

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ μ₂-ОКСОБИС(КАРБОКСИЛАТОТРИАРИЛСУРЬМЫ)

© 2019 г. В. В. Шарутин*, О. К. Шарутина, А. Н. Ефремов, Е. В. Артемьева

Национальный исследовательский Южно-Уральский государственный университет,
пр. Ленина 76, Челябинск, 454080 Россия
*e-mail: vvsharutin@rambler.ru

Поступило в Редакцию 28 июня 2018 г.
После доработки 28 июня 2018 г.
Принято к печати 9 июля 2018 г.

Взаимодействием эквимольных количеств триарилсурьмы, карбоновой кислоты и *трет*-бутилгидропероксида в эфире получены биядерные соединения сурьмы с мостиковым атомом кислорода: [Ph₃SbOC(O)R]₂O (R = CF₂CF₃, CF₂CF₂CF₃), (4-MeC₆H₄)₃SbOC(O)CF₂CF₃]₂O, [(3-FC₆H₄)₃SbOC(O)R]₂O (R = C₆F₅, CF₂CF₃). В полученных соединениях атомы Sb имеют, по данным рентгеноструктурного анализа, координацию тригональной бипирамиды с карбоксилатными лигандами и мостиковым атомом кислорода в аксиальных положениях. Внутримолекулярные расстояния Sb···O с карбонильным атомом кислорода меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов Sb и O на ~0.2–0.4 Å.

Ключевые слова: μ₂-оксобис(карбоксилатотриарилсурьма), окислительный синтез, биядерные карбоксилаты триарилсурьмы

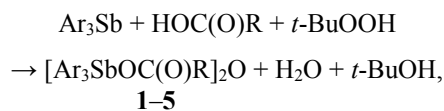
DOI: 10.1134/S0044460X19010141

Дикарбоксилаты триарилсурьмы – наиболее изученные сурьмаорганические соединения [1–7], многие из них обладают биологической активностью [7–9]. Значительно менее изучены биядерные карбоксилаты триарилсурьмы с мостиковым атомом кислорода, которые представлены в литературе всего несколькими примерами [10–14]. Расширение ряда сурьмаорганических соединений с гетероатомами как в арильных, так и в карбоксилатных лигандах – актуальная задача, поскольку даже небольшие изменения в структуре соединения могут привести к аномальному изменению их биологической активности.

Окисление триарилсурьмы *трет*-бутилгидропероксидом или пероксидом водорода в присутствии карбоновых кислот независимо от соотношения исходных реагентов (1:1:2 или 1:1:1) приводит, как правило, к синтезу дикарбоксилатов триарилсурьмы Ar₃Sb[OC(O)R]₂, в то время как с иными кислотами НХ (фенолы, неорганические кислоты, сульфоновые кислоты, оксимы) при эквимольном соотношении реагентов образуются мостиковые соединения сурьмы [Ar₃SbX]₂O [18].

Нами установлено, что взаимодействие триарилсурьмы (Ar₃Sb, Ar = Ph, 4-MeC₆H₄, 3-FC₆H₄) с

фторзамещенными карбоновыми кислотами (пентафторпропионовой, гептафторбутановой и пентафторбензойной) в присутствии *трет*-бутилгидропероксида (мольное соотношение 1:1:1) протекает в эфире с образованием соединений μ₂-оксобис(карбоксилатотриарилсурьмы) **1–5**, выделяемых с выходом до 99%.



Ar = Ph, R = CF₂CF₃ (**1**), CF₂CF₂CF₃ (**2**); Ar = 4-MeC₆H₄, R = CF₂CF₃ (**3**); Ar = 3-FC₆H₄, R = C₆F₅ (**4**), CF₂CF₃ (**5**).

По данным РСА (табл. 1, 2), атомы сурьмы в молекулах соединений **1–5** имеют мало искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с карбоксилатными лигандами и мостиковым атомом кислорода в аксиальных положениях (рис. 1–3). Молекулы соединений **2–4** центросимметричны (центр инверсии – мостиковый атом кислорода). Аксиальные углы OSbO: 175.56(8)°, 176.77(8)° (**1**), 176.26(8)° (**2**), 177.66(8)° (**3**), 174.92(13)° (**4**), 176.95(18)°, 179.12(19)° (**5**). Суммы углов CSbC в экваториальных плоскостях: 357.0(1)°, 358.5(1)° (**1**), 359.2(1)° (**2**), 358.0(1)° (**3**), 359.6(3)° (**4**), 359.0(3)°,

