



## 2-HİDROKSİ-1,2-DİFENİL-ETHANON'UN CNDO/2 YAKLAŞIMI İLE KONFORMASYONUN TAYİNİ VE X-IŞINLARI YAPI ANALİZ SONUÇLARININ KARŞILAŞTIRILMASI

Sema ÖZTÜRK YILDIRIM\*, Mehmet AKKURT

Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Kayseri

### ÖZET

Bu çalışmada, X-ışınları tek kristal kırınımı ile kristal yapısı belirlenen bileşiğin geometrisi, kuantum mekaniksel CNDO/2 hesaplama yöntemi ile optimize edildi. X-ışını analizi bileşiğin monoklinik sistemde ve P 2<sub>1</sub>/n uzay grubunda kristallendiğini göstermektedir. a = 10.3658 (2), b = 5.76910 (10), c = 18.6515 (4) Å, β= 105.3400 (10)°. Moleküler yapı düzlemsel değildir. Elde edilen elektronik ve yapısal parametreler deneysel sonuçlarla karşılaştırıldı.

**Anahtar Kelimeler:** X-ışını; Konformasyon analizi; CNDO/2 metodu.

### CONFORMATION ANALYSIS OF THE COMPOUND 2-HYDROXY-1,2-DIPHENYL-ETHANONE AND STRUCTURAL PARAMETERS OBTAINED WITH THE RESULTS OF X-RAY STRUCTURE ANALYSIS

### ABSTRACT

In this study, the geometry of the compound whose structure was determined by X-ray single crystal diffraction was optimized by the CNDO/2 quantum-mechanical calculations' method. The electronic and structural parameters obtained were compared with the experimental results. X-ray analysis shows the compound crystallizes in the monoclinic system, space group P 2<sub>1</sub>/n . a = 10.3658 (2), b = 5.76910 (10), c = 18.6515 (4) Å, β= 105.3400 (10)°. The molecular structure is not planar. The electronic and structural parameters obtained were compared with the experimental results.

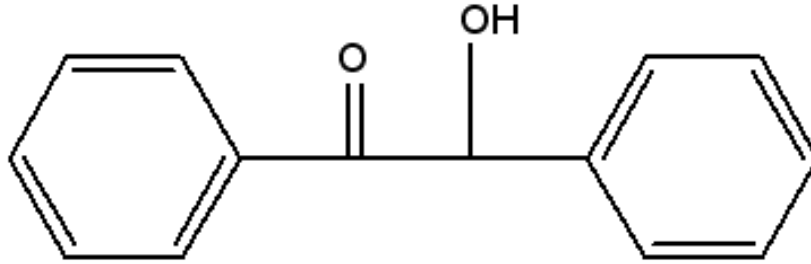
**Keywords:** X-Ray; Conformational analysis; CNDO/2 method.

\*E- posta: [ozturk@erciyes.edu.tr](mailto:ozturk@erciyes.edu.tr)

## 1. GİRİŞ

1,3-Dikarbonil bileşikler ve onların bazı halkalı diketon türevleri biyolojik aktifliklerinden dolayı tıpta ve tarımda oldukça fazla kullanılmaktadır [1-3].

Bu nedenle Şekil 1'de verilen bileşiğin X-ışınları tek kristal kırınımı ile moleküler yapısı belirlenen bileşiğin kuantum mekanik metodlarla optimize edilip elektronik ve yapısal parametrelerinin hesaplanıp deneysel verilerle karşılaştırılması ilginç olacaktır.



Şekil 1. C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub> molekülünün kimyasal formülü.

## 2. MATERYAL VE METOD

Şekil 1'deki bileşiğin öncelikle moleküler mekanik MM2P metodu ile PM (PC MODEL) programı kullanılarak konformasyon analizi yapıldı [4,5]. Buradan elde edilen optimize edilmiş verilerle CNDO/2 yaklaşımı kullanılarak, kuantum mekanişel hesaplamaları yapıldı [6,7]. Yapılan teorik hesaplamalarda, bileşik vakumda tek başına, statik durumda, net yükü sıfır (kapalı kabuk) olarak kabul edildi.

