

СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ 2,4,6-ТРИНИТРОФЕНОКСИДА ТЕТРАФЕНИЛСУРЬМЫ И μ -ОКСОБИС[(2,4,6-ТРИНИТРОФЕНОКСО)ТРИФЕНИЛСУРЬМЫ]

В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчури, А.Н. Неудачина, А.О. Щелоков

μ -Оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьма] (1) синтезирована из трифенилсурьмы и 2,4,6-тринитрофенола в эфире в присутствии пероксида водорода. Взаимодействием пентафенилсурьмы с 1 или 2,4,6-тринитрофенолом в толуоле получен 2,4,6-тринитрофеноксид тетрафенилсурьмы (2). В молекулярном комплексе 1 координация атомов сурьмы тригонально-бипирамидальная с мостиковым атомом кислорода (Sb–O 1,956(3), 1,965(3) Å) и атомами кислорода пикратных групп в аксиальных положениях (Sb–O 2,287(4), 2,268(3) Å). В кристалле комплекса 2 присутствуют по два типа кристаллографически независимых катионов $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+$ и пикрат-анионов, связанных между собой слабыми водородными связями C–H $\cdots$ O(Ar) (2,34, 2,44 Å).

Ключевые слова: пентафенилсурьма, трифенилсурьма, пероксид водорода, 2,4,6-тринитрофенол, 2,4,6-тринитрофеноксид тетрафенилсурьмы, μ -оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьма], молекулярные структуры.

Введение

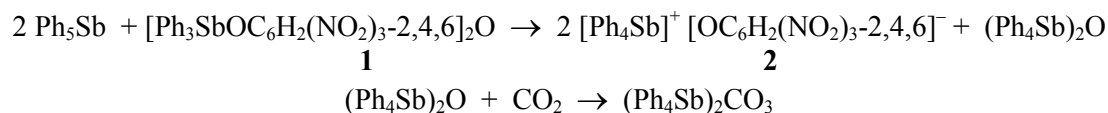
Известно, что взаимодействие пентафенилсурьмы с фенолами приводит к образованию ароксидов тетрафенилсурьмы [1–4], которые могут быть получены также по реакции перераспределения лигандов из пентафенилсурьмы и диароксидов трифенилсурьмы, где пентафенилсурьма выступает в качестве эффективного фенилирующего агента [3, 5]. Фенилирующая способность пентафенилсурьмы в реакциях с μ -оксобис[(ароксо)трифенилсурьмой] ранее не исследовалась.

Анализ структур ароксидов тетраарилсурьмы показывает, что введение электроноакцепторных заместителей в ароксильный лиганд приводит к искажению тригонально-бипирамидальной координации атома сурьмы и удлинению связи Sb–O [6].

Целью настоящей работы является изучение реакции пентафенилсурьмы с μ -оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьмой] и установление влияния электроноакцепторных нитрогрупп на структуру полученных соединений.

Обсуждение результатов

Найдено, что пентафенилсурьма реагирует при комнатной температуре в толуоле с μ -оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьмой] (1) с образованием 2,4,6-тринитрофеноксида тетрафенилсурьмы (2) с выходом 97 %. Вторым продуктом реакции являлся карбонат тетрафенилсурьмы, образование которого легко протекает при контакте промежуточно образующегося оксида тетрафенилсурьмы с углекислым газом воздуха в растворе ароматического углеводорода [7].



ИК-спектр и температура плавления соединения 2 совпадали с аналогичными характеристиками продукта, полученного из пентафенилсурьмы и 2,4,6-тринитрофенола.



По данным рентгеноструктурного анализа (РСА), в кристаллах 2 присутствуют два типа кристаллографически независимых катионов $[\text{Ph}_4\text{Sb}]^+$ и пикрат-анионов с близкими геометрическими параметрами (рис. 1). Валентные углы CSbC в катионах (106,7(5)°–114,8(1)°) мало отли-

чаются от значения тетраэдрического угла, длины связей Sb–C изменяются в интервале 2,088(3)–2,103(3) Å.

