

УДК 546.865+547.53.024+548.312.5

## СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ПРОИЗВОДНЫХ ТРИ(*мета*-ТОЛИЛ)СУРЬМЫ (3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)R]<sub>2</sub> (R = CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>F-3, CH=CHPh, C≡CPh) И [(3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbOSO<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>]<sub>2</sub>O

© 2022 г. В. В. Шарутин<sup>1</sup>, \*, О. К. Шарутина<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия

\*e-mail: v.v.sharutin@rambler.ru

Поступила в редакцию 20.09.2021 г.

После доработки 16.10.2021 г.

Принята к публикации 18.10.2021 г.

Взаимодействием три(*мета*-толил)сурьмы с 3-фторфенилхлоруксусной, коричной и фенилпропиоловой кислотами в присутствии *трем*-бутилгидроксипероксида (мольное соотношение 1 : 2 : 1 соответственно) в эфире синтезированы дикарбоксилаты три(*мета*-толил)сурьмы (3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)CH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>F-3]<sub>2</sub> (I), (3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)CH=CHPh]<sub>2</sub> (II) и (3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)C≡CPh]<sub>2</sub> (III) соответственно. В аналогичных условиях реакция три(*мета*-толил)сурьмы с трифторометансульфоновой кислотой приводит к образованию  $\mu$ -оксо-бис[три(*мета*-толил)(трифторометансульфонато)сурьмы] [(3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>SbOSO<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>]<sub>2</sub>O (IV). Атомы Sb в I–IV имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с электроотрицательными лигандами в аксиальных положениях.

**Ключевые слова:** бис(3-фторфенилацетат), дициннамат, бис(фенилпропиолат) три(*мета*-толил)сурьмы,  $\mu$ -оксо-бис[три(*мета*-толил)(трифторометансульфонато)сурьма], синтез, строение, дифракционные исследования

**DOI:** 10.31857/S0132344X22060056

Известно, что дикарбоксилаты триарилсурьмы способны оказывать противоопухолевое, антилейшманиозное и антибактериальное действие, обладают электрохимическими, фотолюминисцентными и фотокаталитическими свойствами [1–16]. К настоящему времени наиболее изучены дикарбоксилаты трифенил- и три(*пара*-толил)сурьмы [17]. Гораздо в меньшей степени известно о подобных *ортого*- и *мета*-толильных производных сурьмы [18, 19]. В настоящей работе осуществлен синтез и выявлены особенности строения новых производных три(*мета*-толил)сурьмы.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе использовали 3-фторфенилхлоруксусную, коричную, фенилпропиоловую, трифторометансульфоновую кислоты и *трем*-бутилгидроксипероксид (Alfa Aesar). Три(*мета*-толил)сурьму получали по методике, описанной в [18]. Растворители квалификации “х. ч.” перед проведением синтеза высушивали над хлоридом кальция и перегоняли.

Синтез бис(3-фторфенилацетато)три(*мета*-толил)сурьмы (I) проводили по методике, описанной в [20]. Выход бесцветных кристаллов 91%,  $T_{\text{пл}} = 63^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu, \text{ см}^{-1}$ ): 3084 сл, 3055 сл, 2968 сл, 2924 сл, 2856 сл, 1662 о.с, 1614 сл, 1591 сл,

1487 сл, 1471 сл, 1449 сл, 1292 о.с, 1244 сл, 1140 сл, 1099 сл, 1074 сл, 1045 сл, 991 сл, 964 сл, 923 сл, 889 сл, 868 сл, 829 сл, 770 о.с, 721 сл, 687 сл, 638 сл, 580 сл, 549 сл, 521 сл, 472 сл, 424 сл.

Найдено, %: C 63.65; H 4.98.

Для C<sub>38</sub>H<sub>35</sub>O<sub>4</sub>F<sub>2</sub>Sb

вычислено, %: C 63.78; H 4.90.

Соединения II–IV синтезировали по аналогичной методике.

(3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)CH=CHPh]<sub>2</sub> · PhH (II): бесцветные прозрачные кристаллы, выход 84%,  $T_{\text{пл}} = 140^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu, \text{ см}^{-1}$ ): 3086 сл, 3055 сл, 3024 сл, 2914 сл, 1641 о.с, 1587 о.с, 1477 сл, 1448 сл, 1337 о.с, 1288 сл, 1202 сл, 1173 сл, 1101 сл, 1070 сл, 1036 сл, 988 сл, 974 сл, 885 сл, 872 сл, 773 о.с, 738 сл, 715 сл, 683 о.с, 590 сл, 548 сл, 507 сл, 486 сл, 426 сл.

Найдено, %: C 70.22; H 5.47.

Для C<sub>45</sub>H<sub>41</sub>O<sub>4</sub>Sb

вычислено, %: C 70.31; H 5.34.

