

Краткие сообщения Brief reports

Краткое сообщение
УДК 546.185+546.141+548.3+548.312.2
DOI: 10.14529/chem260216

СТРОЕНИЕ БРОМИДА ГИДРОКСИБУТИЛТРИФЕНИЛФОСФОНИЯ

В.В. Шарутин^{1✉}, М.В. Кудряшов², Н.В. Сомов²

¹ Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия

² Нижегородский государственный университет, Нижний Новгород, Россия

✉ sharutin50@mail.ru

Аннотация. Структурно охарактеризован ионный комплекс фосфора $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_4\text{OH}]\text{Br}$ (**1**), в фосфониевых катионах которых атомы фосфора имеют искаженную тетрагональную координацию. По данным РСА **1** $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{BrOP}$, M 414,28; сингония моноклинная, группа симметрии $P2_1/c$; параметры ячейки: $a = 11,2489(2)$, $b = 10,12300(10)$, $c = 17,4237(3)$ Å; $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 104,070(2)^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$; $V = 1924,56(5)$ Å³, $Z = 4$, $\rho_{\text{calc}} = 1,430$ г/см³, $\mu = 2,226$ мм⁻¹, $F(000) = 852,0$, диапазон сбора данных по θ , град: $2,666$ – $30,507$, размер кристалла $0,443 \times 0,417 \times 0,194$ мм; интервалы индексов отражений $-16 \leq h \leq 16$, $-14 \leq k \leq 14$, $-24 \leq l \leq 24$; всего отражений 51385; независимых отражений 5297; $R_{\text{int}} = 0,0300$; $GOOF$ 1,043; $R_1 = 0,0246$, $wR_2 = 0,0633$; остаточная электронная плотность $0,740/-0,250$ е/Å³. В катионах гидроксибутилтрифенилфосфония **1** атомы фосфора имеют тетрагональную координацию, углы CPC в которых изменялись в интервале $106,50(6)^\circ$ – $110,86(6)^\circ$, расстояния P–C составляли $1,7931(12)$ – $1,8004(12)$ Å, что несколько ниже суммы ковалентных радиусов атомов-партнеров (1,83 Å). Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов для структур депонированы в Кембриджском банке структурных данных (No 2533439 (**1**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Ключевые слова: бромид, гидроксибутилтрифенилфосфоний, строение, рентгеноструктурный анализ

Для цитирования: Шарутин В.В., Кудряшов М.В., Сомов Н.В. Строение бромид гидроксибутилтрифенилфосфония // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2026. Т. 18, № 2. С. 179–182. DOI: 10.14529/chem260216

Brief report
DOI: 10.14529/chem260216

STRUCTURE OF HYDROXYBUTYLTRIPHENYLPHOSPHONIUM BROMIDE

V. V. Sharutin^{1✉}, M. V. Kudryashov², N. V. Somov²

¹ South Ural State University, Chelyabinsk, Russia

² Nizhny Novgorod State University, Nizhny Novgorod, Russia

✉ sharutin50@mail.ru

Abstract. The ionic phosphorus complex $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_4\text{OH}]\text{Br}$ (**1**), in whose phosphonium cations the phosphorus atoms have a distorted tetragonal coordination, has been structurally characterized. According to X-ray diffraction data, **1** $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{BrOP}$, M 414,28; monoclinic syngony, symmetry group $P2_1/c$; cell parameters: $a = 11,2489(2)$, $b = 10,12489(2)$, $c = 17,4237(3)$ Å; $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 104,070(2)^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$; $V = 1924,56(5)$ Å³, $Z = 4$, $\sigma_{\text{calc}} = 1,430$ g/cm³, $\mu = 2,226$ мм⁻¹, $F(000) = 852,0$, θ data acquisition range, deg: $2,666$ – $30,507$, crystal size $0,443 \times 0,417 \times 0,194$ mm; reflection index ranges $-16 \leq h \leq 16$, $-14 \leq k \leq 14$, $-24 \leq l \leq 24$; total reflections 51385; independent reflections 5297; $R_{\text{int}} = 0,0300$; $GOOF$ 1,043; $R_1 = 0,0246$, $wR_2 = 0,0633$; residual electron density $0,740/-0,250$ e/Å³. In hydroxybutyl triphenylphosphonium cations **1**, the phosphorus atoms have tetragonal coordination, the CPC angles in which varied

© Шарутин В.В., Кудряшов М.В., Сомов Н.В., 2026.

in the range of 106,50(6)–110,86(6)°, the P–C distances were 1,7931(12)–1,8004(12) Å, which is slightly lower than the sum of the covalent radii of the partner atoms (1,83 Å). Complete tables of atomic coordinates, bond lengths and bond angles for the structure have been deposited with the Cambridge Crystallographic Data Centre (No. 2533439 (**1**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Keywords: bromide, hydroxybutyltriphenylphosphonium, structure, X-ray structural analysis

