

ТРИС(2-МЕТОКСИ-5-ХЛОРФЕНИЛ)СУРЬМА: СИНТЕЗ И РЕАКЦИИ ОКИСЛИТЕЛЬНОГО ПРИСОЕДИНЕНИЯ

© 2020 г. В. В. Шарутин*, О. К. Шарутина

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

Поступило в Редакцию 1 июня 2020 г.
После доработки 1 июня 2020 г.
Принято к печати 15 июня 2020 г.

Взаимодействием 2-метокси-5-хлорфениллития с SbCl_3 (3:1) в диэтиловом эфире синтезирована трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьма, кристаллизующаяся из бензола в виде сольвата. Обработка сольвата бромом в хлороформе приводит к образованию дибромиды трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы, выделенного из бензола также в форме сольвата. Продукт аналогичной реакции с хлором – дихлорид трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы – получен также окислением трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы дихлоридом меди в ацетоне. Особенности строения полученных соединений установлены методом рентгеноструктурного анализа.

Ключевые слова: трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьма, дибромид и дихлорид трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы, рентгеноструктурный анализ

DOI: 10.31857/S0044460X20100133

Наиболее изучены арилпроизводные сурьмы с фенильным и, в меньшей степени, с 4-метилфенильным лигандами [1]. Вакантные *d*-орбитали у атома сурьмы способны образовывать дополнительные координационные связи с лигандами, имеющими потенциальные координирующие центры, что приводит к увеличению координационного числа центрального атома и влияет на свойства соединения, в том числе на реакционную способность. Известные арилпроизводные сурьмы с такими потенциальными координирующими центрами, как атомы азота [2–9] или кислорода [10–19] в фенильных заместителях, немногочисленны.

С целью исследования арилпроизводных высококоординированной сурьмы(III) нами впервые получена трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьма, изучены ее реакции с галогенами и установлены особенности строения синтезированных соединений.

Трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьма **1** получена из 2-метокси-5-хлорфениллития и SbCl_3 (схема 1). Исходное арильное соединение лития

получали литированием *n*-хлоранизола фениллитием в эфире по описанной методике [13, 14].

Взаимодействие соединения **1** с раствором брома в хлороформе приводит к образованию дибромиды трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы, выделенного после перекристаллизации из бензола в виде сольвата $(2\text{-MeO-5-ClC}_6\text{H}_3)_3\text{SbBr}_2 \cdot 0.5\text{PhH}$ **2**. Дихлорид трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы **3** получали пропусканием хлора через раствор трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы **1** в хлороформе или обработкой соединения **1** дихлоридом меди в ацетоне.

Триорганилсурьма и ее дигалогениды используются как прекурсоры для синтеза других классов органических соединений сурьмы(V) [20–22].

Соединения **1–3** – высокоплавкие бесцветные кристаллические вещества, устойчивые к дей-

Схема 1.

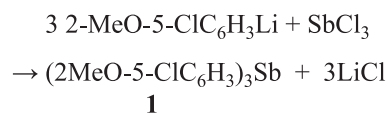


Таблица 1. Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры соединений **1–3**

