

Химия элементоорганических соединений

УДК 546.185+546.86+547.53.024+548.312.5+544.022

DOI: 10.14529/chem210301

СТРОЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. СООБЩЕНИЕ 2

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение пяти элементоорганических соединений: $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_2\text{Ph}$ (**1**), $p\text{-Tol}_4\text{SbBr}$ (**2**), $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{I}_3]$ (**3**), $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CHMe}_2][\text{I}_3]$ (**4**) и $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3]^{+2} [\text{I}]^{-2} \cdot \text{I}_2$ (**5**). РСА проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (MoK_α -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Соединение $\text{C}_{31}\text{H}_{27}\text{OSb}$ (**1**), размер кристалла $0,3 \times 0,18 \times 0,1 \text{ мм}$, $P2_1/c$, $a = 14,512(7)$, $b = 10,554(4)$, $c = 17,209(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 106,91(2)$, $\gamma = 90,00$ град., $V = 2522(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0206$, $wR_2 = 0,0457$. $\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{SbBr}$ (**2**), размер кристалла $0,38 \times 0,22 \times 0,18 \text{ мм}$, $P2_1/n$, $a = 9,896(6)$, $b = 23,349(11)$, $c = 12,149(6) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 113,392(18)$, $\gamma = 90,00$ град., $V = 2576(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0321$, $wR_2 = 0,0673$. $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{SbI}_3$ (**3**), размер кристалла $0,3 \times 0,21 \times 0,13 \text{ мм}$, $P2_1/n$, $a = 10,679(18)$, $b = 8,178(14)$, $c = 15,07(3) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 92,89(11)$, $\gamma = 90,99$ град., $V = 1315(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0297$, $wR_2 = 0,0580$. $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{PI}_3$ (**4**), размер кристалла $0,27 \times 0,14 \times 0,05 \text{ мм}$, $P2_1/c$, $a = 10,199(5)$, $b = 17,886(11)$, $c = 13,300(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 91,77(2)$, $\gamma = 90,00$ град., $V = 2425(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0531$, $wR_2 = 0,1331$. $\text{C}_{39}\text{H}_{36}\text{P}_2\text{I}_4$ (**5**), размер кристалла $0,46 \times 0,29 \times 0,19 \text{ мм}$, $P2_1$, $a = 8,613(3)$, $b = 15,509(6)$, $c = 14,875(5) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 93,349(11)$, $\gamma = 90,00$ град., $V = 1983,6(12) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0297$, $wR_2 = 0,0678$.

Ключевые слова: строение, органический, соединение, сурьма, фосфор, рентгеноструктурный анализ.

При исследовании состава продуктов реакций органических соединений элементов в лаборатории химии элементоорганических соединений Южно-Уральского государственного университета широко используется метод рентгеноструктурного анализа, с помощью которого исследуется строение органических производных элементов. В настоящей работе определено строение пяти элементоорганических соединений: $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_2\text{Ph}$ (**1**), $p\text{-Tol}_4\text{SbBr}$ (**2**), $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{I}_3]$ (**3**), $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CHMe}_2][\text{I}_3]$ (**4**), $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3]^{+2} [\text{I}]^{-2} \cdot \text{I}_2$ (**5**), полученных методами классической химии элементоорганических соединений [1–4], охарактеризованных также элементным анализом.

Экспериментальная часть

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **1–5** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker (MoK_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 [5]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [6] и OLEX2 [7]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–4** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур **1–5**

Параметр	Значение				
	1	2	3	4	5
Формула	$\text{C}_{31}\text{H}_{27}\text{OSb}$	$\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{BrSb}$	$\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{I}_3\text{Sb}$	$\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{PI}_3$	$\text{C}_{39}\text{H}_{36}\text{O}_{12}\text{F}_3\text{SbN}_4$
M	537,28	566,16	810,85	700,08	907,36
Сингония	Моноклиная	Моноклиная	Моноклиная	Моноклиная	Моноклиная

