

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ДИКАРБОКСИЛАТОВ ТРИС(2-МЕТОКСИ,5-ХЛОРФЕНИЛ)СУРЬМЫ

Е.В. Лобанова

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействие *трис*(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы с карбоновой кислотой в присутствии *трет*бутилгидропероксида (1:2:1 мол.) в эфире протекает по схеме реакции окислительного присоединения с образованием дикарбоксилатов *трис*(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы [(MeO-2)(Cl-5)C₆H₃]Sb[OC(O)R]₂ (R = CH₂Cl (**1**), CH₂CH₂Ph (**2**), C≡CH (**3**), C≡CPh (**4**)). В ИК-спектрах соединений **1–4**, снятых на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см⁻¹, имеются полосы поглощения карбонильных групп, которые смещены в область низкочастотных колебаний по сравнению с ИК-спектрами исходных кислот. Согласно данным РСА, проведенного на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединения **1**: размер кристалла 0,26 × 0,12 × 0,06 мм, пространственная группа P-1, $a = 9,64(2)$, $b = 11,90(3)$, $c = 15,00(3)$ Å, $\alpha = 108,05(11)^\circ$, $\beta = 95,03(9)^\circ$, $\gamma = 112,48(5)^\circ$, $V = 1469(5)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,658$ г/см³, $Z = 2$. Для кристалла соединения **2**: размер кристалла 0,47 × 0,2 × 0,18 мм, пространственная группа P-1, $a = 11,987(5)$, $b = 14,342(7)$, $c = 14,96(6)$ Å, $\alpha = 63,267(16)^\circ$, $\beta = 73,004(14)^\circ$, $\gamma = 81,60(3)^\circ$, $V = 2197,3(17)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,395$ г/см³, $Z = 2$. Для кристалла соединения **3**: размер кристалла 0,49 × 0,42 × 0,33 мм, пространственная группа P-1, $a = 15,209(16)$, $b = 15,912(14)$, $c = 16,080(13)$ Å, $\alpha = 87,90(3)^\circ$, $\beta = 64,84(3)^\circ$, $\gamma = 86,96(5)^\circ$, $V = 3517(6)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,440$ г/см³, $Z = 2$. Для кристалла соединения **4**: размер кристалла 0,36 × 0,21 × 0,11 мм, пространственная группа P2₁/c, $a = 13,539(6)$, $b = 16,807(11)$, $c = 19,749(8)$ Å, $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 109,665(12)^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$, $V = 4232(4)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,436$ г/см³, $Z = 4$. Атомы сурьмы в **1–4** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с карбоксилатными лигандами в аксиальных положениях. Углы OSbO равны 176,67(14)°, 174,88(5)°, 173,59(15)° (174,22(14)°), 172,61(6)°, суммы углов CSbC в экваториальной плоскости составляют 360°, аксиальные связи Sb–O (2,121(5), 2,125(5) Å (**1**), 2,085(1), 2,097(1) Å (**2**), 2,087(4)–2,137(4) Å (**3**), 2,1109(17), 2,1017(17) Å (**4**)) и экваториальные связи Sb–C (2,104(7)–2,120(6) Å (**1**), 2,110(2)–2,120(2) Å (**2**), 2,075(6)–2,133(6) Å (**3**), 2,108(3)–2,115(2) Å (**4**)) близки к сумме ковалентных радиусов атомов. Внутримолекулярные расстояния Sb…O=C (3,018(3), 3,179(3) Å (**1**), 3,098(3), 3,135(3) Å (**2**), 3,204(3)–3,220(5) Å (**3**), 3,129(3), 3,158(3) Å (**4**)) и Sb…Ome (3,127(3)–3,161(3) Å (**1**), 3,077(3)–3,210(3) Å (**2**), 3,136(3)–3,172(3) Å (**3**), 3,139(3)–3,186(3) Å (**4**)) значительно меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов.

Ключевые слова: дикарбоксилаты, *трис*(2-метокси,5-хлорфенил)сурьма, хлоруксусная, фенилпропионовая, пропиоловая, фенилпропиоловая, кислота, получение, строение, рентгеноструктурный анализ.

Введение

В основе одного из эффективных способов синтеза соединений пентавалентной сурьмы лежит реакция окислительного присоединения, когда из триарильных соединений сурьмы, кислоты HX и пероксида получают арильные производные пентавалентной сурьмы Ar₃SbX₂. Указанная реакция впервые была осуществлена на примере синтеза диацетата трифенилсурьмы из трифенилсурьмы, уксусной кислоты и пероксида водорода [1]. Именно по этой схеме были синтезированы дикарбоксилаты трифенилсурьмы [2–4], три-*мета*-толилсурьмы [5], дикарбоксилаты *трис*-(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы [6–9], *трис*-(4-N,N-диметиламинофенил)сурьмы [10–12]. Отметим, что, несмотря на наличие двух карбоксильных групп в *орто*-фталевой кислоте, ее взаимодействие с трифенилсурьмой в присутствии пероксида водорода протекает по классической схеме реакции окислительного присоединения [13]. Эффективным методом можно считать взаимодействие триарилсурьмы с гидропероксидами в присутствии карбоновой кислоты. Взаимодействие триарилсурьмы с карбоновыми кислотами в эфире в присутствии *трет*-

бутилгидропероксида приводит к образованию дикарбоксилатов трифенилсурьмы [14–18], *трис*-(4-фторфенил)сурьмы [19–21], *трис*-(3-фторфенил)сурьмы [22, 23].

В продолжение исследования реакций окислительного присоединения с участием триарилсурьмы, содержащей функциональные группы в арильных лигандах, проведены реакции *трис*(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы с хлоруксусной, фенилпропионовой, пропиоловой и фенилпропиоловой кислотами в присутствии *трет*-бутилгидропероксида.

Экспериментальная часть

Синтез соединений **1–4** осуществляли по методике, описанной в [6].

Синтез бис(хлорацетато)трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы (1). Бесцветные кристаллы с т. пл. 206 °С. ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3103, 2993, 2943, 1672, 1661, 1580, 1477, 1439, 1383, 1325, 1285, 1256, 1215, 1111, 1049, 1015, 928, 812, 710, 642, 619, 451. Найдено: С 40,81; Н 3,09 %. Для $\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{Cl}_5\text{O}_7\text{Sb}$ вычислено: С 40,93; Н 3,00 %.

