

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ 2,2'-ДИПИРИДИЛА С ТРЕХХЛОРИСТОЙ СУРЬМОЙ

В.В. Белов

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Из трихлорида сурьмы и 2,2'-дипиридила в ацетонитриле синтезированы аддукты 2,2'-дипиридила с трихлоридом сурьмы: $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]_2^+[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$ (**1**) и $[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]^-$ (**2**). Соединения идентифицированы методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа (РСА). По данным РСА кристаллы **1** бледно-зеленого цвета состоят из двух типов бипиридилных катионов и биядерных анионов $[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$, в которых два фрагмента SbCl_2 связаны между собой через атом кислорода и два мостиковых атома хлора. Координационный полиэдр атома сурьмы – квадратная пирамида с двумя терминальными ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{терм}}$ 2,418(5)–2,497(4) Å) и двумя мостиковыми атомами хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{мост}}$ 3,044(4)–2,849(5) Å) в основании и атомом кислорода в пятой вершине ($\text{Sb}-\text{O}$ 1,95(1) и 1,93(9) Å). Группировка $\text{Sb}-\text{O}-\text{Sb}$ изогнута ($119,3(5)^\circ$), вследствие чего атомы сурьмы подходят друг к другу на расстояние 3,348(2) Å, что больше, чем сумма ковалентных радиусов указанных атомов (2,08 Å), но меньше суммы их ван-дер-ваальсовых радиусов (4,4 Å). Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости $[\text{Cl}_4]$ от атома кислорода на 0,254 Å. Наряду с основным продуктом реакции имело место образование следовых количеств желто-оранжевых кристаллов **2**, состоящих из двух типов бипиридилных катионов $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]^+$ и биядерных хлорсодержащих анионов $\{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]^-\}$, в которых два сурьмасодержащих фрагмента (искаженный октаэдр) $\{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]$ связаны между собой через мостиковый атом хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{мост}}$ 2,59(8) Å), занимающий шестую вершину октаэдра ($\text{Sb}\cdots\text{Cl}$ 3,13(1) Å); противоположную вершину занимает один из атомов азота бипиридильного лиганда, второй атом азота ($\text{Sb}-\text{N}$ 2,22(9) Å) которого лежит в экваториальной плоскости с тремя атомами хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}$ 2,58(1), 2,61(1), 2,56(1) Å). Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (для **1** № 2041289; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Ключевые слова: аддукт, треххлористая сурьма, 2,2'-дипиридил, реакция присоединения, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Органические производные пентавалентной сурьмы достаточно хорошо изучены [1–39]. Гораздо в меньшей степени исследованы производные сурьмы с дипиридилным лигандом [40–51]. Настоящая работа посвящена исследованию взаимодействия трихлорида сурьмы с 2,2'-дипиридилом, определению структурных особенностей полученных соединений методом рентгеноструктурного анализа.

Экспериментальная часть

В работе использовали 2,2'-дипиридил производства фирмы Alfa Aesar.

Синтез аддукта дипиридила с треххлористой сурьмой $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]_2^+[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$ (**1**).

К раствору 135 мг (0,864 ммоль) 2,2'-дипиридила в ацетонитриле прибавляли 200 мг (0,864 ммоль) хлорида сурьмы (III) в 20 мл ацетонитрила, перемешивали и оставляли на ночь. По испарении раствора получили 290 мг (87 %) бледно-зеленых кристаллов **1** с $t_{\text{пл}} = 152,8^\circ\text{C}$.

ИК-спектр, ν , см^{-1} : 3203, 3136, 3091, 3047, 2951, 1625, 1616, 1600, 1583, 1570, 1525, 1469, 1454, 1429, 1357, 1321, 1309, 1274, 1249, 1220, 1172, 1153, 1089, 1066, 1035, 1012, 993, 923, 873, 808, 758, 723, 696, 609, 538, 501, 437, 424.

Найдено, %: С 30,56; Н 2,12. $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{Cl}_6\text{Sb}_2\text{O}$. Вычислено, %: С 30,50; Н 2,29.

Кроме основного продукта **1** из реакционной смеси были выделены следовые количества аддукта **2** в виде желто-коричневых кристаллов, строение которых было доказано методом рентгеноструктурного анализа.

Аддукт дипиридила с треххлористой сурьмой $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]^+ \{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]\}^-$ (**2**), $t_{\text{пл}} = 162,0\text{ }^\circ\text{C}$.

ИК-спектр, ν , cm^{-1} : 3194, 3139, 3078, 3051, 3028, 2954, 1627, 1616, 1602, 1597, 1585, 1571, 1527, 1494, 1471, 1458, 1442, 1430, 1357, 1313, 1275, 1247, 1221, 1174, 1161, 1089, 1060, 1014, 993, 923, 877, 804, 775, 761, 725, 696, 651, 634, 611, 542, 513, 437, 416, 408.

Найдено, %: С 37,37; Н 2,58. $\text{C}_{30}\text{H}_{25}\text{Cl}_7\text{N}_6\text{Sb}_2$. Вычислено, %: С 37,46; Н 2,60.

ИК-спектры соединений **1** и **2** записывали на ИК-спектрометре Shimadzu IR Affinity-1S в таблетках KBr в области 4000–400 cm^{-1} .

Элементный анализ на С, Н проведен на приборе Carlo-Erba 1106.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов соединений **1** и **2** проводили на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (MoK_α -излучение, $\lambda = 0,71073\text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 296(2) К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [52]. Все расчеты по определению и уточнению структур выполнены по программам SHELXL/PC [53], OLEX2 [54]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1. Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (для **1** № 2041289; deposit@ccdc.cam.ac.uk или http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур **1** и **2**