### 2.1. Konformasyon Analizi

Bu çalışmada incelenen bileşiğin konformasyon analizi Moleküler Mekanik metodu ile yapıldı. Bir molekülün enerjisini ve yapısını belirlemek için kullanılan hesaplama metodudur. Bu metodta, molekülün toplam potansiyel enerjisini minimum yapan molekül yapısı bulunur. Moleküler mekanik hesaplamalarında elektronlar dikkate alınmazlar. Bir molekül yaylarla birbirine bağlanmış ağırlıklardan oluşan bir sisteme benzer tarzda harmonik kuvvetlerle birbirleriyle etkileşen kütleler topluluğu olarak ele alınır. Burada kütleler, elektronların etrafında küresel olarak dağıldığı atom çekirdeklerini, yaylar ise atomlar arası kimyasal bağları temsil eder.

Atomlar arası etkileşimler iki kısma ayrılır; 1-Kimyasal bağlarla bağlanmış atomlar arası etkileşimler: a- Gerilme, b- Düzlemde bükülme, c- Burulma, d- Düzlem dışı bükülme.

2-Kimyasal bağlarla birbirine bağlanmamış atomlar arası etkileşimler: a- Van der Waals etkileşimleri, b- Elektrostatik etkileşimler.

Bunların dışında moleküldeki bağlar ve açılar birbirlerinden bağımsız olmadıklarından verilen bir gerilme, bükülme veya burulma hareketi komşu bağlara ve bağ açlarına da bağlıdır. Bu tür çiftleşme ile oluşan etkileşimlerin enerjisi genelde saf etkileşimlerden daha küçüktür. Bu etkileşimler burulma-bükülme, gerilme-bükülme gibi etkileşimlerdir. Atomlar arası etkileşimlerin her biri potansiyel enerji ile tanımlanır. Molekülün toplam potansiyel enerjisi bu etkileşimlere karşılık gelen potansiyel enerjilerin toplamıdır.

$$E_{\text{toplaml}} = E_g + E_b + E_t + E_d + E_{nb} + E_{bb'} + E_b + \dots$$

Burada  $E_g$  : gerilme enerjisi,  $E_b$  : düzlemde bükülme enerjisi,  $E_t$  : burulma (torsiyon) enerjisi,  $E_d$  : düzlem dışı bükülme enerjisi,  $E_{nb}$  : Van der Waals ve elektrostatik enerji,  $E_{bb'}$  : gerilme-gerilme enerjisi,  $E_b$  : gerilme-düzlem dışı bükülme enerjisidir.

## 2.2. Kuantum Kimyasal Hesaplamalar

Deneysel çalışmalarını desteklemek yada deneysel çalışma yapmadan elde edilecek sonuçları önceden tahmin edebilmek amacıyla hesaplamalı yöntemleri kullanacak olan araştırmacılar için üç farklı seçenek vardır. Bunlar moleküler mekanik, ab initio ve semiempirical moleküler orbital yöntemleridir. Bu yöntemlerin herbirinin iyi yada kötü olduğu durumlar mevcuttur.

Enzimler gibi büyük yapıları sistemler için bile tepkime ısı ve konformasyon kararlılıkları gibi nicelikler hesaplanabilir. Bununla birlikte bu yöntemlerle elektronik yapıya bağlı olan özellikler ya da elektronik yapı hakkında bilgi edinilebilmektedir. Bir tepkime sistemi modellenerek bağ oluşumu ya da parçalanması içeren işlemler yapılamaz.

Semiempirical moleküler (SE-MO) yöntemler ise bu iki ekstrem durum arasında yer alır. Ab initio moleküler orbital yöntemleri gibi SE-MO yöntemleri de kuantum mekaniksel esaslara dayanır.

Bu yöntemlerde, moleküler özelliklerin deneysel değerlere yakın sonuçlar vereceği parametreler

mevcuttur. Etkileşim integralleri için yaklaşık fonksiyonların kullanılmasıyla hesaplama süresi ab initio yöntemlerin hesaplama süresi ile karşılaştırılmayacak kadar azdır. Çok küçük sistemler için kullanılabilceği gibi büyük kimyasal sistemler için de kullanılabilir. Ab initio ve semiempirical moleküler orbital yöntemlerin herikisi de orbitalleri hidrojen benzeri orbitaller olarak tanımlar. Dalga fonksiyonlarında Slater veya Gaussian tipi orbitaller kullanılır.

