

СТРОЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

В.В. Шарутин

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определено строение восьми органических и элементоорганических соединений. РСА соединений проводили на автоматическом четырехкружном дифрактометре D8 Quest Bruker (MoK_{α} -излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Соединение $[Ph_3PMe][RuCl_4(DMSO)_2]$ (**1**), $P-1$, $a = 8,4181(3)$, $b = 8,9389(3)$, $c = 11,1396(4) \text{ \AA}$, $\alpha = 69,754(1)$, $\beta = 81,913(2)$, $\gamma = 64,491(1)$ град., $V = 709,75(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$. $[Ph_3PC_6H_4CH_2CN]Cl \cdot CHCl_3$ (**2**), $P 21/n$, $a = 9,846(6) \text{ \AA}$, $b = 15,782(14) \text{ \AA}$, $c = 15,111(10) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 91,027(18)$, $\gamma = 90$ град., $V = 2348(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $Ph_4SbOC_6H_4(NO_2-4)$ (**3**), $P-1$, $a = 11,101(6)$, $b = 12,684(6)$, $c = 19,359(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 80,973(17)$, $\beta = 80,17(2)$, $\gamma = 72,31(3)$ град., $V = 2543(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $(4-BrC_6H_4)_3Sb$ (**4**), $P-1$, $a = 6,273(12)$, $b = 12,83(2)$, $c = 13,26(3) \text{ \AA}$, $\alpha = 78,67(8)$, $\beta = 84,33(9)$, $\gamma = 80,81(7)$ град., $V = 1031(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $Ph_4PBr \cdot H_2O$ (**5**), $P-1$, $a = 10,025(10)$, $b = 10,676(10)$, $c = 10,706(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 77,56(4)$, $\beta = 71,80(4)$, $\gamma = 83,26(3)$ град., $V = 1061(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. $[4-MeOC_6H_4]_3Sb$ (**6**), $R-3$, $a = 13,27(3)$, $b = 13,27(3)$, $c = 19,24(7) \text{ \AA}$, $\alpha = 77,56(4)$, $\beta = 90$, $\gamma = 120$ град., $V = 2935(20) \text{ \AA}^3$, $Z = 6$. $[Ph_3PCH_2C_6H_4CN-4]Cl$, $P 21/n$, $a = 9,456(6)$, $b = 14,733(9)$, $c = 16,271(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 104,83(2)$, $\gamma = 90$ град., $V = 2191(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. $[Ph_3PCH_2OH]Cl$, $P 21/c$, $a = 8,888(9)$, $b = 17,795(19)$, $c = 11,278(12) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 99,52(4)$, $\gamma = 90$ град., $V = 1759(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$.

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

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

В продолжение изучения строения производных элементов в настоящей работе впервые исследовано строение восьми неизвестных ранее соединений.

Экспериментальная часть

Рентгеноструктурный анализ кристаллов соединений **1–8** проводили на дифрактометре D8 Quest фирмы Bruker ($Mo K_{\alpha}$ -излучение, $\lambda 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор) при 293 К. Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [1]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [2] и OLEX2 [3]. Структуры определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов. Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур **1–8** приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Полные таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов депонированы в Кембриджском банке структурных данных (№ 1895767 (**1**), № 1895761 (**2**), № 1812366 (**3**), № 1895766 (**4**), № 1895762 (**5**), № 1895768 (**6**), № 1895764 (**7**), № 1895763 (**8**); deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

Обсуждение результатов

Сотрудниками лаборатории химии элементоорганических соединений Южно-Уральского государственного университета (ЮУрГУ) задепонированы в банке структурных данных Кем-

бриджского университета структуры более 700 элементоорганических, неорганических и органических производных [4]. Особенности строения многих комплексов переходных и непереходных металлов обсуждаются в ряде работ сотрудников ЮУрГУ [5–7] и иностранных авторов, например [8–25].

В продолжение изучения строения указанных производных, в настоящей работе были сняты и расшифрованы структуры восьми комплексных и элементоорганических соединений (рис. 1–8 и табл. 1, 2).

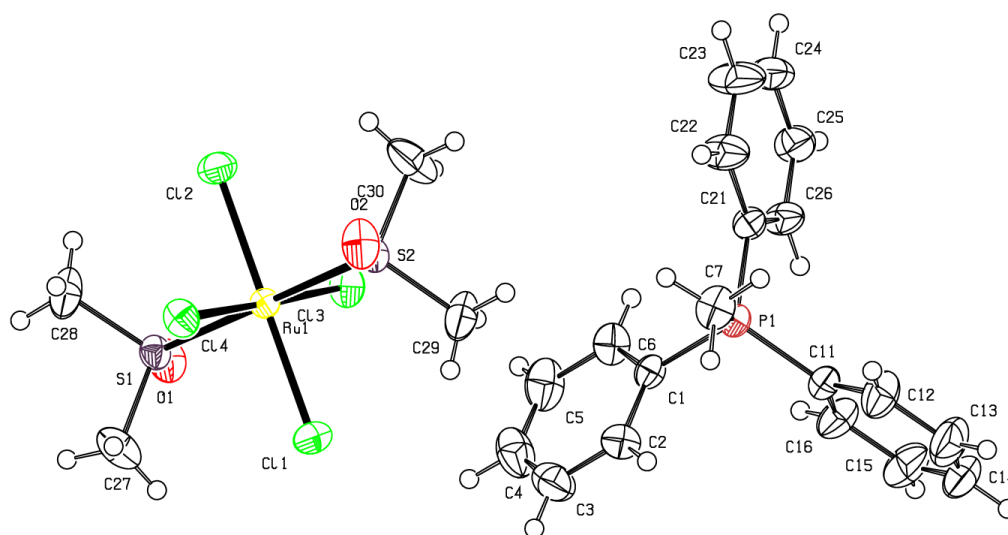


Рис. 1. Строение соединения $[\text{Ph}_3\text{PMe}][\text{RuCl}_4(\text{DMSO})_2]$ (1)

