

## РЕАКЦИИ ТРИОДИДА СУРЬМЫ С ИОДИДОМ МЕТОКСИМЕТИЛТРИФЕНИЛФОСФОНИЯ

**В.В. Шарутин<sup>✉</sup>, В.С. Сенчурин**

Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия

<sup>✉</sup> sharutin50@mail.ru

**Аннотация.** Взаимодействием иодида метоксиметилтрифенилфосфония с триоидидом сурьмы в ацетоне получены ионные комплексы  $[\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{PPh}_3]_4[\text{Sb}_4\text{I}_{12}] \cdot 2\text{Me}_2\text{C}=\text{O}$  (**1**) (эквимолярное соотношение исходных реагентов) и  $[\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{PPh}_3]_4[\text{Sb}_6\text{I}_{22}] \cdot 2\text{SbI}_3$  (**2**) (мольное соотношение исходных реагентов 1:2), строение которых установлено методом рентгеноструктурного анализа. По данным РСА, проведенного при 100 К на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (двухкоординатный CCD – детектор,  $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор), кристаллов сольвата **1**  $[\text{C}_{86}\text{H}_{92}\text{O}_6\text{P}_4\text{I}_{16}\text{Sb}_4]$ ,  $M 3862,88$ ; сингония триклинная, группа симметрии  $P-1$ ; параметры ячейки:  $a = 13,458(3)$ ,  $b = 15,257(4)$ ,  $c = 16,324(6) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 88,745(15) \text{ град.}$ ,  $\beta = 66,951(18) \text{ град.}$ ,  $\gamma = 70,314(11) \text{ град.}$ ;  $V = 2880,6(14) \text{ \AA}^3$ ; размер кристалла  $0,33 \times 0,2 \times 0,16 \text{ мм}$ ; интервалы индексов отражений  $-21 \leq h \leq 21$ ,  $-23 \leq k \leq 23$ ,  $-25 \leq l \leq 25$ ; всего отражений 159270; независимых отражений 22913;  $R_{\text{int}} 0,0384$ ;  $GOOF 1,027$ ;  $R_1 = 0,0386$ ,  $wR_2 = 0,0841$ ; остаточная электронная плотность  $1,44/-1,83 \text{ e/\AA}^3$  и аддукта **2**  $[\text{C}_{80}\text{H}_{80}\text{I}_{28}\text{O}_4\text{P}_4\text{Sb}_8]$ ,  $M 5756,60$ ; сингония триклинная, группа симметрии  $P-1$ ; параметры ячейки:  $a = 10,7689(3)$ ,  $b = 16,6284(5)$ ,  $c = 18,9863(5) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 96,613(2) \text{ град.}$ ,  $\beta = 98,276(2) \text{ град.}$ ,  $\gamma = 100,607(2) \text{ град.}$ ;  $V = 3271,71(16) \text{ \AA}^3$ ; размер кристалла  $0,29 \times 0,18 \times 0,12 \text{ мм}$ ; интервалы индексов отражений  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-21 \leq k \leq 21$ ,  $-24 \leq l \leq 24$ ; всего отражений 38234; независимых отражений 14993;  $R_{\text{int}} 0,0258$ ;  $GOOF 1,052$ ;  $R_1 = 0,0229$ ,  $wR_2 = 0,0418$ ; остаточная электронная плотность  $1,33/-1,32 \text{ e/\AA}^3$  атомы фосфора в катионах имеют мало искаженную тетраэдрическую координацию с валентными углами  $\text{CPC } 105,37(18)-111,24(18)^\circ$ ,  $105,38(16)-114,29(16)^\circ$  и длинами связей  $\text{P}-\text{C } 1,783(4)-1,825(4) \text{ \AA}$ ,  $1,772(4)-1,814(3) \text{ \AA}$  в **1** и **2** соответственно. В анионах  $[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-}$  и  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  атомы сурьмы имеют искаженную октаэдрическую координацию (*транс*-углы  $169,170(12)-176,299(12)^\circ$  и  $168,158(10)-176,794(10)^\circ$ . Связи  $\text{Sb}-\text{I}_{\text{мост}}$  ( $2,9203(6)-2,3461(6) \text{ \AA}$  и  $2,8608(4)-3,4052(8) \text{ \AA}$ ) длиннее терминальных  $\text{Sb}-\text{I}_{\text{терм}}$  ( $2,8176(8)-2,9179(8) \text{ \AA}$  и  $2,7653(4)-1,8015(3) \text{ \AA}$ ). В концевых группировках  $\text{SbI}_3$  аддукта **2** атомы сурьмы  $\text{Sb}(3)$  имеют координацию тригональной бипирамиды, в экваториальных положениях которой, наряду с двумя атомами иода  $[\text{I}(2)$  и  $\text{I}(3)]$ , располагается неподеленная электронная пара. Аксиальных положения занимают  $\text{I}(4)$  [расстояние  $\text{I}(4)-\text{Sb}(4)$  составляет  $2,7798(3) \text{ \AA}$ ] и атом иода  $\text{I}(10)$  аниона  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  [расстояние  $\text{I}(10)\cdots\text{Sb}(4)$   $3,4310(3) \text{ \AA}$ ]. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2224162 (**1**), № 2362613 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

