

ПРОИЗВОДНЫЕ ТРИ(*m*-ТОЛИЛ)СУРЬМЫ (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)R]₂ (R = CH₂Cl, C₆H₃F₂-2,3) и [(3-MeC₆H₄)₃SbOSO₂C₆H₃(NO₂)₂-2,4]₂O: СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

© 2021 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 28 января 2021 г.
После доработки 28 января 2021 г.
Принято к печати 14 февраля 2021 г.

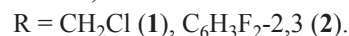
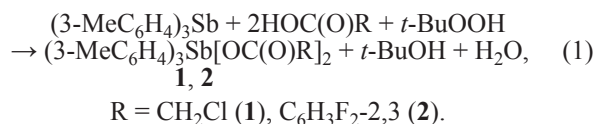
Взаимодействием три(*m*-толил)сурьмы с хлоруксусной и 2,3-дифторбензойной кислотами в присутствии *трет*-бутилгидропероксида (мольное соотношение 1:2:1 соответственно) в эфире синтезированы дикарбоксилаты три(*m*-толил)сурьмы (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)CH₂Cl]₂ и (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃F₂-2,3]₂. В аналогичных условиях реакция три(*m*-толил)сурьмы с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой приводит к образованию μ -оксо-бис[три(*m*-толил)(2,4-динитробензолсульфонато)сурьмы]. Атомы Sb в полученных соединениях имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с электроотрицательными лигандами в аксиальных положениях.

Ключевые слова: бис(хлорацетат), бис(2,3-дифторбензоат) три(*m*-толил)сурьмы, μ -оксобис[три(*m*-толил)(2,4-динитробензолсульфонато)сурьма], рентгеноструктурный анализ

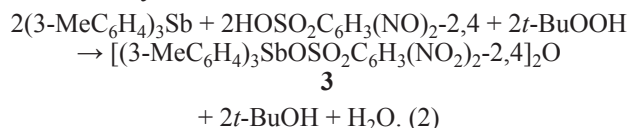
DOI: 10.31857/S0044460X21040156

Дикарбоксилаты триарилсурьмы способны оказывать противоопухолевое, антилейшманиозное и антибактериальное действие, обладают электрохимическими, фотолюминисцентными и фотокаталитическими свойствами [1–16]. Наиболее изучены дикарбоксилаты трифенил- и *n*-толилсурьмы [17]. Гораздо в меньшей степени известно об *o*- и *m*-толилпроизводных сурьмы [18, 19].

Нами осуществлен синтез и выявлены особенности строения новых производных три(*m*-толил)сурьмы. Взаимодействие три(*m*-толил)сурьмы с хлоруксусной и 2,3-дифторбензойной кислотами в присутствии *трет*-бутилгидропероксида в мольном соотношении 1:2:1 в диэтиловом эфире протекает по схеме реакции окислительного присоединения (1) с образованием дикарбоксилатов три(*m*-толил)сурьмы (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)CH₂Cl]₂ **1** и (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃F₂-2,3]₂ **2** с выходом 88 и 91% соответственно.



Аналогичная реакция с 2,4-динитробензолсульфоновой кислотой (2) привела к образованию μ -оксо-бис[три(*m*-толил)(2,4-динитробензолсульфонато)сурьмы] [(3-MeC₆H₄)₃SbOSO₂C₆H₃(NO₂)₂-2,4]₂O **3** с выходом 42%. Изменение мольного соотношения исходных реагентов (1:1:1 вместо 1:2:1) сопровождается повышением выхода до 85%. По-видимому, образование продукта реакции другого строения в этом случае можно объяснить стерическими затруднениями, вызываемыми объемными 2,4-динитробензолсульфонатными заместителями у атома металла.



