

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ ГИДРАТА 2-[(6-АМИНОПИРИМИДИН-4(3H)-ОН-2-ИЛ)СУЛЬФАНИЛ]АЦЕТАТА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ

Ю.О. Губанова, О.К. Шарутина, Д.Г. Ким, К.Ю. Петрова

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Продуктом взаимодействия пентафенилсурьмы с гидратом 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]уксусной кислоты является 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]ацетат тетрафенилсурьмы, который образуется в результате замещения атома водорода на фрагмент Ph₄Sb в карбоксильной группе. Соединение выделено в форме гидрата с выходом 78 % и представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 197 °С. Соединение охарактеризовано методами ИК-спектроскопии и рентгеноструктурного анализа. В ИК-спектре соединения имеются полосы поглощения карбонильных групп, находящихся в цикле и в кислотном остатке, с частотами 1629 и 1603 см⁻¹ соответственно. По данным рентгеноструктурного анализа, проведенного на дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединения: триклинная сингония, группа симметрии $P\bar{1}$; $a = 9,551(3)$, $b = 13,469(3)$, $c = 14,484(5)$ Å, $\alpha = 86,355(11)^\circ$, $\beta = 74,421(18)^\circ$, $\gamma = 76,483(10)^\circ$, $V = 1745,0(9)$ Å³, $\rho_{\text{выч}} = 1,234$ г/см³. Атом сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию. Аксиальный угол OSbC составляет 179,42(10)°, сумма углов в экваториальной плоскости равна 357,0(13)°. Аксиальная связь и экваториальные связи Sb–C равны 2,175(3) Å и 2,107(3)–2,139(3) Å соответственно. Длина связи Sb–O составляет 2,253(2) Å. В молекуле одинарные и двойные связи C–O в карбоксильной группе не выровнены (1,283(3) и 1,226(4) Å соответственно). Пиримидиновый цикл является практически плоским, атомы углерода и азота отклоняются от средней плоскости не более, чем на 0,012 Å; атом серы выходит из плоскости цикла на величину, равную 0,106 Å.

Ключевые слова: пентафенилсурьма, 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]уксусная кислота, молекулярная структура, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Как известно, для производных пиримидина характерен широкий спектр биологической активности. В частности доказано, что производные пиримидин-4(3H)-она проявляют антимикотическую [1], лейкопозитическую [2], противоопухолевую [3], противовирусную активность в отношении ВИЧ-1 в микромолярных концентрациях [4]. В работах [5–7] показано, что конденсированные производные 6-амино-2-тиоурацила проявляют антибактериальную, противовирусную и противогрибковую активность. С другой стороны, некоторые арильные производные сурьмы проявляют аналогичные свойства [8–11]. Введение в соединения сурьмы(V) лиганда, содержащего пиримидиновый цикл, позволяет расширить спектр их практически важных свойств. В литературе имеются данные о сурьмаорганических производных нескольких гетероциклических кислот с такими атомами, как азот, кислород и сера [12–18], также известно об одном производном дикарбоновой гетероциклической кислоты [19]. Особенности строения соединений с гетероциклическими лигандами заключаются в возможности дополнительной координации гетероатома на центральный атом сурьмы [16, 19].

В настоящей работе изучено взаимодействие пентафенилсурьмы с гидратом 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]уксусной кислоты, полученной по методике [20, 21], и установлено строение продукта реакции.

Экспериментальная часть

Синтез гидрата 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]ацетата тетрафенилсурьмы (1). Смесь из 0,2 г пентафенилсурьмы и 0,086 г гидрата 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-

2-ил)сульфанил]уксусной кислоты в 5 мл толуола помещали в стеклянную ампулу и запаивали. Смесь нагревали на водяной бане в течение часа. После удаления растворителя выделили 0,2 г (78 %) бесцветных кристаллов соединения **1** с т. пл. 197 °С. ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3439, 3327, 3192, 3057, 2361, 1629, 1603, 1558, 1456, 1433, 1346, 1223, 1064, 997, 927, 816, 731, 690, 590, 459. Для $\text{C}_{30}\text{H}_{28}\text{N}_3\text{O}_4\text{SSb}$ вычислено, %: С 55,6; Н 4,32.

ИК-спектр соединения **1** записывали на ИК-Фурье спектрометре Shimadzu IRAffinity-1S в таблетке KBr в области 4000–400 см^{-1} .