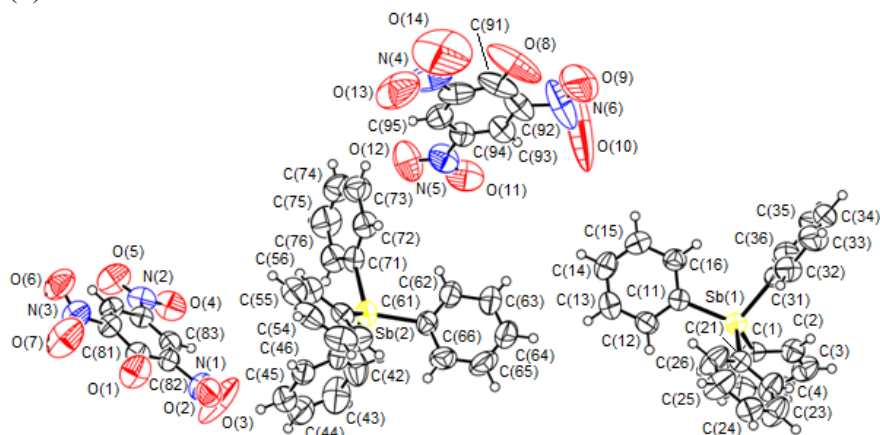


Рис. 1. Строение соединения 2

Отметим, что соединение **2** среди структурно охарактеризованных ароксидов тетрафенилсурьмы является единственным производным, имеющим ионное строение [8]. Молекулы других ароксидов тетрафенилсурьмы имеют конфигурацию тригональной бипирамиды, длина связи Sb–O в которых изменяется в широком диапазоне и возрастает с введением в ароксильную группу электроноакцепторных заместителей, достигая максимального значения в 2,4,6-трибромфеноксида тетрафенилсурьмы [9]. Три нитрогруппы в ароматическом кольце фенола стабилизируют ароксид-анион и уменьшают его основность, при этом фрагмент Ph₄Sb переходит в тетраэдрическую конфигурацию. В кристалле **2** катионы и анионы взаимодействуют посредством водородных связей, наиболее прочные из которых показаны на рис. 2.

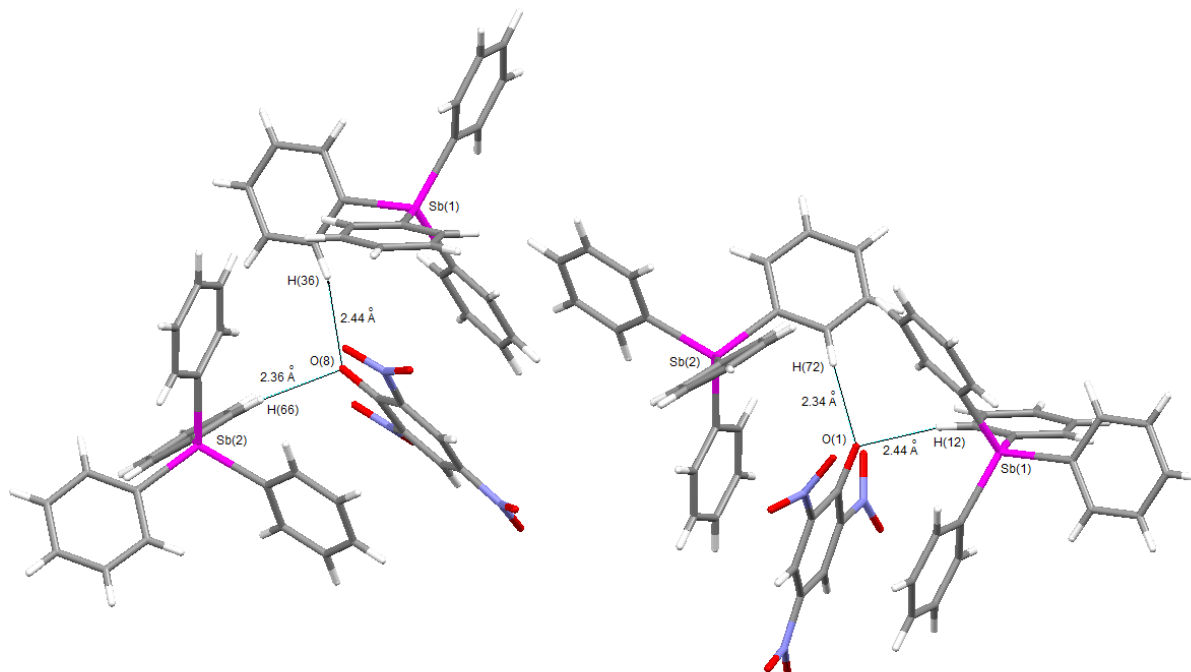
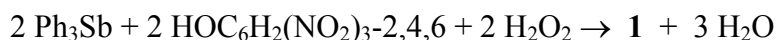


Рис. 2. Водородные связи в кристалле 2

μ-Оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьма] (**1**) была синтезирована по реакции окислительного присоединения из трифенилсурьмы, 2,4,6-тринитрофенола и пероксида водорода в эфире по методике, описанной в [10].

