \leq h \leq 14$ , $-15 \leq k \leq 15$ , $-16 \leq l \leq 16$

# Химия элементоорганических соединений

Окончание табл. 1

Параметр	1	2	3	4
Измерено отражений	89119	6329	54923	40178
Независимых отражений	14039	3283	9183	7469
$R_{int}$	0,0698	0,1220	0,0604	0,2589
Переменных уточнения	643	262	447	383
GOOF	1,070	1,318	1,069	1,029
R-факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0442$ , $wR_2 = 0,0675$	$R_1 = 0,1253$ , $wR_2 = 0,3080$	$R_1 = 0,0494$ , $wR_2 = 0,1159$	$R_1 = 0,0627$ , $wR_2 = 0,1275$
R-факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0768$ , $wR_2 = 0,0743$	$R_1 = 0,2155$ , $wR_2 = 0,3972$	$R_1 = 0,0708$ , $wR_2 = 0,1354$	$R_1 = 0,0998$ , $wR_2 = 0,1439$
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å <sup>3</sup>	0,47/-0,80	2,09/-4,45	1,83/-1,68	0,95/-1,72

Таблица 2

## Длины связей и валентные углы в соединениях 1–4

Связь	$d$ , Å	Угол	$\omega$ , град.
<b>1</b>			
Sb(1)–O(1)	2,253(2)	O(1)Sb(1)C(1)	173,65(10)
Sb(1)–C(31)	2,125(3)	C(21)Sb(1)C(31)	116,49(12)
Sb(1)–C(21)	2,110(3)	C(21)Sb(1)C(11)	118,47(12)
Sb(1)–C(1)	2,174(3)	C(11)Sb(1)C(31)	122,22(12)
Sb(1)–C(11)	2,116(3)	C(31)Sb(1)O(1)	79,86(10)
Sb(2)–O(5)	2,240(2)	C(31)Sb(1)C(1)	94,30(11)
Sb(2)–C(51)	2,120(3)	C(21)Sb(1)O(1)	87,49(10)
Sb(2)–C(71)	2,120(3)	O(5)Sb(2)C(61)	175,74(11)
Sb(2)–C(41)	2,128(3)	C(51)Sb(2)O(5)	85,72(11)
Sb(2)–C(61)	2,176(3)	C(51)Sb(2)C(41)	113,65(13)
Sb(1)⋯O(7)	3,389(5)	C(71)Sb(2)C(51)	124,09(12)
Sb(2)⋯O(6)	3,156(5)	C(71)Sb(2)C(41)	119,38(13)
C=O(7)⋯HO(3)C(O)	1,84(10)	O(5)Sb(2)C(41)	83,20(11)
Преобразования симметрии: <sup>1</sup> 1–x, 1–y, 1–z; <sup>2</sup> 2–x, 1–y, 1–z			
<b>2</b>			
Sb(1)–O(1)	2,262(17)	O(1)Sb(1)C(31)	176,6(7)
Sb(1)–C(31)	2,118(3)	C(21)Sb(1)C(11)	125,4(9)
Sb(1)–C(21)	2,11(2)	C(21)Sb(1)C(1)	117,3(8)
Sb(1)–C(11)	2,14(3)	C(1)Sb(1)C(11)	112,8(10)
Sb(1)–C(1)	2,14(2)	C(1)Sb(1)O(1)	79,3(8)
Sb(1)⋯O(2)	3,196(5)	C(37)O(1)Sb(1)	119,0(14)
Преобразования симметрии: <sup>1</sup> 1–x, 1–y, 1–z			
<b>3</b>			
Sb(1)–O(1)	2,302(3)	C(31)Sb(1)O(1)	176,07(10)
Sb(1)–C(31)	2,188(4)	C(1)Sb(1)C(21)	118,27(16)
Sb(1)–C(21)	2,132(4)	C(1)Sb(1)C(11)	120,16(16)
Sb(1)–C(1)	2,109(5)	C(21)Sb(1)C(11)	117,74(17)
Sb(1)–C(11)	2,128(5)	C(21)Sb(1)C(31)	95,82(17)
Sb(1)⋯O(2)	3,482(5)	C(21)Sb(1)O(1)	80,73(16)
C=O(2)⋯HO(4)C(O)	1,81(10)	C(1)Sb(1)C(31)	96,79(18)
C=O(3)⋯H(Me)C(11-17)	2,71(10)	C(11)Sb(1)O(1)	86,36(16)
Преобразования симметрии: <sup>1</sup> 1–x, 1–y, 1–z; <sup>2</sup> –x, 1–y, 2–z			
<b>4</b>			
Sb(1)–O(2)	2,234(4)	C(31)Sb(1)O(2)	178,41(16)
Sb(1)–C(1)	2,113(5)	C(1)Sb(1)C(11)	129,9(2)