For citation: Sharutin V.V., Kudryashov M.V., Somov N.V. Structure of hydroxybutyltriphenylphosphonium bromide. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chem.* 2026;18(2):179–182. (In Russ.) DOI: 10.14529/chem260216

Введение

В банке структурных данных Кембриджского университета задепонировано более 1000 структур бромидов алкилтрифенилфосфония [1], особенности строения которых обсуждались в ряде работ, например, в [2–10]. Ранее сообщалось об использовании галогенидов тетраорганилфосфора в элементоорганическом синтезе для получения нитратов органилтрифенилфосфония [11, 12] и аренсульфонатов органилтрифенилфосфония [13–18]. Весьма интересные реакции бромидов органилтрифенилфосфония, приводящие к преобразованию алкильных групп при трифенилфосфиновом фрагменте приведены в [19], поэтому исследование строения бромидов органилтрифенилфосфония весьма актуально. Так, например, были изучены структуры сольвата бромида бензилтрифенилфосфония с диметилсульфоксидом [20], $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{Br}]\text{Br}$, $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_4\text{Br}]\text{Br}$ [21] и $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_4\text{OH}]\text{Br}$ [22], определенной с меньшей точностью, чем в настоящей работе.

В приведенной публикации приведены результаты рентгеноструктурного анализа бромида гидроксibuтилтрифенилфосфония (**1**).

Экспериментальная часть

В работе использовали кристаллы соединения **1** производства фирмы Alfa Aesar.

Рентгеноструктурный анализ кристалла **1** проводили на автоматическом дифрактометре Rigaku XtaLab при 100°K. Первичные фрагменты структур найдены методом двойного пространства в программных комплексах *SHELX* [23], *ShelXle* [24]. Параметры остальных атомов, включая атомы водорода, определены по разностному синтезу электронной плотности и уточнены по $|F|^2$ методом наименьших квадратов. Положения водородных атомов уточнялись в основном цикле метода наименьших квадратов в изотропном приближении. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структуры **1** приведены в таблице. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 2533439); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>.

Таблица

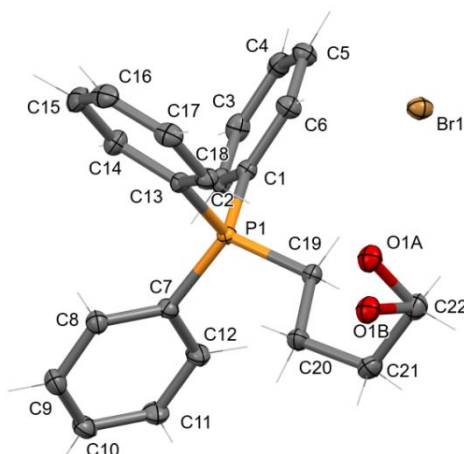
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры **1**

Параметр	Значение
Формула	$\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{POBr}$
<i>M</i>	414,28
Сингония	Моноклинная
Пр. группа	$P2_1/c$
<i>a</i> , Å	11,2489(2)
<i>b</i> , Å	10,12300(10)
<i>c</i> , Å	17,4237(3)
α , град.	90,00
β , град.	104,070(2)
γ , град.	90,00
V , Å ³	1924,56(5)
<i>Z</i>	4
$\rho_{\text{выч}}$, г/см ³	1,430
μ , мм ⁻¹	2,226
<i>F</i> (000)	856,0
Размер кристалла (мм)	0,443 × 0,417 × 0,194

Параметр	Значение
Дифрактометр / Излучение / Монохроматор / тип сканирования	Rigaku XtaLab, MM003, P200K / MoK α , $\lambda=0,71073 \text{ \AA}$ / MicroMax-003 / ω -сканирование
Область сбора данных по θ , град.	2,666–30,507
Интервалы индексов отражений	$-16 \leq h \leq 16, -14 \leq k \leq 14, -24 \leq l \leq 24$
Измерено отражений	51385
Независимых отражений	5297
Число уточняемых параметров	299
R_{int}	0,030
$GOOF$	1,043
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0246, wR_2 = 0,0633$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0291, wR_2 = 0,0650$
Остаточная электронная плотность (min/max), $e/\text{\AA}^3$	-0,250/0,740

Обсуждение результатов

Показано, что структура бромид гидроксibuтилтрифенилфосфония (**1**) состоит из катионов гидроксibuтилтрифенилфосфония и бром-анионов (см. рисунок).



Строение комплекса **1** (атомы водорода не показаны)

Атом кислорода разупорядочен по двум положениям. В катионах атомы фосфора имеют тетрагональную координацию, углы СРС изменялись в интервале $106,50(6)^\circ$ – $110,86(6)^\circ$, а длины связей Р–С составляли $1,7931(12)$ – $1,8004(12) \text{ \AA}$, при максимальном удалении алкильного лиганда от атома фосфора. Геометрические параметры комплекса **1** близки к наблюдаемым в аналогичных соединениях фосфора [1], длины связей Р–С несколько ниже суммы ковалентных радиусов атомов-партнеров ($1,83 \text{ \AA}$) [25].