Установлено, что независимо от мольного соотношения (1:2:1 или 1:1:1) трифенилсурьма реагирует с пикриновой кислотой в присутствии пероксида водорода с образованием **1**.



По данным РСА, в кристалле **1** атомы сурьмы имеют малоискаженную тригонально-бипирамидальную координацию с атомами кислорода в аксиальных положениях (рис. 3).

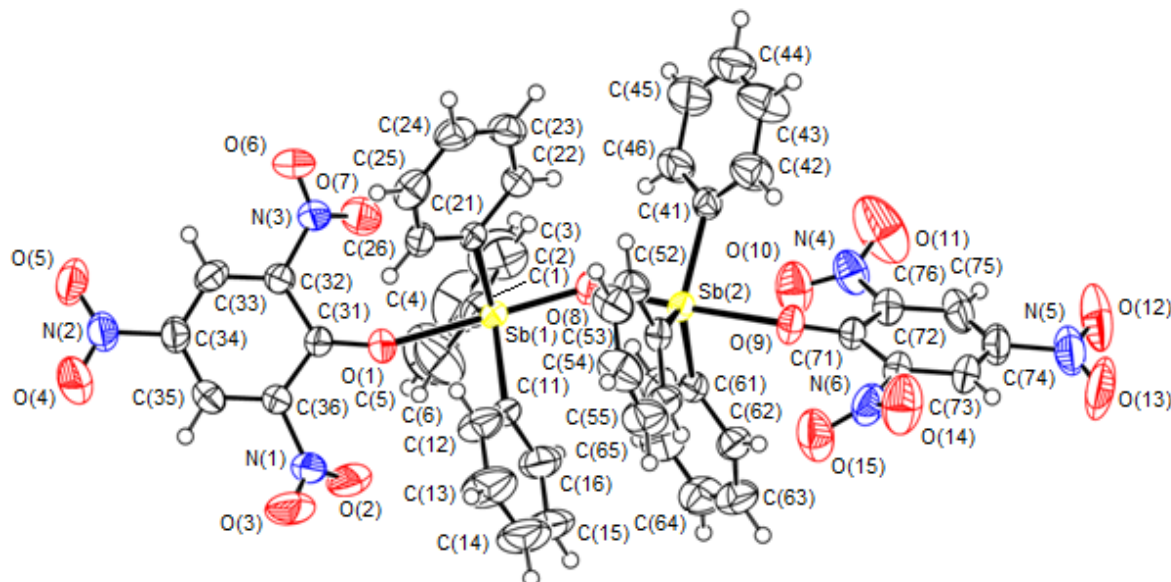


Рис. 3. Структура молекулы соединения **1**

Значения аксиальных углов O(1)Sb(1)O(8) 176,65(14)° и O(8)Sb(2)O(9) 176,30(12)° практически совпадают между собой. Суммы углов CSbC в экваториальных плоскостях составляют 357,7° и 358,76°. Угол при мостиковом атоме кислорода Sb(1)O(8)Sb(2) равен 142,5(8)°, что близко к величинам аналогичных углов в μ -оксобис[(4-бром,2-формилфенолято)трифенилсурьме], μ -оксобис[(4-ацетил,3-гидроксифенолято)трифенилсурьме] и μ -оксобис[(2,4,6-трибромфенолято)трифенилсурьме] (142,4(1)°, 143,1(9)° и 143,9(9)° соответственно) [10]. Расстояния Sb(1)–O(8) и Sb(2)–O(8) составляют 1,956(3) и 1,965(3) Å соответственно. В структуре **1** расстояния Sb(1)–O(1) (2,287(4) Å) и Sb(2)–O(9) (2,268(3) Å) значительно длиннее, чем в других оксоароксидах трифенилсурьмы (2,129–2,185 Å). Длины связей C–O в пикратных группах составляют 1,258(6) и 1,260(6) Å и больше таковых для изолированных пикрат-анионов комплекса **2** (1,231(5) и 1,234(4) Å). Структурная организация кристалла **1** обусловлена межмолекулярными водородными связями типа N–O $\cdots$ H–C.