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла соединения **1** осуществлен с использованием автоматического четырехкружного дифрактометра D8 QUEST фирмы Bruker (Mo $K\alpha$ излучение, $\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены с помощью программы SMART SAINT-Plus [22]. Определение и уточнение структуры кристаллов выполнено с помощью программ SHELX/PC [23] и OLEX2 [24]. Структура расшифрована прямым методом и уточнена методом наименьших квадратов вначале в изотропном, затем в анизотропном приближении для неводородных атомов. Атомы водорода помещены в геометрически рассчитанные положения и включены в уточнение по модели *наездника*.

Кристаллы соединения 1 бесцветные, призматические, триклинные, $\text{C}_{30}\text{H}_{28}\text{N}_3\text{O}_4\text{SSb}$, $M = 648,36 \text{ г/моль}$; $a = 9,551(3)$, $b = 13,469(3)$, $c = 14,484(5) \text{ \AA}$, $\alpha = 86,355(11)^\circ$, $\beta = 74,421(18)^\circ$, $\gamma = 76,483(10)^\circ$, $V = 1745,0(9) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,234 \text{ г/см}^3$, $Z = 2$, пространственная группа $P\bar{1}$. Измерено всего 149453 отражений, 22154 независимых отражений, $\mu = 0,883 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: $R_1 0,1551$ и $wR_2 0,2428$ (по всем рефлексам), $R_1 0,0797$ и $wR_2 0,2041$ (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$). Структуры депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (CCDC 1954677, <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

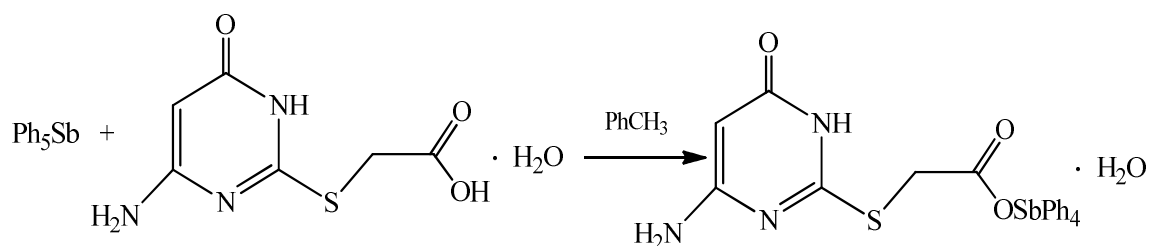
Геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы приведены в таблице.

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

Связь	d , Å	Угол	ω , град.
Sb(1)–O(1)	2,253(2)	C(31)Sb(1)O(1)	179,42(10)
Sb(1)–C(31)	2,175(3)	C(1)Sb(1)C(21)	121,09(13)
Sb(1)–C(21)	2,118(3)	C(21)Sb(1)C(11)	122,23(12)
Sb(1)–C(11)	2,139(3)	C(1)Sb(1)C(11)	113,68(12)
Sb(1)–C(1)	2,107(3)	C(21)Sb(1)C(31)	94,21(12)
		C(11)Sb(1)C(31)	96,77(11)
		C(31)Sb(1)C(1)	95,61(14)

Обсуждение результатов

Установлено, что взаимодействие пентафенилсурьмы с гидратом 2-[(6-аминопиримидин-4(3*H*)-он-2-ил)сульфанил]уксусной кислоты в толуоле при нагревании протекает с замещением атома водорода в карбоксильной группе, другие подвижные атомы водорода в молекуле кислоты остаются инертными. Продуктом реакции является гидрат 2-[(6-аминопиримидин-4(3*H*)-он-2-ил)сульфанил]ацетата тетрафенилсурьмы (**1**).



В ИК-спектре соединения **1** полосы поглощения карбонильной группы в цикле и в кислотном остатке при 1629, 1603 см^{-1} соответственно смещены в область низкочастотных колебаний по

сравнению со справочными данными для карбоновых кислот ($1700\text{--}1680\text{ см}^{-1}$ [25]) и значением в спектре исходной кислоты (1707 и 1610 см^{-1} соответственно).

