

Химия элементоорганических соединений

УДК 544.02+548+548.3+548.312.2+548.312.3+548.312.4+548.312.5

DOI: 10.14529/chem220301

СТРОЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. СООБЩЕНИЕ 3

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение семи элементоорганических соединений и комплексов переходных металлов. РСА соединений проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (Mo K_{α} -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Соединение $[\text{Cu}_4\text{N}]_2[\text{Pd}_2\text{I}_6]_2$ (**1**), $P2_1/c$, $a = 14,583(5)$, $b = 14,083(6)$, $c = 24,022(9) \text{ \AA}$, $\beta = 100,916(16) \text{ град.}$, $V = 4844(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_5\text{PPh}_3]_4[\text{PtBr}_4]_3[\text{PtBr}_3(\text{C}_4\text{H}_8\text{O})_2]$ (**2**), $P-1$, $a = 10,32(5)$, $b = 14,69(6)$, $c = 28,90(10) \text{ \AA}$, $\alpha = 80,78(14)$, $\beta = 82,79(15)$, $\gamma = 84,2(2) \text{ град.}$, $V = 4277(31) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$. $(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{SbF}_2$ (**3**), $P-1$, $a = 6,867(6)$, $b = 8,558(10)$, $c = 14,431(11) \text{ \AA}$, $\alpha = 88,19(3)$, $\beta = 85,56(3)$, $\gamma = 78,68(4) \text{ град.}$, $V = 828,9(13) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Me}_2-2,4]_2$ (**4**), $P-1$, $a = 12,325(13)$, $b = 12,408(16)$, $c = 12,474(19) \text{ \AA}$, $\alpha = 70,59(7)$, $\beta = 71,45(5)$, $\gamma = 78,67(4) \text{ град.}$, $V = 1697(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[(2\text{-MeO})(\text{Br}-5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Sb}[\text{OSO}_2\text{Ph}]_2$ (**5**), $P2_1$, $a = 22,094(13)$, $b = 11,666(7)$, $c = 28,249(18) \text{ \AA}$, $\beta = 97,64(2) \text{ град.}$, $V = 7217(8) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $\{[(2\text{-MeO})(\text{Cl}-5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{SbOC}(\text{O})\text{CF}_3\}_2\text{O}$ (**6**), $P2_1/n$, $a = 12,93(3)$, $b = 26,52(7)$, $c = 17,11(5) \text{ \AA}$, $\beta = 94,31(10) \text{ град.}$, $V = 5851(27) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $[(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_2\text{SbOC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2-2,5]_2\text{-PhH}$ (**7**), $P-1$, $a = 8,647(11) \text{ \AA}$, $b = 9,673(12) \text{ \AA}$, $c = 10,982(17) \text{ \AA}$, $\alpha = 70,26(7)$, $\beta = 88,70(6)$, $\gamma = 78,02(4) \text{ град.}$, $V = 845(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$.

Ключевые слова: строение, 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 многих синтезируемых в лаборатории химии элементоорганических соединений. В продолжение изучения строения элементоорганических производных в настоящей работе исследовано строение семи новых 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 **1–7** 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 (№ 1898991 (**1**), № 2066534 (**2**), № 2074523 (**3**), № 2055549 (**4**), № 2060224 (**5**), № 2074502 (**6**), № 2055727 (**7**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

В банке структурных данных Кембриджского университета сотрудниками лаборатории химии элементоорганических соединений Южно-Уральского государственного университета (ЮУрГУ) задепонированы структуры более 1000 элементоорганических, неорганических и органических производных [4]. Особенности строения многих комплексов переходных и непереход-

Химия элементоорганических соединений

ных металлов обсуждаются в ряде работ сотрудников ЮУрГУ [5–19] и иностранных авторов, например [20–31].

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

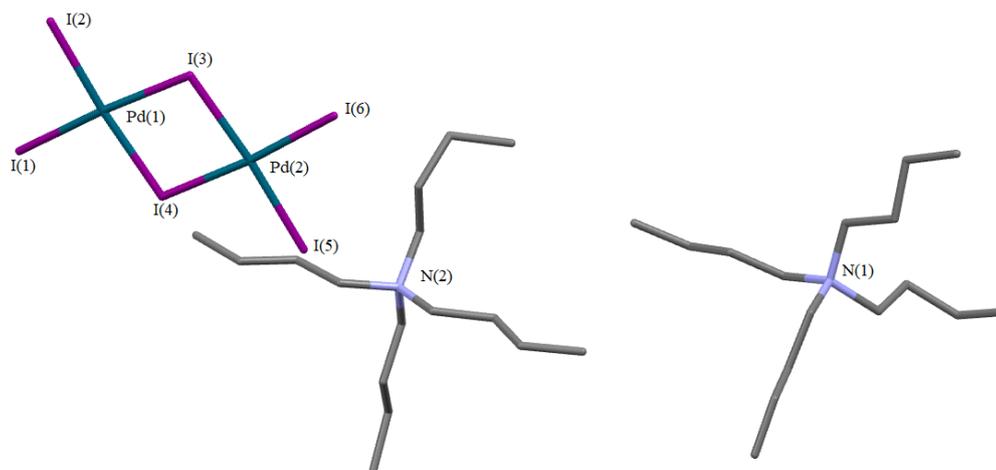


Рис. 1. Строение соединения $[Bu_4N]_2[Pd_2I_6]$ (1)