(3-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Sb[OC(O)C≡CPh]<sub>2</sub> (III): бесцветные прозрачные кристаллы, выход 88%,

$T_{\text{разл}} = 152^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu, \text{см}^{-1}$ ): 3082 сл, 3051 сл, 2974 сл, 2924 сл, 2255 сл, 2210 с, 1626 о.с., 1614 с, 1595 ср, 1570 сл, 1535 сл, 1491 с, 1475 ср, 1444 ср, 1398 сл, 1319 о.с., 1314 о.с., 1215 с, 1175 ср, 1123 сл, 1099 ср, 1072 сл, 1040 сл, 1026 сл, 991 ср, 939 ср, 920 ср, 885 сл, 847 сл, 829 сл, 779 с, 760 о.с., 687 о.с., 615 с, 534 ср, 511 ср, 426 с.

Найдено, %: C 68.26; H 4.65.  
Для  $C_{39}H_{31}O_4Sb$   
вычислено, %: C 68.32; H 4.53.

$[(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{SbOSO}_2\text{CF}_3]_2\text{O}$  (IV): бесцветные прозрачные кристаллы, выход 38%,  $T_{\text{разл}} = 110^\circ\text{C}$ . ИК-спектр ( $\nu, \text{см}^{-1}$ ): 3051 сл, 2924 ср, 2854 сл, 1591 ср, 1474 с, 1450 сл, 1408 сл, 1383 сл, 1329 с, 1254 ср, 1234 с, 1200 о.с., 1175 с, 1167 с, 1097 ср, 1034 с, 1005 о.с., 876 сл, 827 сл, 770 о.с., 760 с, 685 с, 633 о.с., 579 сл, 517 ср, 503 сл, 424 с.

Найдено, %: C 47.69; H 3.95.  
Для  $C_{44}H_{42}O_7F_6S_2Sb_2$   
вычислено, %: C 47.83; H 3.80.

ИК-спектры соединений I–IV записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетках KBr в области 4000–400  $\text{см}^{-1}$ .

PCA кристаллов I–IV проведен на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker ( $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ , графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены

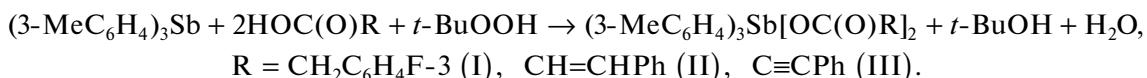
по программам SMART и SAINT-Plus [21]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [22] и OLEX2 [23]. Структуры I–IV определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структур I–IV приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC № 2049792 (I), 2050081 (II), 2049694 (III), 2050999 (IV); <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

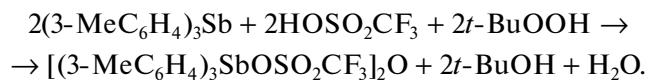
Известно, что окисление триарилсурьмы пероксидом водорода или *трет*-бутилгидропероксидом в присутствии карбоновых кислот приводит к синтезу дикарбоксилатов триарилсурьмы общей формулы  $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC(O)R}]_2$  [16–20].

Мы установили, что взаимодействие три(*мета*-толил)сурьмы с 3-фторфенилуксусной, коричной и фенилпропиоловой кислотами в присутствии *трет*-бутилгидропероксида при мольном соотношении 1 : 2 : 1 соответственно, в дизелиловом эфире протекает по схеме реакции окислительного присоединения с образованием дикарбоксилатов три(*мета*-толил)сурьмы  $(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC(O)CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{F}-3]_2$  (I),  $(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC(O)CH=CHPh}]_2$  (II) и  $(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC(O)C}\equiv\text{CPh}]_2$  (III) с выходом до 91%.



Соединение II после перекристаллизации из смеси бензол–октан (3 : 1 объемн.) выделяли в виде сольватов с бензolem  $(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC(O)CH=CHPh}]_2 \cdot \text{PhH}$ .

Подобная реакция с трифторметансульфоновой кислотой привела к образованию  $\mu$ -оксо-*бис*[три(*мета*-толил)(трифторметансульфонато)сурьмы]  $[(3-\text{MeC}_6\text{H}_4)_3\text{SbOSO}_2\text{CF}_3]_2\text{O}$  (IV) с выходом 38%.



Установлено, что изменение мольного соотношения исходных реагентов (1 : 1 : 1 вместо 1 : 2 : 1) сопровождалось повышением выхода целевого продукта до 80%. Очевидно, что образование соединения сурьмы мостикового типа можно объяснить стерическими затруднениями, которые

вызваны объемными трифторметансульфонатными заместителями у атома металла.

Соединения I–IV представляют собой устойчивые к действию влаги и кислорода воздуха бесцветные кристаллические вещества с четкой температурой плавления, хорошо растворимые в ароматических углеводородах и полярных органических растворителях.