Согласно данным РСА, атом сурьмы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию (см. рисунок). В экваториальных положениях находятся атомы углерода трех фенильных лигандов, в аксиальных – атом углерода четвертого фенильного лиганда и атом кислорода кислотного остатка. Атом Sb выходит из экваториальной плоскости в сторону аксиального атома углерода на $0,213\text{ \AA}$. Аксиальный угол $\text{O}(1)\text{Sb}(1)\text{C}(31)$ равен $179,42(10)^\circ$, сумма углов в экваториальной плоскости составляет $357,0(13)^\circ$ ($113,68(12)\text{--}122,23(12)^\circ$). Углы $\text{C}_{\text{акс}}\text{Sb}(1)\text{C}_{\text{экв}}$ изменяются в интервале $94,21(12)\text{--}96,77(11)^\circ$. Аксиальная связь $\text{Sb}(1)\text{--C}(31)$, равная $2,175(3)\text{ \AA}$, значительно длиннее экваториальных связей $\text{Sb}(1)\text{--C}(1,11,21)$ ($2,107(3)\text{--}2,139(3)\text{ \AA}$). Длина связи $\text{Sb}\text{--O}$ составляет $2,253(2)\text{ \AA}$ и сопоставима с аналогичной связью в других карбоксилатах тетрафенилсурьмы с объемными кислотными остатками ($2,289; 2,278\text{ \AA}$ [26, 27]). Внутримолекулярное взаимодействие атома сурьмы с атомом кислорода карбонильной группы проявляется слабо: расстояние $\text{Sb}(1)\cdots\text{O}(2)$ составляет $3,500(4)\text{ \AA}$.

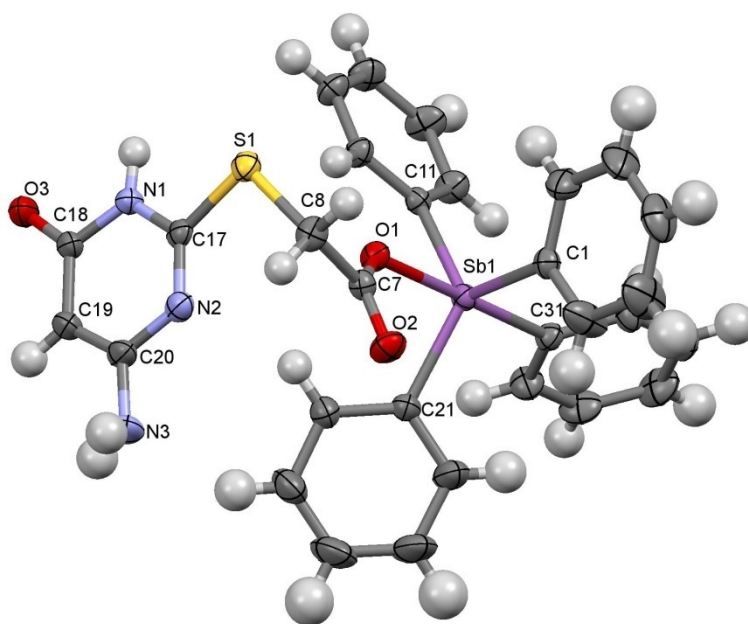


Рис. 1. Строение соединения 1 (молекула воды не показана)

В молекуле **1** одинарная $\text{C}(7)\text{--O}(1)$ и двойная $\text{C}(7)\text{--O}(2)$ связи в карбоксильной группе не выровнены ($1,283(3)$ и $1,226(4)\text{ \AA}$ соответственно). Длина связи в карбонильной группе цикла $\text{C}(18)\text{--O}(3)$ значительно длиннее карбонильной связи $\text{C}(7)\text{--O}(2)$ и составляет $1,253(4)\text{ \AA}$. Пиримидиновый цикл имеет плоское строение, отклонение атомов из средней плоскости не превышает $0,012\text{ \AA}$; атом серы выходит из плоскости цикла на $0,106\text{ \AA}$. В гетероцикле наблюдается чередование кратных и простых связей, о чем свидетельствуют значения расстояний $\text{N}(2)\text{--C}(17)$, $\text{N}(1)\text{--C}(17)$, $\text{N}(2)\text{--C}(20)$ в цикле, равные $1,302(4)$, $1,355(4)$ и $1,391(5)\text{ \AA}$. Связи $\text{C}(19)\text{--C}(20)$ и $\text{C}(19)\text{--C}(18)$ также различаются и составляют $1,376(6)$ и $1,413(5)\text{ \AA}$, что подтверждает неравномерное распределение электронной плотности.