SCF LCAO moleküler orbital yaklaşımına dayanan ilk semiempirical moleküler orbital yöntemi Pople ve arkadaşları (1965) tarafından geliştirilen CNDO 'dur. Bu yöntem esas olarak moleküldeki büyük itmeleri ortadan kaldırmak için MNDO yönteminin çekirdek-çekirdek itme fonksiyonlarında küçük bir değişiklik yapılmasıyla oluşturulmuştur. MNDO-PM olarak adlandırılan ve MNDO'nun üçüncü parametrizasyonu olduğunu göstermek için PM3 şeklinde gösterilen program ise en son geliştirilen yöntemlerden birisidir. Çok sayıda element için parametreleri aynı anda optimize edebilen bir yaklaşımdır.

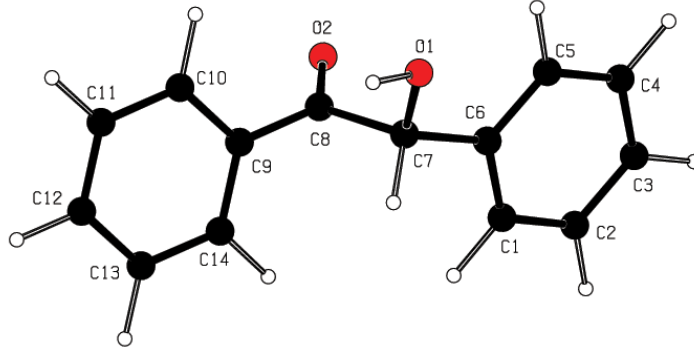
Bu çalışmada semiempirical (yarı deneysel) metodlardan CNDO/2 yaklaşım metodu kullanıldı. Hesaplanan elektronik parametreler; HOMO-LUMO enerjileri, molekül orbital katsayıları, elektronik enerjiler, dipol moment, yük yoğunluğu, bağ enerjisi, bağ uzunluğu ve bağ mertebesidir.

Son yıllarda MOPAC, AMPAC ve MNDO88 gibi çeşitli moleküler orbital yöntemlerini yapısında bulunduran paket programlar geliştirilmiştir. Bunlardan MOPAC, James J.P. Stewart tarafından geliştirilen en son paket programdır ve diğer iki paket programın önemli özelliklerini de bünyesinde toplamıştır

### **2.3. Hesaplama Metodu**

Bileşiğin öncelikle moleküler mekanik MM2P metodu ile PM (PC MODEL) programı kullanılarak CNDO/2 (Complete Neglect of Differential Overlap) konformasyon analizi yapıldı (2,3) (Şekil 2).

Yapılan teorik hesaplamalarda, bileşik vakumda tek başına, statik durumda, net yükü sıfır (kapalı kabuk) olarak kabul edildi. Bütün hesaplamalar ve çizimler IBM uyumlu Pentium III işlemcili 500 megahertz 'lik ACER marka bir PC bilgisayarda yapıldı.



Şekil 2. CNDO yaklaşımına göre elde edilen molekülün uzaysal görünüşü.

#### 2.4. Sentez

Adı geçen bileşik Aldrich Chemical Co. adlı firmadan alındı ve %95'lik sıcak etanolde kristalendirildi.

#### 2.5. X-Işını Analizi

Kristalografik veri dosyasının Tablo 1'de verildi. Kristalografik veriler SMART CCD difraktometre sisteminde, grafit monokromatör ve MoK $\alpha$  radyasyonu kullanılarak toplandı. Toplanan verilerin işlenmesinde SAINT ve SADABS [8] programları kullanıldı. Kristal yapı çözümünde direkt metotlara göre işlem yapan SIR97 [9] programı kullanılarak yapıldı ve yapı F<sup>2</sup>'ye göre çalışan SHELXL97 [10] kullanılarak artırıldı. Tüm hidrojen atomları difference-fourier haritasından bulundu ve serbest olarak artırıldı.

**Tablo 1.**

Bileşiğin kristalografik verileri.

Kimyasal formül	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>
Moleküler ağırlık	212.24
Kristal sistem, uzay grubu	Monoklinik, P2 <sub>1</sub> /n
Birim hücre boyutları : a,b,c (Å)	a = 10.3658 (2), b = 5.76910 (10), c = 18.6515 (4)
$\beta$ (°)	105.3400 (10)
Hacim (Å <sup>3</sup> )	V = 1075.65 (4)