Параметр	1	2
<i>M</i>	784,57	961,23
Сингония	Моноклинная	Триклинная
Пр. группа	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>P</i> -1
<i>a</i> , Å	7,584(4)	11,07(3)
<i>b</i> , Å	30,309(19)	13,61(4)
<i>c</i> , Å	12,307(6)	27,09(6)
α , град.	90,00	99,40(10)
β , град.	105,678(17)	101,10(6)
γ , град.	90,00	101,93(11)
<i>V</i> , Å ³	2724(3)	3829(17)
<i>Z</i>	4	2
ρ (выч.), г/см ³	1,913	1,666
μ , мм ⁻¹	2,593	1,929
<i>F</i> (000)	1504,0	1868,0
Размер кристалла, мм	0,31 × 0,25 × 0,11	0,34 × 0,15 × 0,11
Область сбора данных по 2 θ , град.	5,74–58,48	5,2–57,00
Интервалы индексов отражений	–10 ≤ <i>h</i> ≤ 10, –41 ≤ <i>k</i> ≤ 41, –16 ≤ <i>l</i> ≤ 16	–14 ≤ <i>h</i> ≤ 14, –17 ≤ <i>k</i> ≤ 17, –35 ≤ <i>l</i> ≤ 35
Измерено отражений	55933	83360
Независимых отражений	6711 (<i>R</i> _{int} = 0,0864)	17307 (<i>R</i> _{int} = 0,4978)
Переменных уточнения	302	668
<i>GOOF</i>	1,166	1,408
<i>R</i> -факторы по <i>I</i> > 2 σ (<i>I</i>)	<i>R</i> ₁ = 0,0920, <i>wR</i> ₂ = 0,2467	<i>R</i> ₁ = 0,2367, <i>wR</i> ₂ = 0,5234
<i>R</i> -факторы по все отражениям	<i>R</i> ₁ = 0,1206, <i>wR</i> ₂ = 0,2629	<i>R</i> ₁ = 0,2670, <i>wR</i> ₂ = 0,5960
Остаточная электронная плотность (max/min), е/Å ³	1,26/–1,92	6,30/–1,50

Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1** и **2** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы для структуры **1** – в табл. 2.

Таблица 2

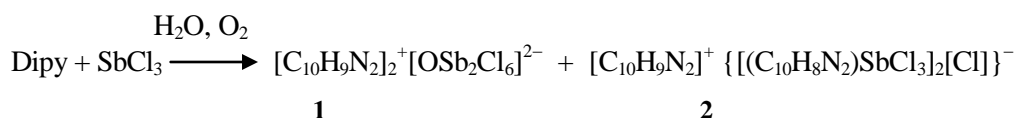
Основные длины связей (d) и валентные углы (ω) в структуре 1

Связь	d , Å	Угол	ω , град
Sb(1)–Cl(2)	2,418(5)	O(1)Sb(1)Cl(2)	89,9(3)
Sb(1)–O(1)	1,946(10)	O(1)Sb(1)Cl(1)	90,4(3)
Sb(1)–Cl(1)	2,436(4)	O(1)Sb(2)Cl(5)	80,0(3)
Sb(2)–O(1)	1,934(10)	O(1)Sb(2)Cl(3)	89,3(3)
Sb(2)–Cl(5)	2,796(4)	Cl(5)Sb(2)Cl(4)	83,78(12)
Sb(2)–Cl(6)	2,484(4)	Cl(6)Sb(2)Cl(5)	90,50(14)
Sb(2)–Cl(4)	2,849(4)	Cl(6)Sb(2)Cl(4)	167,17(16)
Sb(2)–Cl(3)	2,497(4)	Cl(6)Sb(2)Cl(3)	91,71(16)
N(1)–C(1)	1,368(18)	Cl(3)Sb(2)Cl(5)	169,07(16)
N(1)–C(2)	1,28(3)	Cl(3)Sb(2)Cl(4)	91,85(13)
N(4)–C(17)	1,27(2)	Sb(2)O(1)Sb(1)	119,3(5)
N(4)–C(16)	1,363(19)	C(2)N(1)C(1)	125(2)

Обсуждение результатов

Известно, что наиболее эффективными методами синтеза бипиридилных комплексов сурьмы являются методы, в основе которых лежат реакции присоединения. В этом случае исходными соединениями являются 2,2'-дипиридил (Dipy) и треххлористая сурьма [40–51]. Данный метод синтеза одностадийный, характеризуется мягкими условиями протекания реакций, высоким выходом и чистотой целевого продукта.

Реакцию присоединения между 2,2'-дипиридилом и треххлористой сурьмой проводили в ацетонитриле при комнатной температуре с последующей перекристаллизацией твердого остатка из смеси тетрагидрофуран – ацетонитрил (4:1 объемн.) для получения кристаллов, пригодных для PCA.



Появление атома кислорода в анионе **1** можно объяснить контактом реакционной смеси с кислородом воздуха и парами воды.

Соединение **1** представляет собой кристаллы бледно-зеленого цвета с четкой температурой плавления, хорошо растворимые в ароматических углеводородах и полярных растворителях. Строение комплекса подтверждено методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

В ИК-спектре соединения **1** наблюдаются характеристические полосы колебаний, соответствующие $\nu(\text{CH})$ валентным колебаниям в области 2950–3200 cm^{-1} и интенсивные колебания в области 1220–1625 cm^{-1} , относящиеся к колебаниям ароматических колец. Полосы поглощения высокой интенсивности при 1616, 1600, 1583, 1525 cm^{-1} характеризуют колебания пиридилльной группы. ИК-спектр также содержит характерные полосы деформационных колебаний C–N при 1035 и 991 cm^{-1} [55, 56].

По данным PCA, кристалл **1** состоит из двух типов бипиридилных катионов и биядерных анионов $[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$, в которых два фрагмента SbCl_2 связаны между собой через атом кислорода и два мостиковых атома хлора (рис. 1).

Координационный полиэдр атома сурьмы – квадратная пирамида с двумя терминальными ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{терм}}$ 2,418(5)–2,497(4) Å) и двумя мостиковыми атомами хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{мост}}$ 3,044(4)–2,849(5) Å) в основании и атомом кислорода в пятой вершине ($\text{Sb}-\text{O}$ 1,95(1) и 1,93(9) Å). Группировка $\text{Sb}-\text{O}-\text{Sb}$ изогнута (119,3(5)°), вследствие чего атомы сурьмы подходят друг к другу на расстояние 3,348(2) Å, что больше, чем сумма ковалентных радиусов указанных атомов (2,08 Å), но меньше суммы их ван-дер-ваальсовых радиусов (4,4 Å). Атом сурьмы выходит из экваториальной плоскости $[\text{Cl}_4]$ от атома кислорода на 0,254 Å. Данные контакты структурируют анионы в кристалле в слои, расположенные перпендикулярно кристаллографической оси a (рис. 2).