Параметр	1	2	3
Брутто-формула	C ₂₄ H ₂₁ Cl ₃ O ₃ Sb	C ₂₄ H ₂₁ Br ₂ Cl ₃ O ₃ Sb	C ₂₁ H ₁₈ Cl ₃ O ₃ Sb
<i>M</i>	585.51	745.33	617.35
Сингония	Моноклинная	Триклинная	Моноклинная
Пространственная группа	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>P</i> -1	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>
<i>a</i> , Å	8.899(3)	8.847(15)	8.452(2)
<i>b</i> , Å	21.324(12)	12.59(3)	22.087(8)
<i>c</i> , Å	13.703(5)	14.13(3)	13.133(3)
α, град	90.00	64.40(9)	90.00
β, град	107.413(13)	87.29(6)	90.568(11)
γ, град	90.00	88.93(8)	90.00
<i>V</i> , Å ³	2481.1(19)	1417(5)	2451.5(13)
<i>Z</i>	4	2	4
<i>d</i> _{выч} , г/см ³	1.567	1.746	1.673
μ _{Мо} , мм ⁻¹	1.458	4.098	1.690
<i>F</i> (000)	1164.0	722.0	1216.0
Размер кристалла, мм	0.6 × 0.35 × 0.16	0.32 × 0.31 × 0.25	0.46 × 0.4 × 0.22
2θ, град	6.14 – 78.98	5.98 – 60.42	6.08 – 86.72
Интервалы индексов	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 15, -38 ≤ <i>k</i> ≤ 37, -24 ≤ <i>l</i> ≤ 22	-12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -17 ≤ <i>k</i> ≤ 17, -19 ≤ <i>l</i> ≤ 19	-16 ≤ <i>h</i> ≤ 16, -42 ≤ <i>k</i> ≤ 42, -20 ≤ <i>l</i> ≤ 25
Всего отражений	93900	76049	114884
Независимых отражений	14793	8198	18438
<i>R</i> _{int}	0.0510	0.0424	0.0487
Число уточняемых параметров	283	301	274
GOOF	1.083	1.060	1.057
<i>R</i> -Факторы по <i>F</i> ² > 2σ	<i>R</i> ₁ = 0.0513, <i>wR</i> ₂ = 0.0964	<i>R</i> ₁ = 0.0345, <i>wR</i> ₂ = 0.0813	<i>R</i> ₁ = 0.0561, <i>wR</i> ₂ = 0.1151
<i>R</i> -Факторы по всем отражениям	<i>R</i> ₁ = 0.0968, <i>wR</i> ₂ = 0.1105	<i>R</i> ₁ = 0.0571, <i>wR</i> ₂ = 0.0896	<i>R</i> ₁ = 0.1091, <i>wR</i> ₂ = 0.1365
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å ³	0.44/-1.35	0.76/-1.03	0.93/-1.99

ствию влаги и кислорода воздуха, хорошо растворимые в ароматических углеводородах, четыреххлористом углероде, тетрагидрофуране, хлороформе. В ИК спектрах соединений **1–3** наблюдаются интенсивные полосы валентных колебаний около 450 (Sb–C), 1250 (O–C), 1460 (Ar), 2835 (H–C_{алк}), 3050 см⁻¹ (H–C_{ар}).

По данным PCA (табл. 1, 2), в кристалле соединения **1** атомы сурьмы в первом приближении имеют тригональное окружение лигандов и неподеленную электронную пару (рис. 1). Соединение **1** изоструктурно трис(2-метокси-5-бромфенил)-сурьме (сольват с бензолом) [13]. Длины связей Sb–C равны 2.167(2), 2.174(2) и 2.166(2) Å, а валентные углы CSbC составляют 92.30(7), 94.70(8), 94.63(8)°. С учетом координации атомов кислоро-

да метоксигрупп к атому металла [внутримолекулярные расстояния Sb⋯Оме 3.053(1), 3.054(1) и 3.011(1) Å] его координационное число возрастает до 6. Внутримолекулярные контакты приводят к уменьшению валентных углов в соединении **1** по сравнению с молекулами трифенил- и три(4-метилфенил)сурьмы (95.52–97.36 [23] и 97.31° [24] соответственно), в которых такие контакты отсутствуют. В молекуле трис(2-метокси-5-бромфенил)-сурьмы валентные углы и расстояния Sb⋯O {ω = 92.19(6), 94.23(6), 94.52(6)°, *d* = 2.985(1), 3.051(1), 3.052(1) Å [13]} близки к найденным для соединения **1**.

