

Determinación precisa de los parámetros de la red del complejo de cobre dihidratado $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ por difracción de rayos X policristalino

H. NOVOA DE ARMAS, A. PANEQUE QUEVEDO, R. CARRASCO VELAR

*Centro de Química Farmacéutica
Calle 200 y 21, Atabey, Playa
Apartado postal 16042, Ciudad de La Habana, Cuba*

J.C. RIZO

*Facultad de Física, Universidad de La Habana
Calle L y San Lázaro, Colina Universitaria, Vedado
Ciudad de La Habana, Cuba*

Y

R. POMÉS HERNÁNDEZ

*Centro Nacional de Investigaciones Científicas
Ave. 25 y 158, Cubanacán, Playa
Apartado postal 6990, Ciudad de La Habana, Cuba*

Recibido el 7 de junio de 1995; aceptado el 13 de septiembre de 1995

RESUMEN. Se reporta el estudio cristalográfico del complejo de cobre $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ empleando la difracción de rayos X de polvos (DRX), como paso preliminar a la determinación estructural empleando métodos *ab-initio*. El indexado y los parámetros de la red se obtuvieron mediante los métodos de prueba y error y de dicotomía sucesiva implementados en los programas TREOR90p y DICVOL91, respectivamente. Este compuesto organometálico cristaliza en el sistema monoclinico, grupo espacial $\text{P}2_1$ (No. 4) o $\text{P}2_1/\text{m}$ (No. 11), $Z = 2$, $D_{\text{exp}} = 1.77 \text{ g/cm}^3$, $D_{\text{cal}} = 1.78 \text{ g/cm}^3$ y parámetros de celda $a = 10.6946(8) \text{ \AA}$; $b = 19.584(1) \text{ \AA}$; $c = 7.1020(6) \text{ \AA}$; $\beta = 98.48(1)^\circ$ y $V = 1471.20(3) \text{ \AA}^3$. Se da una breve explicación de ambos métodos. La calidad de los resultados fue revisada mediante el programa NBS*AIDS83, utilizado por el NIST (*National Institute for Standard and Technology*) y el ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) para la verificación y actualización de las bases de datos *Powder Diffraction File y NIST-Crystal Data*.

ABSTRACT. The crystallographic characterization of the copper complex $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ is reported, using X-ray powder diffraction, as a preliminary stage in the crystal structure determination by *ab-initio* methods. The indexing and precise lattice determination was undertaken using the "trial and error" and the dichotomy methods by means of the TREOR90p and DICVOL91 programs for automatic assignment of Miller indices. This organometallic compound crystallises in the monoclinic system, space group $\text{P}2_1$ (No. 4) or $\text{P}2_1/\text{m}$ (No. 11), $Z = 2$, $D_{\text{exp}} = 1.77 \text{ g/cm}^3$, $D_{\text{cal}} = 1.78 \text{ g/cm}^3$ and parameters $a = 10.6946(8) \text{ \AA}$; $b = 19.584(1) \text{ \AA}$; $c = 7.1020(6) \text{ \AA}$; $\beta = 98.48(1)^\circ$ and $V = 1471.20(3) \text{ \AA}^3$. A brief description of the methods employed is given. The quality of the results was checked using the NBS*AIDS83 program for checking and database up-to-date used at the ICDD (*International Center for Diffraction Data*) and NIST (*National Institute for Standard and Technology*).

PACS: 61.65+d; 61.10.-i

1. INTRODUCCIÓN

El indexado de un patrón de difracción de rayos X (DRX) de un material policristalino, la determinación de la simetría y de los parámetros de la celda unidad brindan una caracterización única de un material, siendo evidencia de que la muestra es una sola fase cristalina pura. Este análisis constituye un requerimiento esencial en un número de aplicaciones de la técnica de DRX, en particular en la determinación *ab-initio* de la estructura cristalina a partir de los datos difractométricos del material policristalino. El complejo de cobre II dihidratado, $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [nombre según la IUPAC, *O*-clorobenzoato de cobre II dihidratado], es un compuesto organometálico novedoso, cuya estructura no ha sido reportada. En la literatura especializada se ha mencionado la formación de un complejo intermediario de cobre en la reacción de condensación de Ullmann-Goldberg. El conocimiento de la estructura de este complejo permitirá definir el mecanismo de esa reacción de manera más precisa, según el cloro forme parte o no de la esfera de coordinación del cobre [1]. Existen varias propuestas de estructuras posibles para este compuesto, obtenidas a partir de estudios espectroscópicos, en particular empleando la técnica de resonancia paramagnética electrónica (RPE). El objetivo de nuestro trabajo es caracterizar cristalográficamente este compuesto como paso previo para la determinación de su estructura cristalina por DRX, empleando métodos *ab-initio*.