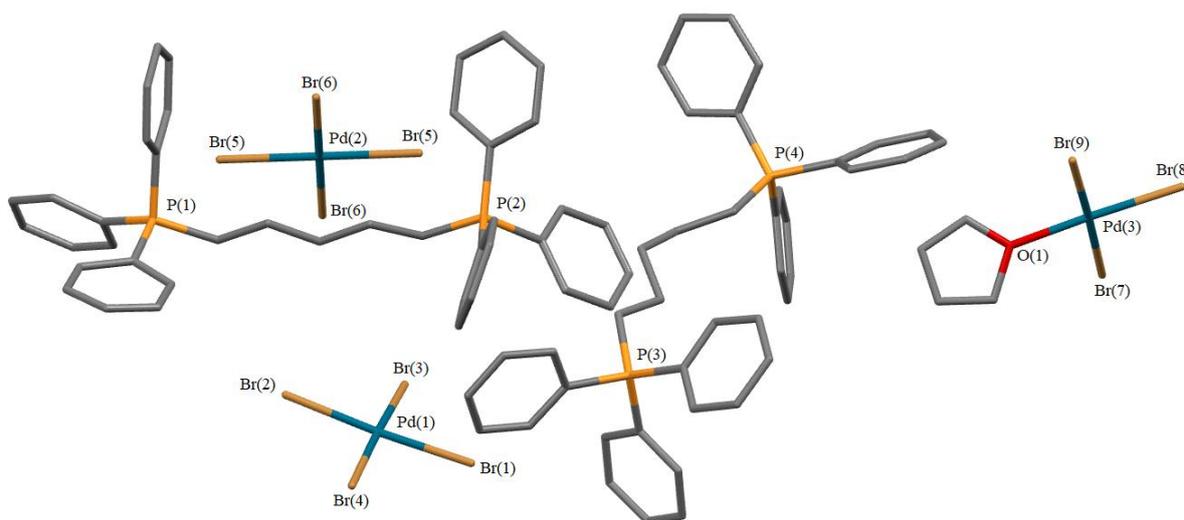


Рис. 2. Строение соединения $[Ph_3P(CH_2)_5PPh_3]_4[PtBr_4]_3[PtBr_3(C_4H_8O)]_2$ (2)

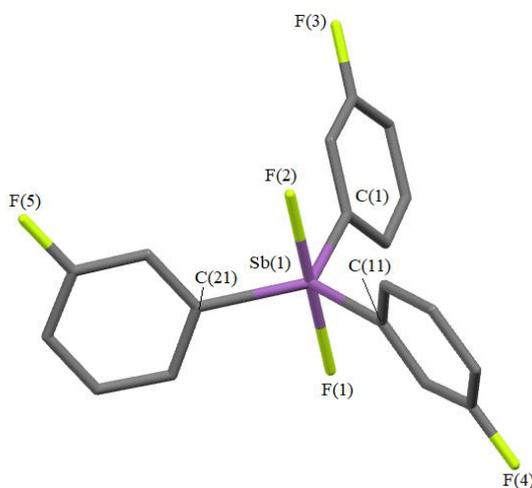


Рис. 3. Строение соединения $(3-FC_6H_4)_3SbF_2$ (3)