Атомы сурьмы в молекулах соединений **2, 3** имеют мало искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с аксиально расположен-

Таблица 2. Основные длины связей и валентных углов в молекулах соединений 1–3

Связь	$d, \text{Å}$	Связь	$d, \text{Å}$	Угол	$\omega, \text{град}$	Угол	$\omega, \text{град}$
1^a							
Sb ¹ –C ¹	2.167(2)	O ¹ –C ²	1.372(3)	C ¹ Sb ¹ C ¹¹	94.70(8)	C ² C ¹ Sb ¹	117.46(15)
Sb ¹ –C ¹¹	2.174(2)	O ¹ –C ⁷	1.426(3)	C ²¹ Sb ¹ C ¹	94.63(8)	C ⁶ C ¹ Sb ¹	123.96(15)
Sb ¹ –C ²¹	2.166(2)	O ² –C ¹²	1.374(3)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	92.30(7)	C ¹² C ¹¹ Sb ¹	117.23(14)
Cl ¹ –C ⁵	1.751(3)	O ² –C ¹⁷	1.423(3)	C ² O ¹ C ⁷	118.3(2)	C ¹⁶ C ¹¹ Sb ¹	124.24(14)
Cl ² –C ¹⁵	1.750(2)	O ³ –C ²²	1.379(3)	C ¹² O ² C ¹⁷	117.68(18)	C ²² C ²¹ Sb ¹	115.58(17)
Cl ³ –C ²⁵	1.757(3)	O ³ –C ²⁷	1.434(4)	C ²² O ³ C ²⁷	118.8(2)	C ²⁶ C ²¹ Sb ¹	125.16(16)
2^b							
Sb ¹ –Br ¹	2.594(4)	Cl ³ –C ²⁵	1.738(6)	Br ¹ Sb ¹ Br ²	174.26(2)	C ¹¹ Sb ¹ C ²¹	125.01(18)
Sb ¹ –Br ²	2.681(5)	O ¹ –C ²	1.373(5)	C ¹ Sb ¹ Br ¹	96.46(13)	C ²¹ Sb ¹ Br ¹	89.84(13)
Sb ¹ –C ¹	2.143(5)	O ¹ –C ⁷	1.434(5)	C ¹ Sb ¹ Br ²	87.50(13)	C ²¹ Sb ¹ Br ²	84.51(13)
Sb ¹ –C ¹¹	2.135(5)	O ² –C ¹²	1.364(5)	C ¹ Sb ¹ C ²¹	123.05(17)	C ² O ¹ C ⁷	117.4(4)
Sb ¹ –C ²¹	2.145(6)	O ² –C ¹⁷	1.437(6)	C ¹¹ Sb ¹ Br ¹	94.70(11)	C ¹² O ² C ¹⁷	119.7(3)
Cl ¹ –C ⁵	1.753(5)	O ³ –C ²²	1.365(6)	C ¹¹ Sb ¹ Br ²	87.74(11)	C ²² O ³ C ²⁷	119.2(4)
Cl ² –C ¹⁵	1.756(5)	O ³ –C ²⁷	1.456(6)	C ¹¹ Sb ¹ C ¹	110.8(2)	C ⁶ C ¹ Sb ¹	117.1(3)
3							
Sb ¹ –C ¹⁴	2.4080(10)	Cl ³ –C ³⁵	1.735(5)	Cl ⁴ Sb ¹ Cl ⁵	178.11(2)	C ¹¹ Sb ¹ Cl ⁵	87.38(7)
Sb ¹ –C ¹⁵	2.5133(9)	O ¹ –C ²	1.357(4)	C ³¹ Sb ¹ Cl ⁴	94.63(8)	C ¹¹ Sb ¹ C ³¹	116.54(10)
Sb ¹ –C ³¹	2.107(2)	O ¹ –C ⁷	1.395(4)	C ³¹ Sb ¹ Cl ⁵	86.32(8)	C ¹¹ Sb ¹ C ¹	120.82(10)
Sb ¹ –C ¹	2.114(2)	O ² –C ¹²	1.356(4)	C ³¹ Sb ¹ C ¹	121.37(10)	C ² O ¹ C ⁷	119.6(3)
Sb ¹ –C ¹¹	2.105(2)	O ² –C ¹⁷	1.416(4)	C ¹ Sb ¹ Cl ⁴	93.01(7)	C ¹² O ² C ¹⁷	119.9(3)
Cl ¹ –C ⁵	1.740(4)	O ³ –C ³²	1.351(4)	C ¹ Sb ¹ Cl ⁵	85.11(7)	C ³⁶ C ³¹ Sb ¹	120.7(2)
Cl ² –C ¹⁵	1.737(4)	O ³ –C ³⁷	1.404(5)	C ¹¹ Sb ¹ Cl ⁴	93.64(7)	C ² C ¹ Sb ¹	118.85(19)

Преобразования симметрии: ^a 1– x , 1– y , 2– z ; ^b – x , – y , – z .

