

## СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ХЛОРО(ПЕНТАХЛОРФЕНОКСИДА) ТРИС(3-ФТОРФЕНИЛ)СУРЬМЫ (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbCl(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>)

**А.Н. Ефремов**

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием дихлорида *трис*(3-фторфенил)сурьмы с *бис*(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксидом) *трис*(3-фторфенил)сурьмы (1:1 мольн.) в бензоле синтезирован хлоро(пентахлорфеноксид) *трис*(3-фторфенил)сурьмы (**1**). Соединение идентифицировано методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. В ИК-спектре соединения **1** наблюдается полоса поглощения валентных колебаний фрагмента SbC<sub>3</sub> при 432 см<sup>-1</sup>. Также присутствует интенсивная полоса поглощения при 1267 см<sup>-1</sup>, характеризующая валентные колебания связи С–О. По данным РСА, координация атома сурьмы – тригонально-бипирамидальная с атомами хлора и кислорода в аксиальных позициях [C<sub>24</sub>H<sub>12</sub>OCl<sub>6</sub>SbF<sub>3</sub>, *M* = 707,79; сингония триклинная, группа симметрии P $\bar{1}$ ; *a* 9,486(6), *b* 11,548(7); *c* 12,382(11) Å;  $\alpha$  73,61(2),  $\beta$  87,03(3),  $\gamma$  84,221(19) град.; *V* 1294,2(17) Å<sup>3</sup>; *Z* 2;  $\mu$  1,724 мм<sup>-1</sup>; *F*(000) 668,0; размер кристалла 0,26×0,22×0,11 мм; область сбора данных по 2 $\theta$  5,7–62,22 град.; интервалы индексов отражений  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-16 \leq k \leq 16$ ,  $-17 \leq l \leq 17$ ; всего отражений 79173; независимых отражений 8254; *R*<sub>int</sub> 0,0560; переменных уточнения 317, *GOOF* 1,021; *R*<sub>1</sub> = 0,0482; *wR*<sub>2</sub> = 0,1167; остаточная электронная плотность 1,91/–0,56 е/Å<sup>3</sup>]. Аксиальный угол OSbCl в молекуле соединения **1** составляет 179,14(8)°. Сумма углов CSbC в экваториальной плоскости составляет 360°, при этом значения индивидуальных углов изменяются в пределах 113,49(15)°–126,16(15)°. Длина аксиальной связи Sb–O короче длин экваториальных связей Sb–C и составляет 2,092(3) Å. Формирование кристаллической структуры соединения **1** происходит за счет образования слабых межмолекулярных контактов С–Н…Cl 2,89 Å и F…Cl 3,08, 3,11 Å. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1849662; deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

*Ключевые слова:* дихлорид *трис*(3-фторфенил)сурьмы, *бис*(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксид) *трис*(3-фторфенил)сурьмы, хлоро(пентахлорфеноксид) *трис*(3-фторфенил)сурьмы, реакция перераспределения лигандов, рентгеноструктурный анализ.

### Введение

Несмотря на большое разнообразие органических соединений пентавалентной сурьмы, смешаннолигандные производные сурьмы общей формулы Ar<sub>3</sub>SbXY (X, Y – электроотрицательные лиганды) изучены менее всего. Из соединений этого типа структурно охарактеризовано лишь несколько соединений, что, видимо, связано с трудностями выделения индивидуального вещества из реакционной смеси в кристаллическом виде [1–8].

Получение хлорароксидов триарилсурьмы осуществляют двумя способами, описанными в литературе. Первый заключается в расщеплении связи Sb–O в  $\mu$ -оксобис[(хлоро)триарилсурьме] фенолом [9], в основе второго лежит реакция перераспределения лигандов между Ar<sub>3</sub>SbY<sub>2</sub> и Ar<sub>3</sub>SbX<sub>2</sub> [1–8, 10–13].

В настоящей работе впервые синтезирован хлоро(пентахлорфеноксид) *трис*(3-фторфенил)сурьмы по реакции перераспределения лигандов между дихлоридом и *бис*(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксидом) *трис*(3-фторфенил)сурьмы и определены его структурные особенности методом рентгеноструктурного анализа.

