

Table 6. Comparison of average bond distances between  $C_8Al_{2.1}B_{51}$  and boron carbide

Bond type	$C_8Al_{2.1}B_{51}$	Boron carbide*
B-B(icosahedral)	1.816	1.789
B-B(intericosahedral)	1.774	1.718
B(icosahedron)-C	1.623	1.604
B(chain)-C	1.467	1.435

\* Values taken from Hoard & Hughes, 1967.

Questions as to the stabilizing role of Al now arise quite naturally. As stated earlier, all Al atoms are on partially occupied sites in vacancies between icosahedra. One of these atoms competes statistically with the B atom of the C-B-C chain while the remaining Al atoms are irregularly coordinated to B atoms at distances ranging from 1.76 to 2.26 Å. All Al-B and Al-C nearest neighbor contacts are shorter than the sum of the covalent atomic radii by approximately 0.2–0.3 Å. Hence, whereas the boron and carbon framework is expanded with respect to boron carbide, aluminum is apparently in sterically forcing positions. At first, one might suspect that Al atoms contribute electronically to the stability of the structure by donating electrons. Such a view would be consistent with the approximate valence theory for boron carbide which predicts closed-shell  $B_{12}^{2-}$  icosahedra linked to  $(C-C-C)^{2+}$  chains (Longuet-Higgins & Roberts, 1955); a slight modification, in accord with recent investigations, formally gives  $B_{11}C^-$  icosahedra and  $(C-B-C)^+$  chains with no loss of generality. For our structure with  $B_{12}$  icosahedra and C-B-C chains, the electron count is one short of satisfying the theory, suggesting a role for Al. However, the boron carbide of composition  $B_{13}C_2$  which also contains  $B_{12}$  icosahedra and C-B-C chains, exists in the simple rhombohedral modification as an ordered

chemical compound (Hoard & Hughes, 1967) and so arguments based on electron donor behavior for Al should be regarded with circumspection. The role of Al, be it dominated by steric, electronic, thermodynamic or kinetic considerations, will be understood completely only after more information becomes available.

For a thorough discussion of the boron-rich phases which treats many of the topics considered here more fully, the reader is referred to a recent review article (Hoard & Hughes, 1967).

We thank Professor W.N. Lipscomb for helpful discussions on much of the subject matter. We also thank Dr Joel Shappirio for performing the electron microprobe analyses.

### References

- GIESE, R. F., ECONOMY, J. & MATKOVICH, V. I. (1966). *Acta Cryst.* **20**, 697.  
 HOARD, J. L. & HUGHES, R. E. (1967). *The Chemistry of Boron and its Compounds*. Ch. 2. Ed. E. MUETTERTIES. New York: John Wiley.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.  
 KOHN, J. A., KATZ, G. & GIARDINI, A. A. (1958). *Z. Kristallogr.* **111**, 53.  
 LIPSCOMB, W. N. & BRITTON, D. (1960). *J. Chem. Phys.* **33**, 275.  
 LONGUET-HIGGINS, H. C. & ROBERTS, M. DE V. (1955). *Proc. Roy. Soc. A* **230**, 110.  
 MATKOVICH, V. I., ECONOMY, J. & GIESE, R. F. (1964). *J. Amer. Chem. Soc.* **86**, 2337.  
 WILL, G. (1963). *J. Amer. Chem. Soc.* **85**, 2335.  
 WILL, G. (1966). *Nature, Lond.* **212**, 175.  
 WILL, G. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 1071.  
 WILL, G. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 1219.

*Acta Cryst.* (1969). **B25**, 1229

## Die Struktur eines Phosphor(III,V)-Sulfids der ungefähren Zusammensetzung $P_4S_9$ .

VON WALTRAUD HILMER

*Institut für anorganische Chemie der Deutschen Akademie der Wissenschaften,  
 Rudower Chaussee, 1199 Berlin, Deutschland*

(Eingegangen am 24. Juni 1968)

$P_4S_9$  II crystallizes in space group  $Ia\bar{3}$  ( $a = 17.60$  Å). The molecules are very similar to the  $P_4O_9$  molecule: 4 P atoms at the corners of a trigonal pyramid are linked by 6 S atoms; the remaining three S are terminal S atoms attached to 3 P atoms.