В кристалле соединения **1** имеется множество межмолекулярных водородных связей, образованных атомами водорода, углерода, азота, кислорода молекул сурьмаорганического соединения и воды.

Вывод

Таким образом, продуктом реакции пентафенилсурьмы с гидратом 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]уксусной кислоты вне зависимости от соотношения реагентов является гидрат 2-[(6-аминопиримидин-4(3H)-он-2-ил)сульфанил]ацетата тетрафенилсурьмы. Атом сурь-

мы имеет искаженную тригонально-бипирамидальную координацию, пиридиновый цикл является практически плоским. Структурная организация кристалла обусловлена множеством межмолекулярных водородных связей.

Благодарности

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-90061.

Выражаем благодарность проф. В.В. Шарутину за проведенные рентгеноструктурные исследования.

Литература

1. HPLC in Biopharmaceutical Investigations of Drugs Representing Pyrimidine Derivatives (a review) / D.V. Moiseev, S.I. Marchenko, A.M. Moiseeva et al. // *Pharmaceutical Chemistry Journal*. – 2007. – V. 41, № 1. – P. 25–33. DOI: 10.1007/s11094-007-0007-4.
2. Кривоногов, В.П. Разработка технологических методов синтеза сераорганических и гетероциклических соединений и поиск путей их практического применения: дис. ... д-ра хим. наук / В.П. Кривоногов. – Уфа, 1996. – 320 с.
3. Preobrazhenskaya, M.N. Developments in the Research of New Antitumor Agents (review) / M.N. Preobrazhenskaya // *Chemistry of Heterocyclic Compounds*. – 1985. – V. 21, № 1. – P. 13–24. DOI: 10.1007/BF00505892.
4. Сим, О.Г. Синтез биологически активных новых 5-замещенных производных 2-аминопиримидин-4(3*H*)-она: дис. ... канд. фарм. наук / О.Г. Сим. – Волгоград, 2006. – 310 с.
5. Rinaldi, M. Synthesis and Biological Activity of New Heterocyclic Structures: [1,3]Thiazino[2,3-*i*]purine, Thiazolo[3,2-*c*][1,2,3]triazolo[4,5-*e*]pyrimidine and [1,2,3]Triazolo[4',5':4,5]pyrimido[6,1-*b*][1,3]thiazine / M. Rinaldi, P. Pecorari, L. Constantino // *Farmaco*. – 1992. – V. 47, № 10. – P. 1315–1322.
6. Pecorari, P. Synthesis and Biological Activity of Pyrimido[2,1-*b*][1,3]thiazine, [1,3]Thiazino[3,2-*a*]purine and [1,2,3]Triazolo[4,5-*d*][1,3]thiazino[3,2-*a*]pyrimidine Derivatives and Thiazole Analogues / P. Pecorari, M. Rinaldi, L. Constantino // *Farmaco*. – 1991. – V. 46, № 7. – P. 899–911.
7. Preparation and Physicochemical Properties of Uracil Derivatives with Potential Biological Activity / P. Pecorari, G. Vampa, A. Albasini et al. // *Farmaco*. – 1988. – V. 43, № 4. – P. 311–318.
8. Recent Advances on Antimony(III/V) Compounds with Potential Activity Against Tumor Cells / S.K. Hadjikakou, I.I. Ozturk, C.N. Banti et al. // *J. Inorg. Biochem.* – 2015. – V. 153. – P. 293–304. DOI: 10.1016/j.jinorgbio.2015.06.006
9. Tiekink, E.R.T. Antimony and Bismuth Compounds in Oncology / E.R.T. Tiekink // *Crit. Rev. Oncol. Hematol.* – 2002. – V. 42. – P. 217–224. DOI: 10.1016/S1040-8428(01)00217-7.
10. Synthesis, Characterization and Biological Studies of New Antimony(III) Halide Complexes with ω -Thiocaprolactam / I.I. Ozturk, C.N. Banti, M.J. Manos et al. // *J. Inorg. Biochem.* – 2012. – V. 109. – P. 57–65. DOI: 10.1016/j.jinorgbio.2012.01.014.
11. Anti-leishmanial Activity of Heteroleptic Organometallic Sb(V) Compounds / M.I. Ali, M.K. Rauf, A. Badshah et al. // *Dalton Trans.* – 2013. – V. 42, № 1. – P. 16733–16741. DOI: 10.1039/c3dt51382c.
12. Синтез и строение ниацината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, А.П. Пакусина, Т.П. Платонова и др. // *Журн. общ. химии*. – 2004. – Т. 74, № 2. – С. 234–237.
13. Domagala, M. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von Carbonsauren funfgliedriger Heterocyclen Kristall- und Molekulstruktur von $(C_6H_5)_3Sb(O_2C-2-C_4H_3S)_2$ und $(CH_3)_3Sb(O_2C-2-C_4H_3S)_2$ / M. Domagala, F. Huber, H. Preut // *Z. Anorg. Allg. Chem.* – 1989. – Bd. 574. – P. 130–142. DOI: 10.1002/zaac.655740114.
14. Синтез и строение дикарбоксилатов триарилсурьмы $Ar_3Sb[OC(O)R]_2$ ($Ar = Ph, p-Tol$; $R = 2-C_4H_3O, 3-C_5H_4N$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // *Коорд. химия*. – 2003. – Т. 29, № 10. – С. 750–759.
15. Domagala, M. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von 2-Pyridincarbonsaure und 2-Pyridinlessigsaeure. Kristall- und Molekulstrukturen von $Ph_3Sb(O_2C-2-C_5H_4N)_2$ und $Me_3Sb(O_2CCH_2-2-C_5H_4N)_2$ / M. Domagala, F. Huber, H. Preut // *Z. Anorg. Allg. Chem.* – 1990. – Bd. 582. – P. 37–50. DOI: 10.1002/zaac.19905820107.

16. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes with Heterocyclic (S,N) Ligand / M. Chunlin, Z. Qingfu, S. Jiafeng et al. // J. Organomet. Chem. – 2006. – V. 691. – P. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.

17. Triorganoantimony(V) Carboxylates: Synthesis, Characterization and Crystal Structure of $\text{Me}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CC}_3\text{H}_4\text{N})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / K.R. Chaudhari, V.K. Jain, V.S. Sagoria, E.R.T. Tiekling // J. Organomet. Chem. – 2007. – V. 692. – P. 4926–4932. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2007.07.033.

18. Preut, H. The Further Geometry of Grain Boundaries in Hexagonal Close-packed Metals / H. Preut, M. Domagala, F. Huber // Acta Crystallogr. – 1987. – B43. – P. 416–422. DOI: 10.1107/S0108768187097568.

19. Губанова, Ю.О. Синтез и строение сольвата 2,6-пиридиндикарбоксилата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом / Ю.О. Губанова, О.К. Шарутина // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 3. – С. 17–23. DOI: 10.14529/chem190302.

20. Gaafar, A.M. Chemical Synthesis of Some Novel 6-Aminouracil-2-Thiones and Their Glycoside Analogues / A.M. Gaafar, E. Abdel-Rahmana Asmaa, M.M. Helmy // Egypt. J. of Chem. – 2016. – V. 59, № 5. – P. 779–797. DOI: 10.21608/ejchem.2016.1449

21. Murray Th.F., Allan J. Carboxymethylmercapto Compounds as Stabilizers for Photographic Emulsions / Th.F. Murray, J. Allan. Patent US, N 2819965, 1958.

22. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.

23. 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.

24. 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.

25. Тарасевич, Б.Н. ИК-спектры основных классов органических соединений: справочные материалы / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ имени М.В. Ломоносова, 2012. – 55 с.

26. Ma, Y. Synthesis, Characterization and Antitumor Activity of Some Arylantimony Triphenylgermanypropionates and Crystal Structures of $\text{Ph}_3\text{GeCH}(\text{Ph})\text{CH}_2\text{CO}_2\text{SbPh}_4$ and $[\text{Ph}_3\text{GeCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CO}_2]_2\text{Sb}(4\text{-ClC}_6\text{H}_4)_3$ / Y. Ma, J. Li, Z. Xuan // J. Organometal. Chem. – 2001. – V. 620, no. 2. – P. 235–242. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)00799-3.

