

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ СОЛЬВАТА 2,6-ПИРИДИНДИКАРБОКСИЛАТА БИС(ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ) С ТОЛУОЛОМ

Ю.О. Губанова, О.К. Шарутина

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, Россия

Взаимодействием пентафенилсурьмы с 2,6-пиридиндикарбоновой кислотой (мольное соотношение 1:1 или 2:1) в растворе толуола с выходом 72 % впервые синтезирован сольват 2,6-пиридиндикарбоксилата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом (1), который представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 170 °С. Соединение охарактеризовано методами ИК-спектроскопии, элементного анализа, рентгеноструктурного анализа. В ИК-спектре имеется полоса поглощения карбонильной группы с частотой 1620 см⁻¹, смещенная в область низкочастотных колебаний по сравнению с ИК-спектром исходной кислоты и справочным значением. По данным рентгеноструктурного анализа, кристаллографические параметры элементарной ячейки соединения 1: триклинная сингония, группа симметрии $P\bar{1}$; $a = 12,494(5)$, $b = 13,788(5)$; $c = 16,684(6)$ Å; $V = 2550.5(16)$ Å³; $Z = 2$; $\rho(\text{выч.}) = 1,455$ г/см³. В молекуле атомы сурьмы Sb(1) и Sb(2) имеют искаженную в различной степени тригонально-бипирамидальную координацию. Аксиальные углы CSb(1)O и CSb(2)O равны 178,41(10)° и 176,75(11)°, экваториальные углы CSb(1)C и CSb(2)C варьируют в интервалах 111,58(14)–125,24(13)° и 103,44(13)–146,5(11)°. Длины связей Sb(1,2)–O составляют 2,301(2), 2,310(2) Å. Экваториальные связи Sb(1,2)–C_{экв} (2,105(3)–2,112(3) Å и 2,140(3)–2,162(3) Å) короче, чем аксиальные связи Sb(1,2)–C_{акс} (2,177(3), 2,162(3) Å). Бидентатный характер связывания карбоксильных групп проявляется слабо (расстояние Sb(1)⋯O(2) составляет 3,263(4) Å), что подтверждается существенной разницей в значениях одинарных (C–O 1,288(3), 1,261(4) Å) и двойных связей (C=O 1,226(3), 1,236(4) Å). Атом азота пиридинового кольца координирует на атом сурьмы (расстояние Sb(2)⋯N составляет 2,947(3) Å).

Ключевые слова: пентафенилсурьма, 2,6-пиридиндикарбоновая кислота, молекулярная структура, рентгеноструктурный анализ.

Введение

В настоящее время установлены структуры нескольких десятков сурьмаорганических производных карбоновых кислот с алифатическими, ароматическими и элементоорганическими радикалами. Однако производные гетероциклических монокарбоновых кислот представлены только несколькими примерами [1–7]. Особенность строения сурьмаорганических производных, в состав которых входит гетероциклический лиганд, заключается в возможности дополнительной координации гетероатома на атом сурьмы с увеличением координационного числа последнего [5, 8–11]. О производных гетероциклических дикарбоновых кислот информация в литературе отсутствует.

Взаимодействие пентафенилсурьмы с дикарбоновыми кислотами представляет определенный интерес, поскольку может приводить к продуктам различного строения. Первым сурьмаорганическим производным дикарбоновой кислоты был оксалат бис(тетрафенилсурьмы), полученный из оксалата серебра и бромида тетрафенилсурьмы [12]. При взаимодействии пентафенилсурьмы с рядом дикарбоновых кислот часто происходит замещение атомов водорода на фрагмент Ph₄Sb в двух карбоксильных группах с образованием карбоксилатов бис(тетрафенилсурьмы) [13], однако в реакции с янтарной кислотой кислый сукцинат тетрафенилсурьмы получить удалось [14]. В некоторых случаях наблюдалось декарбоксилирование одной из карбоксильных групп и образование карбоксилатов тетрафенилсурьмы [13]. Описаны сурьмаорганические производные дикарбоновых кислот,

Органическая химия

представляющие собой 24-членные макроциклические соединения, содержащие два атома сурьмы, связанные между собой основаниями Шиффа, выполняющими мостиковую функцию [15].