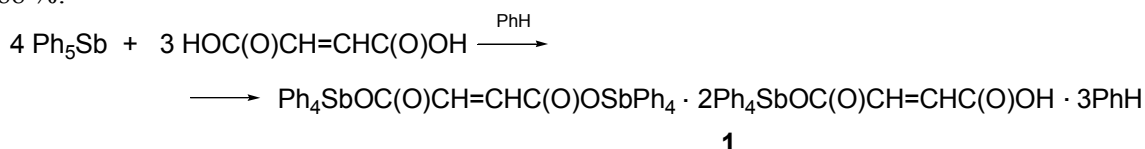
Окончание табл. 2

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град.
Sb(1)–C(11)	2,116(5)	C(1)Sb(1)C(21)	113,1(2)
Sb(1)–C(21)	2,117(5)	C(11)Sb(1)C(21)	115,3(2)
Sb(1)–C(31)	2,184(5)	C(1)Sb(1)O(2)	85,00(17)
Sb(1)···O(4)	3,166(10)	C(1)Sb(1)C(31)	95,5(2)
Преобразования симметрии: <sup>1</sup> – <i>x</i> , 2– <i>y</i> , 1– <i>z</i> ; <sup>2</sup> – <i>x</i> , 1– <i>y</i> , 2– <i>z</i>			

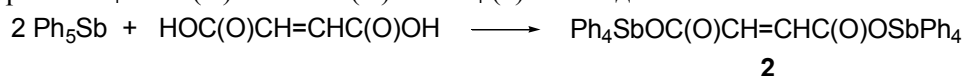
Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2217281 для **1**, № 2214920 для **2**, № 2220380 для **3**, № 2217063 для **4**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

### Обсуждение результатов

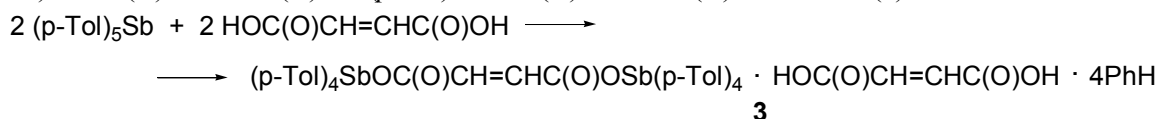
Нами найдено, что продуктом реакции эквимольных количеств пентафенилсурьмы с фумаровой кислотой в бензоле при комнатной температуре является аддукт фумарата *бис*(тетрафенилсурьмы) с кислым фумаратом тетрафенилсурьмы и бензолом, выделенным из реакционной смеси в виде сольвата Ph<sub>4</sub>SbOC(O)CH=CHC(O)OSbPh<sub>4</sub> · 2Ph<sub>4</sub>SbOC(O)CH=CHC(O)OH · 3PhH (**1**), выход которого при мольном соотношении исходных реагентов 4:3 повышался до 88 %:



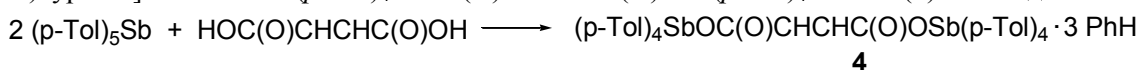
Показано, что увеличение концентрации пентафенилсурьмы в реакционной смеси (мольное соотношение реагентов 2:1) в аналогичных условиях приводит к образованию биядерного производного сурьмы Ph<sub>4</sub>SbOC(O)CH=CHC(O)OSbPh<sub>4</sub> (**2**) с выходом 90 %:



Проведение реакции между эквимольными количествами пента(*пара*-толил)сурьмы и фумаровой кислоты в аналогичных условиях был получен аддукт фумарата *бис*[(тетра(*пара*-толил)сурьмы)] с фумаровой кислотой и бензолом, выделенным из реакционной смеси в виде сольвата (p-Tol)<sub>4</sub>SbOC(O)CH=CHC(O)OSb(p-Tol)<sub>4</sub> · HOOC(O)CH=CHC(O)OH · 4PhH (**3**) с выходом 91 %:



В то же время увеличение количества пента(*пара*-толил)сурьмы (мольное соотношение исходных реагентов 2:1) привело к образованию биядерного производного фумаровой кислоты, которое было выделено из реакционной смеси в виде сольвата фумарата *бис*[(тетра(*пара*-толил)сурьмы)] с бензолом (p-Tol)<sub>4</sub>SbOC(O)CH=CHC(O)OSb(p-Tol)<sub>4</sub> · 3PhH (**4**) с выходом 93 %:



Прозрачные бесцветные кристаллы **1–4**, устойчивые к действию влаги и кислорода воздуха, растворимы в ацетоне, ароматических углеводородах, хлороформе и диоксане.

В ИК-спектрах соединений **1–4** наблюдаются полосы поглощения средней интенсивности, относящиеся к валентным колебаниям связей Sb–C при ~420 см<sup>-1</sup> соответственно. Наличие карбонильной группы характеризуется присутствием полосы поглощения валентных колебаний связи C=O высокой интенсивности при 1705–1607 см<sup>-1</sup>, которые смещены в низкочастотную область спектра по сравнению с полосой поглощения карбонильной группы фумаровой кислоты (1670 см<sup>-1</sup>). Полосы поглощения, характеризующие колебания ν(C–O) в карбоксилатных лигандах, наблюдаются при 1308–1298 см<sup>-1</sup>. Полосы поглощения валентных колебаний метильных групп расположены в ИК-спектрах при ~2950 см<sup>-1</sup> (асимметричные колебания). ИК-спектры соединений также содержат характерные полосы валентных колебаний углеродного скелета ароматических фрагмен-

## Химия элементоорганических соединений

тов: 1435–1184  $\text{cm}^{-1}$ . Валентным колебаниям связей  $\text{C}_{\text{Ar}}\text{-H}$  отвечает полоса поглощения средней интенсивности при  $\sim 3050 \text{ cm}^{-1}$  [31–33].

По данным РСА, в кристалле **1** на одну центросимметричную молекулу биядерного производного фумаровой кислоты (центр инверсии – середина двойной связи  $\text{C}=\text{C}$ ) приходится две молекулы кислого фумарата тетрафенилсурьмы и три молекулы сольватного бензола (рис. 1).

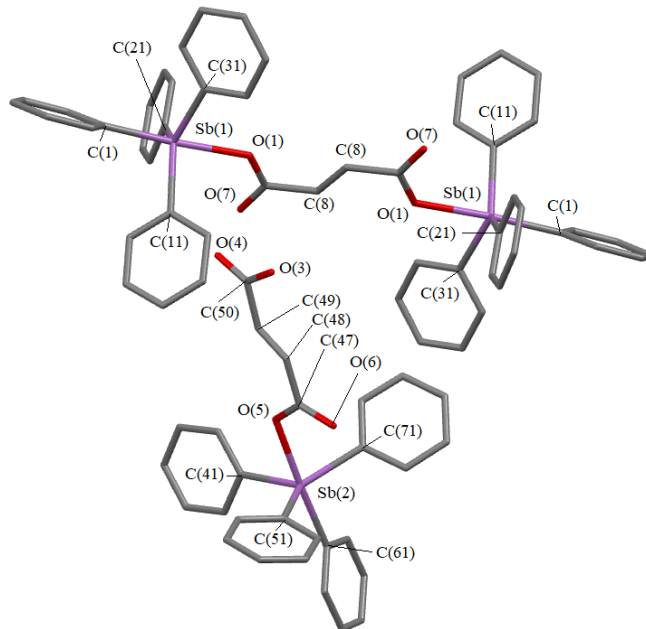


Рис. 1. Строение соединения **1** (атомы водорода и сольватные молекулы бензола не приведены)

Кристалл **2** состоит из центросимметричных молекул фумарата *бис*(тетрафенил)сурьмы (центр инверсии – посередине двойной связи  $\text{C}=\text{C}$ ), геометрические характеристики которых весьма близки к наблюдаемым в аналогичных молекулах комплекса **1** (рис. 2).