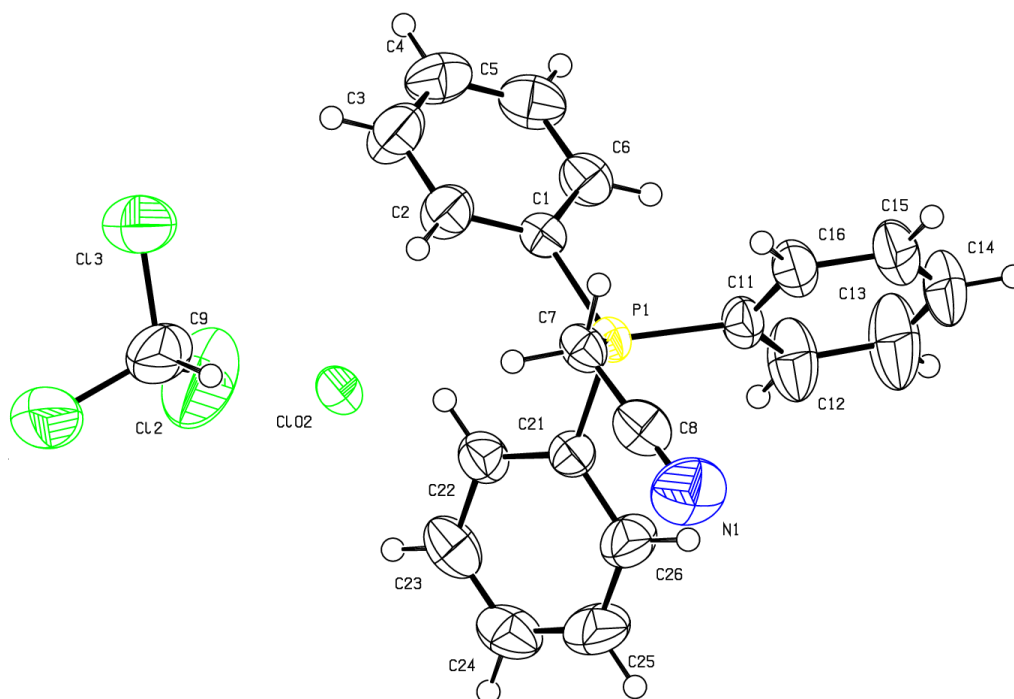


Рис. 2. Строение соединения $[\text{Ph}_3\text{PC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CN}]\text{Cl} \cdot \text{CHCl}_3$ (2)

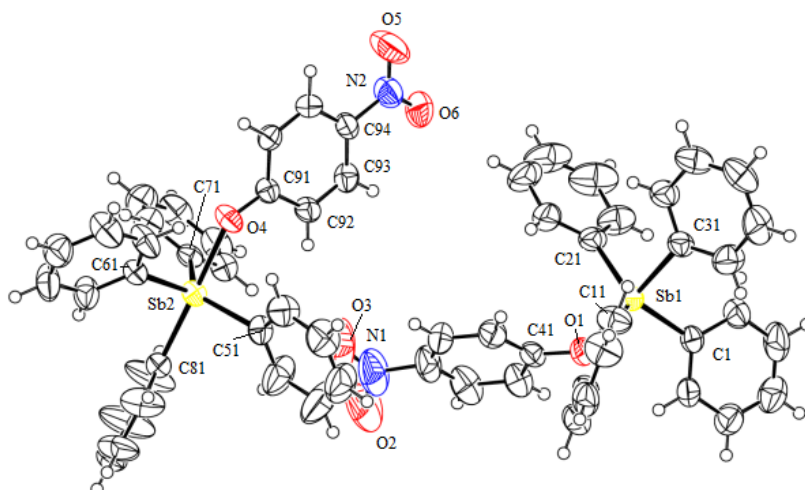


Рис. 3. Строение соединения $\text{Ph}_4\text{SbOC}_6\text{H}_4(\text{NO}_2\text{-4})$ (3)

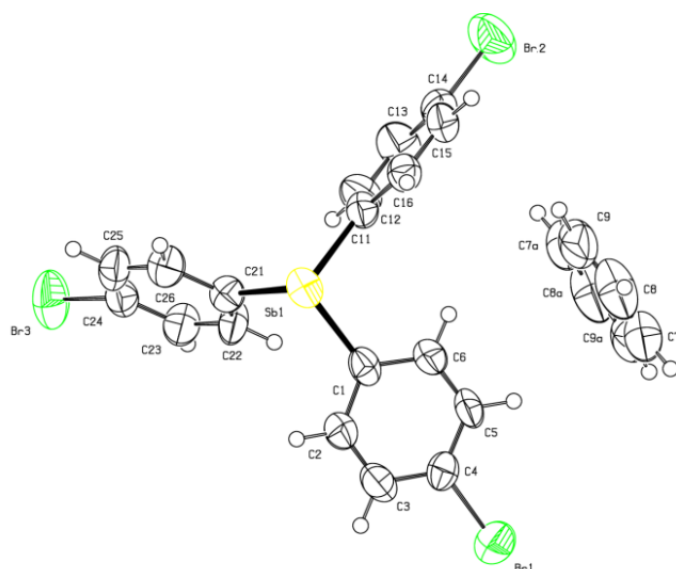


Рис. 4. Строение соединения $(4\text{-BrC}_6\text{H}_4)_3\text{Sb}\cdot\text{C}_6\text{H}_6$ (4)