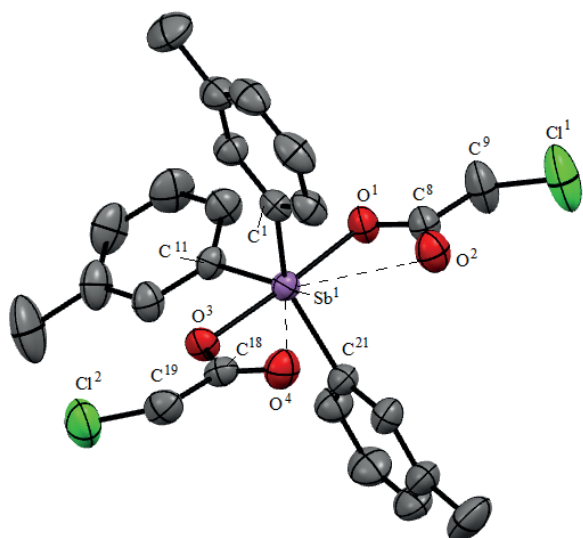


Рис. 1. Общий вид молекулы бис(хлорацетато)три(*m*-толил)сурьмы **1** (атомы водорода не показаны).

Соединения **1–3** 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 **1–3** наблюдаются интенсивные полосы при 430, 426 и 420 (Sb–C), 1476, 1485 и 1476 (Ar),

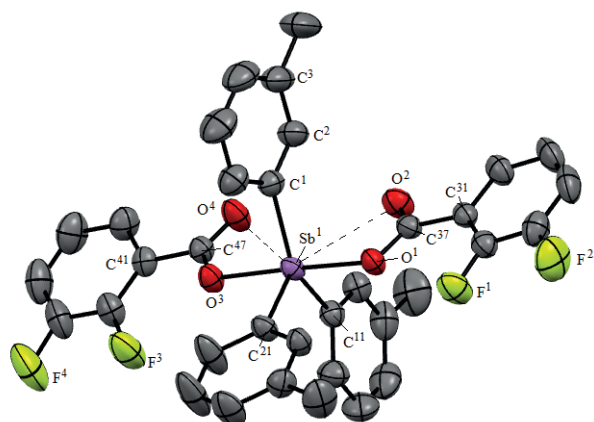


Рис. 2. Общий вид молекулы бис(2,3-дифторбензоато)три(*m*-толил)сурьмы **2** (атомы водорода не показаны).

2949, 2920 и 2926 cm^{-1} (H–C_{Alk}), 3048, 3061 и 3103 cm^{-1} (H–C_{Ar}) соответственно. В области валентных колебаний карбонильных групп в спектрах соединений **1** и **2** наблюдаются полосы при 1672 и 1643 cm^{-1} . В ИК спектре соединения **3** присутствуют полосы, относящиеся к асимметричным (1545 cm^{-1}) и симметричным (1356 cm^{-1}) колебаниям групп NO₂.