Экспериментальная часть

*μ -Оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьма] (**1**).* Смесь 0,300 г (0,85 ммоль) трифенилсурьмы, 0,195 г (0,85 ммоль) 2,4,6-тринитрофенола, 0,09 мл 30%-ного водного раствора пероксида водорода и 20 мл диэтилового эфира выдерживали 24 ч при комнатной температуре. Получили 0,46 г (92 %) желтых кристаллов I с т. разл. 225 °С. Найдено, %: С 48,83, Н 2,96. Для C₄₈H₃₄O₁₅N₆Sb₂ вычислено, %: С 48,92, Н 2,89. ИК-спектр (ν , см^{–1}): 3055, 1608, 1575, 1539, 1475, 1437, 1348, 1283, 1169, 1084, 1021, 996, 942, 915, 845, 757, 722, 712, 689, 458.

*2,4,6-Тринитрофеноксид тетрафенилсурьмы (**2**).* а) Смесь 0,215 г (0,42 ммоль) пентафенилсурьмы, 0,250 г (0,21 ммоль) μ -оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьмы] и 2 мл толуола нагревали 1 час на кипящей водяной бане в запаянной стеклянной ампуле. После вскрытия ампулы и испарения растворителя наблюдали образование кристаллов двух типов: желтых – 2,4,6-тринитрофеноксид тетрафенилсурьмы массой 0,271 г (97 %) с т.пл. 194 °С и неокрашенных – карбоната тетрафенилсурьмы массой 0,185 г (95 %) с т.пл. 221–222 °С. Найдено, %: С 54,55, Н 3,48. Для C₃₀H₂₂O₇N₃Sb вычислено, %: С 54,73, Н 3,34. ИК-спектр (ν , см^{–1}): 3053, 1628, 1605, 1559,

1479, 1436, 1385, 1364, 1333, 1305, 1288, 1262, 1160, 1070, 995, 924, 904, 788, 744, 731, 705, 688, 454, 441.

б) Смесь 0,250 г (0,49 ммоль) пентафенилсурьмы, 0,113 г (0,49 ммоль) 2,4,6-тринитрофенола и 2 мл толуола выдерживали при комнатной температуре в запаянной стеклянной ампуле 24 часа. Удаляли растворитель. Получили 0,305 г (94 %) желтых кристаллов, ИК-спектр и температура плавления которых совпадали с аналогичными для 2,4,6-тринитрофеноксида тетрафенилсурьмы, полученного способом а).

ИК-спектры снимали на ИК-спектрометре Bruker Tensor 27 в таблетке KBr.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) кристаллов **1** и **2** проведен на автоматическом четырех-кружном дифрактометре D8 QUEST фирмы Bruker (Mo K α -излучение, $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монохроматор). Сбор, редактирование данных и уточнение параметров элементарной ячейки, а также учет поглощения проведены по программам SMART и SAINT-Plus [11]. Все расчеты по определению и уточнению структуры выполнены по программам SHELXL/PC [12]. Структуры **1** и **2** определены прямым методом и уточнены методом наименьших квадратов в анизотропном приближении для неводородных атомов.

Основные кристаллографические данные и результаты уточнения структур приведены в табл. 1, основные длины связей и валентные углы – в табл. 2.

Таблица 1

Кристаллографические данные, параметры эксперимента и уточнения структур **1**, **2**