27. Synthesis and *in Vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid / J.-S. Li, Y.-Q. Ma, J.-R. Cui, R.-Q. Wang // J. Appl. Organomet. Chem. – 2001. – V. 15, no. 7. – P. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.

Губанова Юлия Олеговна – аспирант кафедры теоретической и прикладной химии, химический факультет, Институт естественных и точных наук, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: ulchik_7757@mail.ru

Шарутина Ольга Константиновна – доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой теоретической и прикладной химии, химический факультет, Институт естественных и точных наук, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutinaok@susu.ru.

Ким Дмитрий Гымнанович – доктор химических наук, профессор кафедры теоретической и прикладной химии, химический факультет, Институт естественных и точных наук, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: kim_dg48@mail.ru

Петрова Ксения Юрьевна – аспирант кафедры теоретической и прикладной химии, химический факультет, Институт естественных и точных наук, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: osheko_kseniya@mail.ru

Поступила в редакцию 26 сентября 2019 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF TETRAPHENYLANTIMONY 2-[(6-AMINOPYRIMIDINE-4(3H)-ONE-2-YL)SULFONYL]ACETATE HYDRATE

Yu.O. Gubanova, ulchik_7757@mail.ru

O.K. Sharutina, sharutinaok@susu.ru

D.G. Kim, kim_dg48@mail.ru

K.Yu. Petrova, oshenko_kseniya@mail.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

Tetraphenylantimony 2-[(6-Aminopyrimidine-4(3H)-one-2-yl)sulfonyl]acetate, obtained due to substitution of the hydrogen atom by the Ph_4Sb -fragment in the carboxylic group, is a product of the reaction between pentaphenylantimony and 2-[(6-aminopyrimidine-4(3H)-one-2-yl)sulfonyl]acetic acid. The compound has been isolated in the form of a hydrate with 78 % yield and represents colourless crystals with the melting point 197 °C. The compound has been characterized by IR-spectroscopy and X-ray analysis. The absorption bands of the carbonyl groups in the cycle and acid fragment are present in the IR-spectra at the frequency 1629 and 1603 cm^{-1} , respectively. According to the X-ray analysis, carried out on a D8 QUEST Bruker diffractometer, the compound unit cells parameters are: triclinic syngony, $P\bar{1}$ group of symmetry; $a = 9.551(3)$, $b = 13.469(3)$, $c = 14.484(5)$ Å, $\alpha = 86.355(11)^\circ$, $\beta = 74.421(18)^\circ$, $\gamma = 76.483(10)^\circ$, $V = 1745.0(9)$ Å³, $\rho_{\text{calc}} = 1.234$ g/cm³. The antimony atom has a distorted trigonal bipyramidal coordination. The OSbC axial angle equals 179.42(10)°, the sum of angles in the equatorial plane equals 357.0(13)°. The Sb–C axial bond and equatorial bonds equal 2.175(3) Å and 2.107(3)–2.139(3) Å, respectively. The Sb–O bond length equals 2.253(2) Å. The single and double bond are not aligned (1.283(3) и 1.226(4) Å, respectively). The pyrimidine cycle is practically planar, the nitrogen and carbon atoms deviate from the middle plane by no more than 0.012 Å; the sulfur atom deviates from the middle plane by 0.106 Å.

Keywords: pentaphenylantimony, 2-[(6-aminopyrimidine-4(3H)-one-2-yl)sulfonyl]acetic acid, molecular structure, X-ray analysis.