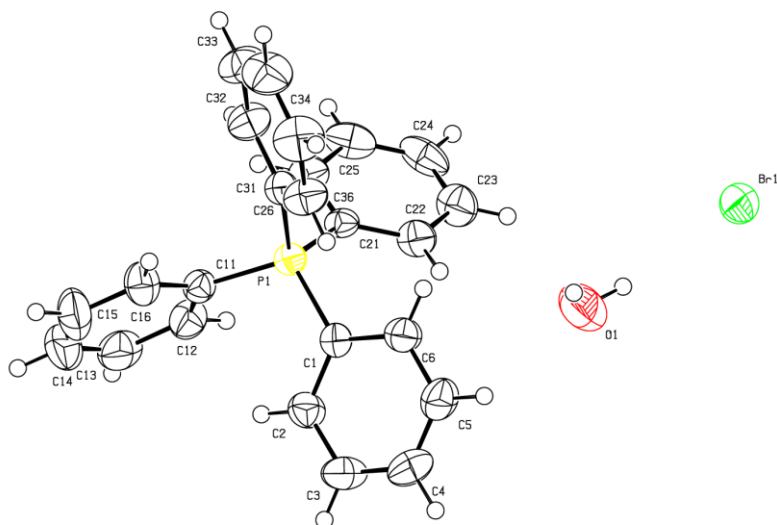


Рис. 5. Строение соединения $\text{Ph}_4\text{PBr}\cdot\text{H}_2\text{O}$ (5)

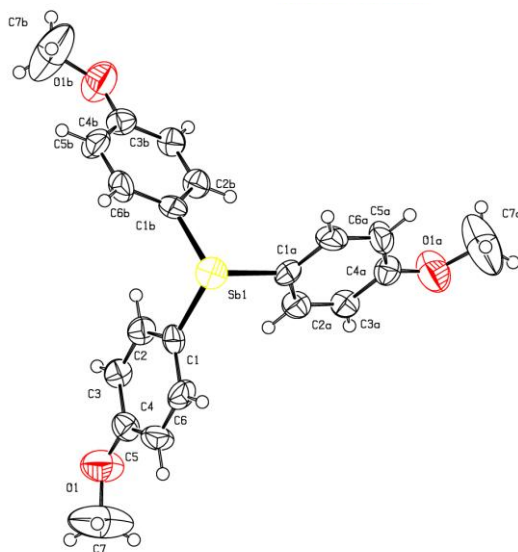
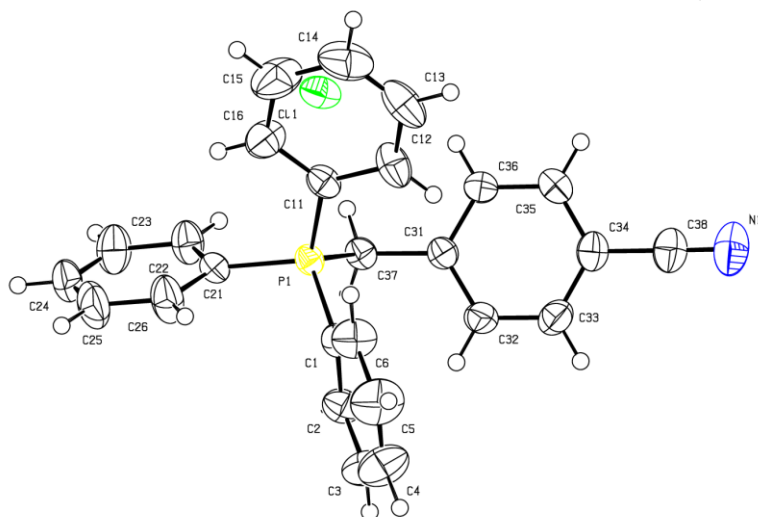
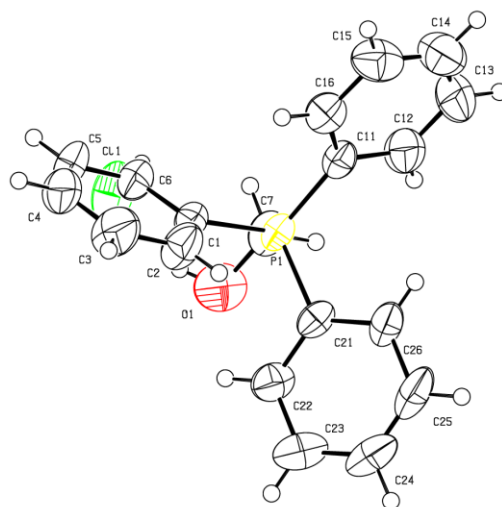
Рис. 6. Строение соединения $[4\text{-MeOC}_6\text{H}_4]_3\text{Sb}$ (6)Рис. 7. Строение соединения $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CN-4}]\text{Cl}$ (7)Рис. 8. Строение соединения $[\text{Ph}_3\text{PCH}_2\text{OH}]\text{Cl}$ (8)