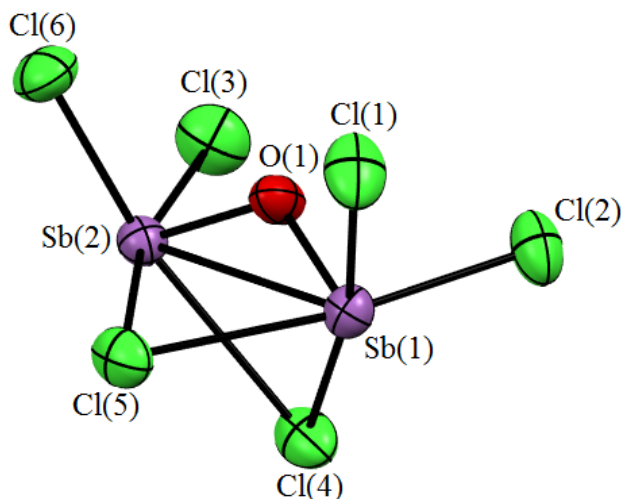


Рис. 1. Строение аниона продукта 1
(атомы водорода не показаны)

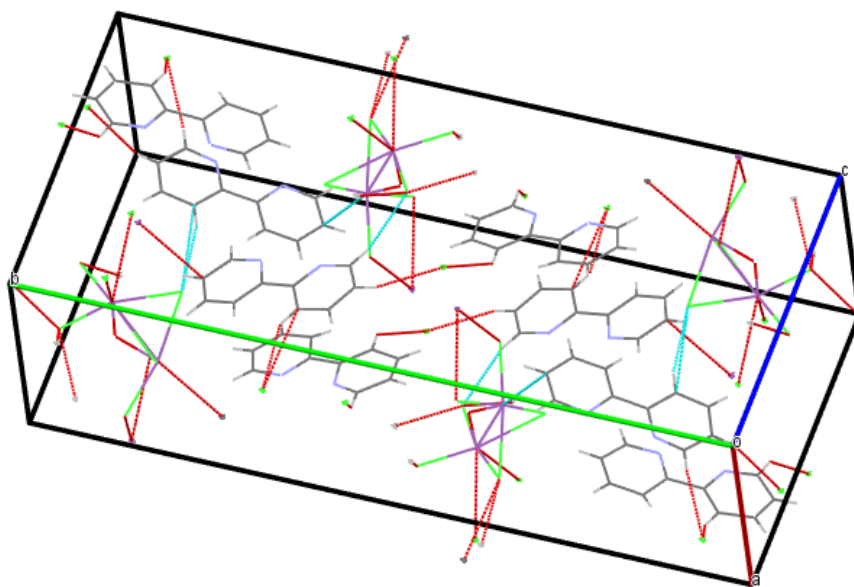


Рис. 2. Упаковка ионов комплекса 1
в кристалле (показан только один слой)

Соединение **2** представляет собой кристаллы желто-оранжевого цвета с четкой температурой плавления, хорошо растворимые в ароматических углеводородах и полярных растворителях. Строение аддукта дипиридила с треххлористой сурьмой подтверждено методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

В ИК-спектре соединения **2** наблюдаются характеристические полосы в области 2950–3200 см^{-1} , соответствующие $\nu(\text{CH})$ валентным колебаниям. Полосы поглощения высокой интенсивности при 1616, 1602, 1597, 1585, 1525 см^{-1} характеризуют колебания бипиридилльной группы. ИК-спектр также содержит характерные полосы деформационных колебаний ароматических колец при 1014 и 991 см^{-1} [55, 56].

По предварительным данным РСА кристалл **2** состоит из двух типов бипиридилных катионов $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]^+$ и биядерных хлорсодержащих анионов $\{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]\}^-$, в которых два октаэдрических сурьмасодержащих фрагмента $(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3$ связаны между собой мостиковым атомом хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{мост}}$ 2,59(8) Å) (рис. 3).

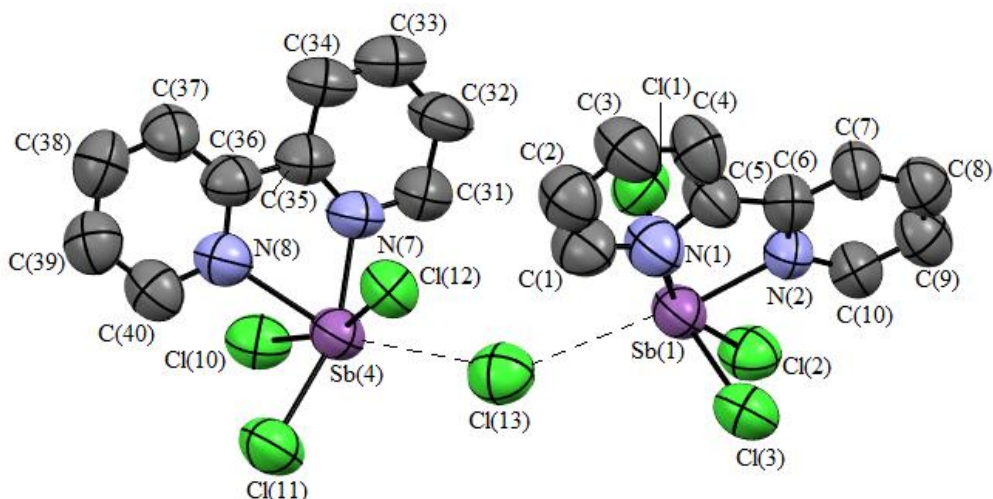


Рис. 3. Строение аниона комплекса 2
(атомы водорода не указаны)

Мостиковый атом хлора занимает шестую вершину октаэдра ($\text{Sb} \cdots \text{Cl}$ 3,13(1) Å), противоположную вершину занимает один из атомов азота бипиридного лиганда, второй атом азота которого лежит в экваториальной плоскости с тремя атомами хлора ($\text{Sb}-\text{Cl}$ 2,58(1); 2,61(1); 2,56(1) Å).

Выводы

Таким образом, в настоящей работе по реакции присоединения получены и структурно охарактеризованы комплексы дипиридила с треххлористой сурьмой. Координационный полиэдр атома сурьмы в соединении **1** – квадратная пирамида с двумя терминальными и двумя мостиковыми атомами хлора в основании и атомом кислорода в пятой вершине, в соединении **2** – мостиковый атом хлора занимает шестую вершину октаэдра, в котором противоположную вершину занимает один из атомов азота бипиридного лиганда, а второй атом азота биридного лиганда лежит в экваториальной плоскости с тремя атомами хлора.

