

IRANIAN SOCIETY of
CRYSTALLOGRAPHY
and MINERALOGY

Vol. 13, No. 1, 1384/2005 Spring & Summer

IRANIAN JOURNAL of
CRYSTALLOGRAPHY
and MINERALOGY

Synthesis and crystal structure analyses of Bis[N(2-chloro-phenyl) 4-nitro-thiobenzamidato]mercury(II) complex

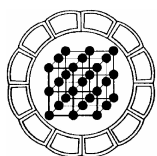
M. H. Habibi, S. Tangestaninejad, A. Fallah-Shojaie

Chemistry Department, Isfahan University, Isfahan, 81746, Iran
E-mail: habibi@sci.ui.ac.ir

(Received: 3/5/2004, received in revised form: 10/1/2005)

Abstract: In this research N(2-chloro-phenyl)4-nitro-thiobenzamide as a ligand was synthesized. One mmol of mercury oxide was added to the solution of 1 mmol ligand in 45 ml chloroform and after 90 min the mixture through celite or BaS to remove unreacted mercury(II) compounds. The yellow crystals, which formed by slow evaporization, was separated and recrystallized from chloroform as fine yellow crystals with 87% yield and dried in vacuo. The crystal structure of above complex was determined by single crystal X-ray diffraction method. The complex crystals in a monoclinic unit cell with $a = 8.2822(9) \text{ \AA}$, $b = 12.2907(9) \text{ \AA}$, $c = 13.1243(13) \text{ \AA}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 98.729(5)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$ and $Z = 2$ and space group P21/c. The S-Hg-S is linear with angle of 180° .

Keywords: *Crystal structure, Mercury(II) complex, Thiobenzamide.*



انجمن بلورشناسی و کانی شناسی ایران

سال سیزدهم، شماره ۱، بهار و تابستان ۸۴، از صفحه ۱۹ تا ۲۸

مجله
بلورشناسی
و کانی شناسی
ایران

سنتز و بررسی ساختار بلوری کمپلکس بیس [N-(۲-کلرو فنیل) ۴- نیترو تیوبنزامیداتو] جیوه(II)

محمد حسین حبیبی، شهرام تنگستانی نژاد، عبدالله فلاح شجاعی

گروه زمین شناسی گروه شیمی دانشگاه اصفهان.

پست الکترونی: habibi@sci.ui.ac.ir

(دریافت مقاله ۸۳/۲/۱۳، دریافت نسخه نهایی ۸۳/۱۰/۲۰)

چکیده: در این کار پژوهشی نخست لیگاند N (۲-کلرو فنیل) ۴- نیترو تیوبنزامید (۱) سنتز شد سپس ۱ میلی مول اکسید جیوه(II) به محلول حاوی ۱ میلی مول لیگاند (۱) در کلرفرم اضافه شد، بعد از ۹۰ دقیقه، مخلوط از میان celite یا BaS عبور داده شد تا ترکیبهای جیوه(II) واکنش نداده خارج شوند. بلورها با تبخیر آهسته حلال با بازده ۸۷٪ به دست می آیند و در خلأ خشک می شوند. ساختار بلوری کمپلکس بیس [N-(۲-کلرو فنیل) ۴- نیترو تیوبنزامیداتو] جیوه(II) با استفاده از پراش پرتو X تعیین شد. بلورهای کمپلکس در یک یاخته یکت تکمیل متبلور شده اند. پارامترهای شبکه آن $a = ۸,۲۸۲۲(۹) \text{ \AA}$ ، $b = ۱۲,۲۹۰۷(۹) \text{ \AA}$ ، $c = ۱۳,۱۲۴۳(۱۳) \text{ \AA}$ ، $\beta = ۹۸,۷۷۲۹(۵)^\circ$ و $Z = ۲$ و گروه فضایی آن $P2_1/c$ است. پیوند S-Hg-S خطی بوده و زاویه آن ۱۸۰° است.

واژه های کلیدی: پراش سنجی پرتو X، ساختار بلوری و مولکولی، کمپلکس جیوه(II)، تیوبنزامید.