Таблица 1. Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры соединений **1–5**

Параметр	1	2	3	4	5
<i>M</i>	1048.16	1148.18	1132.37	1252.19	1156.11
Сингония	Триклинная	Триклинная	Триклинная	Триклинная	Моноклинная
Пространственная группа	$P\bar{1}$	$P\bar{1}$	$P\bar{1}$	$P\bar{1}$	<i>C2/c</i>
<i>a</i> , Å	11.406(15)	10.045(10)	10.501(7)	9.952(8)	24.92(2)
<i>b</i> , Å	12.010(16)	10.219(8)	11.188(8)	10.671(11)	10.948(9)
<i>c</i> , Å	15.83(2)	12.210(10)	11.482(10)	11.953(10)	33.09(3)
α , град	90.18(5)	92.02(4)	87.85(4)	87.33(4)	90.00
β , град	102.08(6)	106.31(3)	67.70(2)	71.73(3)	97.19(7)
γ , град	95.66(4)	105.53(4)	86.325(17)	80.06(3)	90.00
<i>V</i> , Å ³	2110(5)	1150.6(17)	1245.3(16)	1187.3(18)	8957(13)
<i>Z</i>	2	1	1	1	8
<i>d</i> _{выч.} , г/см ³	1.650	1.657	1.5098	1.751	1.715
μ , мм ⁻¹	1.367	1.273	1.164	1.248	1.315
<i>F</i> (000)	1028.0	562.0	561.1	610.0	4496.0
Размер кристалла, мм	0.37×0.17×0.15	0.54×0.44×0.34	0.39×0.34×0.13	0.32×0.22×0.07	0.51×0.32×0.18
2 θ , град	5.76–62.58	5.72–82.64	5.7–55.9	5.64–47.24	6.18–50.7
Интервалы индексов отражений	$-16 \leq h \leq 16$ $-17 \leq k \leq 17$ $-22 \leq l \leq 23$	$-18 \leq h \leq 18$ $-18 \leq k \leq 18$ $-22 \leq l \leq 22$	$-13 \leq h \leq 13$ $-14 \leq k \leq 14$ $-15 \leq l \leq 15$	$-11 \leq h \leq 8$ $-8 \leq k \leq 11$ $-13 \leq l \leq 13$	$-30 \leq h \leq 29$ $-12 \leq k \leq 13$ $-39 \leq l \leq 39$
Всего отражений	140188	105370	36758	3329	71779
Независимых отражений	13413	15335	5918	2494	8032
Число отражений с $F^2 > 2\sigma(F^2)$	9742	9556	5015	2197	7645
Число уточняемых параметров	532	296	299	331	586
<i>GOOF</i>	1.024	1.079	1.076	1.067	1.065
<i>R</i> -Факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0.0369$ $wR_2 = 0.0793$	$R_1 = 0.0635$ $wR_2 = 0.1499$	$R_1 = 0.0361$ $wR_2 = 0.0965$	$R_1 = 0.0390$ $wR_2 = 0.1017$	$R_1 = 0.0520$ $wR_2 = 0.1427$
<i>R</i> -Факторы по всем отражениям	$R_1 = 0.0669$ $wR_2 = 0.0908$	$R_1 = 0.1094$ $wR_2 = 0.1823$	$R_1 = 0.0469$ $wR_2 = 0.1127$	$R_1 = 0.0455$ $wR_2 = 0.1068$	$R_1 = 0.0601$ $wR_2 = 0.1510$
Остаточная электронная плотность (min/max), e/Å ³	-0.60/0.82	-1.37/3.62	-0.69/0.85	-0.43/0.69	-1.12/2.77

358.5(3)° (**5**). Длины связи Sb–C изменяются в интервалах 2.091(4)–2.124(4), 2.103(4)–2.135(4) (**1**), 2.100(4)–2.101(4) (**2**), 2.085(4)–2.100(4) (**3**), 2.095(8)–2.107(6) (**4**), 2.109(7)–2.129(7), 2.110(6)–2.118(7) Å (**5**). Связи Sb–O_{терм} длиннее, чем связи Sb–O_{мост} (табл. 2).

Известно, что карбоксилатные лиганды в производных сурьмы проявляют анизобидентатный характер координации. В молекулах соединений **1–5** также наблюдается асимметрия координации лигандов. Внутримолекулярные расстояния Sb⋯O

с карбонильным атомом кислорода меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов Sb и O на ~0.2–0.4 Å.

