

СИНТЕЗ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОЛЬВАТА БИС[μ -ОКСО-ТРИ(2-МЕТИЛФЕНИЛ)СУРЬМЫ] С БЕНЗОЛОМ

А.В. Рыбакова

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием *трис*(2-метилфенил)сурьмы с *трет*-бутилгидропероксидом (молярное соотношение 1:1) в ДМСО была получена известная ранее *бис*[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьма]. При перекристаллизации соединения из смеси растворителей (бензол-гептан в соотношении 3:1) был получен монокристалл сольвата [(2-МеС₆Н₄)₃SbO]₂·PhH (**1**), структура которого была исследована методом РСА и ИК-спектроскопии. В ИК-спектре сольвата **1** отсутствуют полосы поглощения гидроксильных групп, валентные колебания Sb-O наблюдаются в области 542–668 см⁻¹, валентные колебания циклического фрагмента $\nu_{as}(\text{Sb}_2\text{O}_2)$ – в области 653, 636 см⁻¹, деформационные колебания $\delta(\text{Sb}_2\text{O}_2)$ – в области 482 см⁻¹. По данным РСА кристаллы **1** триклинные, пространственная группа *P*-1. Атомы сурьмы имеют тригонально-бипирамидальную координацию. Два арильных заместителя и μ_2 -мостиковый атом кислорода находятся в экваториальной плоскости атомов сурьмы, третий арильный заместитель и второй μ_2 -мостиковый атом кислорода – в аксиальных положениях. Сумма экваториальных углов CSbC и OSbC составляет 357,84°, аксиальный угол OSbC равен 162,89°. Циклический фрагмент молекулы Sb₂O₂ является плоским, значения длин связей сурьма–углерод и сурьма–кислород, валентных углов SbOSb и OSbO близки к описанным ранее для несольватированного диоксида. Структурная организация в кристаллах обусловлена межмолекулярными опорными контактами типа C \cdots H (2,893 Å) с участием атомов фенильных колец разных молекул димера. При этом молекулы сольватного растворителя не принимают участия в образовании коротких контактов и образуют слой между связанными в «цепь» за счёт межмолекулярных связей молекул димер-оксида.

Ключевые слова: *трис*(2-метилфенил)сурьма, сольват, *бис*[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьма], окисление, рентгеноструктурный анализ.

Введение

В 1972 году была опубликована статья, посвященная изучению полимерных оксидов трифенилсурьмы [1]. Так, считается, что лучшим способом их получения является окисление трифенилсурьмы в ацетоне 30%-ной перекисью водорода с последующим удалением воды и избытка пероксида. Менее предпочтительный альтернативный метод заключался в гидролизе дихлорида трифенилсурьмы спиртовым гидроксидом калия и в последующем нагревании полученного (C₆H₅)₃Sb(OH)₂.

Оксиды трифенилсурьмы и другие оксиды триорганилсурьмы(V) интересны с точки зрения установления их структуры с помощью рентгеновской дифракции, особенно после того как было установлено существование (C₆H₅)₃SbO в димерной форме [2, 3]. Кроме того, для оксидов триорганилсурьмы была обнаружена возможность получения различных продуктов взаимодействия с кислотами HX [4]. Исследования реакций R₃SbO с сульфокислотами (HX = R'SO₃H) показали, что характер органической группы R при атоме сурьмы и R', входящего в состав сульфокислоты, во многом определяет тип формируемого продукта. То есть продукты взаимодействия имеют различные конструктивные особенности, такие как линейный [5] или изогнутый Sb-O-Sb мостики [6]. Позднее были получены первые образцы водород-скрепленных аддуктов типа R₃SbO · HX [7].