مقدمه

مطالعه هم‌آرایی و ساختار شیمیایی کمپلکسهای جیوه(II) با لیگاندهای شامل انواع متفاوت اتمهای دهنده مانند ازت، گوگرد و اکسیژن در چند دهه گذشته مورد توجه قرار گرفته است. مطالعه کمپلکسهای جیوه(II) با لیگاندهای سولفوردار به درک بهتر برهم‌کنشهایی که بین جیوه(II) و سیستم‌های طبیعی وجود دارند کمک می‌کند [۱ و ۸]. همچنین به‌طور مشابه سمیت جیوه به‌وسیله متالوتیونین، به تشکیل باند سولفور-جیوه(II) در این ترکیبها نسبت داده می‌شود [۹]. بدین منظور تلاشهای زیادی انجام شده است تا شیمی هم‌آرایی جیوه(II) با لیگاندهای دارای اتم سولفور، مانند فنیل تیولاتها [۱۰]، تیونهای چندچرخه‌ای، مثل پیریدین-۲-تیول [۱۱] و ایمیدازولین-۲-۳(H-۳) تیونها [۱۲] توسعه یابد. به‌تازگی ما نیز سنتز و کاربرد کمپلکسهای بیس(۲-مرکاپتو بنزواکسازولات) جیوه(II) و بیس(۲-پیریدین تیولاتو) جیوه(II) را گزارش کرده‌ایم [۱۳ و ۱۴]. در این کار پژوهشی از واکنش ۲-کلرو آنیلین با ۴-نیترو بنزوئیل کلراید و سپس واکنش با سولفید فسفر، لیگاند N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامید (۱) را سنتز کردیم [۱۵ و ۱۶] و متعاقباً از واکنش لیگاند (۱) با اکسید جیوه(II) در کلرفرم کمپلکس بیس [N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامیداتو] جیوه(II) [Hg(Ncpntb)2] تهیه شد.

روش تجربی

۱- تهیه لیگاند N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامید

از واکنش ۲-کلرو آنیلین با ۴-نیترو بنزوئیل کلراید و متعاقباً واکنش با سولفید فسفر طبق مقاله های [۱۵ و ۱۶] لیگاند (۱) تهیه شد.

۲- تهیه کمپلکس بیس [N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامیداتو] جیوه(II) [Hg(Ncpntb)2]

یک میلی‌مول از اکسید جیوه(II)، ۲۱۶ g، به محلولی از ۱ میلی‌مول N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامید ۰/۲۷۳g در کلرفرم (۴۵ ml) و در دمای اتاق اضافه شد و برای ۹۰ دقیقه به‌هم زده شد، تکمیل واکنش به روش رنگ‌نگاری لایه نازک (tlc) و با مخلوط حلالهای CCl₄/CH₃OH به نسبت ۱۵:۱ دنبال شد. سپس مخلوط واکنش‌داده از میان celit یا BaS عبور داده شد تا ترکیبهای جیوه(II) واکنش‌نداده خارج شوند. بلورها با تبخیر آهسته حلال و تک بلورهای سوزنی زرد رنگ در کلرفرم با بازده ۸۷٪ به‌وجود می‌آیند و در خلا خشک می‌شوند.

بحث و برداشت

واکنش N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامید با اکسید جیوه(II) موجب تشکیل کمپلکس بیس [N(۲-کلرو فنیل)-۴-نیترو تیوبنزامیداتو] جیوه(II) [Hg(Ncpntb)2] با بازده خوب شد. این کمپلکس با استفاده از 1H-NMR و IR شناسایی شد. کمپلکس [Hg(Ncpntb)2]