### Einleitung

In der Literatur wurden die Strukturen von Phosphor-Schwefel-Verbindungen der Zusammensetzung  $P_4S_3$  (van Houten, Vos & Wiegers, 1955; Leung, Waser, van Houten, Vos, Wiegers & Wiebenga, 1957),  $P_4S_5$ ,  $P_4S_7$

und  $P_4S_{10}$  (van Houten & Wiebenga, 1957; Vos & Wiebenga, 1955; Vos, Olthof, van Bolhuis & Botterweg, 1965) in zwei- bzw. dreidimensionaler Verfeinerung bereits eingehend beschrieben.

Meisel (1968) fand eine neue Phosphorsulfidphase der Zusammensetzung  $P_4S_{8.5}$ – $P_4S_9$ , in der etwa 25% als

dreiwertiger und 75% als fünfwertiger Phosphor vorliegen, wie sich aus Hydrolyseversuchen mit quantitativ papierchromatographischer Phosphorbestimmung ergab. Diese Phase existiert in zwei verschiedenen Formen, die sich in Habitus und Debyeogramm deutlich voneinander unterscheiden und die von Meisel (1968) als P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> I bzw. P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> II bezeichnet wurden.

Einkristallaufnahmen von Jost (1966) ergaben, dass P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> I fehlgeordnet kristallisiert, während im P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> II keine Fehlordnung vorliegt. Eine erste Bestimmung der Gitterkonstanten und Raumgruppe von P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> II liess auf Grund von Symmetriebetrachtungen die Vermutung zu, dass das P<sub>4</sub>S<sub>9</sub>-Molekül ähnlich dem P<sub>4</sub>O<sub>9</sub>-Molekül (Jost, 1964) gebaut sein könnte.

### Experimentelles

Die Substanz wurde von M. Meisel zur Verfügung gestellt und die sehr hygroskopischen farblosen und würfelförmigen Kristalle der stöchiometrischen Zusammensetzung P<sub>4</sub>S<sub>8,9</sub> in einer Präparierkammer unter getrockneter Atmosphäre ausgesucht und in Markröhrchen eingeschmolzen. Für die Strukturbestimmung wurde ein Kristall mit einer Kantenlänge von 0.02 cm verwendet.

Aus Schwenk- und Weissenberg-Aufnahmen (*hk0* bis *hk7*) ergab sich aus den Auslöschungsbedingungen

$$hkl \text{ mit } h+k+l = 2n$$

$$0kl \text{ mit } k(l) = 2n$$

die kubische Raumgruppe *Ia* 3 mit  $a = 17,60 \text{ \AA}$  ( $\pm 0,3\%$  Fehler). In der Elementarzelle sind 16 Formeleinheiten P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> ( $V = 5452 \text{ \AA}^3$ ) enthalten; die Dichte wurde von Meisel mit  $D = 1,92 \text{ g.cm}^{-3}$  angegeben (F.W. 412,46,  $D_x = 2,01 \text{ g.cm}^{-3}$ ). Die Intensitäten wurden aus Weissenberg-Aufnahmen der 0. bis 3. Schicht (wegen sehr grossen Intensitätsabfalls nur bis  $\sin \theta/\lambda_{\text{Cu}} = 0,570 \text{ \AA}^{-1}$ ) gemessen und auf Lorentz- und Polarisationsfaktor, sowie  $\alpha_1/\alpha_2$ -Aufspaltung korrigiert; auf Absorptionskorrektur ( $\mu = 171 \text{ cm}^{-1}$ ) wurde verzichtet.

### Strukturbestimmung

Bei der Strukturbestimmung wurde davon ausgegangen, dass das P<sub>4</sub>S<sub>9</sub>-Molekül analog dem P<sub>4</sub>O<sub>9</sub>-Molekül (Jost, 1964) gebaut sein könnte. In diesem Fall muss das dreiwertige Phosphoratom in der dreizähligen Achse liegen und über drei S-Atome mit drei fünfwertigen P-Atomen verbunden sein, die ihrerseits über drei weitere S-Atome miteinander verknüpft und jeweils einem terminalen S-Atom verbunden sind.