В продолжение исследования сурьмаорганических производных дикарбоновых кислот нами изучено взаимодействие пентафенилсурьмы с 2,6-пиридиндикарбоновой кислотой в толуоле и установлено строение продукта реакции.

Экспериментальная часть

Синтез сольвата 2,6 пиридиндикарбоксилата бис(тетрафенилсурьмы) с толуолом (1). Смесь 250 мг (0,49 ммоль) пентафенилсурьмы и 44 мг (0,25 ммоль) 2,6-пиридиндикарбоновой кислоты в 5 мл толуола помещали в стеклянную ампулу и запаивали. Смесь нагревали на водяной бане в течение часа, охлаждали до комнатной температуры. Раствор концентрировали. Получили 397 мг (72 %) бесцветных кристаллов с т. пл. 170 °С (с разл). ИК-спектр (ν , см^{-1}): 3055, 2924, 2853, 2351, 2320, 1620, 1558, 1419, 1338, 1263, 1177, 1067, 997, 731, 691, 652, 459. Для $\text{C}_{62}\text{H}_{51}\text{NO}_4\text{Sb}_2$ вычислено, %: С 66,5; Н 4,56.

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

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристалла соединения **1** осуществлен с использованием автоматического четырехкружного дифрактометра D8 QUEST фирмы Bruker (Мо K_{α} 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 [16]. Определение и уточнение структуры кристаллов выполнено с помощью программ SHELX/PC [17] и OLEX2 [18]. 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, $\text{C}_{62}\text{H}_{51}\text{NO}_4\text{Sb}_2$, $M = 1117,54 \text{ г/моль}$; $a = 12,494(5)$, $b = 13,788(5)$, $c = 16,684(6) \text{ \AA}$, $\alpha = 82,892(12)^\circ$, $\beta = 82,00(2)^\circ$, $\gamma = 63,943(15)^\circ$, $V = 2550,5(16) \text{ \AA}^3$, $\rho_{\text{выч}} = 1,455 \text{ г/см}^3$, $Z = 2$, пространственная группа $P\bar{1}$. Измерено всего 189414 отражений, 24897 независимых отражений, $\mu = 1,108 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: $R_1 = 0,1748$ и $wR_2 = 0,1413$ (по всем рефлексам), $R_1 = 0,0582$ и $wR_2 = 0,1098$ (по рефлексам $F^2 > 2\sigma(F^2)$). Структуры депонированы в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (CCDC 1898863, <http://www.ccdc.cam.ac.uk>).

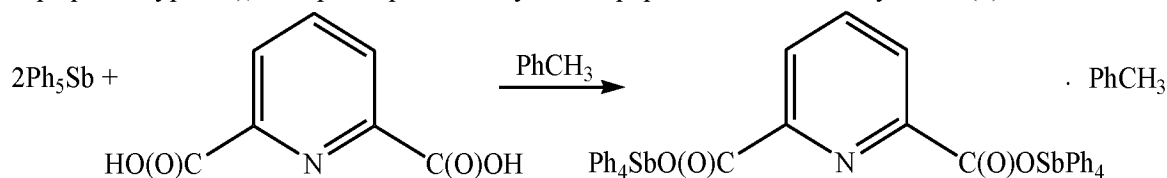
Геометрические характеристики координационного полиэдра атома сурьмы приведены в таблице.