Благодарности

Выражаю благодарность профессору В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

Литература

1. Шарутин, В.В. Синтез, реакции и строение арильных соединений пентавалентной сурьмы / В.В. Шарутин, А.И. Поддельский, О.К. Шарутина // Координационная химия. – 2020. – Т. 46, № 10. – С. 579–648.
2. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide / G.-C. Wang, J. Xiao, L. Yu et al. // J. Organomet. Chem. – 2004. – V. 689, № 9. – P. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Синтез и строение цианамид тетрафенилсурьмы / И.В. Егорова, В.В. Жидков, И.П. Гришаков и др. // Журн. общ. химии. – 2014. – Т. 84, № 7. – С. 1176–1178.
4. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates / G.-C. Wang, Y.-N. Lu, J. Xiao et al. // J. Organomet. Chem. – 2005. – V. 690, № 1. – P. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate / V.A. Trush, K.E. Gubina, V.M. Amirkhanov et al. // Polyhedron. – 2005. – V. 24, № 9. – P. 1007–1014. DOI: 10.1016/j.poly.2005.01.023.

6. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination / H. Yamamichi, S. Matsukawa, S. Kojima et al. // *Heteroat. Chem.* – 2011. – V. 22, № 3–4. – P. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates / J.-S. Li, R.-C. Liu, X.-B. Chi et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2004. – V. 357, № 7. – P. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.
8. Синтез, структурное и MAS ЯМР (^{13}C , ^{15}N) спектральное исследование комплексов тетрафенилсурьмы с N,N-диалкилдитиокарбаматными лигандами: проявление канформационной изомерии / А.В. Иванов, А.П. Пакушина, М.А. Иванов и др. // *Докл. акад. наук СССР.* – 2005. – Т. 401, № 5. – С. 643–647.
9. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OTf})$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OTf})_2$ as Lewis Acceptors / A.P.M. Robertson, S.S. Chitnis, H.A. Jenkins et al. // *Chem. – Eur. J.* – 2015. – V. 21, № 21. – P. 7902–7913. DOI:10.1002/chem.201406469.
10. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations / M. Yang, N. Pati, G. Belanger-Chabot et al. // *Dalton Trans.* – 2018. – V. 47. – P. 11843–11850. DOI:10.1039/C8DT00702K.
11. Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure / K.V. Domasevich, V.V. Skopenko, R. Kempe et al. // *Russ. J. Inorg. Chem.* – 1998. – V. 43, № 2. – P. 192–195.
12. Шарутин, В.В. Синтез и строение сольвата 1,2-дифенилэтандиондиоксимата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$ и 1,2-дифенил(2-окси)этанонксимататетрафенилсурьмы $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$ / В.В. Шарутин, О.В. Молокова, О.К. Шарутина // *Журн. неорг. химии.* – 2013. – Т. 58, № 4. – С. 460–467. DOI:10.7868/S0044457X13040181.
13. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand / C. Ma, Q. Zhang, J. Sun et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2006. – V. 691, № 11. – P. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide) / G.M. Arvanitis, M.E. Berardini, T.B. Acton et al. // *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.* – 1993. – V. 82, № 1–4. – P. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V) / N. Dinsdale, J.C. Jeffrey, R.J. Kilby et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2007. – V. 360, № 1. – P. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.
16. Perrin, C.L. Symmetry of Metal Chelates / C.L. Perrin, Y.-J. Kim // *Inorg. Chem.* – 2000. – V. 39, № 17. – P. 3902–3910. DOI:10.1021/ic000382+.
17. Pan, B. $[\text{Sb}(\text{C}_6\text{F}_5)_4][\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$: An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt That Activates Strong Element-Fluorine Bonds / B. Pan, F.P. Gabbai // *J. Am. Chem. Soc.* – 2014. – V. 136, № 27. – P. 9564–9567. DOI:10.1021/ja505214m.
18. Шарутин, В.В. Синтез и строение пропиолатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Коорд. химия.* – 2014. – Т. 40, № 2. – С. 108–112. DOI: 10.7868/S0132344X14020108.
19. Domasevitch, K.V. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures / K.V. Domasevitch, N.N. Gerasimchuk, A. Mokhir // *Inorg. Chem.* – 2000. – V. 39, № 6. – P. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Шарутин, В.В. Синтез и строение ароксидов тетрафенилсурьмы Ph_4SbOAr ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{трет-Бу}-4)$, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}_2-2,6)(\text{NO}_2-4)$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Журн. неорг. химии.* – 2017. – Т. 62, № 3. – С. 290–295. DOI: 10.7868/S0044457X17030151.
21. Шарутин, В.В. Новый способ получения ароксидов хлоротрифенилсурьмы $\text{Ph}_3\text{SbCl}(\text{OAr})$ / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Коорд. химия.* – 2016. – Т. 42, № 1. – С. 34–38. DOI: 10.7868/S0132344X15120075.
22. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // *Inorg. Chim. Acta.* – 2019. – V. 494. – P. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029