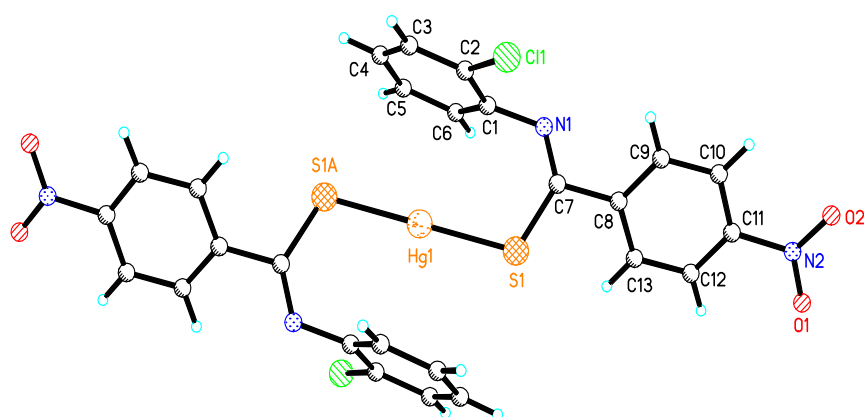
زرد رنگ و لیگاند اولیه زرد مایل به نارنجی است. کمپلکس در $212/6^{\circ}\text{C}$ ذوب می‌شود در صورتی که نقطه ذوب لیگاند 151°C است. در طیف H-NMR لیگاند، قله N-H در $\delta = 9/35$ ظاهر شده و در کمپلکس، به علت تشکیل پیوند $\text{C}=\text{N}$ ، قله یادشده حذف شده است. با تشکیل کمپلکس، چگالی الکترونی حلقه بنزنی مجاور اتم گوگرد کمتر شده و بنابراین هیدروژنهای حلقه بنزنی به سمت مقادیر δ بیشتر جابه‌جا شده‌اند، از طرف دیگر با افزایش چگالی الکترونی اطراف اتم ازت، هیدروژنهای حلقه بنزنی مجاور اتم ازت به سمت مقادیر δ کمتر جابه‌جا شده‌اند (جدول ۱). طیف IR کمپلکس، فاقد قله N-H است و دارای قله بسیار شاخص $\text{C}=\text{N}$ (پیوند I تیوآمید، 1605 cm^{-1}) بوده و پیوند IV تیو آمیدی آن (ارتعاش C-S) به سمت مقادیر λ کمتر جابه‌جا شده است (جدول ۲). ساختار بلور کمپلکس در شکل ۱ نشان داده شده است. طول پیوند $\text{C}=\text{S}$ ، 1751 \AA است، که به علت کاهش میزان مشارکت پیوند π ، در مقایسه با لیگاندهای تیوآمیدی آزاد مشابه (1678 \AA) [۱۷]، 54% افزایش یافته و طول پیوند C-N (1275 \AA) به علت افزایش میزان مشارکت پیوند π ، نسبت به لیگاند تیوآمید آزاد مشابه (1345 \AA) [۱۸] $5/2\%$ کاهش یافته است.

جدول ۱ اطلاعات H-NMR (δ in ppm from CDCl_3) لیگاند (۱) و کمپلکس $[\text{Hg}(\text{Ncpntb})_2]$.

	N-H	o-tb	o-C6H4	m-tb	M-C6H4	p-C6H4
NcpntbH	۹,۳۵	۸,۳	۷,۶	۸,۱	۷,۲۱-۷,۴۰	۷,۶
$[\text{Hg}(\text{Ncpntb})_2]$	-	۸,۳۶	۶,۲۶	۸,۲۷	۷,۲۶-۷,۴۶	۶,۸

جدول ۲ برخی از مهمترین ارتعاشهای IR لیگاند (۱) و کمپلکس $[\text{Hg}(\text{Ncpntb})_2]$ (در این جدول داریم: ضعیف = m، متوسط = w و قوی = s).

	$\nu(\text{NH})$	پیوندهای تیوآمید ^۱			
		I	II	III	I
NcpntbH	۳۳۲۸m	۱۵۹۵m	۱۲۰۷m	۹۳۰w	۶۶۵w و ۷۳۲w
$[\text{Hg}(\text{Ncpntb})_2]$	-	۱۶۰۵vs	۱۱۸۵s	۹۲۳vs	۶۱۶m و ۷۴۳w



شکل ۱ ساختار مولکولی کمپلکس $[Hg(Ncpntb)_2]$.

ساختار بلوری کمپلکس بیس $[N-(2\text{-کلرو فنیل})-4\text{-نیترو تیوبنز آمیداتو}]_2[II] [Hg(Ncpntb)_2]$ اندازه گیریها با پراش سنج Nonius Kappa CCD و با تابش $Mo-K_{\alpha}$ ، در $K(2) 150^\circ$ انجام شد. موقعیت اتمهای غیرهیدروژن از روش مستقیم، با استفاده از برنامه $SHELXS-97$ و پالایش شده با $SHELXL-97$ محاسبه شد. پالایش حداقل مربعات بر پایه مقدار F^2 برای همه دادهها انجام شد. شمای وزنی کمپلکس، از رابطه زیر به دست آمد:

$$W^{-1} = \sigma^2(F_o^2) + (0.45826P)^2 + (74.0233P)$$

که در آن، P عبارتست از: $P = (F_o^2 + F_c^2)/3$. مقدار نهایی R_w برای همه دادهها از رابطه زیر به دست می آید:

$$R_w = [\sum w(F_o^2 - F_c^2)^2 / \sum w(F_o^2)^2]^{1/2} = 0.0398$$

اطلاعات ساختار بلوری کمپلکس در جدول ۳ و مختصات اتمها در جدول ۴ و طول پیوند و زوایه های پیوندی در جدول ۵ ارائه شده اند. بررسی ساختار نشان می دهد که گروه های تیو بنز آمید از طریق اتم گوگرد به جیوه متصل بوده و زاویه $S-Hg-S$ برابر 180° است. آرایش هندسی در اطراف Hg به صورت خطی است. با توجه به اینکه گروه فضایی کمپلکس $P2_1/c$ و مقدار Z آن، ۲ است، مولکول روی موقعیت ویژه مرکز تقارن قرار دارد و مرکز تقارن مولکول بر مرکز تقارن گروه فضایی منطبق است.

جدول ۳ داده های بلوری کمپلکس بیس [N-(۲-کلرو فنیل) -۴- نیترو تیوبنز آمیداتو] جیوه (II) [Hg(Ncpntb)2]

Chemical formula	$C_{26}H_{16}Cl_2HgN_4O_4S_2$
Formula weight	۷۸۴٫۰۴
Temperature	۱۵۰ (۳) K
Radiation, wavelength	Mo K α و ۰٫۷۱۰۷۳ Å
Crystal system, space group	monoclinic, P2 ₁ /c
Unit cell parameters	a = ۸٫۲۸۲۲(۹) Å ^o b = ۱۲٫۲۹۰۷(۹) Å ^o β = ۹۸٫۷۲۹ (۵) ^o c = ۱۳٫۱۲۴۳(۱۳) Å ^o
Cell volume	۱۳٫۱۲۴۳(۱۳) Å ^{oT}
Z	۲
Calculated density	۱٫۹۷۲ g/cm ^T
Absorption coefficient μ	۶٫۲۳۱ mm ⁻¹
F(000)	۷۵۶
Crystal colour and size	Yellow و ۰٫۳۱ × ۰٫۲۲ × ۰٫۱۲ mm ^T
Reflections for cell refinement	۱۳۶ (θ range ۲٫۵ to ۲۵٫۰ ^o)
Data collection method	Nonius KappaCCD diffractometer ϕ and ω scans
θ range for data collection	۴/۲ تا ۲۵٫۰ ^o
Index ranges	-۹ < h < ۹ و -۱۱ < k < ۱۴ و -۱۵ < l < ۱۴
Completeness to $\theta = ۲۵٫۰^o$	۸۹٫۷ %
Reflections collected	۶۲۶۲
Independent reflections	۲۰۹۷ (Rint = ۰٫۰۲۹۴)
Reflections with F2 > ۲ σ	۱۴۹۶
Absorption correction	numerical
Min. and max. transmission	۰٫۲۶۵ and ۰٫۳۸۷
Structure solution	direct methods
Refinement method	Full-matrix least-squares on F2
Weighting parameters a, b	۰٫۰۰۰۰، ۱٫۶۱۳۰
Data / restraints / parameters	۲۰۹۷ / ۰ / ۱۷۸
Final R indices [F2 > ۲ σ]	R1 = ۰٫۰۱۷۳ و wR2 = ۰٫۰۳۲۶
R indices (all data)	R1 = ۰٫۰۴۳۳، wR2 = ۰٫۰۳۸۹
Goodness-of-fit on F2	۱٫۰۷۶
Largest and mean shift/su	۰٫۰۰۰ and ۰٫۰۰۰
Largest diff. peak and hole	۰٫۸۰ and -۰٫۵۸ e Å ^{-۳}

جدول ۴ مختصات اتم‌ها و پارامترهای جابه‌جایی ایزوتوپیک کمپلکس $[\text{Hg}(\text{Ncpntb})_2]$.