Фрагмент SbOSb в молекулах соединений **1** и **5** изогнут [соответствующие углы составляют 146.69(12)° и 145.2(2)°]; в centrosymmetric молекулах соединений **2–4** (центр инверсии – мостиковый атом кислорода) этот фрагмент имеет линейное строение. Арильные кольца при двух атомах сурьмы находятся в заторможенной конформации.

Основное различие в геометрии молекул соединений [Ar₃SbX]₂O заключается в строении

Таблица 2. Некоторые межатомные расстояния и валентные углы в молекулах соединений 1–5

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град	Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град
1							
Sb ¹ –O ²	2.241(3)	O ¹ Sb ¹ O ²	175.56(8)	Sb ² –C ⁴¹	2.110(3)	O ¹ Sb ² O ⁴	176.77(8)
Sb ¹ –O ¹	1.972(3)	O ¹ Sb ¹ C ¹	103.03(13)	Sb ² –C ³¹	2.103(4)	C ⁴¹ Sb ² C ⁵¹	115.13(14)
Sb ¹ –C ¹	2.124(4)	C ¹ Sb ¹ O ²	81.32(13)	Sb ² –C ⁵¹	2.135(4)	C ³¹ Sb ² C ⁴¹	116.34(12)
Sb ¹ –C ²¹	2.091(4)	C ²¹ Sb ¹ O ²	86.00(13)	O ² –C ⁷	1.290(4)	C ³¹ Sb ² C ⁵¹	126.87(14)
Sb ¹ –C ¹¹	2.100(3)	C ²¹ Sb ¹ C ¹	118.39(15)	O ³ –C ⁷	1.217(4)	C ⁴¹ Sb ² O ⁴	84.39(14)
Sb ² –O ¹	1.956(3)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	125.71(13)	O ⁴ –C ¹⁷	1.281(4)	O ¹ Sb ² C ⁴¹	98.48(14)
Sb ² –O ⁴	2.216(3)	C ¹¹ Sb ¹ C ¹	112.90(15)	O ⁵ –C ¹⁷	1.200(4)	Sb ² O ¹ Sb ¹	146.69(12)
2							
Sb ¹ –O ¹	1.9417(13)	O ¹ Sb ¹ O ²	176.26(8)	Sb ¹ –C ¹¹	2.100(3)	C ¹¹ Sb ¹ O ²	89.81(14)
Sb ¹ –O ²	2.221(3)	C ¹ Sb ¹ C ²¹	119.57(14)	O ¹ –Sb ^{1a}	1.9416(13)	C ¹¹ Sb ¹ C ²¹	117.19(14)
Sb ¹ –C ¹	2.100(4)	C ¹ Sb ¹ C ¹¹	122.49(14)	O ² –C ⁷	1.280(5)	Sb ^{1*} O ¹ Sb ¹	179.999(5)
Sb ¹ –C ²¹	2.101(4)	C ²¹ Sb ¹ O ²	83.71(14)				
3							
Sb ¹ –O ¹	1.9393(10)	O ¹ Sb ¹ O ²	177.66(8)	Sb ¹ –C ²¹	2.085(4)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	114.67(14)
Sb ¹ –O ²	2.264(3)	O ¹ Sb ¹ C ¹¹	96.14(11)	O ¹ –Sb ^{1b}	1.9393(10)	C ²¹ Sb ¹ C ¹	122.48(15)
Sb ¹ –C ¹¹	2.100(4)	C ¹ Sb ¹ C ¹¹	120.81(15)	O ² –C ⁸	1.243(5)	Sb ^{1*} O ¹ Sb ¹	180.0
Sb ¹ –C ¹	2.091(4)	C ²¹ Sb ¹ O ²	87.15(14)				
4							
Sb ¹ –O ²	2.175(5)	O ¹ Sb ¹ O ²	174.92(13)	Sb ¹ –C ²¹	2.095(8)	C ²¹ Sb ¹ C ¹	120.9(3)
Sb ¹ –O ¹	1.9496(14)	C ¹¹ Sb ¹ C ¹	119.3(3)	O ² –C ³⁷	1.233(9)	C ³⁷ O ² Sb ¹	128.3(5)
Sb ¹ –C ¹¹	2.102(8)	C ¹ Sb ¹ O ²	83.1(2)	O ¹ –Sb ^{1c}	1.9496(14)	Sb ^{1*} O ¹ Sb ¹	179.999(1)
Sb ¹ –C ¹	2.107(6)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	119.4(3)				
5							
Sb ¹ –O ²	2.200(5)	O ¹ Sb ¹ O ²	176.95(18)	Sb ² –C ⁴¹	2.110(6)	O ¹ Sb ² O ⁴	179.12(19)
Sb ¹ –O ¹	1.981(5)	O ¹ Sb ¹ C ¹	89.2(2)	Sb ² –C ³¹	2.118(7)	C ⁴¹ Sb ² C ⁵¹	113.9(2)
Sb ¹ –C ¹	2.129(7)	C ¹ Sb ¹ O ²	88.1(2)	Sb ² –C ⁵¹	2.118(6)	C ³¹ Sb ² C ⁴¹	125.5(3)
Sb ¹ –C ²¹	2.109(7)	C ²¹ Sb ¹ O ²	98.8(2)	O ² –C ⁷	1.284(9)	C ³¹ Sb ² C ⁵¹	119.1(3)
Sb ¹ –C ¹¹	2.117(6)	C ²¹ Sb ¹ C ¹	113.1(3)	O ³ –C ⁷	1.205(10)	C ⁴¹ Sb ² O ⁴	87.6(2)
Sb ² –O ¹	1.956(5)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	116.6(3)	O ⁴ –C ¹⁷	1.286(9)	O ¹ Sb ² C ⁴¹	91.7(2)
Sb ² –O ⁴	2.215(5)	C ¹¹ Sb ¹ C ¹	129.3(2)	O ⁵ –C ¹⁷	1.199(10)	Sb ² O ¹ Sb ¹	145.2(2)