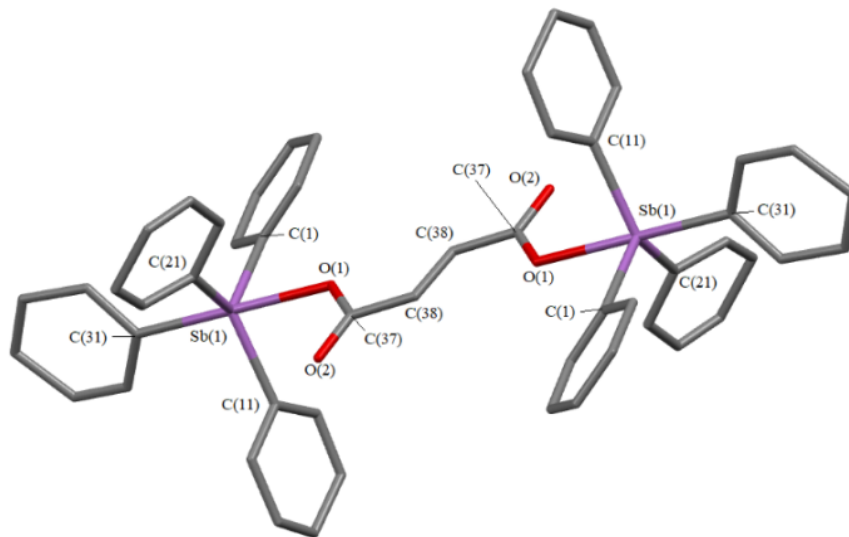


Рис. 2. Строение соединения **2** (атомы водорода не приведены)

В кристалле **3** на одну центросимметричную молекулу фумарата *бис*[тетра-(*пара*-толил)сурьмы] приходится одна центросимметричная молекула фумаровой кислоты и четыре молекулы бензола (рис. 3).

В кристалле **4** на одну молекулу фумарата *бис*[тетра-(*пара*-толил)сурьмы] приходится три молекулы бензола (рис. 4).

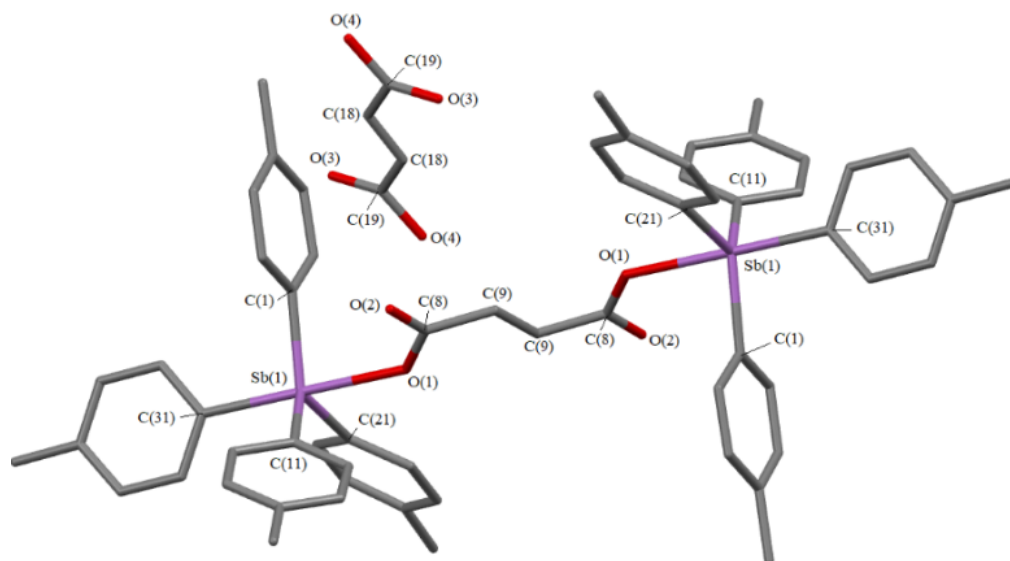


Рис. 3. Строение соединения 3  
(атомы водорода и сольватные молекулы бензола не приведены)

