

ДИГАЛОГЕНИДЫ ТРИС(3-ФТОРФЕНИЛ)СУРЬМЫ: 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 5 марта 2021 г.

После доработки 11 марта 2021 г.

Принято к печати 15 марта 2021 г.

При взаимодействии трис(3-фторфенил)сурьмы с хлором, бромом и иодом в бензоле получены дихлорид, дибромид и диiodид трис(3-фторфенил)сурьмы. Дихлорид и дибромид были также получены в реакции трис(3-фторфенил)сурьмы с дигалогенидами меди в ацетоне. Дифторид трис(3-фторфенил)сурьмы получен в реакции обмена из дихлорида трис(3-фторфенил)сурьмы и фтористого натрия. По данным рентгеноструктурного анализа, центросимметричные молекулы дихлорида и дибромиды и четыре типа кристаллографически независимых молекул диiodида имеют конфигурацию тригональной пирамиды с электроотрицательными лигандами в аксиальных положениях.

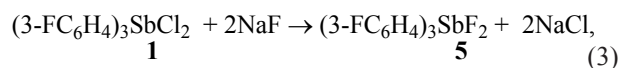
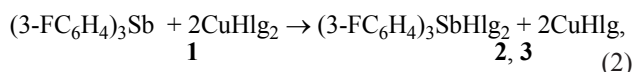
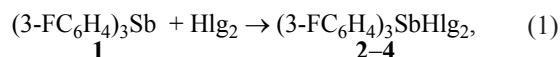
Ключевые слова: трис(3-фторфенил)сурьма, дигалогениды триорганилсурьмы, рентгеноструктурный анализ

DOI: 10.31857/S0044460X21050127

Наиболее изучены арилпроизводные сурьмы с фенильным и толильным лигандами [1]. В меньшей степени исследованы соединения сурьмы с такими потенциально координирующими центрами в фенильных заместителях, как атомы азота [2–9] или кислорода [10–15], а также производные сурьмы(V) с атомами галогена в арильных лигандах [16–18]. Дигалогениды триорганилсурьмы используются как прекурсоры других органических соединений сурьмы(V) [19–21]. К настоящему времени нет сведений о синтезе и строении дигалогенидов трис(3-фторфенил)сурьмы.

В продолжение исследования методов синтеза арилпроизводных пятивалентной сурьмы нами впервые были получены дигалогениды трис(3-фторфенил)сурьмы из триарилсурьмы **1** и галогенов в бензольном растворе (1). Дихлорид **2** и дибромид **3** трис(3-фторфенил)сурьмы получали также обработкой триарилсурьмы **1** дигалогенидом меди в ацетоне (2). Дифторид трис(3-фторфенил)сурьмы **5** получали обменной реакцией из дихлорида

триарилсурьмы **2** и фторида натрия в водно-ацетонном растворе (3).



Hg = Cl (**2**), Br (**3**), I (**4**), F (**5**).

Дигалогениды трис(3-фторфенил)сурьмы – бесцветные кристаллические вещества, за исключением диiodида трис(3-фторфенил)сурьмы, кристаллы которого имеют светло-желтую окраску. Соединения **2–5** устойчивы к действию влаги и кислорода воздуха, хорошо растворимы в большинстве органических растворителей и нерастворимы в воде.

В ИК спектрах соединений **2–5** наблюдаются интенсивные полосы при 432, 436, 428,

Таблица 1. Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структуры соединений **2–4**