Auf Grund der zu erwartenden Grösse des Moleküls und der Länge der Raumdiagonalen sollte ein P<sup>III</sup>-P<sup>III</sup>-Vektor in der Diagonalen der Teilprojektion.

$$\int_0^{1/4} P(uvw)dw \text{ liegen.}$$

Diese Teilprojektion, angenähert durch 0.-3. Schicht, wurde berechnet und ihr ein solcher Vektor entnommen,

durch den nun die Lage des Moleküls in bezug auf ein Symmetriezentrum festgelegt ist. Für ein Molekülmodell wurden sinngemäss Abstände und Winkel des bekannten P<sub>4</sub>S<sub>10</sub>-Moleküls (Vos, Olthof, van Bolhuis & Botterweg, 1965) übertragen und unter Berücksichtigung der Lage des Moleküls zum Zentrum für eine Reihe von Stellungen des Molekülmodells um die dreizählige Achse eine willkürliche Auswahl von Strukturparametern berechnet. Für die Molekül-Lage, welche die beste Übereinstimmung von beobachteten und berechneten  $F(hkl)$  ergab, wurden die Strukturparameter der 0. bis 3. Schicht berechnet und damit Vorzeichen für die erste Teilprojektion

$$\int_0^{1/4} \rho(x,y,z)dz$$

gewonnen.

Die Atomlagen wurden mit Hilfe von Teilprojektionen der Differenz-Elektronendichte, sowie nach Least-Squares-Verfahren (Diagonalglieder, isotrop) verfeinert. Die endgültigen Lagen und Temperaturfaktoren sind in Tabelle 1 zusammengestellt, die Atomformfaktoren  $f_P$  und  $f_S$  wurden nach Tomiie & Stam (1958) eingesetzt.

Tabelle 1. Atomkoordinaten

	$x/a$	$y/b$	$z/c$	$B$
P(1)	0,1729	0,1729	0,1729	5,41 Å <sup>2</sup>
P(2)	-0,0095	0,1005	0,1460	4,20
S(1)	0,0611	0,1684	0,2163	} 4,94
S(2)	0,0347	-0,0126	0,1438	
S(3)	-0,1113	0,0995	0,1872	

265 symmetrie-unabhängige beobachtete Reflexe der 0. bis 3. Schicht ergaben einen Gesamt-*R*-Faktor  $R_{0-3} = 0,123$  [ $R = 0,163$  einschliesslich nichtbeobachteter Reflexe (437 ~ 42% der mit Cu *K*α beobachtbaren Reflexe), wenn diese mit einem Drittel der kleinsten geschätzten Intensität eingesetzt würden].

Für die Atomkoordinaten wurde nach Cruickshank (1960) eine mittlere Abweichung von 0,008 Å gefunden.

Die berechneten und experimentell gewonnenen Strukturparameter sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

### Diskussion der Struktur

Die Strukturbestimmung ergab, dass sich P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> II aus Molekülen aufbaut. Fig. 1 zeigt die letzte berechnete Elektronendichte-Projektion  $\rho(x,y)$ , in die ein Molekül P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> eingezeichnet ist. Wie eingangs vermutet wurde, sind P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> und P<sub>4</sub>O<sub>9</sub> einander sehr ähnlich. Zum Vergleich sind die Abstände und Winkel von P<sub>4</sub>S<sub>9</sub> und P<sub>4</sub>O<sub>9</sub> in Tabelle 3 zusammengestellt. Ein deutlicher Unterschied zwischen den Abständen P<sup>III</sup>-S- und P<sup>V</sup>-S-, wie er entsprechend im P<sub>4</sub>O<sub>9</sub>-Molekül beobachtet wurde, konnte nicht festgestellt werden.

Der Vergleich mit entsprechenden Abständen im P<sub>4</sub>S<sub>5</sub>, S<sub>4</sub> P<sub>7</sub> und P<sub>4</sub>S<sub>10</sub> zeigt, dass zwar eine Tendenz zu kürzeren (P<sup>V</sup>-S)-Abständen besteht, die Unterschiede

in Phosphor-Schwefel-Verbindungen aber keineswegs so deutlich hervortreten wie in Phosphor-Sauerstoff-Verbindungen.