**Ключевые слова:** реакция, триоидид сурьмы, иодид метоксиметилтрифенилфосфония, строение, рентгеноструктурные исследования

**Для цитирования:** Шарутин В.В., Сенчурин В.С. Реакции триоидид сурьмы с иодидом метоксиметилтрифенилфосфония // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2025. Т. 17, № 3. С. 129–135. DOI: 10.14529/chem250313

## REACTIONS OF ANTIMONY TRIIODIDE WITH METHOXYMETHYLTRIPHENYLPHOSPHONIUM IODIDE

V.V. Sharutin<sup>✉</sup>, V.S. Senchurin  
South Ural State University, Chelyabinsk, Russia  
<sup>✉</sup> sharutin50@mail.ru

**Abstract.** The interaction of methoxymethyltriphenylphosphonium iodide with antimony triiodide in acetone yielded ionic complexes  $[\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{PPh}_3]_4[\text{Sb}_4\text{I}_{12}] \cdot 2\text{Me}_2\text{C}=\text{O}$  (**1**) (equimolar ratio of the initial reagents) and  $[\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{PPh}_3]_4[\text{Sb}_6\text{I}_{22}] \cdot 2\text{SbI}_3$  (**2**) (molar ratio of the initial reagents equaled 1:2), the structure of which was established by X-ray structural analysis. According to the X-ray diffraction data carried out at 100 K on a D8 Quest Bruker automatic four-circle diffractometer (two-coordinate CCD detector,  $\text{MoK}_\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ , graphite monochromator), in crystals **1** [ $\text{C}_{86}\text{H}_{92}\text{O}_6\text{P}_4\text{I}_{16}\text{Sb}_4$ ,  $M$  862.88; triclinic syngony, symmetry group  $P\bar{1}$ ; cell parameters:  $a = 13.458(3)$ ,  $b = 15.257(4)$ ,  $c = 16.324(6) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 88.745(15)^\circ$ ,  $\beta = 66.951(18)^\circ$ ,  $\gamma = 70.314(11)^\circ$ ;  $V = 2880.6(14) \text{ \AA}^3$ ; crystal size  $0.33 \times 0.2 \times 0.16 \text{ mm}$ ; reflection index ranges  $-21 \leq h \leq 21$ ,  $-23 \leq k \leq 23$ ,  $-25 \leq l \leq 25$ ; total reflections 159270; independent reflections 22913;  $R_{\text{int}}$  0.0384;  $\text{GOOF}$  1.027;  $R_1 = 0.0386$ ,  $wR_2 = 0.0841$ ; residual electron density  $1.44/-1.83 \text{ e/\AA}^3$ ], **2** [ $\text{C}_{80}\text{H}_{80}\text{I}_{28}\text{O}_4\text{P}_4\text{Sb}_8$ ,  $M$  5756.60; triclinic syngony, symmetry group  $P\bar{1}$ ; cell parameters:  $a = 10.7689(3)$ ,  $b = 16.6284(5)$ ,  $c = 18.9863(5) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 96.613(2)^\circ$ ,  $\beta = 98.276(2)^\circ$ ,  $\gamma = 100.607(2)^\circ$ ;  $V = 3271.71(16) \text{ \AA}^3$ ; crystal size  $0.29 \times 0.18 \times 0.12 \text{ mm}$ ; reflection index intervals  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-21 \leq k \leq 21$ ,  $-24 \leq l \leq 24$ ; total reflections 38234; independent reflections 14993;  $R_{\text{int}}$  0.0258;  $\text{GOOF}$  1.052;  $R_1 = 0.0229$ ,  $wR_2 = 0.0418$ ; residual electron density  $1.33/-1.32 \text{ e/\AA}^3$ ] the phosphorus atoms in cations have a slightly distorted tetrahedral coordination with the CPC angles of  $105.37(18)$ – $111.24(18)^\circ$ ,  $105.38(16)$ – $114.29(16)^\circ$  and the P–C bond lengths of  $1.783(4)$ – $1.825(4) \text{ \AA}$ ,  $1.772(4)$ – $1.814(3) \text{ \AA}$  in **1** and **2**, respectively. In the  $[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-}$  and  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  anions, the antimony atoms have a distorted octahedral coordination (*trans*-angles  $169.170(12)$ – $176.299(12)^\circ$  and  $168.158(10)$ – $176.794(10)^\circ$ ). The Sb–I<sub>bridge</sub> bonds ( $2.9203(6)$ – $2.3461(6) \text{ \AA}$  and  $2.8608(4)$ – $3.4052(8) \text{ \AA}$ ) are longer than the terminal Sb–I<sub>term</sub> bonds ( $2.8176(8)$ – $2.9179(8) \text{ \AA}$  and  $2.7653(4)$ – $2.8015(3) \text{ \AA}$ ). In the terminal  $\text{SbI}_3$  groups in **2** the antimony atoms Sb(3) have the coordination of a trigonal bipyramid, in the equatorial positions of which, along with two iodine atoms [I(2) and I(3)], there is a lone electron pair. The axial positions are occupied by I(4) [the I(4)–Sb(4) distance is  $2.7798(3) \text{ \AA}$ ] and the iodine atom I(10) of the  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  anion [the I(10)–Sb(4) distance is  $3.4310(3) \text{ \AA}$ ]. Complete tables of atomic coordinates, bond lengths, and valence angles for the structures have been deposited with the Cambridge Crystallographic Data Centre (No. 2224162 (**1**), No. 2362613 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <https://www.ccdc.cam.ac.uk>).