Заключение

Таким образом, бромид гидроксibuтилтрифенилфосфония $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_4\text{OH}][\text{Br}]$ имеет ионную структуру с тетрагональной координацией атомов фосфора в катионах тетраорганилфосфония. Структурные характеристики комплекса **1** близки к наблюдаемым в аналогичных соединениях фосфора.

Список источников

1. Cambridge Crystallographic Data Center. 2023 (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
2. Romanov S.R., Khafizova A.I., Gerasimov A.V. et al. // Mendeleev Comm. 2023. V. 33. P. 249. DOI: 10.1016/j.mencom.2023.02.032
3. Ong H.C., Coimbra J.T.S., Kwek G. et al. // RSC Chem. Biol. 2021. V. 2. P. 1643. DOI: 10.1039/d1cb00099c

4. *De Marco R., Giuso V., Achard T. et al.* // *Eur. J. Inorg. Chem.* 2023. 26, DOI: 10.1002/ejic.202300184
5. *Benaissa I., Taakili R., Lugan N., Canac Y.* // *Dalton Trans.* 2017. V. 46. P. 12293. DOI: 10.1039/C7DT02759A
6. *Veinot A.J., Todd A.D.K., Robertson K.N., Masuda J.D.* // *Can. J. Chem.* 2018. V. 96. P. 8. DOI: 10.1139/cjc-2017-0482
7. *Mancinelli J.P., Liu S., Wilkerson-Hill S.M.* // *Org. Biomol. Chem.* 2022. V. 20. P. 6183. DOI: 10.1039/D2OB00505K
8. *Darmandeh H., Scherpf T., Feichtner K.-S. et al.* // *Chem.-Eur. J.* 2019. V. 25. P. 2793. DOI: 10.1002/zaac.201900333
9. *Sengoden M., Bhat G.A., Darensbourg D.J.* // *RSC Advances.* 2022. V. 12. P. 32440. DOI: 10.1039/D2RA06358A
10. *Hui J., Wang X., Yao X., Li Z.* // *Polym. Chem.* 2022. V. 13. P. 6551. DOI: 10.1039/D2PY01001A
11. *Шевченко Д.П., Шарутин В.В.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2022. Т. 14, № 3. С. 62. DOI: 10.14529/chem220307
12. *Шарутин В.В., Шевченко Д.П., Хажиева К.Р.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2025. Т. 17, № 1. С. 70. DOI: 10.14529/chem250104
13. *Шарутин В.В., Шарутина О.К., Механошина Е.С.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2022. Т. 14, № 2. С. 41. DOI: 10.14529/chem220205
14. *Механошина Е.С.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2023. Т. 15, № 1. С. 31. DOI: 10.14529/chem230103
15. *Механошина Е.С.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2023. Т. 15, № 2. С. 55. DOI: 10.14529/chem230204
16. *Шарутин В.В., Механошина Е.С., Головин М.С.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2024. Т. 16, № 1. С. 68. DOI: 10.14529/chem240104
17. *Шарутин В.В., Механошина Е.С., Вершинина Е.А., Захарченкова В.П.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2024. Т. 16, № 2. С. 58. DOI: 10.14529/chem240205
18. *Шарутин В.В., Механошина Е.С., Сахаутдинова М.Э. и др.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2024. Т. 16, № 1. С. 83. DOI: 10.14529/chem240106
19. *Шарутин В.В., Шевченко Д.П., Шарутина О.К., Баранов Е.В.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2025. Т. 17, № 3. С. 97–105. DOI: 10.14529/chem250309
20. *Шарутин В.В.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2021. Т. 13, № 2. С. 5. DOI: 10.14529/chem210201
21. *Шарутин В.В.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2026. Т. 18, № 1. С. 35. DOI: 10.14529/chem260104
22. *Шарутин В.В., Слепухин П.А.* // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2026. Т. 18, № 1. С. 185. DOI: 10.14529/chem260116
23. *Sheldrick G.M.* // *Acta Cryst. Sect. A.* 2015. V. 71. P. 3. DOI: 10.1107/S2053273314026370
24. *Hübschle C.B., Sheldrick G.M., Dittrich B.* *ShelXle: a Qt graphical user interface for SHELXL* // *J. Appl. Cryst.* 2011. V. 44. P. 1281. DOI: 10.1107/S0021889811043202
25. *Бацанов С.С.* // *Журн. неорган. химии.* 1991. Т. 36. № 12. С. 3015. EDN: ZSYPJG

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

Кудряшов Михаил Викторович – аспирант, инженер 2-й категории кафедры кристаллографии и экспериментальной физики, Нижегородский государственный университет, Нижний Новгород, Россия. E-mail: m.v.kudryashov@phys.unn

Сомов Николай Викторович – доктор физико-математических наук, профессор кафедры кристаллографии и экспериментальной физики, Нижегородский государственный университет, Нижний Новгород, Россия. E-mail: somov@phys.unn.ru

*Статья поступила в редакцию 20 февраля 2026 г.
The article was submitted 20 February 2026.*