Параметр	Значение				
	1	2	3	4	5
Пр. группа	$P2_1/c$	$P2_1/n$	$P2_1/n$	$P2_1/c$	$P2_1$
Параметры решетки:					
$a, \text{Å}$	14,512(7)	9,896(6)	10,679(18)	10,199(5)	8,613(3)
$b, \text{Å}$	10,554(4)	23,349(11)	8,178(14)	17,886(11)	15,509(6)
$c, \text{Å}$	17,209(9)	12,149(6)	15,07(3)	13,300(9)	14,875(5)
$\alpha, \text{град.}$	90,00	90,00	90,00	90,00	90,00
$\beta, \text{град.}$	106,91(2)	113,392(18)	92,89(11)	91,77(2)	93,349(11)
$\gamma, \text{град.}$	90,00	90,00	90,00	90,00	90,00
$V, \text{Å}^3$	2522(2)	2576(2)	1315(4)	2425(2)	1983,6(12)
Z	4	4	2	4	2
$\rho(\text{выч.}), \text{г/см}^3$	1,415	1,460	2,048	1,918	1,799
$\mu_{\text{Mo}}, \text{мм}^{-1}$	1,114	2,633	4,579	3,937	3,248
$F(000)$	1088,0	1128,0	748,0	1320,0	1024,0
Размер кристалла, мм	0,3×0,18×0,1	0,38×0,22×0,18	0,3×0,21×0,13	0,27×0,14×0,05	0,46×0,29×0,18
$2\theta, \text{град.}$	6,28–52,2	6,38–60,06	6,28–56,32	6,06–59,22	5,92–55,98
Интервалы индексов отражений	$-17 \leq h \leq 17,$ $-13 \leq k \leq 13,$ $-21 \leq l \leq 21$	$-13 \leq h \leq 13,$ $-32 \leq k \leq 32,$ $-14 \leq l \leq 17$	$-14 \leq h \leq 14,$ $-10 \leq k \leq 10,$ $-19 \leq l \leq 19$	$-14 \leq h \leq 14,$ $-24 \leq k \leq 24,$ $-18 \leq l \leq 18$	$-11 \leq h \leq 11,$ $-20 \leq k \leq 20,$ $-19 \leq l \leq 19$
Всего отражений	43071	65367	21047	100983	32907
Независимых отражений	4978 ($R_{\text{int}} = 0,0387$)	7489 ($R_{\text{int}} = 0,0414$)	3201 ($R_{\text{int}} = 0,0325$)	6807 ($R_{\text{int}} = 0,0453$)	9490 ($R_{\text{int}} = 0,0234$)
Число уточняемых параметров	298	275	128	237	406
$GOOF$	1,059	1,035	1,059	1,055	1,130
R -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0206,$ $wR_2 = 0,0457$	$R_1 = 0,0321,$ $wR_2 = 0,0673$	$R_1 = 0,0297,$ $wR_2 = 0,0580$	$R_1 = 0,0531,$ $wR_2 = 0,1331$	$R_1 = 0,0297,$ $wR_2 = 0,0678$
R -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0294,$ $wR_2 = 0,0486$	$R_1 = 0,0584,$ $wR_2 = 0,0770$	$R_1 = 0,0461,$ $wR_2 = 0,0636$	$R_1 = 0,0753,$ $wR_2 = 0,1465$	$R_1 = 0,0349,$ $wR_2 = 0,0703$
Остаточная электронная плотность (max/min), $e/\text{Å}^3$	0,32/–0,40	0,46/–0,90	0,41/–0,88	1,28/–2,19	0,39/–1,45

Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1–5

Связь	Длина, Å	Угол	$\omega, \text{град}$
1			
Sb(1)–C(31)	2,130(2)	C(31)Sb(1)C(1)	95,19(8)
Sb(1)–O(1)	2,0916(16)	C(11)Sb(1)C(21)	119,71(8)
Sb(1)–C(21)	2,127(2)	O(1)Sb(1)C(1)	175,32(6)
Sb(1)–C(1)	2,198(2)	C(21)Sb(1)C(31)	120,32(8)
Sb(1)–C(11)	2,123(2)	C(11)Sb(1)C(31)	118,96(8)
2			
Sb(1)–Br(1)	2,9647(15)	C(1)Sb(1)Br(1)	174,58(7)
Sb(1)–C(1)	2,160(3)	C(21)Sb(1)C(11)	117,33(10)
Sb(1)–C(11)	2,121(3)	C(31)Sb(1)C(11)	114,67(9)
Sb(1)–C(21)	2,117(3)	C(31)Sb(1)C(21)	122,59(10)
Sb(1)–C(31)	2,108(3)	C(31)Sb(1)C(1)	98,79(10)
3			
I(1)–I(2)	2,942(6)	I(2)I(1)I(2 ¹)	177,377(18)
Sb(1)–C(1 ²)	2,098(4)	C(1 ²)Sb(1)C(11)	112,84(16)
I(1)–I(2 ¹)	2,942(6)	C(1)Sb(1)C(11 ²)	111,87(16)
Sb(1)–C(1)	2,098(4)	C(1 ²)Sb(1)C(11)	111,87(16)
Sb(1)–C(11)	2,111(4)	C(1 ²)Sb(1)C(11 ²)	112,84(16)

Преобразования симметрии: ¹ 3/2–x, +y, 3/2–z; ² 3/2–x, +y, 1/2–z

Окончание табл. 2

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град
4			
I(1)–I(2)	2,9116(17)	I(3)I(2)I(1)	178,37(2)
I(2)–I(3)	2,8845(17)	C(21)P(1)C(7)	107,7(2)
P(1)–C(21)	1,811(5)	C(1)P(1)C(21)	108,0(2)
P(1)–C(1)	1,798(5)	C(1)P(1)C(7)	110,0(2)
P(1)–C(7)	1,818(5)	C(1)P(1)C(11)	109,8(2)
P(1)–C(11)	1,800(5)	C(11)P(1)C(7)	112,8(3)
5			
I(2)–I(3)	2,8302(10)	C(21)P(1)C(7)	107,50(16)
P(1)–C(7)	1,798(3)	C(1)P(1)C(7)	108,39(15)
P(1)–C(21)	1,793(3)	C(1)P(1)C(21)	110,68(15)
P(1)–C(1)	1,791(3)	C(11)P(1)C(7)	109,92(17)
P(1)–C(11)	1,786(3)	C(11)P(1)C(21)	109,23(16)
P(2)–C(31)	1,791(3)	C(11)P(1)C(1)	111,04(15)
P(2)–C(9)	1,795(3)	C(31)P(2)C(9)	108,45(16)
P(2)–C(41)	1,798(4)	C(31)P(2)C(41)	110,65(16)
P(2)–C(51)	1,794(3)	C(31)P(2)C(51)	108,96(15)