References

1. Moiseev D.V., Marchenko S.I., Moiseeva A.M., Zhebentyaev A.I., Trukhacheva T.V., Petrov P.T. HPLC in Biopharmaceutical Investigations of Drugs Representing Pyrimidine Derivatives (a review). *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 2007, vol. 41, no. 1, pp. 25–33. DOI: 10.1007/s11094-007-0007-4.
2. Krivonogov V.P. *Razrabotka Tekhnologichnyh Metodov Sintez Seroorganicheskikh i Geterociklicheskih Soedinenij i Poisk Putej ih Prakticheskogo Primeneniya. Dis. doct. khim. nauk* [Development of Technological Methods for the Synthesis of Organosulfur and Heterocyclic Compounds and the Search for Their Practical Application Ways. Doct. sci. diss.]. Ufa, 1996, 320 p.
3. Preobrazhenskaya M.N. Developments in the Research of New Antitumor Agents (review). *Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 1985, vol. 21, no. 1, pp. 13–24. DOI: 10.1007/BF00505892.
4. Sim O.G. *Sintez Biologicheskii Aktivnyh Novyh 5-Zameshchennyh Proizvodnyh 2-Aminopirimidin-4(3H)-ona. Dis. kand. farm. nauk* [Synthesis of Biologically Active new 5-Substituted Derivatives of 2-Aminopyrimidin-4(3H)-ones. Cand. Sci. Dis.]. Volgograd, 2006, 310 p.
5. Rinaldi M., Pecorari P., Constantino L. Synthesis and Biological Activity of New Heterocyclic Structures: [1,3]Thiazino[2,3-*i*]purine, Thiazolo[3,2-*c*][1,2,3]triazolo[4,5-*e*]pyrimidine and [1,2,3]Triazolo[4',5':4,5]pyrimido[6,1-*b*][1,3]thiazine. *Farmaco*, 1992, vol. 47, no. 10, pp. 1315–1322.
6. Pecorari P., Rinaldi M., Constantino L. Synthesis and Biological Activity of Pyrimido[2,1-*b*][1,3]thiazine, [1,3]Thiazino[3,2-*a*]purine and [1,2,3]Triazolo[4,5-*d*][1,3]thiazino[3,2-*a*]pyrimidine Derivatives and Thiazole Analogues. *Farmaco*, 1991, vol. 46, no. 7, pp. 899–911.
7. Pecorari P., Vampa G., Albasini A., Rinaldi M., Melegari M., Costi M.P. Preparation and Physicochemical Properties of Uracil Derivatives with Potential Biological Activity. *Farmaco*, 1988, vol. 43, no. 4, pp. 311–318.

8. Hadjikakou S.K., Ozturka I.I., Banti C.N., Kourkoumelis N., Hadjiliadis N. Recent Advances on Antimony(III/V) Compounds with Potential Activity Against Tumor Cells. *J. Inorg. Biochem.*, 2015, vol. 153, pp. 293–304. DOI: 10.1016/j.jinorgbio.2015.06.006
9. Tiekink E.R.T. Antimony and Bismuth Compounds in Oncology *Crit. Rev. Oncol. Hematol.*, 2002, vol. 42, pp. 217–224. DOI: 10.1016/S1040-8428(01)00217-7.
10. Ozturk I.I., Banti C.N., Manos M.J., Tasiopoulos A.J., Kourkoumelis N., Charalabopoulos K., Hadjikakou S. K. Synthesis, Characterization and Biological Studies of New Antimony(III) Halide Complexes with ω -thiocaprolactam *J. Inorg. Biochem.*, 2012, vol. 109, pp. 57–65. DOI: 10.1016/j.jinorgbio.2012.01.014.
11. Ali M.I., Rauf M.K., Badshah A., Kumar I., Forsyth C.M., Junk P.C., Kedzierski L., Andrews P.C. Anti-leishmanial Activity of Heteroleptic Organometallic Sb(V) Compounds. *Dalton Trans.*, 2013, vol. 42, no. 1, pp. 16733–16741. DOI: 10.1039/c3dt51382c.
12. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Platonova T.P., Sharutina O.K., Gerasimenko A.V., Popov D.Yu. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Nicotinate. *Russ. J. Gen. Chem.* 2004, vol. 74, no. 2, pp. 207–211.
13. Domagala M., Huber F., Preut H. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate Von Carbonsauren Funfgliedriger Heterocyclen Kristall- und Molekulstruktur von $(C_6H_5)_3Sb(O_2C-C_4H_9)_2$ und $(CH_3)_3Sb(O_2C-C_4H_9)_2$. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 1989, bd. 574, pp. 130–142. DOI: 10.1002/zaac.655740114.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Platonova T.P., Zhidkov V.V., Pushilin M.A., Gerasimenko A.V. Triarylantimony Dicarboxylates $Ar_3Sb[OC(O)R]_2$ (Ar = Ph, p-Tol; R = 2-C₄H₉O, 3-C₅H₄N): Synthesis and Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2003, vol. 29, no 10, pp. 694–702. DOI: 10.1023/A:1026020032214.
15. Domagala M., Huber F., Preut H. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von 2- Pyridincarbonsaure und 2-Pyridinlessigsaeure. Kristall- und Molekulstrukturen von $Ph_3Sb(O_2C-C_5H_4N)_2$ und $Me_3Sb(O_2CCH_2-2-C_5H_4N)_2$. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 1990, bd. 582, pp. 37–50. DOI: 10.1002/zaac.19905820107.
16. Chunlin M., Qingfu Z., Jiafeng S., Rufen Z. Syntheses, Characterizations and Crystal Structures of New Organoantimony(V) Complexes With Heterocyclic (S,N) Ligand. *J. Organomet. Chem.* 2006, vol. 691, pp. 2567–2574. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2006.01.049.
17. Chaudhari K.R., Jain V.K., Sagoria V.S., Tiekink E.R.T. Triorganoantimony(V) Carboxylates: Synthesis, Characterization and Crystal Structure of $Me_3Sb(O_2C-C_3H_4N)_2 \cdot H_2O$. *J. Organomet. Chem.*, 2007., vol. 692., pp. 4926–4932. DOI: 10.1107/S0108768187097568.
18. Preut H., Domagala M., Huber F. The Further Geometry of Grain Boundaries in Hexagonal Close-Packed Metals. *Acta Crystallogr.*, 1987, B 43, pp. 416–422. DOI: 10.1107/S0108768187097568.
19. Gubanova Yu.O., Sharutina O.K. Synthesis and Structure of Bis(Tetraphenylantimony) 2,6-Pyridinedicarboxylate Toluene Solvate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry.* 2019, vol. 11, no. 3, pp. 17–23. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190302
20. Gaafar A.M., Abdel-Rahmana Asmaa E., Helmy M.M. Chemical Synthesis of Some Novel 6-Aminouracil-2-Thiones and Their Glycoside Analogues. *Egyptian Journal of Chemistry*, 2016, vol. 59, no. 5, pp. 779–797. DOI: 10.21608/ejchem.2016.1449
21. Murray Th.F., Allan J. Carboxymethylmercapto Compounds as Stabilizers for Photographic Emulsions. Patent US, no 2819965, 1958.
22. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
23. 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.
24. 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. of Appl. Cryst.*, 2009, vol. 42, pp. 339–341. DOI: 10.1107/S0021889808042726.
25. Tarasevich B.N. *Ik-spektry Osnovnykh Klassov Organicheskikh Soedineniy. Spravochnye Materialy.* [IR-spectrum of The Main Classes of Organic Compounds: Background Information]. Moscow. MSU, 2012, 55 p.