**Keywords:** reactions, antimony triiodide, methoxymethyltriphenylphosphonium iodide, structure, X-ray diffraction studies

**For citation:** Sharutin V.V., Senchurin V.S. Reactions of antimony triiodide with methoxymethyltriphenylphosphonium iodide. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chem.* 2025;17(3): 129–135 (In Russ.) DOI: 10.14529/chem250313

### Введение

В литературе известны структурные данные по аммониевым и фосфониевым комплексам с биядерными Sb,I-содержащими анионами  $[\text{Sb}_2\text{I}_{10}]^{4-}$  [1–4],  $[\text{Sb}_2\text{I}_9]^{3-}$  [5–14], а также комплексам типа  $[\text{Kat}]_3^+[\text{Sb}_2\text{I}_9]^{3-} \cdot \text{L}$ , где L – сольватированные молекулы *N,N*-диметилацетамида или *N,N*-диметилформамида [15] и  $[\text{Kat}]_2^+[\text{Sb}_2\text{I}_8\text{L}_2]^{3-}$ , где L – координированные с атомами сурьмы донорные молекулы, такие как ацетон [16], бипиридил [17], тетрагидрофуран [18], диметилсульфоксид и диоксан [19]. Ранее было описано строение комплексов сурьмы с шестиядерным анионом [20], с семи- и восьмиядерным анионами [21, 22].

В настоящей работе продолжено изучение влияния мольного соотношения исходных органической соли и иодида сурьмы на дизайн целевых ионных Sb,I-содержащих комплексов с акилтрифенилфосфониевыми катионами.

### Экспериментальная часть

Элементный анализ комплексов проводили на анализаторе Euro EA3028-HT.

$[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{OCH}_3]_4^+[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-} \cdot 2\text{Me}_2\text{CO}$  (**1**). Смесь 0,2 г (0,46 ммоль) иодида метоксиметилтрифенилфосфония, 0,23 г (0,45 ммоль) иодида сурьмы (III) помещали в химический стакан на 50 мл, растворяли при перемешивании в 15 мл ацетона и оставляли испаряться при комнатной температуре. Спустя 24 ч наблюдали образование оранжевых кристаллов комплекса **1**, которые отбирали и сушили. Масса продукта 0,38 г, выход 87 %, т. пл. 171 °С. ИК-спектр ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ): 3053, 2922, 2824, 1701, 1436, 1113, 1099, 997, 743, 721, 687, 530, 496.