Параметр	Значение	
	1	2
Формула	C ₄₈ H ₃₄ N ₆ O ₁₅ Sb ₂	C ₆₀ H ₄₄ N ₆ O ₁₄ Sb ₂
М	1178,31	1316,51
T, К	296(2)	296(2)
Сингония	Моноклинная	Триклинная
Пр. группа	P2 ₁ /c	P $\bar{1}$
a, Å	11,9168(3)	12,6194(5)
b, Å	19,2970(5)	13,5558(5)
c, Å	20,7034(6)	17,3616(7)
α , град	90,00	100,3400(10)
β , град	90,00	98,443(2)
γ , град	90,00	102,7180(10)
V, Å ³	4760,9(2)	2795,81(19)
Z	4	2
ρ (выч.), г/см ³	1,644	1,564
μ , мм ⁻¹	1,211	1,039
F(000)	2344,0	1320,0
Форма кристалла (размер, мм)	обломок (0,32 × 0,17 × 0,14)	обломок (0,75 × 0,38 × 0,15)
Область сбора данных по θ , град	5,78–52,16	6,1–57,44
Интервалы индексов отражений	$-14 \leq h \leq 14$	$-17 \leq h \leq 17$
	$-23 \leq k \leq 23$	$-18 \leq k \leq 17$
	$-25 \leq l \leq 25$	$-23 \leq l \leq 23$
Измерено отражений	43833	109543
Независимых отражений	6644	14427
Переменных уточнения	640	747
GOOF	1,004	1,021
R-факторы по $F^2 > 2\sigma(F^2)$	$R_1 = 0,0379$, $wR_2 = 0,0874$	$R_1 = 0,0375$, $wR_2 = 0,0894$
R-факторы по всем отражениям	$R_1 = 0,0631$, $wR_2 = 0,0948$	$R_1 = 0,0587$, $wR_2 = 0,1033$
Остаточная электронная плотность (min/max), е/Å ³	–0,33/0,69	–0,77/0,93

Длины связей и валентные углы в структурах 1, 2

Связь d , Å		Угол ω , град	
1			
Sb(1)–O(1)	2,287(4)	Sb(1)O(8)Sb(2)	142,59(16)
Sb(1)–O(8)	1,956(3)	O(1)Sb(1)O(8)	176,65(14)
Sb(2)–O(9)	2,268(3)	O(8)Sb(2)O(9)	176,30(12)
Sb(2)–O(8)	1,965(3)	C(1)Sb(1)C(11)	117,0(2)
Sb(1)–C(1)	2,092(5)	C(11)Sb(1)C(21)	115,33(18)
Sb(1)–C(11)	2,100(4)	C(1)Sb(1)C(11)	125,36(18)
Sb(1)–C(21)	2,102(5)	C(41)Sb(2)C(51)	114,05(19)
Sb(2)–C(41)	2,107(5)	C(51)Sb(2)C(61)	116,09(18)
Sb(2)–C(51)	2,100(4)	C(41)Sb(2)C(61)	128,62(19)
Sb(2)–C(61)	2,095(5)		
2			
Sb(1)–C(1)	2,096(3)	C(1)Sb(1)C(11)	113,82(11)
Sb(1)–C(11)	2,103(3)	C(1)Sb(1)C(21)	110,56(10)
Sb(1)–C(21)	2,099(3)	C(1)Sb(1)C(31)	106,74(11)
Sb(1)–C(31)	2,095(3)	C(11)Sb(1)C(21)	110,31(11)
Sb(2)–C(41)	2,101(3)	C(11)Sb(1)C(31)	107,51(11)
Sb(2)–C(51)	2,088(3)	C(21)Sb(1)C(31)	107,61(11)
Sb(2)–C(61)	2,091(3)	C(41)Sb(2)C(51)	108,98(12)
Sb(2)–C(71)	2,100(3)	C(41)Sb(2)C(61)	108,10(13)
O(1)–C(81)	1,234(4)	C(41)Sb(2)C(71)	107,20(13)
O(1)–C(91)	1,231(5)	C(51)Sb(2)C(61)	114,80(13)
		C(51)Sb(2)C(71)	108,62(12)
		C(61)Sb(2)C(71)	108,88(12)

Заключение

Таким образом, установлено, что пентафенилсурьма фенилирует μ -оксобис[(ароксо)трифенилсурьму] до 2,4,6-тринитрофеноксида тетрафенилсурьмы, кристалл которого образован катионами тетрафенилстибония и фенолят-анионами. Ионное строение 2,4,6-тринитрофеноксида тетрафенилсурьмы можно объяснить устойчивостью пикрат-аниона, обусловленной электронными эффектами нитрогрупп. Акцепторные свойства ароксо-группы способствуют удлинению связей Sb–O в молекуле μ -оксобис[(2,4,6-тринитрофеноксо)трифенилсурьмы], которые существенно превышают сумму ковалентных радиусов атомов.