Параметр	2	3	4
Формула	C ₁₈ H ₁₂ Cl ₂ F ₃ Sb	C ₁₈ H ₁₂ Br ₂ F ₃ Sb	C ₇₂ H ₄₈ F ₁₂ I ₈ Sb ₄
<i>M</i>	477.93	566.85	2643.30
Сингония	Моноклинная	Моноклинная	Триклинная
Пространственная группа	<i>C2/c</i>	<i>C2/c</i>	<i>P-1</i>
<i>a</i> , Å	15.716(8)	15.793(12)	9.327(4)
<i>b</i> , Å	10.856(6)	11.061(8)	18.174(8)
<i>c</i> , Å	10.607(8)	10.837(7)	23.887(10)
α , град	90	90	94.01(2)
β , град	106.45(3)	106.69(3)	95.147(18)
γ , град	90	90	99.735(18)
<i>V</i> , Å ³	1735.6(18)	1813(2)	3959(3)
<i>Z</i>	4	4	2
<i>d</i> _{выч} , г/см ³	1.829	2.076	2.217
μ _{Мо} , мм ⁻¹	1.923	5.953	4.536
<i>F</i> (000)	928.0	1072.0	2432.0
Размер кристалла, мм	0.65 × 0.2 × 0.15	0.44 × 0.23 × 0.13	0.56 × 0.25 × 0.12
2 θ , град	6.6–56.996	6.504–56.996	5.79–57
Интервалы индексов	-21 ≤ <i>h</i> ≤ 21, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, -14 ≤ <i>l</i> ≤ 14	-21 ≤ <i>h</i> ≤ 21, -14 ≤ <i>k</i> ≤ 14, -14 ≤ <i>l</i> ≤ 14	-12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -24 ≤ <i>k</i> ≤ 24, -32 ≤ <i>l</i> ≤ 32
Всего отражений	17260	23225	196560
Независимых отражений	2198	2295	19914
<i>R</i> _{int}	0.0321	0.0377	0.0474
Число уточняемых параметров	115	116	837
GOOF	1.148	1.083	1.079
<i>R</i> -Факторы по <i>F</i> ² > 2 σ (<i>F</i> ²)	<i>R</i> ₁ 0.0247, <i>wR</i> ₂ 0.0676	<i>R</i> ₁ 0.0256, <i>wR</i> ₂ 0.0590	<i>R</i> ₁ 0.0441, <i>wR</i> ₂ 0.0839
<i>R</i> -Факторы по всем отражениям	<i>R</i> ₁ 0.0298, <i>wR</i> ₂ 0.0731	<i>R</i> ₁ 0.0326, <i>wR</i> ₂ 0.0649	<i>R</i> ₁ 0.0633, <i>wR</i> ₂ 0.0948
Остаточная электронная плотность (max/min), <i>e</i> /Å ³	0.58/–0.51	0.77/–0.51	1.82/–1.67

432 см⁻¹ (Sb–C) соответственно, полосы при ~780 и 3600 см⁻¹ [785 (**5**), 779 (**2**), 775 (**3**), 775 (**4**) и 3067 (**5**), 3055 (**2**), 3061 (**3**), 3055 (**4**)], относящиеся к деформационным и валентным колебаниям связи С–Н, а также полоса связи С–F при 1211 (**5**), 1223 (**2**), 1223 (**3**), 1221 см⁻¹ (**4**).

Кристаллы соединений **2–5** получены перекристаллизацией из смеси бензол–октан (5:1, по объему), однако пригодными для кристаллографических исследований оказались только образцы соединений **2–4**. По данным PCA (табл. 1), в centrosymmetric молекулах соединений **2** и **3** атомы сурьмы имеют тригонально-бипирамидальное окружение с электроотрицательными лигандами в аксиальных положениях (рис. 1). Такое же

тригонально-бипирамидальное окружение атома металла с атомами иода в аксиальных положениях наблюдается и в четырех кристаллографически независимых молекулах соединения **4** (рис. 2).

Валентные углы при атоме сурьмы изменяются в небольших интервалах: аксиальные углы HlgSbHlg 175.88(2)–177.62(3)°, углы в экваториальной плоскости CSbC 114.2(2)–124.6(2)°, углы между аксиальными и экваториальными заместителями HlgSbC 86.74(14)–92.32(17)° (табл. 2). Суммы углов в экваториальной плоскости (359.98–360°) практически не отличаются от 360°. Длины связей Sb–Hlg 2.4598(17) (**2**), 2.6246(15) (**3**) и 2.8487(11)–2.8904(11) Å (**4**) несколько больше суммы ковалентных радиусов атомов Sb и