В ИК-спектрах соединений I, II, III и IV наблюдаются интенсивные полосы при 424, 426, 426 и 424 ( $\text{Sb-C}$ ), 1487, 1477, 1491 и 1474 ( $\text{Ar}$ ), 2924, 2914, 2924 и 2924  $\text{см}^{-1}$  ( $\text{H-C}_{\text{Alk}}$ ), 3055, 3055, 3051 и 3051  $\text{см}^{-1}$  ( $\text{H-C}_{\text{Ar}}$ ) соответственно. В области валентных колебаний карбонильных групп в спектрах соединений I, II, III наблюдаются полосы при 1662, 1641 и 1626  $\text{см}^{-1}$ . В ИК-спектрах III и IV присутствуют полосы (2210 и 1234  $\text{см}^{-1}$ ), которые

Таблица 1. Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур I–IV

Параметр	Значение			
	I	II	III	IV
<i>M</i>	715.41	767.53	685.39	1104.40
Сингония	Моноклинная	Триклинная	Триклинная	Моноклинная
Пр. группа	<i>C2/c</i>	<i>P1</i>	<i>P1</i>	<i>P21/c</i>
<i>a</i> , Å	19.728(19)	9.129(3)	10.593(17)	12.624(8)
<i>b</i> , Å	10.271(7)	10.762(5)	12.75(3)	14.937(9)
<i>c</i> , Å	16.106(11)	20.376(7)	13.56(3)	24.837(15)
$\alpha$ , град	90.00	100.25(2)	65.29(10)	90.00
$\beta$ , град	96.22(3)	98.031(13)	73.95(7)	90.23(2)
$\gamma$ , град	90.00	94.178(19)	81.20(7)	90.00
<i>V</i> , Å <sup>3</sup>	3244(4)	1940.7(12)	1598(6)	4683(5)
<i>Z</i>	4	2	2	4
$\rho$ (выч.), г/см <sup>3</sup>	1.465	1.313	1.425	1.566
$\mu$ , мм <sup>-1</sup>	0.901	0.752	0.903	1.313
<i>F</i> (000)	1456.0	788.0	696.0	2200.0
Размер кристалла, мм	0.64 × 0.3 × 0.15	0.38 × 0.32 × 0.18	0.48 × 0.29 × 0.09	0.45 × 0.23 × 0.08
Область сбора данных по 2θ, град	6.22–55.84	5.62–54.3	5.22–58.9	5.7–49.5
Интервалы индексов отражений	$-25 \leq h \leq 25$ , $-13 \leq k \leq 13$ , $-21 \leq l \leq 20$	$-11 \leq h \leq 11$ , $-13 \leq k \leq 13$ , $-26 \leq l \leq 26$	$-14 \leq h \leq 13$ , $-16 \leq k \leq 16$ , $-18 \leq l \leq 18$	$-14 \leq h \leq 14$ , $-17 \leq k \leq 17$ , $-29 \leq l \leq 29$
Измерено отражений	20531	47743	32614	100440
Независимых отражений ( <i>R</i> <sub>int</sub> )	3866 (0.0302)	8578 (0.0268)	6971 (0.0629)	7981 (0.0576)
Отражений с <i>I</i> > 2σ( <i>I</i> )	3080	7939	5605	6334
Переменных уточнения	207	454	400	556
GOOF	1.082	1.091	1.341	1.043
<i>R</i> -факторы по <i>F</i> <sup>2</sup> > 2σ( <i>F</i> <sup>2</sup> )	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0471, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.1248	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0226, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.0541	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0945, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.2654	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0386, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.0937
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0615, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.1382	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0260, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.0561	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.1314, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.3108	<i>R</i> <sub>1</sub> = 0.0555, <i>wR</i> <sub>2</sub> = 0.1054
Остаточная электронная плотность (max/min), е/Å <sup>3</sup>	1.16/–1.74	0.27/–0.52	2.18/–2.50	1.91/–0.87

можно отнести к колебаниям групп C≡C и S=O соответственно.

По данным РСА, в молекулах I–III атомы Sb имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксильных лигандов в аксиальных положениях (рис. 1–3). В V-образной биядерной молекуле IV (угол SbOSb составляет 138.84(18)°) атомы металла имеют тригонально-бипирамидальное окружение с алкансульфонатным лигандом и мостиковым атомом кислорода в аксиальных положениях (рис. 4).

Суммы валентных углов CSbC в экваториальной плоскости составляют 359.99° (I), 359.97° (II),

359.9° (III) и 357.7°, 356.55° (IV). Атом Sb в I лежит в экваториальной плоскости [C<sub>3</sub>], выходит из нее на 0.02 Å к атому O(1) в II, на 0.027 Å к атому O(3) в III и на 0.188, 0.226 Å к мостиковому атому O(1) в IV. Углы OSbC отклоняются от теоретического значения не более чем на 3°: 87.84(7)°–91.76(15)° (I), 87.66(6)°–91.69(6)° (II), 88.7(3)°–92.7(3)° (III). В IV аналогичные отклонения значительно выше (80.52(17)°–98.42(17)°). Аксиальные углы OSbO (175.68(14)° в I, 175.84(4)° в II, 177.73(19)° в III и 178.48(14)°, 174.17(13)° в IV) несколько отличаются от идеального значения 180°. Длины связей Sb–C имеют близкие значения: 2.107(4)–2.119(5) Å в I, 2.1112(17)–2.1249(18) Å в II, 2.095(10)–2.112(9) Å в