1.1. Introducción Teórica

El proceso de indexado, haciendo uso de los métodos implementados en programas de computación, ha avanzado hasta el punto de no ser necesario considerar la simetría cristalina para determinar las dimensiones de la celda unidad del cristal, sólo bastan los datos de las distancias interplanares. Sin embargo, este proceso relativamente simple, se complica por la presencia de errores sistemáticos y aleatorios.

El interés en el indexado *ab-initio* de los patrones de DRX comenzó inmediatamente después del descubrimiento del fenómeno de la difracción de los rayos X en 1912; sin embargo no fue hasta 1949 que Ito [2] y luego en 1957 de Wolff [3] reportaron un método general para la reconstrucción de la red recíproca de un cristal a partir de las distancias interplanares experimentales. En 1968 de Wolff introdujo un criterio de la confiabilidad en el indexado de un patrón de DRX, el factor M_{20} [4].

Con el desarrollo de la técnica de computación y la mayor disponibilidad de programas matemáticos, se comenzaron a utilizar nuevas aproximaciones utilizando los métodos de prueba y error:

1. Método de Runge-Ito-de Wolff, basado en las relaciones algebraicas existentes en la red recíproca. El programa escrito por Visser [5], utiliza esta aproximación. Fue el primer programa en no utilizar los datos de la simetría cristalina para el indexado. Es muy eficiente para los casos de baja simetría.
2. El método basado en las permutaciones de los índices de Miller [6] implementado en el programa TREOR90p [7]. Ha demostrado su eficiencia en más del 90% de los casos utilizados, según la monografía No.25 del Natl. Bur. Stand. (U.S.) [8].

3. El método de la dicotomía sucesiva esta basado en la variación de las dimensiones de la celda unidad y los ángulos interaxiales en rangos finitos, seguido de una reducción progresiva de intervalos por medio de un procedimiento de dicotomía sucesiva [9] implementado en el programa DICVOL91 [10].

El objetivo del indexado de un patrón de difracción de polvos es reconstruir la red recíproca tridimensional, de un sólido cristalino, a partir de la información unidimensional de las distancias interplanares. La restauración geométrica de las posiciones de los nodos de la red recíproca a partir de la distribución radial de longitudes d^* ($= 1/d$), siendo d la distancia ineterplanar directa, es un problema cristalográfico basado en relaciones algebraicas cuya solución depende de la información química del material (para explicar posibles líneas espurias debidas a impurezas), facilidades computacionales (tiempo de cálculo de las posibles soluciones y su análisis), y del instrumento utilizado en el registro de los datos (se necesita la mayor exactitud posible durante la medición para lograr un indexado correcto) [11].

El indexado de un patrón de DRX depende tanto de la calidad de ajuste (o calibración) del instrumento como del grado de solapamiento de las líneas. Esto último está relacionado con coincidencias geométricas, resolución instrumental y la microestructura del material. De manera que cada línea de difracción observada (perfiles h) es la convolución de las aberraciones instrumentales (perfiles g), incluyendo la distribución de la longitud de onda y la geometría inducida por la muestra con sus efectos físicos, contribuciones que son específicas de la microestructura de la muestra (perfiles f). Estos efectos reducen la resolución del patrón, de manera que algunas líneas no puedan ser observadas. Cada vector d_{hkl}^* se define en términos de los vectores base de la red recíproca (a^* , b^* , c^*) y los índices de Miller: $d_{hkl} = ha^* + kb^* + lc^*$. La relación básica usada para el indexado de un patrón de polvos es obtenida a partir del cuadrado del vector d^* :

$$Q(hkl) = |d^*2|^2 = h^2Q_A + k^2Q_B + l^2Q_C + 2klQ_D + 2hlQ_E + 2hkQ_F, \quad (1)$$

donde

$$Q_A = a^*a^*, \quad Q_B = b^*b^*, \quad Q_C = c^*c^*, \quad Q_D = b^*c^*, \quad Q_E = c^*a^* \quad \text{y} \quad Q_F = a^*b^*.$$