При проведении реакции по аналогичной методике в мольном соотношении реагентов 1:2 получен комплекс **2**:

$[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{OCH}_3]_4^+[\text{Sb}_8\text{I}_{28}]^{4-}$  (**2**) – темно-оранжевые кристаллы, 76%, т. пл. 166°С. ИК-спектр ( $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ ): 2926, 2855, 1437, 1113, 1099, 997, 743, 721, 687, 529, 500.

ИК-спектры комплексов **1** и **2** имеют сходные полосы поглощения. Сольватная молекула ацетона в **1** проявляется в спектре полосой поглощения карбонильной группы 1701  $\text{см}^{-1}$ .

ИК-спектры комплексов записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке КВг в области 4000–400  $\text{см}^{-1}$ .

**Рентгеноструктурный анализ (РСА)** кристаллов комплексов проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo  $K_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программ SMART и SAINT-Plus [23]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [24] OLEX2 [25]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Положение атомов водорода уточняли по модели наездника ( $U_{\text{изо}}(\text{H}) = 1,2U_{\text{эки}}(\text{C})$ ). 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 (№ 2224162 (**1**), № 2362613 (**2**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

Таблица 1

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

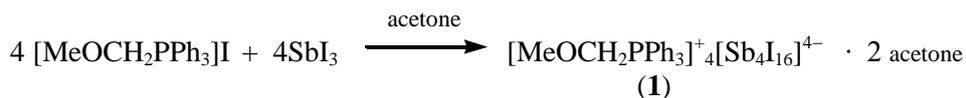
Параметр	<b>1</b>	<b>2</b>
Формула	$\text{C}_{86}\text{H}_{92}\text{O}_6\text{P}_4\text{I}_{16}\text{Sb}_4$	$\text{C}_{80}\text{H}_{80}\text{I}_{28}\text{O}_4\text{P}_4\text{Sb}_8$
<i>M</i>	3862,88	5756,60
Сингония	Триклинная	Триклинная
Пр. группа	<i>P</i> -1	<i>P</i> -1
<i>a</i> , $\text{Å}$	13,458(3)	10,7689(3)
<i>b</i> , $\text{Å}$	15,257(4)	16,6284(5)
<i>c</i> , $\text{Å}$	16,324(6)	18,9863(5)
$\alpha$ , град.	88,745(15)	96,613(2)
$\beta$ , град.	66,951(18)	98,276(2)
$\gamma$ , град.	70,314(11)	100,607(2)
<i>V</i> , $\text{Å}^3$	2880,6(14)	3271,71(16)
<i>Z</i>	2	1
$\rho$ (выч.), $\text{г/см}^3$	2,227	2,922
$\mu$ , $\text{мм}^{-1}$	5,313	8,318
<i>F</i> (000)	1768,0	2544,0
Размер кристалла, мм	0,33 × 0,2 × 0,16	0,31 × 0,12 × 0,08
Область сбора данных по 2 $\theta$ , град.	5,62–67,46	6,14–55
Интервалы индексов отражений	$-21 \leq h \leq 21$ , $-23 \leq k \leq 23$ , $-25 \leq l \leq 25$	$-13 \leq h \leq 13$ , $-21 \leq k \leq 21$ , $-24 \leq l \leq 24$
Измерено отражений	159270	38234
Независимых отражений	22913	14993
<i>R</i> <sub>int</sub>	0,0384	0,0258
Переменных уточнения	527	561
<i>GOOF</i>	1,027	1,052
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0386$ , $wR_2 = 0,0841$	$R_1 = 0,0229$ , $wR_2 = 0,0418$
Остаточная электронная плотность (min/max), $\text{e/Å}^3$	1,44/–1,83	1,33/–1,32