Димер-оксид трифенилсурьмы может быть получен гидролизом производного трифенилсурьмы Ph₃SbC(SO₂C₆H₄CH₃)₂ [2] или при перекристаллизации метокситетрафенилсурьмы из ксилола при 60–70 °С в атмосфере азота в течение 6 дней [3]. *Бис*(μ_2 -оксо)-гексакис-(2-метоксифенил)сурьма получена взаимодействием *трис*(2-метоксифенил)дихлорида сурьмы с 5,5 эквивалентами воды в присутствии 2,2 эквивалентов третбутилата калия [8]. Окислением раствора (окси-2,1-фенилен)(2-феноксифенил)стибина R[O(C₆H₄)₂]Sb (R= 2-PhOC₆H₄) кислородом воз-

Химия элементоорганических соединений

духа получен оксид состава $[R[O(C_6H_4)_2]Sb]_2O_2$ [9]. Серия новых оксидов триарилсурьмы $[(Ar)_3SbO]_2$ (где $Ar=2,5-(CH_3)_2C_6H_3$, $2-CH_3OC_6H_4$, $4-FC_6H_4$, $4-ClC_6H_4$) была получена при окислении пероксидом водорода производных триарилсурьмы в ацетоне, однако строение продуктов реакций было исследовано только методом ИК-спектроскопии [10]. Но в присутствии оксимов взаимодействие триарилсурьмы с пероксидом водорода приводит к образованию диоксиматов триарилсурьмы [11–14].

Методом рентгеноструктурного анализа строение димера оксида трифенилсурьмы впервые было исследовано Д. Борднером [3], а затем Г.К. Фукиным [15].

В настоящей работе окислением *трис*(2-метилфенил)сурьмы *трет*-бутилгидропероксидом в ДМСО осуществлен синтез *бис*[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьмы], который при перекристаллизации из смеси бензол-гептан (3:1) был выделен в виде сольвата с бензолом. Структура сольвата была установлена методом рентгеноструктурного анализа (РСА).

Экспериментальная часть

Синтез сольвата *бис*[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьмы] $[(2-MeC_6H_4)_3SbO]_2 \cdot PhH$ (1**).** Смесь 200 мг (0,5 ммоль) *трис*(2-метилфенил)сурьмы, 50 мг (0,5 ммоль) пентан-2,4-диона и 39 мг (0,5 ммоль) ДМСО растворили в 20 мл бензола, медленно при перемешивании прибавляли 64 мг (0,5 ммоль) *трет*-бутилгидропероксида. После испарения растворителя продукт был получен в виде твердого остатка, который перекристаллизовывали из смеси бензол-гептан (3:1). После испарения растворителей получили 153 мг (68 %) прозрачных кристаллов, $t_{пл} = 226$ °С.

ИК-спектр (ν , cm^{-1}): 3051, 3037, 2997, 2962, 2922, 2862, 1961, 1930, 1818, 1612, 1585, 1562, 1544, 1446, 1381, 1340, 1276, 1201, 1159, 1120, 1033, 952, 867, 796, 748, 704, 668, 653, 636, 542, 482, 462, 437.

ИК-спектры соединения **1** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в табл. 1 в области $4000-400$ cm^{-1} .

РСА кристалла **1** проведен на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (MoK α -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [16]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [17] и OLEX2 [18]. Структура определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структуры **1** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Таблица 1

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

Параметр	Значение
Брутто-формула	$C_{24}H_{24}OSb$
M	450,18
Сингония	Триклинная
T , К	293,15
Пространственная группа	$P-1$
a , Å	8,589(6)
b , Å	10,546(11)
c , Å	12,150(7)
α , град.	95,51(3)
β , град.	101,932(18)
γ , град.	107,40(2)
V , Å ³	1012,8(13)
Z	2
$\rho_{выч.}$, г/см ³	1,476
μ , мм ⁻¹	1,371
$F(000)$	454,0
Размер кристалла, мм	$0,71 \times 0,41 \times 0,23$
Область сбора данных по θ , град.	6,12–84,58

Окончание табл. 1

Параметр	Значение
Интервалы индексов отражений	$-16 \leq h \leq 16,$ $-19 \leq k \leq 19,$ $-22 \leq l \leq 23$
Измерено отражений	96459
Независимых отражений	14331 ($R_{\text{int}} = 0,0368$)
Переменных уточнения	238
<i>GOOF</i>	1,123
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0390,$ $wR_2 = 0,0785$
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0636,$ $wR_2 = 0,0918$
Остаточная электронная плотность (min/max), $e/\text{Å}^3$	-2,01/3,11