	x	y	z	Ueq
Hg(۱)	۰٫۵۰۰۰	۰٫۰۰۰۰	۱٫۰۰۰۰	۰٫۰۱۸۴۸(۸)
S(۱)	۰٫۶۵۸۴۹(۱۲)	۰٫۰۴۵۲۷(۹)	۱٫۱۵۷۶۸(۷)	۰٫۰۲۳۸(۸)
Cl(۱)	۰٫۶۳۹۸۶(۱۵)	۰٫۳۴۷۶۴(۱۱)	۱٫۹۷۴۹۸(۱۰)	۰٫۰۴۹۴(۸)
N(۱)	۰٫۸۶۶۴(۴)	۰٫۱۶۵۷(۳)	۱٫۰۵۲۶(۲)	۰٫۰۲۵۴(۸)
N(۲)	۱٫۲۳۶۲(۴)	۰٫۲۱۶۸(۳)	۱٫۵۱۷۹(۳)	۰٫۰۲۶۹(۸)
O(۱)	۱٫۲۵۲۵(۳)	۰٫۱۴۵۴(۳)	۱٫۵۸۴۲(۲)	۰٫۰۳۷۴(۸)
O(۲)	۱٫۲۹۶۰(۴)	۰٫۳۰۷۴(۳)	۱٫۵۳۱۶(۲)	۰٫۰۴۴۵(۹)
C(۱)	۰٫۷۷۱۵(۵)	۰٫۱۴۸۹(۴)	۰٫۹۵۳۸(۳)	۰٫۰۲۷۵(۱۱)
C(۲)	۰٫۶۶۷۲(۵)	۰٫۲۳۰۰(۴)	۰٫۹۰۷۸(۳)	۰٫۰۳۱۶(۱۱)
C(۳)	۰٫۵۸۱۶(۵)	۰٫۲۱۶۱(۴)	۰٫۸۰۷۷(۳)	۰٫۰۳۶۵(۱۲)
C(۴)	۰٫۶۰۵۲(۵)	۰٫۱۲۳۹(۵)	۰٫۷۵۴۱(۳)	۰٫۰۴۱۵(۱۳)
C(۵)	۰٫۷۱۰۲(۵)	۰٫۰۴۳۱(۴)	۰٫۷۹۷۲(۳)	۰٫۰۴۱۱(۱۳)
C(۶)	۰٫۷۹۷۴(۵)	۰٫۰۵۳۸(۴)	۰٫۸۹۶۷(۳)	۰٫۰۲۸۹(۱۰)
C(۷)	۰٫۸۲۹۱(۵)	۰٫۱۲۴۰(۳)	۱٫۱۳۴۸(۳)	۰٫۰۲۰۴(۹)
C(۸)	۰٫۹۴۰۵(۴)	۰٫۱۴۵۵(۳)	۱٫۲۳۴۱(۳)	۰٫۰۱۵۶(۹)
C(۹)	۱٫۰۱۸۵(۵)	۰٫۲۴۶۱(۴)	۱٫۲۴۹۲(۳)	۰٫۰۲۳۲(۹)
C(۱۰)	۱٫۱۱۷۶(۵)	۰٫۲۷۰۰(۳)	۱٫۳۴۱۳(۳)	۰٫۰۲۶۵(۱۰)
C(۱۱)	۱٫۱۳۸۷(۴)	۰٫۱۹۱۲(۳)	۱٫۴۱۷۳(۳)	۰٫۰۲۰۲(۹)
C(۱۲)	۱٫۰۶۹۳(۵)	۰٫۰۸۹۹(۳)	۱٫۴۰۳۶(۳)	۰٫۰۲۲۴(۹)
C(۱۳)	۰٫۹۶۶۵(۵)	۰٫۰۶۸۱(۳)	۱٫۳۱۲۱(۳)	۰٫۰۲۲۸(۹)

جدول ۵ برخی اطلاعات مربوط به طول پیوند (pm) و زوایای پیوندی برای کمپلکس [Hg(Ncpntb)_۲] با مقادیرهای انحراف استاندارد تخمینی (e.s.d.s) در داخل پرانتز.