Литература

1. Синтез, строение и термическое разложение арикситетрафенилстиборанов / В.В. Шарутин, В.В. Жидков, Д.В. Муслин и др. // Известия Академии наук. Серия химическая. – 1995. – Т. 44. – № 5. – С. 958–964.
2. Реакции пентаарилсурьмы с орто-замещенными фенолами / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, П.Е. Осипов и др. // Журнал общей химии. – 1997. – Т. 67. – № 9. – С. 1528–1530.
3. Арокситетраарильные соединения сурьмы. Синтез строение и термическое разложение / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, П.Е. Осипов и др. // Журнал общей химии. – 2000. – Т. 70. – № 6. – С. 931–936.
4. Сурьмаорганические производные 2,4,6-трибромфенола / В.В. Шарутин, А.П. Пакурина, М.А. Пушилин и др. // Журнал общей химии. – 2003. – Т. 73. – № 4. – С. 573–577.
5. Шарутин, В.В. Пентафенилсурьма и пентафенилвисмут как фенилирующие реагенты в реакциях с органическими соединениями элементов (обзор) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина // Вестник ЮУрГУ. Серия «Химия». – 2012. – № 24. – С. 18–31.
6. Шарутина, О.К. Молекулярные структуры органических соединений сурьмы (V) / О.К. Шарутина, В.В. Шарутин. – Челябинск: Издат. центр ЮУрГУ, 2012. – 395 с.

7. Синтез, строение и реакции μ -оксо-бис(тетрафенилсурьмы) / В.В. Шарутин, О.К. Шарутина, В.С. Сенчури и др. // Коорд. химия. – 2001. – Т. 27. – № 9. – С. 710–716.
8. Cambridge Crystallographic Database. Release 2014, Cambridge.
9. Особенности строения арильных соединений сурьмы Ar_4SbX ($\text{X} \neq \text{Alk}, \text{Ar}$) / А.П. Пакукина, О.К. Шарутина, Т.П. Платонова и др. // Химия и компьютерное моделирование. Бутлеровские сообщения. – 2003. – Т. 4. – № 1. – С. 22–30.
10. Синтез, строение и реакции соединений сурьмы $(\text{Ar}_3\text{SbX})_2\text{O}$, $\text{X}=\text{Hal}, \text{NO}_2, \text{NO}_3, \text{OSO}_2\text{R}, \text{OC(O)R}', \text{OAr}'$ / В.В. Шарутин, А.П. Пакукина, О.К. Шарутина и др. // Химия и компьютерное моделирование. Бутлеровские сообщения. – 2002. – Т. 3. – № 11. – С. 13–22.
11. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. – Bruker AXS Inc. – 1998. – Madison, Wisconsin, USA.
12. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. – Bruker AXS Inc. – 1998. – Madison, Wisconsin, USA.

Шарутин Владимир Викторович – доктор химических наук, профессор, кафедра органической химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76. E-mail: vvsharutin@rambler.ru.

Шарутина Ольга Константиновна – доктор химических наук, профессор, кафедра органической химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76. E-mail: sharutinao@mail.ru.

Сенчури Владислав Станиславович – кандидат химических наук, доцент, кафедра органической химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76. E-mail: senvl@rambler.ru.

Неудачина Анастасия Николаевна – студент, кафедра органической химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76. E-mail: neudachka@gmail.com.

Щелоков Артем Олегович – студент, кафедра органической химии, Южно-Уральский государственный университет. 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76. E-mail: Artyom.Shchelokov@yandex.ru.

Поступила в редакцию 20 июня 2014 г.

Bulletin of the South Ural State University
Series "Chemistry"
2014, vol. 6, no. 4, pp. 14–20

SYNTHESIS AND STRUCTURE OF 2,4,6-TRINITROPHENOXIDE TETRAPHENYLANTIMONY AND μ -OXOBIS[(2,4,6-TRINITROPHENOXY)TRIPHENYLANTIMONY]

V.V. Sharutin, South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation, vvsharutin@rambler.ru

O.K. Sharutina, South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation, sharutinao@mail.ru

V.S. Senchurin, South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation, senvl@rambler.ru

A.N. Neudachina, South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation,
neudachka@gmail.com

A.O. Schelokov, South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation,
Artyom.Shchelokov@yandex.ru

μ -Oxobis[(2,4,6-trinitrophenolate)triphenylantimony (I) is synthesized by the oxidative addition reaction of triphenylantimony and 2,4,6-trinitrophenol in ether, in the presence of 30% aqueous hydrogen peroxide solution. 2,4,6-Trinitrophenoxide tetraphenylantimony (II) were obtained by interaction of pentaphenylantimony with I or 2,4,6-trinitrophenol in toluene. X-ray diffraction analysis of I and II. In the molecular complex I antimony atoms has trigonal-bipyramidal coordination, with the bridging oxygen atom

(Sb–O 1.956(3) and 1.965(3) Å), and oxygen atoms picrate groups in the axial positions (Sb–O 2.287 (4) and 2.268(3) Å). The crystal of complex II present cations [Ph₄Sb]⁺ and picrate anions interconnected by weak C–H···O(Ar)-bonds (2.34, 2.44 Å).