Таблица 2

Основные длины связей (*d*) и валентные углы (ω) в структуре 1

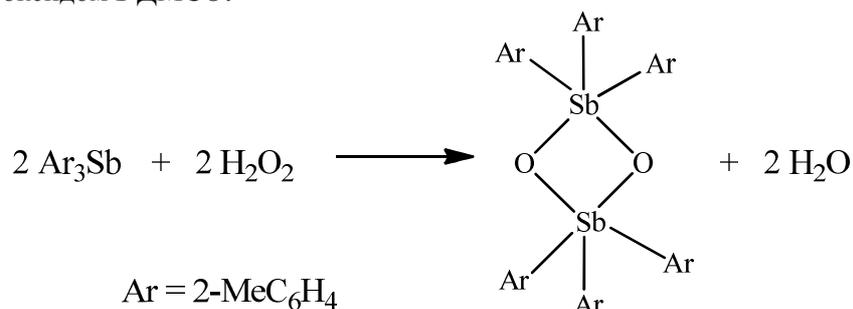
Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω , град.
Sb(1) – Sb(1 ¹)	3,1635(16)	O(1 ¹) Sb(1) Sb(1 ¹)	39,47(4)
Sb(1) – O(1 ¹)	1,941(2)	O(1) Sb(1) Sb(1 ¹)	36,53(5)
Sb(1) – O(1)	2,0727(16)	O(1 ¹) Sb(1) O(1)	76,00(7)
Sb(1) – C(1)	2,146(2)	O(1 ¹) Sb(1) C(1)	129,77(8)
Sb(1) – C(11)	2,137(2)	O(1) Sb(1) C(1)	86,43(7)
Sb(1) – C(21)	2,194(2)	O(1 ¹) Sb(1) C(11)	113,94(8)
O(1) – Sb(1 ¹)	1,941(2)	O(1) Sb(1) C(11)	94,70(8)
		O(1 ¹) Sb(1) C(21)	89,04(9)
		O(1) Sb(1) C(21)	162,89(7)
		C(1) Sb(1) Sb(1 ¹)	110,59(6)
		C(1) Sb(1) C(21)	97,17(8)
		C(11) Sb(1) Sb(1 ¹)	107,62(6)
		C(11) Sb(1) C(1)	114,12(9)
		C(11) Sb(1) C(21)	99,00(8)
		C(21) Sb(1) Sb(1 ¹)	128,02(7)
		Sb(1 ¹) O(1) Sb(1)	104,00(7)

Преобразования симметрии: ¹1-*x*, 1-*y*, 1-*z*; ²-*x*, -*y*, 2-*z*

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1577806 (1); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Ранее был описан синтез бис[μ-оксо-три(2-метилфенил)сурьмы] взаимодействием *трис*(2-метилфенил)сурьмы с перекисью водорода (1:1) в эфире [19]. В настоящей работе бис[μ-оксо-три(2-метилфенил)сурьма] получена нами окислением *трис*(2-метилфенил)сурьмы *трет*-бутилгидропероксидом в ДМСО:



Химия элементоорганических соединений

При перекристаллизации продукта реакции из смеси бензол-гептан (3:1) нами был выделен бис[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьмы] в виде сольвата с бензолом (**1**). Структура сольвата была исследована методом рентгеноструктурного анализа и ИК-спектроскопии. В ИК-спектре сольвата **1** не наблюдаются полосы поглощения в области 3000 см^{-1} , что свидетельствует об отсутствии в структуре ОН-групп. В области $542\text{--}668\text{ см}^{-1}$ наблюдается полоса поглощения, соответствующая валентным колебаниям Sb-O. Согласно литературным данным [10] валентным колебаниям циклического фрагмента $\nu_{\text{as}}(\text{Sb}_2\text{O}_2)$ могут соответствовать поглощения в области $653, 636\text{ см}^{-1}$, деформационным колебаниям $\delta(\text{Sb}_2\text{O}_2) - 482\text{ см}^{-1}$.

