

СТРОЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. СООБЩЕНИЕ 1

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение семи органических и элементоорганических соединений. РСА соединений проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (MoK_α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Соединение $[p\text{-Tol}_4\text{Sb}]\{\text{F}_3\text{CC}(\text{O})\text{CHC}(\text{O})\text{CF}_3\}_2\text{Li}\}$ (**1**), $P-1$, $a = 8,662(15)$, $b = 11,964(18)$, $c = 20,94(5) \text{ \AA}$, $\alpha = 65,71(9)$, $\beta = 95,20(7)$, $\gamma = 102,74(5)$ град., $V = 2092(7) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{PhC}(\text{O})\text{CHC}(\text{O})\text{Ph}]$ (**2**), $P 21/n$, $a = 11,335(5) \text{ \AA}$, $b = 14,975(7) \text{ \AA}$, $c = 19,017(9) \text{ \AA}$, $\beta = 101,671(16)$ град., $V = 3161(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $\text{HOC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2)_2$ (**3**), $P-1$, $a = 5,023(4)$, $b = 7,556(10)$, $c = 10,611(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 69,16(4)$, $\beta = 86,07(4)$, $\gamma = 71,10(6)$ град., $V = 355,6(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{Ph}]\text{Br} \cdot \text{DMSO}$ (**4**), $P-1$, $a = 10,09(3)$, $b = 10,85(2)$, $c = 24,80(5) \text{ \AA}$, $\alpha = 80,42(7)$, $\beta = 80,26(9)$, $\gamma = 77,36(12)$ град., $V = 2588(10) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[(2\text{-MeO})(\text{Br}-5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Sb} \cdot 0,5\text{PhH}$ (**5**), $P 21/n$, $a = 9,082(7)$, $b = 21,248(12)$, $c = 13,802(12) \text{ \AA}$, $\beta = 106,09(4)$ град., $V = 2559(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $\text{Ph}_4\text{SbNO}_3 \cdot \text{PhH}$ (**6**), Cc , $a = 10,573(7)$, $b = 17,484(7)$, $c = 14,647(4) \text{ \AA}$, $\beta = 92,934(15)$ град., $V = 2704,1(16) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $[(2\text{-MeO})(\text{Cl}-5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Bi} \cdot \frac{1}{2} \text{PhH}$ (**7**), $P 21/n$, $a = 8,920(5) \text{ \AA}$, $b = 21,362(7) \text{ \AA}$, $c = 13,649(5) \text{ \AA}$, $\beta = 107,33(2)$ град., $V = 2482,8(17) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$.

Ключевые слова: строение, органическое, элементоорганическое соединение, рентгеноструктурный анализ.

При появлении в Южно-Уральском государственном университете современного дифрактометра D8 Quest возможность определения кристаллических структур органических, неорганических, координационных и элементоорганических соединений неизмеримо возросла, поэтому представлялось возможным определить строение не только основных кристаллических продуктов реакций, но и минорных, иногда выделяемых из реакционной смеси в следовых количествах, а также некоторых исходных соединений.

В продолжение изучения строения органических и элементоорганических производных в настоящей работе исследовано строение семи органических и элементоорганических соединений.

Экспериментальная часть

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **1–7** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (Mo K_α -излучение, $\lambda 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [1]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [2] и OLEX2 [3]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–8** 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 (№ 1919939 (**1**), № 1963503 (**2**), № 1919941 (**3**), № 1993004 (**4**), № 1980083 (**5**), № 1991905 (**6**), № 2044008 (**7**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Сотрудниками лаборатории химии элементоорганических соединений Южно-Уральского государственного университета (ЮУрГУ) задепонированы в банке структурных данных Кембриджского университета структуры более 800 элементоорганических, неорганических и органических производных [4]. Особенности строения многих комплексов переходных и непереходных металлов обсуждаются в ряде работ сотрудников ЮУрГУ [5–17] и иностранных авторов, например [18–31].

В продолжение изучения строения указанных производных в настоящей работе были расшифрованы структуры семи органических и элементоорганических соединений (рис. 1–7 и табл. 1, 2).

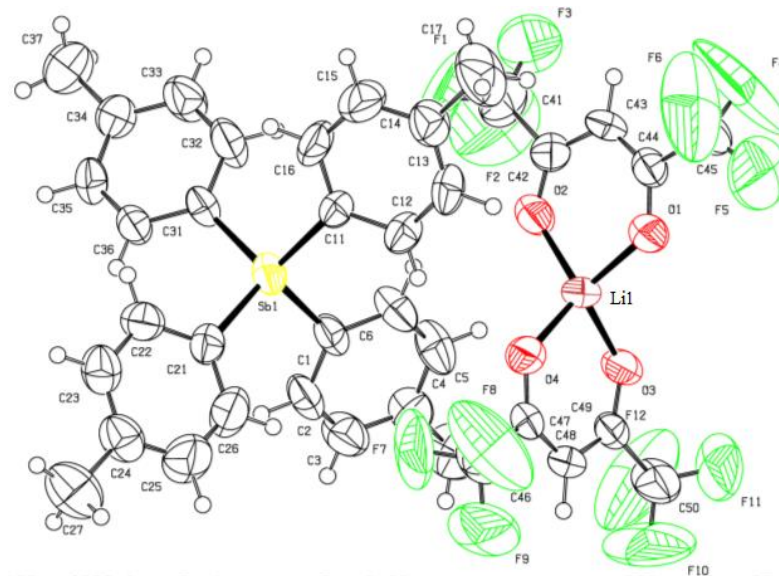


Рис. 1. Строение соединения $[p\text{-Tol}_4\text{Sb}][\text{F}_3\text{CC}(\text{O})\text{CHC}(\text{O})\text{CF}_3]_2\text{Li}$ (1)