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

Связь	$d, \text{ \AA}$	Угол	$\omega, \text{ град.}$
Sb(1) – O(1)	2,301(2)	C(1)Sb(1)O(1)	178,41(10)
Sb(1) – C(11)	2,105(3)	C(11)Sb(1)C(31)	125,24(13)
Sb(1) – C(31)	2,112(3)	C(11)Sb(1)C(1)	96,88(13)
Sb(1) – C(1)	2,177(3)	C(11)Sb(1)C(21)	119,02(13)
Sb(1) – C(21)	2,109(3)	C(21)Sb(1)C(31)	111,58(14)
Sb(2) – O(3)	2,310(2)	C(21)Sb(1)C(1)	97,90(12)
Sb(2) – C(51)	2,134(3)	C(31)Sb(1)C(1)	95,61(14)
Sb(2) – C(61)	2,140(3)	C(51)Sb(2)C(61)	146,50(11)
Sb(2) – C(71)	2,162(3)	C(51)Sb(2)C(71)	97,63(12)
Sb(2) – C(81)	2,146(4)	C(51)Sb(2)C(81)	103,11(14)
O(1) – C(46)	1,288(3)	C(61)Sb(2)C(71)	98,89(12)
O(2) – C(46)	1,226(3)	C(61)Sb(2)C(81)	103,44(13)
O(3) – C(47)	1,261(4)	C(71)Sb(2)O(3)	176,75(11)
O(4) – C(47)	1,236(4)	C(81)Sb(2)C(71)	97,98(15)

Обсуждение результатов

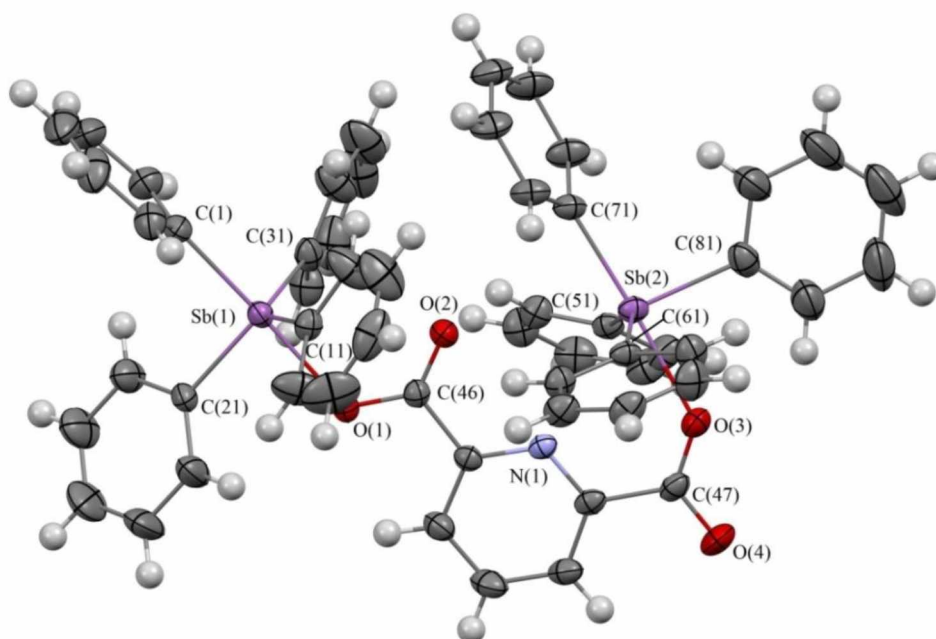
Установлено, что взаимодействие между пентафенилсурьмой и 2,6-пиридиндикарбоновой кислотой в толуоле при нагревании протекает с замещением атомов водорода в двух карбоксильных группах, образуется биядерное соединение – 2,6-пиридиндикарбоксилат бис(тетрафенилсурьмы), который кристаллизуется в форме сольвата с толуолом (1):



Следует отметить, что строение продукта не зависело от соотношения реагентов, кислый 2,6-пиридиндикарбоксилат тетрафенилсурьмы не удалось выделить даже при проведении реакции при комнатной температуре и мольном соотношении 1:1.