### Экспериментальная часть

**Хлоро(пентахлорфеноксид) *трис*(3-фторфенил)сурьмы (1).** Раствор 17 мг (0,018 ммоль) *бис*(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксида) *трис*(3-фторфенил)сурьмы и 9 мг (0,018 ммоль) дихлорида *трис*(3-фторфенил)сурьмы в 3 мл бензола нагревали в запаянной ампуле на водяной бане при 80 °С в течение часа. После охлаждения к смеси прибавляли 0,5 мл гептана и концентрировали раствор до объема 0,5 мл. Выпавшие бесцветные кристаллы отфильтровывали и сушили на воз-

духе. Получили 9 мг соединения **1** (56 %) с т. пл. 133 °С. ИК-спектр ( $\nu$ , см<sup>-1</sup>): 3093, 3070, 3059, 3030, 2954, 2924, 2854, 1587, 1573, 1531, 1519, 1471, 1423, 1394, 1367, 1355, 1311, 1301, 1267, 1217, 1165, 1132, 1085, 1053, 997, 989, 896, 867, 854, 783, 775, 731, 715, 675, 657, 648, 636, 543, 524, 441, 432, 401. Найдено, %: С 55,55; Н 4,53. С<sub>24</sub>H<sub>12</sub>OCl<sub>6</sub>SbF<sub>3</sub>. Вычислено, %: С 55,65; Н 4,44.

**ИК-спектр** соединения **1** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетках KBr.

**Рентгеноструктурный анализ (РСА)** кристалла **1** проведен на автоматическом четырехкрупном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0,71073$  Å, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программ SMART и SAINT-Plus [14]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены с помощью программ SHELXL/PC [15] и OLEX [16]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы – в табл. 2. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1849662; deposit@ccdc.cam.ac.uk; http://www.ccdc.cam.ac.uk).

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры 1

Параметр	Значение
<i>M</i>	707,79
Сингония	Триклинная
Пр. группа	$P\bar{1}$
<i>a</i> , Å	9,486(6)
<i>b</i> , Å	11,548(7)
<i>c</i> , Å	12,382(11)
$\alpha$ , град.	73,61(2)
$\beta$ , град.	87,03(3)
$\gamma$ , град.	84,221(19)
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	1294,2(17)
<i>Z</i>	2
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1,816
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	1,724
<i>F</i> (000)	688,0
Размер кристалла, мм	0,26 × 0,22 × 0,11
Область сбора данных по 2 $\theta$ , град.	5,7–62,22
Интервалы индексов отражений	$-13 \leq h \leq 13, -16 \leq k \leq 16, -17 \leq l \leq 17$
Измерено отражений	79173
Независимых отражений	8254 ( $R_{\text{int}} = 0,0560$ )
Переменных уточнения	317
<i>GOOF</i>	1,021
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0482; wR_2 = 0,1167$
<i>R</i> -факторы по все отражениям	$R_1 = 0,0825; wR_2 = 0,1330$
Остаточная электронная плотность (min/max), e/Å <sup>3</sup>	1,91/–0,56

Таблица 2

Основные длины связей (*d*) и валентные углы ( $\omega$ ) в структуре 1

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	$\omega$ , град.
Sb(1)–Cl(6)	2,448(2)	O(1)Sb(1)Cl(6)	179,14(8)
Sb(1)–O(1)	2,092(3)	O(1)Sb(1)C(1)	91,28(13)
Sb(1)–C(1)	2,112(4)	O(1)Sb(1)C(21)	88,96(14)
Sb(1)–C(21)	2,116(4)	O(1)Sb(1)C(11)	88,80(15)
Sb(1)–C(11)	2,115(4)	C(1)Sb(1)Cl(6)	88,11(12)
O(1)–C(31)	1,323(4)	C(1)Sb(1)C(21)	126,16(15)