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур соединений 1–8

| Параметр | Значение | | | | | | | |
|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Формула | C ₂₃ H ₃₀ O ₂ PS ₂ Cl ₄ Ru | C ₂₁ H ₁₈ NPCl ₄ | C ₆₀ H ₄₈ N ₂ O ₆ Sb ₂ | C ₂₁ H ₁₅ Br ₃ Sb | C ₂₄ H ₂₂ OPBr | C ₂₁ H ₂₁ SbO ₃ | C ₂₆ H ₂₁ NPCl | C ₁₉ H ₁₈ PClO |
| <i>M</i> | 676,43 | 457,13 | 1136,50 | 628,81 | 437,30 | 443,13 | 413,89 | 328,75 |
| Сингония | Триклинная | Моноклиная | Триклинная | Триклинная | Триклинная | Тригональная | Моноклиная | Моноклиная |
| Пр. группа | P-1 | P2 ₁ /n | P-1 | P-1 | P-1 | R-3 | P2 ₁ /n | P2 ₁ /c |
| <i>a</i> , Å | 8,4181(3) | 9,846(6) | 11,101(6) | 6,273(12) | 10,025(10) | 13,27(7) | 9,456(6) | 8,888(9) |
| <i>b</i> , Å | 8,9389(3) | 15,783(14) | 12,684(6) | 12,83(2) | 10,676(10) | 13,274 | 14,733(9) | 17,795(19) |
| <i>c</i> , Å | 11,1396(4) | 15,111(10) | 19,359(9) | 13,26(3) | 10,706(13) | 19,24(7) | 16,271(9) | 11,278(12) |
| <i>a</i> , ° | 69,7540(10) | 90,00 | 80,973(17) | 78,67(8) | 77,56(4) | 90,00 | 90 | 90,00 |
| <i>β</i> , ° | 81,913(2) | 91,027(18) | 80,17(2) | 84,33(9) | 71,80(4) | 90,00 | 104,83(2) | 99,52(4) |
| <i>γ</i> , ° | 64,4910(10) | 90,00 | 72,31(3) | 80,81(7) | 83,26(3) | 120,00 | 90 | 90,00 |
| <i>V</i> , Å ³ | 709,75(4) | 2348(3) | 2543(2) | 1030(3) | 1061,4(19) | 2936(19) | 2191(2) | 1759(3) |
| <i>Z</i> | 1 | 4 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4 | 4 |
| ρ (выч.), г/см ³ | 1,583 | 1,293 | 1,484 | 2,028 | 1,368 | 0,501 | 1,2544 | 1,241 |
| μ , мм ⁻¹ | 1,152 | 0,578 | 1,116 | 7,159 | 2,022 | 0,475 | 0,259 | 0,307 |
| <i>F</i> (000) | 343,0 | 936,0 | 1144,0 | 594,0 | 448,0 | 444,0 | 865,3 | 688,0 |
| Размер кристалла (мм) | 0,49×0,17×0,15 | 0,66×0,3×0,21 | 0,39×0,19×0,08 | 0,61×0,27×0,1 | 0,26×0,24×0,1 | 0,15×0,14×0,11 | 0,6×0,32×0,32 | 0,85×0,63×0,5 |
| Область сбора данных по θ , град. | 6,6–75,78 | 6,62–48,3 | 6,18–43,04 | 6,28–42,84 | 5,96–38,1 | 4,12–39,08 | 6,1–70,28 | 5,86–59,12 |
| Интервалы индексов отражений | -14 ≤ <i>h</i> ≤ 14, -15 ≤ <i>k</i> ≤ 15, -19 ≤ <i>l</i> ≤ 19 | -10 ≤ <i>h</i> ≤ 11, -18 ≤ <i>k</i> ≤ 18, -17 ≤ <i>l</i> ≤ 17 | -11 ≤ <i>h</i> ≤ 11, -12 ≤ <i>k</i> ≤ 12, -19 ≤ <i>l</i> ≤ 19 | -6 ≤ <i>h</i> ≤ 6, -13 ≤ <i>k</i> ≤ 13, -13 ≤ <i>l</i> ≤ 13 | -9 ≤ <i>h</i> ≤ 9, -9 ≤ <i>k</i> ≤ 9, -9 ≤ <i>l</i> ≤ 9 | -12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -12 ≤ <i>k</i> ≤ 12, -17 ≤ <i>l</i> ≤ 17 | -15 ≤ <i>h</i> ≤ 15, -23 ≤ <i>k</i> ≤ 23, -26 ≤ <i>l</i> ≤ 25 | -12 ≤ <i>h</i> ≤ 12, -24 ≤ <i>k</i> ≤ 24, -15 ≤ <i>l</i> ≤ 15 |
| Измерено отражений | 67323 | 20482 | 21099 | 11151 | 7734 | 1747 | 55178 | 57761 |
| Независимых отражений | 15194 (<i>R</i> _{int} = 0,0309) | 3727 (<i>R</i> _{int} = 0,0260) | 5572 (<i>R</i> _{int} = 0,0251) | 2283 (<i>R</i> _{int} = 0,0457) | 1687 (<i>R</i> _{int} = 0,0248) | 565 (<i>R</i> _{int} = 0,0655) | 9692 (<i>R</i> _{int} = 0,0434) | 4919 (<i>R</i> _{int} = 0,0525) |
| Переменных уточнения | 303 | 244 | 631 | 227 | 252 | 77 | 9692/0/261 | 4919/0/200 |
| GOOF | 1,054 | 1,027 | 1,066 | 1,093 | 1,107 | 1,126 | 1,056 | 1,094 |
| <i>R</i> -факторы по <i>F</i> ² > 2σ(<i>F</i> ²) | <i>R</i> ₁ = 0,0299, <i>wR</i> ₂ = 0,0619 | <i>R</i> ₁ = 0,0472, <i>wR</i> ₂ = 0,1204 | <i>R</i> ₁ = 0,0209, <i>wR</i> ₂ = 0,0467 | <i>R</i> ₁ = 0,0342, <i>wR</i> ₂ = 0,0740 | <i>R</i> ₁ = 0,0223, <i>wR</i> ₂ = 0,0511 | <i>R</i> ₁ = 0,0575, <i>wR</i> ₂ = 0,1715 | <i>R</i> ₁ = 0,0586, <i>wR</i> ₂ = 0,1227 | <i>R</i> ₁ = 0,0924, <i>wR</i> ₂ = 0,2624 |
| <i>R</i> -факторы по всем отражениям | <i>R</i> ₁ = 0,0414, <i>wR</i> ₂ = 0,0654 | <i>R</i> ₁ = 0,0564, <i>wR</i> ₂ = 0,1292 | <i>R</i> ₁ = 0,0284, <i>wR</i> ₂ = 0,0502 | <i>R</i> ₁ = 0,0434, <i>wR</i> ₂ = 0,0781 | <i>R</i> ₁ = 0,0267, <i>wR</i> ₂ = 0,0536 | <i>R</i> ₁ = 0,0771, <i>wR</i> ₂ = 0,1884 | <i>R</i> ₁ = 0,1137, <i>wR</i> ₂ = 0,1468 | <i>R</i> ₁ = 0,1308, <i>wR</i> ₂ = 0,3088 |
| Остаточная электронная плотность (min/max), e/Å ³ | 0,86/-0,51 | 0,58/-0,70 | 0,22/-0,26 | 0,71/-0,83 | 0,11/-0,25 | 0,77/-0,55 | 0,73/-0,77 | 2,04/-0,76 |