По данным РСА, соединение **1** кристаллизуется в centrosymmetric пространственной группе *P*-1, атомы сурьмы имеют тригонально-бипирамидальную координацию. Общий вид молекулы соединения **1** и принятая в структурном эксперименте нумерация атомов показана на рис. 1.

В экваториальной плоскости атомов сурьмы находятся два 2-метилфенильных заместителя и μ_2 -мостиковый атом кислорода, другой 2-метилфенильный заместитель и второй μ_2 -мостиковый атом кислорода расположены в аксиальных положениях. Сумма углов CSbC и OSbC в экваториальной плоскости составляет $357,84^\circ$, аксиальный угол OSbC равен $162,89^\circ$. Проекция кристаллической ячейки молекул **1** вдоль оси *a* представлена на рис. 2. Молекулы сольватного растворителя не участвуют в образовании межмолекулярных связей и, по данным РСА, расположены в углах кристаллической ячейки.

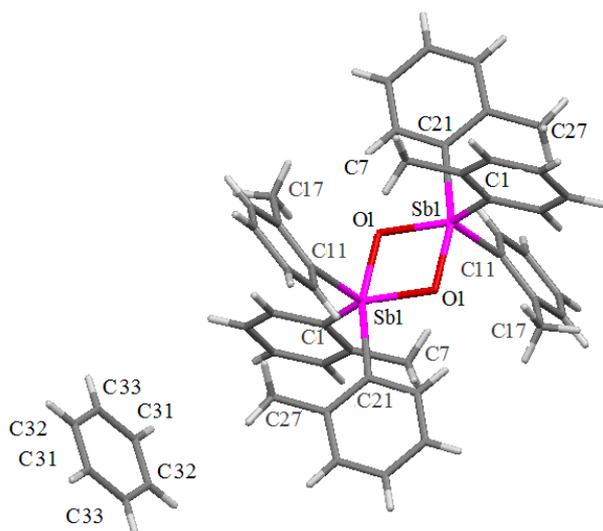


Рис. 1. Строение сольвата бис[μ -оксо-три(2-метилфенил)сурьмы] [(2-MeC₆H₄)₃SbO]₂·PhH (**1**)

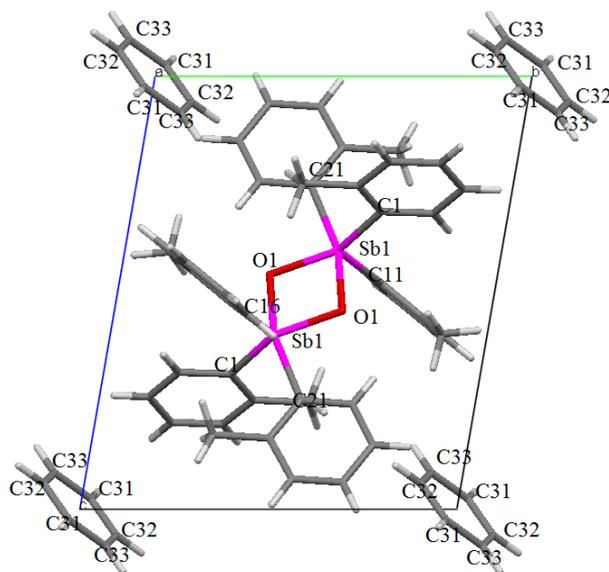


Рис. 2. Проекция кристаллической ячейки соединения (**1**) вдоль оси *a*

Следует отметить, что молекулы димер-оксида образуют полимерную цепь за счет опорных $\text{C}\cdots\text{H}$ контактов (рис. 3).

Отметим, что молекулы бензола находятся в параллельных друг другу плоскостях и образуют слои между полимерными «цепями» димер-оксидов. Циклический фрагмент молекулы Sb_2O_2 является плоским, длины связей Sb-C составляют $2,137(2)\text{ \AA}$, $2,146(2)\text{ \AA}$ и $2,194(2)\text{ \AA}$, связей Sb-O – $1,941(2)\text{ \AA}$ и $2,0727(16)\text{ \AA}$. Значения длин связей близки к сумме ковалентных радиусов соответствующих атомов [20]. Валентные углы SbOSb и OSbO равны $104,00(7)$ и $76,00(7)^\circ$ соответственно. Данные параметры близки к тем, которые были описаны ранее [19].