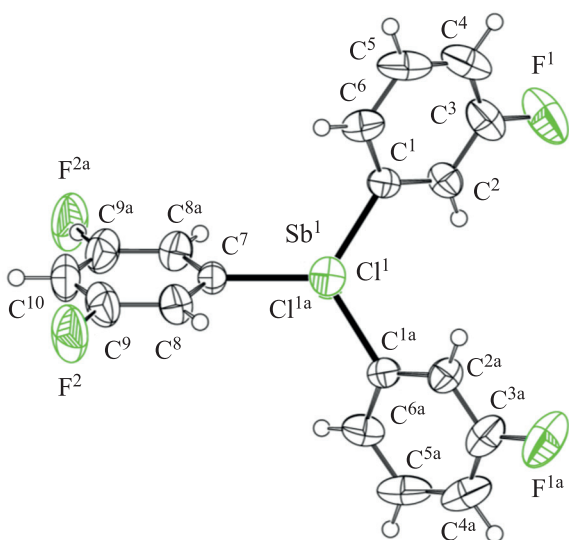


Рис. 1. Общий вид молекулы дихлорида трис(3-фторфенил)сурьмы **2** в кристалле.

Hlg (2.40, 2.55 и 2.74 Å [22]). Расстояния Sb–C 2.104(3)–2.124(4) (**2**), 2.107(3)–2.130(4) (**3**) и 2.096(3)–2.144(6) Å (**4**) близки к сумме ковалентных радиусов атомов сурьмы и углерода (2.19 Å [22]). Арильные циклы находятся в «пропеллер-

ной» конформации вследствие небольшого поворота в одном направлении вокруг связей Sb–C.

В кристаллах соединений **2** и **3** молекулы дигалогенидов триарилсурьмы образуют цепи за счет слабых межмолекулярных взаимодействий F⋯F (2.861, 2.869 Å) и H⋯F. В соединении **4** обнаружена сложная система межмолекулярных контактов I⋯I (3.901 Å) и водородных связей H⋯I (3.19 Å) и H⋯F (2.42–2.65 Å), в которых участвуют атомы H^o и Hⁿ арильных заместителей.

Таким образом, впервые синтезированы дигалогениды трис(3-фторфенил)сурьмы (3-FC₆H₄)₃SbHlg₂ (Hlg = F, Cl, Br, I) и методом рентгеноструктурного анализа установлено строение дихлорида, дибромида и диiodида.

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 **2–4** проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 QUEST Bruker (MoK_α-излучение, λ 0.71073 Å, графитовый моно-