^aПреобразования симметрии: (a) 1–*x*, 1–*y*, 1–*z*. (b) 1–*x*, 1–*y*, 1–*z*. (c) –*x*, 1–*y*, 1–*z*.

фрагмента Sb–O–Sb. В большинстве случаев фрагменты имеют угловую форму и лишь иногда линейную. Величина угла SbOSb, который изменяется

от 130° до 180°, и причины, вызывающие его изменение, неясны. В структурно охарактеризованных соединениях [Ph₃SbOC(O)CF₃]₂O [13],

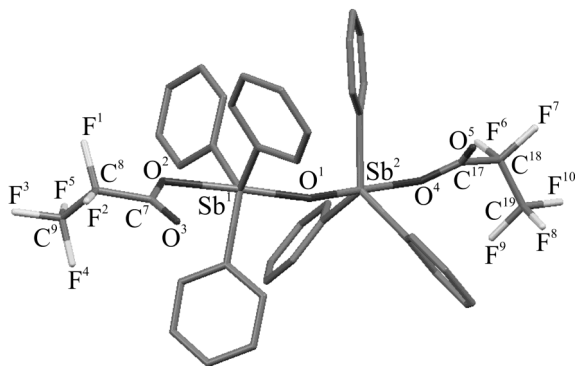


Рис. 1. Общий вид молекулы μ_2 -оксобис(пентафторпропаноатотрифенилсурьмы) **1**.

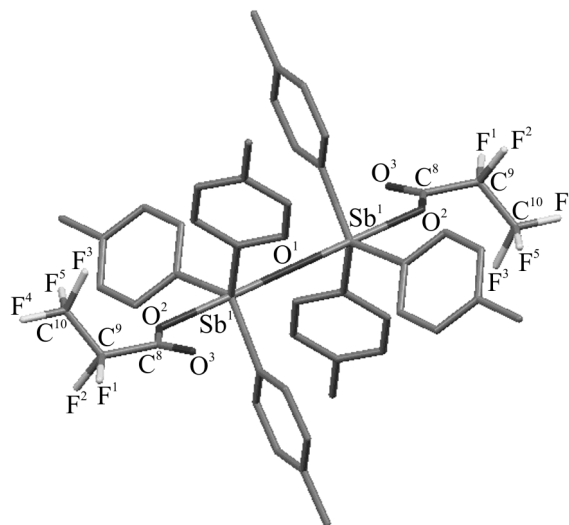


Рис. 2. Общий вид молекулы μ_2 -оксобис[три(4-метилфенил)пентафторпропаноатосурьмы] **3**.