Die kürzesten zwischenmolekularen Abstände betragen 3,3 Å. Der variable Schwefelgehalt ist offenbar auf statistische Verteilung der Schwefelatome S(3) zurückzuführen.

Den Herren Prof. E. Thilo und Prof. H. Grunze danke ich für ihr ständiges Interesse an dieser Arbeit und Herrn Dr K.H.Jost für wertvolle Hinweise. Herrn

D. C. M. Meisel gilt mein Dank für die mir zur Verfügung gestellte Substanz, Herrn D.P. H.J. Schultze für die Erstellung der Rechenprogramme für ZRA 1 und Fräulein J. Bethge für ihre Hilfe bei der Auswertung der Aufnahmen sowie zahlreicher Rechenarbeiten.

## Literatur

BEAGLEY, B., CRUICKSHANK, D. W. J. & HEWITT, T. G. (1967). *Trans. Faraday Soc.* **63**, 836.

Tabelle 2. Beobachtete und berechnete symmetrieunabhängige Strukturparameter

h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>	h	k	F <sub>o</sub>	F <sub>c</sub>				
1	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2	0				
2	0	26,8	26,2	4	12	-	2,0	7	4	-	0,3	19	10	-	-0,6	5	3	7,7	7,9	11	9	6,4	-6,5	2	18	5,3	-4,7	3	10	9,6	-8,8				
4	35,0	-34,9	8	-	-2,1	11	-	15,0	-15,6	17	-	0,9	7	-	0,9	7	-	0,1	13	-	0,3	6	-	0,3	5	-	0,3	5	6,6	5,5					
8	46,4	45,3	10	3,3	-3,7	13	-	15,9	18,1	4	-	1,3	11	-	0,7	17	-	-0,2	8	-	2,0	9	-	2,0	9	-	2,0	9	3,9	-0,6					
8	9,2	6,8	12	3,3	-1,9	15	-	7,8	-8,6	6	8,5	-8,0	13	6,5	-5,5	2	1020,6	-18,6	3	19	4,1	-	1,7	13	-	1,7	13	-	1,7	13					
10	14,4	16,7	14	-	-0,2	17	3,3	-5,8	8	13,2	-14,3	15	-	-2,2	4	4,0	4,7	5	-	1,7	13	-	1,7	13	-	1,7	13	-	1,7	13					
12	11,0	10,3	16	5,1	0,3	2	26,4	-30,4	12	3,7	6,2	19	5,2	-6,0	8	15,8	-16,3	1,3	3	35,8	-37,3	4	11	4,0	3,3	1,9	1,9	1,9	1,9	1,9	1,9				
14	4,5	-5,2	4	6,6	6,4	4	16,0	-14,6	16	-	2,4	2	4	13,1	-17,8	10	9,5	-10,6	3	5	11,5	12,0	6	8	3,7	3,2	6	8	3,7	3,2					
16	6,9	-6,7	4	6,6	6,4	4	16,0	-14,6	16	-	2,4	2	4	13,1	-17,8	10	9,5	-10,6	3	5	11,5	12,0	6	8	3,7	3,2	6	8	3,7	3,2					
18	8,8	7,6	6	-	-0,2	6	-	-0,5	16	-	-1,1	16	-	1,3	16	-	8,0	7,3	14	-	3,2	7	7,2	-7,6	14	-	0,9	5	8	-6,0					
20	5,0	5,0	8	4,9	2,9	8	23,7	-25,0	12	-	0,6	6	9	4,6	-3,4	12	-	4,0	-3,1	16	-	1,2	9	11,6	-12,2	10	8,3	-8,5	5	1,9					
22	2	-	3,3	-1,9	10	7,6	-8,1	5	-	-2,1	8	4	18,3	-19,2	3	11,1	-11,5	11	4,6	3,4	12	-	1,9	11	4,6	3,4	12	-	1,9	11					