La Ec. (1) es una forma cuadrática correspondiente al caso más general (sistema triclínico), cuya solución no es única y depende fuertemente de la exactitud de los datos. En general, una concordancia satisfactoria entre los valores calculados y observados de Q no es suficiente para asegurar que se ha determinado correctamente las dimensiones de la celda unidad. Para asegurar la confiabilidad de un indexado del patrón de DRX, de Wolff recomendó el uso de un criterio basado en la razón de dos cantidades promedio: Q_{20}/N_{calc} y la discrepancia entre los valores Q_i observados y calculados [4]:

$$M_{20} = \frac{Q_{20}}{2\langle\Delta Q\rangle N_{\text{calc}}}, \quad (2)$$

donde Q_{20} es el valor de Q para la línea 20 observada $\langle\Delta Q\rangle$ es la discrepancia absoluta promedio entre el valor de Q_i observado y el calculado más cercano, N_{calc} es el número

de valores de Q diferentes y menores que Q_{20} , calculados según la Ec. (1) excluyendo las ausencias sistemáticas, si son conocidas.

El factor de mérito M_{20} será mayor si $\langle \Delta Q \rangle$ es pequeño y si N_{calc} es tan cercano a 20 como sea posible. De Wolff estableció que el indexado con valor $M_{20} < 6$ es incorrecto y que valores de $M_{20} > 10$ usualmente corresponden a indexados correctos (para valores de M_{20} entre 6 y 10 el indexado se considera dudoso).

Otro factor de mérito muy utilizado es el llamado "factor F_N " [12]:

$$F_N = \frac{N}{\langle 2\theta \rangle N_{\text{pos}}}, \quad (3)$$

donde N_{pos} es el número de posibles líneas de difracción hasta la n -ésima línea observada, y $\langle 2\theta \rangle$ es la discrepancia angular absoluta promedio entre los valores observados y calculados en 2θ .

Este factor es reportado de la forma $F_N = \text{valor}(\langle 2\theta \rangle, N_{\text{pos}})$, de manera que a mayor exactitud en el registro de los datos y mientras más completo sea el patrón, mayor será su valor. De aquí se desprende que la discrepancia angular promedio $\langle 2\theta \rangle$ es otro factor de la evaluación de la calidad de los datos. Ambos factores M_{20} y F_N son calculados en los programas de indexado, sin embargo el factor de Wolff, M_{20} , depende fuertemente de la simetría del cristal, de manera que ha sido discutido en la literatura su relativo mérito [13,14], llegándose a la conclusión de que si $\langle 2\theta \rangle$ y N/N_{pos} son idénticos en sus valores para un caso cúbico y otro triclinico, el caso triclinico sería el preferido por ser el de más baja simetría.

Taupin [15] propuso otro factor de mérito basado en las discrepancias entre las posiciones de las líneas observadas y calculadas, el volumen de la celda unidad y las reglas de las extinciones sistemáticas. Sin embargo, para la inmensa mayoría de los patrones que han sido reportados e indexados los factores M_{20} y F_N son suficientes para asegurar la calidad y éxito del indexado.

2. PARTE EXPERIMENTAL

La muestra policristalina del compuesto *O*-clorobenzoato de cobre II dihidratado, de color azul pálido, fue triturada suavemente en un mortero de ágata. El polvo obtenido, con un tamaño de partícula adecuado (aproximadamente $7 \mu\text{m}$) fue colocado en un portamuestras de vidrio. Los datos fueron colectados en un difractómetro de polvos SIEMENS D5000 en la geometría de Bragg-Brentano. La radiación utilizada fue $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$), monocromatizada con un monocromador de cristal de germanio situado en el haz incidente a la muestra con focalización asimétrica (distancia focal corta 124 mm, distancia focal larga 216 mm). La alineación del equipo fue chequeada utilizando materiales de la Ref. [16]. El error del cero medido fue menor de 0.01° (2θ). El patrón de difracción de polvos fue barrido en intervalos de 0.02° (2θ) con tiempo de conteo fijo (6 segundos) en cada posición, en un intervalo de $4.0 \rightarrow 60.0^\circ$ (2θ). Finalmente, cuando todos los datos fueron colectados, la estabilidad en la intensidad del haz incidente fue chequeada midiendo, de nuevo, las primeras líneas del patrón. La determinación precisa de las posiciones de los máximos de difracción y los correspondientes valores de intensidad relativa se obtuvieron empleando el programa XPAS [17].