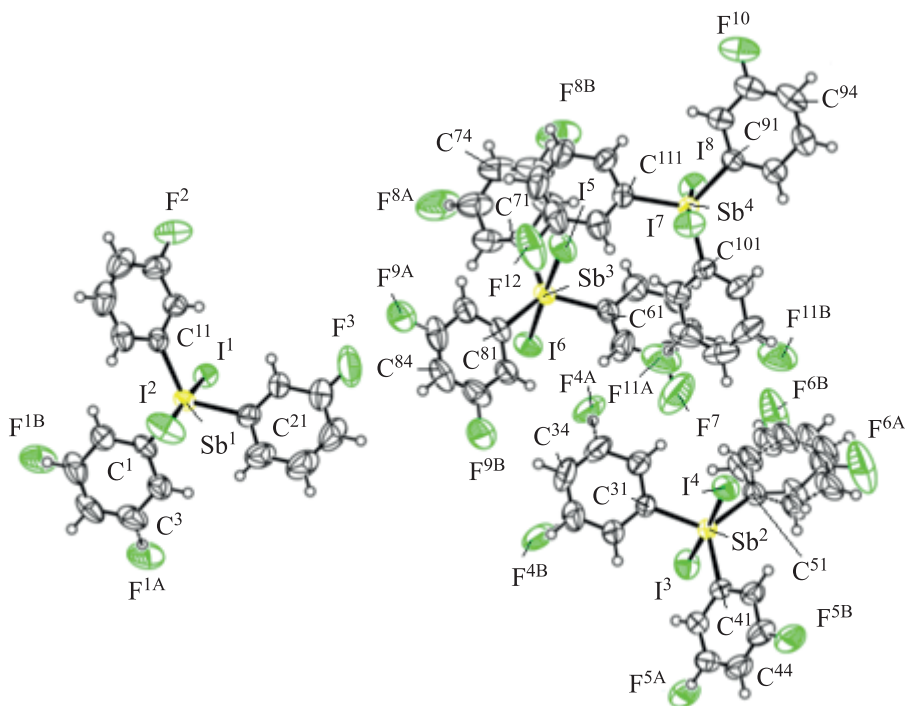


Рис. 2. Общий вид молекул диiodида трис(3-фторфенил)сурьмы **4** в кристалле.

Таблица 2. Основные длины связей и валентных углов в молекулах соединений 2–4

Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град	Связь	<i>d</i> , Å	Угол	ω, град
2^a							
Sb ¹ –Cl ¹	2.4598(17)	Cl ¹ Sb ¹ Cl ^{1a}	177.62(3)	C ⁷ –C ⁸	1.382(3)	C ¹ Sb ¹ C ⁷	121.89(7)
Sb ¹ –Cl ^{1a}	2.4598(17)	C ⁷ Sb ¹ Cl ¹	91.192(15)	C ⁸ –C ⁹	1.378(5)	C ^{1a} Sb ¹ C ¹	116.21(15)
Sb ¹ –C ⁷	2.124(4)	C ¹ Sb ¹ Cl ¹	89.59(8)	C ⁹ –F ²	1.378(6)	C ⁸ C ⁷ Sb ¹	119.82(19)
Sb ¹ –C ¹	2.104(3)	C ^{1a} Sb ¹ C ⁷	121.89(7)	C ³ –F ¹	1.335(5)	F ¹ C ³ C ⁴	118.5(3)
3^b							
Sb ¹ –Br ¹	2.6246(15)	Br ^{1a} Sb ¹ Br ¹	177.455(18)	Sb ¹ –C ¹¹	2.130(4)	C ^{1a} Sb ¹ C ¹	116.24(17)
Sb ¹ –Br ^{1a}	2.6246(15)	C ¹ Sb ¹ Br ¹	89.17(9)	F ¹ –C ³	1.337(5)	C ¹ Sb ¹ C ¹¹	121.88(9)
Sb ¹ –C ¹	2.107(3)	C ^{1a} Sb ¹ Br ¹	89.49(9)	F ² –C ¹³	1.380(7)	C ¹¹ Sb ¹ Br ¹	91.273(9)
Sb ¹ –C ^{1a}	2.107(3)	C ¹ Sb ¹ Br ¹	89.49(9)				
4							
Sb ⁴ –I ⁷	2.8630(11)	I ⁸ Sb ⁴ I ⁷	176.04(2)	Sb ² –C ³¹	2.113(6)	I ³ Sb ² I ⁴	175.88(2)
Sb ⁴ –I ⁸	2.8487(11)	C ¹¹¹ Sb ⁴ I ⁸	92.32(17)	Sb ² –C ⁴¹	2.133(6)	C ³¹ Sb ² I ⁴	88.13(17)
Sb ⁴ –C ¹¹¹	2.124(6)	C ¹⁰¹ Sb ⁴ C ¹¹¹	114.2(2)	Sb ² –C ⁵¹	2.107(6)	C ³¹ Sb ² C ⁴¹	118.9(2)
Sb ⁴ –C ¹⁰¹	2.098(3)	C ⁹¹ Sb ⁴ I ⁷	86.74(14)	Sb ¹ –I ¹	2.8904(11)	C ⁴¹ Sb ² I ³	92.08(18)
Sb ⁴ –C ⁹¹	2.097(3)	C ⁹¹ Sb ⁴ C ¹¹¹	122.7(2)	Sb ¹ –I ²	2.8613(11)	C ⁵¹ Sb ² C ³¹	120.1(3)
Sb ³ –I ⁵	2.8705(12)	C ⁹¹ Sb ⁴ C ¹⁰¹	123.08(17)	Sb ¹ –C ¹¹	2.144(6)	C ⁵¹ Sb ² C ⁴¹	120.9(3)
Sb ³ –I ⁶	2.8713(12)	I ⁵ Sb ³ I ⁶	176.60(2)	Sb ¹ –C ¹	2.096(3)	I ³ Sb ¹ I ¹	177.41(2)
Sb ³ –C ⁸¹	2.124(6)	C ⁸¹ Sb ³ I ⁶	88.84(16)	Sb ¹ –C ²¹	2.120(3)	C ¹¹ Sb ¹ I ²	91.89(17)
Sb ³ –C ⁷¹	2.125(7)	C ⁸¹ Sb ³ C ⁷¹	119.8(3)	F ² –C ¹³	1.340(9)	C ¹ Sb ¹ C ¹¹	117.38(19)
Sb ³ –C ⁶¹	2.100(3)	C ⁷¹ Sb ³ I ⁵	91.94(19)	F ¹² –C ¹¹³	1.355(10)	C ¹ Sb ¹ C ²¹	118.03(18)
Sb ² –I ³	2.8608(12)	C ⁶¹ Sb ³ C ⁸¹	122.0(2)	F ⁷ –C ⁶³	1.323(8)	C ²¹ Sb ¹ C ¹¹	124.6(2)
Sb ² –I ⁴	2.8775(12)	C ⁶¹ Sb ³ C ⁷¹	118.3(2)	F ¹⁰ –C ⁹³	1.275(8)	C ²¹ Sb ¹ I ¹	88.38(14)