Таблица 2

Основные длины связей и валентные углы в структурах 1–8

| Связь | Длина, Å | Угол | ω , град. |
|------------------------------------------------------|------------|-----------|------------------|
| 1 | | | |
| Ru1–C11 | 2,3535(5) | C11Ru1C12 | 179,78(3) |
| Ru1–C14 | 2,3513(5) | C14Ru1C11 | 91,27(2) |
| Ru1–C13 | 2,3495(5) | C13Ru1C14 | 179,05(2) |
| Ru1–C12 | 2,3617(5) | C13Ru1S1 | 92,336(18) |
| Ru1–S1 | 2,3520(5) | S2Ru1C14 | 92,044(17) |
| Ru1–S2 | 2,3452(5) | S2Ru1C13 | 88,144(18) |
| P1–C11 | 1,7968(15) | S2Ru1S1 | 179,45(2) |
| P1–C1 | 1,7888(16) | C1P1C7 | 107,89(9) |
| P1–C21 | 1,7852(19) | C7P1C11 | 110,66(9) |
| P1–C7 | 1,7918(18) | O1S1Ru1 | 117,76(7) |
| S1–O1 | 1,4729(15) | O1S1C28 | 107,12(12) |
| S1–C28 | 1,775(3) | O1S1C27 | 106,97(11) |
| S1–C27 | 1,778(3) | C28S1Ru1 | 111,72(9) |
| S2–O2 | 1,4711(15) | C28S1C27 | 99,30(16) |
| S2–C29 | 1,763(2) | C27S1Ru1 | 112,26(9) |
| S2–C30 | 1,780(3) | O2S2Ru1 | 118,08(7) |
| 2 | | | |
| C11–C9 | 1,764(5) | C21P1C7 | 108,57(12) |
| C12–C9 | 1,732(5) | C11P1C21 | 110,30(13) |
| C13–C9 | 1,756(4) | C11P1C7 | 108,06(13) |
| P1–C21 | 1,791(3) | C1P1C21 | 110,62(12) |
| P1–C11 | 1,787(3) | C1P1C11 | 111,12(12) |
| P1–C1 | 1,787(3) | C1P1C7 | 108,07(13) |
| P1–C7 | 1,809(3) | C26C21P1 | 120,6(2) |
| 3 | | | |
| Sb1–O1 | 2,225(2) | C1Sb1C21 | 117,68(13) |
| Sb1–C21 | 2,122(3) | C1Sb1C11 | 111,39(12) |
| Sb1–C11 | 2,127(3) | C21Sb1C11 | 127,95(13) |
| Sb1–C1 | 2,113(3) | C31Sb1O1 | 176,92(10) |
| Sb1–C31 | 2,172(3) | C21Sb1C31 | 93,84(12) |
| Sb2–O4 | 2,214(2) | C1Sb1C31 | 97,82(13) |
| Sb2–C71 | 2,122(3) | C1Sb1O1 | 81,79(10) |
| Sb2–C81 | 2,171(3) | C61Sb2C71 | 115,57(12) |
| Sb2–C61 | 2,121(3) | C51Sb2C61 | 114,59(12) |
| Sb2–C51 | 2,121(3) | C51Sb2C71 | 127,12(12) |
| O1–C41 | 1,314(4) | C81Sb2O4 | 178,13(10) |
| O2–N1 | 1,216(6) | C71Sb2O4 | 83,93(10) |
| O4–C91 | 1,307(4) | C71Sb2C81 | 94,56(11) |
| O5–N2 | 1,230(4) | C61Sb2O4 | 82,59(10) |
| 4 | | | |
| Sb1–C1 | 2,098(8) | C1Sb1C11 | 95,6(3) |
| Sb1–C11 | 2,132(8) | C1Sb1C21 | 97,6(3) |
| Sb1–C21 | 2,132(8) | C21Sb1C11 | 98,0(3) |
| Br1–C4 | 1,872(8) | C3C4Br1 | 119,2(6) |
| Br2–C14 | 1,878(8) | C5C4Br1 | 120,5(6) |
| Br3–C24 | 1,875(8) | C13C14Br2 | 120,6(7) |
| Преобразования симметрии: ¹ 1-x, 2-y, 1-z | | | |
| 5 | | | |
| P1–C11 | 1,786(4) | C11P1C1 | 107,59(17) |
| P1–C1 | 1,793(4) | C1P1C21 | 109,47(16) |