Hg(۱)-S(۱)	۲,۳۴۳(۱۰)	Hg(۱)-S(۱)	۲,۳۴۳(۱۰)
S(۱)-C(۷)	۱,۷۷۵(۴)	Cl(۱)-C(۲)	۱,۷۲۶(۵)
N(۱)-C(۱)	۱,۴۲۴(۵)	N(۱)-C(۷)	۱,۲۷۵(۵)
N(۲)-O(۱)	۱,۲۲۹(۴)	N(۲)-O(۲)	۱,۲۲۱(۴)
N(۲)-C(۱)	۱,۴۷۴(۵)	C(۱)-C(۲)	۱,۳۹۵(۶)
C(۱)-C(۲)	۱,۴۲۳(۶)	C(۲)-C(۳)	۱,۴۰۵(۶)
C(۳)-H(۳)	۰,۹۵۰۰	C(۳)-C(۴)	۱,۳۶۳(۷)
C(۴)-H(۴)	۰,۹۵۰۰	C(۴)-C(۵)	۱,۳۸۳(۶)
C(۵)-H(۵)	۰,۹۵۰۰	C(۵)-C(۶)	۱,۳۹۹(۶)
C(۶)-H(۶)	۰,۹۵۰۰	C(۶)-C(۷)	۱,۵۰۱(۵)
C(۸)-C(۹)	۱,۳۹۵(۶)	C(۸)-C(۱۳)	۱,۳۹۱(۵)
C(۹)-H(۹)	۰,۹۵۰۰	C(۹)-C(۱۰)	۱,۳۸۶(۶)
C(۱۰)-H(۱۰)	۰,۹۵۰۰	C(۱۰)-C(۱۱)	۱,۳۸۲(۵)
C(۱۱)-C(۱۲)	۱,۳۷۱(۵)	C(۱۲)-H(۱۲)	۰,۹۵۰۰
C(۱۲)-C(۱۳)	۱,۳۷۱(۵)	C(۱۳)-H(۱۳)	۰,۹۵۰۰

S(۱)-Hg(۱)-S(۱#۱)	۱۸۰,۰	Hg(۱)-S(۱)-C(۷)	۱۰۹,۵۰(۱۳)
C(۱)-N(۱)-C(۷)	۱۲۲,۸(۳)	O(۱)-N(۲)-O(۲)	۱۲۳,۳(۳)
O(۱)-N(۲)-C(۱)	۱۱۷,۹(۴)	O(۲)-N(۲)-C(۱)	۱۱۸,۸(۴)
N(۱)-C(۱)-C(۲)	۱۲۰,۷(۴)	N(۱)-C(۱)-C(۲)	۱۱۹,۵(۴)
C(۲)-C(۱)-C(۲)	۱۱۹,۴(۴)	Cl(۱)-C(۲)-C(۱)	۱۱۹,۸(۳)
Cl(۱)-C(۲)-C(۲)	۱۱۹,۴(۴)	C(۱)-C(۲)-C(۲)	۱۲۰,۶(۴)
C(۲)-C(۲)-H(۳)	۱۲۰,۳	C(۲)-C(۲)-C(۳)	۱۱۹,۵(۴)
H(۳)-C(۲)-C(۲)	۱۲۰,۳	C(۲)-C(۲)-H(۴)	۱۱۹,۵
C(۲)-C(۲)-C(۳)	۱۲۱,۱(۴)	H(۴)-C(۲)-C(۳)	۱۱۹,۵
C(۲)-C(۳)-H(۵)	۱۱۹,۴	C(۲)-C(۳)-C(۴)	۱۲۱,۲(۵)
H(۵)-C(۳)-C(۴)	۱۱۹,۴	C(۱)-C(۲)-C(۳)	۱۱۸,۱(۴)
C(۱)-C(۲)-H(۶)	۱۲۰,۹	C(۳)-C(۲)-H(۶)	۱۲۰,۹
S(۱)-C(۷)-N(۱)	۱۳۱,۶(۳)	S(۱)-C(۷)-C(۱)	۱۱۰,۴(۳)
N(۱)-C(۷)-C(۱)	۱۱۸,۰(۳)	C(۷)-C(۱)-C(۲)	۱۱۹,۳(۳)
C(۷)-C(۱)-C(۳)	۱۲۱,۷(۴)	C(۱)-C(۱)-C(۳)	۱۱۹,۰(۴)
C(۱)-C(۱)-H(۹)	۱۱۹,۶	C(۱)-C(۱)-C(۱۰)	۱۲۰,۸(۴)
H(۹)-C(۱)-C(۱۰)	۱۱۹,۶	C(۱)-C(۱۰)-H(۱۰)	۱۲۰,۹
C(۱)-C(۱۰)-C(۱۱)	۱۱۸,۳(۴)	H(۱۰)-C(۱۰)-C(۱۱)	۱۲۰,۹
N(۲)-C(۱)-C(۱۰)	۱۱۹,۳(۴)	N(۲)-C(۱)-C(۱۲)	۱۱۸,۲(۴)
C(۱۰)-C(۱)-C(۱۲)	۱۲۲,۵(۳)	C(۱)-C(۱۲)-H(۱۲)	۱۲۰,۷
C(۱)-C(۱۲)-C(۱۳)	۱۱۸,۶(۴)	H(۱۲)-C(۱۲)-C(۱۳)	۱۲۰,۷
C(۱)-C(۱۳)-C(۱۲)	۱۲۰,۷(۴)	C(۱)-C(۱۳)-H(۱۳)	۱۱۹,۷
C(۱۲)-C(۱۳)-H(۱۳)	۱۱۹,۷		