Синтез бис(фенилпропионато)трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы (2). Бесцветные кристаллы с т. пл. 99 °С. ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3111, 3088, 3070, 3030, 3005, 2972, 2941, 2908, 2843, 1660, 1647, 1604, 1579, 1496, 1477, 1463, 1440, 1423, 1411, 1369, 1352, 1305, 1282, 1255, 1219, 1184, 1165, 1145, 1111, 1078, 1051, 1014, 939, 902, 887, 860, 823, 813, 754, 734, 696, 675, 644, 626, 611, 576, 536, 511, 489, 451, 412. Найдено: С 58,41; Н 4,63 %. Для $\text{C}_{45}\text{H}_{42}\text{Cl}_3\text{O}_7\text{Sb}$ вычислено: С 58,50; Н 4,55 %.

Синтез бис(пропиолато)трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы (3). Бесцветные кристаллы с т. пл. 164 °С (с разл.). ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3263, 3101, 3072, 3035, 3007, 2974, 2939, 2893, 2843, 2534, 2166, 2102, 1722, 1660, 1647, 1579, 1535, 1477, 1463, 1440, 1382, 1282, 1253, 1180, 1143, 1112, 1049, 1014, 896, 817, 767, 707, 684, 663, 642, 590, 543, 449. Найдено: С 51,83; Н 3,50 %. Для $\text{C}_{66}\text{H}_{52}\text{O}_{14}\text{Cl}_6\text{Sb}_2$ вычислено: С 51,93; Н 3,41 %.

Синтез бис(фенилпропиолато)трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы (4). Бесцветные кристаллы с т. пл. 160 °С (с разл.). ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3120, 3082, 3055, 3034, 3003, 2962, 2937, 2841, 2243, 2200, 1759, 1641, 1577, 1570, 1523, 1489, 1475, 1440, 1381, 1301, 1282, 1255, 1209, 1174, 1143, 1111, 1070, 1049, 1014, 935, 887, 854, 815, 769, 761, 709, 680, 669, 644, 630, 619, 599, 547, 538, 507, 449. Найдено: С 59,00; Н 3,82 %. Для $\text{C}_{45}\text{H}_{34}\text{O}_7\text{Cl}_3\text{Sb}$ вычислено: С 59,08; Н 3,72 %.

ИК-спектр соединений **1–4** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см^{-1} .

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла соединений **1–4** осуществлен с использованием автоматического четырехкружного дифрактометра D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K_{α} -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программы SMART SAINT-Plus [24]. Определение и уточнение структуры кристаллов выполнено с помощью программ SHELX/PC [25] и OLEX2 [26]. Структуры расшифрованы прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов вначале в изотропном, затем в анизотропном приближении для неводородных атомов. Атомы водорода помещены в геометрически рассчитанные положения и включены в уточнение по модели *наездника*.

Кристаллы соединения **1**: $\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{O}_7\text{Cl}_3\text{Sb}$, $M = 733,43 \text{ г/моль}$; $a = 9,64(2)$, $b = 11,90(3)$, $c = 15,00(3) \text{ \AA}$, $\alpha = 108,05(11)^\circ$, $\beta = 95,03(9)^\circ$, $\gamma = 112,48(5)^\circ$, $V = 1469(5) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,658 \text{ г/см}^3$, $Z = 2$, пространственная группа $P-1$. Измерено всего 9898 отражений, 3076 независимых отражений, $\mu = 1,435 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: $R_1 0,0434$ и $wR_2 0,0797$ (по всем рефлексам), $R_1 0,0340$ и $wR_2 0,0751$ (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$).

Кристаллы соединения **2**: $\text{C}_{45}\text{H}_{42}\text{O}_7\text{Cl}_3\text{Sb}$, $M = 922,98 \text{ г/моль}$; $a = 11,987(5)$, $b = 14,342(7)$, $c = 14,966(6) \text{ \AA}$, $\alpha = 63,267(16)^\circ$, $\beta = 73,004(14)^\circ$, $\gamma = 81,60(3)^\circ$, $V = 2197,3(17) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,395 \text{ г/см}^3$, $Z = 2$, пространственная группа $P-1$. Измерено всего 141483 отражений, 12853 независимых отражений, $\mu = 0,858 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: $R_1 0,0422$ и $wR_2 0,0693$ (по всем рефлексам), $R_1 0,0295$ и $wR_2 0,0647$ (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$).

Кристаллы соединения **3**: $\text{C}_{66}\text{H}_{52}\text{O}_{14}\text{Cl}_6\text{Sb}_2$, $M = 1525,28 \text{ г/моль}$; $a = 15,209(16)$, $b = 15,912(14)$, $c = 16,080(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 87,90(3)^\circ$, $\beta = 64,84(3)^\circ$, $\gamma = 86,96(5)^\circ$, $V = 3517(6) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,440 \text{ г/см}^3$, $Z = 2$, пространственная группа $P-1$. Измерено всего 225760 отражений, 24332 независимых отражений,

$\mu = 1,055 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: R_1 0,0999 и wR_2 0,2203 (по всем рефлексам), R_1 0,0707 и wR_2 0,1985 (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$).

Кристаллы соединения **4**: $\text{C}_{45}\text{H}_{34}\text{O}_7\text{Cl}_3\text{Sb}$, $M = 914,82 \text{ г/моль}$; $a = 13,539(6)$, $b = 16,807(11)$, $c = 19,749(8) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 109,665(12)$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 4232(4) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,436 \text{ г/см}^3$, $Z = 4$, пространственная группа $P2_1/c$. Измерено всего 88867 отражений, 8332 независимых отражений, $\mu = 0,890 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: R_1 0,0426 и wR_2 0,0678 (по всем рефлексам), R_1 0,0275 и wR_2 0,0678 (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$).

Структуры депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (CCDC 1980644 (**1**), 1985149 (**2**), 1988468 (**3**), 1987210 (**4**), <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Основные длины связей и валентные углы соединений **1–4** приведены в таблице.