26. Ma Y., Li J., Xuan Z. Synthesis, Characterization and Antitumor Activity of Some Arylantimony Triphenylgermanylpropionates and Crystal Structures of $\text{Ph}_3\text{GeCH}(\text{Ph})\text{CH}_2\text{CO}_2\text{SbPh}_4$ and $[\text{Ph}_3\text{GeCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CO}_2]_2\text{Sb}(4\text{-ClC}_6\text{H}_4)_3$. *J. Organometal. Chem.*, 2001, vol. 620, no. 2, pp. 235–242. DOI: 10.1016/S0022-328X(00)00799-3.

27. Li J.-S., Ma Y.-Q., Cui J.-R., Wang R.-Q. Synthesis and *in Vitro* Antitumor Activity of Some Tetraphenylantimony Derivatives of *exo*-7-oxa-bicyclo[2,2,1]heptane(ene)-3-arylamide-2-acid. *J. Appl. Organomet. Chem.*, 2001, vol. 15, no. 7, pp. 639–645. DOI: 10.1002/aoc.200.

Received 26 September 2019

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Синтез и строение гидрата 2-[(6-аминопиримидин-4(3*H*)-он-2-ил)сульфанил]ацетата тетрафенилсурьмы / Ю.О. Губанова, О.К. Шарутина, Д.Г. Ким, К.Ю. Петрова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2019. – Т. 11, № 4. – С. 49–56. DOI: 10.14529/chem190406

FOR CITATION

Gubanova Yu.O., Sharutina O.K., Kim D.G., Petrova K.Yu. Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony 2-[(6-Aminopyrimidine-4(3*H*)-one-2-yl)sulfonyl]acetate Hydrate. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Chemistry*. 2019, vol. 11, no. 4, pp. 49–56. (in Russ.). DOI: 10.14529/chem190406