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град.}$
F(1)–C(3)	1,310(7)	C(1)Sb(1)C(11)	120,35(15)
F(3)–C(23)	1,347(6)	C(21)Sb(1)Cl(6)	90,92(12)
F(2)–(13)	1,296(8)	C(11)Sb(1)Cl(6)	92,03(13)
Cl(2)–C(33)	1,722(4)	C(11)Sb(1)C(21)	113,49(15)
Cl(1)–C(32)	1,719(4)	C(31)O(1)Sb(1)	127,9(2)

### Обсуждение результатов

Реакции перераспределения лигандов являются эффективными в синтезе органических производных пентавалентной сурьмы несимметричного строения. Так, взаимодействие пентаарилсурьмы  $\text{Ar}_5\text{Sb}$  с производными сурьмы общей формулы  $\text{Ar}_3\text{SbX}_2$  приводит к образованию продукта общей формулы  $\text{Ar}_4\text{SbX}$  ( $\text{X} = \text{OAr}'$  [17],  $\text{OC(O)R}$  [18],  $\text{ON} = \text{CRR}'$  [19]) с высоким выходом. Однако применение данного метода для синтеза смешанного дигалогенида общей формулы  $\text{Ph}_3\text{SbCl(Br)}$  из дигалогенидов трифенилсурьмы симметричного строения  $\text{Ph}_3\text{SbCl}_2$  и  $\text{Ph}_3\text{SbBr}_2$  не увенчалось успехом: в реакционной смеси присутствовал наряду с исходными веществами целевой продукт, который не удалось выделить в индивидуальном состоянии [20].

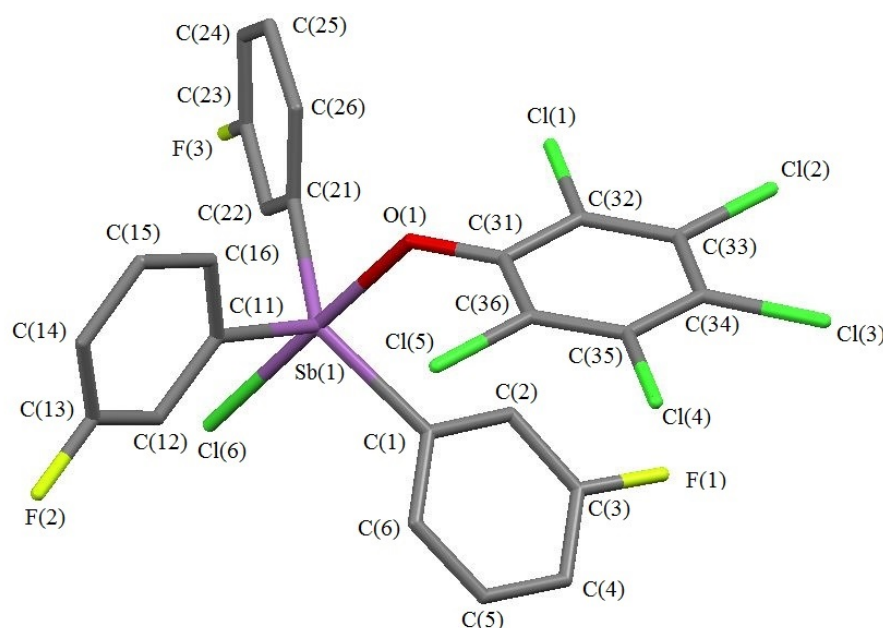
В данной работе синтез хлоро(пентахлорфеноксида) *трис*(3-фторфенил)сурьмы (3- $\text{FC}_6\text{H}_4$ ) $_3\text{SbCl(OC}_6\text{Cl}_5$ ) (**1**) осуществлен по реакции перераспределения лигандов между дихлоридом *трис*(3-фторфенил)сурьмы и *бис*(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксидом) *трис*(3-фторфенил)сурьмы в бензоле в запаянной ампуле при нагревании на водяной бане в течение часа с последующим концентрированием раствора и добавлением гептана:



Исходный диароксид *трис*(3-фторфенил)сурьмы был получен по реакции окислительного присоединения между *трис*(3-фторфенил)сурьмой, пентахлорфенолом и *трет*-бутилгидропероксидом по ранее известной методике [21].