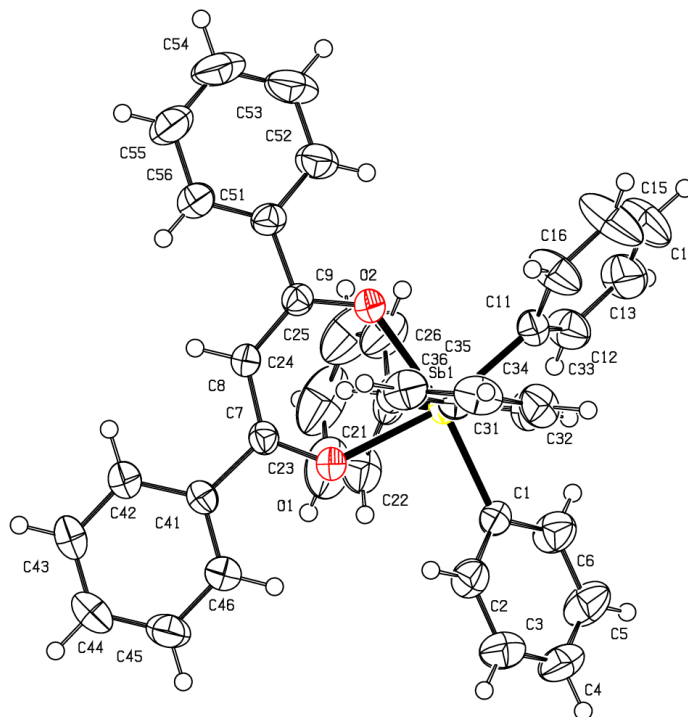
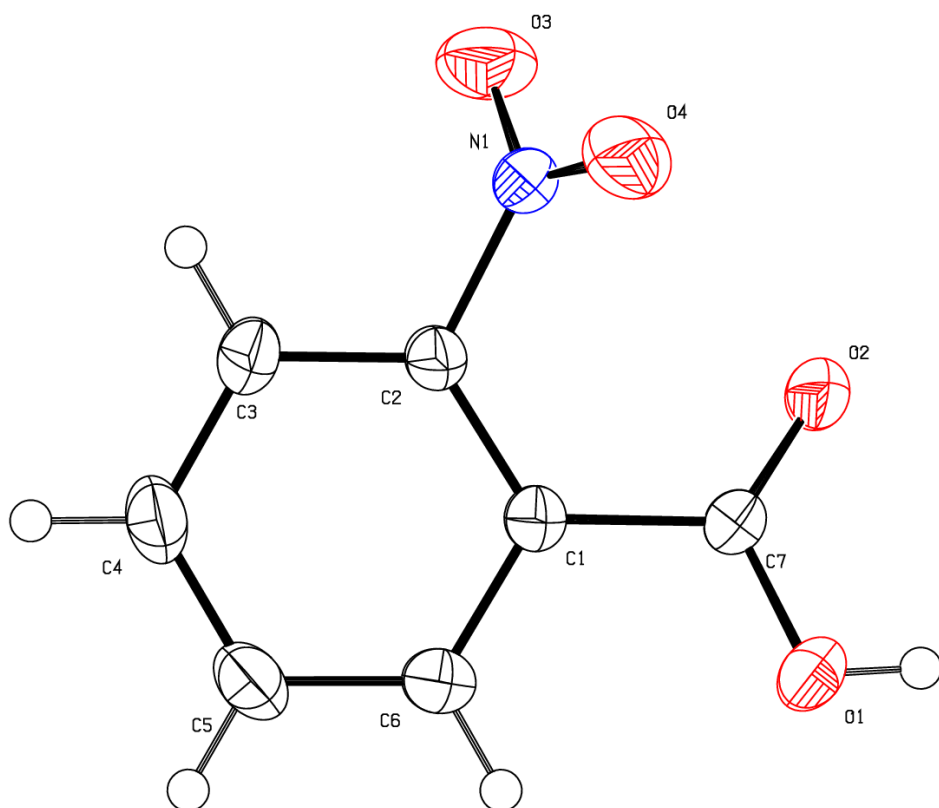
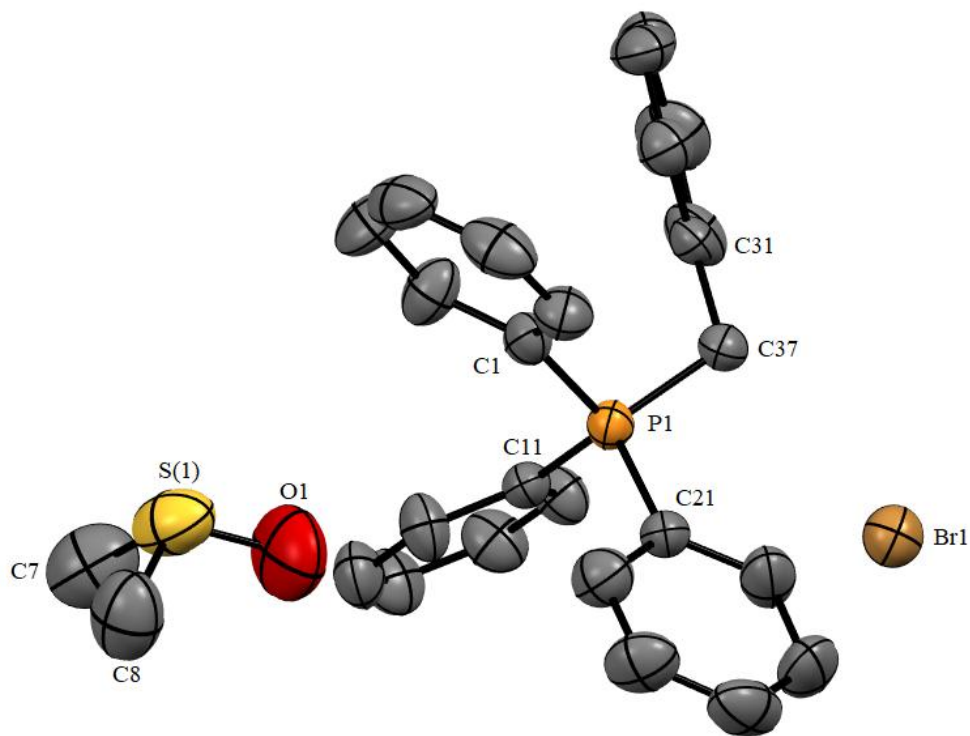


Рис. 2. Строение соединения $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{PhC}(\text{O})\text{CHC}(\text{O})\text{Ph}]_2$ (2)

Рис. 3. Строение соединения $\text{HOC(O)C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2\text{-2})$ (3)Рис. 4. Строение соединения $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{Ph}]\text{Br}\cdot\text{DMSO}$ (4)