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 2060281 (1), 2055818 (2), 1957175 (3), 2042932 (4), 2041585 (5); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Вопросы синтеза арильных соединений пятивалентных сурьмы и фосфора широко представлены в литературе [2–4, 8–35]. Кристаллические структуры указанных производных изучались в меньшей степени. В настоящей работе методом PCA расшифровано строение пяти элементоорганических соединений: Ph₄SbOCH₂Ph (рис. 1), *p*-Tol₄SbBr (рис. 2), [Ph₄Sb][I₃] (рис. 3), [Ph₃PCH₂CHMe₂][I₃] (рис. 4) и (3-FC₆H₄)₃Sb[OC(O)C₆H₃(NO₂)_{2-3,5}]₂·PhH (рис. 5).

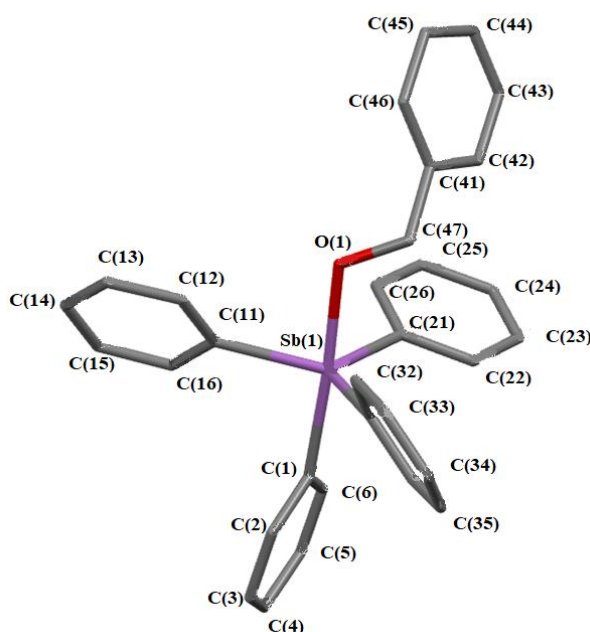


Рис. 1. Строение бензилокситетрафенилсурьмы (1)
(атомы водорода не показаны)

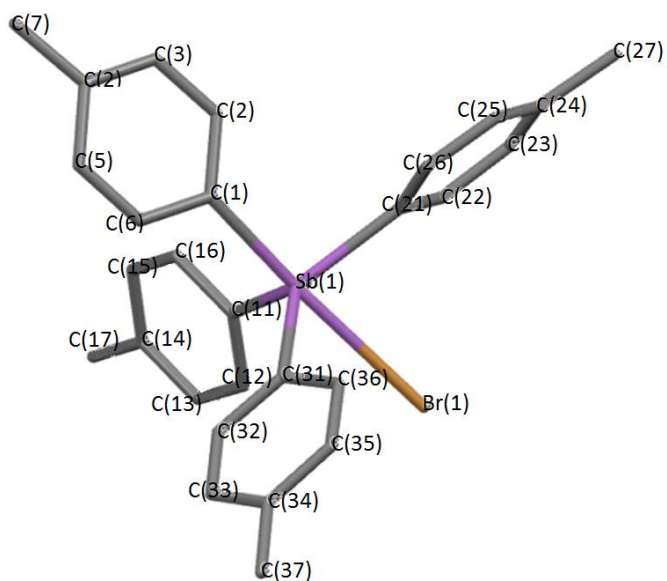


Рис. 2. Строение бромида тетра(пара-толил)сурьмы (2)
(атомы водорода не показаны)

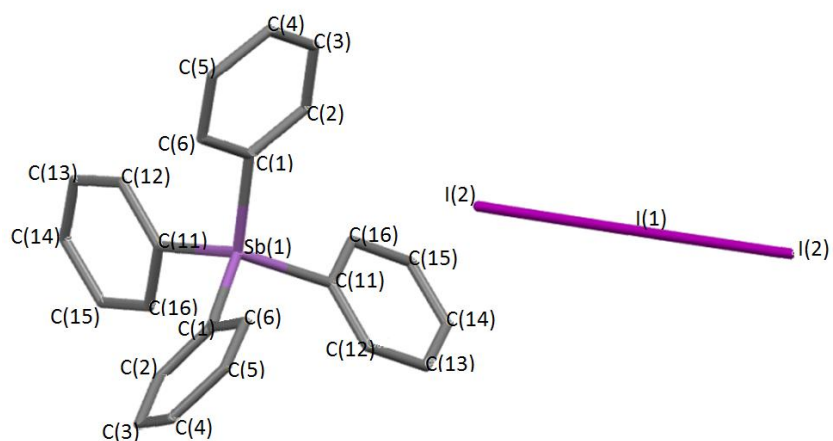


Рис. 3. Строение трииодида тетрафенилсурьмы (3)
(атомы водорода не показаны)