TABLA I. Patrón de difracción del $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

h	k	l	2θ obs	d_{obs}	2θ cal TREOR90p	2θ cal DICVOL91	2θ cal NBSAIDS	I/I_0 $\times 100$
0	2	0	9.032	9.7906	9.031	9.031	9.031	100
-1	1	0	9.502	9.3074	9.502	9.502	9.502	30
0	1	1	13.390	6.6123	13.391	13.391	13.390	13
-1	3	0	15.950	5.5563	15.953	15.953	15.953	21
1	0	1	16.140	5.4913	16.141	16.141	16.141 5	
-2	1	0	17.370	5.1052	17.366	17.366	17.366	10
0	4	0	18.120	4.8955	18.118	18.118	18.118	11
-2	2	0	19.070	4.6537	19.070	19.070	19.070	25
1	4	0	19.980	4.4438	19.983	19.983	19.983	14
-2	1	1			19.991	19.991	19.990	
2	3	0	21.620	4.1103	21.624	21.624	21.623	5
0	4	1	22.130	4.0167	22.131	22.130	22.130	11
-1	5	0	24.223	3.6741	24.230	24.230	24.230	22
2	2	1			24.271		24.271	
-2	4	0	24.773	3.5938	24.779	24.779	24.779	6
0	5	1	26.050	3.4205	26.047	26.046	26.046	15
-1	2	2	27.120	3.2879	27.120	28.119	8	
					28.296			
-2	5	0	28.350	3.1480	28.353	28.353	28.352	4
-2	0	2			28.357	28.357	28.355	
2	4	1	29.030	3.0758	29.007	29.007	29.006	3
-1	3	2			29.023	29.023	29.023	
1	2	2	29.400	3.0379	29.400	29.400	29.400	5
0	6	1	30.190	2.9602	30.192	30.191	30.191 6	
-3	4	0	31.260	2.8612	31.259	31.260	31.259	3
					31.343			
1	7	0	33.120	2.7047			33.120	4
-2	4	2	33.897	2.6444			33.857	3
4	0	0					33.894	
2	2	2					33.908	
-1	5	2	34.413	2.6060			34.413	3
-4	0	1					34.429	
1	7	1	36.055	2.4910			36.028	4
-3	3	2					36.056	
-4	3	1	37.163	2.4192			37.161	3
0	8	1	38.960	2.3116			38.960	4
2	7	1	39.496	2.2815			39.452	3
1	6	2					39.462	
-1	8	1					39.469	
-4	0	2					39.519	

TABLA I. (cont.)

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ obs	d_{obs}	2θ cal TREOR90p	2θ cal DICVOL91	2θ cal NBSAIDS	I/I_0 $\times 100$
-2	1	3	40.011	2.2533			40.012	3
4	3	1	40.606	2.2217			40.602	4
2	8	0					40.608	
-4	2	2					40.622	
-3	5	2					40.636	
-1	3	3					40.637	
-2	8	1	41.882	2.1569			41.882	4
2	8	1	43.476	2.0814			43.475	3
2	1	3	44.858	2.0205			44.816	3
-1	5	3					44.825	
1	4	3					44.856	
-5	3	0	45.084	2.0109			45.042	5
2	9	0					45.049	
3	8	0					45.083	
-5	3	1					45.085	
0	5	3					45.110	
-2	9	1	46.248	1.9629			46.224	3
-2	5	3					46.248	
2	7	2	46.361	1.9584			46.332	4
0	10	0					46.362	
-1	10	1	48.711	1.8693			48.692	3
-4	6	2					48.711	
0	9	2	49.259	1.8498			49.259	3
-3	5	3					49.265	
-2	10	0	49.638	1.8365			49.638	3
-3	8	2	50.357	1.8120			50.357	3
-4	4	3	51.665	1.7691			51.666	3
-1	1	4					51.702	
-4	7	2					51.716	
-2	2	4	53.313	1.7183			53.314	3

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El indexado de los datos de difracción de polvos se obtuvo empleando el método basado en las permutaciones de los índices de Miller implementado en el programa TREOR90p y el método de la dicotomía sucesiva implementado en el programa DICVOL91. Las primeras 20 líneas fueron completamente indizadas, en base a una celda monoclinica, por ambos métodos. La confiabilidad de la celda unidad obtenida y del indexado fue indicado por los factores de mérito ($M_{20} = 84$ y $F_{20} = 157$ (0.0017, 74) para el programa TREOR90p

TABLA II. Datos cristalográficos.