| Связь | Длина, Å | Угол | ω , град. |
|------------------------------------------------------------------------------------|------------|------------------------------------|------------------|
| P1–C21 | 1,797(4) | C1P1C31 | 111,94(17) |
| P1–C31 | 1,793(4) | C31P1C21 | 109,02(17) |
| 6 | | | |
| Sb1–C1 ¹ | 2,197(15) | C1 ¹ Sb1C1 | 94,9(6) |
| Sb1–C1 | 2,197(16) | C1Sb1C1 ² | 94,9(5) |
| Sb1–C1 ² | 2,197(14) | C1 ¹ Sb1C1 ² | 94,9(5) |
| Преобразования симметрии: ¹ 2-y, 1+x-y, +z; ² 1+y-x, 2-x, +z | | | |
| 7 | | | |
| P1–C21 | 1,7894(16) | C37P1C21 | 108,31(6) |
| P1–C1 | 1,7867(17) | C11P1C21 | 109,92(6) |
| P1–C37 | 1,8071(16) | C11P1C1 | 108,91(7) |
| P1–C11 | 1,7916(15) | C11P1C37 | 111,98(6) |
| 8 | | | |
| P1–C1 | 1,786(4) | C1P1C21 | 108,37(17) |
| P1–C21 | 1,800(4) | C1P1C7 | 111,41(19) |
| P1–C11 | 1,782(4) | C11P1C1 | 110,58(17) |
| P1–C7 | 1,834(4) | C11P1C21 | 109,72(17) |

Выводы

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

Литература

1. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
2. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
3. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program / O.V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea et al. // *J. Appl. Cryst.* – 2009. – V. 42. – P. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
4. Cambridge Crystallographic Data Center. 2019 (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
5. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.
6. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // *J. Organomet. Chem.* – 2015. – V. 798. – P. 41–45.
7. Synthesis and Structure of bic(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Y.O. Gubanova et al. // *Mendeleev Commun.* – 2018. – V. 28. – P. 621–622.
8. Rawashdeh-Omary, M.A. Oligomerization of Au(CN)₂⁻ and Ag(CN)₂⁻ ions in solution via ground-state aurophilic and argentophilic bonding / M.A. Rawashdeh-Omary, M.A. Omary, H.H. Patterson // *J. Am. Chem. Soc.* – 2000. – V. 122. – P. 10371–10380. DOI: 10.1021/ja001545w.
9. Luminescence thermochromism in dicyanoargentate (I) ions doped in alkali halide crystals / M.A. Rawashdeh-Omary, M.A. Omary, G.E. Shankle et al. // *J. Phys. Chem. B.* – 2000. – V. 104. – P. 6143–6151. DOI: 10.1021/jp000563x.
10. Assefaa, Z. Hydrothermal syntheses, structural, Raman, and luminescence studies of Cm[M(CN)₂]₃ · 3H₂O and Pr[M(CN)₂]₃ · 3H₂O (M = Ag, Au) 2. Hetero-bimetallic coordination polymers consisting of trans-plutonium and transition metal elements / Z. Assefaa, R.G. Haireb, R.E. Sykorac // *Journal of Solid State Chemistry.* – 2008. – V. 181. – P. 382–391. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.11.036.
11. Tunable photoluminescence of closed-shell heterobimetallic Au–Ag dicyanide layered systems / J.C.F. Colis, Ch.Larochelle, E.J. Fernandez et al. // *J. Phys. Chem. B.* – 2005. – V. 109. – P. 4317–4323. DOI: 10.1021/jp045868g.

12. Hydrothermal synthesis, structural, Raman, and luminescence studies of $\text{Am}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Nd}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M}=\text{Ag}, \text{Au}$): Bimetallic coordination polymers containing both trans-plutonium and transition metal elements / Z. Assefaa, K. Kalachnikova, R.G. Hairec et al. // *Journal of Solid State Chemistry*. – 2007. – V. 180. – P. 3121–3129. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.08.032.
13. Roberts, R.J. Color-tunable and white-light luminescence in lanthanide–dicyanoaurate coordination polymers / R.J. Roberts, D. Le, D.B. Leznoff // *Inorg. Chem.* – 2017. – V. 56, iss. 14. – P. 7948–7959. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00735.
14. Wheatley, P.J. The Crystal and Molecular Structure of Aspirin / P.J. Wheatley // *J. Am. Chem. Soc.* – 1964. – P. 6036–6048. DOI: 10.1039/JR9640006036.
15. Carbodicarbenes: Unexpected π -Accepting Ability during Reactivity with Small Molecules / W.-C. Chen, W.-C. Shih, T. Jurca et al. // *J. Am. Chem. Soc.* – 2017. – V. 139. – P. 12830–12836. DOI: 10.1021/jacs.7b08031.
16. The Chemistry of Heteroarylphosphorus Compounds, Part 16.+ An X-Ray Structural Study of (2-Thienyl)bis(2,2'-biphenylene)phosphorane. A Comparison with Related Methyl and Aryl bis(2,2'-biphenylene)-spiroposphoranes / D.W. Allen, L.A. March, I.W. Nowell, J.C. Tebby // *Z. Naturforsch. B. Chem. Sci.* – 1983. – Bd. 38. – P. 465–469. DOI: 10.1515/znb-1983-0413.
17. Form Formation of a Dicyanotriorganophosphorane from the Reaction of Triphenylphosphane with Phenylselenocyanate / N.A. Barnes, S.M. Godfrey, R.T.A. Halton et al. // *Angew. Chem. Int. Ed.* – 2006. – V. 45. – P. 1272–1275. DOI: 10.1002/anie.200503335.
18. 5-Organyl-5-phosphaspiro[4.4]nonanes: a contribution to the structural chemistry of spiro-cyclotetraalkylphosphonium salts and pentaalkylphosphoranes / U. Monkowius, N.W. Mittel, A. Schier, H. Schmidbaur // *J. Am. Chem. Soc.* – 2002. – V. 124. – P. 6126–6132. DOI: 10.1021/ja012041g.
19. Diphosphanylketenimines: new reagents for the synthesis of unique phosphorus heterocycles / J. Ruiz, F. Marquinez, V. Riera et al. // *Chem.-Eur. J.* – 2002. – V. 8. – P. 3872–3878. DOI: 10.1002/1521-3765(20020902)8:17.
20. Muller, G. Crystal and Molecular Structure of $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_5 \cdot 0.5 \text{ THF}$ / G. Muller, U.J. Bildmann // *Z. Naturforsch. B. Chem. Sci.* – 2004. – Bd. 59, № 11–12. – P. 1411–1414. DOI: 10.1515/znb-2004-11-1207.
21. Day, R.O. Molecular structure of the methyl and phenyl derivatives of bis(2,2'-biphenylene)phosphorene / R.O. Day, S. Husebye, R.R. Holmes // *Inorg. Chem.* – 1980. – V. 19. – P. 3616–3622. DOI: 10.1021/ic50214a011.
22. A Facile Access to $1\lambda^5, 3\lambda^5$ -Benzodiphospholes / H.J. Bestmann, H.P. Oechsner, C. Egerer-Sieber et al. // *Angew. Chem. Int. Ed.* – 1995. – V. 34. – P. 2017–2020. DOI: 10.1002/anie.199520171.
23. Hazell, A. Mono-, di- and poly-nuclear transition-metal complexes of a bis(tridentate) ligand: towards *p*-phenylenediamine-bridged co-ordination polymers / A. Hazell, C.J. McKenzie, L.P. Nielsen // *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* – 1998. – P. 1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
24. Palladium complexes with pyrimidine-functionalized *n*-heterocyclic carbene ligands: synthesis, structure and catalytic activity / D. Meyer, M.A. Taige, A. Zeller et al. // *Organometallics*. – 2009. – V. 28, № 7. – P. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
25. On the electronic impact of abnormal C4-bonding in *N*-heterocyclic carbene complexes / M. Heckenroth, A. Neels, M.G. Garnier et al. // *Chem. Eur. J.* – 2009. – V. 15, № 37. – P. 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.