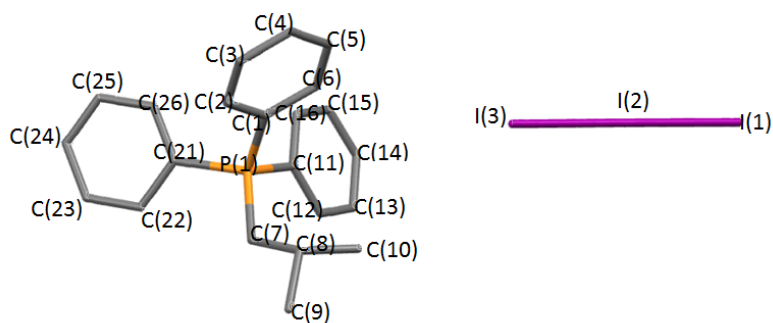


Рис. 4. Строение трииодида изо-бутилтрифенилфосфория (4)
(атомы водорода не показаны)

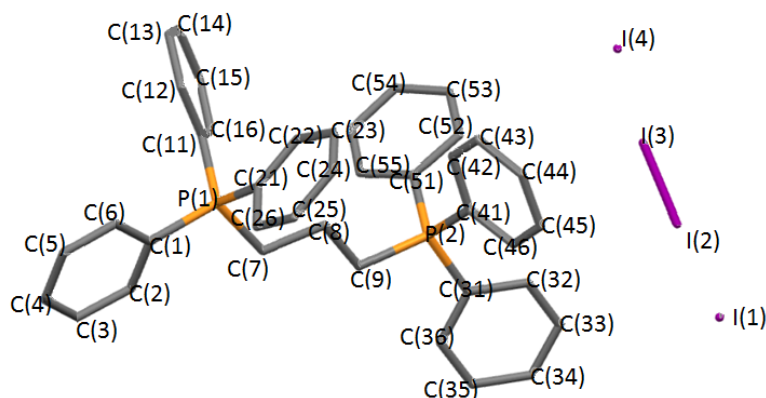


Рис. 5. Строение аддукта диодида триметиленбис(трифенилфосфония) с иодом (5) (атомы водорода не показаны)

Выводы

В настоящей работе методом PCA расшифровано строение пяти элементоорганических соединений: $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_2\text{Ph}$, $p\text{-Tol}_4\text{SbBr}$, $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{I}_3]$, $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CHMe}_2][\text{I}_3]$ и $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3]^{+2}[\text{I}]^{-2} \cdot \text{I}_2$.

Литература

1. Кочешков, К.А. Методы элементоорганической химии. Сурьма, висмут / К.А. Кочешков, А.П. Сколдинов, Н.Н. Землянский. – М.: Наука, 1976. – 483 с.
2. Шарутин, В.В. Именные реакции в химии элементоорганических соединений / В.В. Шарутин, В.С. Сенчурин. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2011. – 427 с.
3. 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.
4. Зыкова, А.Р. Синтез и строение арильных соединений фосфора / А.Р. Зыкова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 5–50. DOI: 10.14529/chem200401
5. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
6. 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.
7. 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.
8. Моноядерные катехолатные комплексы сурьмы(V) с дополнительными пиридиновыми лигандами / Л.С. Охлопкова, И.В. Смолянинов, Е.В. Баранов, А.И. Поддельский // Коорд. химия. – 2020. – Т. 46, № 7. – С. 410–420. DOI: 10.31857/S0132344X20060080
9. Triphenylantimony(V) Catecholato Complexes with 4-(2,6-Dimethylphenyliminomethyl)pyridine. Structure, Redoxproperties: The Influence of Pyridine Ligand / L.S. Okhlopkova, A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov et al. // J. Organomet. Chem. – 2019. – V. 897. – P. 32–41. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2019.06.025
10. Катехолаты трифенилсурьмы(V) на основе о-хинонов – производных бензо-[b][1,4]-диоксинов и -диоксепинов / А.И. Поддельский, Л.С. Охлопкова, И.Н. Мещерякова и др. // Коорд. химия. – 2019. – Т. 45, № 2. – С. 120–128. DOI: 10.1134/S0132344X19010092
11. Non Steroidal Anti-inflammatory Drug (NSAIDs) in Breast Cancer Chemotherapy; Antimony(V) Salicylate a DNA Binder / N.M. Polychronis, C.N. Banti, C.P. Raptopoulou et al. // Inorg. Chim. Acta. – 2019. – V. 489. P. 39–47. DOI: 10.1016/j.ica.2019.02.2004
12. Yang, M. Synthesis and Properties of Triarylhalostibonium Cations / M. Yang, F.P. Gabbai // Inorg. Chem. – 2017. – V. 56. – P. 8644–8650. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00293.
13. Bone, S.P. Phenylantimony(V) Fluoride Halides: Isolation and Crystal Structures of $\text{SbPh}_2\text{Br}_2\text{F} \cdot \text{SbPh}_2\text{Br}_3$, $(\text{SbPh}_2\text{BrF})_2\text{O}$ and $\text{SbPh}_3\text{Cl}_{1.8}\text{F}_{0.2}$ / S.P. Bone, M.J. Begley, D.B. Sowerby // J. Chem. Soc., Dalton Trans. – 1992. – P. 2085–2091. DOI: 10.1039/DT9920002085.