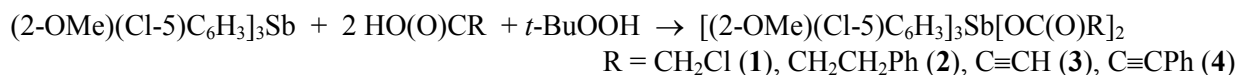
Основные длины связей (d) и валентные углы (ω) в структурах **1–4**

Связь	$d, \text{ \AA}$	Угол	$\omega, \text{ град.}$
1			
Sb(1)–O(4)	2,121(5)	O(4)Sb(1)O6	176,67(14)
Sb(1)–O(6)	2,125(5)	C(1)Sb(1)O4	89,6(2)
Sb(1)–C(1)	2,104(7)	C(1)Sb(1)O6	87,1(2)
Sb(1)–C(21)	2,109(6)	C(1)Sb(1)C21	110,7(2)
Sb(1)–C(11)	2,120(6)	C(1)Sb(1)C11	124,7(2)
Cl(5)–C(9)	1,710(8)	C(21)Sb(1)O4	83,7(3)
Cl(1)–C(5)	1,749(7)	C(21)Sb(1)O6	97,7(3)
Cl(3)–C(25)	1,734(8)	C(21)Sb(1)C11	124,6(2)
Cl(4)–C(18)	1,764(7)	C(11)Sb(1)O4	94,2(2)
Cl(2)–C(15)	1,749(8)	C(11)Sb(1)O6	87,6(2)
O(4)–C(8)	1,214(7)	C(8)O(4)Sb(1)	122,7(4)
2			
Sb(1)–C(1)	2,1203(18)	O(4)Sb(1)C(1)	95,41(6)
Sb(1)–O(4)	2,0970(14)	O(4)Sb(1)C(11)	83,99(6)
Sb(1)–C(11)	2,1101(18)	O(4)Sb(1)C(21)	90,61(7)
Sb(1)–C(21)	2,1151(18)	C(11)Sb(1)C(1)	122,24(7)
Sb(1)–O(6)	2,0854(13)	C(11)Sb(1)C(21)	114,68(7)
Cl(1)–C(5)	1,743(2)	C(21)Sb(1)C(1)	123,08(7)
Cl(2)–C(15)	1,751(2)	O(6)Sb(1)C(1)	89,72(6)
Cl(3)–C(25)	1,738(2)	O(6)Sb(1)O(4)	174,88(5)
C(1)–C(6)	1,383(2)	O(6)Sb(1)C(11)	93,28(7)
C(1)–C(2)	1,400(2)	O(6)Sb(1)C(21)	86,59(7)
O(1)–C(2)	1,357(2)	C(6)C(1)Sb(1)	117,01(12)
O(1)–C(7)	1,428(2)	C(2)C(1)Sb(1)	122,89(13)
O(4)–C(39)	1,299(2)	C(2)O(1)C(7)	119,01(17)
O(5)–C(39)	1,214(2)	C(39)O(4)Sb(1)	118,73(11)
3			
Sb(1)–O(4)	2,137(4)	O(6)Sb(1)O4	173,59(15)
Sb(1)–O(6)	2,100(4)	O(6)Sb(1)C11	96,9(2)
Sb(1)–C(1)	2,098(5)	O(6)Sb(1)C21	84,0(2)
Sb(1)–C(11)	2,133(6)	C(1)Sb(1)O4	84,72(18)
Sb(1)–C(21)	2,121(5)	C(1)Sb(1)O6	88,90(19)
Sb(2)–O(11)	2,123(4)	C(1)Sb(1)C11	125,8(2)
Sb(2)–C(41)	2,114(5)	C(1)Sb(1)C21	110,0(2)
Sb(2)–C(51)	2,075(6)	C(11)Sb(1)O4	86,36(19)
Sb(2)–O(13)	2,087(4)	C(21)Sb(1)O4	98,77(18)

Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град.}$
Sb(2)–C(31)	2,119(5)	C(21)Sb(1)C11	124,2(2)
Cl(1)–C(5)	1,743(7)	C(41)Sb(2)O11	84,91(16)
Cl(2)–C(15)	1,735(8)	C(41)Sb(2)C31	111,0(2)
Cl(3)–C(25)	1,745(8)	C(51)Sb(2)O11	86,81(18)
Cl(4)–C(35)	1,745(7)	C(51)Sb(2)C41	125,14(19)
Cl(5)–C(45)	1,747(6)	C(51)Sb(2)O13	96,79(19)
Cl(6)–C(55)	1,742(7)	C(51)Sb(2)C31	123,8(2)
O(1)–C(2)	1,375(7)	O(13)Sb(2)O11	174,22(14)
O(1)–C(7)	1,435(8)	O(13)Sb(2)C41	89,32(18)
O(2)–C(12)	1,361(8)	O(13)Sb(2)C31	83,85(19)
O(2)–C(17)	1,438(9)	C(31)Sb(2)O11	97,93(18)
4			
Sb(1)–O(4)	2,1109(17)	O(4)Sb(1)C(1)	83,82(8)
Sb(1)–O(6)	2,1017(17)	O(6)Sb(1)O(4)	172,61(6)
Sb(1)–C(1)	2,115(2)	O(6)Sb(1)C(1)	99,45(8)
Sb(1)–C(11)	2,108(3)	O(6)Sb(1)C(11)	86,50(9)
Sb(1)–C(21)	2,111(2)	O(6)Sb(1)C(21)	90,06(8)
Cl(1)–C(5)	1,743(3)	C(11)Sb(1)O(4)	86,14(8)
Cl(2)–C(15)	1,743(3)	C(11)Sb(1)C(1)	110,94(10)
Cl(3)–C(25)	1,742(3)	C(11)Sb(1)C(21)	127,46(10)
O(1)–C(2)	1,360(3)	C(21)Sb(1)O(4)	93,89(8)
O(1)–C(7)	1,430(3)	C(21)Sb(1)C(1)	121,31(9)
O(4)–C(39)	1,300(3)	C(2)O(1)C(7)	118,3(2)
O(5)–C(39)	1,208(3)	C(39)O(4)Sb(1)	119,75(15)
O(2)–C(12)	1,356(3)	C(12)O(2)C(17)	118,5(3)
O(2)–C(17)	1,416(4)	C(22)O(3)C(27)	118,1(2)

Обсуждение результатов

Развитие химии элементоорганических производных неразрывно связано с синтезом базовых соединений, которые впоследствии начинают использовать в качестве прекурсора для получения новых веществ. К таким соединениям, безусловно, относится *трис*(2-метокси,5-бромфенил)сурьма [27], из которой получены ряды соединений [28–31], обладающих полезными свойствами. В настоящее время проф. В.В. Шарутиным синтезирован аналог указанного соединения – *трис*(2-метокси,5-хлорфенил)сурьма, из которой по реакции окислительного присоединения нами были получены неизвестные ранее дикарбоксилаты триарилсурьмы:



В ИК-спектрах соединений **1–4** присутствуют полосы, относящиеся к валентным колебаниям карбонильных групп (1661, 1672 cm^{-1} (**1**), 1647, 1661 cm^{-1} (**2**), 1647, 1661 cm^{-1} (**3**), 1641 cm^{-1} (**4**)), смещенные в область низкочастотных колебаний по сравнению с ИК-спектрами исходных кислот [32]. Кроме того, в ИК-спектрах **3** и **4** наблюдаются полосы, характеризующие тройную связь $\text{C}\equiv\text{C}$ (2102 и 2200 cm^{-1} соответственно).