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

Поступила в редакцию 18 апреля 2019 г.

STRUCTURE OF ORGANIC AND ORGANOELEMENTAL COMPOUNDS

V.V. Sharutin, sharutin50@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

The structure of eight 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 ($\text{MoK}\alpha$, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, 293 K). **1** ($\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{Cl}_4\text{O}_2\text{PRuS}_2$, *P*-1, $a = 8.4181(3)$, $b = 8.9389(3)$, $c = 11.1396(4) \text{ \AA}$, $\alpha = 69.754(1)$, $\beta = 81.913(2)$, $\gamma = 64.491(1) \text{ deg.}$, $V = 709.75(4) \text{ \AA}^3$, $Z = 1$. **2** ($\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{Cl}_4\text{NP}$, *P* 21/n, $a = 9.846(6) \text{ \AA}$, $b = 15.782(14) \text{ \AA}$, $c = 15.111(10) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 91.027(18)$, $\gamma = 90 \text{ deg.}$, $V = 2348(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. **3** ($\text{C}_{30}\text{H}_{24}\text{NO}_3\text{Sb}$, *P*-1, $a = 11.101(6)$, $b = 12.684(6)$, $c = 19.359(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 80.973(17)$, $\beta = 80.17(2)$, $\gamma = 72.31(3) \text{ deg.}$, $V = 2543(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. **4** ($\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{Br}_3\text{Sb}$, *P*-1, $a = 6.273(12)$, $b = 12.83(2)$, $c = 13.26(3) \text{ \AA}$, $\alpha = 78.67(8)$, $\beta = 84.33(9)$, $\gamma = 80.81(7) \text{ deg.}$, $V = 1031(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. **5** ($\text{C}_{24}\text{H}_{22}\text{BrOP}$, *P*-1, $a = 10.025(10)$, $b = 10.676(10)$, $c = 10.706(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 77.56(4)$, $\beta = 71.80(4)$, $\gamma = 83.26(3) \text{ deg.}$, $V = 1061(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$. **6** ($\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{O}_3\text{Sb}$, *R*-3, $a = 13.27(3)$, $b = 13.27(3)$, $c = 19.24(7) \text{ \AA}$, $\alpha = 77.56(4)$, $\beta = 90$, $\gamma = 120 \text{ deg.}$, $V = 2935(20) \text{ \AA}^3$, $Z = 6$. **7** ($\text{C}_{26}\text{H}_{21}\text{ClNP}$, *P* 21/n, $a = 9.456(6)$, $b = 14.733(9)$, $c = 16.271(9) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 104.83(2)$, $\gamma = 90 \text{ deg.}$, $V = 2191(2) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$. **8** ($\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{ClOP}$, *P* 21/c, $a = 8.888(9)$, $b = 17.795(19)$, $c = 11.278(12) \text{ \AA}$, $\alpha = 90$, $\beta = 99.52(4)$, $\gamma = 90 \text{ deg.}$, $V = 1759(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 4$.

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

References

1. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
2. Bruker. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
3. Dolomanov O.V., Bourhis L.J., Gildea R.J., Howard J.A.K., Puschmann H. OLEX2: a Complete Structure Solution, Refinement and Analysis Program. *J. Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
4. Cambridge Crystallographic Data Center. 2016 (deposit@ccdc.cam.ac.uk; <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).
5. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekulyarnye struktury organicheskikh soedineniy sur'my (V)*. [The molecular structure of organic compounds antimony(V)]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ. Publ., 2012. 395 p. (in Russ.)
6. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid. *J. Organomet. Chem.*, 2015, vol. 798, pp. 41–45.
7. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanov Y.O., Bregadze V.I., Glazun S.A., Andreev P.V. Synthesis and Structure of bic(tetraphenyl- λ^5 -stibanyl)-1,7-carborane-1,7-dicarboxylate. *Mendeleev Commun.*, 2018, vol. 28, pp. 621–622.
8. Rawashdeh-Omary M.A., Omary M.A., Patterson H.H. Oligomerization of $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ and $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ ions in Solution via Ground-State Auophilic and Argentophilic Bonding. *J. Am. Chem. Soc.*, 2000, vol. 122, pp. 10371–10380. DOI: 10.1021/ja001545w.
9. Rawashdeh-Omary M.A., Omary M.A., Shankle G.E., Patterson H.H. Luminescence Thermochromism in Dicyanoargentate(I) Ions Doped in Alkali Halide Crystals. *J. Phys. Chem. B*, 2000, vol. 104, pp. 6143–6151. DOI: 10.1021/jp000563x.
10. Assefaa Z., Haireb R.G., Sykorac R.E. Hydrothermal Syntheses, Structural, Raman, and Luminescence Studies of $\text{Cm}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Pr}[\text{M}(\text{CN})_2]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Ag}, \text{Au}$) 2. Hetero-Bimetallic Coordination Polymers Consisting of Trans-Plutonium and Transition Metal Elements. *Journal of Solid State Chemistry*, 2008, vol. 181, pp. 382–391. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.11.036.