4	7,7	11,6	12	-	-0,2	12	-	0,0	7	-	2,9	10	-	1,3	16	-	8,0	7,3	14	-	3,2	7	7,2	-7,6	14	-	0,9	5	8	-6,0					
6	16,7	15,5	14	-	-0,2	12	-	0,0	7	-	2,9	10	-	1,3	16	-	8,0	7,3	14	-	3,2	7	7,2	-7,6	14	-	0,9	5	8	-6,0					
8	20,1	23,7	21,6	6,1	-6,8	16	-	1,8	11	2,3	3,0	14	-	5,7	6,2	7	6,6	-8,2	15	2,6	3,0	16	2,4	-4,2	2,4	-4,2	2,4	-4,2	2,4	-4,2	2,4				
10	19,8	-19,7	4	4,9	3,2	18	-	-2,5	13	-	1,3	16	-	5,2	2,2	2	5,9	-4,9	19	-	-1,0	5	7,8	-6,6	10	-	1,0	5	7,8	-6,6					
12	23,2	-23,0	6	5,3	-6,6	3	6	-	1,9	15	-	-2,0	18	-	-2,0	18	-	5,2	2,2	2	5,9	-4,9	19	-	-1,0	5	7,8	-6,6	10	-	1,0	5			
14	15,3	15,5	8	6,2	-4,1	5	16,7	-18,3	21,3	9,2	-9,7	3	9	18,6	-18,6	13	-	-2,9	4	5	10,2	10,7	7	8,1	-9,3	7	8,1	-9,3	7	8,1	-9,3				
16	8,2	-6,4	10	-	0,2	7	15,7	-17,7	4	8,5	-8,2	12	-	1,9	7	15,2	16,8	2	12	-	-1,6	8	-	1,4	9	-	1,4	9	-	1,4	9				
18	8,8	-9,8	12	2,8	-4,3	9	-	-2,3	6	-	-0,7	9	10,2	-13,1	4	5,9	-5,9	10	7,2	-6,6	13	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5				
20	23,5	-26,5	21,8	6,6	-6,4	11	-	-0,8	8	-	-0,7	9	10,2	-13,1	4	5,9	-5,9	10	7,2	-6,6	13	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5				
4	14,7	-18,2	6	2,2	13	3,6	-5,5	10	3,3	-3,5	5	-	-2,4	6	9	9,9	-8,3	12	5,9	16,8	15	6,4	-3,5	6,4	-3,5	6,4	-3,5	6,4	-3,5	6,4	-3,5				
6	9,2	11,5	6	6,8	4,8	8	3,3	-3,7	12	-	1,8	13	4,4	-1,8	8	5,9	-5,9	10	7,2	-6,6	13	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5	3,3	4,5				
8	6,0	-4,7	8	7,3	-8,2	17	-	-3,7	14	-	-1,9	15	-	2,3	10	6,8	5,2	16	5,7	-4,6	6	9,6	-8,8	9,6	-8,8	9,6	-8,8	9,6	-8,8	9,6	-8,8				
10	41,4	-46,2	8	-	19	4,7	-4,0	31,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-				
12	11,9	-10,1	1,1	2,2	7	12,1	-15,0	5	-	2,1	19	-	-1,9	14	-	-1,9	14	-	-0,1	3	6	-	0,2	10	-	0,2	10	-	0,2	10	-	0,2	10		
14	8,1	7,7	2	22,9	-24,1	4	19,8	-18,1	7	-	-1,3	2	6	3,2	5,0	3	13	6,9	-7,7	5	11,7	-10,1	12	3,3	3,5	3,3	3,5	3,3	3,5	3,3	3,5	3,3	3,5		
16	13,2	-13,6	6	21,0	23,9	6	6,9	9	3,3	3,5	6	2,2	-2,6	7	-	-2,8	9	-	-2,8	11	11,5	13,5	5	4,4	-2,6	4,4	-2,6	4,4	-2,6	4,4	-2,6	4,4			
18	8,7	-8,3	8	13,5	-13,7	10	-	0,1	13	-	-0,5	10	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12		
20	29,1	30,5	8	13,5	-13,7	10	-	0,1	13	-	-0,5	10	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12	-	1,4	12		