Длины связей и валентные углы в соединениях 1 и 2

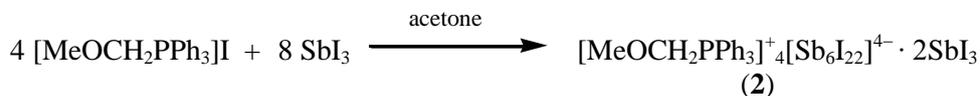
Связь	<i>d</i> , Å	Угол	$\omega$ , град.
<b>1</b>			
P(1)–C(1)	1,791(5)	C(1)P(1)C(11)	107,6(2)
P(1)–C(11)	1,786(5)	C(7)P(1)C(21)	112,8(2)
P(1)–C(21)	1,776(5)	C(51)P(2)C(31)	106,0(2)
P(1)–C(7)	1,766(5)	C(51)P(2)C(41)	111,7(2)
P(2)–C(41)	1,784(5)	I(7)Sb(2)I(5)	173,674(14)
P(2)–C(31)	1,791(5)	I(4)Sb(2)I(8)	175,538(13)
P(2)–C(51)	1,777(5)	I(11)Sb(3)I(7)	174,945(14)
P(2)–C(37)	1,769(5)	I(10)Sb(3)I(8)	167,815(15)
Sb(2)–I(8)	3,1529(5)	Sb(2)I(8)Sb(3)	91,360(11)
Sb(3)–I(8)	3,2542(4)	I(5)Sb(2)I(8)	85,945(11)
Sb(2)–I(5)	3,0747(4)	I(7)Sb(2)I(8)	88,700(12)
Sb(2)–I(7)	2,9929(4)	I(7)Sb(2)I(5)	173,674(14)
Sb(2)–I(4)	2,9053(5)	I(4)Sb(2)I(8)	175,538(13)
Sb(2)–I(6)	2,7903(4)	I(4)Sb(2)I(5)	94,160(13)
<b>2</b>			
P(1)–C(21)	1,783(4)	C(21)P(1)C(7)	107,74(16)
P(1)–C(1)	1,783(3)	C(1)P(1)C(11)	111,84(17)
P(1)–C(11)	1,787(4)	C(41)P(2)C(37)	105,38(16)
P(1)–C(7)	1,814(3)	C(51)P(2)C(37)	114,29(16)
P(2)–C(31)	1,772(4)	I(11)Sb(3)I(7)	176,170(11)
P(2)–C(51)	1,789(4)	I(10)Sb(3)I(8)	168,158(10)
P(2)–C(41)	1,784(3)	I(7)Sb(2)I(5)	172,974(10)
P(2)–C(37)	1,813(3)	I(4)Sb(2)I(8)	176,794(10)
O(2)–C(37)	1,391(4)	Sb(2)I(8)Sb(3)	91,154(9)
O(2)–C(38)	1,453(4)	I(3)Sb(1)I(2)	99,015(10)
O(1)–C(7)	1,413(4)	I(3)Sb(1)I(1)	94,286(10)
O(1)–C(8)	1,426(4)	I(2)Sb(1)I(1)	95,593(10)
Sb(2)–I(5)	3,1111(3)	I(11)Sb(3)I(8)	92,902(9)
Sb(3)–I(8)	3,2257(3)	I(10)Sb(3)I(11)	96,000(9)
Sb(2)–I(8)	3,1736(3)	I(10)Sb(3)I(7)	86,876(9)
Sb(3)–I(11)	2,9274(3)	I(7)Sb(3)I(8)	83,911(8)
Sb(1)–I(3)	2,7870(3)	I(9)Sb(3)I(8)	93,251(9)
Sb(1)–I(2)	2,7899(3)	I(9)Sb(3)I(11)	88,085(9)
Sb(1)–I(1)	2,8458(4)	I(9)Sb(3)I(10)	94,834(10)
Sb(3)–I(10)	2,8608(4)	I(9)Sb(3)I(7)	94,204(9)
Sb(3)–I(7)	3,2174(3)	I(5)Sb(2)I(8)	86,690(9)
Sb(3)–I(9)	2,8015(3)	I(7)Sb(2)I(8)	89,228(8)
Sb(2)–I(7)	2,9557(3)	I(4)Sb(2)I(5)	92,834(9)
Sb(2)–I(4)	2,9010(3)	I(4)Sb(2)I(7)	90,924(10)
Sb(2)–I(6)	2,7812(3)	I(6)Sb(2)I(5)	91,796(10)
Sb(4)–I(13)	2,7653(4)	I(6)Sb(2)I(8)	91,806(9)
Sb(4)–I(12)	2,7864(3)	I(6)Sb(2)I(7)	94,047(10)
Sb(4)–I(14)	2,7798(3)	I(6)Sb(2)I(4)	91,378(10)

### Обсуждение результатов

Для синтеза ионного комплекса **1** с Sb,I-содержащими анионами смесь эквимольных количеств иодида метоксиметилтрифенилфосфония и трииодида сурьмы растворяли в ацетоне и медленно удаляли растворитель. Получали светло-оранжевые кристаллы **1** с выходом 87 %.