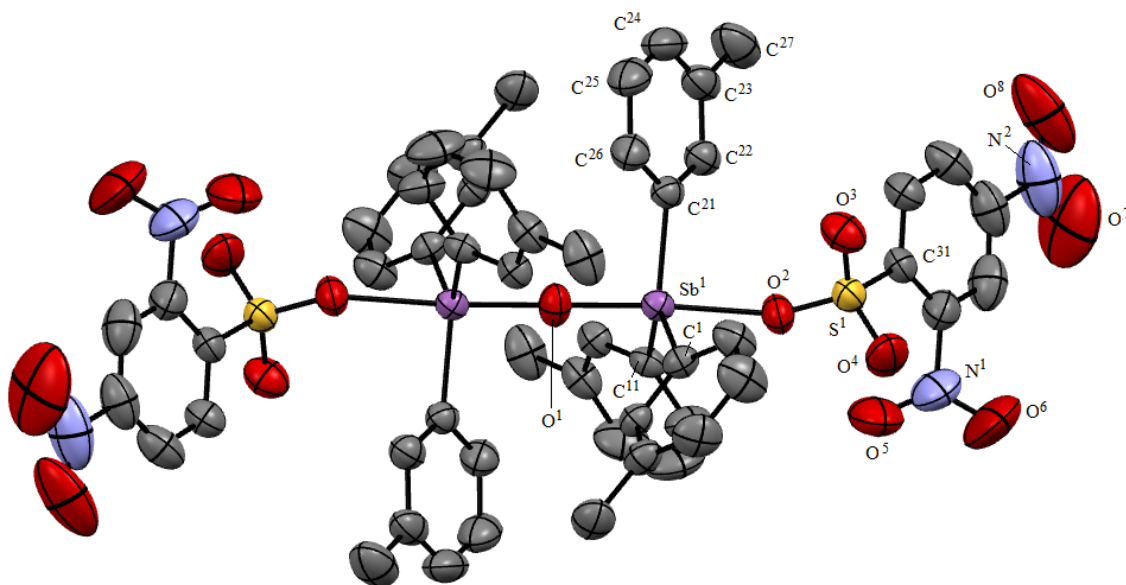


Рис. 3. Общий вид молекулы μ -оксо-бис[три(*m*-толил)(2,4-динитробензолсульфонато)сурьмы] **3** (атомы водорода не показаны).

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

| Параметр | Значение | | |
|--|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 |
| <i>M</i> | 582.10 | 709.32 | 1300.58 |
| Сингония | Моноклинная | Триклинная | Триклинная |
| Пространственная группа | $P2_1/n$ | $P\bar{1}$ | $P\bar{1}$ |
| <i>a</i> , Å | 10.759(7) | 9.010(4) | 10.326(4) |
| <i>b</i> , Å | 14.749(11) | 11.288(7) | 10.656(5) |
| <i>c</i> , Å | 16.344(9) | 15.628(7) | 13.504(5) |
| α , град | 90.00 | 106.66(2) | 108.003(15) |
| β , град | 101.94(2) | 91.935(15) | 92.945(15) |
| γ , град | 90.00 | 95.028(17) | 99.38(3) |
| <i>V</i> , Å ³ | 2538(3) | 1514.0(13) | 1386.0(10) |
| <i>Z</i> | 4 | 2 | 1 |
| $d_{\text{выч}}$, г/см ³ | 1.524 | 1.556 | 1.558 |
| μ , мм ⁻¹ | 1.326 | 0.974 | 1.120 |
| <i>F</i> (000) | 1168.0 | 712.0 | 654.0 |
| Размер кристалла, мм | 0.3 × 0.21 × 0.07 | 0.31 × 0.25 × 0.21 | 0.34 × 0.24 × 0.21 |
| Область сбора данных по 2 θ , град | 5.76 – 58.28 | 5.66 – 56.12 | 6.18 – 54.26 |
| Интервалы индексов отражений | –14 ≤ <i>h</i> ≤ 14, –20 ≤ <i>k</i> ≤ 20, –22 ≤ <i>l</i> ≤ 22 | –11 ≤ <i>h</i> ≤ 11, –14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, –20 ≤ <i>l</i> ≤ 20 | –13 ≤ <i>h</i> ≤ 13, –13 ≤ <i>k</i> ≤ 13, –17 ≤ <i>l</i> ≤ 17 |
| Измерено отражений | 104933 | 44115 | 33208 |
| Независимых отражений | 6812 ($R_{\text{int}} = 0.0504$) | 7260 ($R_{\text{int}} = 0.0235$) | 6128 ($R_{\text{int}} = 0.0264$) |
| Отражений с <i>I</i> > | 5537 | 6675 | 5616 |
| Переменных уточнения | 292 | 400 | 352 |
| GOOF | 1.050 | 1.102 | 1.090 |
| <i>R</i> -Факторы по $F^2 > 2s$ | R_1 0.0294, wR_2 0.0699 | R_1 0.0243, wR_2 0.0618 | R_1 0.0250, wR_2 0.0612 |
| <i>R</i> -Факторы по всем отражениям | R_1 0.0422, wR_2 0.0770 | R_1 0.0280, wR_2 0.0642 | R_1 0.0293, wR_2 0.0646 |
| Остаточная электронная плотность (min/max), $e/\text{Å}^3$ | 0.73/–1.46 | 0.72/–0.53 | 0.52/–0.65 |

По данным PCA, в молекулах соединений **1** и **2** атомы Sb имеют искаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода карбоксильных лигандов в аксиальных положениях (рис. 1, 2). Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–3** приведены в табл. 1.