Таблица 2. Основные длины связей и валентные углы в структурах I–IV

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град
I			
Sb(1)–O(1)	2.107(4)	O(1)Sb(1)O(1) <sup>#</sup>	175.68(14)
Sb(1)–O(1) <sup>#</sup>	2.107(4)	O(1)Sb(1)C(1)	91.76(15)
Sb(1)–C(1)	2.112(3)	O(1)Sb(1)C(1) <sup>#</sup>	89.80(14)
Sb(1)–C(1) <sup>#</sup>	2.112(3)	O(1) <sup>#</sup> Sb(1)C(1)	89.79(14)
Sb(1)–C(11)	2.119(5)	O(1)Sb(1)C(11)	87.84(7)
O(1)–C(28)	1.303(5)	C(1) <sup>#</sup> Sb(1)C(1)	137.87(19)
O(2)–C(28)	1.209(6)	C(1)Sb(1)C(11)	111.06(9)
C(23)–F(1)	1.331(8)	C(1) <sup>#</sup> Sb(1)C(11)	111.06(9)
Sb(1)…O(1)	3.169(5)		
II			
Sb(1)–C(1)	2.1249(18)	C(1)Sb(1)O(1)	87.66(6)
Sb(1)–O(1)	2.1389(12)	C(11)Sb(1)C(1)	107.20(7)
Sb(1)–C(11)	2.1112(17)	C(11)Sb(1)O(1)	91.69(6)
Sb(1)–O(3)	2.1137(12)	C(11)Sb(1)O(3)	89.60(6)
Sb(1)–C(21)	2.1116(18)	C(11)Sb(1)C(21)	146.87(8)
O(1)–C(39)	1.311(2)	O(3)Sb(1)C(1)	88.18(6)
O(2)–C(39)	1.229(2)	O(3)Sb(1)O(1)	175.84(4)
O(3)–C(49)	1.307(2)	C(21)Sb(1)C(1)	105.90(8)
O(4)–C(49)	1.229(2)	C(21)Sb(1)O(1)	91.07(6)
Sb(1)…O(2)	2.790(1)	C(21)Sb(1)O(3)	90.01(6)
Sb(1)…O(4)	2.879(1)	C(39)O(1)Sb(1)	107.96(10)
III			
Sb(1)–C(1)	2.112(9)	C(1)Sb(1)O(3)	90.0(3)
Sb(1)–C(21)	2.099(8)	C(1)Sb(1)O(1)	89.9(3)
Sb(1)–C(11)	2.095(10)	C(21)Sb(1)C(1)	108.2(3)
Sb(1)–O(3)	2.129(7)	C(21)Sb(1)C(11)	108.5(4)
Sb(1)–O(1)	2.120(7)	C(21)Sb(1)O(3)	89.0(3)
O(3)–C(49)	1.309(10)	C(21)Sb(1)O(1)	88.9(3)
O(1)–C(39)	1.275(10)	C(11)Sb(1)C(1)	143.2(3)
O(2)–C(39)	1.232(11)	C(11)Sb(1)O(3)	88.7(3)
O(4)–C(49)	1.227(10)	C(11)Sb(1)O(1)	92.7(3)
Sb(1)…O(2)	2.990(9)	O(1)Sb(1)O(3)	177.73(19)
Sb(1)…O(4)	2.872(9)		
IV			
Sb(1)–O(1)	1.946(3)	O(1)Sb(1)O(5)	178.48(14)
Sb(1)–O(5)	2.368(3)	O(1)Sb(1)C(21)	92.46(16)
Sb(1)–C(21)	2.094(5)	O(1)Sb(1)C(11)	98.42(17)
Sb(1)–C(1)	2.116(5)	C(21)Sb(1)O(5)	87.05(16)
Sb(1)–C(11)	2.099(5)	C(21)Sb(1)C(1)	119.8(2)
Sb(2)–O(1)	1.950(3)	C(21)Sb(1)C(11)	115.8(2)
Sb(2)–O(2)	2.396(3)	C(1)Sb(1)O(5)	87.01(18)

Таблица 2. Окончание

Связь	$d, \text{\AA}$	Угол	$\omega, \text{град}$
Sb(2)–C(31)	2.091(5)	C(11)Sb(1)O(5)	80.52(17)
Sb(2)–C(51)	2.108(5)	C(11)Sb(1)C(1)	122.1(2)
Sb(2)–C(41)	2.084(5)	O(1)Sb(2)O(2)	174.17(13)
S(1)–O(2)	1.435(4)	Sb(1)O(1) Sb(2)	138.84(18)
S(1)–O(3)	1.508(6)	O(1)Sb(2)C(51)	95.01(17)
S(1)–O(4)	1.379(5)	O(1)Sb(2)C(41)	100.12(16)
S(1)–C(38)	1.772(8)	C(31)Sb(2)O(2)	81.97(16)
S(2)–O(5)	1.450(4)	C(31)Sb(2)C(51)	120.76(18)
S(2)–O(6)	1.428(5)	C(41)Sb(2)O(2)	85.31(15)
S(2)–O(7)	1.422(4)	C(41)Sb(2)C(31)	117.83(18)
S(2)–C(8)	1.808(10)	C(41)Sb(2)C(51)	117.96(19)
F(2)–C(38)	1.395(12)	O(2)S(1)O(3)	110.4(3)

III и 2.091(5)–2.116(5) Å в IV. Расстояния Sb–O (2.107(4) Å в I, 2.1137(12), 2.1389(12) Å в II, 2.120(7), 2.129(7) Å в III) несколько превышают сумму ковалентных радиусов атомов сурьмы и кислорода (2.05 Å [20]), длины связей Sb–O(1) (1.946(3), 1.950(3) Å) в IV значительно короче терминальных связей Sb–O (2.368(3), 2.396(3) Å), как и в подобных биядерных соединениях с линейным строением центрального фрагмента [24–26].