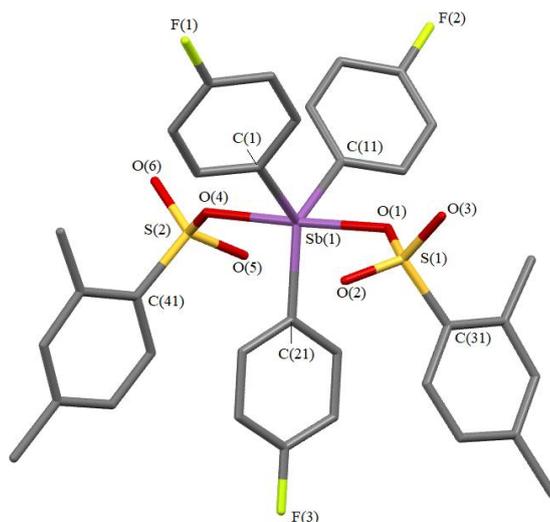
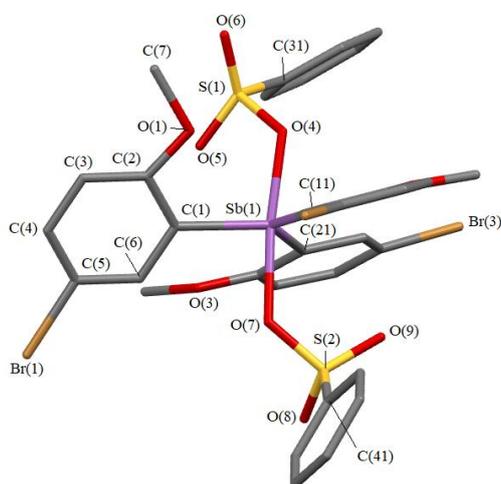
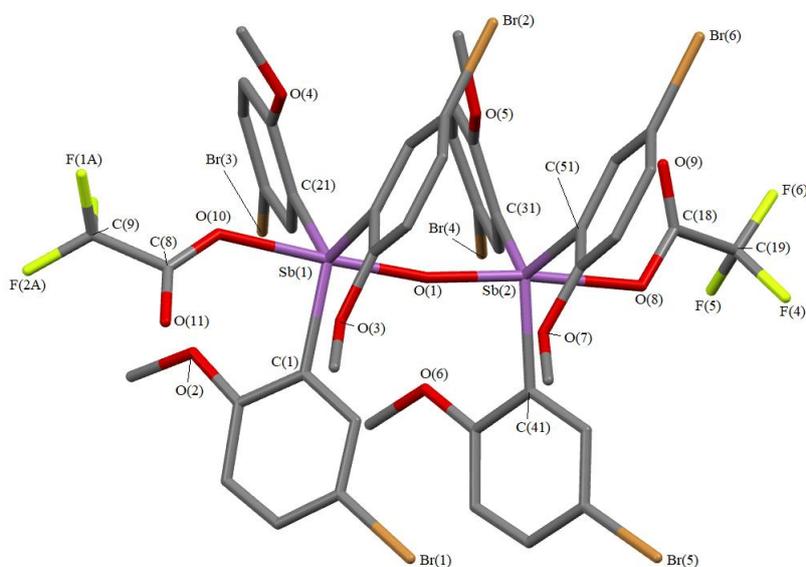
Рис. 4. Строение соединения $(4\text{-FC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}[\text{OSO}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{Me}_2\text{-}2,4]_2$ (4)Рис. 5. Строение одной из четырех молекул соединения $[(2\text{-MeO})(\text{Br-}5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{Sb}[\text{OSO}_2\text{Ph}]_2$ (5)Рис. 6. Строение соединения $[(2\text{-MeO})(\text{Cl-}5)\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{SbOC}(\text{O})\text{CF}_3)_2\text{O}$ (6)