14. Structural Investigations, Anti-leishmanial, Antibacterial and Docking Studies of New Pentavalent Antimony Carboxylates / L. Saleem, A. Badshah, M.K. Rauf et al. // *Inorganica Chimica Acta*. – 2018. – V. 474. – P. 148–155. DOI 10.1016/j.ica.2018.01.036.
15. Mahalakshmi, H. X-ray Structures of Dichlorotri(pentafluorophenyl)antimony(V) and Dibromotri(pentafluorophenyl)antimony (V) / H. Mahalakshmi, V.K. Jain, E.R.T. Tiekink // *Main Group Met. Chem.* – 2001. – V. 24. – P. 391. DOI: 10.1515/MGMC.2001.24.6.391.
16. Investigations on the Reactivity of Arylantimony Halides with N,O-Donor Ligands. / P. Kishore, J. Ali, G. Narasimhulu et al. // *J. Chem. Sci.* – 2018. – V. 130. – Article: 100. DOI: 10.1007/s12039-018-1495-3
17. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (\pm)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in Vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties / J. Jiang, H. Yin, F. Wang et al. // *Dalton Trans.* – 2013. – V. 42. – P. 8563–8566. DOI: 10.1039/C3DT50221J.
18. Synthesis of Heteroleptic Pentavalent Antimonials Bearing Heterocycliccinnamate Moieties and their Biological Studies / S. Sarwar, T. Iftikhar, M.K. Rauf et al. // *Inorg. Chim. Acta*. – 2018. – V. 476. – P. 12–19. DOI: 10.1016/j.ica.2018.02.005
19. 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 // *Organometallics*. – 2018. – V. 37. – P. 2500–2506. DOI: 10.1021/acs.organomet.8b00296
20. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I₂: Isolation of [R₃SbI]⁺ Salt / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, S.A. Adonin, A.S. Novikov // *New J. Chem.* – 2020. – V. 44. – P. 14339–14342. DOI: 10.1039/D0NJ02774J.
21. Синтез и строение дикротоната трифенилсурьмы / А.В. Гуцин, О.С. Калистратова, Р.А. Верховых и др. // *Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского*. – 2013. – № 1. – С. 86–90.
22. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, O.S. Kalistratova et al. // *Struct. Chem.* – 2016. – V. 27, № 1. – P. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
23. Duffin, R.N. Comparative Stability, Toxicity and Anti-leishmanial Activity of Triphenyl Antimony(V) and Bismuth(V) α -Hydroxy Carboxylate Complexes / R.N. Duffin, V.L. Blair, L. Kedzierski, P.C. Andrews // *Dalton Trans.* – 2018. – V. 47. – P. 971–980. DOI: 10.1039/c7dt04171c.
24. Биядерный катехолат трифенилсурьмы(V) на основе редокс-активного бис-*о*-бензохинонона – производного бис-катехолаальдимина / М.В. Арсеньев, Л.С. Охлопкова, А.И. Поддельский и др. // *Коорд. химия*. – 2018. – Т. 44, № 1. – С. 71–76. DOI: 10.7868/S0132344X18010103
25. New Sterically Hindered *Bis*-catechol, *Bis-*o**-quinone and its *Bis*-triphenylantimony(V) *Bis*-catecholate. 3,5-Di-*tert*-butyl-6-methoxymethylcatechol as Alkylating Agent / M.V. Arsenyev, T.V. Astafeva, E.V. Baranov et al. // *Mendeleev Commun.* – 2018. – Vol. 28, no 1. – P. 76–78. – DOI: 10.1016/j.mencom.2018.01.025.
26. Reversible Binding of Dioxygen by a Non-Transition-Metal Complex / G.A. Abakumov, A.I. Poddel'sky, E.V. Grunova et al. // *Angew. Chem. Int. Ed.* – 2005. – V. 44(18). – P. 2767–2771.
27. Циклические эндопероксиды на основе катехолатов трифенилсурьмы (V). Обратимое связывание молекулярного кислорода / Г.А. Абакумов, В.К. Черкасов, Е.В. Грунова и др. // *Доклады Академии наук*. – 2005. – Т. 405. – № 2. – С. 199–203.
28. Triphenylantimony(V) Catecholates and *o*-Amidophenolates: Reversible Binding of Molecular Oxygen / V.K. Cherkasov, G.A. Abakumov, E.V. Grunova et al. // *Chem. Eur. J.* – 2006. – V. 12, № 14. – P. 3916–3927. DOI: 10.1002/chem.200501534
29. Шарутин, В.В. Синтез и строение дифталата трифенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчурин // *Журн. неорган. химии*. – 2014. – Т. 59, № 9. – С. 1178–1181. DOI: 10.7868/S0044457X14090177.
30. 3,6-Di-*tert*-butylcatecholates of trialkyl/triarylantimony(V) / A.I. Poddel'sky, I.V. Smolyaninov, G.K. Fukin et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2018. – V. 867. – P. 238–245. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2017.12.006
31. Triphenylantimony(V) 6-Alkoxyethyl-3,5-di-*tert*-butylcatecholates. Structure and Redox-properties / A.I. Poddel'sky, T.V. Astafeva, I.V. Smolyaninov et al. // *J. Organometal. Chem.* – 2018. – V. 873. – P. 57–65. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2018.07.030

32. Chen, C.-H. Coordination of a Stibine Oxide to a Lewis Acidic Stiborane at the Upper Rim of the Biphenylene Backbone / C.H. Chen, F.P. Gabbaï // Dalton Trans. – 2018. – V. 47. – P. 12075–12078. DOI: 10.1039/c8dt02872a.