В centrosymmetric молекуле комплекса **3** (центр инверсии – мостиковый атом кислорода O¹, угол SbO¹Sb 180°) атомы металла имеют тригонально-бипирамидальное окружение с аренсульфонатным лигандом и мостиковым атомом кислорода в аксиальных положениях (рис. 3).

Суммы валентных углов CSbC в экваториальной плоскости составляют 359.99 (**1**), 360 (**2**) и

358.68° (**3**). Атомы Sb выходят из экваториальной плоскости [C_3] на 0.005 Å к атому O³ (**1**), на 0.0411 Å к атому O¹ (**2**) и на 0.140 Å к мостиковому атому O¹ (**3**). Углы OSbC отклоняются от теоретического значения не более чем на 10°: 87.47(2)–93.06(2) (**1**), 87.39(8)–91.35(8) (**2**), 80.84(8)–94.75(7)° (**3**). Аксиальные углы OSbO [176.41(6) (**1**), 176.32(5) (**2**), 174.16(5)° (**3**)] несколько отличаются от идеального значения 180° (табл. 2). Длины связей Sb–C имеют близкие значения: 2.110(2)–2.117(2) (**1**), 2.108(2)–2.113(2) (**2**), 2.101(2)–2.107(2) Å (**3**). Расстояния Sb–O [2.133(2), 2.134(2) (**1**), 2.106(2), 2.127(2) Å (**2**)] несколько превышают сумму ковалентных радиусов атомов сурьмы и кислорода (2.05 Å [20]), длина связи Sb–O¹ [1.9288(6) Å] в