В ИК-спектре соединения **1** наблюдается полоса поглощения валентных колебаний фрагмента  $\text{SbC}_3$  при  $432 \text{ см}^{-1}$ . Также присутствует интенсивная полоса поглощения при  $1267 \text{ см}^{-1}$ , характеризующая валентные колебания связи С-О.

По данным РСА, атом сурьмы в молекуле хлоро(пентахлорфеноксида) *трис*(3-фторфенил)сурьмы имеет координацию искаженной тригональной бипирамиды с гетероатомами в аксиальных положениях (см. рисунок).



Строение соединения **1**

Аксиальный угол в молекуле соединения **1** составляет 179,14(8)°. Сумма углов CSbC в экваториальной плоскости составляет 360°, при этом значения индивидуальных углов изменяются в интервале 113,49(15)°–126,16(15)°. Фрагмент SbC<sub>3</sub> практически плоский, атом сурьмы выходит из плоскости [C<sub>3</sub>] на 0,010 Å к атому хлора в аксиальном положении. Валентные углы между аксиальными и экваториальными заместителями OSbC (88,80(15)°–91,28(13)°) и ClSbC (88,11(12)°–92,03(13)°) мало отличаются от теоретического значения 90°. Конформация арильных лигандов по отношению к экваториальной плоскости [C<sub>3</sub>] пропеллерная. Двугранные углы между плоскостями арильных групп составляют 21,27° [C(1)–C(6)], 56,48° [C(11)–C(16)] и 59,20° [C(21)–C(26)].

Длины связей Sb–C варьируют в пределах 2,112(4)–2,116(4) Å. Длина аксиальной связи Sb–O короче длин экваториальных связей Sb–C и составляет 2,092(3) Å, что характерно для большинства диароксидов триарилсурьмы [22]. Расстояние Sb–Cl (2,448(2) Å) несколько больше суммы ковалентных радиусов атомов сурьмы и хлора (2,40 Å [23]), как и расстояние Sb–O (2,092(3) Å) по отношению к сумме ковалентных радиусов атомов O и Sb 2,07 Å [23]. Важно отметить, что длина связи Sb–Cl в соединении **1** короче, чем в дихлориде трис(3-фторфенил)сурьмы (среднее значение 2,461 Å) [24]. Расстояние Sb–O при этом чуть меньше среднего значения в молекуле бис(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксида) трис(3-фторфенил)сурьмы (2,102(2) Å) [21].

Структурная организация в кристалле соединения **1** обусловлена наличием слабых межмолекулярных контактов C–H...Cl 2,89 Å и F...Cl 3,08, 3,11 Å.

### Выводы

Таким образом, взаимодействие дихлорида и бис(2,3,4,5,6-пентахлорфеноксида) трис(3-фторфенил)сурьмы приводит к образованию производного несимметричного строения (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbCl(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>). Смещение равновесия в сторону образования кристаллов, пригодных для рентгеноструктурного анализа, происходит за счет медленного концентрирования реакционной смеси, содержащей алифатический углеводород. Рентгеноструктурный анализ показал, что атом сурьмы в хлоро(пентахлорфеноксида) трис(3-фторфенил)сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию заместителей с ароксидным лигандом и атомом хлора в аксиальных позициях.

### Благодарности

Выражаю благодарность проф. В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