Z		4
T(K)		293(2)
F(000)		448
Kristal boyutları(mm)		0.70 × 0.17 × 0.09
$\mu$ (mm <sup>-1</sup> )		0.09
$\lambda=0.71073\text{Å}$ (MoK $\alpha$ )		R <sub>int</sub> = 0.037
h , k , l		-12 / 14, -7 / 8 , -25 / 26
$\theta$ aralığı [°]		2.0 to 30.0
Toplam yansıma	3079	Birim yansıma 1916 [ I ≥ 2 $\sigma$ (I) ]
Parametre sayısı		194
R = 0.042		R <sub>w</sub> = 0.111
S = 1.06		$\sigma/\Delta$ = 0.001
Artık elektron yoğunluğu (eÅ <sup>-3</sup> )		+0.16, -0.16

### 3. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>'nin X-ışını difraksiyon metodu kullanılarak kristal yapısı çözüldü ve koordinatları arıtıldı. Atomik koordinatlar ve izotropik termal parametreler standart sapmaları ile birlikte [Tablo 2](#)'de verildi. [Şekil 3](#)'de adı geçen bileşiğin ORTEP-III [11] programı kullanılarak ve atomların numanları olarak yapılan moleküler çizimi verilmiştir.

Öncelikle moleküler mekanik programı kullanılarak moleküler geometri optimize edildi. Gaz fazında, vakum ortamında net yükü sıfır kabul edilen molekülün, CNDO/2 yaklaşımı ile kuantum mekaniksel olarak geometrik optimizasyonları yapıldı ve molekülün elektronik parametre değerleri hesaplandı. Hesaplama sonucunda molekül için; elektronik enerji = -660.5604 eV, toplam enerji = -145.2691 a.u., bağlanma enerjisi = -15.13054 a.u. hesaplandı. HOMO = -11.0642 eV, LUMO = 3.5803 eV, dipol moment = 4.152743 Debye ve SCF = 76 bulundu.

CNDO/2 yaklaşımına göre HOMO ve LUMO enerji düzeyleri moleküler orbital katsayıları, bu düzeylerin enerjileri [Tablo 3](#)'da verilmektedir. HOMO en üst dolu düzeyin enerjisini, LUMO ise en düşük boş enerji düzeyini temsil etmektedir.

**Tablo 2.**C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>'nin atomik koordinatlar (x10<sup>4</sup>) ve izotropik termal parametreler (Å<sup>2</sup>x10<sup>3</sup>)

Atom	Yükler (e <sup>-</sup> )	x	y	z	U (eş)
O1	-0.2581	0.7183 (1)	0.4833 (2)	0.2309 (1)	0.049 (1)
O2	-0.3292	0.5713 (1)	0.8033 (1)	0.1529 (1)	0.056 (3)
C1	0.0116	0.4292 (1)	0.1950 (2)	0.2577 (1)	0.046 (4)
C2	0.0177	0.3591 (1)	0.1738 (2)	0.3110 (1)	0.055 (5)
C3	0.0048	0.3651 (1)	0.3482 (3)	0.3622 (1)	0.059 (5)
C4	0.0126	0.4396 (1)	0.5443 (3)	0.3596 (1)	0.057 (5)
C5	0.0087	0.5081 (1)	0.5672 (2)	0.3057 (1)	0.046 (1)
C6	0.0462	0.5043 (1)	0.3914 (2)	0.2545 (1)	0.038 (1)
C7	0.1331	0.5844 (1)	0.4160 (2)	0.1973 (1)	0.039 (1)
C8	0.2945	0.5258 (1)	0.6079 (2)	0.1420 (1)	0.039 (1)
C9	0.0491	0.4132 (1)	0.5589 (2)	0.0752 (1)	0.038 (1)
C10	0.0199	0.3812 (1)	0.7271 (2)	0.0201 (1)	0.044 (1)
C11	0.0093	0.2811 (1)	0.6903 (3)	-0.0443 (1)	0.054 (1)
C12	-0.0086	0.2105 (1)	0.4855 (3)	-0.0538 (1)	0.059 (1)
C13	0.0129	0.2398 (1)	0.3181 (3)	0.0006 (1)	0.059 (1)
C14	0.0252	0.3416 (1)	0.3531 (2)	0.0646 (1)	0.049 (1)
H1	-0.0229	0.4270 (1)	0.0730 (2)	0.2240 (7)	0.060 (4)
H2	-0.0166	0.3030 (1)	0.0350 (3)	0.3103 (8)	0.074 (4)
H3	-0.0163	0.3200 (1)	0.3290 (2)	0.3998 (9)	0.075 (4)
H4	-0.0153	0.4460 (1)	0.6700 (2)	0.3972 (8)	0.071 (4)
H5	-0.0102	0.5580 (1)	0.7060 (2)	0.3018 (6)	0.045 (3)
H7	-0.0373	0.5840 (1)	0.2650 (2)	0.1701 (6)	0.034 (3)
H10	-0.0149	0.4320 (1)	0.8670 (2)	0.0286 (6)	0.049 (3)
H11	-0.0132	0.2610 (1)	0.8130 (2)	-0.0819 (8)	0.064 (4)
H12	-0.0128	0.1400 (1)	0.4630 (2)	-0.0999 (8)	0.073 (4)
H13	-0.0137	0.1900 (1)	0.1720 (3)	-0.0057 (7)	0.064 (4)
H14	-0.0183	0.3630 (1)	0.2340 (2)	0.1019 (8)	0.058 (4)
H101	0.1417	0.7560 (2)	0.3650 (3)	0.2599 (9)	0.089 (5)