Преобразования симметрии: ^a 1–*x*, +*y*, 3/2–*z*. ^b –*x*, +*y*, 1/2–*z*.

хроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проводили по программам SMART и SAINT-Plus [23]. Все расчеты по определению и уточнению структуры молекул выполнены по программам SHELXL/PC [24] и OLEX2 [25]. Структура соединений 2–4 определена прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для не водородных атомов.

Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структуры соединений 2–4 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 2060275 (2), 2060199 (3), 2060277 (4)].

Дихлорид трис(3-фторфенил)сурьмы (2) синтезировали из трис(3-фторфенил)сурьмы и хлора

или хлорида меди(II) [26]. В первом случае выход составил 78%, во втором – 89%. Бесцветные кристаллы, т. пл. 111°C. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3055, 1587, 1474, 1420, 1269, 1211, 1121, 1084, 997, 905, 880, 853, 779, 721, 698, 675, 658, 542, 521, 432. Найдено, %: С 45.09; Н 2.62. С₁₈Н₁₂Cl₂F₃Sb. Вычислено, %: С 45.19; Н 2.51.

Дибромид трис(3-фторфенил)сурьмы (3) синтезировали аналогично из трис(3-фторфенил)сурьмы и брома или бромида меди(II). В первом случае выход составил 83%, во втором – 91%. Бесцветные кристаллы, т. пл. 121°C. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3051, 1585, 1572, 1472, 1420, 1300, 1267, 1223, 1163, 1115, 1084, 1051, 995, 903, 876, 849, 775, 673, 540, 519, 436. Найдено, %: С 38.00; Н 2.23. С₁₈Н₁₂Br₂F₃Sb. Вычислено, %: С 38.09; Н 2.12.

Диодид трис(3-фторфенил)сурьмы (4) синтезировали из трис(3-фторфенил)сурьмы и иода [26]. Выход 88%, светло-желтые кристаллы, т. разл. 120°C. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3055, 1585, 1470,

1420, 1300, 1267, 1221, 1161, 1113, 1082, 1051, 995, 897, 866, 849, 775, 671, 538, 519, 428. Найдено, %: С 32.58; Н 1.98. $C_{72}H_{48}F_{12}I_8Sb_4$. Вычислено, %: С 32.69; Н 1.82.