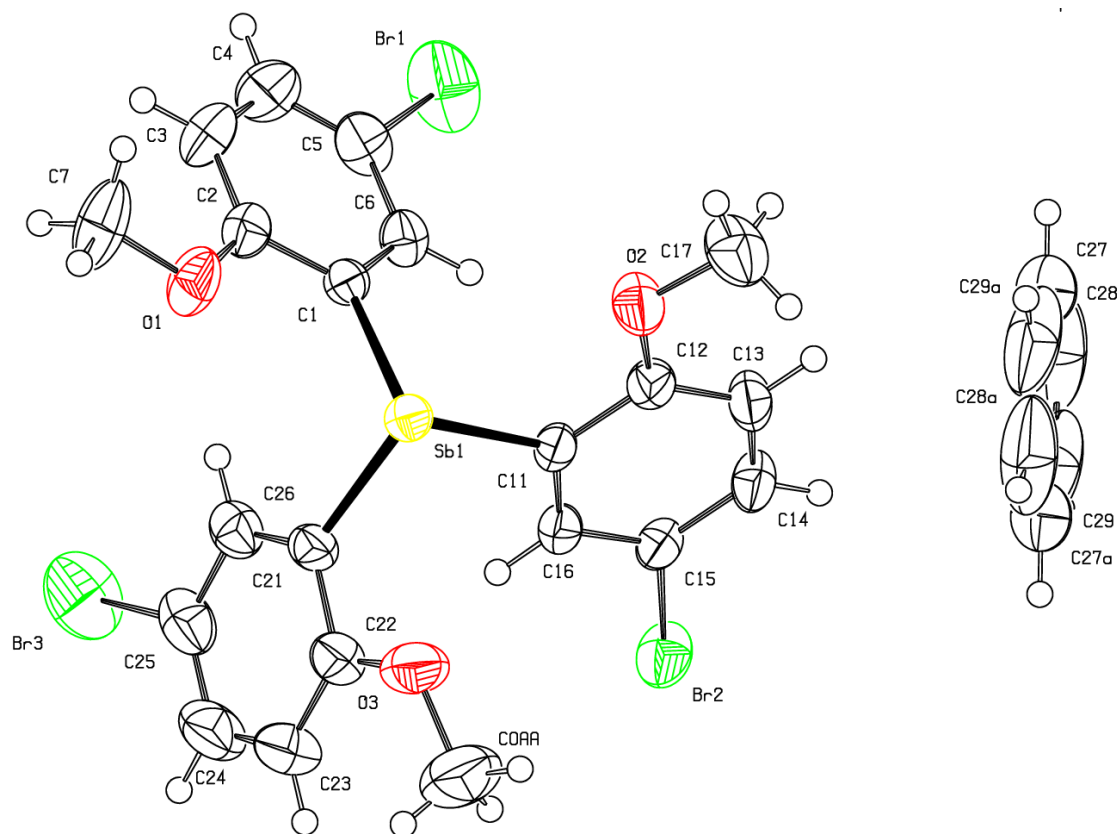


Рис. 5. Строение соединения $[(2\text{-MeO})(\text{Br-5})\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Sb} \cdot \frac{1}{2} \text{PhH}$ (5)

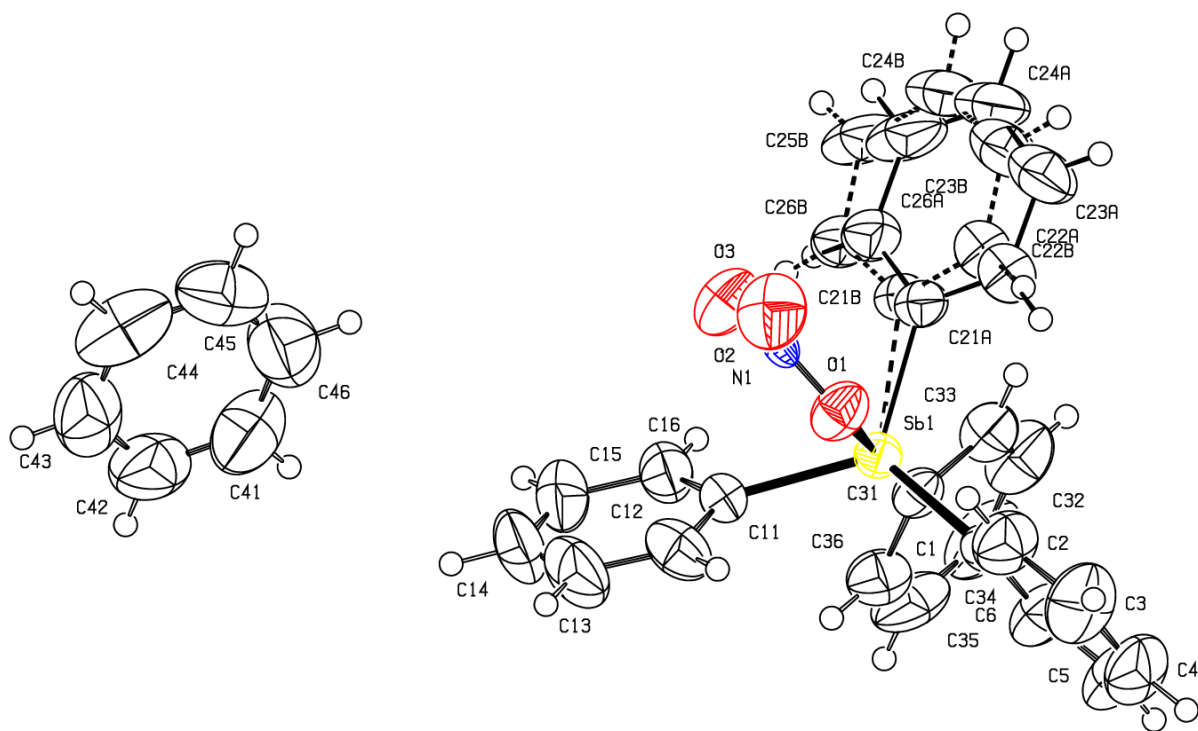
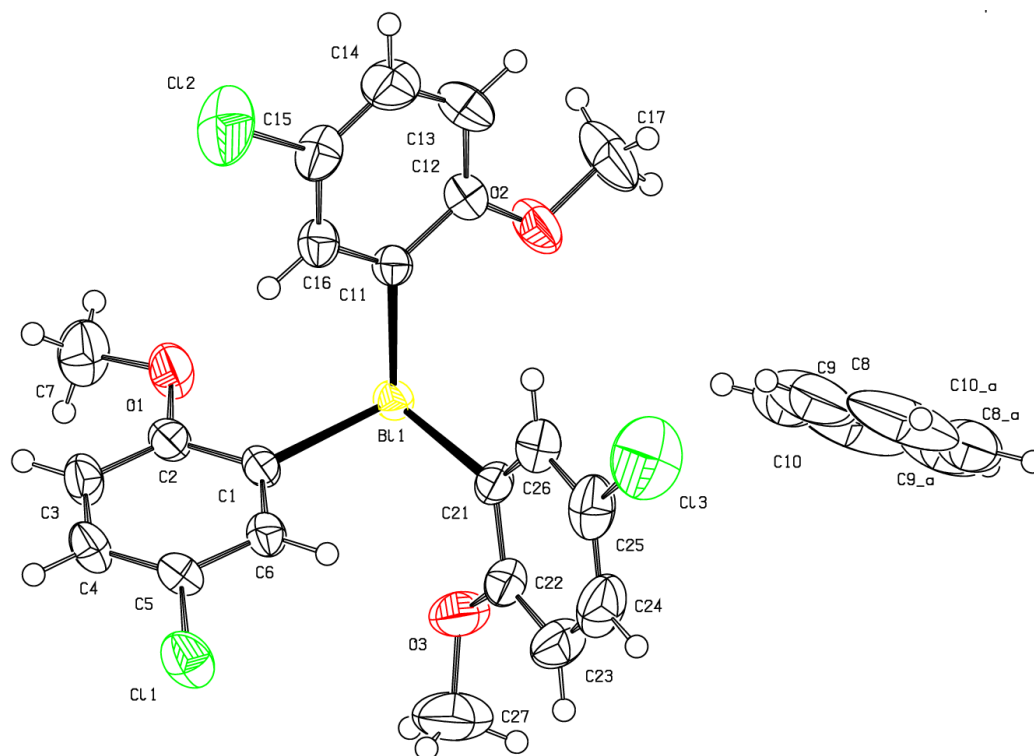