### Литература

1. Шарутин, В.В. Хлороацетофенооксимат трифенилсурьмы: синтез, молекулярная и кристаллическая структуры, взаимодействие с пентафенилсурьмой / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова // Бутлеровские сообщения. – 2011. – Т. 28. – С. 45.
2. Sharutin, V.V. Triphenylantimony Chloro(2-oxybenzaldoximate): Synthesis, Structure, and Reaction with Pentaphenylantimony / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, V.S. Senchurin // Rus. J. Inorg. Chem. – 2015. – V. 60. – P. 166–169.
3. Bis(4-nitrophenoxy)triphenylantimony Toluene Solvate and Chloro(4-nitrophenoxy) triphenylantimony: Synthesis and Structure / V.S. Senchurin, V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.O. Shchelokov // Rus. J. Inorg. Chem. – 2015. – V. 60. – P. 1204–1209.
4. Sharutin, V.V. New Preparation Method of Chlorotriphenylantimony Aryloxides Ph<sub>3</sub>SbCl(OAr) / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, V.S. Senchurin // Rus. J. Coord. Chem. – 2016. – V. 42. – P. 32–36.
5. Sharutin, V.V. Tri(meta-tolyl)antimony Chloro(benzenesulfonate): Synthesis and Structure / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, V.S. Senchurin // Rus. J. Inorg. Chem. – 2016. – V. 61. – P. 708–711.
6. Quan, L. Chlorido(2-chloronicotinato)triphenylantimony(V) / L. Quan, H. Yin, D. Wang // Acta Crystallogr. – 2008. – V. 64E, № 10. – P. m1302.
7. Intramolecular Nucleophilic Substitution in C<sub>6</sub>F<sub>5</sub> Moiety. The Fluoride-dialkylamino Exchange in Decafluorodiphenlamino Moiety/ P.L. Shutov, S.S. Karlov, K. Harms et al. // J. Fluorine Chem. – 2009. – V. 130, № 11. – P. 1017–1021.

8. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety / L. Quan, H. Yin, J. Cui et al. // *J. Organometal. Chem.* – 2009. – V. 694, iss. 23. – P. 3708–3717.
9. Chauhan, A.K.S. Cleavage of Sb-O Bonds: Reactions of  $(\text{Ph}_3\text{SbCl})_2\text{O}$  and  $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OMe})\text{Cl}$  with Protic Species and 1,2-Dipoles / A.K.S. Chauhan, Shafalika Mishra, R.C. Srivastava // *Main Group Met. Chem.* – 2000. – V. 23. – P. 277–280.
10. Triorganoantimony(V) Carboxylates: Synthesis, Characterization and Crystal Structure of  $[\text{Me}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$  / K.R. Chaudhari, V.K. Jain, V.S. Sagoria, E.R.T. Tiekink // *J. Organomet. Chem.* – 2007. – V. 692. – P. 4928–4932.
11. Triorganoantimony(V) Complexes with Internally Functionallized Oximes: Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of  $[\text{R}_3\text{Sb}(\text{Br})\text{L}]$ ,  $[\text{R}_3\text{Sb}(\text{OH})\text{L}]$  and  $[\text{R}_3\text{SbL}_2]$ , Crystal and Molecular Structures of  $[\text{Me}_3\text{Sb}\{\text{ON}=\text{C}(\text{Me})\text{C}_4\text{H}_3\text{O}\}_2]$ ,  $[\text{Me}_3\text{Sb}\{\text{ON}=\text{C}(\text{Me})\text{C}_4\text{H}_3\text{S}\}_2]$ , 2- $\text{OC}_4\text{H}_3\text{C}(\text{Me})=\text{NOH}$  and 2- $\text{SC}_4\text{H}_3\text{C}(\text{Me})=\text{NOH}$  / A. Gupta, R.K. Sharma, R. Bohra et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2002. – V. 645. – P. 118–126.
12. Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of Triphenylantimony(V) Complexes with Internally Functionalized Oximes: Crystal and Molecular Structure of  $[\text{Ph}_3\text{Sb}\{\text{ON}=\text{C}(\text{Me})\text{C}_5\text{H}_4\text{N}-2\}_2]$  / A. Gupta, R.K. Sharma, R. Bohra et al. // *Polyhedron.* – 2002. – V. 21. – P. 2387–2392.
13. Шарутин, В.В. Именные реакции в химии элементоорганических соединений / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2011. – 427 с.
14. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
15. 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.
16. OLEX2: Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // *J. Appl. Cryst.* – 2009. – V. 42. – P. 339–341.
17. New Method for Preparing Aroxytetraaryl Derivatives of Antimony / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, P.E. Osipov, O.V. Subacheva // *Russ. J. Gen. Chem.* – 2001. – V. 71 – P. 983–984.
18. Reactions of Pentaarylantimony with Triarylantimony Diacylates / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.P. Pakusina, V.K. Bel'skii // *Russ. J. Gen. Chem.* – 1997. – V. 67. – P. 1435–1440.
19. Synthesis and Structure of Tetra- and Triarylantimony Oximates / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, O.V. Molokova et al. // *Russ. J. Gen. Chem.* – 2001. – V. 71. – P. 1243–1247.
20. Кочешков, К.А. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут / К.А. Кочешков, А.П. Сколдинов, Н.Н. Землянский; под ред. А.Н. Несмеянова. – М.: Наука, 1976. – 483 с.
21. *Tris*(3-Fluorophenyl)antimony Derivatives  $(3-\text{FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}(\text{OC}_6\text{H}_3\text{Br}_{2-2,4})_2$ ,  $(3-\text{FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}(\text{OC}_6\text{Cl}_{5-2,3,4,5,6})_2$ , and  $(3-\text{FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2-2)]_2$ : Synthesis and Structure / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.N. Efremov, P.V. Andreev // *Russian Journal of Inorganic Chemistry.* – 2018. – V. 63, N. 2. – P. 174–179.
22. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.
23. Бацанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бацанов // *Журн. неорган. химии.* – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.
24. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with ( $\pm$ )-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties / J. Jiang, H. Yin, F.I. Wang et al. // *Dalton Trans.* – 2013. – V. 42. – P. 8563–8566.