В ИК-спектре соединения 1 полоса поглощения карбонильной группы при 1620 см^{-1} смещена в область низкочастотных колебаний по сравнению со справочными данными для карбоновых кислот ($1700\text{--}1680\text{ см}^{-1}$ [19]) и значением в спектре никотиновой кислоты (1720 см^{-1} [20]). Полоса поглощения, соответствующая валентным и скелетным колебаниям пиридинового ядра, обнаружена при 1558 см^{-1} (полоса переменной интенсивности $\text{C}=\text{N}$ [19]). В спектре 2,6-пиридиндикарбоновой кислоты поглощение карбонильной группы наблюдается в области 1701 см^{-1} , полоса поглощения пиридинового ядра соответствует значению 1607 см^{-1} .

По данным РСА, атомы сурьмы Sb(1) и Sb(2) имеют искаженную в различной степени тригонально-бипирамидальную координацию (см. рисунок). В экваториальных положениях находятся три фенильных лиганда, в аксиальных – четвертый фенильный и мостиковый карбоксилатный лиганд. Атомы Sb(1) и Sb(2) выходят из соответствующих экваториальных плоскостей в сторону аксиально расположенных фенильных лигандов на $0,249$ и $0,300\text{ \AA}$. Аксиальные углы $\text{O}(1)\text{Sb}(1)\text{C}_{\text{акс}}$ и $\text{O}(3)\text{Sb}(2)\text{C}_{\text{акс}}$ равны $178,41(10)^\circ$ и $176,75(11)^\circ$ соответственно. Суммы углов в экваториальных плоскостях Sb(1) и Sb(2) составляют $355,84(13)^\circ$ ($111,58(14)\text{--}125,24(13)^\circ$) и $353,05(13)^\circ$ ($103,44(13)\text{--}146,5(11)^\circ$). Углы $\text{C}_{\text{акс}}\text{Sb}(1,2)\text{C}_{\text{экв}}$ изменяются в интервалах $95,61(14)\text{--}97,90(12)^\circ$ и $97,28(15)\text{--}98,89(12)^\circ$ соответственно. Аксиальные связи $\text{Sb}(1,2) - \text{C}_{\text{акс}}$ равны $2,177(3)$ и $2,162(3)\text{ \AA}$.



Строение соединения 1 (молекула сольватного толуола не показана)

Длины экваториальных связей $\text{Sb}(1,2) - \text{C}_{\text{экв}}$ значительно различаются между собой и составляют 2,105(3)–2,112(3) Å и 2,134(3)–2,146(4) Å. Связи $\text{Sb}(1,2) - \text{O}(1,3)$ имеют близкие значения 2,301(2) и 2,310(2) Å. В молекуле карборанилдикарбоксилата *бис*(тетрафенилсурьмы) аналогичные расстояния равны 2,275(3) и 2,364(3) Å [16], в молекуле 3-пиридинкарбоксилата тетрафенилсурьмы это расстояние короче и составляет 2,268(2) Å [2].

Внутримолекулярное взаимодействие атома сурьмы с атомом кислорода одной из карбонильных групп проявляется слабо (расстояние $\text{Sb}(1) \cdots \text{O}(2)$ составляет 3,263(4) Å), при этом имеет место внутримолекулярный контакт $\text{Sb}(2) \cdots \text{N}$ (2.947(3) Å). Аналогичный контакт наблюдается в *бис*(2-пиридинкарбоксилате) трифенилсурьмы (2,602(4) Å) [5].

В молекуле **1** не выровнены одинарные и двойные связи в карбоксильных группах (1,288(3), 1,226(3) и 1,261(4), 1,236(4) Å соответственно).

Структурная организация в кристалле **1** обусловлена межмолекулярными водородными связями $\text{C}=\text{O} \cdots \text{H}-\text{C}$ -типа.

Вывод

Таким образом, продуктом реакции пентафенилсурьмы с 2,6-пиридиндикарбоновой кислотой в толуоле независимо от мольного соотношения реагентов является 2,6-пиридиндикарбоксилат *бис*(тетрафенилсурьмы), в молекуле которого карбоксилатный лиганд выполняет мостиковую функцию. Атомы сурьмы структурно неэквивалентны: их координационные полиэдры искажены в разной степени, а дополнительные внутримолекулярные взаимодействия реализованы с разными атомами (карбонильным атомом кислорода и атомом азота пиридинового кольца).