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

| Связь | <i>d</i> , Å | Угол | ω, град | Связь | <i>d</i> , Å | Угол | ω, град |
|----------------------------------|--------------|---|------------|----------------------------------|--------------|---|------------|
| 1 | | | | | | | |
| Sb ¹ –O ¹ | 2.133(2) | O ¹ Sb ¹ O ³ | 176.41(6) | Cl ² –C ¹⁹ | 1.761(3) | C ²¹ Sb ¹ O ¹ | 89.13(8) |
| Sb ¹ –O ³ | 2.134(2) | C ¹ Sb ¹ O ¹ | 91.09(8) | O ¹ –C ⁸ | 1.307(3) | C ²¹ Sb ¹ O ³ | 93.05(7) |
| Sb ¹ –C ¹ | 2.111(3) | C ¹ Sb ¹ O ³ | 88.89(8) | O ² –C ⁸ | 1.215(3) | C ²¹ Sb ¹ C ¹ | 142.83(9) |
| Sb ¹ –C ¹¹ | 2.117(2) | C ¹ Sb ¹ C ¹¹ | 107.56(10) | O ³ –C ¹⁸ | 1.288(3) | C ²¹ Sb ¹ C ¹¹ | 109.60(10) |
| Sb ¹ –C ²¹ | 2.110(2) | C ¹¹ Sb ¹ O ¹ | 89.11(8) | O ⁴ –C ¹⁸ | 1.219(3) | C ⁸ O ¹ Sb ¹ | 110.72(15) |
| Cl ¹ –C ⁹ | 1.742(3) | C ¹¹ Sb ¹ O ³ | 87.47(8) | | | | |
| 2 | | | | | | | |
| Sb ¹ –O ¹ | 2.1272(18) | O ³ Sb ¹ O ¹ | 176.32(5) | O ² –C ³⁷ | 1.221(2) | C ¹ Sb ¹ C ²¹ | 110.08(8) |
| Sb ¹ –O ³ | 2.1057(18) | O ³ Sb ¹ C ¹ | 90.76(7) | F ¹ –C ³² | 1.340(3) | C ¹¹ Sb ¹ O ¹ | 91.35(7) |
| Sb ¹ –C ¹ | 2.108(2) | O ³ Sb ¹ C ¹¹ | 90.20(7) | O ³ –C ⁴⁷ | 1.297(2) | C ¹¹ Sb ¹ C ²¹ | 109.25(8) |
| Sb ¹ –C ¹¹ | 2.110(2) | O ³ Sb ¹ C ²¹ | 87.39(7) | O ⁴ –C ⁴⁷ | 1.218(2) | C ²¹ Sb ¹ O ¹ | 88.95(7) |
| Sb ¹ –C ²¹ | 2.113(2) | C ¹ Sb ¹ O ¹ | 90.15(7) | F ² –C ³³ | 1.348(3) | C ³⁷ O ¹ Sb ¹ | 112.26(12) |
| O ¹ –C ³⁷ | 1.301(2) | C ¹ Sb ¹ C ¹¹ | 140.67(8) | F ³ –C ⁴² | 1.337(3) | C ⁴⁷ O ³ Sb ¹ | 117.34(12) |
| 3 | | | | | | | |
| Sb ¹ –O ¹ | 1.9288(6) | O ¹ Sb ¹ O ² | 174.16(5) | S ¹ –O ³ | 1.438(2) | O ² S ¹ C ³¹ | 103.70(11) |
| Sb ¹ –O ² | 2.2921(18) | O ¹ Sb ¹ C ²¹ | 94.75(7) | S ¹ –O ⁴ | 1.417(2) | O ³ S ¹ O ² | 110.92(12) |
| Sb ¹ –C ¹ | 2.107(2) | C ¹ Sb ¹ O ² | 88.74(8) | S ¹ –C ³¹ | 1.796(3) | O ³ S ¹ C ³¹ | 105.16(12) |
| Sb ¹ –C ²¹ | 2.101(2) | C ²¹ Sb ¹ C ¹ | 119.95(9) | O ¹ –Sb ^{1a} | 1.9288(6) | O ⁴ S ¹ O ² | 113.34(13) |
| Sb ¹ –C ¹¹ | 2.103(2) | C ²¹ Sb ¹ C ¹¹ | 118.71(9) | O ⁸ –N ² | 1.213(7) | O ⁴ S ¹ O ³ | 116.41(15) |
| S ¹ –O ² | 1.4750(18) | C ¹¹ Sb ¹ C ¹ | 120.02(9) | O ⁵ –N ¹ | 1.214(4) | Sb ¹ O ¹ Sb ^{1a} | 180.0 |

комплексе **3** значительно короче терминальной связи Sb–O² [2.292(2) Å]. Связь Sb–O¹ самая короткая из наблюдаемых в подобных биядерных соединениях с линейным строением центрального фрагмента [21–23].

В комплексах **1**, **2** карбоксилатные лиганды имеют выраженный анизобидентатный характер связывания. Внутримолекулярные расстояния Sb⋯O(=C) [2.910(3), 2.994(3) (**1**) и 2.927(3), 3.061(3) Å (**2**)] меньше суммы ван-дер-ваальсовых радиусов атомов сурьмы и кислорода (3.58 Å [24]) и приближаются по своему значению к аналогичным связям в дикарбоксилатах трифенилсурьмы с электроноакцепторными заместителями в карбоксилатных лигандах (например, 3.055 Å в Ph₃Sb[OC(O)C₆F₅]₂ [25]). В карбоксильных группах соединений **1**, **2** длины простой и двойной связей углерод–кислород различаются: 1.307(3), 1.288(3) и 1.215(3), 1.219(3) Å (**1**), 1.301(2), 1.297(2) и 1.221(2), 1.218(2) Å (**2**). В сульфатной группе молекулы **3** ординарная связь S¹–O² [1.475(2) Å] длиннее двойных связей S¹=O³ и S¹=O⁴ [1.438(2) и 1.417(2) Å].

Карбоксилатные лиганды в молекулах соединений **1**, **2** расположены относительно фрагмента SbC₃ таким образом, что внутримолекулярные контакты Sb⋯O(=C) формируются внутри одного экваториального угла, значения которого возрастают до 142.83(9) и 140.67(8)° соответственно. Между прочностью контакта Sb⋯O и величиной угла существует взаимосвязь. В кристалле соединения **3** внутримолекулярные контакты отсутствуют.