$[\text{Ph}_3\text{SbOC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}-2]_2\text{O}$ [14], $[\text{Ph}_3\text{SbOC}(\text{O})\text{C}\equiv\text{CH}]_2\text{O}$ [10], $[\text{Ph}_3\text{SbOC}(\text{O})(\text{C}_5\text{H}_3\text{N}-3)\text{Cl}-2]_2\text{O}$ [12] углы SbOSb равны 137.9° , 151.3° , 141.5° , 165.1° соответственно, в молекуле $[\text{Ph}_3\text{SbOC}(\text{O})\text{CH}_2\text{Cl}]_2\text{O}$ фрагмент SbOSb линейен [11]. Факторы, влияющие на величину угла при мостиковом атоме кислорода, не выяснены, и нельзя спрогнозировать, линейную или угловую форму будет иметь фрагмент SbOSb той или другой молекулы. Например, в молекулах соединений **1**, **3**, **5** с одинаковыми карбоксилатными лигандами фрагмент SbOSb может иметь как угловое (**1**, **5**), так и линейное строение (**3**) (рис. 1, 2).

В работе [19] при обсуждении строения биядерных элементоорганических соединений с мостиковым атомом кислорода была обнаружена корреляция между длиной связи атома металла с терминальным лигандом и величиной угла MOM : чем меньше длина связи $\text{M}-\text{X}$, тем ближе значение угла к 180° . В молекулах соединений **1**, **3**, **5** эта корреляция отсутствует, поскольку самая длинная

связь $\text{Sb}-\text{O}_{\text{терм}}$ наблюдается в молекуле соединения **3** [$2.264(3) \text{ \AA}$] с линейным строением центрального фрагмента.

Во фрагменте $\text{Sb}-\text{O}-\text{Sb}$ возможно образование делокализованной p -связи, которая тем прочнее, чем больше значение угла [20]. Действительно, в молекуле соединения **3** связь $\text{Sb}-\text{O}_{\text{мост}}$ [$1.9393(10) \text{ \AA}$] короче, чем в соединениях **1** и **5** [$1.972(3)$, $1.956(3)$ и $1.981(5)$, $1.956(5) \text{ \AA}$ соответственно].

Если считать, что главный фактор, обуславливающий формирование структуры фрагмента $\text{Sb}-\text{O}-\text{Sb}$, – n, d -взаимодействие, то основной причиной больших величин углов SbOSb будет близость энергетических уровней неподеленной электронной пары атома кислорода и акцепторной орбитали атома сурьмы. Именно при этом условии n, d -взаимодействие наиболее эффективно. Энергия d -орбитали атома сурьмы зависит от его окружения. Поэтому можно предположить, что в комплексах $(\text{Ar}_3\text{SbX})_2\text{O}$ с линейным строением корпоративное действие многих факторов приводит к сближению уровней донора и акцептора. Таким образом, в соединениях $(\text{Ar}_3\text{SbX})_2\text{O}$ величина угла SbOSb формируется при одновременном влиянии различных факторов, и наблюдаемые значения углов отражают баланс внутримолекулярных электронных и стерических взаимодействий.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записывали на Фурье-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетках KBr в области

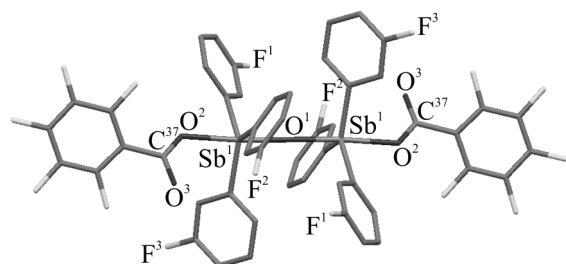


Рис. 3. Общий вид молекулы μ_2 -оксобис[пентафторбензоатотри(3-фторфенил)сурьмы] **4**.

4000–400 cm^{-1} . Рентгеноструктурный анализ проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST Bruker при 296(2) К (MoK_α -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 [15]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [16], OLEX2 [17]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур 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 1840588 (1), 1840587 (2), 1840586 (3), 1840585 (4), 1841803 (5)].