Nombre del compuesto	<i>O</i> -clorobenzoato de cobre II dihidratado
Fórmula	$\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Sistema cristalino	Monoclínico
Grupo espacial	P2_1 (No. 4) o $\text{P2}_1/\text{m}$ (No. 11)
<i>Z</i>	2
<i>a</i> (Å)	10.6946(8)
<i>b</i> (Å)	19.584(1)
<i>c</i> (Å)	7.1020(6)
β (°)	98.48(1)
<i>D_x</i> (g cm ⁻³)	1.77
λ (Å)	1.54178
Rango de barrido en 2θ (°)	4–60
Intervalo de medición en 2θ (°)	0.02
Tiempo de conteo (segundos)	6

y $M_{20} = 79.8$ y $F_{20} = 144.9$ (0.0018, 76) para el DICVOL91). A partir de esta solución los datos de difracción de polvos (las primeras 41 líneas) fueron revisadas por medio del programa NBS*AIDS83 [18]. A partir de esta evaluación de la calidad de los datos, los parámetros de la celda unidad fueron refinados para el conjunto completo de datos, los resultados aparecen en la Tabla II. Los factores de mérito finales fueron: $M_{20} = 61.7$ y $F_{30} = 100.1$ (0.0018, 168). Las reflexiones múltiples fueron calculadas e indizadas teniendo en cuenta una diferencia promedio en 2θ de $\pm 0.05^\circ$. La lista de las líneas observadas y calculadas, por cada método, se reporta en la Tabla I. A partir del indexado del patrón en la celda monoclínica, hay evidencias de la ocurrencia de ausencias sistemáticas (reflexiones del tipo $0\ k\ 0$, $k = 2n$) consistentes con el grupo espacial P2_1 (No. 4) o $\text{P2}_1/\text{m}$ (No. 11) [19]. En la Fig. 1 aparece el patrón experimental de difracción de rayos X del material.

4. CONCLUSIONES

El desarrollo actual en la fabricación de difractómetros de alta resolución, usando fuentes convencionales de rayos X o fuentes de radiación sincrotrónica, brindan la posibilidad de obtener mediciones con la precisión requerida para los estudios de DRX, tanto policristalino como en monocristal. Esto ha convertido al método de DRX de polvos en un método único para la caracterización de una fase pura policristalina. Los métodos basados en el uso de computadoras son poderosos para el indexado de patrones de DRX, no importa el tipo de simetría cristalina, siempre y cuando la toma de datos sea lo más exacta posible.

Se caracterizó el patrón de DRX del complejo de cobre dihidratado $\text{Cu}_2(\text{C}_7\text{H}_4\text{ClO}_2)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (nombre según la IUPAC: *O*-clorobenzoato de cobre II dihidratado), como paso previo a la determinación, utilizando métodos *ab-initio*, de su estructura cristalina. Se determinaron los parámetros de celda empleando dos de los programas más utilizados para el indexado de patrones de DRX, TREOR90p y DICVOL91, obteniéndose en

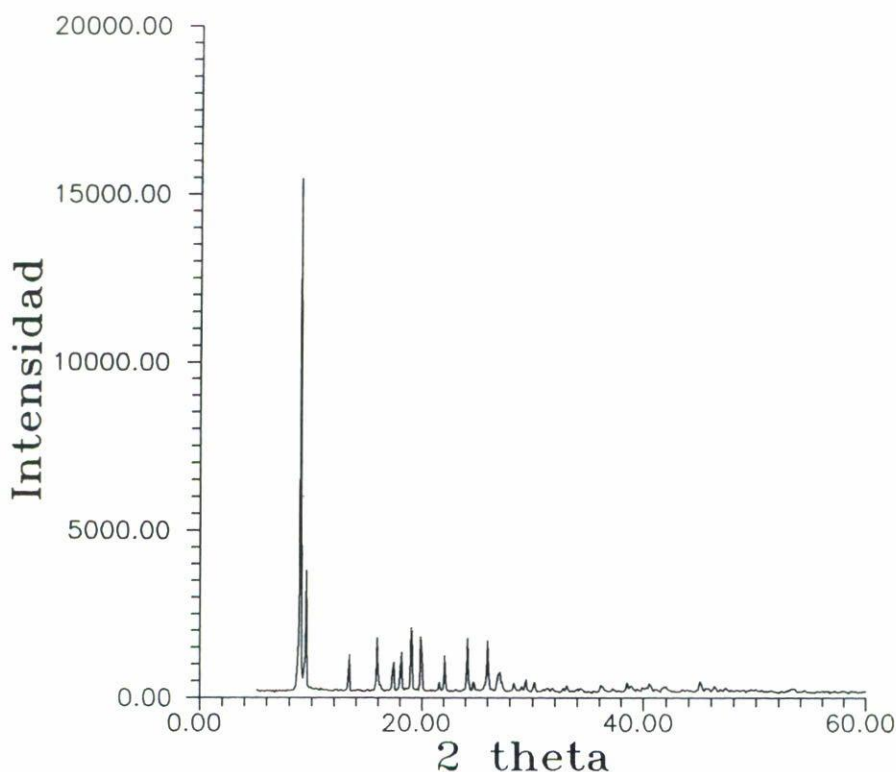


FIGURA 1. Patrón de difracción del *O*-clorobenzoato de cobre II dihidratado.