Keywords: pentaphenylantimony, triphenylantimony, hydrogen peroxide, 2,4,6-trinitrophenol, 2,4,6-trinitrophenoxide tetraphenylantimony, μ -oxobis[(2,4,6-trinitrophenolate)triphenylantimony, molecular structures.

References

1. Sharutin V.V., Zhidkov V.V., Muslin D.V., Ljapina N.S., Fukin G.K., Zaharov L.N., Janovskij A.I., Struchkov Ju.T. Synthesis, Structure, and Thermal Destruction of Aroxytetraphenylstiboranes. *Russian Chemical Bulletin*, 1995, vol. 44, no. 5, pp. 931–936.
2. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Osipov P.E., Pushilin M.A., Muslin D.V., Ljapina N.Sh., Zhidkov V.V., Bel'skij V.K. Reactions of Pentaarylantimony with Ortho-Substituted Phenols. *Russian Journal of General Chemistry*, 1997, vol. 67, no. 9, pp. 1435–1437.
3. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Osipov P.E., Vorob'eva E.B., Muslin D.V., Bel'skii V.K. Aroxytetraaryl Antimony Compounds. Synthesis, Structure, and Thermolysis. *Russian Journal of General Chemistry*, 2000, vol. 70, no. 6, pp. 867–872.
4. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Pushilin M.A., Subacheva O.V., Gerasimenko A.V., Gerasimenko E.A. Organoantimony Derivatives of 2,4,6-Tribromophenol. *Russian Journal of General Chemistry*, 2003, vol. 73, no. 4, pp. 541–545.
5. Sharutin V.V., Sharutina O.K. [Pentaphenylantimony and Pentaphenylbismuth as Phenylation Agents in the Reaction with Organic Compounds of Elements (review)]. *Bulletin of the South Ural State University, Ser. Chemistry*, 2012, no. 24, pp. 18–31. (in Russ.)
6. Sharutina O.K., Sharutin V.V. *Molekulyarnye struktury organicheskikh soedineniy sur'my* (V) [The molecular structure of organic compounds of antimony (V)]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ. Publ, 2012, 395 p.
7. Sharutin V.V., Sharutina O.K., Senchurin V.S., Platonova T.P., Nasonova N.V., Pakusina A.P., Gerasimenko A.V., Sergienko S.S. μ -Oxo-Bis(Tetraphenylantimony): Synthesis, Structure, and Reactions. *Russian Journal of Coordination Chemistry*, 2001, vol. 27, no. 9, pp. 669–675.
8. Cambridge Crystallographic Database. Release 2014, Cambridge.
9. Pakusina A.P., Sharutina O.K., Platonova T.P., Smirnova S.A., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. [Structural Features of Aryl Compounds of Antimony Ar₄SbX (X $\neq$ Alk, Ar)]. *Butlerovskie soobshhenija [Butlerov communications]*, 2003, vol. 4, no. 1, pp. 22–30.
10. Sharutin V.V., Pakusina A.P., Sharutina O.K., Nasonova N.V., Gerasimenko A.V., Pushilin M.A. [Synthesis, Structure, and Reactions Compounds of Antimony (Ar₃SbX)₂O, X=Hal, NO₂, NO₃, OSO₂R, OC(O)R', OAr']. *Butlerovskie soobshhenija [Butlerov communications]*, 2002, vol. 3, no. 11, pp. 13–22.
11. SMART and SAINT-Plus. Versions 5.0. Data Collection and Processing Software for the SMART System. Bruker AXS Inc. 1998. Madison, Wisconsin, USA.
12. SHELXTL/PC. Versions 5.10. An Integrated System for Solving, Refining and Displaying Crystal Structures From Diffraction Data. – Bruker AXS Inc. 1998. Madison, Wisconsin, USA.

Received 20 June 2014