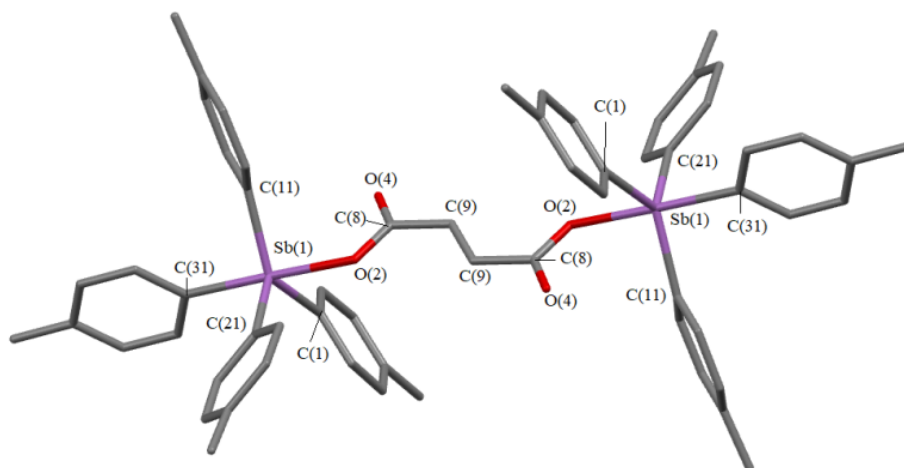


Рис. 4. Строение соединения 4  
(атомы водорода и сольватные молекулы бензола не приведены)

В кристаллах **1–4** атомы сурьмы имеют тригонально-бипирамидальную координацию с различной степенью искажения с атомами углерода и кислорода в аксиальных положениях (аксиальные углы составляют  $173,65(10)$ ,  $175,74(11)^\circ$  для **1**,  $176,6(7)^\circ$  для **2**,  $176,07(10)^\circ$  для **3**,  $178,41(16)^\circ$  для **4**). Расстояния Sb–O составляют  $2,253(2)$  и  $2,240(2)$  Å для **1**,  $2,262(17)$  Å для **2**,  $2,302(3)$  Å для **3** и  $2,234(4)$  Å для **4**. Длины связей Sb–C изменяются в узком интервале значений ( $2,110(3)$ – $2,176(3)$  Å для **1**, ( $2,114(2)$ – $2,18(3)$  Å для **2**,  $2,109(5)$ – $2,188(4)$  Å для **3**,  $2,113(5)$ – $2,184(5)$  Å для **4**). Структурная организация в кристаллах обусловлена слабыми межмолекулярными контактами типа  $\text{C}=\text{O}\cdots\text{H}$  ( $1,83$ – $2,71$  Å для **1**,  $1,81$ – $2,71$  Å для **3**,  $2,69$  Å для **4**). В кристаллах **1,3,4** блоки двух дикарбоновых кислот связаны между собой через цепочки  $-\text{C}=\text{O}\cdots\text{HOC}(\text{O})-$  ( $1,83$ ,  $1,83$ ,  $1,81$  Å соответственно).

### Выводы

Установлено, что взаимодействием пентафенилсурьмы с фумаровой кислотой в бензоле (24 °C, молярное соотношение 4:3) получен сольват с бензолом  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4 \cdot 2\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{H} \cdot 3\text{PhH}$  (**1**). При молярном соотношении исходных реагентов 2:1 имеет место образование биядерного производного фумаровой кислоты  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4$  (**2**). В аналогичных реакциях пента(*пара*-толил)сурьмы с фумаровой кислотой образуются аддукт  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot \text{HOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OH} \cdot 4\text{PhH}$  (**3**) и сольват биядерного производного фумаровой кислоты с бензолом  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbTol}_4 \cdot 3\text{PhH}$  (**4**) соответ-



ственно. Строение полученных соединений охарактеризовано элементным анализом, методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