2	6	3,3	-1,0	12	13,9	13,8	14	-	2,3	4	-	1,4	12	-	-1,3	13	-	-1,3	13	-	-1,3	13	-	-1,3	13	-	-1,3	13	-	-1,3	13	-	-1,3	13	
4	8,1	-7,8	14	3,0	3,2	16	-	0,5	6	-	3,3	14	-	1,6	15	-	1,6	15	-	1,6	15	-	1,6	15	-	1,6	15	-	1,6	15	-	1,6	15		
6	16,9	-19,4	16	-	-0,4	18	-	0,6	8	-	1,8	17	-	1,8	17	-	-5,9	2	14	10,9	10,0	4	7	7,3	6,4	4	7	7,3	6,4	4	7	7,3	6,4		
8	4,9	4,3	18	4,7	3,5	3	11,4	-11,7	10	8,2	-10,3	18	-	-0,2	4	-	-0,2	4	-	-0,2	4	-	-0,2	4	-	-0,2	4	-	-0,2	4	-	-0,2	4		
10	4,1	-3,0	20	2,8	3,6	5	6,8	6,8	12	-	-1,6	3	7	23,0	21,7	6	-	0,7	8	-	0,7	8	-	0,7	8	-	0,7	8	-	0,7	8	-	0,7	8	
12	6,5	-5,9	9	12,7	11,6	13	6,0	1,6	9	7,8	8	1,1	-	20,8	21,1	5	6,1	5,3	7	21,1	-19,8	14	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4		
14	-	-3,4	5	11,0	12,7	9	8,1	7,4	5	-	0,6	7	-	19,7	19,4	10	6,2	6,2	12	6,6	4,4	10	-	2,4	12	-	2,4	12	-	2,4	12	-	2,4	12	
16	20,1	20,3	7	23,4	24,7	11	6,8	-5,1	7	6,5	5,5	9	21,6	21,7	12	6,0	6,0	14	-	2,4	12	-	2,4	12	-	2,4	12	-	2,4	12	-	2,4	12		
18	6,5	-5,9	9	12,7	11,6	13	6,0	1,6	9	7,8	8	1,1	-	20,8	21,1	5	6,1	5,3	7	21,1	-19,8	14	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4	-3,7	2,4		
20	19,1	21,7	11	12,5	11,6	15	-	2,3	11	-	-2,6	13	-	2,1	3	15	-	2,1	3	15	-	2,1	3	15	-	2,1	3	15	-	2,1	3	15	-	2,1	3
2	8	11,2	12,6	13	3,2	1,5	17	-	-0,3	21,7	8,3	-7,6	15	-	-3,8	5	-	-3,8	5	-	1,3	3	3,0	-3,1	7	-	-3,1	7	-	-3,1	7	-	-3,1	7	
4	-	-1,0	17	13,4	13,9	4	6,2	5,7	6	5,7	-4,8	2	8	-	-2,0	9	-	-2,0	9	-	-1,8	7	12,3	11,5	11	-	11,5	11	-	11,5	11	-	11,5	11	
6	-	-2,8	19	4,2	4,4	8	4,4	6,7	8	-	-0,7	4	2,4	4,6	11	6,7	-8,9	9	-	5,9	-5,1	4	17	-	5,1	4	17	-	5,1	4	17	-	5,1	4	
8	5,2	-6,6	4	15,8	-16,1	10	-	1,7	31,8	3,3	2,5	8	5,0	-5,5	2	16	-	4,3	13	7,0	7,8	8	-	2,5	8	-	2,5	8	-	2,5	8	-	2,5	8	
10	4,2	3,9	6	11,8	11,9	12	-	-3,0	5	4,7	-4,6	10	5,3	3,1	4	-	1,3	15	-	2,3	13	-	2,3	13	-	2,3	13	-	2,3	13	-	2,3	13		
12	6,6	-6,9	9	8,4	9,3	14	-	-1,1	7	-	-0,2	6	3,4	2,2	13	-	1,3	11	-	4,2	17	-	4,2	17	-	4,2	17	-	4,2	17	-	4,2	17		
14	6	11,5	13,5	10	29,5	-29,5	16	-	-1,7	21,9	-	-2,3	14	-	3,0	8	-	3,0	8	-	0,0	4	9	8,7	8,4	9	8,7	8,4	9	8,7	8,4	9	8,7	8,4	
16	2,8	1,9	12	6,9	-7,4	3	10	-	1,9	16	-	1,9	16	-	0,5	10	-	1,9	16	-	1,9	16	-	1,9	16	-	1,9	16	-	1,9	16	-	1,9	16	
18	-	0,8	16	7,3	-																														