33. Синтез и строение диакрилата трифенилсурьмы / А.В. Гушин, Л.К. Прыткова, Д.В. Шашкин и др. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. – 2010. – № 1. – С. 95–99.

34. Experimental and Theoretical Distribution of Electron Density and Thermopolimerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex / G.K. Fukin, M.A. Samsonov, A.V. Arapova et al. // J. Solid State Chem. – 2017. – V. 254. – P. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030

35. Шарутин, В.В. Строение сурьмаорганических соединений $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]_3\text{Sb}$, $(4\text{-Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_3\text{SbI}_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\text{-3,5}]_2$, $(3\text{-MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\text{-3,5}]_2 \cdot \text{PhH}$ и $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\text{-3,5}]_2 \cdot \text{PhH}$ / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2020. – Т. 12, № 4. – С. 79–91. DOI: 10.14529/chem200405

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 16 апреля 2021 г.

DOI: 10.14529/chem210301

STRUCTURE OF ORGANIC AND ORGANOELEMENTAL COMPOUNDS. PART 2

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The structures of five organoantimony compounds $\text{Ph}_4\text{SbOCH}_2\text{Ph}$ (**1**), *p*- ToI_4SbBr (**2**), $[\text{Ph}_4\text{Sb}][\text{I}_3]$ (**3**), $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{CHMe}_2][\text{I}_3]$ (**4**) and $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_3\text{PPh}_3]^{+2}[\text{I}^-]_2 \cdot \text{I}_2$ (**5**) were determined by X-ray diffraction analysis. X-ray diffraction of the compounds was carried out on an automatic four-circle diffractometer D8 Quest Bruker (MoK_α , $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, 293 K. (**1**), crystal size $0,3 \times 0,18 \times 0,1 \text{ mm}$, $P2_1/c$, $a = 14,512(7)$, $b = 10,554(4)$, $c = 17,209(9) \text{ \AA}$, $\beta = 106,91(2) \text{ deg.}$, $V = 2522(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0206$, $wR_2 = 0,0457$. (**2**), crystal size $0,38 \times 0,22 \times 0,18 \text{ mm}$, $P2_1/n$, $a = 9,896(6)$, $b = 23,349(11)$, $c = 12,149(6) \text{ \AA}$, $\beta = 113,393(18) \text{ deg.}$, $V = 2576(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0321$, $wR_2 = 0,0673$. (**3**), crystal size $0,3 \times 0,21 \times 0,13 \text{ mm}$, $P2_1/n$, $a = 10,679(18)$, $b = 8,178(14)$, $c = 15,07(3) \text{ \AA}$, $\beta = 92,89(11) \text{ deg.}$, $V = 1315(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0297$, $wR_2 = 0,0589$. (**4**), crystal size $0,27 \times 0,14 \times 0,05 \text{ mm}$, $P2_1/c$, $a = 10,199(5)$, $b = 17,886(11)$, $c = 13,300(9) \text{ \AA}$, $\beta = 91,77(2) \text{ deg.}$, $V = 2425(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$, $R_1 = 0,0531$, $wR_2 = 0,1331$. (**5**), crystal size $0,46 \times 0,29 \times 0,18 \text{ mm}$, $P2_1$, $a = 8,613(3)$, $b = 15,509(6)$, $c = 14,875(5) \text{ \AA}$, $\beta = 93,349(11) \text{ deg.}$, $V = 1940(6) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $R_1 = 0,0297$, $wR_2 = 0,0678$.

Keywords: structure, organic, compound, antimony, X-ray diffraction analysis.

References

1. Kocheshkov K.A., Skoldinov A.P., Zemlyanskii N.N. *Metody elementoorganicheskoy khimii. Sur'ma, vismut.* [Methods of Organometallic Chemistry. Antimony, Bismuth]. Moscow, Nauka Publ., 1976, 483 p. (in Russ.).

2. Sharutin V.V. *Imennye reakcii v khimii elementoorganicheskikh soedineniy* [Nominal reactions in the chemistry of organoelement compounds]. Chelyabinsk, South Ural St. Unive. Publ., 2011. 427 p.

3. Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. Aryl Compounds of Pentavalent Antimony: Syntheses, Reactions, and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2020, vol. 46, no. 10, pp. 663–728. DOI: 10.1134/S1070328420100012

4. Zykova A.R. [Synthesis and Structure of Aryl Phosphorus Compounds]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chem.*, 2020, vol. 12, no. 4, pp. 5–50. (in Russ.) DOI: 10.14529/chem200401

5. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
6. 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.
7. 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.
8. Okhlopkova L.S., Smolyaninov I.V., Baranov E.V., Poddel'skii A.I. Mononuclear Antimony(V) Catecholate Complexes with Additional Pyridine Ligands. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2020, vol. 46, no. 7, pp. 466–476. DOI: 10.1134/S1070328420060081
9. Okhlopkova L.S., Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Okhlopkova L.S., Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Fukin G.K., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. Triphenylantimony(V) Catecholato Complexes with 4-(2,6-Dimethylphenyliminomethyl)pyridine. Structure, Redox properties: The Influence of Pyridine Ligand. *J. Organomet. Chem.*, 2019, vol. 897, pp. 32–41. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2019.06.025
10. Poddel'skii A.I., Okhlopkova L.S., Meshcheryakova I.N., Druzhkov N.O., Smolyaninov I.V., & Fukin, G. K. Triphenylantimony(V) Catecholates Based on *o*-Quinones, Derivatives of Benzo[*b*][1,4]-Dioxines and Benzo[*b*][1,4]-Dioxepines. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2019, vol. 45, no. 2, pp. 133–141. DOI: 10.1134/S1070328419010093.
11. Polychronis N.M., Banti C.N., Raptopoulou C.P., Psycharis V., Kourkoumelis N., Nadjikou S.K. Non Steroidal Anti-inflammatory Drug (NSAIDs) in Breast Cancer Chemotherapy; Antimony(V) Salicylate a DNA Binder. *Inorg. Chim. Acta.*, 2019, vol. 489, pp. 39–47. DOI: 10.1016/j.ica.2019.02.2004
12. Yang M., Gabbai F.P. Synthesis and Properties of Triarylhalostibonium Cations. *Inorg. Chem.*, 2017, vol. 56, pp. 8644–8650. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00293.
13. Bone S.P., Begley M.J., Sowerby D.B. Phenylantimony(V) Fluoride Halides: Isolation and Crystal Structures of $\text{SbPh}_2\text{Br}_2\text{F}$, SbPh_2Br_3 , $(\text{SbPh}_2\text{BrF})_2\text{O}$ and $\text{SbPh}_3\text{Cl}_{1.8}\text{F}_{0.2}$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, pp. 2085–2091. DOI: 10.1039/DT9920002085.
14. Saleem L., Altaf A.A., Badshah A., Rauf M.K., Waseem A., Danish M., Azam S.S., Arshad M.N., Asiria A.M., Ahmad S., Gul R. Structural Investigations, Anti-leishmanial, Antibacterial and Docking Studies of New Pentavalent Antimony Carboxylates. *Inorg. Chim. Acta.*, 2018, vol. 474, pp. 148–155. DOI: 10.1016/j.ica.2018.01.036.
15. Mahalakshmi H., Jain V.K., Tiekink E.R.T. X-ray Structures of Dichlorotri(pentafluorophenyl)antimony(V) and Dibromotri(pentafluorophenyl)antimony (V). *Main Group Met. Chem.*, 2001, vol. 24, pp. 391. DOI: 10.1515/MGMC.2001.24.6.391
16. Kishore P., Ali J., Narasimhulu G., Baskar V. Investigations on the Reactivity of Arylantimony Halides with N,O-Donor Ligands. *J. Chem. Sci.*, 2018, vol. 130, article: 100. DOI: 10.1007/s12039-018-1495-3.
17. Jiang J., Yin H., Wang F., Han Z., Wang F., Cheng S., Hong M. Novel Tetranuclear Triarylantimony(V) Complexes with (\pm)-Mandelic Acid Ligands: Synthesis, Characterization, *in Vitro* Cytotoxicity and DNA Binding Properties. *Dalton Trans.*, 2013, vol. 42, pp. 8563–8566. DOI: 10.1039/C3DT50221J.
18. Sarwar S., Iftikhar T., Rauf M.K., Badshah A., Waseem D., Tahir M.N., Khan K.M., Khan G.M. Synthesis of heteroleptic pentavalent antimonials bearing heterocyclic cinnamate moieties and their biological studies. *Inorg. Chim. Acta.*, 2018, vol. 476, pp. 12–19. DOI: 10.1016/j.ica.2018.02.005.
19. Lo Y.-H., Gabbai F.P. Controlling the Properties of a 2,2'-Bipy-platinum Dichloride Complex Via Oxidation of a Peripheral Stibine Moiety. *Organometallics.*, 2018, vol. 37, pp. 2500–2506. DOI: 10.1021/acs.organomet.8b00296.
20. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Adonin S.A., Novikov A.S. Substituent-dependent Reactivity of Triarylantimony(III) Toward I_2 : Isolation of $[\text{R}_3\text{SbI}]^+$ Salt. *New J. Chem.*, 2020, vol. 44, pp. 14339–14342. DOI: 10.1039/D0NJ02774J.
21. Gushchin A.V., Kalistratova O.S., Verkhovykh R.A., Somov N.V., Shashkin D.V., Dodonov V.A. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Dicrotonate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Nizhni Novgorod*, 2013, no. 1, pp. 86–90. (in Russ.)