### Список источников

1. 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.
2. Сульфонаты тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Л.П. Панова, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1997. Т. 67, вып. 9. С. 1531–1535.
3. Синтез и строение органосульфонов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакурина и др. // Коорд. химия. 2004. Т. 30, № 1. С. 15–24.
4. Синтез и строение сурьма- и висмуторганических производных 4-сульфофенола и 2,4-дисульфифенола / В.В. Шарутин, И.В. Егорова, А.П. Пакурина, О.К. Шарутина, М.А. Пушилилин // Коорд. химия. 2007. Т. 33, № 3. С. 176–183.
5. Реакции пентаарилсурьмы с *орто*-замещенными фенолами / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, П.Е. Осипов, М.А. Пушилилин, Д.В. Муслин, Н.С. Ляпина, В.В. Жидков, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1997. Т. 67, вып. 9. С. 1528–1530.
6. Арокситетраарильные соединения сурьмы. Синтез, строение и термическое разложение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, П.Е. Осипов, Е.В. Воробьева, Д.В. Муслин, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 6. С. 931–936.
7. Синтез и термическое разложение производных ацилокситетрафенилсурьмы / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, Г.К. Фукин, Л.Н. Захаров, А.И. Яновский, Ю.Т. Стручков // Изв. РАН. Сер. хим. 1996. № 1. С. 194–198.
8. Reactions of Pentaphenylantimony with Dicarboxylic Acids / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.P. Pakusina, V.K. Belsky // J. Organometal. Chem. 1997. Vol. 536, no. 1. P. 87–92.
9. Синтез и строение кислого фталата тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, И.Г. Мельникова и др. // Изв. АН. Сер. хим. 1996. № 8. С. 2082–2085.
10. Синтез и строение пентафторбензоата тетрафенилсурьмы и нитрата тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. 2001. Т. 27, № 6. С. 423–427.
11. Синтез β-дикетонатов тетраарилсурьмы из пентаарилсурьмы и β-дикетонатов / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.П. Задачаина и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 5. С. 746–747.
12. Синтез и строение хлорацетилацетоната тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.П. Задачаина и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 10. С. 1672–1674.
13. 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.
14. Синтез и строение оксиматов тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Журн. общ. химии. 2000. Т. 70, № 12. С. 1990–1996.
15. Синтез и строение аддуктов нитрата тетрафенилсурьмы с азотной кислотой и ацетата тетрафенилсурьмы с уксусной кислотой / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина, Л.П. Панова // Журн. неорган. химии. 2008. Т. 53, № 7. С. 1194–1198.
16. Синтез и строение *бис*-μ-[(метилендициклопентанон-2,2'-диоксимато)трифенилсурьмы] / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова, Е.А. Алябьева // Коорд. химии. 2005. Т. 31, № 3. С. 172–176.
17. Синтез и строение диоксиматов триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. 2004. Т. 74, № 10. С. 1600–1607.
18. Шарутин В.В., Ефремов А.Н. Трифенилсурьма и пентафенилсурьма – исходные соединения в синтезе фенильных производных пятивалентной сурьмы. Строение трифенилсурьмы, *бис*(3,4-дифторбензоато)трифенилсурьмы и карбоната тетрафенилсурьмы // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 2. С. 14–24. DOI: 10.14529/chem220202
19. Способ получения солей тетрафенилстибония общей формулы Ph<sub>4</sub>SbX [X=Cl, Br, OS(O)Ph, SCN] / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина, А.П. Пакурина // Журн. общ. химии. 1996. Т. 66, № 10. С. 1755–1756.
20. Реакции пентаарилсурьмы с диацилатами триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакурина, В.К. Бельский // Журн. общ. химии. 1997. Т. 67, № 9. С. 1536–1541.

21. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. Синтез и строение кислого малоната тетрафенилсурьмы // Журн. неорганической химии. 2014. Т. 59. С. 247–250. DOI: 10.1134/S003602361402017X.
22. Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение сукцината, малата и тартрата бис(тетрафенилсурьмы) // Коорд. химия 2014. Т. 40. № 9. С. 559–563. DOI: 10.1134/S1070328414090073.
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Yu.O. Interaction of Pentaphenylantimony with Acetylenedicarboxylic Acid. Molecular Structure of Bis(tetraphenylantimony) Acetylenedicarboxylate // Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry. 2015. Vol. 7, no. 4. P. 17–22. DOI: 10.14529/chem150403.
24. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы // Коорд. химия. 2014. Т. 40, № 2. С. 108–112. DOI: 10.1134/S1070328414020109.
25. Шарутин В.В., Шарутина О.К. Синтез и строение тетрафторфталата бис(тетрафенилсурьмы) // Журн. неорганической химии 2015. Т. 60, № 3. С. 340–342. DOI: 10.1134/S0036023615030171.
26. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O. et al. Interaction of pentaphenylantimony with carboranedicarboxylic acid // J. Organomet. Chem. 2015. Vol. 798. P. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002
27. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O. et al. Synthesis and structure of bis(tetraphenyl- $\lambda^5$ -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate // Mendeleev Commun. 2018. Vol. 28. P. 621–622. DOI: 10.1016/j.mencom.2018.11.019.
28. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
29. 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.
30. OLEX2: a 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.
31. Тарасевич Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений. М.: МГУ, 2012. 54 с.
32. Васильев А.В., Гриненко Е.В., Щукин А.О., Федупина Т.Г. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие. СПб.: СПбГЛТА, 2007. 54 с.
33. 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: 25.03.2022).