В I–III карбоксилатные лиганды имеют выраженный анизобидентатный характер связывания. Внутримолекулярные расстояния Sb···O(=C) составляют 3.169(5) Å в I, 2.790(1), 2.879(1) Å в II и 2.872(9), 2.990(9) Å в III, что меньше суммы вандер-ваальсовых радиусов атомов сурьмы и кислорода (3.58 Å [27]), и приближаются к значениям, наблюдаемым в дикарбоксилатах трифенилсурьмы, содержащих электроноакцепторные заме-

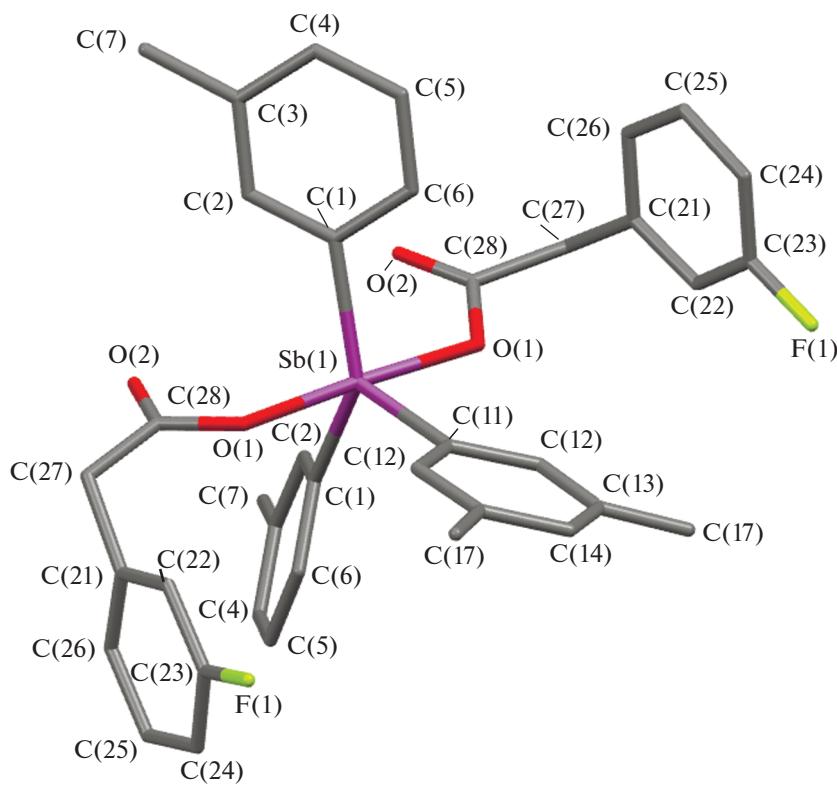


Рис. 1. Строение молекулы I (атомы водорода здесь и на рис 3, 4 не показаны).