ными атомами галогена (рис. 2, 3). Аксиальные углы HgSbHlg 174.26(2) и 178.06(3)°, экваториальные углы изменяются в интервалах 116.67(13)–121.27(13) и 110.8(2)–125.05(18)° соответственно. Связи Sb–C в молекулах соединений **2**, **3** [2.135(5)–2.146(6) Å и 2.105(3)–2.116(3) Å] короче,

чем в молекуле соединения **1**. Среднее значение связей Sb–C [2.141(6) Å (**2**)] больше аналогичного значения в молекуле дибромида трифенилсурьмы (2.112 Å [25]), а средние значения связей Sb–Br в этих молекулах совпадают [2.637(4) Å и 2.638(6) Å соответственно]. В молекулах соединения **3** и

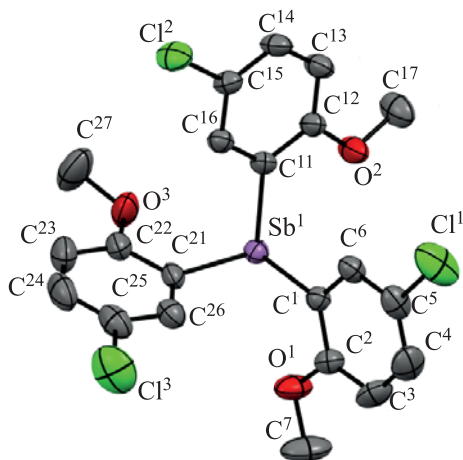


Рис. 1. Общий вид молекулы трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы **1** (разупорядоченная молекула бензола и атомы водорода не показаны).

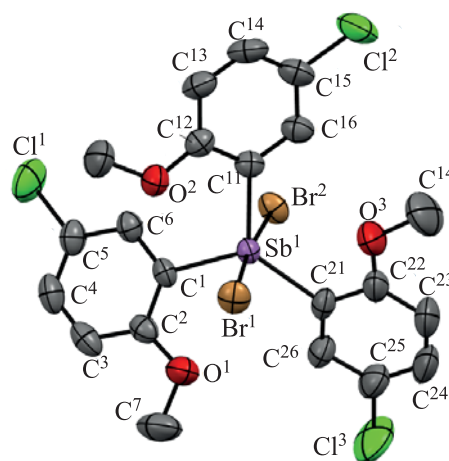


Рис. 2. Общий вид молекулы дибромида трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы **2** (разупорядоченная молекула бензола и атомы водорода не показаны).

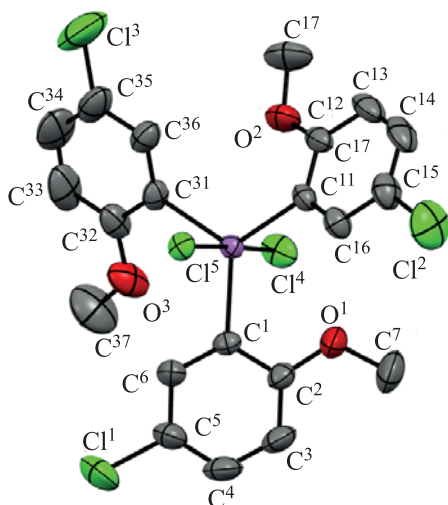


Рис. 3. Общий вид молекулы дихлорида трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы **3** (атомы водорода не показаны).

дихлорида трифенилсурьмы [25] средние значения экваториальных связей [2.109(3) и 2.097(6) Å] и связей Sb–Cl [2.460(1) и 2.463(3) Å] практически одинаковы. Внутримолекулярные расстояния Sb⋯Оме в молекулах соединений **2** и **3**, как и в соединении **1**, сохраняются [3.065(7)–3.195(7) и 3.037(3)–3.088(3) Å соответственно].