$$U_{eş} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} (a_i^* a_j^*) \quad ( \mathbf{a}_i \mathbf{a}_j )$$

**Tablo 3.**

CNDO/2 yaklaşımına göre molekülün HOMO ve LUMO enerji düzeylerine ait moleküler orbital katsayıları ve bu düzeylerin enerjileri

Düzyey	Moleküler Orbital Katsayıları	Enerji (eV)
HOMO	$\Psi \approx -0.22p_x^{C6} + 0.33p_x^{C7} + 0.21p_z^{C7} - 0.35p_x^{C8} + 0.32p_x^{C9} + 0.37p_x^{O2}$	-11.0642
LUMO	$\Psi \approx 0.21p_z^{C3} + 0.21p_z^{C6} + 0.39p_y^{C8} + 0.36p_z^{C9} - 0.20p_z^{C10} - 0.20p_z^{C11} + 0.37p_z^{C12} - 0.25p_z^{C14} - 0.35p_y^{O2}$	3.5803

X-ışını ve teorik hesaplama tablolarının incelenmesiyle teorik ve deneysel sonuçların hata sınırları içinde uyumlu oldukları görülmektedir. Teorik hesaplamada molekül gaz fazında ve tek başına izole edilmiş olarak ele alınmaktadır.

Fakat, kristal yapıda moleküller üç boyutla düzenli olarak dizilmiş olduklarından birbirleriyle etkileşebilmekte; molekül içi ve moleküller arası kontaklar söz konusu olabilmektedir. Bu yüzden, [Tablo 4](#)' deki torsiyon açıları incelenerek deneysel ve teorik olarak molekülün düzlemsel yapıda olmadığı ve iki metod için molekülün konformasyonunun farklı olduğu kolayca görülebilir. [Tablo 5](#) ve [Tablo 6](#) incelendiğinde, molekülün bağ uzunluk ve açılarının hata sınırları içinde uyumlu olduğu görülür. [Tablo 1](#)'de teorik hesaplama sonucu elde edilen molekül atomlarının elektronik yükleri ve [Tablo 2](#)'de deneysel ve teorik bağ uzunluk değerleri yanında teorik olarak hesaplanan bağ mertebesini veren Weiberg indisleri de listelenmiştir.

**Tablo 4.**

$C_{14}H_{12}O_2$ 'nin torsiyon açıları (°)

Torsiyon açıları	X-Işını	CNDO/2
C1-C6-C7-O1	-129.9 (1)	153.4
C5-C6-C7-O1	48.8 (1)	-26.9
O1-C7-C8-O2	-26.7 (1)	92.5
O1-C7-C8-C9	153.7 (1)	-87.4
C6-C7-C8-O2	94.0 (1)	-32.6

**Tablo 5.**

$C_{14}H_{12}O_2$ 'nin bağ uzunlukları (Å) ve Weiberg indisleri

Bağ uzunlukları	X-Işını	CNDO/2	Weiberg indisleri*
O1-C7	1.417 (2)	1.415	0.971
O2-C8	1.218 (1)	1.212	1.818
O1-H101	0.890 (2)	0.940	0.964
C1-C6	1.385 (2)	1.346	1.409
C1-C2	1.384 (2)	1.342	1.458
C2-C3	1.377 (2)	1.341	1.441
C3-C4	1.377 (2)	1.341	1.445
C4-C5	1.382 (2)	1.342	1.454
C5-C6	1.388 (2)	1.346	1.411