μ_2 -Оксобис(пентафторпропаноатотрифенил-сурьма) (1). Смесь 0.200 г (0.566 ммоль) трифенил-сурьмы, 0.093 г (0.566 ммоль) пентафторпропионовой кислоты и 0.073 г (0.566 ммоль) 70%-ного раствора *трет*-бутилгидропероксида в 30 мл диэтилового эфира выдерживали 24 ч при 20°C. После медленного испарения растворителя получили 0.290 г (98%) бесцветных кристаллов, т. разл. 223°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3076, 3061, 2999, 1707, 1577, 1481, 1436, 1377, 1319, 1213, 1159, 1072, 1028, 997, 970, 914, 813, 796, 748, 731, 690, 584, 542, 518, 457, 418. Найдено, %: С 47.97; Н 2.89. $\text{C}_{42}\text{H}_{30}\text{F}_{10}\text{O}_5\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 48.09; Н 2.86.

Аналогично синтезировали соединения 2–5.

μ_2 -Оксобис(гептафторбутаноатотрифенил-сурьма) (2). Выход 98%, т. разл. 214°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3151, 3078, 3057, 3001, 1963, 1886, 1818, 1708, 1577, 1483, 1436, 1379, 1323, 1274, 1228, 1211, 1184, 1149, 1118, 1074, 1022, 997, 964, 929, 844, 802, 763, 719, 690, 638, 594, 547, 526, 449. Найдено, %: С 45.87; Н 2.80. $\text{C}_{44}\text{H}_{30}\text{F}_{14}\text{O}_5\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 45.99; Н 2.61.

μ_2 -Оксобис[три(4-метилфенил)пентафторпропаноатосурьма] (3). Выход 99%, т. пл. 170°C (из этилового спирта). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3061, 3024, 2954, 2924, 2870, 1705, 1593, 1494, 1449, 1396, 1375, 1317, 1215, 1190, 1165, 1071, 1026, 802, 727, 698, 634, 586, 540, 486, 418, 375. Найдено, %: С 50.67; Н 2.72. $\text{C}_{48}\text{H}_{42}\text{F}_{10}\text{O}_5\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 50.88; Н 2.65.

μ_2 -Оксобис[пентафторбензоатотри(3-фторфенил)сурьма] (4). Выход 99%, т. пл. 106°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3094, 1700, 1600, 1497, 1474, 1419, 1250, 1211, 997, 904, 876, 859, 779, 675, 523, 441, 405. Найдено, %: С 49.13; Н 2.22. $\text{C}_{50}\text{H}_{24}\text{F}_{16}\text{O}_5\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 49.92; Н 1.92.

μ_2 -Оксобис[пентафторпропаноатотри(3-фторфенил)сурьма] (5). Выход 97%, т. пл. 199°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3174, 3086, 3068, 3032, 2929, 2856, 1710, 1589, 1577, 1519, 1473, 1425, 1415, 1375, 1319, 1269, 1217, 1172, 1159, 1087, 1056, 1028, 999, 904, 881, 871, 858, 817, 786, 742, 731, 678, 659, 630, 584, 520, 441, 430. Найдено, %: С 43.22; Н 2.18. $\text{C}_{42}\text{H}_{24}\text{F}_{16}\text{O}_5\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 43.60; Н 2.08.

ФОНДОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках государственного задания (№ 4.6151.2017/8.9).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ferguson G., Kaither B., Glidewell C., Ferguson G., Kaither B., Glidewell C., Smith S.J. // J. Organomet. Chem. 1991. Vol. 419. P. 283. doi 10.1016/0022-328X(91)80241-B
2. Qin W., Yasuike S., Kakusawa N., Qin W., Yasuike S., Kakusawa N., Sugawara Y., Kawahata M., Yamaguchi K., Kurita J. // J. Organomet. Chem. 2008. Vol. 693. P. 109. doi 10.1016/j.jorganchem.2007.10.030
3. Шарутин В.В., Шарутина О.К. // Изв. АН. Сер. хим. 2017. № 4. С. 707; Sharutin V.V., Sharutina O.K. // Russ. Chem. Bull. 2017. Vol. 66. P. 707. doi 10.1007/s11172-017-1796-6
4. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Решетникова Р.В., Лобанова Е.В., Ефремов А.Н. // ЖНХ. 2017. Т. 62. № 11. С. 1457. doi 10.7868/S0044457X17110058; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Reshetnikova R.V., Lobanova E.V., Efremov A.N. // Russ. J. Inorg. Chem. 2017. Vol. 62. P. 1450. doi 10.1134/S003602361711016X
5. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н. // ЖНХ. 2016. Т. 61. № 1. С. 46; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. // Russ. J. Inorg. Chem. 2016. Vol. 61. P. 43. doi 10.1134/S003602361601023X
6. Yu L., Ma Y-Q., Wang G-C., Li J-S. // Heteroatom Chem. 2004. Vol. 15. P. 32. doi 10.1002/hc.10208