Рис. 6. Строение соединения $\text{Ph}_4\text{SbNO}_3 \cdot \text{PhH}$ (6)

Рис. 7. Строение соединения $[(2\text{-MeO})(\text{Cl-5})\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Bi} \cdot \frac{1}{2} \text{PhH}$ (7)Таблица 1
Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур соединений 1–7

Параметр	Значение						
	1	2	3	4	5	6	7
<i>M</i>	907,31	653,39	167,12	1022,87	718,89	570,27	672,74
Сингония	Триклинная	Моноклинная	Триклинная	Триклинная	Моноклинная	Моноклинная	Моноклинная
Пр. гр.	<i>P</i> -1	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>P</i> -1	<i>P</i> -1	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>Cc</i>	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>
<i>a</i> , Å	8,662(15)	11,335(5)	5,023(4)	10,09(3)	9,082(7)	10,573(4)	8,920(5)
<i>b</i> , Å	11,964(18)	14,975(7)	7,556(10)	10,85(2)	21,248(12)	17,484(7)	21,362(7)
<i>c</i> , Å	20,94(5)	19,017(9)	10,611(9)	24,80(5)	13,802(12)	14,647(4)	13,649(5)
α , град	95,71(9)	90,00	69,16(4)	80,42(7)	90,00	90,00	90,00
β , град	95,20(7)	101,671(16)	86,07(4)	80,26(9)	106,09(4)	92,934(15)	107,33(2)
γ , град	102,74(5)	90,00	71,10(6)	77,36(12)	90,00	90,00	90,00
<i>V</i> , Å ³	2092(7)	3161(3)	355,6(6)	2588(10)	2559(3)	2704,1(16)	2482,8(17)
<i>Z</i>	2	4	2	2	4	4	4
ρ (выч.), г/см ³	1,440	1,373	1,561	1,312	1,866	1,401	1,800
μ , мм ⁻¹	0,748	0,905	0,131	1,747	5,784	1,050	7,446
<i>F</i> (000)	904,0	1328,0	172,0	1056,0	1380,0	1152,0	1292,0
Форма кристалла (размер, мм)	0,63×0,58×0,27	0,3×0,23×0,21	0,46×0,3×0,13	0,49×0,3×0,13	0,51×0,17×0,07	0,52×0,46×0,23	0,5×0,11×0,09
Область сбора данных по 2 θ , град	5,6 – 46,8	5,86 – 55,92	6,02 – 66,36	5,48 – 49	6,04 – 58,6	7,02 – 57	6,12 – 55,82
Интервалы индексов отражений	$-9 \leq h \leq 9$, $-13 \leq k \leq 13$, $-23 \leq l \leq 23$	$-14 \leq h \leq 14$, $-19 \leq k \leq 19$, $-25 \leq l \leq 24$	$-7 \leq h \leq 7$, $-11 \leq k \leq 11$, $-16 \leq l \leq 16$	$-11 \leq h \leq 11$, $-12 \leq k \leq 12$, $-28 \leq l \leq 28$	$-12 \leq h \leq 12$, $-29 \leq k \leq 29$, $-18 \leq l \leq 18$	$-14 \leq h \leq 14$, $-23 \leq k \leq 23$, $-19 \leq l \leq 19$	$-11 \leq h \leq 11$, $-28 \leq k \leq 28$, $-17 \leq l \leq 17$
Измерено отражений	22995	62718	14572	34696	67546	34530	40401
Независимых отражений	5962 (<i>R</i> _{int} = 0,0393)	7536 (<i>R</i> _{int} = 0,0281)	2703 (<i>R</i> _{int} = 0,0324)	8322 (<i>R</i> _{int} = 0,0931)	6921 (<i>R</i> _{int} = 0,0580)	6824 (<i>R</i> _{int} = 0,0347)	5924 (<i>R</i> _{int} = 0,0334)

Параметр	Значение						
	1	2	3	4	5	6	7
Число отражений с $F^2 > 2\sigma(F^2)$	4793	6450	1852	5266	5345	5902	5222
Переменных уточнения	509	379	110	563	283	288	283
<i>GOOF</i>	1,028	1,157	1,044	1,027	1,083	1,016	1,150
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0644$, $wR_2 = 0,1580$	$R_1 = 0,0272$, $wR_2 = 0,0591$	$R_1 = 0,0502$, $wR_2 = 0,1225$	$R_1 = 0,0745$, $wR_2 = 0,2179$	$R_1 = 0,0355$, $wR_2 = 0,0758$	$R_1 = 0,0315$, $wR_2 = 0,0736$	$R_1 = 0,0269$, $wR_2 = 0,0623$
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0831$, $wR_2 = 0,1759$	$R_1 = 0,0360$, $wR_2 = 0,0650$	$R_1 = 0,0808$, $wR_2 = 0,1371$	$R_1 = 0,1194$, $wR_2 = 0,2544$	$R_1 = 0,0551$, $wR_2 = 0,0824$	$R_1 = 0,0412$, $wR_2 = 0,0772$	$R_1 = 0,0330$, $wR_2 = 0,0654$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{\AA}^3$	1,50/–0,60	0,69/–0,58	0,28/–0,31	1,19/–1,04	0,53/–1,09	0,64/–0,54	0,48/–2,02

Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1–7

Связь	Длина, Å	Угол	ω , град.
1			
Sb(1)–C(21)	2,100(8)	C(21)Sb(1)C(1)	107,5(3)
Sb(1)–C(1)	2,108(8)	C(21)Sb(1)C(11)	114,2(3)
Sb(1)–C(11)	2,103(7)	C(11)Sb(1)C(1)	108,9(3)
Sb(1)–C(31)	2,091(8)	C(31)Sb(1)C(21)	109,3(3)
O(1)–C(44)	1,248(8)	C(31)Sb(1)C(1)	110,0(3)
O(1)–Li(1)	1,927(12)	C(31)Sb(1)C(11)	106,9(3)
O(2)–C(42)	1,234(9)	C(44)O(1)Li(1)	123,1(6)
O(2)–Li(1)	1,918(13)	C(42)O(2)Li(1)	124,1(6)
F(8)–C(46)	1,255(12)	C(47)O(4)Li(1)	123,7(6)
F(9)–C(46)	1,319(12)	C(49)O(3)Li(1)	123,9(6)
O(4)–C(47)	1,249(8)	O(2)C(42)C(43)	127,4(7)
O(4)–Li(1)	1,920(13)	O(2)C(42)C(41)	115,2(9)
F(7)–C(46)	1,267(12)	F(6)C(45)C(44)	115,6(10)
O(3)–C(49)	1,236(9)	F(6)C(45)F(5)	101,4(13)
O(3)–Li(1)	1,928(12)	F(5)C(45)C(44)	115,5(8)
C(42)–C(43)	1,399(11)	C(22)C(21)Sb(1)	119,3(5)
C(42)–C(41)	1,507(13)	C(26)C(21)Sb(1)	120,5(6)
2			
Sb(1)–O(1)	2,2608(18)	O(2)Sb(1)O(1)	78,77(5)
Sb(1)–O(2)	2,2355(17)	C(31)Sb(1)O(1)	82,09(7)
Sb(1)–C(31)	2,157(2)	C(31)Sb(1)O(2)	80,87(8)
Sb(1)–C(1)	2,164(2)	C(31)Sb(1)C(1)	95,10(8)
Sb(1)–C(21)	2,151(2)	C(31)Sb(1)C(11)	97,31(8)
Sb(1)–C(11)	2,158(2)	C(1)Sb(1)O(1)	89,89(7)
O(1)–C(7)	1,282(2)	C(1)Sb(1)O(2)	168,36(7)
O(2)–C(9)	1,275(2)	C(21)Sb(1)O(1)	81,39(8)
C(31)–C(36)	1,386(3)	C(21)Sb(1)O(2)	83,91(8)
C(31)–C(32)	1,386(3)	C(21)Sb(1)C(31)	159,41(8)
C(1)–C(2)	1,385(3)	C(21)Sb(1)C(1)	97,09(9)
C(1)–C(6)	1,385(3)	C(21)Sb(1)C(11)	95,69(9)
C(7)–C(41)	1,500(3)	C(11)Sb(1)O(1)	165,78(7)

Продолжение табл. 2

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град.
3			
O(2)–C(7)	1,229(2)	C(3)C(2)N(1)	116,23(13)
O(4)–N(1)	1,2172(17)	C(1)C(2)N(1)	121,23(12)
O(1)–C(7)	1,3072(18)	C(2)C(1)C(7)	122,66(11)
O(3)–N(1)	1,2209(18)	C(2)C(1)C(6)	117,42(12)
C(4)–C(3)	1,389(2)	C(6)C(1)C(7)	119,58(13)
C(4)–C(5)	1,383(2)	O(2)C(7)O(1)	123,73(13)
C(3)–C(2)	1,385(2)	O(2)C(7)C(1)	121,72(13)
C(2)–C(1)	1,3967(19)	O(1)C(7)C(1)	114,45(12)
C(2)–N(1)	1,477(2)	O(4)N(1)O(3)	124,11(12)
C(1)–C(7)	1,487(2)	O(4)N(1)C(2)	118,15(12)
C(1)–C(6)	1,397(2)	O(3)N(1)C(2)	117,64(11)
C(6)–C(5)	1,390(3)	C(5)C(6)C(1)	120,76(14)
4			
S(1)–O(1)	1,494(8)	O(1)S(1)C(7)	107,1(5)
S(1)–C(7)	1,772(11)	O(1)S(1)C(8)	107,7(5)
S(1)–C(8)	1,737(12)	C(8)S(1)C(7)	98,6(6)
P(1)–C(37)	1,808(7)	C(37)P(1)C(11)	112,6(3)
P(1)–C(11)	1,809(7)	C(37)P(1)C(21)	108,5(3)
P(1)–C(21)	1,815(7)	C(11)P(1)C(21)	108,1(3)
P(1)–C(1)	1,794(8)	C(1)P(1)C(37)	109,8(3)
P(2)–C(61)	1,806(7)	C(1)P(1)C(11)	109,2(3)
P(2)–C(77)	1,818(7)	C(1)P(1)C(21)	108,5(3)
P(2)–C(51)	1,799(7)	C(61)P(2)C(77)	112,3(3)
P(2)–C(41)	1,825(7)	C(61)P(2)C(41)	108,2(3)
S(2)–O(2)	1,448(7)	C(77)P(2)C(41)	110,3(3)
S(2)–C(47)	1,771(11)	C(51)P(2)C(61)	109,1(3)
5			
Sb(1)–C(21)	2,161(4)	C(21)Sb(1)C(11)	92,84(11)
Sb(1)–C(11)	2,162(3)	C(21)Sb(1)C(1)	95,13(12)
Sb(1)–C(1)	2,166(3)	C(11)Sb(1)C(1)	94,23(12)
Br(1)–C(5)	1,913(4)	C(2)O(1)C(7)	117,7(3)
Br(2)–C(15)	1,905(3)	C(12)O(2)C(17)	118,2(3)
Br(3)–C(25)	1,905(4)	O(3)C(22)C(21)	114,4(3)
O(1)–C(2)	1,374(4)	O(3)C(22)C(23)	124,4(3)
O(1)–C(7)	1,422(4)	C(23)C(22)C(21)	121,2(4)
O(2)–C(12)	1,369(4)	C(22)C(21)Sb(1)	116,0(2)
O(2)–C(17)	1,425(4)	C(26)C(21)Sb(1)	125,4(2)
O(3)–C(22)	1,366(4)	C(26)C(21)C(22)	118,5(3)
C(22)–C(21)	1,405(5)	C(12)C(11)Sb(1)	117,6(2)
C(22)–C(23)	1,386(5)	C(16)C(11)Sb(1)	123,4(2)
6			
Sb(1)–C(1)	2,123(2)	C(1)Sb(1)O(1)	79,76(10)
Sb(1)–O(1)	2,481(3)	C(31)Sb(1)O(1)	177,55(12)
Sb(1)–C(31)	2,153(4)	C(11)Sb(1)C(1)	119,50(13)
Sb(1)–C(11)	2,107(4)	C(11)Sb(1)C(31)	99,51(16)
Sb(1)–C(21A)	2,072(5)	C(11)Sb(1)C(21B)	113,7(7)
Sb(1)–C(21B)	2,108(16)	C(21A)Sb(1)C(1)	112,8(3)
C(1)–C(2)	1,3900	C(21A)Sb(1)C(31)	97,1(4)
O(1)–N(1)	1,207(4)	C(21A)Sb(1)C(11)	121,4(3)
N(1)–O(2)	1,279(4)	C(21B)Sb(1)C(1)	119,9(7)