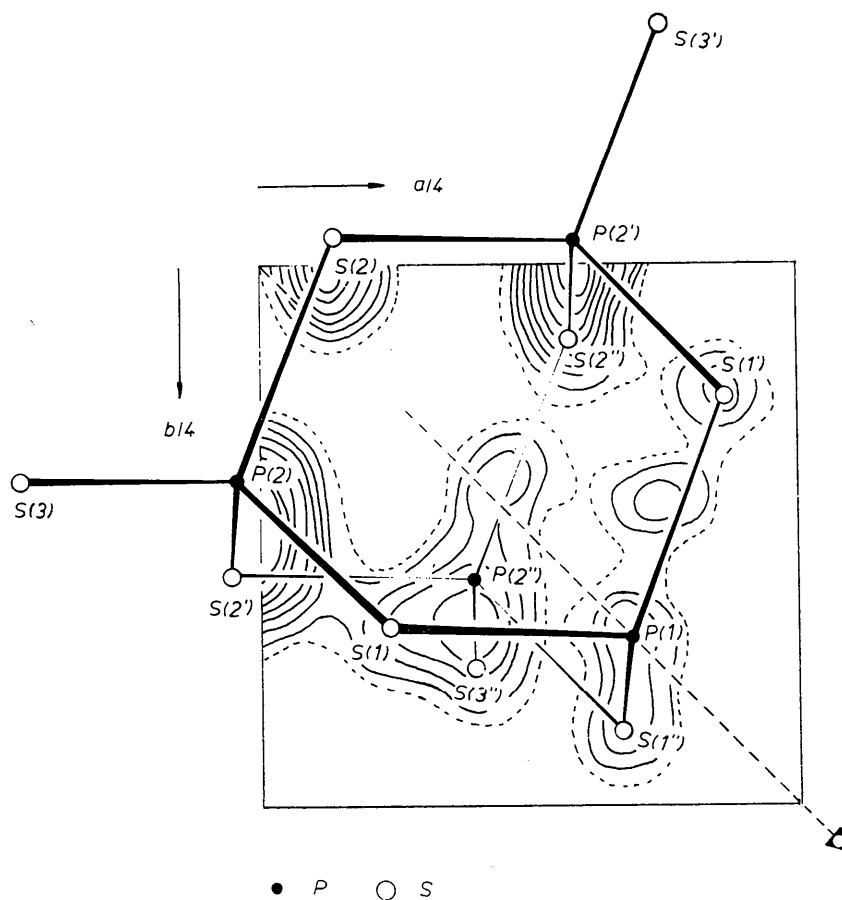


Fig. 1. Elektronendichte-Projektion  $\rho(x,y)$  des  $P_4S_9$  II.

CRUICKSHANK, D. W. J. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 774.

HOUTEN, S. VAN, VOS, A. & WIEGERS, G. A. (1955). *Rec. Trav. chim. Pays-Bas*, **74**, 1167.

HOUTEN, S. VAN & WIEBENGA, E. H. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 156.

JOST, K. H. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1593.

JOST, K. H. (1966). Private Mitteilung.

LEUNG, Y. C., WASER, J., HOUTEN, S. VAN, VOS, A., WIEGERS, G. A. & WIEBENGA, E. H. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 574.

MEISEL, M. (1968). Diss. Humboldt-Univ. Berlin.

TOMIIE, Y. & STAM, C. H. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 126.

VOS, A. & WIEBENGA, E. H. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 217.

VOS, A., OLTHOF, R., BOLHUIS, F. VAN & BOTTERWEG, R. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 864.