Структурная организация кристаллов соединений **1–3** обусловлена множественными межмолекулярными водородными связями H⋯O [2.54–2.59 (**1**), 2.52 (**2**), 2.58–2.71 Å (**3**)], H⋯C [2.88 (**1**)], H⋯F [2.62 Å (**2**)].

Таким образом, в полученных из три(*m*-толил)-сурьмы, карбоновой кислоты и *трет*-бутилгидропероксида в эфире (мольное соотношение 1:2:1) соединениях **1**, **2** наблюдаются характерные невалентные взаимодействия карбонильных атомов кислорода с центральным атомом металла. Различные электроноакцепторные группы в карбоксилатных лигандах не оказывают заметного влияния на основные геометрические параметры молекул

комплексов 1, 2. К основным отличиям в строении последних от других дикарбоксилатов триарилсурьмы относится ослабление внутримолекулярных взаимодействий $\text{Sb} \cdots \text{O}(\text{=C})$ из-за присутствия электрооакцепторных заместителей (Cl, F) в структуре карбоксилатных лигандов. Введение в аналогичную реакцию окислительного присоединения 2,4-динитробензолсульфоновой кислоты независимо от соотношения исходных реагентов приводит к образованию соединения сурьмы мостикового типа с аномально короткими связями между мостиковым атомом кислорода и атомами сурьмы [1.9288(6) Å] при отсутствии тесных внутримолекулярных контактов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записывали на ИК Фурье-спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S; образцы готовили таблетированием с KBr (область поглощения 4000–400 cm^{-1}). Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов 1–3 проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_α -излучение, λ 0.71073 Å, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [26]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [27] и OLEX2 [28]. Структуры 1–3 определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для не водородных атомов. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных [CCDC 2052880 (1), 2050076 (2), 2050320 (3)].

Бис(хлорацетато)три(м-толил)сурьма (1).

Смесь 131 мг (0.33 ммоль) три(м-толил)сурьмы, 63 мг (0.66 ммоль) хлорукусной кислоты, 43 мг 70%-ного раствора *трет*-бутилгидропероксида и 15 мл эфира выдерживали 24 ч. После испарения растворителя получили 170 мг (88%) бесцветных кристаллов, т. пл. 110°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3082, 3047, 3008, 2962, 2949, 2922, 1672, 1647, 1627, 1589, 1570, 1475, 1452, 1404, 1382, 1336, 1263, 1220, 1172, 1128, 1101, 1041, 991, 935, 881, 829, 798, 783, 692, 684, 669, 580, 518, 503, 430. Найдено,

%, С 51.47; Н 4.34. $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{Cl}_2\text{O}_4\text{Sb}$. Вычислено, %: С 51.54; Н 4.29.

Соединения 2 и 3 получены аналогично.

Бис(2,3-дифторбензоато)три(м-толил)сурьма (2). Выход 91%, бесцветные кристаллы, т. пл. 196°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3086, 3061, 2920, 1643, 1587, 1485, 1411, 1344, 1327, 1273, 1224, 1184, 1172, 1159, 1149, 1124, 1101, 1064, 1043, 991, 956, 902, 883, 835, 786, 771, 756, 684, 632, 599, 518, 505, 489, 455, 426, 410. Найдено, %: С 59.09; Н 3.90. $\text{C}_{35}\text{H}_{27}\text{F}_4\text{O}_4\text{Sb}$. Вычислено, %: С 59.21; Н 3.81.