Symmetry operations for equivalent atoms

#1 -x,-y+2,-z+1

تشکر و قدردانی

مؤلفین وظیفه خود می‌دانند که از دانشگاه اصفهان و نیز از پروفسور William Clegg از بخش شیمی دانشگاه نیوکاستل انگلستان University of Newcastle به خاطر اندازه‌گیری‌های پراش پرتو X سپاسگزاری نمایند.

مراجع

- [1] Santos K. K., Gruff E. S., Koch S. A., Harbinson G. A., J. Am. Chem. Soc. 113 (1991) 469.
- [2] Jiang D. T., Heald S. M., Sham T. K., Stillman M. J., J. Am. Chem. Soc. 116 (1994) 11004.
- [3] Fleissner G., Kozlowski P. M., Bryson J. W., Ohalloran T. V., Spiro T. G., Inorg. Chem. 38 (1999) 3523.
- [4] Gruff E. S., Koch E. S.A., J. Am. Chem. Soc. 112 (1990) 1245.
- [5] Barrera H., Bayon J. C., Gonzalez-Duarte P., Sola J., Vinas M. M., Polyhedron 1 (1982) 647.
- [6] Christou G., Foltling K., Huffman J. C., Polyhedron 3 (1984) 1247.
- [7] Carlton L., White D., Polyhedron 9 (1990) 2717.
- [8] Schultz P. G., Au K. G., Walsh C. T. Biochemistry 24 (1985) 6840.
- [9] Kagi, J. H. R., Vallee, B. L., J. Biol. Chem., 236 (1961) 2435.
- [10a] Christou G., Foltling K., Huffman J. C., Polyhedron 3 (1984) 1247.
- [10b] Carson G. K., Dean P. A. W., Inorg. Chem. Acta 66 (1982) 157.
- [11] Contreras J. G., Seguel G. V., Alderete J. B., Spectrochim. Acta Part A, 50 (1994) 371.
- [12] Shummugam R., Sathyanarayana D. N., J. CoordChem . 12 (1983) 151.
- [13] Habibi M. H., Tangestaninejad S., Montazerzohori M., Mohammadpour-baltork I., Molecules 8 (2003) 663.
- [14] Amini M. K., Rafi A., Ghaedi M., Habibi M. H., Zohory M. M., Microchem. J. 75 (2003) 143.
- [15] Scheeren J. W., Ooms P. H. J., Nivard R. J. F., Synthesis (1973) 149.

[16] Perregard J., Thomeson L., Lawesson S. O., Bull. Soc. Chim. Belg. 86 (1977) 321.

[17] Raper E. S., Oughtred R. E., Nowell I. W., Inorg. Chim. Acta 77 (1983) L89.

[18] Raper E. S., Oughtred R. E., Nowell I. W., Creighton J. R., Acta Crystallogr Sect . B 39 (1983) 355.

[19] Creighton J. R., Gardiner D. S., Gorvin A. C., Gutteridge C., Jackson A. R. W., Raper E. S., Sherwood P. M. A., Inorg. Chim. Acta 103 (1985) 195.