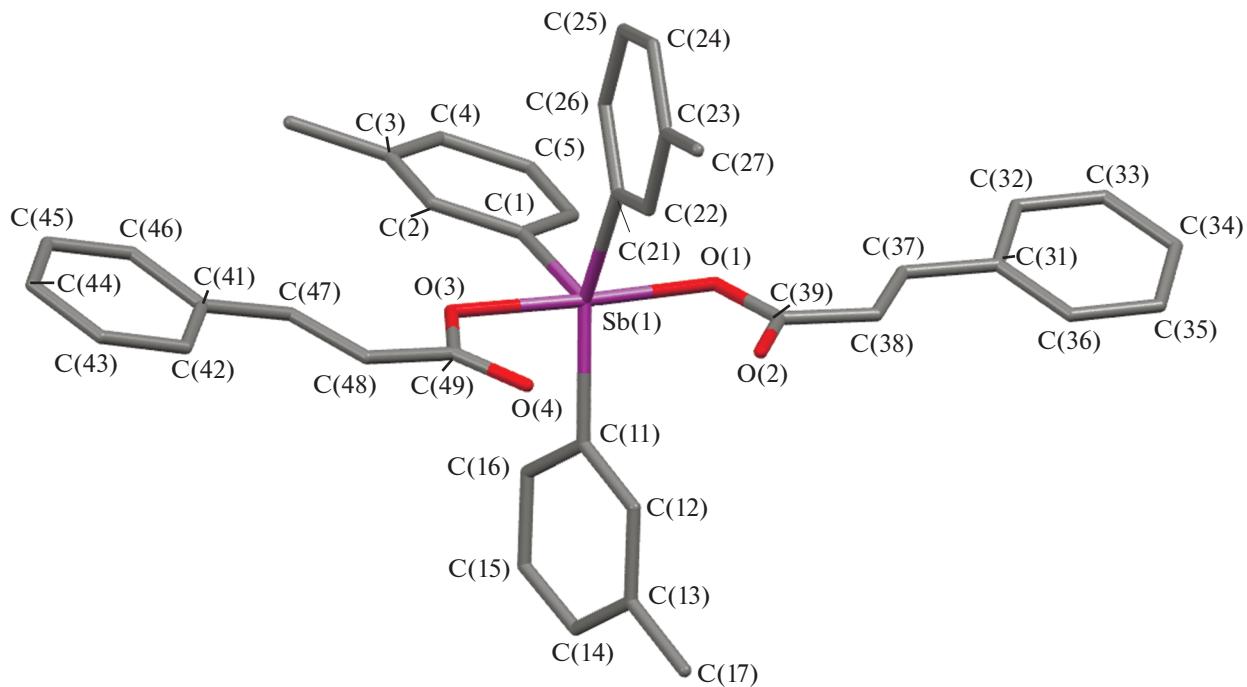


Рис. 2. Строение молекулы II (атомы водорода и сольватная молекула бензола не показаны).

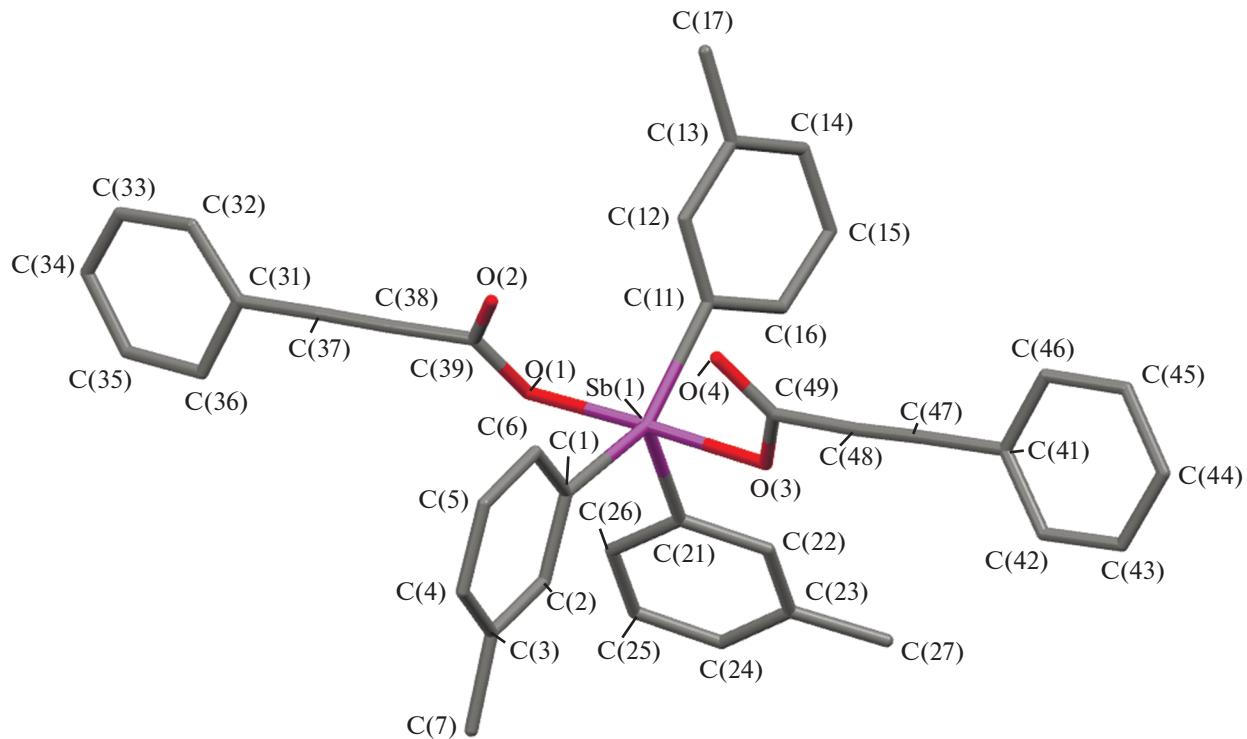


Рис. 3. Строение молекулы III.

стители в карбоксилатных лигандах (например,  $3.055\text{ \AA}$  в  $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC(O)C}_6\text{F}_5]_2$ ) [28]). В карбоксильных группах молекул I–III значения одинарной и

двойной связей углерод–кислород различаются:  $1.303(5)$  и  $1.209(6)\text{ \AA}$  (I),  $1.311(2)$ ,  $1.307(2)$  и  $1.229(2)$ ,  $1.229(2)\text{ \AA}$  (II),  $1.275(10)$ ,  $1.309(10)$  и  $1.232(11)$ ,