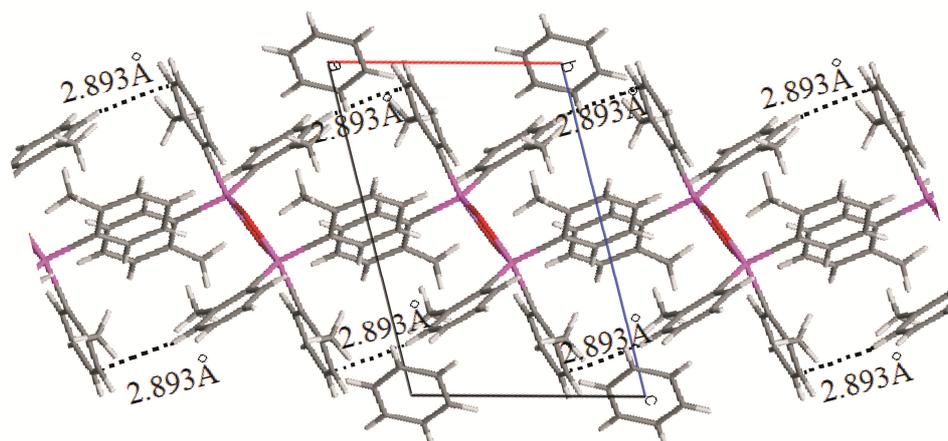


Рис. 3. Короткие (опорные) контакты в кристалле сольвата 1, представленные в проекции вдоль оси *b*

Выводы

Таким образом, в реакции окисления *трис*(2-метилфенил)сурьмы *трет*-бутилгидропероксидом был получен известный ранее димер-оксид, перекристаллизацией которого из смеси растворителей (бензол-гептан в соотношении 3:1) был получен неизвестный ранее сольват [(2-MeC₆H₄)₃SbO]₂·PhH. С помощью методов ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа была установлена кристаллическая и молекулярная структура указанного сольвата. Молекулы бензола участвуют в структурной организации в кристалле, образуя слои между молекулами димер-оксида, связанными между собой межмолекулярными C···H связями.

Автор выражает благодарность д. х. н., гл. н. с. ЮУрГУ В.В. Шарутину за осуществление рентгеноструктурных исследований.

Литература

1. Preparation, Properties and Structure of Poly(triphenylstibine Oxide) / D.L. Venezky, C.W. Sink, B.A. Nevett et al. // J. Organomet. Chem. – 1972. – V. 35, № 1. – P. 131–142. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)86891-6.
2. Second Determination of the Structure of Dimeric Triphenylstibine Oxide / G. Ferguson, C. Glidewell, B. Kaitner et al. // Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun. – 1987. – V. 43. – P. 824–826. DOI: 10.1107/S0108270187093922.
3. Bordner, J. Crystal Structure of 2,2,4,4-Tetrahydro-2,2,2,4,4,4-hexaphenyl-1,3,2,4-dioxadistibetane (Triphenylstibine Oxide Dimer) and Related Compounds / J. Bordner, G.O. Doak, T.S. Everett // J. Am. Chem. Soc. – 1986. – V. 108, № 14. – P. 4206–4213. DOI: 10.1021/ja00274a059.
4. Rüter, R. Triorganoantimon- und Triorganobismutdisulfonate Kristall- und Molekülstrukturen von (C₆H₅)₃M(O₃SC₆H₅)₂ (M = Sb, Bi) / R. Rüter, F. Huber and H. Preut // Z. Anorg. Allg. Chem. – 1986. – V. 539 – P. 110–126. DOI: 10.1002/zaac.19865390811.
5. Preut, H. Structure of μ -Oxo-bis[(2-hydroxyethanesulfonato)triphenylantimony(V)], [Sb₂O(C₂H₅O₄S)₂(C₆H₅)₆] / H. Preut, R. Rüter and F. Huber // Acta Cryst. C. – 1985. – V. 41. – P. 358–360. DOI: 10.1107/S0108270185003900.
6. Preut, H. Structures of μ -Oxo-bis[(benzensulfonato)triphenylantimony(V)] and μ -Oxo-bis[(trifluoromethylsulfonato)triphenylantimony(V)] / H. Preut, R. Rüter and F. Huber // Acta Cryst. C. – 1986. – V. 42. – P. 1154–1157. DOI: 10.1107/S010827018609306X.
7. Huber, F. *Tris*(2,4,6-trimethylphenyl)antimony Dihydroxide; Synthesis and Reaction with Sulfonic Acids RSO₃H (R=C₆H₅, CF₃). Crystal Structure of [2,4,6-(CH₃)₃C₆H₂]₃SbO · HO₃SC₆H₅ / F. Huber, T. Westhoff, H. Preut // J. Organomet. Chem. – 1987. – V. 323. – P. 173–180. DOI: 10.1016/0022-328X(87)80366-2.
8. Diverse Structures and Remarkable Oxidizing Ability of Triarylbi-muthane Oxides. Comparative Study on the Structure and Reactivity of a Series of Triaryl-pnictogen Oxides / Y. Matano, H. Nomura, T. Hisanaga et al. // Organometallics. – 2004. – V. 23. – P. 5471–5480. DOI: 10.1021/om0494115.