По данным РСА, атомы сурьмы в **1–4** имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с карбоксилатными лигандами в аксиальных положениях (рис. 1–4).

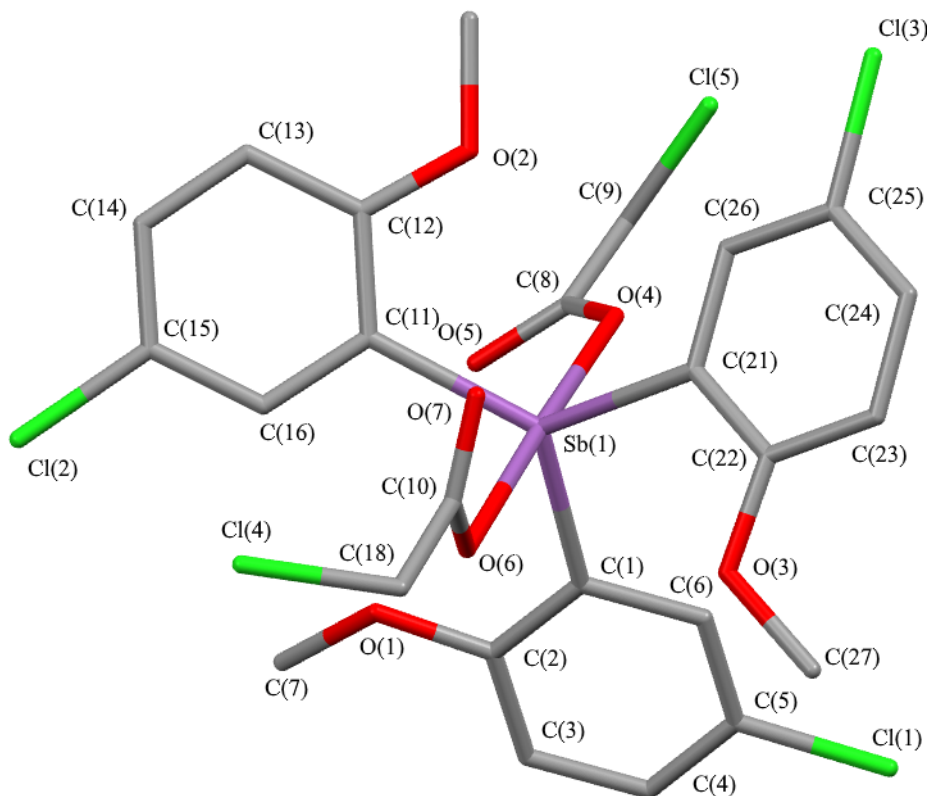


Рис. 1. Молекулярная структура соединения 1

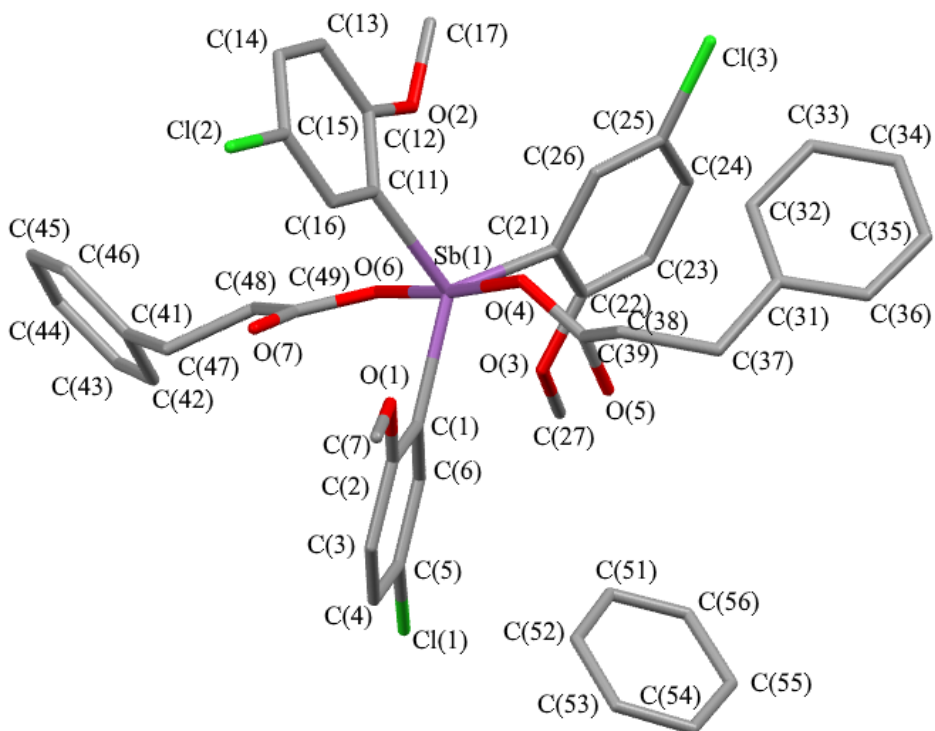


Рис. 2. Молекулярная структура соединения 2

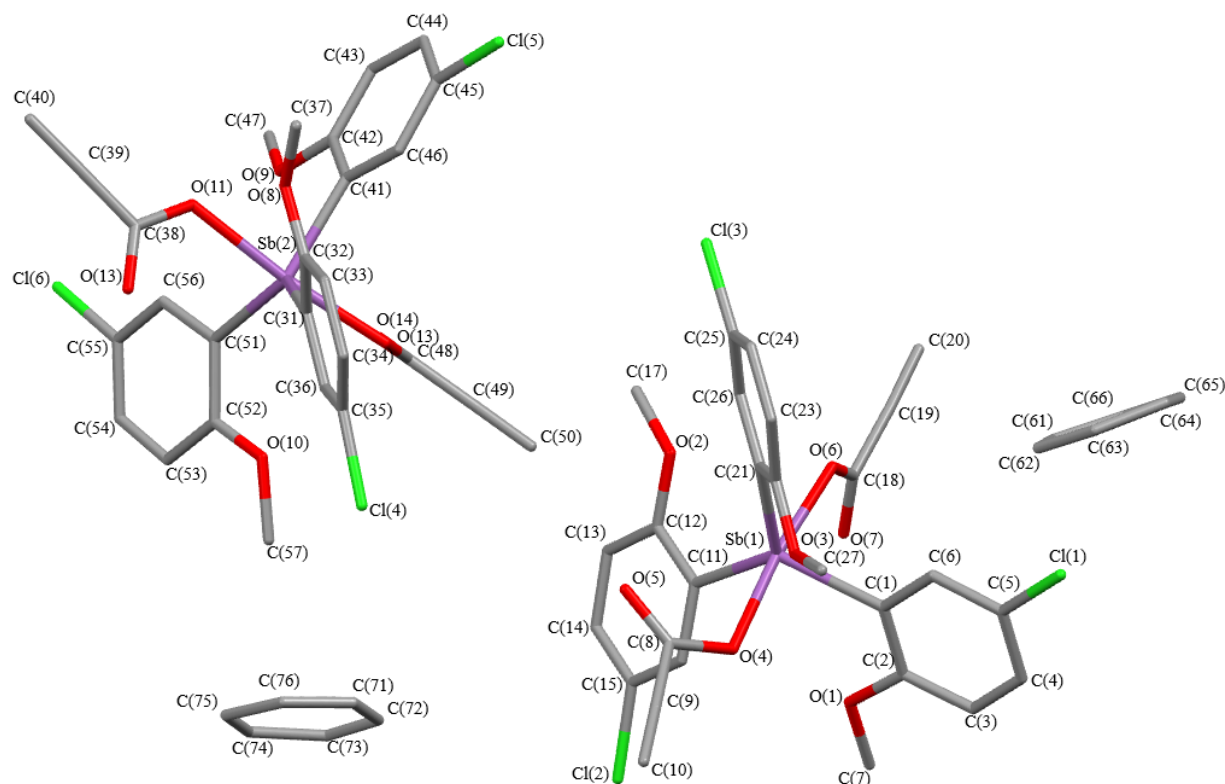


Рис. 3. Молекулярная структура соединения 3

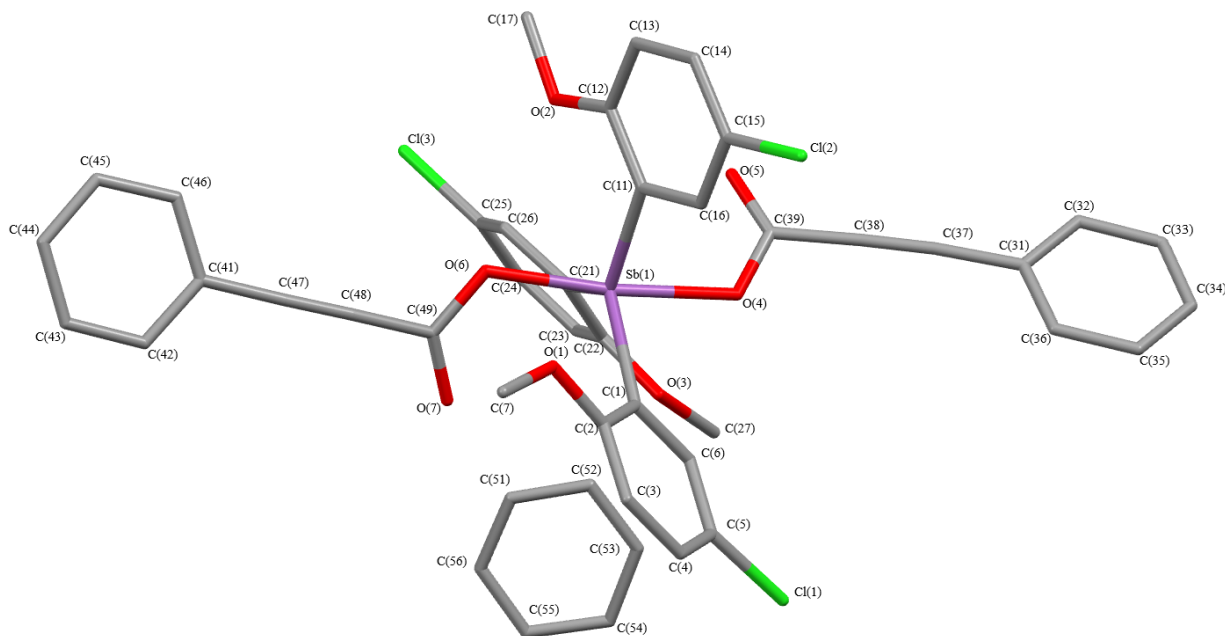


Рис. 4. Молекулярная структура соединения 4

Углы OSbO равны $176,67(14)^\circ$, $174,88(5)^\circ$, $173,59(15)^\circ$ ($174,22(14)^\circ$), $172,61(6)^\circ$, суммы углов CSbC в экваториальной плоскости составляют 360° , аксиальные связи Sb–O ($2,121(5)$, $2,125(5)$ Å (1), $2,085(1)$, $2,097(1)$ Å (2), $2,087(4)$ – $2,137(4)$ Å (3), $2,1109(17)$, $2,1017(17)$ Å (4)) и экваториальные связи Sb–C ($2,104(7)$ – $2,120(6)$ Å (1), $2,110(2)$ – $2,120(2)$ Å (2), $2,075(6)$ – $2,133(6)$ Å (3),

2,108(3)–2,115(2) Å (4)) близки к сумме ковалентных радиусов атомов. Внутримолекулярные расстояния Sb...O=C (3,018(3), 3,179(3) Å (1), 3,098(3), 3,135(3) Å (2), 3,204(3)–3,220(5) Å (3), 3,129(3), 3,158(3) Å (4)) и Sb...OMe (3,127(3)–3,161(3) Å (1), 3,077(3)–3,210(3) Å (2), 3,136(3)–3,172(3) Å (3), 3,139(3)–3,186(3) Å (4)) значительно меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов.