11. 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, vol. 109, pp. 4317–4323. DOI: 10.1021/jp045868g.
12. 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. *Journal of Solid State Chemistry*, 2007, vol. 180, pp. 3121–3129. DOI: 10.1016/j.jssc.2007.08.032.
13. Roberts R.J, Le D., Leznoff D.B. Color-Tunable and White-Light Luminescence in Lanthanide–Dicyanoaurate Coordination Polymers. *Inorg. Chem.*, 2017, vol. 56, no. 14, pp. 7948–7959. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.7b00735.
14. Wheatley P.J. The Crystal and Molecular Structure of Aspirin. *J. Am. Chem. Soc.*, 1964, pp. 6036–6048. DOI: 10.1039/JR9640006036.
15. Chen W.-C., Shih W.-C., Jurca T., Andrada D.M., Peng C.-J., Chang C.-C., Liu S.-K., Wang Y.-P., Wen Y.-S. Carbodicarbenes: Unexpected π -Accepting Ability during Reactivity with Small Molecules. *J. Am. Chem. Soc.*, 2017, vol. 139, pp. 12830–12836. DOI: 10.1021/jacs.7b08031.
16. Allen D.W., March L.A., Nowell I.W., Tebb J.C. The Chemistry of Heteroarylphosphorus Compounds, Part 16.+ An X-Ray Structural Study of (2-Thienyl)bis(2,2'-biphenylene)phosphorane. A Comparison with Related Methyl and Aryl bis(2,2'-biphenylene)-spiroposphoranes. *Z. Naturforsch. B. Chem. Sci.*, 1983, bd. 38, pp. 465–469. DOI: 10.1515/znb-1983-0413.
17. 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, vol. 45, pp. 1272–1275. DOI: 10.1002/anie.200503335.
18. Monkowius U., Mitzel N.W., Schier A., Schmidbaur H. 5-Organyl-5-phosphaspiro[4.4]nonanes: a Contribution to the Structural Chemistry of Spirocyclic Tetraalkylphosphonium Salts and Pentaalkylphosphoranes. *J. Am. Chem. Soc.*, 2002, vol. 124, pp. 6126–6132. DOI: 10.1021/ja012041g.
19. Ruiz J., Marquinez F., Riera V., Vivanco M., Garsia-Granda S., Díaz M.R. Diphosphanylketenimines: new Reagents for the Synthesis of Unique Phosphorus Heterocycles. *Chem.-Eur. J.*, 2002, vol. 8, pp. 3872–3878. DOI: 10.1002/1521-3765(20020902)8:17.
20. Muller G., Bildmann U.J. [Crystal and Molecular Structure of $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_5 \cdot 0.5 \text{ THF}$]. *Z. Naturforsch. B. Chem. Sci.*, 2004, bd. 59, no. 11–12, pp. 1411–1414. DOI: 10.1515/znb-2004-11-1207.
21. Day R.O, Husebye S., Holmes R.R. [Molecular Structure of the Methyl and Phenyl Derivatives of Bis(2,2'-biphenylene)phosphorene]. *Inorg. Chem.*, 1980, vol. 19, pp. 3616–3622. DOI: 10.1021/ic50214a011.
22. Bestmann H.J., Oechsner H.P., Egerer-Sieber C., Kisielowski L., Hampel F. [A Facile Access to $1\lambda^5$, $3\lambda^5$ -Benzodiphospholes]. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 1995, vol. 34, pp. 2017–2020. DOI: 10.1002/anie.199520171.
23. Hazell A., McKenzie C.J., Nielsen L.P. Mono-, Di- and Poly-nuclear Transition-metal Complexes of a Bis(tridentate) Ligand: Towards *p*-Phenylenediamine-bridged Coordination Polymers. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1998, pp. 1751–1756. DOI: 10.1039/A800602D.
24. Meyer D., Taige M.A., Zeller A., Hohlfeld K., Ahrens S., Strassner T. Palladium Complexes with Pyrimidine-Functionalized N-Heterocyclic Carbene Ligands: Synthesis, Structure and Catalytic Activity. *Organomet.*, 2009, vol. 28, no. 7, pp. 2142–2149. DOI: 10.1021/om8009238.
25. Heckenroth M., Neels A., Garnier M.G., Aebi Ph., Ehlers A.W., Albrecht M. On the Electronic Impact of Abnormal C4-Bonding in N-Heterocyclic Carbene Complexes. *Chem. Eur. J.*, 2009, vol. 15, no. 37, pp. 9375–9386. DOI: 10.1002/chem.200900249.

Received 18 April 2019

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Шарутин, В.В. Строение органических и элементоорганических соединений / В.В. Шарутин // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 3. – С. 40–49. DOI: 10.14529/chem190305

FOR CITATION

Sharutin V.V. Structure of Organic and Organoelemental Compounds. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2019, vol. 11, no. 3, pp. 40–49. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190305