μ -Оксобис[три(м-толил)(2,4-динитробензолсульфонато)сурьма] (3). Выход 42%, бесцветные кристаллы, т. разл. 243°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3103, 3041, 2926, 1712, 1600, 1544, 1535, 1475, 1355, 1298, 1244, 1228, 1215, 1172, 1151, 1132, 1114, 1105, 1072, 1055, 1029, 999, 989, 916, 900, 852, 833, 815, 773, 750, 736, 715, 684, 663, 642, 634, 563, 551, 503, 495, 470, 420. Найдено, %: С 49.73; Н 3.82. $\text{C}_{54}\text{H}_{48}\text{N}_4\text{O}_{15}\text{S}_2\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 49.82; Н 3.69.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Iftikhar T., Rauf M.K., Sarwar S., Badshah A., Waseem D., Tahir M.N., Khan A., Khan K.M., Khan G.M.* // J. Organomet. Chem. 2017. Vol. 851. P. 89. doi 10.1016/j.jorganchem.2017.09.002
2. *Mushtaq R., Rauf M.K., Bond M., Badshah A., Ali M.I., Nadhman A., Yasinzai M.* // Appl. Organomet. Chem. 2016. Vol. 30. N 6. P. 465. doi 10.1002/aoc.3456
3. *Mushtaq R., Rauf M.K., Bolte M., Nadhman A., Badshah A., Tahir M.N., Yasinzai M.* // Appl. Organomet. Chem. 2017. Vol. 31. N 5. P. e3606. doi 10.1002/aoc.3606
4. *Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A., Kumar I., Forsyth C.M., Junk P.C., Kedzierski L., Andrews P.C.* // J. Chem. Soc. Dalton Trans. 2013. Vol. 42. N 48. P. 16733. doi 10.1039/c3dt51382c
5. *Ma Y.Q., Yu L., Li J.S.* // Heteroat. Chem. 2002. Vol. 13. N 4. P. 299. doi 10.1002/hc.10033
6. *Islam A., Da Silva J.G., Berbet F.M., Da Silva S.M., Rodrigues B.L., Beraldo H., Melo M.N., Frezard F., Demicheli C.* // Molecules. 2014. Vol. 19. N 5. P. 6009. doi 10.3390/molecules19056009
7. *Liu R.C., Ma Y.Q., Yu L., Li J.S., Cui J.R., Wang R.Q.* // Appl. Organomet. Chem. 2003. Vol. 17. N 9. P. 662. doi 10.1002/aoc.491