Имеются существенные различия в особенностях формирования структур **2** и **3**. В структуре **2** молекулы посредством взаимодействий Br⋯Br [$d = 3.647(6)$ Å при сумме ван-дер-ваальсовых радиусов брома 3.90 Å] объединены в цепи, ориентированные вдоль кристаллографической оси a (рис. 4). Углы Sb¹Br¹Br² и Sb¹Br²Br¹ имеют значения 165.77(2) и 164.89(2)° соответственно. Наблюдаемые взаимодействия Br⋯Br можно классифицировать как галогенную связь, поскольку существующие требования для идентификации такой связи (межатомное расстояние Br⋯Br должно быть меньше, чем сумма ван-дер-ваальсовых радиусов; угол Sb–Br⋯Br должен быть близким к 180° [26]), в кристалле соединения **2** выполняются.

Структурная организация соединения **3** значительно сложнее, поскольку один из аксиальных атомов хлора Cl⁵ каждой молекулы образует водородные связи Cl⋯Н с тремя соседними молекулами, в результате чего мотив структуры – каркасный.

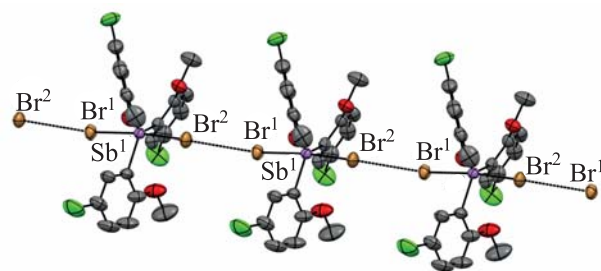


Рис. 4. Межмолекулярные взаимодействия Br⋯Br в кристалле соединения **2**.

Таким образом, во впервые синтезированных трех новых арилпроизводных высококоординированной сурьмы координационное число металла повышается за счет внутримолекулярных взаимодействий Sb⋯О.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S; образцы готовили таблетированием с KBr (область поглощения 4000–400 см⁻¹). Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **1–3** проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_α-излучение, $\lambda = 0.71073$ Å, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [27]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [28] и OLEX2 [29]. Структуры соединений **1–3** определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для не водородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–3** 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 1977662 (**1**), 1979209 (**2**), 1984429 (**3**)].

Трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьма(III), сольват (1:0.5) с бензолом (1). К раствору 7.66 г (51.6 ммоль) 5-хлор-2-метоксифениллития, полученного металлизацией 7.35 г (51.6 ммоль) *n*-хлоранизола фениллитием (60.0 ммоль) в эфире, прибавляли 3.69 г (16.2 ммоль) SbCl₃ в 100 мл

диэтилового эфира, перемешивали и оставляли на ночь. Смесь осторожно разлагали при охлаждении водой (2 мл), удаляли растворитель и остаток перекристаллизовывали из бензола. Выход 7.22 г (85%), бесцветные кристаллы, т. пл. 178°C. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3088, 3045, 2997, 2960, 2937, 2837, 2517, 2036, 1863, 1570, 1463, 1431, 1377, 1286, 1261, 1234, 1178, 1141, 1101, 1045, 1020, 887, 812, 802, 732, 715, 692, 673, 638, 545, 528, 441. Найдено, %: С 49.10; Н 3.63. $\text{C}_{24}\text{H}_{21}\text{Cl}_3\text{O}_3\text{Sb}$. Вычислено, %: С 49.19; Н 3.59.