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

**Семенова Арина Дмитриевна** – магистрант кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет (Челябинск). E-mail: [arinsemenova@gmail.com](mailto:arinsemenova@gmail.com)

Поступила в редакцию 8 февраля 2023 г.

DOI: 10.14529/chem230203

## REACTIONS OF PENTAPHENYL- AND PENTA(PARA-TOLYL)ANTIMONY WITH FUMARIC ACID

V.V. Sharutin, [sharutin50@mail.ru](mailto:sharutin50@mail.ru)

A.D. Semenova, [arinsemenova@gmail.com](mailto:arinsemenova@gmail.com)

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The interaction of pentaphenylantimony with fumaric acid in benzene (24 h, 24 °C, molar ratio 4:3) gave a solvate with benzene  $\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{OSbPh}_4 \cdot 2\text{Ph}_4\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}=\text{CHC}(\text{O})\text{H} \cdot 3\text{PhH}$  (1). At a molar ratio of the initial reagents of 2:1, the binuclear derivative of fumaric acid

$\text{Ph}_4\text{SbOC(O)CH=CHC(O)OSbPh}_4$  (**2**) was formed. In similar reactions of penta(*para*-tolyl)antimony with fumaric acid, the adduct  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC(O)CH=CHC(O)OSbTol}_4 \cdot \text{HOC(O)CH=CHC(O)OH} \cdot 4\text{PhH}$  (**3**) and the solvate of the binuclear derivative of fumaric acid with benzene  $p\text{-Tol}_4\text{SbOC(O)CH=CHC(O)OSbTol}_4 \cdot 3\text{PhH}$  (**4**) were formed, respectively. According to X-ray diffraction analysis performed at 293 K on a D8 Quest Bruker automatic four-circle diffractometer (two-coordinate CCD detector, Mo  $K_\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073$  Å, graphite monochromator), the antimony atoms in crystals **1** [ $\text{C}_{63}\text{H}_{53}\text{O}_6\text{Sb}_2$ ,  $M$  1149.55; triclinic syngony, symmetry group P-1; cell parameters:  $a = 9.938(4)$ ,  $b = 14.999(8)$ ,  $c = 19.088(8)$  Å;  $\alpha = 92.833(17)$ ,  $\beta = 102.148(16)$ ,  $\gamma = 99.02(3)$  degrees;  $V = 2737(2)$  Å<sup>3</sup>; crystal size  $0.3 \times 0.17 \times 0.05$  mm; reflection index intervals  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-20 \leq k \leq 20$ ,  $-25 \leq l \leq 25$ ; total reflections 89119; independent reflections 14039;  $R_{\text{int}} = 0.0698$ ; GOOF 1.070;  $R_1 = 0.0442$ ,  $wR_2 = 0.0675$ ; residual electron density  $0.47/-0.80$  e/Å<sup>3</sup>], **2** [ $\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{Sb}$ ,  $M$  487.18; monoclinic syngony, symmetry group C2/c; cell parameters:  $a = 28.35(3)$ ,  $b = 10.453(15)$ ,  $c = 17.49(2)$  Å;  $\beta = 93.01(5)$  degrees;  $V = 5176(12)$  Å<sup>3</sup>; crystal size  $0.2 \times 0.12 \times 0.08$  mm; reflection index intervals  $-26 \leq h \leq 30$ ,  $-11 \leq k \leq 11$ ,  $-19 \leq l \leq 13$ ; total reflections 6329; independent reflections 3283;  $R_{\text{int}} = 0.1220$ ; GOOF 1.318;  $R_1 = 0.1253$ ,  $wR_2 = 0.3080$ ; residual electron density  $2.09-4.45$  e/Å<sup>3</sup>], **3** [ $\text{C}_{88}\text{H}_{86}\text{O}_8\text{Sb}_2$ ,  $M$  1515.09; triclinic syngony, symmetry group P-1; cell