9. Organoantimony Oxides: Preparation and Crystal Structures of [(2-PhOC₆H₄)O(C₆H₄)₂Sb]₂O₂ and (o-Tol₂Sb)₄O₆ / H.J. Breunig, J. Probst, K.H. Ebert et al. // Chem. Ber. – 1997. – V. 130. – P. 959–961. DOI: 10.1002/cber.19971300724.
10. Synthesis and Structural Characterization of Some New Triorganoantimony Oxides. Molecular and Crystal Structure of Tris(2,4,6-trimethylphenyl)antimony Dihydroxide / T. Westhoff, F. Huber, R. Rütger et al. // Journal of Organometallic Chemistry. – 1988. – V. 352, № 1–2. – P. 107–113. DOI: 10.1016/0022-328X(88)83024-9.
11. Синтез и строение бис(ацетофеноноксимата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 7. – С. 497–500.
12. Синтез и строение оксиматов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 8. – С. 581–590.
13. Синтез и строение оксиматов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Журн. общ. хим. – 2001. – Т. 71, № 8. – С. 1317–1321.
14. Молокова, О.В. Оксиматы тетра- и триарилсурьмы. Синтез и строение: дис. ... канд. хим. наук / О.В. Молокова. – Благовещенск, 2001. – 118 с.
15. Фукин, Г.К. Молекулярное и кристаллическое строение органических соединений Sb(V): дис. ... канд. хим. наук / Г.К. Фукин. – Нижн. Новгород, 2000. – 165 с.
16. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
17. 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.
18. OLEX2: a 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.
19. Реакции окислительного присоединения три(2-метилфенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, О.В. Молокова и др. // Журн. неорган. химии. – 2012. – Т. 57, № 9. – С. 1334–1338.
20. Бачанов, С.С. Атомные радиусы элементов / С.С. Бачанов // Журн. неорган. химии. – 1991. – Т. 36, № 12. – С. 3015–3037.

Рыбакова Анастасия Владимировна – кандидат химических наук, доцент кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: rybakovaav@susu.ru.

Поступила в редакцию 25 февраля 2019 г.