23. Bone, S.P. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its / S.P. Bone, D.B. Sowerby // Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem. – 1989. – V. 45, № 1–2. – P. 23–29. DOI:10.1080/10426508908046072
24. Синтез и строение ниацината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, Т.П. Платонова-Идр. // Журн. общ. химии. – 2004. – Т. 74, № 2. – С. 234–237.
25. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands / H.-D. Yin, L.-Y. Wen, J.-C. Cui et al. // Polyhedron. – 2009. – V. 28, № 14. – P. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
26. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety / L. Quan, H.-D. Yin, J.-C. Cui et al. // J. Organomet. Chem. – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework / L.-Y. Wen, H.-D. Yin, W.-K. Li et al. // Inorg. Chim. Acta. – 2010. – V. 363, № 4. – P. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocene-carboxylates and Crystal Structures of $C_5H_5FeC_5H_4CO_2SbPh_4$ and $(C_5H_5FeC_5H_4CO_2)_2Sb(4-CH_3C_6H_4)_3$ / R.-C. Liu, Y.-Q. Ma, L. Yu et al. // Appl. Organomet. Chem. – 2003. – V. 17, № 9. – P. 662–668. DOI:10.1002/aoc.491.
29. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid / J.-S. Li, Y.-Q. Ma, J.-R. Cui et al. // Appl. Organomet. Chem. – 2001. – V. 15, № 7. – P. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
30. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes / L. Quan, H. Yin, J. Cui, et al. // J. Organomet. Chem. – 2009. – V. 694, № 23. – P. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
31. Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$, $[SbPh_3(OMe)_2]_2ox$ and $(SbPh_4)_2ox$ / P.M. Millington, D.B. Sowerby // J. Chem. Soc., Dalton Trans. – 1992. – V. 7. – P. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Лякаев, Д.В. Термохимические свойства $Ph_4Sb(OC(O)C_{10}H_{15})$ и $Ph_3Sb(OC(O)C_{10}H_{15})_2$ / Д.В. Лякаев, А.В. Маркина, Е.В. Хабарова и др. // Журн. физ. химии. – 2018. – Т. 92, – № 9. – С. 1384–1389. DOI 10.1134/S0044453718090170.
33. Синтез и строение 3,3,3-трифторпропанатов три- и тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2019. – Т. 64, № 10. – С. 1051–1056. DOI:10.1134/S00444537X19100131.
34. Фторсодержащие карбоксилаты тетраарилсурьмы. Синтез и строение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А. Н. Ефремов и др. // Журн. неорг. химии. – 2020. – Т. 65, № 4. – С. 482–486. DOI: 10.31857/S00444537X20040170.
35. Синтез фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Журн. общ. химии. – 2002. – Т. 72, № 3. – С. 419–420.
36. Синтез и строение пентафторбензоата тетрафенилсурьмы и нитрата тетра-*n*-толилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь и др. // Коорд. химия. – 2001. – Т. 27, № 6. – С. 423–427.
37. Синтез и строение фторбензоатов тетра- и триарилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Е.А. Бондарь, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. – 2002. – Т. 28, № 5. – С. 356–363.
38. Синтез и строение феноксиацетата и этилмалоната тетрафенилсурьмы $Ph_4SbOC(O)R$ [$R = CH_2OPh, CH_2C(O)OC_2H_5$] / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, О.П. Задача и др. // Коорд. химия. – 2004. – Т. 30, № 6. – С. 426–431.
39. Синтез и строение 1-адамантанкарбоксилата тетрафенилсурьмы и бис(1-адамантанкарбоксилата) трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин, О.К. Шарутина и др. // Журн. общ. химии. – 2009. – Т. 79, № 10. – С. 1636–1643.
40. Lipka, A. Die Kristallstruktur des 1:1-Komplexes von Antimontrichlorid und 2,2'-Bipyridin / A. Lipka, H. Wunderlich // Zeitschrift für Naturforschung B: J. Chem. Sci. – 1980. – V. 35b. – P. 1548.

41. Lipka, A. Preparation and Crystal Structures of 2,2'-Bipyridinium Pentachloroantimonate ($C_{10}H_8N_2H_2$)SbCl₅ and of the Metastable Modification of 4,4'-Bipyridinium Pentachloroantimonate ($C_{10}H_8N_2H_2$)SbCl₅ / A. Lipka, H. Wunderlich // *Zeitschrift für Naturforschung B: J. Chem. Sci.* – 1983. – V. 38b. – P. 1615.
42. Althaus, H. Syntheses and Chemistry of Methylantimony and Methylbismuth Dihalides: An Extended Two-Dimensional Framework in the Crystal Structure of CH₃BiCl₂ and Molecular Units in the Structures of [CH₃ECl₂(2,2'-bipyridine)] (E = Sb, Bi) / H. Althaus, H.J. Breunig, E. Lork // *J. Organomet. Chem.* – 2001. V. 20, № 3. – P. 586–589. DOI: 10.1021/om000749i.
43. Preut, H. 1H⁺,1H⁺-2,2'-Bipyridinium Di-μ-chloro-bis[dichloro(phenyl)antimonate(III)] / H. Preut, F. Huber, G. Alonzo // *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem.* – 1987. V. 43, № 1. – P. 46–48. DOI: 10.1107/S0108270187097051.
44. Ruthenium-Catalysed Oxidative Conversion of Ammonia into Dinitrogen / K. Nakajima, H. Toda, K. Sakata, Y. Nishibayashi // *J. Nat. Chem.* – 2019. V. 11, № 8. – P. 702–709. DOI: 10.1038/s41557-019-0293-y.
45. Lo, Y.H. Controlling the Properties of a 2,2'-bipy-Platinum Dichloride Complex via Oxidation of a Peripheral Stibine Moiety / Y.H. Lo, F.P. Gabbai // *J. Organomet. Chem.* – 2019. V. 37, № 15. – P. 2500–2506. DOI: 10.1021/acs.organomet.8b00296.
46. Strube, A. Übergangsmetallstabilisierte As^I- und Sb^I-Chelate / A. Strube, G. Huttner, L. Zsolnai. // *J. Organomet. Chem.* – 1990. V. 399, № 3. – P. 255–266. DOI: 10.1016/0022-328X(90)85490-P.
47. Interaction of SbCl₅²⁻ and Thioether Groups at the Open Coordination Sites of Platinum(II) Diimine Complexes / S. Chatterjee, J.A. Krause, W.B. Connick et al // *J. Inorg. Chem.* – 2010. – 49, № 6. – P. 2808–2815. DOI: 10.1021/ic9021917.
48. Complexes of Organoantimony(III) and (V) Halides with Nitrogen Donors / M. Nunn, J. Begley, D.B. Sowerby et al // *J. Polyhedron.* – 1996. V. 15, № 19. – P. 3167–3174. DOI: 10.1016/0277-5387(96)00055-1.
49. Three-Component Entanglements Consisting of Three Crescent-Shaped Bidentate Ligands Coordinated to an Octahedral Metal Centre / F. Durola, L. Russo, S. Sauvage et al // *Cent. Eur. J. Eng.* – 2007. V. 13, № 31. – P. 8749–8753. DOI: 10.1002/chem.200700684.
50. Inorganic–organic Hybrid Compounds Based on Novel Lanthanide-Antimony Oxohalide Nanoclusters / B. Hu, G.-D. Zou, M.-L. Feng, X.-Y. Huang // *Dalton Trans.* – 2012 – V. 41. – P. 9879. DOI: 10.1039/c2dt30563a.
51. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
52. 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.
53. OLEX2: 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.
54. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 54 с.
55. Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений: учебное пособие / А.В. Васильев, Е.В. Гриненко, А.О. Щукин и др. – СПб.: СПбГЛТА, 2007. – 54 с.