parameters:  $a = 13.35(2)$ ,  $b = 13.50(2)$ ,  $c = 14.15(2)$  Å;  $\alpha = 67.02(5)$ ,  $\beta = 62.29(6)$ ,  $\gamma = 65.63(6)$  degrees;  $V = 1994(5)$  Å<sup>3</sup>; crystal size  $0.55 \times 0.33 \times 0.28$  mm; reflection index intervals  $-17 \leq h \leq 17$ ,  $-17 \leq k \leq 17$ ,  $-18 \leq l \leq 18$ ; total reflections 54923; independent reflections 9183;  $R_{\text{int}} = 0.0604$ ; GOOF 1.069;  $R_1 = 0.0494$ ,  $wR_2 = 0.1159$ ; residual electron density  $1.83-1.68$  e/Å<sup>3</sup>], **4** [ $\text{C}_{39}\text{H}_{38}\text{O}_2\text{Sb}$ ,  $M$  660.44; triclinic syngony, symmetry group P-1; cell parameters:  $a = 11.328(6)$ ,  $b = 12.416(7)$ ,  $c = 12.997(6)$  Å;  $\alpha = 82.24(2)$ ,  $\beta = 72.87(2)$ ,  $\gamma = 75.50(3)$  degrees;  $V = 1687.5(15)$  Å<sup>3</sup>; crystal size  $0.23 \times 0.17 \times 0.05$  mm; reflection index intervals  $-14 \leq h \leq 14$ ,  $-15 \leq k \leq 15$ ,  $-16 \leq l \leq 16$ ; total reflections 40178; independent reflections 7469;  $R_{\text{int}} = 0.2589$ ; GOOF 1.029;  $R_1 = 0.0627$ ,  $wR_2 = 0.1275$ ; residual electron density  $0.95/-1.72$  e/Å<sup>3</sup>], have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with the carbon and oxygen atoms in axial positions (axial angles are  $173.65(10)$ ,  $175.74(11)^\circ$  for **1**,  $176.6(7)^\circ$  for **2**,  $176.07(10)^\circ$  for **3**,  $178.41(16)^\circ$  for **4**). The Sb–O distances are 2.253(2) and 2.240(2) Å for **1**, 2.262(17) Å for **2**, 2.302(3) Å for **3**, and 2.234(4) Å for **4**. The Sb–C bond lengths vary in a narrow range of values (2.110(3)–2.176(3) Å for **1**, 2.114(2)–2.18(3) Å for **2**, 2.109(5)–2.188(4) Å for **3**, 2.113(5)–2.184(5) Å for **4**). Structural organization in crystals is due to weak intermolecular contacts of the C=O...H type (1.83–2.71 Å for **1**, 1.81–2.71 Å for **3**, 2.69 Å for **4**). In crystals **1**, **3**, **4** the blocks of two dicarboxylic acids are linked to each other via the -C=O...HOC(O)- chains (1.83, 1.83, 1.81 Å, respectively). Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and bond angles for the structures were deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center (no. 2217281 for **1**, (no. 2214920 for **2**, no. 2220380 for **3**, no. 2217063 for **4**; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

*Keywords:* pentaphenylantimony, penta(*para*-tolyl)antimony, reaction, fumaric acid, products, structure of tetraphenyl- and (*para*-tolyl)antimony carboxylate solvates, synthesis, structure, X-ray diffraction analysis

Received 8 February 2023

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин В.В., Семенова А.Д. Реакции пентафенил- и пента(*пара*-толил)сурьмы с фумаровой кислотой // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2023. Т. 15, № 2. С. 44–54. DOI: 10.14529/chem230203

### FOR CITATION

Sharutin V.V., Semenova A.D. Reactions of pentaphenyl- and penta(*para*-tolyl)antimony with fumaric acid. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2023;15(2):44–54. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem230203