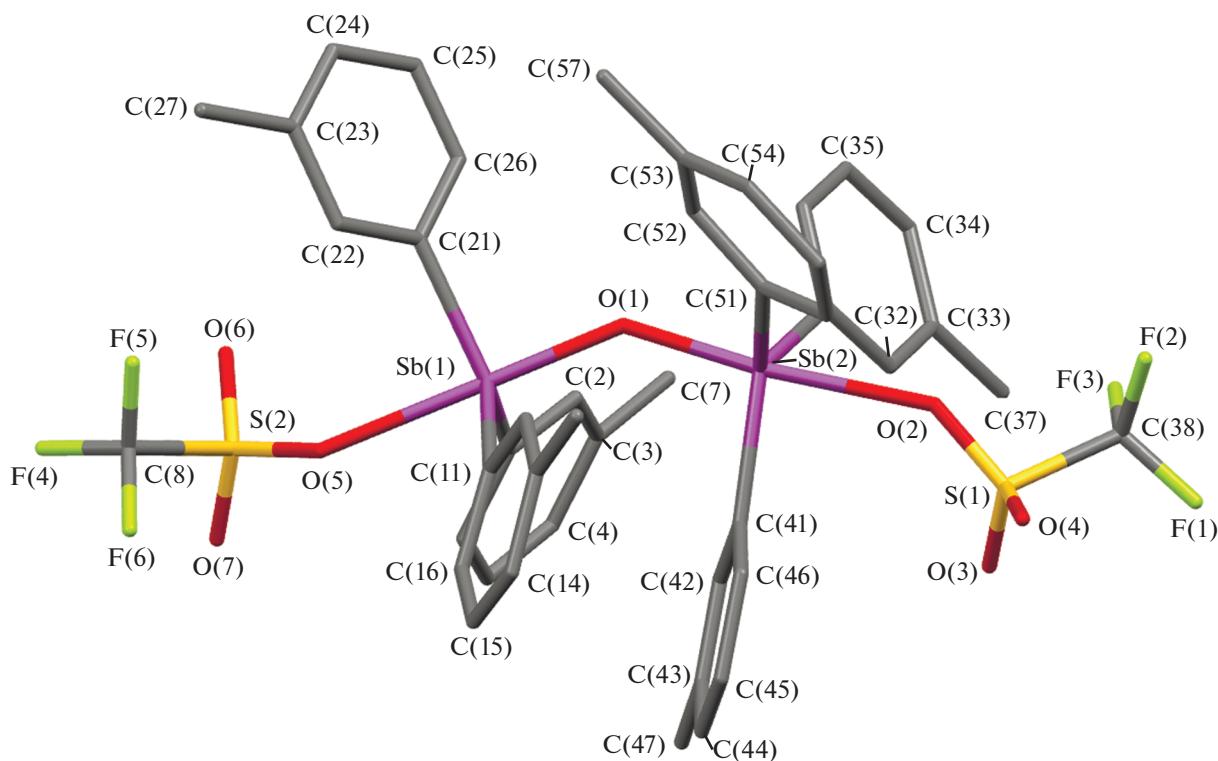


Рис. 4. Строение молекулы IV.

1.227(10) Å (III). В сульфонатной группе молекулы IV одинарные связи S–O (1.508(6), 1.450(4) Å) длиннее двойных связей S=O (1.379(5)–1.435(4) Å).

Карбоксилатные лиганды в молекулах I, II и III расположены относительно фрагмента  $\text{SbC}_3$  таким образом, что внутримолекулярные контакты  $\text{Sb}\cdots\text{O}(\text{=C})$  формируются внутри одного экваториального угла, значения которого возрастают до 137.87(19)°, 146.87(8)° и 143.2(3)° соответственно, при этом можно отметить зависимость между прочностью контакта  $\text{Sb}\cdots\text{O}$  и величиной угла. В кристалле IV внутримолекулярные контакты отсутствуют.

Структурная организация кристаллов I–IV обусловлена множественными межмолекулярными водородными связями (Å) H···O 2.68, H···F 2.57 в I, H···O 2.7, H···C 2.82, 2.85 в II, H···C 2.82, 2.85 в III и H···O 2.38–2.67 в IV.

Таким образом, в полученных из три(*мета*-толил)сурымы, карбоновой кислоты и *трет*-бутилгидропероксида в эфире (мольное соотношение 1 : 2 : 1) соединениях I–III наблюдаются характерные невалентные взаимодействия карбонильных атомов кислорода с центральным атомом металла. Электроноакцепторные атомы фтора в карбоксилатных лигандах соединения I ослабляют в нем внутримолекулярные взаимодействия  $\text{Sb}\cdots\text{O}(\text{=C})$  по сравнению с II и III. Введение в реакцию окислительного присоединения три(*ме-*

*та*-толил)сурымы с трифторметансульфоновой кислотой в присутствии *трет*-бутилгидропероксида, независимо от соотношения исходных реагентов, приводит лишь к образованию соединения сурымы мостикового типа с аномально короткими связями между мостиковым атомом кислорода и атомами сурымы.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Iftikhar T., Rauf M.K., Sarwar S. et al. // J. Organomet. Chem. 2017. V. 851. P. 89.  
<https://doi.org/10.1016/j.jorgchem.2017.09.002>
2. Mushtaq R., Rauf M.K., Bond M. et al. // Appl. Organomet. Chem. 2016. V. 30. № 6. P. 465.  
<https://doi.org/10.1002/aoc.3456>
3. Mushtaq R., Rauf M.K., Bolte M. et al. // Appl. Organomet. Chem. 2017. V. 31. № 5. P. e3606.  
<https://doi.org/10.1002/aoc.3606>
4. Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A. et al. // Dalton Trans. 2013. V. 42. № 48. P. 16733.  
<https://doi.org/10.1039/c3dt51382c>
5. Ma Y.Q., Yu L., Li J.S. // Heteroat. Chem. 2002. V. 13. № 4. P. 299.  
<https://doi.org/10.1002/hc.10033>
6. Islam A., Da Silva J.G., Berbet F.M. et al. // Molecules. 2014. V. 19. № 5. P. 6009.  
<https://doi.org/10.3390/molecules19056009>