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур соединений 1–7

Параметр	Значение						
	1	2	3	4	5	6	7
<i>M</i>	1459,12	4493,26	445,03	777,45	1988,30	1658,82	799,32
Сингония	Моноклинная	Триклинная	Триклинная	Триклинная	Моноклинная	Моноклинная	Триклинная
Пр. гр.	<i>P2₁/c</i>	<i>P-1</i>	<i>P-1</i>	<i>P-1</i>	<i>P2₁</i>	<i>P2₁/h</i>	<i>P-1</i>
<i>a</i> , Å	14,583(5)	10,32(5)	6,867(6)	12,325(13)	22,094(13)	12,93(3)	8,647(11)
<i>b</i> , Å	14,083(6)	14,69(6)	8,558(10)	12,408(16)	11,666(7)	26,52(7)	9,673(12)
<i>c</i> , Å	24,022(9)	28,90(10)	14,431(11)	12,474(19)	28,249(18)	17,11(5)	10,982(17)
α , град.	90,00	80,78(14)	88,19(3)	70,59(7)	90,00	90,00	70,26(7)
β , град.	100,916(16)	82,79(15)	85,56(3)	71,45(5)	97,64(2)	94,31(10)	88,70(6)
γ , град.	90,00	84,2(2)	78,68(4)	78,67(4)	90,00	90,00	78,02(4)
<i>V</i> , Å ³	4844(3)	4277(31)	828,9(13)	1697(4)	7217(8)	5851(27)	845(2)
<i>Z</i>	4	1	2	2	4	4	1
ρ (выч.), г/см ³	2,001	1,745	1,783	1,522	1,830	1,883	1,571
μ , мм ⁻¹	4,587	4,846	0,711	0,995	4,254	5,094	0,895
<i>F</i> (000)	2752,0	2204,0	432,0	784,0	3888,0	3196,0	398,0
Форма кристалла (размер, мм)	$0,53 \times 0,42 \times 0,22$	$0,16 \times 0,09 \times 0,03$	$0,24 \times 0,19 \times 0,17$	$0,57 \times 0,47 \times 0,19$	$0,21 \times 0,13 \times 0,05$	$0,35 \times 0,24 \times 0,12$	$0,65 \times 0,42 \times 0,21$
Область сбора данных по 2θ , град.	5,68–71,5	5,606–55,22	5,662–56,994	5,66–71,84	5,706–42,494	4,406–56,998	5,904–56,998
Интервалы индексов отражений	$-23 \leq h \leq 23$, $-23 \leq k \leq 23$, $-39 \leq l \leq 39$	$-13 \leq h \leq 13$, $-18 \leq k \leq 18$, $-37 \leq l \leq 37$	$-9 \leq h \leq 9$, $-11 \leq k \leq 11$, $-19 \leq l \leq 19$	$-20 \leq h \leq 20$, $-20 \leq k \leq 20$, $-20 \leq l \leq 20$	$-22 \leq h \leq 22$, $-11 \leq k \leq 11$, $-28 \leq l \leq 28$	$-17 \leq h \leq 17$, $-35 \leq k \leq 35$, $-22 \leq l \leq 22$	$-11 \leq h \leq 11$, $-12 \leq k \leq 12$, $-14 \leq l \leq 14$
Измерено отражений	142907	181827	34155	98320	56604	165562	26176
Независимых отражений	22355 ($R_{\text{int}} = 0,0533$)	19548 ($R_{\text{int}} = 0,1645$)	4196 ($R_{\text{int}} = 0,0324$)	15615 ($R_{\text{int}} = 0,0375$)	15904 ($R_{\text{int}} = 0,0498$)	14820 ($R_{\text{int}} = 0,1683$)	4265 ($R_{\text{int}} = 0,0519$)
Число отражений с $F^2 > 2\sigma(F^2)$	10998	10507	3835	14878	6568	7452	3472
Переменных уточнения	388	920	218	419	1503	707	257
<i>GOOF</i>	1,036	1,023	1,096	1,021	0,988	1,043	1,046
<i>R</i> -факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0590$, $wR_2 = 0,0933$	$R_1 = 0,0624$, $wR_2 = 0,1155$	$R_1 = 0,0259$, $wR_2 = 0,0599$	$R_1 = 0,0470$, $wR_2 = 0,0971$	$R_1 = 0,0370$, $wR_2 = 0,0826$	$R_1 = 0,0748$, $wR_2 = 0,2025$	$R_1 = 0,0587$, $wR_2 = 0,1765$
<i>R</i> -факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,1403$, $wR_2 = 0,1222$	$R_1 = 0,1520$, $wR_2 = 0,1425$	$R_1 = 0,0302$, $wR_2 = 0,0615$	$R_1 = 0,0842$, $wR_2 = 0,1131$	$R_1 = 0,1056$, $wR_2 = 0,1081$	$R_1 = 0,1599$, $wR_2 = 0,2521$	$R_1 = 0,0743$, $wR_2 = 0,1900$
Остаточная электронная плотность (max/min), e/Å ³	2,92/–1,50	0,89/–0,79	0,58/–0,42	1,29/–0,88	0,95/–0,60	1,77/–1,45	1,09/–0,98

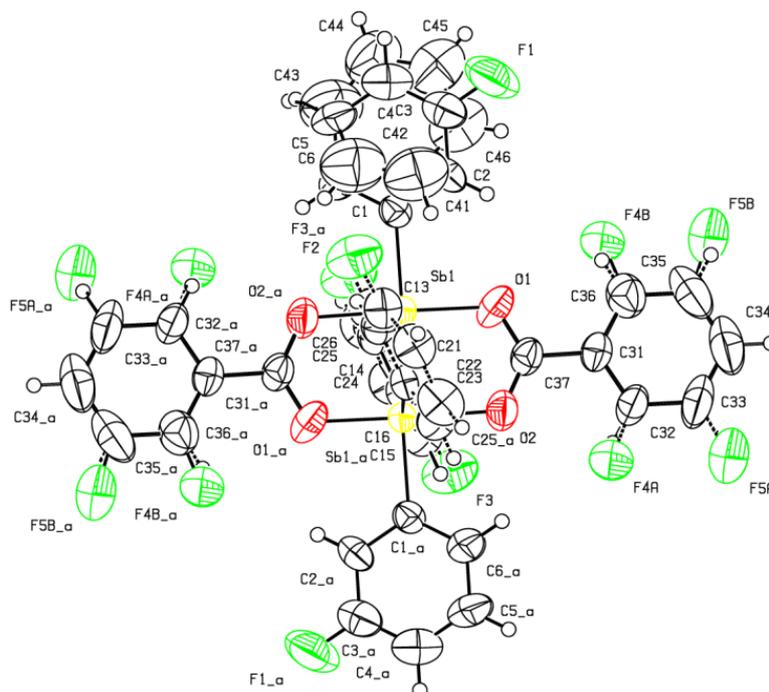
Рис. 7. Строение соединения $[(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_2\text{SbOC(O)C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-2,5}]_2 \cdot \text{PhH}$ (7)

Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1–7

Связь	Длина, Å	Угол	ω , град.
1			
I(1)–Pd(1)	2,6059(9)	Pd(1)I(3)Pd(2)	94,77(3)
I(2)–Pd(1)	2,6013(10)	I(3)Pd(2)I(6)	90,06(3)
I(3)–Pd(2)	2,5945(10)	I(3)Pd(2)I(4)	85,39(3)
I(3)–Pd(1)	2,5932(9)	Pd(2)I(4)Pd(1)	94,61(3)
I(6)–Pd(2)	2,5972(10)	I(6)Pd(2)I(5)	93,97(3)
I(4)–Pd(2)	2,5992(9)	I(4)Pd(2)I(5)	90,61(3)
I(5)–Pd(2)	2,6103(10)	I(2)Pd(1)I(1)	94,25(3)
I(4)–Pd(1)	2,6016(10)	I(3)Pd(1)I(2)	89,52(3)
N(1)–C(17)	1,527(8)	I(3)Pd(2)I(5)	175,87(2)
N(1)–C(29)	1,516(8)	I(6)Pd(2)I(4)	175,26(2)
N(2)–C(1)	1,516(7)	I(2)Pd(1)I(4)	174,83(2)
N(2)–C(5)	1,523(7)	I(3)Pd(1)I(1)	176,16(2)
2			
Pd(2)–Br(6)	2,453(8)	Br(6)Pd(2)Br(6 ¹)	180,0
Pd(2)–Br(6 ¹)	2,453(8)	Br(5)Pd(2)Br(5 ¹)	180,0
Pd(2)–Br(5)	2,464(8)	Br(9)Pd(3)Br(7)	178,16(4)
Pd(2)–Br(5 ¹)	2,464(8)	O(1)Pd(3)Br(8)	177,7(2)
Pd(3)–Br(7)	2,442(7)	Br(1)Pd(1)Br(3)	87,8(2)
Pd(3)–Br(9)	2,442(7)	Br(1)Pd(1)Br(4)	90,5(2)
Pd(3)–Br(8)	2,416(9)	Br(3)Pd(1)Br(2)	90,9(2)
Pd(3)–O(1)	2,071(10)	Br(2)Pd(1)Br(4)	91,0(2)
Pd(1)–Br(1)	2,441(8)	C(1)P(1)C(7)	110,5(4)
Pd(1)–Br(3)	2,452(10)	C(1)P(1)C(21)	107,5(4)
Pd(1)–Br(2)	2,460(8)	C(1)P(1)C(11)	106,8(4)
Pd(1)–Br(4)	2,464(10)	C(21)P(1)C(7)	109,9(4)
P(1)–C(1)	1,790(9)	C(21)P(1)C(11)	110,9(4)

Связь	Длина, Å	Угол	ω, град.
P(1)–C(7)	1,810(8)	C(11)P(1)C(7)	111,1(4)
P(1)–C(21)	1,792(9)	C(17)P(2)C(51)	109,4(4)
P(1)–C(11)	1,800(10)	C(41)P(2)C(17)	111,0(4)
P(2)–C(17)	1,796(9)	C(41)P(2)C(51)	105,6(4)
P(2)–C(51)	1,823(8)	C(41)P(2)C(31)	112,7(4)
P(2)–C(41)	1,790(9)	C(31)P(2)C(17)	106,9(4)
P(2)–C(31)	1,793(10)	C(31)P(2)C(17)	106,9(4)
P(3)–C(81)	1,786(9)	C(31)P(2)C(51)	111,3(4)
P(3)–C(67)	1,795(9)	C(81)P(3)C(67)	110,9(4)
P(3)–C(61)	1,842(10)	C(81)P(3)C(61)	108,4(5)
P(3)–C(71)	1,787(10)	C(81)P(3)C(71)	111,9(4)
P(4)–C(77)	1,799(10)	C(67)P(3)C(61)	105,5(4)
P(4)–C(101)	1,811(10)	C(71)P(3)C(67)	111,3(5)
P(4)–C(111)	1,794(9)	C(71)P(3)C(61)	108,6(5)
P(4)–C(91)	1,800(9)	C(77)P(4)C(101)	108,8(4)
Преобразования симметрии: ¹ 2–x, 1–y, 1–z			
3			
Sb(1)–F(1)	1,970(2)	F(1)Sb(1)F(2)	179,86(6)
Sb(1)–F(2)	1,976(2)	C(21)Sb(1)C(11)	121,91(10)
Sb(1)–C(11)	2,101(3)	C(1)Sb(1)C(11)	122,16(10)
Sb(1)–C(21)	2,095(3)	C(1)Sb(1)C(21)	115,92(11)
Sb(1)–C(1)	2,092(3)	F(1)Sb(1)C(1)	90,38(10)
4			
Sb(1)–O(1)	2,137(3)	O(1)Sb(1)O(4)	178,16(6)
Sb(1)–O(4)	2,138(3)	C(21)Sb(1)O(1)	90,76(12)
Sb(1)–C(21)	2,092(3)	C(21)Sb(1)C(1)	125,45(11)
Sb(1)–C(1)	2,101(4)	C(21)Sb(1)C(11)	126,34(11)
Sb(1)–C(11)	2,129(4)	C(1)Sb(1)O(1)	93,57(11)
S(1)–O(1)	1,542(2)	C(1)Sb(1)O(4)	85,41(11)
S(1)–O(2)	1,454(3)	C(1)Sb(1)C(11)	108,22(14)
S(1)–O(3)	1,438(3)	O(1)S(1)C(31)	104,09(15)
S(1)–C(31)	1,771(3)	O(2)S(1)O(1)	110,29(15)
S(2)–O(4)	1,528(2)	O(2)S(1)C(31)	107,82(15)
S(2)–O(5)	1,446(3)	O(3)S(1)O(1)	107,71(14)
S(2)–O(6)	1,445(3)	O(3)S(1)O(2)	117,09(17)
S(2)–C(41)	1,783(3)	O(3)S(1)C(31)	109,06(14)
5			
Sb(1)–O(7)	2,12(3)	O(7)Sb(1)C(21)	90,9(10)
Sb(1)–O(4)	2,04(3)	O(4)Sb(1)O(7)	173,5(11)
Sb(1)–C(21)	2,117(18)	O(4)Sb(1)C(1)	101,3(11)
Sb(1)–C(1)	2,117(16)	C(1)Sb(1)C(21)	125,9(10)
Sb(1)–C(11)	2,105(16)	C(11)Sb(1)C(21)	125,8(10)
Sb(2)–C(51)	2,087(19)	C(11)Sb(1)C(1)	107,6(10)
Sb(2)–O(13)	2,19(3)	C(51)Sb(2)O(13)	93,4(10)
Sb(2)–O(16)	2,18(3)	C(51)Sb(2)O(61)	123,4(10)
Sb(2)–C(71)	2,072(17)	O(16)Sb(2)O(13)	175,2(11)
Sb(2)–C(61)	2,106(19)	C(71)Sb(2)C(51)	126,9(11)
Sb(3)–O(22)	2,21(3)	C(71)Sb(2)C(61)	109,6(11)
Sb(3)–C(121)	2,20(3)	O(22)Sb(3)O(25)	176,4(11)
Sb(3)–O(25)	2,20(3)	C(121)Sb(3)C(101)	110,8(10)
Sb(3)–C(111)	2,094(18)	C(111)Sb(3)C(121)	127,4(11)
Sb(3)–C(101)	2,120(18)	C(111)Sb(3)C(101)	121,4(10)