Аналогичная реакция при мольном соотношении исходных реагентов 1:2 привела к образованию темно-оранжевых кристаллов комплекса **2** с выходом 76 %.



Соединения **1** и **2** – кристаллические вещества, устойчивые к действию влаги и кислорода воздуха, были охарактеризованы методами ИК-спектроскопии и РСА.

Установлено, что полоса поглощения при  $1701 \text{ см}^{-1}$  в ИК-спектре комплекса **1**, обусловленная валентными колебаниями карбонильной группы, смещена по сравнению с ИК-спектром чистого ацетона ( $1715 \text{ см}^{-1}$  [26]) в более низкочастотную область. Полосы, характеризующие катионы метоксиметилтетрафенилфосфония, повторяются в ИК-спектре **2**, что объясняется одинаковым строением фосфониевых катионов.

По данным РСА, в составе кристаллов комплекса **1** присутствуют два типа кристаллографически независимых тетраэдрических катионов метоксиметилтрифенилфосфония и centrosymmetric tetrahedral anions  $[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-}$  (рис. 1), наряду с сольватными молекулами ацетона.

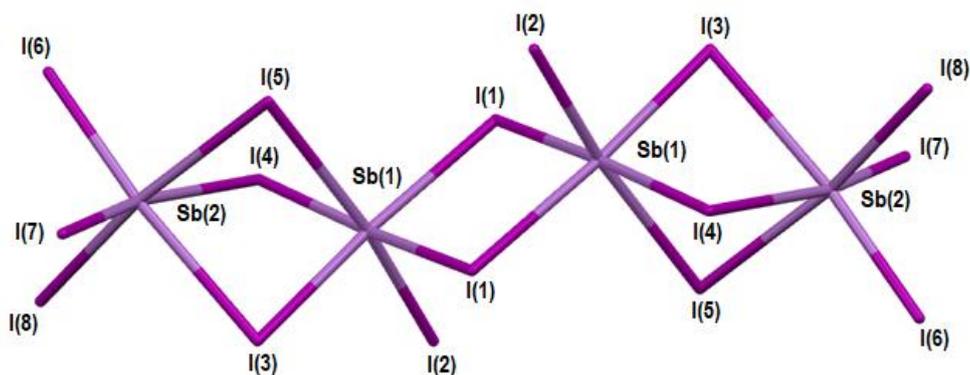


Рис. 1. Строение аниона комплекса **1**

Атомы фосфора в катионах имеют мало искаженную тетраэдрическую координацию, в комплексах присутствуют два типа кристаллографически независимых катионов. Валентные углы СРС изменяются в интервалах  $105,37(18)$ – $111,24(18)^\circ$  в структуре **1** и  $105,38(16)$ – $114,29(16)^\circ$  в структуре **2**. Связи Р–С<sub>алкил</sub> [ $1,820(4)$ ,  $1,825(3) \text{ \AA}$ ] в **1** практически совпадают с длинами связей Р–С<sub>алкил</sub> [ $1,814(3)$ ,  $1,813(3) \text{ \AA}$ ] в **2**, которые незначительно длиннее остальных связей Р–С.

Найдено, что в составе кристаллов комплекса **2** присутствуют два типа кристаллографически независимых тетраэдрических катионов метоксиметилтрифенилфосфония, шестиядерные анионы  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  и две молекулы трихлористой сурьмы, координирующиеся через атомы иода с шестиядерным анионом (рис. 2).