7. Yu L., Ma Y.-Q., Liu R.-C., Yu L., Ma Y.Q., Liu R.C., Wang G.C., Li J.S., Du G.H., Hu J.J. // *Polyhedron*. 2004. Vol. 23. P. 823. doi 10.1016/j.poly.2003.12.002
8. Hadjikakou S.K., Ozturk I.I., Banti C.N., Hadjikakou S.K., Ozturk I.I., Banti C.N., Kourkoumelis N., Hadjiliadis N. // *J. Inorg. Biochem.* 2015. Vol. 153. P. 293. doi 10.1016/j.jinorgbio.2015.06.006
9. Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A., Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A., Kumar I., Forsyth C.M., Junk P.C., Kedzierski L., Andrews P.C. // *Dalton Trans.* 2013. Vol. 42. P. 16733. doi 10.1039/C3DT51382C
10. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчуринов В.С. // *Коорд. хим.* 2014. Т. 40. № 2. С. 108. doi 10.7868/S0132344X14020108; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. // *Russ. J. Coord. Chem.* 2014. Vol. 40. P. 109. doi 10.1134/S1070328414020109
11. Quan L., Yin H., Wang D. // *Acta Crystallogr. (E)*. 2008. Vol. 64. P. m349. doi 10.1107/S1600536808000676
12. Quan L., Yin H., Wang D. // *Acta Crystallogr. (E)*. 2009. Vol. 65. P. m99. doi 10.1107/S1600536808042335
13. Gibbons M.N., Sowerby D.B. // *J. Organomet. Chem.* 1998. Vol. 555. P. 271. doi 10.1016/S0022-328X(97)00759-6
14. Шарутин В.В., Пакушина А.П., Насонова Н.В., Шарутин В.В., Пакушина А.П., Шарутина О.К., Насонова Н.В., Герасименко А.В., Пушилин М.А. // *Химия и компьютерное моделирование*. Бутлеровск. сообщ. 2002. № 11. С. 13.
15. Bruker (1998). SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
16. Bruker (1998). SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
17. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H.J. // *J. Appl. Cryst.* 2009. Vol. 42. P. 339. doi 10.1107/S0021889808042726
18. Шарутин В.В., Сенчуринов В.С. Именные реакции в химии элементоорганических соединений. Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2011. 427 с.
19. Glidewell C. // *J. Organomet. Chem.* 1988. Vol. 356. P. 151. doi 10.1016/0022-328X(88)83084-5
20. Tiekink E.R.T. // *J. Organomet. Chem.* 1987. Vol. 333. P. 199. doi 10.1016/0022-328X(87)85152-5

Synthesis and Structure of μ_2 -Oxobis(carboxylatotriarylantimony)

V. V. Sharutin*, O. K. Sharutina, A. N. Efremov, E. V. Artem'eva

National Research South Ural State University, pr. Lenina 76, Chelyabinsk, 454080 Russia

**e-mail: vvsharutin@rambler.ru*

Received June 28, 2018

Revised June 28, 2018

Accepted July 9, 2018

Binuclear antimony compounds with a bridging oxygen atom $[\text{Ph}_3\text{SbOC(O)R}]_2\text{O}$ ($\text{R} = \text{CF}_2\text{CF}_3$, $\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$), $(4\text{-MeC}_6\text{H}_4)_3\text{SbOC(O)CF}_2\text{CF}_3]_2\text{O}$, $[(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{SbOC(O)R}]_2\text{O}$ ($\text{R} = \text{C}_6\text{F}_5$, CF_2CF_3) were synthesized by reacting equimolar amounts of triarylantimony, carboxylic acid and *tert*-butyl hydroperoxide in diethyl ether. According to X-ray diffraction data, in the molecules of compounds obtained, the Sb atoms have a trigonal bipyramid coordination with carboxylate ligands and a bridging oxygen atom in axial positions. The intramolecular distances $\text{Sb}\cdots\text{O}$ with a carbonyl oxygen atom are less than the sum of the van der Waals radii of Sb and O by $\sim 0.2\text{--}0.4$ Å.

Keywords: μ_2 -oxobis(carboxylatotriarylantimony), oxidative synthesis, binuclear triarylantimony carboxylates