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град.
N(1)–O(3)	1,245(4)	C(21B)Sb(1)C(31)	98,3(10)
7			
Bi(1)–C(1)	2,267(3)	C(11)Bi(1)C(1)	92,96(12)
Bi(1)–C(11)	2,261(3)	C(21)Bi(1)C(1)	90,26(12)
Bi(1)–C(21)	2,253(3)	C(21)Bi(1)C(11)	92,96(12)
Cl(1)–C(5)	1,749(3)	C(2)O(1)C(7)	118,2(3)
Cl(2)–C(15)	1,747(4)	C(12)O(2)C(17)	117,6(3)
Cl(3)–C(25)	1,752(5)	C(22)O(3)C(27)	118,4(4)
O(1)–C(2)	1,376(4)	C(2)C(1)Bi(1)	116,4(2)
O(1)–C(7)	1,418(5)	C(6)C(1)Bi(1)	124,3(2)
O(2)–C(12)	1,375(4)	C(6)C(1)C(2)	119,3(3)
O(2)–C(17)	1,421(5)	O(1)C(2)C(1)	115,3(3)
O(3)–C(22)	1,376(5)	O(1)C(2)C(3)	123,8(3)
O(3)–C(27)	1,420(6)	O(2)C(12)C(11)	114,5(3)
C(1)–C(2)	1,392(5)	O(2)C(12)C(13)	124,2(3)

Выводы

В настоящей работе методом PCA расшифровано строение семи органических и элементоорганических соединений.

Литература

1. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
2. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures from Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
3. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // J. Appl. Cryst. – 2009. – V. 42. – P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
4. Cambridge Crystallographic Data Center. 2019 (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
5. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.
6. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // J. Organomet. Chem. – 2015. – V. 798. – P. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002
7. Synthesis and Structure of *bis*(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // Mendeleev Commun. – 2018. – V. 28. – P. 621–622. DOI: 10.1016/j.mencom.2018.11.019
8. Synthesis and Structure of Chlorotriphenylantimony Pentafluoro- and Pentachloroaroxides / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.N. Efremov et al. // J. Fluor. Chem. – 2018. – V. 216. – P. 7–10. DOI: 10.1016/j.jfluchem.2018.09.005
9. Синтез, реакции и строение арильных соединений пятивалентной сурьмы / В.В. Шарутин, А.И. Поддельский, О.К. Шарутина // Коорд. химия. – 2020. – Т. 46, № 10. – С. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011
10. Synthesis and Structure of a New Tetranuclear Macrocyclic Antimony(V) Complex / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // Mendeleev Commun. – 2020. – V. 30, № 1. – P. 97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.032
11. Synthesis and Structure of Boron Difluoride Binuclear β -Diketones / I.V. Svistunova, G.O. Tretyakova, X.N. Pyzyrkov, V.V. Sharutin // Inorg. Chim. Acta. – 2020. – V. 501. – P. 119–230. DOI: 10.1016/j.ica.2019.119230

12. Синтез и строение 2-фенилкарборанилкарбоксилата дифенилвисмута / В.И. Брегадзе, С.А. Глазун, А.Н. Ефремов, В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 1. – С. 5–13. DOI: 10.14529/chem200101
13. Арильные сурьмаорганические производные трехкоординированного углерода / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Журн. неорганической химии. – 2020. – Т. 65, № 1. – С. 49–55. DOI: 10.31857/S0044457X20010158
14. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I₂: Isolation of [Ar₃SbI]⁺ Salt / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, A.S. Novikov, S.A. Adonin // New J. Chem. – 2020. – V. 44. – P. 14339–14342. DOI: 10.1039/d0nj02774j
15. Шарутин, В.В. Строение органических и элементоорганических соединений / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 3. – С. 40–49. DOI: 10.14529/chem190305
16. Шарутин, В.В. Строение минорных продуктов реакций диiodодицианоурата калия с галогенидами тетраорганилфосфора и –сурьмы / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 2. – С. 74–84. DOI: 10.14529/chem200208
17. Шарутин, В.В. Строение сурьмаорганических соединений [C₅H₄Mn(CO)₃]₃Sb, (4-Me₂NC₆H₄)₃SbI₂, Ph₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂, (3-MeC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH и (3-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 79–91. DOI: 10.14529/chem200405
18. Шарутин, В.В. Исследование кристаллических структур 2,4,6-трихлорфеноксида и 3,4,5-трифторбензоата тетра(*n*-толил)сурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов // Журн. структурной химии. – 2020. – Т. 61, № 9. – С. 1490–1497. DOI: 10.26902/JSC_id60682
19. Шарутин, В.В. Синтез и строение комплексов золота [Ph₃PR]⁺ [Au(CN)₂I₂-trans][–], R = Et, CH₂Ph, Ph. / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Н.М. Тарасова и др. // Известия Академии наук. Серия химическая. – 2020. – № 10. – С. 1892–1896.
20. Assefaa, Z. Hydrothermal Syntheses, Structural, Raman, and Luminescence Studies of Cm[M(CN)₂]₃ · 3H₂O and Pr[M(CN)₂]₃ · 3H₂O (M = Ag, Au) 2. Hetero-bimetallic Coordination Polymers Consisting of *Trans*-plutonium and Transition Metal Elements / Z. Assefaa, R.G. Haireb, R.E. Sykorac // Journal of Solid State Chemistry. – 2008. – V. 181. – P. 382–391. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.11.036.
21. Tunable Photoluminescence of Closed-shell Heterobimetallic Au–Ag Dicyanide Layered Systems / J.C.F. Colis, Ch.Larochelle, E.J. Fernandez et. al. // J. Phys. Chem. B. – 2005. – V. 109. – P. 4317–4323. DOI: 10.1021/jp045868g.
22. Hydrothermal Synthesis, Structural, Raman, and Luminescence Studies of Am[M(CN)₂]₃·3H₂O and Nd[M(CN)₂]₃ · 3H₂O (M=Ag, Au): Bimetallic Coordination Polymers Containing Both *Trans*-plutonium and Transition Metal Elements / Z. Assefaa, K. Kalachnikova, R.G. Hairec et al. // Journal of Solid State Chemistry. – 2007. – V. 180. – P. 3121–3129. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.08.032.
23. Roberts, R.J. Color-tunable and White-light Luminescence in Lanthanide–dicyanoaurate Coordination Polymers / R.J. Roberts, D. Le, D.B. Leznoff // Inorg. Chem. – 2017. – V. 56, iss. 14. – P. 7948–7959. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00735.
24. Carbodicarbenes: Unexpected π-Accepting Ability during Reactivity with Small Molecules / W.-C. Chen, W.-C. Shih, T. Jurca et al. // J. Am. Chem. Soc. – 2017. – V. 139. – P. 12830–12836. DOI: 10.1021/jacs.7b08031.
25. Form Formation of a Dicyanotriorganophosphorane from the Reaction of Triphenylphosphane with Phenylselenocyanate / N.A. Barnes, S.M. Godfrey, R.T.A. Halton et al. // Angew. Chem. Int. Ed. – 2006. – V. 45. – P. 1272–1275. DOI: 10.1002/anie.200503335.
26. 5-Organyl-5-phosphaspiro[4.4]nonanes: a Contribution to the Structural Chemistry of Spirocyclic tetraalkylphosphonium Salts and Pentaalkylphosphoranes / U. Monkowius, N.W. Mitzel, A. Schier, H. Schmidbaur // J. Am. Chem. Soc. – 2002. – V. 124. – P. 6126–6132. DOI: 10.1021/ja012041g.
27. Diphosphanylketenimines: New Reagents for the Synthesis of Unique Phosphorus Heterocycles / J. Ruiz, F. Marquinez, V. Riera et al. // Chem.-Eur. J. – 2002. – V. 8. – P. 3872–3878. DOI: 10.1002/1521-3765(20020902)8:17.