ambos casos los mismos resultados por métodos diferentes. Este compuesto organometálico cristaliza en el sistema monoclinico, grupo espacial $P2_1$ (No. 4) o $P2_1/m$ (No. 11), $Z = 2$, $D_{\text{exp}} = 1.77 \text{ g/cm}^3$, $D_{\text{cal}} = 1.78 \text{ g/cm}^3$ y parámetros de celda $a = 10.6946(8) \text{ \AA}$; $b = 19.584(1) \text{ \AA}$; $c = 7.1020(6) \text{ \AA}$; $\beta = 98.48(1)^\circ$ y $V = 1471.20(3) \text{ \AA}^3$. Los parámetros cristalográficos fueron refinados por mínimos cuadrados y calculados sus errores. Todos los resultados fueron verificados con el programa NBS*AIDS83 del ICDD (*International Center for Diffraction Data*) y NIST (*National Institute for Standard and Technology*) para la verificación y actualización de las bases de datos cristalográficos PDF (*Powder Diffraction File*) y NIST-Crystal Data.

AGRADECIMIENTOS

Nuestro agradecimiento al Dr. Rolando Pellón Cóndom del Laboratorio de Síntesis Química del Centro de Química Farmacéutica (C.Q.F.), por habernos cedido la muestra para el presente estudio. Agradecemos a la Third World Academy of Sciences (TWAS) y a su programa TWAS South-South Fellowship, por habernos brindado la posibilidad de intercambio científico para la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

1. R. Pellón, R., Carrasco, L., Milián y Rodes, *Rev. CNIC, Ciencias Químicas* **22** (1) (1991) 10.
2. T. Ito, *Nature* (London) **164** (1949) 755.
3. P.M. De Wolff, *Acta Cryst.* **10** (1957) 590.
4. P.M. De Wolff, *J. Appl. Cryst.* **1** (1968) 108.
5. J.W. Visser, *J. Appl. Cryst.* **2** (1969) 89.
6. P.E. Werner, *Z. Krist.* **120** (1964) 375.
7. P.E. Werner, L. Eriksson, and M. Westdahl, *J. Appl. Cryst.* **18** (1985) 367.
8. Natl. Bur. Stand. (U.S.), Monogr. No. 25, **17** (1980) 5.
9. D. Louer, and M. Louer, *J. Appl. Cryst.* **5** (1972) 271.
10. A. Boulouf and D. Louer, *J. Appl. Cryst.* **24** (1991) 987.
11. D. Louer, en *Accuracy in Powder Diffraction II*, editado por E. Prince, Natl. Inst. Stand. Techn. (U.S.), Spec. Publ. No. 846 (1992) 92.
12. G.S. Smith, R.L. Snyder, *J. Appl. Cryst.* **12** (1979) 60.
13. R. Shirley, en *Accuracy in Powder Diffraction*, editado por S. Block y C.R. Hubbard. Natl. Bur. Stand. (U.S.). Spec. Publ. No. 567 (1980) 361.
14. R. Shirley, en *Accuracy in Powder Diffraction*, editado por S. Block y C.R. Hubbard. Natl. Bur. Stand. (U.S.). Spec. Publ. No. 567 (1980) 503.
15. D. Taupin, *J. Appl. Cryst.* **21** (1988) 485.
16. Standard Reference Material (SRM) 640b, Silicon Powder. Certificate, NIST.
17. B. Singh and B. Gilkes, *XPAS, X-ray Powder Diffraction Analysis Software*. Version 3.0. University of Western Australia.
18. A.D. Mighell, C.R. Hubbard and J.K. Stalick, NBS*AIDS80: A Fortran Program for Crystallographic Data Evaluation, Natl. Bur. Stand. Tech. (U.S.), Note No. 1141. (NBS*AIDS83 es una versión expandida del NBS*AIDS80)
19. *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. I. Birmingham, Kynoch Press (1974), 79.