Окончание табл. 2

Связь	Длина, Å	Угол	ω , град.
Sb(4)–O(34)	2,13(3)	O(34)Sb(4)C(171)	83,7(11)
Sb(4)–C(171)	2,125(18)	O(31)Sb(4)O(34)	172,8(9)
Sb(4)–O(31)	2,10(2)	C(151)Sb(4)C(171)	109,3(11)
Sb(4)–C(151)	2,084(18)	C(161)Sb(4)C(171)	124,3(11)
Sb(4)–C(161)	2,09(2)	C(161)Sb(4)C(151)	125,9(11)
6			
Sb(1)–O(1)	1,937(8)	Sb(2)O(1)Sb(1)	169,1(4)
Sb(1)–O(2)	2,172(9)	O(1)Sb(1)O(2)	177,5(3)
Sb(1)–C(1)	2,095(9)	C(1)Sb(1)C(11)	120,3(4)
Sb(1)–C(11)	2,102(11)	C(21)Sb(1)C(1)	116,6(4)
Sb(1)–C(21)	2,091(9)	C(21)Sb(1)C(11)	122,8(4)
Sb(2)–O(1)	1,922(8)	O(1)Sb(2)O(8)	174,2(3)
Sb(2)–O(8)	2,333(9)	C(41)Sb(2)C(51)	115,8(4)
Sb(2)–C(41)	2,083(9)	C(31)Sb(2)C(41)	117,9(4)
Sb(2)–C(31)	2,076(10)	C(31)Sb(2)C(51)	123,2(3)
Sb(2)–C(51)	2,101(9)	C(51)Sb(2)O(8)	87,2(3)
7			
Sb(1)–O(1)	1,991(4)	O(1)Sb(1)C(21)	87,3(2)
Sb(1)–C(21)	2,109(5)	O(1)Sb(1)C(1)	91,1(2)
Sb(1)–C(1)	2,135(5)	C(21)Sb(1)C(1)	109,2(3)
O(1)–C(37)	1,260(5)	C(37)O(1)Sb(1)	119,0(3)
O(2)–C(37)	1,271(5)	O(1)C(37)O(2)	123,6(4)
F(2)–C(13)	1,291(7)	O(1)C(37)C(31)	118,2(4)

Из всех приведенных в работе структур можно выделить необычное строение комплекса палладия **2** $[\text{Ph}_3\text{P}(\text{CH}_2)_5\text{PPh}_3]_4[\text{PtBr}_4]_3[\text{PtBr}_3(\text{C}_4\text{H}_8\text{O})_2]$, имеющего два типа анионов: двухзарядные квадратные анионы $[\text{PtBr}_4]^{-2}$ и квадратные однозарядные анионы $[\text{PtBr}_3(\text{C}_4\text{H}_8\text{O})]$ с молекулой тетрагидрофурана в координационной сфере палладия. Не менее интересным является строение сольвата карбоксилата диарилсурьмы с бензолом $[(3\text{-FC}_6\text{H}_4)_2\text{SbOC}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_3\text{F}_2\text{-2,5}]_2\cdot\text{PhH}$ (**7**), имеющего димерное строение с аннотированными карбоксилатными лигандами (расстояния Sb–O и Sb \cdots O=C составляют 1,991(4) и 2,129(7) Å соответственно).