Дибромид трис(2-метокси-5-хлорфенил)-сурьмы(V), сольват (1:0.5) с бензолом (2). В 30 мл хлороформа растворяли 0.58 г (1.0 ммоль) сольвата трис(2-метокси-5-хлорфенил)сурьмы с бензолом **1**, затем при перемешивании по каплям прибавляли раствор 0.16 г (1.0 ммоль) брома в 20 мл хлороформа. Растворитель удаляли. Выход 0.55 г (83%). Мелкие бесцветные кристаллы перекристаллизовывали из бензола, т. пл. 202°C. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3091, 3072, 3005, 2962, 2931, 2839, 1872, 1579, 1571, 1475, 1435, 1381, 1328, 1282, 1267, 1249, 1180, 1143, 1105, 1047, 1016, 995, 862, 812, 729, 702, 680, 640, 530, 455, 447, 435. Найдено, %: С 38.54; Н 2.94. $\text{C}_{24}\text{H}_{21}\text{Br}_2\text{Cl}_3\text{O}_3\text{Sb}$. Вычислено, %: С 38.64; Н 2.82.

Дихлорид трис(2-метокси-5-хлорфенил)-сурьмы(V) (3) получали из триарилсурьмы **1** и хлора (*a*) или хлорида меди (*b*) по описанным методикам [14]. Выход 78 (*a*), 82% (*b*), т. пл. 250°C. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3084, 3001, 2964, 2933, 2891, 2839, 1874, 1747, 1625, 1579, 1477, 1436, 1382, 1282, 1267, 1251, 1180, 1149, 1107, 1049, 1018, 941, 877, 862, 813, 705, 680, 640, 572, 543, 441. Найдено, %: С 40.34; Н 2.99. $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{Cl}_5\text{O}_3\text{Sb}$. Вычислено, %: С 40.84; Н 2.92.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кочешков К.А., Сколдинов А.П., Землянский Н.Н. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут. М.: Наука, 1976. 483 с.
2. Onishi K., Douke M., Nakamura T., Ochiai Y., Kakusawa N., Yasuike S., Kurita J., Yamamoto C., Kawahata M., Yamaguchi K., Yagura T. // J. Inorg. Biochem. 2012. Vol. 117. P. 77. doi 10.1016/j.jinorgbio.2012.09.009

3. Copolovici D., Isaia F., Breunig H.J., Rat C.I., Silvestru C. // RSC Adv. 2014. Vol. 4. P. 26569. doi 10.1039/C4RA03482A
4. Chirca I., Soran A., Silvestru A., Silvestru C. // Rev. Roum. chim. 2015. Vol. 60. P. 643.
5. Copolovici D., Bojan V.R., Rat C.I., Silvestru A., Breunig H.J., Silvestru C. // Dalton Trans. 2010. Vol. 39. P. 6410. doi 10.1039/C003318A
6. Okajima S., Yasuike S., Kakusawa N., Osada A., Yamaguchi K., Seki H., Kurita J. // J. Organomet. Chem. 2002. Vol. 656. P. 234. doi 10.1016/S0022-328X(02)01622-4
7. Yamamichi H., Matsukawa S., Kojima S., Ando K., Yamamoto Y. // Heteroatom Chem. 2011. Vol. 22. P. 553. doi 10.1002/hc.20721
8. Reznicek T., Dostal L., Ruzicka A., Vinklerek J., Rezacova M., Jambor R. // Appl. Organomet. Chem. 2012. Vol. 26. P. 237. doi 10.1002/aoc.2845
9. Obata T., Matsumura M., Kawahata M., Hoshino S., Yamada M., Murata Y., Kakusawa N., Yamaguchi K., Tanaka M., Yasuike S. // J. Organomet. Chem. 2016. Vol. 807. P. 17. doi 10.1016/j.jorganchem.2016.02.008
10. Matano Y., Nomura H., Hisanaga T., Nakano H., Shiro M., Imahori H. // Organometallics. 2004. Vol. 23. P. 5471. doi 10.1021/om0494115
11. Шарутин В.В., Шарутина О.К. // ЖХХ. 2015. Т. 60. № 12. С. 1631. doi 10.7868/S0044457X15120211; Sharutin V.V., Sharutina O.K. // Russ. J. Inorg. Chem. 2015. Vol. 60. N 12. P. 1491. doi 10.1134/S0036023615120219
12. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К., Чагарова О.В., Зелевец Л.Е. // Коорд. хим. 2011. № 10. С. 782; Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V., Zelevets L.E. // Russ. Coord. Chem. 2011. Vol. 37. N 10. С. 781. doi 10.1134/S1070328411090089
13. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К., Чагарова О.В. // ЖОХ. 2011. Т. 81. Вып. 10. С. 1649; Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2011. Vol. 81. N 10. P. 2102. doi 10.1134/S107036321100100
14. Шарутин В.В., Сенчурин В.С., Шарутина О.К., Чагарова О.В. // ЖХХ. 2011. Т. 56. Вып. 10. С. 1640; Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Chagarova O.V. // Russ. J. Inorg. Chem. 2011. Vol. 56. N 10. P. 1561. doi 10.1134/S003602361100196
15. Hirai M., Gabbai F.P. // Angew. Chem. Int. Ed. 2015. Vol. 54. P. 1205. doi 10.1002/anie.201410085
16. Matano Y., Nomura H., Suzuki H. // Inorg. Chem. 2000. Vol. 39. P. 1340. doi 10.1021/ic991120e
17. Matano Y., Nomura H., Suzuki H. // Inorg. Chem. 2002. Vol. 41. P. 1940. doi 10.1021/ic0110575

18. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С., Чагарова О.В. // ЖОХ. 2012. Т. 82. Вып. 10. С. 1646; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Chagarova O.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2012. Vol. 82. N 10. P. 1665. doi 10.1134/S1070363212100064
19. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С. // ЖНХ. 2014. Т. 59. № 4. С. 481. doi 10.7868/S0044457X14040217; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. // Russ. J. Inorg. Chem. 2014. Vol. 59. N 4. P. 326. doi 10.1134/S0036023614040202
20. Yin H., Qian L., Li L. // Inorg. Chem. Commun. 2008. Vol. 11. P. 1121. doi 10.1016/j.inoche.2008.06.017
21. Shu W., Liu D., Huang K., Wang K., Li Y. // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 1992. Vol. 2. N 2. P. 32
22. Domagala M., Huber F., Preut H. // Z. anorg. allg. Chem. 1989. Bd 574. S. 130. doi 10.1002/zaac.655740114
23. Grigsby E.W.J., Hart R.D., Raston C.L., Skelton B.W., White A.H. // Aust. J. Chem. 1997. Vol. 50. P. 675.
24. Sobolev A.N., Romm I.P., Belskii V.K., Gur'yanova E.N. // J. Organomet. Chem. 1979. Vol. 179. P. 153. doi 10.1016/S0022-328X(00)95217-3
25. Begley M.J., Sowerby D.B. // Acta Crystallogr. (C). 1993. Vol. 49. P. 1044. doi 10.1107/S0108270192012836
26. Desiraju G.R., Ho P.S., Kloo L., Legon A.C., Marquardt R., Metrangolo P., Politzer P., Resnati G., Rissanen K. // Pure Appl. Chem. 2013. Vol. 85. P. 1711. doi 10.1351/PAC-REC-12-05-10
27. Bruker (1998). SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
28. 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.
29. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. // J. Appl. Cryst. 2009. Vol. 42. P. 339. doi 10.1107/S0021889808042726

Tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony: Synthesis and Oxidative Addition Reactions

V. V. Sharutin* and O. K. Sharutina

National Research South Ural State University, Chelyabinsk, 454080 Russia

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

Received June 1, 2020; revised June 1, 2020; accepted June 15, 2020

The reaction of 2-methoxy-5-chlorophenyllithium with SbCl_3 (3:1) in diethyl ether afforded tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony, which crystallizes from benzene as a solvate. Treatment of the solvate with bromine in chloroform led to the formation of tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony dibromide, which was also isolated from benzene as a solvate. The product of a similar reaction with chlorine, tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony dichloride, was also obtained by oxidation of tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony with copper dichloride in acetone. The structural features of the obtained compounds were established by the single crystal of X-ray diffraction analysis method.

Keywords: tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony, tris(2-methoxy-5-chlorophenyl)antimony dibromide and dichloride, X-ray diffraction analysis