Благодарности

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

Литература

1. 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.
2. Domagala, M. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von Carbonsauren funfgliedriger Heterocyclen Kristall- und Molekulstruktur von $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-2-\text{C}_4\text{H}_3\text{S})_2$ und $(\text{CH}_3)_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-2-\text{C}_4\text{H}_3\text{S})_2$ / M. Domagala, F. Huber, H. Preut // Z. Anorg. Allg. Chem. – 1989. – Bd. 574. – P. 130–142. DOI: 10.1002/zaac.655740114.
3. Синтез и строение дикарбоксилатов триарилсурьмы $\text{Ar}_3\text{Sb}[\text{OC}(\text{O})\text{R}]_2$ ($\text{Ar} = \text{Ph}$, *p*-Tol; $\text{R} = 2-\text{C}_4\text{H}_3\text{O}$, $3-\text{C}_5\text{H}_4\text{N}$) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, А.П. Пакусина и др. // Коорд. химия. – 2003. – Т. 29, № 10. – С. 750–759.
4. Domagala, M. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von 2-Pyridincarbonsaure und 2-Pyridinlessigsaeure. Kristall- und Molekulstrukturen von $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-2-\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2$ und $\text{Me}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{CCH}_2-2-\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2$ / M. Domagala, F. Huber, H. Preut // Z. Anorg. Allg. Chem. – 1990. – Bd. 582. – P. 37–50. DOI: 10.1002/zaac.19905820107.
5. 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.
6. Triorganoantimony(V) carboxilates: 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 et al. // J. Organomet. Chem. – 2007. – V. 692. – P. 4926–4932. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2007.07.033.
7. 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.
8. Synthesis, characterization and crystal structures of tri- and tetraphenylantimony(V) compounds containing arylcarbonyloxy moiety / L. Quan, H. Yin, J. Cui et al. // J. Organomet. chem. – 2009. – V. 694. – P. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040.

9. Schmidbaur, H. Synthese, Struktur und Sb-Mosbauer-Spektren Kovalenter und Tetraorganoantimon(V) Verbindungen / H. Schmidbaur, B. Milewski-Mahra, F.E. Wagner // Z. Naturforsch. – 1983. – Bd. 38B. – P. 1477–1483.

10. Synthesis of Two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine N-Oxides: Crystal Structure of Tetraphenylantimony (2-Mercapto-Pyridine N-oxide) / G.M. Arvanitis, M.E. Berardini, T.B. Acton et al. // Phosphorus, Sulfur, Silicon Relat. Elem. – 1993. – Vol. 82. – P. 127–135. DOI: 10.1007/BF01666088.

11. Formation and Structure of Cyclic Five-Coordinated Antimony Derivatives. The First Square-pyramidal Geometry for a Bicyclic Stiborane / R.R. Holmes, R.O. Day, V. Chandrasekhar et al. // Inorg. Chem. – 1987. – V. 26, № 1. – P. 157–163

12. Millington, P.L. Phenylantimony (V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of [SbPh₄][SbPh₂(ox)₂], [SbPh₃(OMe)]₂ox and (SbPh₄)₂ox / P.L. Millington, D.B. Sowerby // J. Chem. Soc., Dalton Trans. – 1992, № 7. – P. 1199–1204.

13. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic acid / V.V. Sharutin, O.K. Sharutina, Yu.O. Gubanov et al. // J. Organomet. Chem. – 2015. – V. 798. – P. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002.

14. Шарутин, В.В. Синтез и строение кислого сукцината тетрафенилсурьмы / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, Ю.О. Губанова // Бутлеровские сообщения. – 2014. – Т. 39, № 7. – С. 139–141.

15. Highly Symmetrical 24-membered Macrocyclic Organoantimony(V) Complexes Constructed from Schiff Base Ligands Possessing two Terminal Carboxyl Groups / M. Hong, H.-D. Yin, W.-K. Li et al. // Inorg. Chem. Communications. – 2011. – V. 14, № 10. – P. 1616–1621. DOI:10.1016/j.inoche.2011.06.023.