DOI: 10.14529/chem190208

SYNTHESIS AND X-RAY DIFFRACTION STUDY OF BIS[μ-OXO-TRI(2-METHYLPHENYL)ANTIMONY] SOLVATE WITH BENZENE

A.V. Rybakova, rybakovaav@susu.ru
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Previously known bis[μ-oxo-tri(2methylphenyl)antimony] was synthesized by the reaction of tris(2-methylphenyl)antimony with *tert*-butyl hydroperoxide (1:1 molar ratio) in DMSO. A single crystal of the [(2 MeC₆H₄)₃SbO]₂·PhH (**1**) solvate was obtained by recrystallization from the mixture of benzene and heptane (3:1). The structure of solvate **1** has been investigated by X-ray diffraction study and IR spectroscopy. Absorption bands of hydroxy groups are not detected in the IR spectrum of solvate **1**. Stretching vibrations of the Sb-O moiety and cyclic frag-

ment $\nu_{\text{as}}(\text{Sb}_2\text{O}_2)$ are observed at 542–668 cm^{-1} and 653, 636 cm^{-1} , respectively. Deformation vibrations $\delta(\text{Sb}_2\text{O}_2)$ are attributed to the band at 482 cm^{-1} . According to X-ray data, the crystals of compound **1** are triclinic with the *P*-1 space group. Antimony atoms have a trigonal bipyramidal coordination. Two aryl substituents and the μ_2 -bridged oxygen atom are in the equatorial plane of antimony atoms, and the third aryl substituent and the second μ_2 -bridged oxygen atom are in axial positions. The sum of the CSbC and OSbC equatorial angles is 357.84°, and the OSbC axial angle is 162.89°. The cyclic Sb_2O_2 fragment of the molecule is flat. The Sb-C, Sb-O bond lengths and the SbOSb, OSbO valence angles are close to the previously reported unsolvated oxide. Structural organization in the crystals is characterized by the presence of intermolecular contacts $\text{C}\cdots\text{H}$ (2.893 Å) involving atoms of the phenyl rings of different molecules in the dimer oxide. Solvent molecules do not participate in the formation of short contacts and form a layer between the dimer oxide molecules bonded in a “chain” due to intermolecular bonds.

Keywords: tris(2-methylphenyl)antimony, solvate, bis[μ -oxo-tri(2-methylphenyl)antimony], dimer oxide, oxidation, X-ray analysis.