**Ефремов Андрей Николаевич** – аспирант кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. Ленина, 76. E-mail: distorshn\_94@mail.ru

*Поступила в редакцию 21 ноября 2018 г.*

# SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TRIS(3-FLUOROPHENYL)ANTIMONY CHLORO(PENTACHLOROPHENOXIDE) (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbCl(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>)

A.N. Efremov, efremov\_an94@mail.ru  
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

*Tris*(3-fluorophenyl)antimony chloro(pentachlorophenoxide) (**1**) has been synthesized by the interaction of *tris*(3-fluorophenyl)antimony dichloride with *tris*(3-fluorophenyl)antimony bis(2,3,4,5,6-pentachlorophenoxide) (1:1 mol.) in benzene. The compound has been identified by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. The absorption band of the stretching vibrations of the SbC<sub>3</sub> fragment at 432 cm<sup>-1</sup> is observed in the IR spectrum of compound **1**. There is also an intensive absorption band at 1267 cm<sup>-1</sup>, which characterizes stretching vibrations of the C-O bond. According to the X-ray diffraction analysis the coordination of the antimony atom is trigonal-bipyramidal with the chlorine and oxygen atoms in the axial positions [C<sub>24</sub>H<sub>12</sub>OCl<sub>6</sub>SbF<sub>3</sub>, *M* = 707.79; the triclinic system, space group P  $\bar{1}$ ; *a* 9.486(6), *b* 11.548(7), *c* 12.382(11) Å;  $\alpha$  73.61(2),  $\beta$  87.03(3),  $\gamma$  84.221(19) degrees; *V* 1294.2(17) Å<sup>3</sup>; *Z* 2;  $\mu$  1.724 mm<sup>-1</sup>; F(000) 668.0; crystal size 0.26×0.22×0.11 mm; 2 $\theta$  for data collection 5.7–62.22 degrees; index ranges  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $-16 \leq k \leq 16$ ,  $-17 \leq l \leq 17$ ; total reflections 79173; independent reflections 8254; *R*<sub>int</sub> 0.0560; variables 317, *GOOF* 1.021; *R*<sub>1</sub> = 0.0482; *wR*<sub>2</sub> = 0.1167; residual electron density 1.91/–0.56 e/Å<sup>3</sup>]. The OSbCl axial angle in the molecule of compound **1** is 179.14(8)°. The sum of the CSbC angles in the equatorial plane is 360°, while the values of the individual angles vary in the interval 113.49 (15)°–126.16 (15)°. The Sb–O axial bond length is shorter than the Sb–C equatorial bond lengths and equals 2.092 (3) Å. This pattern is characteristic of most triaryl-antimony diarsoxides. The formation of the compound **1** crystal structure is due to the formation of weak intermolecular contacts C–H...Cl 2.89 Å and F...Cl 3.08, 3.11 Å. Complete tables of coordinates of atoms, bond lengths and valence angles are deposited at the Cambridge Structural Data Bank (No. 1849662; deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