Выводы

В настоящей работе методом PCA расшифровано строение семи 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. Vol. 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. Шарутин О.К., Шарутин В.В. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V). 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. Vol. 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. Vol. 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. Vol. 216. P. 7–10. DOI: 10.1016/j.jfluchem.2018.09.005.
9. Шарутин В.В., Поддельский А.И., Шарутина О.К. Синтез, реакции и строение арильных соединений пентавалентной сурьмы. *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. Vol. 30, № 1. P. 97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.
11. Synthesis and Structure of Boron Difluoride Binuclear β -Diketonates / I.V. Svistunova, G.O. Tretyakova, X.N. Pyzyrkov, V.V. Sharutin // *Inorg. Chim. Acta.* 2020. Vol. 501. P. 119230. 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 Южно-Уральского государственного университета. Серия: Химия.* 2020. Т. 12, № 1. С. 5–13. DOI: 10.14529/chem200101.
13. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н. Арильные сурьмаорганические производные трехкоординированного углерода // *Журн. неорган. 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. Vol. 44. P. 14339–14342. DOI: 10.1039/d0nj02774j.
15. Шарутин В.В. Строение органических и элементоорганических соединений. *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2019. Т. 11, № 3. С. 40–49. DOI: 10.14529/chem190305.
16. Шарутин В.В. Строение минорных продуктов реакций диiodодидицианоаурата калия с галогенидами тетраорганилфосфора и -сурьмы. *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. *Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия».* 2020. Т. 12, № 4. С. 79–91. DOI: 10.14529/chem200405.
18. Шарутин В.В., Шарутина О.К., Ефремов А.Н. Исследование кристаллических структур 2,4,6-трихлорфеноксида и 3,4,5-трифторбензоата тетра(*n*-толил)сурьмы. *Журн. структурной химии.* 2020. Т. 61, № 9. С. 1490–1497. DOI: 10.26902/JSC_id60682.
19. Синтез и строение комплексов золота [Ph₃PR]⁺ [Au(CN)₂I₂-trans]⁻, R = Et, CH₂Ph, Ph / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Н.М. Тарасова, А.Н. Ефремов, О.С. Ельцов // *Известия Академии наук. Серия химическая.* 2020. № 10. С. 1892–1896.
20. Assefaa Z., Haireb R.G., Sykorac R.E. 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. *Journal of Solid State Chemistry.* 2008. Vol. 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. Vol. 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. Vol. 180. P. 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, 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. Vol. 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. Vol. 45. P. 1272–1275. DOI: 10.1002/anie.200503335.
26. 5-Organyl-5-phosphaspiro[4.4]nonanes: a Contribution to the Structural Chemistry of Spirocyclotetraalkylphosphonium Salts and Pentaalkylphosphoranes. / U. Monkowius, N.W. Mitzel, A. Schier, H. Schmidbaur // *J. Am. Chem. Soc.* 2002. Vol. 124. P. 6126–6132. DOI: 10.1021/ja012041g.
27. Diphosphanylketenimines: New Reagents for the Synthesis of Unique Phosphorus Heterocycles / J. Ruiz, F. Marquínez, V. Riera et al. // *Chem.-Eur. J.* 2002. Vol. 8. P. 3872–3878. DOI: 10.1002/1521-3765(20020902)8:17.
28. Muller G., Bildmann U.J. Crystal and Molecular Structure of $P(C_6H_5)_5 \cdot 0.5$ THF. *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. Vol. 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. Vol. 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. Vol. 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 18 марта 2022 г.