References

1. Venezky D.L., Sink C.W., Nevett B.A., Fortescue W.F. Preparation, Properties and Structure of Poly(triphenylstibine Oxide). *J. Organomet. Chem.*, 1972, vol. 35, no. 1, pp. 131–142. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)86891-6.
2. Ferguson G., Glidewell C., Kaitner B., Lloyd D., Metcalfe S. Second Determination of the Structure of Dimeric Triphenylstibine Oxide. *Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun.*, 1987, vol. 43, pp. 824–826. DOI: 10.1107/S0108270187093922.
3. Bordner J., Doak G.O., Everett T.S. Crystal Structure of 2,2,4,4-Tetrahydro-2,2,2,4,4,4-hexaphenyl-1,3,2,4-dioxadistibetane (Triphenylstibine Oxide Dimer) and Related Compounds. *J. Am. Chem. Soc.*, 1986, vol. 108, no. 14, pp. 4206–4213. DOI: 10.1021/ja00274a059.
4. Rütger R., Huber F. And Preut H. Triorganoantimon- und Triorganobismutdisulfonate Kristall- und Molekülstrukturen von $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{M}(\text{O}_3\text{SC}_6\text{H}_5)_2$ (M = Sb, Bi). *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 1986, vol. 539, pp. 110–126. DOI: 10.1002/zaac.19865390811.
5. Preut H., Rütger R., Huber F. Structure of μ -Oxo-bis[(2-hydroxyethanesulfonato) triphenylantimony(V)], $[\text{Sb}_2\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_4\text{S})_2(\text{C}_6\text{H}_5)_6]$. *Acta Cryst. C.*, 1985, vol. 41, pp. 358–360. DOI: 10.1107/S0108270185003900.
6. Preut H., Rütger R., Huber F. Structures of μ -Oxo-bis[(benzensulfonato)triphenylantimony(V)] and μ -Oxo-bis[(trifluoromethylsulfonato)triphenylantimony(V)]. *Acta Cryst. C.*, 1986, vol. 42, pp. 1154–1157. DOI: 10.1107/S010827018609306X.
7. Huber F., Westhoff T., Preut H. Tris(2,4,6-trimethylphenyl)antimony Dihydroxide; Synthesis and Reaction with Sulfonic Acids RSO_3H (R = $\text{C}_6\text{H}_5, \text{CF}_3$). Crystal Structure of $[\text{2,4,6}-(\text{CH}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2]_3\text{SbO} \cdot \text{HO}_3\text{SC}_6\text{H}_5$. *J. Organomet. Chem.*, 1987, vol. 323, pp. 173–180. DOI: 10.1016/0022-328X(87)80366-2.
8. Matano Y., Nomura H., Hisanaga T., Nakano H., Shiro M., Imahori H. Diverse Structures and Remarkable Oxidizing Ability of Triaryl bismuthane Oxides. Comparative Study on the Structure and Reactivity of a Series of Triaryl pnictogen Oxides. *Organometallics*, 2004, vol. 23, pp. 5471–5480. DOI: 10.1021/om0494115.
9. Breunig H.J., Probst J., Ebert K.H., Lork E., Cea-Olivares R., Alvarado-Rodriguez J.-G. Organoantimony Oxides: Preparation and Crystal Structures of $[(2\text{-PhOC}_6\text{H}_4)\text{O}(\text{C}_6\text{H}_4)_2\text{Sb}]_2\text{O}_2$ and $(\text{o-Tol}_2\text{Sb})_4\text{O}_6$. *Chem. Ber.*, 1997, vol. 130, pp. 959–961. DOI: 10.1002/cber.19971300724.
10. Westhoff T., Huber F., Rütger R., Preut H. Synthesis and Structural Characterization of Some New Triorganoantimony Oxides. Molecular and Crystal Structure of Tris(2,4,6-trimethylphenyl)antimony Dihydroxide. *Journal of Organometallic Chemistry*, 1988, vol. 352, no. 1–2, pp. 107–113. DOI: 10.1016/0022-328X(88)83024-9.
11. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A. Synthesis and Structure of Triphenylantimony Bis(Acetophenoneoximate). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 7, pp. 464–467. DOI: 10.1023/A:1016293009968.
12. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Sergienko A.S., Bukvetskii B.V., Popov D.Yu. Synthesis and Structures of Tetra- and Triarylantimony Oximates. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 8, pp. 544–553. DOI: 10.1023/A:1019701511840.

13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V., Ettenko E.N., Krivolapov D.B., Gubaidulin A.T. and Litvinov I.A. Synthesis and Structure of Tetra- and Triarylantimony Oximates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2001, vol. 71, no. 8, pp. 1243–1247. DOI: 10.1023/A:1013220911661.
14. Molokova O.V. *Oksimaty tetra- i triarilsur'my. Sintez i stroenie*. Diss. Kand. khim. nauk [Tetra- and Triarylantimony Oximates. Synthesis and Structure. Diss. Kand.], Blagoveshchensk, 2001. 118 p.
15. Fukin G.K. *Molekulyarnoe i kristallichesкое stroenie organicheskikh soedineniy Sb(V)*. Diss. Kand. him. nauk [Molecular and Crystalline Structure of Organic Compounds of Sb(V). Cand. Sci. Diss.], Nizhn. Novgorod, 2000. 165 p.
16. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
17. 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.
18. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Molokova O.V. and Smirnova S.A. Oxidative Addition Reactions of Tri(2Methylphenyl)Antimony. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2012, vol. 57, no. 9, pp. 1252–1258. DOI: 10.1134/S0036023612090185.
20. Batsanov S.S. The Atomic Radii of the Elements. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1991, vol. 36, no. 12, pp. 3015–3037. (in Russ.)

Received 25 February 2019

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Рыбакова, А.В. Синтез и рентгеноструктурное исследование сольвата бис[μ-оксо-три(2-метилфенил)сурьмы] с бензолом / А.В. Рыбакова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 2. – С. 75–82. DOI: 10.14529/chem190208

FOR CITATION

Rybakova A.V. Synthesis and X-Ray Diffraction Study of Bis[μ-oxo-tri(2-methylphenyl)antimony] Solvate with Benzene. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2019, vol. 11, no. 2, pp. 75–82. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190208