22. Fukin G.K., Samsonov M.A., Kalistratova O.S., Gushchin A.V. Experimental Study of Electron Density Distribution in Crystals of Antimony(V) Dicarboxylate Complexes. *Struct. Chem.*, 2016, vol. 27, no. 1, pp. 357–365. DOI: 10.1007/s11224-015-0604-x.
23. Duffin R.N., Blair V.L., Kedzierski L., Andrews P.C. Comparative Stability, Toxicity and Anti-leishmanial Activity of Triphenyl Antimony(V) and Bismuth(V) α -Hydroxy Carboxylate Complexes. *Dalton Trans.*, 2018, vol. 47, pp. 971–980. DOI: 10.1039/c7dt04171c.
24. Arsen'ev M.V., Okhlopkova L.S., Poddel'skii A.I., Fukin G.K. Binuclear Triphenylantimony(V) Catecholate Based on Redox-Active *Bis-o*-Benzoquinone, a *Bis*-Catechol-Aldimine Derivative. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2018, vol. 44(2), pp. 162–168. DOI: 10.1134/s1070328418020021
25. Arsenyev M.V., Astaf'eva T.V., Baranov E.V., Poddelsky A.I., Chesnokov S.A. New Sterically Hindered *Bis*-catechol, *Bis-o*-quinone and its *Bis*-triphenylantimony(V) *Bis*-catecholate. 3,5-Di-tert-butyl-6-methoxymethylcatechol as Alkylating Agent. *Mendeleev Commun.*, 2018, vol. 28, no. 1, pp. 76–78. DOI 10.1016/j.mencom.2018.01.025.
26. Abakumov G.A., Poddel'sky A.I., Grunova E.V., Cherkasov V.K., Fukin G. K., Kurskii Yu.A., Abakumova L.G. Reversible Binding of Dioxygen by a Non-Transition-Metal Complex. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, 2005, vol. 44(18), pp. 2767–2771.
27. Abakumov G.A., Cherkasov V.K., Grunova E.V., Poddel'skii A. I., Abakumova L. G., Kurskii Yu.A., Fukin G. K., Baranov E. V. Cyclic Endoperoxides Based on Triphenylantimony(V) Catecholates: The Reversible Binding of Dioxygen. *Doklady Chemistry.*, 2005, vol. 405, no. 1-3, pp. 222–225. DOI: 10.1007/s10631-005-0077-3.
28. Cherkasov V.K., Abakumov G.A., Grunova E.V., Poddel'skii A.I., Fukin G.K., Baranov E.V., Kurskii Yu.A., Abakumova L.G. Triphenylantimony(V) Catecholates and *o*-Amidophenolates: Reversible Binding of Molecular Oxygen. *Chem. Eur. J.*, 2006, vol. 12, no. 14, pp. 3916–3927. DOI: 10.1002/chem.200501534.
29. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S. [Synthesis and Structure of Triphenylsulfurium Diphthalate]. *J. Inorg. Chem.*, 2014, vol. 59, no. 9, pp. 1178–1181. (in Russ.) DOI: 10.7868/S0044457X14090177.
30. Poddel'sky A.I., Smolyaninov I.V., Fukin G.K., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. 3,6-Di-tert-butylcatecholates of trialkyl/triarylantimony(V). *J. Organomet. Chem.*, 2018, vol. 867, pp. 238–245. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2017.12.006.
31. Poddel'sky A.I., Astaf'eva T.V., Smolyaninov I.V., Arsenyev M.A., Fukin G.K., Berberova N.T., Cherkasov V.K., Abakumov G.A. Triphenylantimony(V) 6-Alkoxyethyl-3,5-di-tert-butylcatecholates. Structure and Redox-properties. *J. Organometal. Chem.*, 2018, vol. 873, pp. 57–65. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2018.07.030.
32. Chen C.-H., Gabbai F.P. Coordination of a Stibine Oxide to a Lewis Acidic Stiborane at the Upper Rim of the Biphenylene Backbone. *Dalton Trans.*, 2018, vol. 47, pp. 12075–12078. DOI: 10.1039/c8dt02872a.
33. Gushchin A.V., Prytkova L.K., Shashkin D.V., Dodonov V.A., Fukin G.K., Shavyrin A.S., Rykalin V.I. [Synthesis and Structure of Triphenylantimony Diakrylate]. *Vestnik of Lobachevsky University of Nizhni Novgorod*, 2010, no. 1, pp. 95–99. (in Russ.)
34. Fukin G.K., Samsonov M.A., Arapova A.V., Mazur A.S., Artamonova T.O., Khodorkovskiy M.A., Vasilyev A.V. Experimental and Theoretical Distribution of Electron Density and Thermopolymerization in Crystals of $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}=\text{CH}_2)_2$ Complex. *J. Solid State Chem.*, 2017, vol. 254, pp. 32–39. DOI: 10.1016/j.jssc.2017.06.030
35. Sharutin V.V. [Structure of Organoantimony Compounds $[\text{C}_5\text{H}_4\text{Mn}(\text{CO})_3]\text{Sb}$, $(4\text{-Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_3\text{SbI}_2$, $\text{Ph}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2$, $(3\text{-MeC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2\cdot\text{PhH}$, and $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_{2-3,5}]_2\cdot\text{PhH}$]. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chem.*, 2020, vol. 12, no. 4, pp. 79–91. (in Russ.) DOI: 10.14529/chem200405

Received 16 April 2021

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Строение органических и элементоорганических соединений. Сообщение 2 / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2021. – Т. 13, № 3. – С. 5–13. DOI: 10.14529/chem210301

FOR CITATION

Sharutin V.V. Structure of Organic and Organoelemental Compounds. Part 2. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2021, vol. 13, no. 3, pp. 5–13. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem210301