Белов Василий Васильевич – студент, кафедра теоретической и прикладной химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: vasya.belov.00@bk.ru

Поступила в редакцию 11 декабря 2020 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF REACTION PRODUCTS
OF 2,2'-BIPYRIDYL WITH ANTIMONY TRICHLORIDE

V.V. Belov, vasya.belov.00@bk.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Adducts have been obtained from antimony trichloride and 2,2'-bipyridyl in acetonitrile: $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]_2^+[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$ (**1**) и $[\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2]^+ \{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]\}^-$ (**2**). The compounds have been identified by IR spectroscopy and X-ray diffraction analysis. According to the X-ray diffraction data, the pale green crystals **1** consist of two types of bipyridyl cations and binuclear anions $[\text{OSb}_2\text{Cl}_6]^{2-}$, in which two SbCl_3 fragments are linked through an oxygen atom and two bridged chlorine atoms. The coordination polyhedron of the antimony atom is a square pyramid with two terminal ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{term}}$ 2.418(5)–2.497(4) Å) and two bridged chlorine atoms ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{br}}$ 3.044(4)–2.849(5) Å) at the base and the oxygen atom at the fifth vertex ($\text{Sb}-\text{O}$ 1.95(1) and 1.93(9) Å). The $\text{Sb}-\text{O}-\text{Sb}$ group has been curved ($119.3(5)^\circ$) so that the antimony atoms approach each other at a distance of 3.348(2) Å, which is greater than the sum of the covalent radii of these atoms (2.08 Å), but less than the sum of their van der Waals radii (4.4 Å). The antimony atom shifts from the equatorial plane $[\text{Cl}_4]$ towards the carbon atom by 0.254 Å. Along with the main product of the reaction, there are minor amounts of yellow-orange crystals **2**, consisting of two types of bipyridyl cations and binuclear chlorine-containing anions $\{[(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3]_2[\text{Cl}]\}^-$, in which two antimony-containing fragments (distorted octahedron) $(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)\text{SbCl}_3$ are linked by a chlorine bridging atom ($\text{Sb}-\text{Cl}_{\text{br}}$ 2.59(8) Å). The bridging chlorine atom occupies the sixth vertex of the octahedron ($\text{Sb}\cdots\text{Cl}$ 3.13(1) Å), the opposite vertex is occupied by one of the nitrogen atoms of the bipyridyl ligand, the second nitrogen atom ($\text{Sb}-\text{N}$ 2.22(9) Å) of which lies in the equatorial plane with three chlorine atoms ($\text{Sb}-\text{Cl}$ 2.58(1), 2.61(1), 2.56(1) Å).

Complete tables of atom coordinates, bond lengths and valence angles are deposited at the Cambridge Crystallographic Data Center ((№ 2041289; deposit@ccdc.cam.ac.uk or http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Keywords: adduct, antimony trichloride, 2,2' - bipyridyl, addition reaction, X-ray diffraction analysis.

References

1. Sharutin V. V., Poddelsky 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.
2. Wang G.-C., Xiao J., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Arylantimony Derivatives of Analogues of Demethylcantharimide. *J. Organomet. Chem.*, 2004, vol. 689, no. 9, pp. 1631–1638. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.02.015.
3. Egorov I.V., Zhidkov V.V., Grinishak I.P., Rakhanskii A.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Cyanamide. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2014, vol. 84, no. 7, pp. 1371–1373. DOI: 10.1134/S1070363214070214.
4. Wang G.-C., Lu Y.-N., Xiao J., Yu L., Song H.-B., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q., Ran F.-X. Synthesis, Crystal Structures and *in vitro* Antitumor Activities of Some Organoantimony Arylhydroxamates. *J. Organomet. Chem.*, 2005, vol. 690, no. 1, pp. 151–156. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2004.09.002.
5. Trush V.A., Gubina K.E., Amirkhanov V.M., Swiatek-Kozłowska J., Domasevitch K.V. Spectroscopic and Crystal Structure Data of the Alkali-, Thallium (I) and Onic-salts of Dimethyl-N-trichloroacetylamidophosphate. *Polyhedron*, 2005, vol. 24, no. pp. 1007–1014.
6. Yamamichi H., Matsukawa S., Kojima S., Ando K., Yamamoto Y. Structure and Dynamic Behavior of Neutral Hexacoordinate Antimony Compounds with Intramolecular Coordination. *Heteroat. Chem.*, 2011, vol. 22, no. 3–4, pp. 553–561. DOI: 10.1002/hc.20721.
7. Li J.-S., Liu R.-C., Chi X.-B., Wang G.-C., Guo Q.-S. Synthesis, Characterization and Structure of Some Arylantimony Ferrocenylacrylates. *Inorg. Chim. Acta*, 2004, vol. 357, no. 7, pp. 2176–2180. DOI: 10.1016/j.ica.2003.12.012.