DOI: 10.14529/chem220301

STRUCTURE OF ORGANIC AND ORGANOELEMENTAL COMPOUNDS. PART 3

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 (Mo K_{α} , $\lambda = 0.71073$ Å, 293 K. $[Bu_4N]_2[Pd_2I_6]_2$ (**1**), $P2_1/c$, $a = 14,583(5)$, $b = 14,083(6)$, $c = 24,022(9)$ Å, $\beta = 100,916(16)$ deg., $V = 4844(3)$ Å³, $Z = 4$. $[Ph_3P(CH_2)_5PPh_3]_4[PtBr_4]_3[PtBr_3(C_4H_8O)]_2$ (**2**), $P-1$, $a = 10,32(5)$, $b = 14,69(6)$, $c = 28,90(10)$ Å, $\alpha = 80,78(14)$, $\beta = 82,79(15)$, $\gamma = 84,2(2)$ deg., $V = 4277(31)$ Å³, $Z = 1$. $(3-FC_6H_4)_3SbF_2$ (**3**), $P-1$, $a = 6,867(6)$, $b = 8,558(10)$, $c = 14,431(11)$ Å, $\alpha = 88,19(3)$, $\beta = 85,56(3)$, $\gamma = 78,68(4)$ deg., $V = 828,9(13)$ Å³, $Z = 2$. $(4-FC_6H_4)_3Sb[OSO_2C_6H_3Me_2-2,4]_2$ (**4**), $P-1$, $a = 12,325(13)$, $b = 12,408(16)$, $c = 12,474(19)$ Å, $\alpha = 70,59(7)$, $\beta = 71,45(5)$, $\gamma = 78,67(4)$ deg., $V = 1697(4)$ Å³, $Z = 2$. $[(2-MeO)(Br-5)C_6H_3]_3Sb[OSO_2Ph]_2$ (**5**), $P2_1$, $a = 22,094(13)$, $b = 11,666(7)$, $c = 28,249(18)$ Å, $\beta = 97,64(2)$ deg., $V = 7217(8)$ Å³, $Z = 4$. $\{[(2-MeO)(Cl-5)C_6H_3]_3SbOC(O)CF_3\}_2O$ (**6**), $P2_1/n$, $a = 12,93(3)$, $b = 26,52(7)$, $c = 17,11(5)$ Å, $\beta = 94,31(10)$ deg., $V = 5851(27)$ Å³, $Z = 4$. $[(3-FC_6H_4)_2SbOC(O)C_6H_3F_2-2,5]_2 \cdot PhH$ (**7**), $P-1$, $a = 8,647(11)$ Å, $b = 9,673(12)$ Å, $c = 10,982(17)$ Å, $\alpha = 70,26(7)$, $\beta = 88,70(6)$, $\gamma = 78,02(4)$ deg., $V = 845(2)$ Å³, $Z = 1$.

Keywords: structure, 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;42:339–341. 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. (In Russ.)
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid. *J. Organomet. Chem.* 2015;798:41–45.
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;28:621–622. 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 Pentachloroaroxides. *J. Fluor. Chem.* 2018;216:7–10. DOI: 10.1016/j.jfluchem.2018.09.005.
9. Sharutin V.V., Poddel'sky A.I., Sharutina O.K. Aryl Compounds of Pentavaent Antimony: Syntheses, Reactions, and Structures. *Russ. J. Coord. Chem.* 2020;46(10):663. DOI: 10.1134/S1070328420100012.
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;30(1):97–99. DOI: 10.1016/j.mencom.2020.01.
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;501:119230. 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;12(1):5–13. DOI: 10.14529/chem200101. (In Russ.)
13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. Arylantimony Derivatives of Three-Coordinated Carbon. *Russ. J. Inorg. Chem.* 2020;65(1):45–51. 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;44:14339–14342. DOI: 10.1039/d0nj02774j.
15. Sharutin V.V. Structure of Organic and Organoelemental Compounds. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2019;11(3):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;12(2):74–84. DOI: 10.14529/chem200208. (In Russ.)
17. Sharutin V.V. Structure of Organoantimony Compounds $[C_5H_4Mn(CO)_3]_3Sb$, $(4-Me_2NC_6H_4)_3SbI_2$, $Ph_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_{2-3,5}]_2$, $(3-MeC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_{2-3,5}]_2 \cdot PhH$ и $(3-FC_6H_4)_3Sb[OC(O)C_6H_3(NO_2)_{2-3,5}]_2 \cdot PhH$. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2020;12(4):79–91. DOI: 10.14529/chem200405. (In Russ.)
18. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Efremov A.N. A Study of Crystal Structures of Tetra(*p*-tolyl)antimony 2,4,6-Trichlorophenoxide and 3,4,5-Trifluorobenzoate. *J. Structural Chem.* 2020;61(9):1414–1421. DOI: 10.1134/S0022476620090085.
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;69(10):1892–1896. DOI: 10.1007/s11172-020-2975-4.
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;181:382–391. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.11.036.

21. Colis J.C.F., Laroche 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;109:4317–4323. 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 $\text{Nd}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (M=Ag, Au): Bimetallic Coordination Polymers Containing Both Trans-Plutonium and Transition Metal Elements. *J. Solid State Chem.* 2007;180:3121–3129. 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;56(14):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;139:12830–12836. 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 Dicyano-triorganophosphorane from the Reaction of Triphenylphosphane with Phenylselenocyanate. *Angew. Chem. Int. Ed.* 2006;45:1272–1275. 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;124:6126–6132. 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;8:3872–3878. 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;59(11–12): 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;34:2017–2020. 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;28(7):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;15(37):9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.

Received 18 March 2022

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин В.В. Строение органических и элементоорганических соединений. Сообщение 3 // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». 2022. Т. 14, № 3. С. 5–15. DOI: 10.14529/chem220301

FOR CITATION

Sharutin V.V. Structure of organic and organoelemental compounds. Part 3. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2022;14(3):5–15. (In Russ.). DOI: 10.14529/chem220301