В centrosymmetric anions  $[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-}$  и  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$  атомы сурьмы имеют искаженную октаэдрическую координацию, *транс*-углы ISbI в **1** и **2** составляют  $169,170(12)$ – $176,299(12)^\circ$  и  $168,158(10)$ – $176,794(10)^\circ$ . Расстояния между атомом I(10) шестиядерного аниона и атомом металла фрагмента  $\text{SbI}_3$  [ $\text{I}(10)\cdots\text{Sb}(4)$   $3,4310(3) \text{ \AA}$ ] указывают на координационный характер этих связей. Расстояния  $\text{Sb}-\text{I}_{\text{мост}}$  ( $3,0210(11)$ – $3,291(19) \text{ \AA}$ ) больше терминальных связей  $\text{Sb}-\text{I}_{\text{терм}}$  ( $2,8350(12)$ – $2,9203(13) \text{ \AA}$ ). Тригонально-бипирамидальные атомы сурьмы в концевых фрагментах  $\text{SbI}_3$  структуры [ $\text{Sb}-\text{I}$   $2,7653(4)$ ,  $2,7798(3)$  и  $2,7864(3)$ ] имеют в аксиальной позиции атом иода I(4) фрагмента  $\text{SbI}_3$  и неподеленную электронную пару в экваториальном положении.

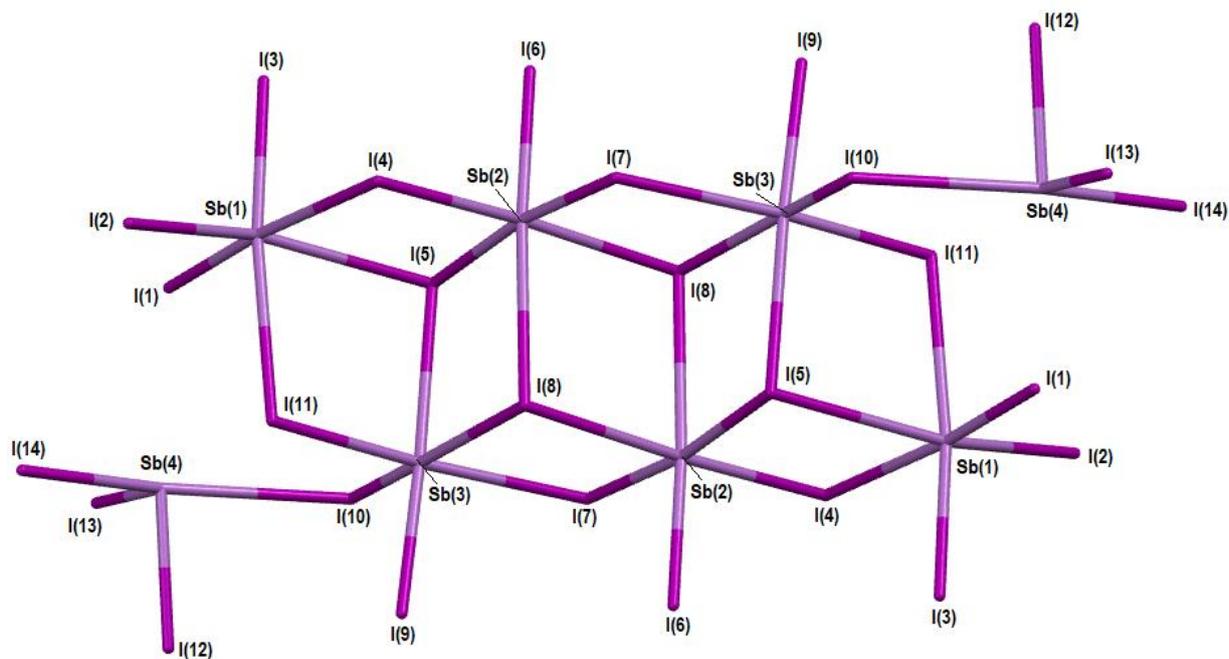


Рис. 2. Строение аниона комплекса 2

### Вывод

Взаимодействием эквимольных количеств иодида метоксиметилтрифенилфосфония с триоксидом сурьмы в ацетоне получен ионный комплекс сурьмы с тетраядерными анионами  $[\text{Sb}_4\text{I}_{16}]^{4-}$ . В аналогичных условиях при мольном соотношении исходных реагентов 1:2 соответственно образуются кристаллы аддукта 2 с гексаядерными анионами  $[\text{Sb}_6\text{I}_{22}]^{4-}$ , связанными координационными связями с двумя молекулами трииодида сурьмы через атомы иода  $[\text{Sb}\cdots\text{I} 3,4310(3) \text{ \AA}]$ .