8. Ivanov A.V., Pakusina A.P., Ivanov M.A., Sharutin V.V., Gerasimenko A.V., Anzutkin O.N., Grobner G., Forsling W. [Synthesis, Structural and MAS NMR (^{13}C , ^{15}N) Studies of Tetraphenylantimony Complexes with N,N-Dialkylthiocarbamate Ligands: a Phenomenon of Conformational Isomerism]. *Doklady Akademii Nauk SSSR*, 2005, vol. 401, no. 5, pp. 643–647. (in Russ.)
9. Robertson A.P.M., Chitnis S.S., Jenkins H.A., McDonald R., Ferguson M.J., Burford N. Establishing the Coordination Chemistry of Antimony(V) Cations: Systematic Assessment of $\text{Ph}_4\text{Sb}(\text{OTf})$ and $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{OTf})_2$ as Lewis Acceptors. *Chem. – Eur. J.*, 2015, vol. 21, no. 21, pp. 7902–7913. DOI:10.1002/chem.201406469.
10. Yang M., Pati N., Belanger-Chabot G., Hirai M., Gabbai F.P. Influence of the Catalyst Structure in the Cycloaddition of Isocyanates to Oxiranes Promoted by Tetraarylstibonium Cations. *Dalton Trans.*, 2018, vol. 47, pp. 11843–11850. DOI:10.1039/C8DT00702K.
11. Domasevich K.V., Skopenko V.V., Kempe R., Mokhir A.A., Sieler J., Hoyer E. Tetraphenylantimony(V) 2-Isonitroso-2-(4-methylthiazolyl-2)acetamide: Synthesis, Crystal Structure, and Molecular Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 1998, vol. 43, no. 2, pp. 192–195.
12. Sharutin V.V., Molokova O.V., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Bis(tetraphenylantimony) 1,2-diphenylethanedione Dioximate Toluene Solvate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{C}(\text{Ph})\text{ONSbPh}_4 \cdot 2\text{PhCH}_3$ and Tetraphenylantimony 2-Hydroxy-1,2-diphenylethano-neoximate $\text{Ph}_4\text{SbONC}(\text{Ph})\text{CH}(\text{Ph})\text{OH}$. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2013, vol. 58, no. 4, pp. 400–405. DOI: 10.1134/S0036023613040177.
13. Ma C., Zhang Q., Sun J., Zhang R. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S, N) Ligand. *J. Organomet. Chem.*, 2006, vol. 691, no. 11, pp. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
14. Arvanitis G.M., Berardini M.E., Acton T.B., Dumas P.E. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine-N-oxides; Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercaptopyridine-N-oxide). *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1993, vol. 82, no. 1–4, pp. 127–135. DOI: 10.1080/10426509308047416.
15. Dinsdale N., Jeffrey J.C., Kilby R.J., Mansell S.M., Presly O.C., Russell C.A. *Ortho*-metallation of a Phenyl Ring with Antimony(V). *Inorg. Chim. Acta*, 2007, vol. 360, no. 1, pp. 418–420. DOI: 10.1016/j.ica.2006.07.091.
16. Perrin C.L., Kim Y.-J. Symmetry of Metal Chelates. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 17, pp. 3902–3910. DOI:10.1021/ic000382+.
17. Pan B., Gabbai F.P. $[\text{Sb}(\text{C}_6\text{F}_5)_4][\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]$: An Air Stable, Lewis Acidic Stibonium Salt That Activates Strong Element-Fluorine Bonds. *J. Am. Chem. Soc.*, 2014, vol. 136, no. 27, pp. 9564–9567. DOI:10.1021/ja505214m.
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tri- and Tetraphenylantimony Propiolates: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2014, vol. 40, no. 2, pp. 109–114. DOI: 10.1134/S1070328414020109.
19. Domasevich K.V., Gerasimchuk N.N., Mokhir A. Organoantimony(V) Cyanoximates: Synthesis, Spectra and Crystal Structures. *Inorg. Chem.*, 2000, vol. 39, no. 6, pp. 1227–1237. DOI: 10.1021/ic9906048.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. Tetraphenylantimony Aroxides Ph_4SbOAr ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_7$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}-2,6)(\text{tert-Bu}-4)$, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2-2,4$, $\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br}-2,6)(\text{NO}_2-4)$): Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2017, vol. 62, no. 3, pp. 295–300. DOI:10.1134/S0036023617030147.
21. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. New Preparation Method of Chlorotriphenylantimony Aryloxides $\text{Ph}_3\text{SbCl}(\text{OAr})$. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2016, vol. 42, no. 1, pp. 32–36. DOI:10.1134/S1070328415120076.
22. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Eltsov O.S. Dihydroxybenzoic Acids as Polydentate Ligands in Phenylantimony (V) Complexes. *Inorg. Chim. Acta*, 2019, vol. 494, pp. 211–215. DOI: 10.1016/j.ica.2019.05.029.
23. Bone S.P., Sowerby D.B. The Crystal Structures of Tetraphenylantimony Acetate and Its. *Phosphorus, Sulfur Silicon, Relat. Elem.*, 1989, vol. 45, no. 1–2, pp. 23–29. DOI:10.1080/10426508908046072.

24. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Popov D.Yu., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Nicotinate. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2004, vol. 74, no. 2, pp. 207–210. DOI: 10.1023/B:RUGC.0000025501.29625.ff.
25. Yin H.-D., Wen L.-Y., Cui J.-C., Li W.-K. Synthesis, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Various Isomers of Fluoromethylbenzoate Ligands. *Polyhedron*, 2009, vol. 28, no. 14, pp. 2919–2926. DOI: 10.1016/j.poly.2009.06.065.
26. Quan L., Yin H.-D., Cui J.-C., Hong M., Wang D.-Q. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.
27. Wen L.-Y., Yin H.-D., Li W.-K., Wang D.-Q. New Organoantimony Complexes with the Isomers of Chlorophenylacetic Acid: Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of 1D Polymeric Chain, 2D Network Structure and 3D Framework. *Inorg. Chim. Acta*, 2010, vol. 363, no. 4, pp. 676–684. DOI: 10.1016/j.ica.2009.11.022.
28. Liu R.-C., Ma Y.-Q., Yu L., Li J.-S., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis, Characterization and *in vitro* Antitumor Activity of Some Arylantimony Ferrocenecarboxylates and Crystal Structures of $C_5H_5FeC_5H_4CO_2SbPh_4$ and $(C_5H_5FeC_5H_4CO_2)_2Sb(4-CH_3C_6H_4)_3$. *Appl. Organomet. Chem.*, 2003, vol. 17, no. 9, pp. 662–668. DOI: 10.1002/aoc.491.
29. Li J.-S., Ma Y.-Q., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis and *in vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-Oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid. *Appl. Organomet. Chem.*, 2001, vol. 15, no. 7, pp. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.
30. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Cui L., Yang M., Wang D. Synthesis and Crystal Structure of Dinuclear Tetraphenylantimony Carboxylate Derivatives Based on Different Coordination Modes. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694, no. 23, pp. 3683–3687. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.041.
31. Millington P.M., Sowerby D.B. Millington, P.M. Phenylantimony(V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$, $[SbPh_3(OMe)]_2ox$ and $(SbPh_4)_2ox$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, vol. 7, pp. 1199–1204. DOI: 10.1039/DT9920001199.
32. Lyakaev D.V., Markina A.V., Khabarova E.V., Smirnova N.N., Knyazev A.V., Sharutin V.V., Sharutina O.K. Thermochemical Properties of $Ph_4Sb(OC(O)C_{10}H_{15})$ and $Ph_3Sb(OC(O)C_{10}H_{15})_2$. *Russ. J. Phys. Chem.*, 2018, vol. 92, no. 9, pp. 1659–1633. DOI: 10.1134/S0036024418090170.
33. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Tri- and Tetraphenylantimony 3,3,3-Trifluoropropanates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2019, vol. 64, no. 10, pp. 1229–1234. DOI: 10.1134/S0036023619100139.
34. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N., Artem'eva E.V. Fluorine-Containing Tetra-arylantimony Carboxylates: Synthesis and Structure. *Russ. J. Inorg. Chem.*, 2020, vol. 65, no. 4, pp. 502–506. DOI: 10.1134/S0036023620040178.
35. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.V., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Synthesis of Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates. *Russ. J. Gen. Chem.*, 2002, vol. 72, no. 3, pp. 390–391. DOI: 10.1023/A:1015439500222.
36. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Adonin N.Yu., Starichenko V.F., Fukin G.K., Zakharov L.N. Tetraphenylantimony Pentafluorobenzoate and Tetra-*p*-Tolylantimony Nitrate: Syntheses and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2001, vol. 27, no. 6, pp. 393–397. DOI: 10.1023/A:1011335724711.
37. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Bondar' E.A., Pakusina A.P., Gatilov Yu.V., Adonin N.Yu., Starichenko V.F. Tetra- and Triarylantimony Fluorobenzoates: Synthesis and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2002, vol. 28, no. 5, pp. 333–340. DOI: 10.1023/A:1015517216693.
38. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Zadachina O.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Phenoxyacetate and Ethylmalonate $Ph_4SbOC(O)R$ ($R = CH_2OPh$ and $CH_2C(O)OC_2H_5$). *Russ. J. Coord. Chem.*, 2004, vol. 30, no. 6, pp. 397–402. DOI: 10.1023/B:RUCO.0000030159.74150.a1.
39. Sharutin V.V., Senchurin V.S., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Smirnova S.A. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 1-Adamantanecarboxylate and Triphenylantimony *Bis*(1-adamantanecarboxylate). *Russ. J. Gen. Chem.*, 2009, vol. 79, no. 10, pp. 2131–2138. DOI: 10.1134/S1070363209100107.