Bağ uzunlukları	X-Işını	CNDO/2	Weiberg indisleri*
C6-C7	1.522 (2)	1.515	0.993
C7-C8	1.525 (2)	1.528	0.961
C8-C9	1.492 (2)	1.359	1.061
C9-C14	1.386 (2)	1.344	1.370
C9-C10	1.389 (2)	1.344	1.373
C10-C11	1.380 (2)	1.343	1.454
C11-C12	1.376 (2)	1.342	1.445
C12-C13	1.376 (2)	1.342	1.441
C13-C14	1.383 (2)	1.342	1.459

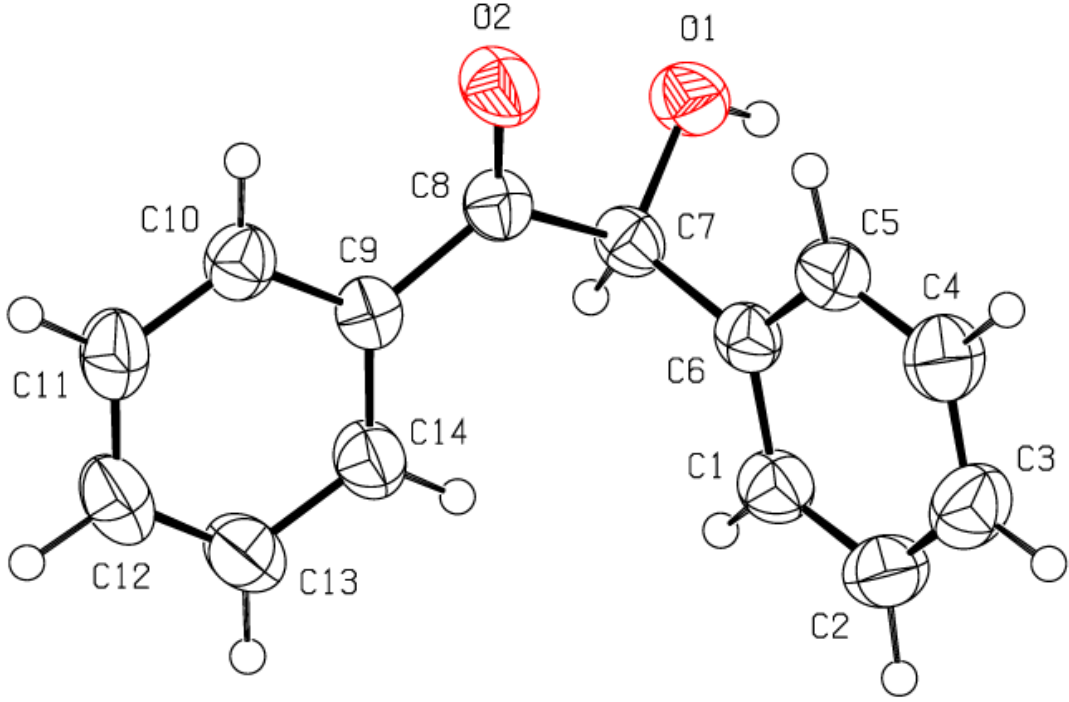
\*Teorik hesaplanan bağ mertebesi

**Tablo 6.**

C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>'nin bağ açıları (°)

Bağ açıları	X-Işını	CNDO/2
C2-C1-C6	120.8 (1)	121.3
C1-C2-C3	119.8 (1)	120.0
C2-C3-C4	120.0 (1)	119.6
C3-C4-C5	120.3 (1)	120.1
C4-C5-C6	120.3 (1)	121.0
C1-C6-C5	118.8 (1)	118.2
C1-C6-C7	121.6 (1)	120.1
C5-C6-C7	119.6 (1)	121.8
O1-C7-C8	105.6 (1)	110.4
C6-C7-C8	110.4 (1)	111.4
O1-C7-C6	111.6 (1)	112.1
O2-C8-C7	119.5 (1)	122.0
C7-C8-C9	120.7 (1)	115.5
O2-C8-C9	119.8 (1)	122.5
C8-C9-C10	117.8 (1)	119.6
C10-C9-C14	118.6 (1)	120.3
C8-C9-C14	123.5 (1)	120.1
C9-C10-C11	121.0 (1)	119.7
C10-C11-C12	119.7 (1)	120.1
C11-C12-C13	120.1 (1)	120.1
C12-C13-C14	120.3 (2)	120.1
C9-C14-C13	120.4 (1)	119.7

Hesaplamalarda molekülün net yükü sıfır alınmıştır, [Tablo 1'](#) de bu durumun sağlandığı görülmektedir. [Tablo 2'](#)deki Weiberg indisleri bağların tek veya çift bağ olup olmadığını göstermektedir, hesaplanan değerler molekül formülü için beklenenler ile uyum içindedir.