Вывод

Таким образом, взаимодействие *трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы* с хлоруксусной, фенилпропионовой, пропиоловой и фенилпропиоловой кислотами в присутствии *трет-бутилгидропероксида* (1:2:1 мол.) в эфире протекает с образованием дикарбоксилатов *трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы* с выходом до 82 %. В молекулах **1–4** атомы сурьмы имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных положениях. Внутримолекулярные расстояния Sb...O=C и Sb...OMe значительно меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов.

Благодарности

Выражаю благодарность проф. В.В. Шарутину за исходные образцы *трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы* и проведенные рентгеноструктурные исследования.

Литература

1. Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimonyl Diacetate and Pentaphenylantimony / T.C. Thepe, R.J. Garascia, M.A. Selvoski et al. // Ohio J. Sci. – 1977. – V. 77, № 3. – P. 134–135.
2. Синтез и строение дикротоната трифенилсурьмы / А.В. Гущин, О.С. Калистратова, Р.А. Верховых и др. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. – 2013. – № 1. – С. 86–90.
3. Синтез и строение *бис(1-адамantanкарбоксилато)трифенилсурьмы* / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакурина и др. // Журн. неорганической химии. – 2008. – Т. 53, № 8. – С. 1335–1341.
4. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, O.S. Kalistratova et al. // Struct. Chem. – 2016. – V. 27, № 1. – P. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
5. Синтез и строение *бис(1-адамantanкарбоксилата) три-*m*-толилсурьмы* / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. неорганической химии. – 2011. – Т. 56, № 7. – С. 1125–1128.
6. Синтез и особенности строения *бис(циклопропанкарбоксилата) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы* / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. общей химии. – 2012. – Т. 82, № 10. – С. 1646–1649.
7. Синтез и особенности строения *бис(2-нитробензоата) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы* / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Коорд. химия. – 2011. – Т. 37, № 10. – С. 782–785.
8. Шарутин, В.В. Синтез и строение *бис(моногоалогенацетатов) трис(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы* / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Д.С. Толстогузов // Журн. общей химии. – 2014. – Т. 84, № 9. – С. 1516–1522.
9. Шарутин, В.В. Синтез и особенности строения дикарбоксилатов *трис(5-бром,2-метоксифенил)сурьмы* / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорганической химии. – 2014. – Т. 59, № 4. – С. 481–486. DOI: 10.7868/S0044457X14040217. DOI: 10.7868/S0044457X14040217.
10. Синтез и строение дифторида, дихлорида и дибензоата *трис(4-N,N-диметиламинофенил)сурьмы(V)* / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общей химии. – 2008. – Т. 78, № 12. – С. 1999–2006.
11. Синтез и строение дикарбоксилатов и диароксидов *трис(4-N,N-диметиламинофенил)сурьмы(V)* / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. неорганической химии. – 2011. – Т. 56, № 7. – С. 1129–1135.
12. Синтез и строение *бис(4-метилбензоата) трис(4-N,N-диметиламинофенил)сурьмы* / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общей химии. – 2011. – Т. 81, № 11. – С. 1789–1792.

13. Шарутин, В.В. Синтез и строение дифталата трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорган. химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1178–1181. DOI: 10.7868/S0044457X14090177.
14. Шарутин, В.В. Синтез и строение фенилпропионатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Р. Котляров // Журн. неорган. химии. – 2015. – Т. 60, № 4. – С. 525–528. DOI: 10.7868/S0044457X15040236.
15. Шарутин, В.В. Синтез и строение 4-оксибензоатов тетра- и трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Журн. неорган. химии. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1182–1186. DOI: 10.7868/S0044457X14090189.
16. Шарутин, В.В. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // Коорд. химия. – 2014. – Т. 40, № 2. – С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108.
17. Синтез и строение диакрилата трифенилсурьмы / А.В. Гущин, Л.К. Прыткова, Д.В. Шашкин и др. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. – 2010. – № 1. – С. 95–99.
18. Experimental and Theoretical Distributijn of Electron Density and Thermopolimerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, A.V. Arapova et al. // J. Solid State Chem. – 2017. – V. 254. – P. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030
19. Шарутин, В.В. Синтез и строение дикарбоксилатов *трис*(4-фторфенилсурьмы: $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = CH_2I , C_6F_5 / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Изв. АН. Серия хим. – 2017. – № 4. – С. 707–710.
20. Шарутин, В.В. Дикарбоксилаты *трис*(4-фторфенил)сурьмы $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$, C_3H_5 -цикло) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Журн. неорган. химии. – 2016. – Т. 61, № 1. – С. 46–50. DOI: 10.7868/S0044457X16010232.
21. Шарутин, В.В. Синтез и строение дикарбоксилатов *трис*(4-фторфенил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. общ. химии. – 2016. – Т. 86, № 8. – С. 1366–1370.
22. Синтез и строение дикарбоксилатов *трис*(3-фторфенилсурьмы: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2$ -3,5, CH_2Br , CH_2Cl , $\text{CH}=\text{CHPh}$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Коорд. химия. – 2018. – Т. 44, № 5. С. 333-339. DOI: 10.1134/S0132344X18050109.
23. Синтез и строение дикарбоксилатов *трис*(3-фторфенилсурьмы: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$ (R = CH_2Cl , Ph, $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ -4, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Р.В. Решетникова и др. // Журн. неорган. химии. – 2017. – Т. 62, № 11. – С. 1457–1463. DOI: 10.7868/S0044457X17110058.
24. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
25. 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.
26. 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. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
27. Синтез новых арильных соединений сурьмы(III) и висмута(III). Кристаллическая и молекулярная структура *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. неорган. химии. – 2011. – Т. 56, № 10. – С. 1640–1643.
28. 2-Метокси-5-бромфенильные соединения сурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2011. – Т. 81, № 10. – С. 1649–1652.
29. Синтез и строение моно-, би- и триядерных органилсульфонатных производных триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин и др. // Журн. неорган. химии. – 2018. – Т. 63, № 7. – С. 823–830. DOI: 10.1134/S0044457X18070188.
30. Шарутин, В.В. Окисление *трис*(5-бром-2-метоксифенил)сурьмы *трет*-бутилгидропероксидом. Строение сольвата $[(5\text{-Br-2-MeOC}_6\text{H}_3)_3\text{SbO}]_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. неорган. химии. – 2015. – Т. 60, № 12. – С. 1631–1634. DOI: 10.7868/S0044457X15120211.
31. Артемьева, Е.В. Синтез и строение комплексов $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{ONCHC}_6\text{H}_4\text{NO}_2\text{-}2)_2 \cdot 0.5\text{C}_6\text{H}_6$, $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{ONCHC}_6\text{H}_4\text{NO}_2\text{-}3)_2 \cdot 2\text{C}_6\text{H}_6$ и $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{OC}(\text{O})\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{F-}3)_2$ (Ar = $\text{C}_6\text{H}_3\text{OMe-}2\text{-Br-}5$) / Е.В. Ар-

темьева, В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Журн. неорган. химии. – 2019. – Т. 64, № 11. – С. 1184–1190. DOI: 10.1134/S0044457X19110035.

32. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений: справочные материалы / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2012. – 55 с.

Лобанова Евгения Вадимовна – магистрант кафедры теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: ev_lobanova@inbox.ru

Поступила в редакцию 10 марта 2020 г.

DOI: 10.14529/chem200203

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TRIS(2-METHOXY, 5-CHLORINEPHENYL)ANTIMONY DICARBOXYLATES

E.V. Lobanova, ev_lobanova@inbox.ru
South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The interaction of *tris*(2-methoxy,5-chlorophenyl)antimony with a carboxylic acid in the presence of *tert*-butylhydroperoxide (1:2:1 mol.) in ether proceeds according to the oxidative addition reaction scheme with the formation of *tris*(2-methoxy,5-chlorophenyl)antimony dicarboxylates [(MeO-2)(Cl-5)C₆H₃]Sb[OC(O)R]₂ (R = CH₂Cl (1), CH₂CH₂Ph (2), C≡CH (3), C≡CPh (4)). The IR spectra of compounds 1–4, recorded on a Shimadzu IRAffinity-1S Fourier transform IR spectrometer in a KBr pellet in the region of 4000–400 cm⁻¹, contain absorption bands of carbonyl groups, which are shifted to the low-frequency vibration region in comparison with the IR spectra of the initial acids. According to the X-ray diffraction data obtained on a Bruker D8 QUEST diffractometer, the crystallographic parameters of the unit cell of compound 1: crystal size 0.26 × 0.12 × 0.06 mm, space group P-1, *a* = 9.64(2), *b* = 11.90(3), *c* = 15.00(3) Å, α = 108.05(11)°, β = 95.03(9), γ = 112.48(5)°, *V* = 1469(5) Å³, ρ = 1.658 g/cm³, *Z* = 2; for crystal 2: 0.47 × 0.2 × 0.18 mm, P-1, *a* = 11.987(5), *b* = 14.342(7), *c* = 14.96(6) Å, α = 63.267(16)°, β = 73.004(14), γ = 81.60(3)°, *V* = 2197.3(17) Å³, ρ = 1.395 g/cm³, *Z* = 2; for crystal 3: 0.49 × 0.42 × 0.33 mm, P-1, *a* = 15.209(16), *b* = 15.912(14), *c* = 16.080(13) Å, α = 87.90(3)°, β = 64.84(3), γ = 86.96(5)°, *V* = 3517(6) Å³, ρ = 1.440 g/cm³, *Z* = 2; for crystal 4: 0.36 × 0.21 × 0.11 mm, P2₁/c, *a* = 13.539(6), *b* = 16.807(11), *c* = 19.749(8) Å, α = 90.00°, β = 109.665(12), γ = 90.00°, *V* = 4232(4) Å³, ρ = 1.436 g/cm³, *Z* = 4. The antimony atoms in 1–4 have a distorted trigonal-bipyramidal coordination with carboxylate ligands in axial positions. The OSbO angles are 176.67(14)°, 174.88(5)°, 173.59(15)° (174.22(14)°), 172.61(6)°, the sum of the CSbC angles in the equatorial plane are 360°, the axial Sb–O bonds that equal (2.121(5), 2.125(5) Å (1), 2.085(1), 2.097(1) Å (2), 2.087(4)–2.137(4) Å (3), 2.1109(17), 2.1017(17) Å (4)) and the equatorial Sb–C bonds that equal (2.104(7)–2.120(6) Å (1), 2.110(2)–2.120 (2) Å (2), 2.075(6)–2.133(6) Å (3), 2.108(3)–2.115(2) Å (4)) are close to the sum of the covalent radii of the atoms. Intramolecular distances Sb⋯O=C (3.018(3), 3.179(3) Å (1), 3.098(3), 3.135(3) Å (2), 3.204(3)–3.220(5) Å (3), 3.129(3), 3.158 (3) Å (4)) and Sb⋯OME (3.127(3)–3.161(3) Å (1), 3.077(3)–3.210(3) Å (2), 3.136(3)–3.172(3) Å (3), 3.139(3)–3.186(3) Å (4)) are much smaller than the sum of the van der Waals radii of atoms.

Keywords: dicarboxylates, *tris*(2-methoxy,5-chlorophenyl)antimony, chloroacetic acid, phenylpropionic acid, propiol, phenylpropiol, preparation, structure, X-ray diffraction analysis.

References

1. Thepe T.C., Garascia R.J., Selvoski M.A., Patel A.N. Improved Methods for the Synthesis of Antimony Triacetate, Triphenylantimonyl Diacetate and Pentaphenylantimony. *Ohio J. Sci.*, 1977, vol. 77, no. 3, pp. 134–135.