28. Muller, G. Crystal and Molecular Structure of $P(C_6H_5)_5 \cdot 0.5$ THF / G. Muller, U.J. Bildmann // Z. Naturforsch. B. Chem. Sci. – 2004. – Bd. 59, № 11–12. – P. 1411–1414. DOI: 10.1515/znb-2004-11-1207.

29. A Facile Access to $1\lambda^5$, $3\lambda^5$ -Benzodiphospholes / H.J. Bestmann, H.P. Oechsner, C. Egerer-Sieber et. al. // Angew. Chem. Int. Ed. – 1995. – V. 34. – P. 2017–2020. DOI: 10.1002/anie.199520171.

30. Palladium Complexes with Pyrimidine-functionalized *n*-Heterocyclic Carbene Ligands: Synthesis, Structure and Catalytic Activity / D. Meyer, M.A. Taige, A. Zeller et al. // Organometallics. – 2009. – V. 28, № 7. – P. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.

31. On the Electronic Impact of Abnormal C4-bonding in N-heterocyclic Carbene Complexes / M. Heckenroth, A. Neels, M.G. Garnier et al. // Chem. Eur. J. – 2009. – V. 15, № 37. – P. 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.

Шарутин Владимир Викторович – доктор химических наук, главный научный сотрудник управления научной и инновационной деятельности, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutin50@mail.ru.

Поступила в редакцию 26 ноября 2020 г.

DOI: 10.14529/chem210201

STRUCTURE OF ORGANIC AND ORGANOELEMENTAL COMPOUNDS. PART 1

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The structure of seven organic and organoelemental compounds was determined by X-ray structural analysis (XRD). XRD analysis of compounds was performed on an automatic four-circle diffractometer D8 Quest Bruker (MoK_α , $\lambda = 0.71073$ Å, 293 K. [*p*-Tol₄Sb][F₃CC(O)CHC(O)CF₃]₂Li (1) *P*-1, $a = 8.662(15)$, $b = 11.964(18)$, $c = 20.94(5)$ Å, $\alpha = 65.71(9)$, $\beta = 95.20(7)$, $\gamma = 102.74(5)$ deg., $V = 2092(7)$ Å³, $Z = 2$. [Ph₄Sb][PhC(O)CHC(O)Ph] (2), *P* 21/n, $a = 11.335(5)$ Å, $b = 14.975(7)$ Å, $c = 19.017(9)$ Å, $\beta = 101.671(16)$ deg., $V = 3161(3)$ Å³, $Z = 4$. HOC(O)C₆H₄(NO₂-2) (3), *P*-1, $a = 5.023(4)$, $b = 7.556(10)$, $c = 10.611(9)$ Å, $\alpha = 69.16(4)$, $\beta = 86.07(4)$, $\gamma = 71.10(6)$ deg., $V = 355.6(6)$ Å³, $Z = 2$. [Ph₃PCH₂Ph]Br·DMSO (4), *P*-1, $a = 10.09(3)$, $b = 10.85(2)$, $c = 24.80(5)$ Å, $\alpha = 80.42(7)$, $\beta = 80.26(9)$, $\gamma = 77.36(12)$ deg., $V = 2588(10)$ Å³, $Z = 2$. [(2-MeO)(Br-5)C₆H₃]₃Sb·0.5PhH (5), *P* 21/n, $a = 9.082(7)$, $b = 21.248(12)$, $c = 13.802(12)$ Å, $\beta = 106.09(4)$ deg., $V = 2559(3)$ Å³, $Z = 4$. Ph₄SbNO₃·PhH (6), *Cc*, $a = 10.573(7)$, $b = 17.484(7)$, $c = 14.647(4)$ Å, $\beta = 92.934(15)$ deg., $V = 2704.1(16)$ Å³, $Z = 4$. [(2-MeO)(Cl-5)C₆H₃]₃Bi · ½ PhH (7), *P* 21/n, $a = 8.920(5)$ Å, $b = 21.362(7)$ Å, $c = 13.649(5)$ Å, $\beta = 107.33(2)$ deg., $V = 2482.8(17)$ Å³, $Z = 4$.

Keywords: structure, organic compound, organoelemental compound, X-ray structural analysis.

References

1. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
2. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
3. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
4. Cambridge Crystallographic Data Center. 2016 (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

5. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekulyarnye Struktury Organicheskikh Soedineniy Sur'my (V)*. [The Molecular Structure of Organic Compounds Antimony(V)]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ. Publ., 2012, 395. p.
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A. Interaction of Penta-phenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid. *J. Organomet. Chem.*, 2015, vol. 798, pp. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002.
7. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A., Andreev P.V. Synthesis and Structure of *bis*(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate. *Mendeleev Commun.*, 2018, vol. 28, pp. 621–622. DOI: 10.1016/j.mencom.2018.11.019
8. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Il'inykh, E. S., & Eltsov, O. S. Synthesis and Structure of Chlorotriphenylantimony Pentafluoro- and Pentachloroaroxydes. *J. Fluor. Chem.*, 2018, vol. 216, pp. 7–10. DOI: 10.1016/j.jfluchem.2018.09.005.
9. Sharutin V.V., Poddel'skiy A.I., Sharutina O.K. [Synthesis, Reactions, and Structure of Aryl Compounds of Pentavalent Antimony] *Russ. J. Coord. Chem.*, 2020, vol. 46, no. 10, pp. 579–648. DOI: 10.31857/S0132344X20100011. (in Russ.)
10. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Fominykh A. S. Synthesis and Structure of a New Tetranuclear Macrocyclic Antimony(V) Complex. *Mendeleev Commun.*, 2020, vol. 30, no. 1, pp. 97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.032
11. Svistunova I.V., Tretyakova G.O., Pyzyrkov X.N., Sharutin V.V. Synthesis and Structure of Boron Difluoride Binuclear β -Diketonates. *Inorg. Chim. Acta*, 2020, vol. 501, pp. 119–230. DOI: 10.1016/j.ica.2019.119230.
12. Bregadze V.I., Glazun S.A., Efremov A.N., Sharutin V.V. Synthesis and Structure of Diphenylbismuth 2-Phenylcarboranylcarboxylate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 1, pp. 5–13. DOI: 10.14529/chem200101. (in Russ.)
13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. Arylantimony Derivatives of Threecoordinated Carbon. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020, vol. 65, no. 1, pp. 49–55. DOI: 10.1134/S0036023620010155.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Alexander S. Novikov A.S., Adonin S.A. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I_2 : Isolation of $[Ar_3SbI]^+$ Salt. *New J. Chem.*, 2020, vol. 44, pp. 14339–14342. DOI: 10.1039/d0nj02774j.
15. Sharutin V.V. Structure of Organic and Organoelemental Compounds. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2019, vol. 11, no. 3, pp. 40–49. DOI: 10.14529/chem190305. (in Russ.)
16. Sharutin V.V. Structure of Minor Products of Potassium Diiododicyanoaurate Reactions with Tetraorganylphosphonium and -stibonium Halides. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 2, pp. 74–84. DOI: 10.14529/chem200208. (in Russ.)
17. Sharutin V.V. Structure of Organoantimony Compounds $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$, $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$, $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2$, $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$ and $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_2-3,5]_2 \cdot PhH$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2020, vol. 12, no. 4, pp. 79–91. DOI: 10.14529/chem200405. (in Russ.)
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. [A Study of Crystal Structure of Tetra(paratolyl)antimony 2,4,6-Trichlorophenoxide and 3,4,5-Trifluorobenzoate]. *J. Structural Chem.*, 2020, vol. 61, no. 9, pp. 1490–1497. DOI: 10.26902/JSC_id60682.
19. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Tarasova N.M., Efremov A.N., Eltsov O.S [Synthesis and Structure of Gold Complexes $[Ph_3PR]^+ [Au(CN)_2I_2-trans]^-$, R = Et, CH_2Ph , Ph]. *Russ. Chem. Bull.*, 2020, no. 10, pp. 1892–1896.
20. Assefaa Z., Haireb R.G., Sykorac R.E. Hydrothermal Syntheses, Structural, Raman, and Luminescence Studies of $Cm[M(CN)_2]_3 \cdot 3H_2O$ and $Pr[M(CN)_2]_3 \cdot 3H_2O$ (M = Ag, Au) 2. Hetero-Bimetallic Coordination Polymers Consisting of Trans-Plutonium and Transition Metal Elements. *J. Solid State Chem.* 2008, vol. 181, pp. 382–391. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.11.036.
21. Colis J.C.F., Larochelle Ch., Fernández E.J., López-de-Luzuriaga J.M., Monge M., Laguna, Carl Tripp A., Patterson H. Tunable Photoluminescence of Closed-Shell Heterobimetallic Au-Ag Dicyanide Layered Systems. *J. Phys. Chem. B.*, 2005, vol. 109, pp. 4317–4323. DOI: 10.1021/jp045868g.

22. Assefaa Z., Kalachnikova K., Hairec R.G., Sykora R.E. Hydrothermal Synthesis, Structural, Raman, and Luminescence Studies of $\text{Am}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Nd}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M}=\text{Ag}, \text{Au}$): Bi-metallic Coordination Polymers Containing Both Trans-Plutonium and Transition Metal Elements. *J. Solid State Chem.* 2007, vol. 180, pp. 3121–3129. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.08.032.
23. Roberts R.J., Le D., Leznoff D.B. Color-Tunable and White-Light Luminescence in Lanthanide–Dicyanoaurate Coordination Polymers. *Inorg. Chem.* 2017, vol. 56, no. 14, pp. 7948–7959. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00735.
24. Chen W.-C., Shih W.-C., Jurca T., Andrada D.M., Peng C.-J., Chang C.-C., Liu S.-K., Wang Y.-P., Wen Y.-S. Carbodicarbenes: Unexpected π -Accepting Ability during Reactivity with Small Molecules. *J. Am. Chem. Soc.* 2017, vol. 139, pp. 12830–12836. DOI: 10.1021/jacs.7b08031.
25. Barnes N.A., Godfrey S.M., Halton R.T.A., Law S., Prichard R.D. Form Formation of a Dicyanotriorganophosphorane from the Reaction of Triphenylphosphane with Phenylselenocyanate. *Angew. Chem. Int. Ed.* 2006, vol. 45, pp. 1272–1275. DOI: 10.1002/anie.200503335.
26. Monkowius U., Mitzel N.W., Schier A., Schmidbaur H. 5-Organyl-5-phosphaspiro[4.4]nonanes: a Contribution to the Structural Chemistry of Spirocyclic Tetraalkylphosphonium Salts and Pentaalkylphosphoranes. *J. Am. Chem. Soc.* 2002, vol. 124, pp. 6126–6132. DOI: 10.1021/ja012041g.
27. Ruiz J., Marquinez F., Riera V., Vivanco M., Garsia-Granda S., Díaz M.R. Diphosphanylketenimines: new Reagents for the Synthesis of Unique Phosphorus Heterocycles. *Chem.-Eur. J.*, 2002, vol. 8, pp. 3872–3878. DOI: 10.1002/1521-3765(20020902)8:17.
28. Muller G., Bildmann U.J. Crystal and Molecular Structure of $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_5 \cdot 0.5 \text{ THF}$. *Z. Naturforsch. B. Chem. Sci.*, 2004, bd. 59, no. 11–12, pp. 1411–1414. DOI: 10.1515/znb-2004-11-1207.
29. Bestmann H.J., Oechsner H.P., Egerer-Sieber C., Kisielowski L., Hampel F. A Facile Access to $1\lambda^5$, $3\lambda^5$ -Benzodiphospholes. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 1995, vol. 34, pp. 2017–2020. DOI: 10.1002/anie.199520171.
30. Meyer D., Taige M.A., Zeller A., Hohlfeld K., Ahrens S., Strassner T. Palladium Complexes with Pyrimidine-Functionalized N-Heterocyclic Carbene Ligands: Synthesis, Structure and Catalytic Activity. *Organomet.*, 2009, vol. 28, no. 7, pp. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
31. Heckenroth M., Neels A., Garnier M.G., Aebi Ph., Ehlers A.W., Albrecht M. On the Electronic Impact of Abnormal C4-Bonding in N-Heterocyclic Carbene Complexes. *Chem. Eur. J.*, 2009, vol. 15, no. 37, pp. 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.

Received 26 November 2020

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Строение органических и элементоорганических соединений. Сообщение 1 / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2021. – Т. 13, № 2. – С. 5–16. DOI: 10.14529/chem210201

FOR CITATION

Sharutin V.V. Structure of Organic and Organoelemental Compounds. Part 1. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2021, vol. 13, no. 2, pp. 5–16. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem210201