40. Lipka A., Wunderlich H. Die Kristallstruktur des 1:1-Komplexes von Antimontrichlorid und 2,2'-Bipyridin. *Zeitschrift für Naturforschung B: J. Chem. Sci.*, 1980, vol. 35b, pp. 1548.
41. Lipka A., Wunderlich H. Preparation and Crystal Structures of 2,2'-Bipyridinium Pentachloroantimonate ($C_{10}H_8N_2H_2$)SbCl₅ and of the Metastable Modification of 4,4'-Bipyridinium Pentachloroantimonate ($C_{10}H_8N_2H_2$)SbCl₅. *Zeitschrift für Naturforschung B: J. Chem. Sci.*, 1983, vol. 38b, pp. 1615.
42. Althaus H., Breunig H.J., Lork E. Syntheses and Chemistry of Methylantimony and Methylbismuth Dihalides: An Extended Two-Dimensional Framework in the Crystal Structure of CH₃BiCl₂ and Molecular Units in the Structures of [CH₃ECI₂(2,2'-bipyridine)] (E = Sb, Bi). *J. Organomet. Chem.*, 2001, vol. 20, no. 3, pp. 586–589. DOI: 10.1021/om000749i.
43. Preut H., Huber F., Alonzo G. 1H⁺,1'H⁺-2,2'-Bipyridinium Di-μ-chloro-bis[dichloro(phenyl)antimonate(III)]. *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem*, 1987, vol. 43, no. 1, pp. 46–48. DOI: 10.1107/S0108270187097051.
44. Nakajima K., Toda H., Sakata K., Nishibayashi Y. Ruthenium-catalysed Oxidative Conversion of Ammonia into Dinitrogen. *J. Nat. Chem*, 2019, vol. 11, no. 8, pp. 702–709. DOI: 10.1038/s41557-019-0293-y.
45. Lo Y.H., Gabbai F.P. Controlling the Properties of a 2,2'-bipy-Platinum Dichloride Complex via Oxidation of a Peripheral Stibine Moiety. *J. Organomet. Chem*, 2019, vol. 37, no. 15, pp. 2500–2506. DOI: 10.1021/acs.organomet.8b00296.
46. Strube A., Huttner G., Zsolnai L. Übergangsmetallstabilisierte As^I- und Sb^I-Chelate. *J. Organomet. Chem*, 1990, vol. 399, no. 3, pp. 255–266. DOI: 10.1016/0022-328X(90)85490-P.
47. Chatterjee J.A., Krause W.B., Connick et al. Interaction of SbCl₅²⁻ and Thioether Groups at the Open Coordination Sites of Platinum(II) Diimine Complexes. *J. Inorg. Chem*, 2010, vol. 49, no. 6, pp. 2808–2815. DOI: 10.1021/ic9021917.
48. Nunn M., Begley J., Sowerbody D.B. et al. Complexes of Organoantimony(III) and (V) Halides with Nitrogen Donors. *J. Polyhedron*, 1996, vol. 15, no. 19, pp. 3167–3174. DOI: 10.1016/0277-5387(96)00055-1.
49. Durola F., Russo L., Sauvag S., et al. Three-Component Entanglements Consisting of Three Crescent-Shaped Bidentate Ligands Coordinated to an Octahedral Metal Centre. *Cent. Eur. J. Eng*, 2007, vol. 13, no. 31, pp. 8749–8753. DOI: 10.1002/chem.200700684.
50. Hu B., Zou G.-D., Feng M.-L., Huang X.-Y. Inorganic–organic Hybrid Compounds Based on Novel Lanthanide-antimony Oxohalide Nanoclusters. *Dalton Trans*, 2012, vol. 41, pp. 9879. DOI: 10.1039/c2dt30563a.
51. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
52. 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.
53. OLEX2: 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.
54. Tarasevich B.N. *ИК спектры основных классов органических соединений* [IR Spectra of the Main Classes of Organic Compounds]. Moscow, MGU, 2012. 54 p.
55. Vasil'ev A.V., Grinenko E.V., Schukin A.O., Fedulina T.G. *Инфракрасная спектроскопия органических и природных соединений* [Infrared Spectroscopy of Organic and Natural Compounds]. Saint Petersburg, SPbSFTU, 2007. 54 p.

Received 11 December 2020

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Белов, В.В. Синтез и строение продуктов реакции 2,2'-дипиридила с треххлористой сурьмой / В.В. Белов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2021. – Т. 13, № 2. – С. 27–38. DOI: 10.14529/chem210203

FOR CITATION

Belov V.V. Synthesis and Structure of Reaction Products of 2,2'-Bipyridyl with Antimony Trichloride. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2021, vol. 13, no. 2, pp. 27–38. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem210203