2. Gushchin A.V., Kalistratova O.S., Verkhovykh R.A., Somov N.V., Shashkin D.V., Dodonov V.A. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Dicrotonate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Izhni Novgorod*, 2013, no. 1, pp. 86–90. (in Russ.)
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Molokova O.V., Nevmeshkina L.A., Senchurin V.S. *Bis*(1-adamantanecarboxylato)triphenylantimony: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2008, vol. 53, no. 8, pp. 1242–1248. DOI: 10.1134/S0036023608080160.
4. Fukin G.K., Samsonov M.A., Kalistratova O.S., Gushchin A.V. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes. *Struct. Chem.*, 2016, vol. 27, no. 1, pp. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
5. Shaturin V.V., Shaturina O.K., Senchurin V.S., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tri-*m*-tolylantimony *Bis*(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2011, vol. 56, pp. 1060–1063. DOI: 10.1134/S0036023611070242.
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Chagarova O.V. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony *Bis* (cyclopropanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2012, vol. 82, no. 10, pp. 1665–1668. DOI: 10.1134/S1070363212100064.
7. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V., Zelevets L.E. *Tris*(2-methoxy-5-bromophenyl)antimony *Bis*(2-nitrobenzoate): Synthesis and Specific Features of the Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2011, vol. 37, no. 10, pp. 781–784. DOI: 10.1134/S1070328411090089.
8. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tolstoguzov D.S. Synthesis and Structure of *Bis*(monohaloacetates) of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 9, pp. 1754–1760. DOI: 10.1134/S1070363214090199.
9. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Synthesis and Structural Features of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 4, pp. 326–331. DOI: 10.1134/S0036023614040202.
10. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Akulova E.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl)antimony(V) Difluoride, Dichloride, and Dibenzoate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2008, vol. 78, no. 12, pp. 2344–2352. DOI: 10.1134/S1070363208120098.
11. Shaturin V.V., Senchurin V.S., Shaturina O.K., Chagarova O.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl) Antimony(V) Dicarboxylates and Diaroxides. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2011, vol. 56, no. 7, pp. 1064–1070. DOI: 10.1134/S0036023611070254.
12. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. Synthesis and Structure of *Tris*(4-*N,N*-dimethylaminophenyl)antimony *Bis*(4-methyl benzoate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2011, vol. 81, no. 11, pp. 2242–2245. DOI: 10.1134/s1070363211110053.
13. Sharutin V. V., Sharutina O. K., Senchurin V. S. Synthesis and Structure of Triphenylantimony Diphthalate. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 947–950. DOI: 10.1134/S0036023614090162.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kotlyarov A.R. Synthesis and Structure of Tetra- and Triphenylantimony Phenylpropiolates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 4, pp. 465–468. DOI: 10.1134/S0036023615040221.
15. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin S.V. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony and Triphenylantimony 4-Oxybenzoates. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 951–955. DOI: 10.1134/S0036023614090174.
16. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri- and Tetraphenylantimony Propiolates: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 2, pp. 109–114. DOI: 10.1134/S1070328414020109.
17. Gushchin A.V., Prytkova L.K., Shashkin D.V., Dodonov V.A., Fukin G.K., Shavyrin A.S., Rykalin V.I. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Diakrylate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Nizhni Novgorod*, 2010, no. 1, pp. 95–99. (in Russ.)
18. Fukin G.K., Samsonov M.A., Arapova A.V., Mazur A.S., Artamonova, T.O., Khodorkovskiy M.A., Vasilyev A.V. Experimental and Theoretical Distribution of Electron Density and Thermopolymerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex. *J. Solid State Chem.*, 2017, vol. 254, pp. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030.

19. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Tris*(4-fluorophenylantimony) Dicarboxylates: $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = CH_2I , C_6F_5 . *Russ. Chem. Bull.*, 2017, vol. 66, no. 4, pp. 707–710. DOI: 10.1007/s11172-017-1796-6.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. *Tris*(4-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$, or cyclo- C_3H_5 : Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2016, vol. 61, no. 1, pp. 43–47. DOI: 10.1134/S003602361601023X.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of *Tris*(4-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2016, vol. 86, no. 8, pp. 1902–1906. DOI: 10.1134/s107036321608020x.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. [Synthesis and Structure of *Tris*(3-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates: $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$, R = $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}$, CH_2Br , CH_2Cl , $\text{CH}=\text{CHPh}$]]. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2018, vol. 44, no. 5, pp. 333–339. DOI: 10.1134/S0132344X18050109.
23. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Reshetnikova R.V., Lobanova E.V., Efremov A.N. *Tris*(3-fluorophenyl)antimony Dicarboxylates $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$ (R = CH_2Cl , Ph, $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2-4$, $\text{C}_{10}\text{H}_{15}$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 11, pp. 1450–1457. DOI: 10.1134/S003602361711016X.
24. Bruker. *SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System*. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
25. 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.
26. 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.
27. Sharutin V. V., Senchurin V. S., Sharutina O. K., Chagarova O. V. Synthesis of New Antimony(III) and Bismuth(III) Aryl Compounds: Crystal and Molecular Structure of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2011, vol. 56, no. 10, pp. 1561–1564. DOI:10.1134/s0036023611100196.
28. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. 2-Methoxy-5-bromophenyl Antimony Compounds. Synthesis and Structure. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2011, vol. 81, no. 10, pp. 2102–2105. DOI: 10.1134/S1070363211100100.
29. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Kartseva M.K., Andreev P.V. Mono-, Bi-, and Trinuclear Triarylantimony Organysulfonate Derivatives: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2018, vol. 63, no. 7, pp. 867–873. DOI: 10.1134/S0036023618070185.
30. Sharutin V.V., Sharutina O.K. Oxidation of *Tris*(5-bromo-2-methoxyphenyl)antimony with Tert-butylhydroperoxide: Structure of the Solvate $[(5\text{-Br-2-MeOC}_6\text{H}_3)_3\text{SbO}]_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}$. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2015, vol. 60, no. 12, pp. 1491–1494. DOI:10.1134/s0036023615120219
31. Artem'eva E.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Complexes $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{ONCHC}_6\text{H}_4\text{NO}_2-2)_2 \cdot 0.5\text{C}_6\text{H}_6$, $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{ONCHC}_6\text{H}_4\text{NO}_2-3)_2 \cdot 2\text{C}_6\text{H}_6$ И $\text{Ar}_3\text{Sb}(\text{OC}(\text{O})\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{F-3})_2$ (Ar = $\text{C}_6\text{H}_3\text{OMe-2-Br-5}$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2019, vol. 64, no. 11, pp. 1410–1417. DOI:10.1134/s0036023619110032.
32. Tarasevich B.N. *ИК-спектры основных классов органических соединений. Справочные материалы*. [IR-spectrum of The Main Classes of Organic Compounds: Background Information]. Moscow. MSU, 2012. 55 p.

Received 10 March 2020

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Лобанова, Е.В. Синтез и строение дикарбоксилатов трис(2-метокси,5-хлорфенил)сурьмы / Е.В. Лобанова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 2. – С. 23–33. DOI: 10.14529/chem200203

FOR CITATION

Lobanova E.V. Synthesis and Structure of *Tris*(2-methoxy, 5-chlorophenyl)antimony Dicarboxylates. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 2, pp. 23–33. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem200203