Дифторид трис(3-фторфенил)сурьмы (5) синтезировали из дихлорида трис(3-фторфенил)сурьмы и фтористого натрия [26]. Выход 90%, т. пл. 130°C. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3066, 1578, 1522, 1474, 1414, 1304, 1267, 1211, 1161, 1088, 1061, 999, 897, 856, 785, 679, 662, 544, 525, 505, 440, 405. Найдено, %: С 48.13; Н 2.78. $C_{18}H_{12}F_5Sb$. Вычислено, %: С 48.54; Н 2.70.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. // Коорд. хим. 2020. Т. 46. № 10. С. 579. doi 10.31857/S0132344X20100011; 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
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. // ЖНХ. 2015. Т. 60. № 12. С. 1631. doi 10.7868/S0044457X15120211; Sharutin V.V., Sharutina O.K. // Russ. J. Inorg. Chem. Vol. 60. N 12. P. 1631. doi 10.1134/S0036023615120219
12. Hirai M., Gabbai F.P. // Angew. Chem. Int. Ed. 2015. Vol. 54. P. 1205. doi 10.1002/anie.201410085
13. Matano Y., Nomura H., Suzuki H. // Inorg. Chem. 2000. Vol. 39. P. 1340. doi 10.1021/ic991120e
14. Matano Y., Nomura H., Suzuki H. // Inorg. Chem. 2002. Vol. 41. P. 1940. doi 10.1021/ic0110575
15. 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
16. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Решетникова Р.В., Лобанова Е.В., Ефремов А.Н. // ЖНХ. 2017. Т. 62. № 11. С. 1457; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Reshetnikova R.V., Lobanova E.V., Efremov A.N. // Russ. J. Inorg. Chem. 2017. Vol. 62. N 11. P. 1450. doi 10.1134/S003602361711016X
17. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н., Андреев П.В. // Коорд. хим. 2018. Т. 44. № 5. С. 333. doi 10.1134/S0132344X18050109; Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Andreev P.V. // Russ. J. Coord. Chem. 2018. Vol. 44. N 10. P. 635. doi 10.1134/S107032841810010X
18. Ефремов А.Н. // Вестн. ЮУрГУ. Сер. Химия. 2019. Т. 11. № 1. С. 34. doi 10.14529/chem190104
19. Yin H., Quan L., Li L. // Inorg. Chem. Commun. 2008. Vol. 11. P. 1121. doi 10.1016/j.inoche.2008.06.017
20. Shu W., Liu D., Huang K., Wang K., Li Y. // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 1992. Vol. 2. N 2. P. 32.
21. Domagala M., Huber F., Preut H. // Z. anorg. allg. Chem. 1989. Bd 574. S. 130. doi 10.1002/zaac.655740114
22. Бацанов С.С. // ЖНХ. 1991. Т. 36. № 12. С. 3015.
23. Bruker (1998). SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.
24. 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.
25. 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
26. Кочешков К.А., Сколдинов А.П., Землянский Н.Н. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут. М.: Наука, 1976. 483 с.

Tris(3-fluorophenyl)antimony Dihalides: 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 March 5, 2021; revised March 11, 2021; accepted March 15, 2021

The reaction of tris(3-fluorophenyl)antimony with chlorine, bromine and iodine in benzene afforded tris(3-fluorophenyl)antimony dichloride, dibromide and diiodide. Dichloride and dibromide were also obtained by reacting tris(3-fluorophenyl)antimony with copper dihalides in acetone. Tris(3-fluorophenyl)antimony difluoride was obtained in an exchange reaction from tris(3-fluorophenyl)antimony dichloride and sodium fluoride. According to single crystal X-ray diffraction analysis, centrosymmetric dichloride and dibromide molecules and four types of crystallographically independent diiodide molecules have a trigonal pyramid configuration with electronegative ligands in axial positions.

Keywords: tris(3-fluorophenyl)antimony, triorganylantimony dihalides, X-ray diffraction analysis