### Список источников

1. Cambridge Crystallographic Data Center. 2022. (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
2. Буквецкий Б.В., Сторожук Т.В., Мирочник А.Г. и др. // Журн. неорган. химии. 2004. Т. 49, № 1. С. 47–54. EDN: NENBCN
3. Liang Z.-W., Chen H.-R., Yu H. et al. // Chin. J. Inorg. Chem. 2019. V. 35, No. 2. P. 337. DOI: 10.11862/CJIC.2019.027
4. Dehnhardt N., Axt M., Zimmermann J. et al. // Chem. Mater. 2020. V. 32, No. 11. P. 4801. DOI: 10.1021/acs.chemmater.0c01605
5. Weclawik M., Gagor A., Jakubas R. et al. // Inorg. Chem. Front. 2016. V. 3. P. 1306. DOI: 10.1039/C6QI00260A
6. Ahmed A., Blachnik R., Reuter H. // Z. Kristallogr. New Cryst. Struct. 2000. V. 215. P. 253. DOI: 10.1515/ncrs-2000-0230
7. Szklarz P., Jakubas R., Medycki W. et al. // Dalton Trans. 2022. V. 51. P. 1850. DOI: 10.1039/D1DT03455C
8. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. и др. // Журн. неорган. химии. 2011. Т. 56, № 8. С. 1334. EDN: NYFYZX
9. Ju D., Jiang X., Xiao H. et al. // J. Mater. Chem. A. 2018. V. 6. P. 20753. DOI: 10.1039/C8TA08315K
10. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. и др. // Бутлеровские сообщения. 2011. Т. 27, № 14. С. 25. EDN: OWHRVN
11. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К. и др. // Бутлеровские сообщения. 2011. Т. 27, № 14. С. 15. EDN: OWHRVD

12. Szklarz P., Pietraszko A., Jakubas R. et al. // J. Phys.: Condens. Matter. 2008. V. 20. P. 255221. DOI: 10.1088/0953-8984/20/25/255221
13. Anyfantis G.C., Ganotopoulos N.-M., Savvidou A. et al. // Polyhedron. 2018. V. 151, No. 1. P. 299. DOI: 10.1016/j.poly.2018.05.024
14. Szklarz P., Jakubas R., Gagor A. et al. // Inorg. Chem. Front. 2020. V. 7. P. 1780. DOI: 10.1039/D0QI00137F
15. Parmar S., Pal S., Biswas A. et al. // Chem. Commun. 2019. V. 55. P. 7562. DOI: 10.1039/C9CC03485D
16. Шарутин В.В., Сенчуриин В.С., Шарутина О.К. и др. // Бутлеровские сообщения. 2009. Т. 17, № 5. С. 29. EDN: NCZWWP
17. Charmant J.P.H., Norman N.C., Orpen A.G. et al. // Acta Cryst. 2003. V. E59. P. m997. DOI: 10.1107/S1600536803022347
18. Шарутин В.В., Сенчуриин В.С., Шарутина О.К. и др. // Бутлеровские сообщения. 2010. Т. 22, № 11. С. 41. EDN: NCYMRL
19. Шарутин В.В., Сенчуриин В.С., Шарутина О.К. и др. // Журн. неорган. химии. 2011. Т. 56, № 2. С. 235. EDN: NDJJCD
20. Dennington A.J., Weller M.T. // Dalton Trans. 2018. V. 47. P. 3469. DOI: 10.1039/C7DT04280A
21. Carmalt C.J., Norman N.C., Farrugia L.J. // Polyhedron. 1993. V. 12. P. 2081. DOI: 10.1016/S0277-5387(00)84369-7
22. Dehnhardt N., Böh A., Heine J. // Dalton Trans. 2019. V. 48. P. 5222. DOI: 10.1039/C9DT00575G
23. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. data collection and processing software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
24. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An integrated system for solving, refining and displaying crystal structures from diffraction data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
25. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J. et al. // J. Appl. Cryst. 2009. V. 42. P. 339. DOI: 10.1107/S0021889808042726
26. Тарасевич Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений. М.: МГУ, 2012. 54 с.

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

**Сенчуриин Владислав Станиславович** – доктор химических наук, профессор кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия. E-mail: senchurinvs@susu.ru

*Статья поступила в редакцию 6 мая 2025 г.*

*The article was submitted 6 May 2025.*