Şekil 3. Bileşiğin X-ışını verilerine göre çizilmiş ORTEP-3 çizimi.

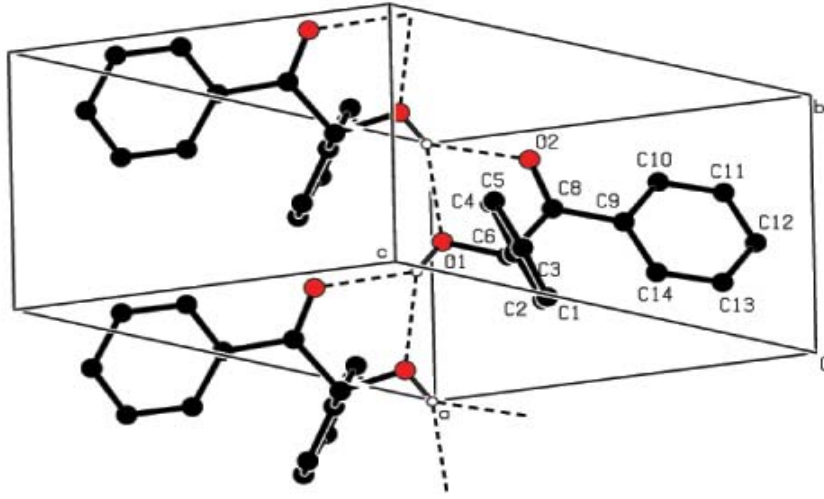
X-ışını kristal yapı analizi sonucunda hidroksi grubunun hidrojen atomu iki tane moleküller arası ve bir tanede molekül içi hidrojen kondağı tespit edilmiştir. Molekül ve kristal yapı bu bağlarla karalıdır (Tablo 7, Şekil 4).

**Tablo 7.**

C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>'nin hidrojen bağı geometrisi (Å, °)

D-H···A	D-H	H···A	D···A	D-H···A
O1-H101···O1 <sup>i</sup>	0.89 (2)	2.22 (2)	3.002 (1)	146.0 (15)
O1-H101···O2 <sup>i</sup>	0.89 (2)	2.11 (2)	2.834 (1)	137.9 (15)
C10-H10···O2	0.95 (1)	2.41 (1)	2.763 (2)	101.2 (8)

Simetri kodları: (i)  $-x+3/2, y-1/2, -z+1/2$ .



Şekil 4. X-ışını verilerine göre hidrojen bağı yapan moleküllerin birim hücre içindeki görünümü.

#### KAYNAKLAR

1. I. Wolskaa, F. Heroldb, F., Z. Naturforsch. Teil B, 57 (2002) 1315.
2. M. Artico, R. Di Santo, R., Costi, E. Novellino, G. Greco, S. Massa, E. Tramontano, M. E. Marongiu, A. De Montis, P. La Colla, J. Med. Chem. 41 (1998) 3948.
3. D. B. Rubinov, I. L., Rubinova, A. A. Akhrem, Chem. Rev. 99 (1999) 1047.
4. U. Burket, N. L. Allinger, American Chemical Society, Washington D.C. (1982).
5. E. L. Eliel, N. L. Allinger, S. J. Angyal, G. A. Morrison, Wiley Interscience, (1965)
6. J. A. Pople, G. A. Segal, J. Chem. Phys., 44(9): 3289 (1966)
7. J. Stewart, In "Quantum chemistry program exchange catalog", India University, 14 (1983) 455.
8. Bruker, APEX2 and SAINT. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA (2005).
9. A. Altomare, M. C. Burla, M. Camalli, G. L. Cascarano, C. Giacovazzo, A. Guagliardi, A. G. G. Moliterni, G. Polidori, R. J. Spagna, Appl. Cryst. 32 (1999) 115.
10. G. M. Sheldrick, SHELXL97. University of Göttingen, Germany (1997).
11. L. J. J. Farrugia, Appl. Cryst. 30 (1997) 565.