**Keywords:** *tris*(3-fluorophenyl)antimony dichloride, *tris*(3-fluorophenyl)antimony bis(2,3,4,5,6-pentachlorophenoxide), *tris*(3-fluorophenyl)antimony chloro(pentachlorophenoxide), ligand redistribution reaction, X-ray diffraction analysis.

## References

1. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V. [Triphenylantimony Chloroacetophenoximate: Synthesis, Molecular and Crystalline Structures, Interaction with Pentaphenylantimony]. *Butlerovskie soobshhenija [Butlerov Communications]*, 2011, vol. 28, no. 19, pp. 45–50. (in Russ.)
2. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Triphenylantimony Chloro(2-Oxybenzaldoximate): Synthesis, Structure, and Reaction with Pentaphenylantimony. *Russ. J. Inorgan. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 2, pp. 166–169. DOI: 10.1134/S0036023615020126.
3. Senchurin V.S., Sharutin V.V., Sharutina O.K., Shchelokov A.O. Bis(4-Nitrophenoxo)triphenylantimony Toluene Solvate and Chloro(4-Nitrophenoxo)triphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorgan. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 10, pp. 1204–1209. DOI: 10.1134/S0036023615100174.
4. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. New Preparation Method of Chlorotriphenylantimony Aryloxides Ph<sub>3</sub>SbCl(OAr). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2016, vol. 42, no. 1, pp. 32–36. DOI: 10.1134/S1070328415120076.
5. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri(*meta*-tolyl)antimony Chloro(benzenesulfonate): Synthesis and Structure. *Rus. J. Inorg. Chem.*, 2016, vol. 61, pp. 708–711. DOI: 10.1134/S0036023616060164.
6. Quan L., Yin H., Wang D. Chlorido(2-chloronicotinato)triphenylantimony(V). *Acta Crystallogr.*, 2008, vol. 64E, no. 10, P. m1302. DOI: 10.1107/S1600536808029632.