7. Liu R.C., Ma Y.Q., Yu L. et al. // Appl. Organomet. Chem. 2003. V. 17. № 9. P. 662. <https://doi.org/10.1002/aoc.491>
8. Li J.S., Liu R.C., Chi X.B. et al. // Inorg. Chim. Acta. 2004. V. 357. № 7. P. 2176. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2003.12.012>
9. Ma Y., Li J., Xuan Z., Liu R. // J. Organomet. Chem. 2001. Vol. 620. № 1–2. P. 235. [https://doi.org/10.1016/S0022-328X\(00\)00799-3](https://doi.org/10.1016/S0022-328X(00)00799-3)
10. Li J.S., Ma Y.Q., Cui J.R., Wang R.Q. // Appl. Organomet. Chem. 2001. V. 15. № 7. P. 639. <https://doi.org/10.1002/aoc.200>
11. Zhang X.-Y., Cui L., Zhang X. et al. // J. Mol. Struct. 2017. V. 134. P. 742. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.01.039>
12. Lowe K., Powell R. // J. Fluor. Chem. 2001. V. 109. № 1. P. 1. [https://doi.org/10.1016/S0022-1139\(01\)00371-2](https://doi.org/10.1016/S0022-1139(01)00371-2)
13. Smart B.E. // J. Fluor. Chem. 2001. V. 109. № 1. P. 3. [https://doi.org/10.1016/S0022-1139\(01\)00375-X](https://doi.org/10.1016/S0022-1139(01)00375-X)
14. Park B.K., Kitteringham N.R. // Drug Metab. Rev. 1994. V. 26. № 3. P. 605. <https://doi.org/10.3109/03602539408998319>
15. Duffin R.N., Blair V.L., Kedzierski L., Andrews P.C. // J. Inorg. Biochem. 2020. V. 203. P. 110932. <https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2019.110932>
16. Артемьевая Е.В., Шарутина О.К., Шарутин В.В., Буланова А.В. // Журн. неорган. химии. 2020. Т. 65. № 1. С. 25 (Artem'eva E.V., Sharutina O.K., Sharutin V.V., Bulanova A.V. // Russ. J. Inorg. Chem. 2020. V. 65. № 1. P. 22). <https://doi.org/10.1134/S0036023620010039>
17. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. // Коорд. химия. 2020. Т. 46. № 10. С. 579 (Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. // Russ. J. Coord. Chem. 2020. V. 46. № 10. P. 663). <https://doi.org/10.1134/S1070328420100012>
18. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. и др. // Журн. неорган. химии. 2011. Т. 56. № 7. С. 1125 (Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2011. V. 56. № 7. P. 1060). <https://doi.org/10.1134/S0036023611070242>
19. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Казаков М.В. // Журн. неорган. химии. 2014. Т. 59. № 10. С. 1352 (Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kazakov M.V. // Russ. J. Inorg. Chem. 2014. V. 59. № 10. P. 1115). <https://doi.org/10.1134/S0036023614100167>
20. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н., Андреев П.В. // Коорд. химия. 2018. Т. 44. № 5. С. 333 (Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. // Russ. J. Coord. Chem. 2018. V. 44. № 10. P. 635). <https://doi.org/10.1134/S107032841810010X>
21. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Madison (WI, USA): Bruker AXS Inc., 1998.
22. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data. Madison (WI, USA): Bruker AXS Inc., 1998.
23. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J. et al. // J. Appl. Cryst. 2009. V. 42. P. 339. <https://doi.org/10.1107/S0021889808042726>
24. Preut H., Westhoff T., Huber F. // Acta Crystallogr. C. 1989. V. 41. P. 358. <https://doi.org/10.1107/S0108270185003900>
25. Шарутин В.В., Егорова И.В., Павлушкина И.И. и др. // Коорд. химия. 2003. Т. 29. № 2. С. 89 (Sharutin V.V., Egorova I.V., Pavlushkina I.I. et al. // Russ. J. Coord. Chem. 2003. V. 29. P. 83). <https://doi.org/10.1023/A:1022325831721>
26. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Насонова Н.В. и др. // Изв. АН. Сер. хим. 1999. № 12. С. 2346.
27. Mantina M., Chamberlin A.C., Valero R. et al. // J. Phys. Chem. A. 2009. V. 113. № 19. P. 5806. <https://doi.org/10.1021/jp8111556>
28. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Бондарь Е.А. и др. // Коорд. химия. 2002. Т. 28. № 5. С. 356 (Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A. et al. // Russ. J. Coord. Chem. 2002. V. 28. P. 333). <https://doi.org/10.1023/A:1015517216693>