8. Li J.S., Liu R.C., Chi X.B., Wang G.C., Guo Q.S. // Inorg. Chim. Acta. 2004. Vol. 357. N 7. P. 2176. doi 10.1016/j.ica.2003.12.012
9. Ma Y., Li J., Xuan Z., Liu R. // J. Organomet. Chem. 2001. Vol. 620. N 1–2. P. 235. doi 10.1016/S0022-328X(00)00799-3
10. Li J.S., Ma Y.Q., Cui J.R., Wang R.Q. // Appl. Organomet. Chem. 2001. Vol. 15. N 7. P. 639. doi 10.1002/aoc.200
11. Zhang X.-Y., Cui L., Zhang X., Jin F., Fan Y.-H. // J. Mol. Struct. 2017. Vol. 134. P. 742. doi 10.1016/j.molstruc.2017.01.039
12. Lowe K., Powell R. // J. Fluor. Chem. 2001. Vol. 109. N 1. P. 1. doi 10.1016/S0022-1139(01)00371-2
13. Smart B.E. // J. Fluor. Chem. 2001. Vol. 109. N 1. P. 3. doi 10.1016/S0022-1139(01)00375-X
14. Park B.K., Kitteringham N.R. // Drug Metab. Rev. 1994. Vol. 26. N 3. P. 605. doi 10.3109/03602539408998319
15. Duffin R.N., Blair V.L., Kedzierski L., Andrews P.C. // J. Inorg. Biochem. 2020. Vol. 203. P. 110932. doi 10.1016/j.jinorgbio.2019.110932
16. Артемьева Е.В., Шарутина О.К., Шарутин В.В., Буланова А.В. // ЖНХ. 2020. Т. 65. № 1. С. 25. doi 10.31857/S0044457X20010031; Artem'eva E.V., Sharutina O.K., Sharutin V.V., Bulanova A.V. // Russ. J. Inorg. Chem. 2020. Vol. 65. N 1. P. 22. doi 10.1134/S0036023620010039
17. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. // Коорд. хим. 2020. Т. 46. № 10. С. 579; Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. // Russ. J. Coord. Chem. 2020. Vol. 46. N 10. P. 663. doi 10.1134/S1070328420100012
18. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Сенчурин В.С., Пакусина А.П., Смирнова С.А. // ЖНХ. 2011. Т. 56. № 7. С. 1125; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Pakusina A.P., Smirnova S.A. // Russ. J. Inorg. Chem. 2011. Vol. 56. N 7. P. 1060. doi 10.1134/S0036023611070242
19. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Казаков М.В. // ЖНХ. 2014. Т. 59. № 10. С. 1352. doi 10.7868/S0044457X14100171; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Kazakov M.V. // Russ. J. Inorg. Chem. 2014. Vol. 59. N 10. P. 1115. doi 10.1134/S0036023614100167
20. Cordero B., Gómez V., Platero-Prats A.E., Revés M., Echeverría J., Cremades E., Barragán F., Alvarez S. // Dalton Trans. 2008. Vol. 21. P. 2832. doi 10.1039/B801115J
21. Preut H., Westhoff T., Huber F. // Acta Crystallogr. (C). 1989. Vol. 41. P. 358. doi 10.1107/S0108270185003900
22. Шарутин В.В., Егорова И.В., Павлушкина И.И., Пакусина А.П., Насонова Н.В., Пушилин М.А., Герасименко А.В., Герасименко Е.А., Сергиенко А.С. // Коорд. хим. 2003. Т. 29. № 2. С. 89; Sharutin V.V., Egorova I.V., Pavlushkina I.I., Pakusina A.P., Nasonova N.V., Pushilin M.A., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A., Sergienko A.S. // Russ. J. Coord. Chem. 2003. Vol. 29. P. 83. doi 10.1023/A:1022325831721
23. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Насонова Н.В., Иващук И.А., Криволапов Д.Б., Губайдуллин А.Т., Литвинов И.А. // Изв. АН. Сер. хим. 1999. № 12. С. 2346.
24. Mantina M., Chamberlin A.C., Valero R., Cramer C.J., Truhlar D.G. // J. Phys. Chem. (A). 2009. Vol. 113. N 19. P. 5806. doi 10.1021/jp8111556
25. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Бондарь Е.А., Пакусина А.П., Гатилов Ю.В., Адонин Н.Ю., Стариченко В.Ф. // Коорд. хим. 2002. Т. 28. № 5. С. 356; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. // Russ. J. Coord. Chem. 2002. Vol. 28. P. 333. doi 10.1023/A:1015517216693
26. Bruker (1998). SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
27. 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.
28. 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(*m*-tolyl)antimony Derivatives (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)R]₂
(R = CH₂Cl, C₆H₃F₂-2,3)
and [(3-MeC₆H₄)₃SbOSO₂C₆H₃(NO₂)₂-2,4]₂O:
Synthesis and Structure**

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

National Research South Ural State University, Chelyabinsk, 454080 Russia

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

Received January 28, 2021; revised January 28, 2021; accepted February 14, 2021

Tris(*m*-tolyl)antimony dicarboxylates (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)CH₂Cl]₂ and (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃F₂-2,3]₂ were obtained by reacting tris(*m*-tolyl)antimony with chloroacetic and 2,3-difluorobenzoic acids in the presence of *tert*-butyl hydroperoxide (molar ratio 1:2:1, respectively) in diethyl ether. Under similar conditions, the reaction of tris(*m*-tolyl)antimony with 2,4-dinitrobenzenesulfonic acid leads to the formation of μ -oxobis[tris(*m*-tolyl)(2,4-dinitrobenzenesulfonato)antimony]. The Sb atoms in the obtained compounds have distorted trigonal-bipyramidal coordination with electronegative ligands in axial positions.

Keywords: tris(*m*-tolyl)antimony bis(chloroacetate), tris(*m*-tolyl)antimony bis(2,3-difluorobenzoate), μ -oxobis[tris(*m*-tolyl)(2,4-dinitrobenzenesulfonato)antimony], X-ray diffraction analysis