7. Shutov P.L., Karlov S.S., Harms K., Sundermeyer J., Lorberth J., Zaitseva G.S. Intramolecular Nucleophilic Substitution in C<sub>6</sub>F<sub>5</sub> Moiety. The Fluoride–dialkylamino Exchange in Decafluorodiphenylamino Moiety. *J. Fluorine Chem.*, 2009, vol. 130, no. 11, pp. 1017–1021. DOI: 10.1016/j.jfluchem.2009.08.006.
8. Li Quan, Han-dong Yin, Ji-chun Cui, Min Hong, Da-qi Wang. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organometal. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
9. Chauhan A.K.S., Mishra Sh., Srivastava R.C. Cleavage of Sb–O Bonds: Reactions of (Ph<sub>3</sub>SbCl)<sub>2</sub>O and Ph<sub>3</sub>Sb(OMe)Cl with Protic Species and 1,2-Dipoles. *Main Group Met. Chem.*, 2000, vol. 23, no. 5, pp. 277–280. DOI: 0.1515/MGMC.2000.23.5.277.
10. Chaudhari K.R., Jain V.K., Sagoria V.S., Tiekink E.R.T. Triorganoantimony(V) Carboxylates: Synthesis, Characterization and Crystal Structure of [Me<sub>3</sub>Sb(O<sub>2</sub>C–C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N)<sub>2</sub>] · H<sub>2</sub>O. *J. Organomet. Chem.*, 2007, vol. 692, pp. 4928–4932. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2007.07.033.
11. Gupta A., Sharma R.K., Bohra R., Jain V.K., Drake J.E., Hursthouse M.B., Light M.E. Triorganoantimony(V) Complexes with Internally Functionallized Oximes: Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of [R<sub>3</sub>Sb(Br)L], [R<sub>3</sub>Sb(OH)L] and [R<sub>3</sub>SbL<sub>2</sub>], Crystal and Molecular Structures of [Me<sub>3</sub>Sb{ON=C(Me)C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>O}<sub>2</sub>], [Me<sub>3</sub>Sb{ON=C(Me)C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>S}<sub>2</sub>], 2-OC<sub>4</sub>H<sub>3</sub>C(Me)=NOH and 2-SC<sub>4</sub>H<sub>3</sub>C(Me)=NOH. *J. Organomet. Chem.*, 2002, vol. 645, pp. 118–126. DOI: 10.1016/S0022-328X(01)01338-9.
12. Gupta A., Sharma R.K., Bohra R., Jain V.K., Drake J.E., Hursthouse M.B., Light M.E. Synthetic, Spectroscopic and Structural Aspects of Triphenylantimony(V) Complexes with Internally Functionallized Oximes: Crystal and Molecular Structure of [Ph<sub>3</sub>Sb{ON=C(Me)C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N-2}<sub>2</sub>]. *Polyhedron*, 2002, vol. 21, pp. 2387–2392. DOI: 10.1016/S0277-5387(02)01155-5.
13. Sharutin V.V., Senchurin V.S. *Imennye reaktsii v khimii elementoorganicheskikh soedineniy* [Nominal Reactions in the Chemistry of Organoelement Compounds]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ. Publ., 2011, 427 p.
14. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
15. 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.
16. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
17. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Osipov P.E., Subacheva O.V. New Method for Preparing Aroxytetraaryl Derivatives of Antimony. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2001, vol. 71, pp. 983–984. DOI: 10.1023/A:1012368510207.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Bel'skii V.K. Reactions of Pentaarylantimony with Triarylantimony Diacylates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 1997, vol. 67, pp. 1443–1448.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Ettenko E.N., Krivolapov D.B., Gubaidullin A.T., Litvinov I.A. Synthesis and Structure of Tetra- and Triarylantimony Oximates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2001, vol. 71, pp. 1243–1247. DOI: 10.1023/A:101322091.
20. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyanskii N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut* [Methods of Organometallic Chemistry. Antimony, Bismuth]. Moscow, Nauka Publ., 1976. 483 p.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. Tris(3-Fluorophenyl)antimony Derivatives (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb(OC<sub>6</sub>H<sub>3</sub>Br<sub>2</sub>-2,4)<sub>2</sub>, (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>-2,3,4,5,6)<sub>2</sub>, and (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(NO<sub>2</sub>-2)]<sub>2</sub>: Synthesis and Structure. *Russ. J. of Inorg. Chem.*, 2018, vol. 63, no. 2, pp. 174–179. DOI: 10.1134/S0036023618020195.
22. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekuljarnye struktury organicheskikh soedinenij sur'my (V)*. [The Molecular Structure of Organic Compounds Antimony(V)]. South Ural St. Univ. Publ., 2012, 395 p.

23. Batsanov S.S. [Atomic Radiuses of the Elements]. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 1991, vol. 36, no. 12, pp. 3015–3037. (in Russ.)

24. Jiang J., Yin H., Wang F., Han Z., Wang F., Cheng S., Hong M. Novel Tetranuclear Triaryl-antimony(V) Complexes with (±)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties. *Dalton Trans.*, 2013, vol. 42, pp. 8563–8566. DOI: 10.1039/c3dt50221j.

Received 21 November 2018

---

**ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ**

Ефремов, А.Н. Синтез и строение хлоро-(пентахлорфеноксида) трис(3-фторфенил)сурьмы (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbCl(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>) / А.Н. Ефремов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 1. – С. 34–41. DOI: 10.14529/chem190104

**FOR CITATION**

Efremov A.N. Synthesis and Structure of Tris(3-Fluorophenyl)antimony Chloro(pentachlorophenoxide) (3-FC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbCl(OC<sub>6</sub>Cl<sub>5</sub>). *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2019, vol. 11, no. 1, pp. 34–41. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190104

---