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

17. 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.

18. 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.

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

20. Грандберг, И.И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии: учеб. пособие для сельскохозяйственных вузов / И.И. Грандберг. – М.: Высш. школа, 1978. – 225 с.

Губанова Юлия Олеговна – аспирант кафедры теоретической и прикладной химии, 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, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, проспект Ленина, 76. E-mail: sharutinaok@susu.ru.

Поступила в редакцию 29 апреля 2019 г.

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF *BIS*(TETRAPHENYLANTIMONY) 2,6-PYRIDINEDICARBOXYLATE TOLUENE SOLVATE

Yu.O. Gubanova, ulchik_7757@mail.ru

O.K. Sharutina, sharutinaok@susu.ru

South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation

At interaction of pentaphenylantimony with 2,6-pyridinedicarboxylic acid (mole ratio 1:1 or 2:1) in a toluene solution, *bis*(tetraphenylantimony) 2,6-pyridinedicarboxylate toluene solvate (1) has been obtained for the first time (yield 72%, colorless crystals, m.p. 170 °C). The compound 1 has been characterized by IR-spectroscopy, elemental and X-ray analysis. The absorption band of a carbonyl group with the frequency 1620 cm⁻¹ is present in the IR-spectrum, shifting towards the area of low-frequency oscillations in comparison with the spectrum of the acid (1701 cm⁻¹). According to the data of X-ray analysis the unit cell crystallographic parameters of compound 1: triclinic syngony, the symmetry group P; a = 12.494(5), b = 13.788(5); c = 16.684(6) Å; V = 2550.5(16) Å³; Z = 2; ρ(calc.) = 1.455 g/cm³. The Sb(1) and Sb(2) atoms in a molecule have a distorted trigonal-bipyramidal coordination in different degrees. The CSb(1)O and CSb(2)O axial angles equal 178.41(10)° and 176.75(11)°, the CSb(1)C and CSb(2)C equatorial angles vary in the ranges 111.58(14)–125.24(13)° and 103.44(13)–146.5(11)°. The Sb(1,2)–O bond lengths equal 2.301(2), 2.310(2) Å. The Sb(1,2)–C_{eqv} equatorial bonds (2.105(3)–2.112(3) Å and 2.140(3)–2.162(3) Å) are shorter than the Sb(1,2)–C_{ax} axial one (2.177(3), 2.162(3) Å). The bidentate binding of carboxylate ligands is weak (the distance Sb(1)⋯O(2) equals 3.263(4) Å) it has been proved by significant difference in the lengths of single (C–O 1.288(3), 1.261(4) Å) and double bonds (C=O 1.226(3), 1.236(4) Å) in the carboxylate groups. The pyridine ring nitrogen atom coordinates to the antimony atom (the distance Sb(2)⋯N equals 2.947(3) Å).

Keywords: pentaphenylantimony, 2,6-pyridinedicarboxylic acid, structure, X-ray analysis.

References

1. 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.
2. Domagala M., Huber F., Preut H. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate Von Carbon-sauren Funfgliedriger Heterocyclen Kristall- und Molekulstruktur von (C₆H₅)₃Sb(O₂C-2-C₄H₃S)₂ und (CH₃)₃Sb(O₂C-2-C₄H₃S)₂. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 1989, bd. 574, pp. 130–142. DOI: 10.1002/zaac.655740114.
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Pakusina A.P., Platonova T.P., Zhidkov V.V., Pushilin M.A., Gerasimenko A.V. Triarylantimony Dicarboxylates Ar₃Sb[OC(O)R]₂ (Ar = Ph, p-Tol; R = 2-C₄H₃O, 3-C₅H₄N): Synthesis and Structure. *Russ. J. Coord. Chem.*, 2003, vol. 29, no 10, pp. 694–702. DOI: 10.1023/A:1026020032214.
4. Domagala M., Huber F., Preut H. Triorganoantimon- und Triorganobismutderivate von 2- Pyridincarbon-saure und 2-Pyridinlessigs-aure. Kristall- und Molekulstrukturen von Ph₃Sb(O₂C-2-C₅H₄N)₂ und Me₃Sb(O₂CCH₂-2-C₅H₄N)₂. *Z. anorg. allg. Chem.*, 1990, bd. 582, pp. 37–50. DOI: 10.1002/zaac.19905820107.
5. 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.
6. Chaudhari K.R., Jain V.K., Sagoria V.S., Tieking E.R.T. Triorganoantimony(V) Carboxilates: Synthesis, Characterization and Crystal Structure of Me₃Sb(O₂C-C₃H₄N)₂·H₂O. *J. Organomet. Chem.*, 2007., vol. 692., pp. 4926–4932. DOI: 10.1107/S0108768187097568.
7. 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.

8. Quan L., Yin H., Cui J., Hong M., Wang D. Synthesis, Characterization and Crystal Structures of Tri- and Tetraphenylantimony(V) Compounds Containing Arylcarbonyloxy Moiety. *J. Organomet. Chem.*, 2009, vol. 694., pp. 3708–3717. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2009.07.040
9. Schmidbaur H., Milewski-Mahra B., Wagner F.E. Synthese Struktur und Sb-Mosbauer-Spektren kovalenter und Tetraorganoantimon(V) Verbindungen. 1983, vol. 38B., pp. 1477–1483.
10. Arvanitis G.M., Berardini M.E., Acton T.B., Dumas P.E. Synthesis of two Tetraphenylantimony Complexes of Pyridine N-oxides: Crystal Structure of Tetraphenylantimony(2-mercapto-pyridine N-oxide). *Phosphorus, Sulfur, Silicon Relat. Elem.*, 1993, vol. 82, pp. 127–135. DOI: 10.1007/BF01666088.
11. Holmes R.R., Day R.O., Chandrasekhar V., Holmes J.M. Formation and Structure of Cyclic Five-Coordinated Antimony Derivatives. The First Squarepyramidal Geometry for a Bicyclic Stiborane. *Inorg. Chem.*, 1987, vol. 26, no 1, pp. 157–163.
12. Millington P.L., Sowerby D.B. Phenylantimony (V) Oxalates: Isolation and Crystal Structures of $[SbPh_4][SbPh_2(ox)_2]$, $[SbPh_3(OMe)]_2ox$ and $(SbPh_4)_2ox$. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 1992, no. 7, pp. 1199–1204.
13. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Yu.O., Bregadze V.I., Glazun S.A. Interaction of Pentaphenylantimony with Carboranedicarboxylic Acid. *J. Organomet. Chem.*, 2015, vol. 798, pp. 41–45. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2015.09.002.
14. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Gubanova Yu.O. [Synthesis and Structure of Tetraphenylantimony Hydrogen Succinate]. *Butlerov Communications*, 2014, vol. 39, no. 7, pp. 139–141. (in Russ.).
15. Hong M., Yin H.-D., Li W.-K., You X.-Y. Highly Symmetrical 24-Membered Macrocyclic Organoantimony(V) Complexes Constructed From Schiff Base Ligands Possessing Two Terminal Carboxyl Groups. *Inorg. Chem. Communications.*, 2011, vol. 14, no. 10, pp. 1616–1621. DOI: 10.1016/j.inoche.2011.06.023.
16. Bruker. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1998.
17. 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.
18. 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.
19. Tarasevich B.N. *ИК-спектры основных классов органических соединений. Справочные материалы*. [IR-spectrum of The Main Classes of Organic Compounds: Background Information]. Moscow. MSU, 2012. 55 p.
20. Grandberg I.I. *Prakticheskie raboty i seminarские zanyatiya po organicheskoy khimii Uchebnoe posobie dlya sel'skokhozyaystvennykh vuzov* [Practical Classes and Seminars on Organic Chemistry: Training Materials for Agricultural Universities]. Moscow: High School, 1978. 225 p.

Received 29 April 2019

ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

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

FOR CITATION

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