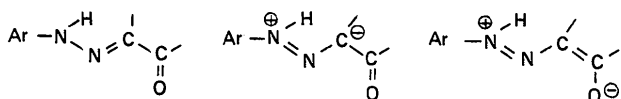


1.432, 1.504 Å. Although the values of  $\sigma$  preclude significance for these differences, the lengths indicate considerable  $\pi$  electron delocalization in the system mentioned above. The resonance structures which give the major contribution are presumably



and they are apparently energetically preferred to a fused-ring system indicated by (III). We therefore conclude that if a two-ring system of dehydroascorbic acid really is the 'normal' species, it will be disrupted upon formation of a hydrazone derivative. In order to keep a double ring intact, substituents at C(2) are required which do not lead to delocalization of the  $\pi$  electrons or to  $sp^2$  hybridization at C(3). This is presumably the case for the normal hydrate of the monomer and for the so-called 'methanol complex'. These compounds are difficult to crystallize properly, as is indeed the case for the pure monomer. We have, however, determined the crystal structure of a double ring derivative of ascorbic acid where the substituents at C(2) are OH and benzyl (to be published shortly).

The residual C–C and C–O bonds are normal, and compare well with those generally observed for carbohydrates.

#### Hydrogen bonding

Whereas the N(2)–H...O(1) bond is intramolecular and tends to stabilize the planar hydrazine group, the O(6)–H...O(3) and O(5)–H...O(6) bonds combine to respectively form and reinforce a helical interaction which runs along *c*. Participants are only neighbouring ascorbate moieties that are arranged head-to-head

across screw axes. This leads to piles of symmetry-related molecules which have no obvious interaction with other piles, except for van der Waals forces. Table 5 lists all bond lengths and angles involving H atoms.

#### Thermal analysis

Neither the whole molecule nor parts of it could be satisfactorily correlated to a rigid-body model by the procedure given by Schomaker & Trueblood (1968). The thermal amplitudes are, however, moderate and it is unlikely that these could affect the bond lengths and angles given in Fig. 2.

The assistance of Drs P. Groth, B. Klewe and C. Rømming is gratefully acknowledged.

#### References

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.  
 DAHL, T., GRAM, F., GROTH, P., KLEWE, B. & RØMMING, C. (1970). *Acta Chem. Scand.* **24**, 2232–2233.  
 FURBERG, S. & SOLBAKK, J. (1969). *Acta Chem. Scand.* **23**, 3248–3256.  
 GROTH, P. (1973). *Acta Chem. Scand.* **27**, 1837.  
 HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.  
 HVOSLEF, J. (1972a). *Acta Cryst.* **B28**, 916–923.  
 HVOSLEF, J. (1972b). Dissertation, Univ. of Oslo, Oslo, Norway.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794 (revised).  
 SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, E. R. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 63–76.  
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.  
 ZACHARIASEN, W. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 1139–1144.

*Acta Cryst.* (1976). **B32**, 452

### Bis-(2-picolyl-phenylketonato)kupfer(II)

VON J. SIELER, J. KAISER, R. RICHTER UND W. SCHMIDT

Sektionen Chemie und Physik der Karl-Marx-Universität Leipzig, 701 Leipzig, Liebigstr. 18, Deutschland (DDR)

(Eingegangen am 19. November 1974; angenommen am 25. April 1975)

$\text{Cu}(\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{NO})_2$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 9.55$  (1),  $b = 22.40$  (2),  $c = 10.01$  (1) Å,  $\beta = 97.8$  (2)°,  $Z = 4$ ,  $D_c = 1.42$ ,  $D_x = 1.41$  g cm<sup>-3</sup>,  $M = 456$ ,  $F(000) = 744$ ,  $\mu = 27$  cm<sup>-1</sup> (Co K $\alpha$ ). 1720 intensities have been collected from Weissenberg photographs  $hk0$ – $hk6$  and  $h0l$  taken with Co K $\alpha$  radiation. The structure has been solved by the heavy-atom technique and refined by block-diagonal least-squares calculations to  $R = 0.12$ .

#### Einleitung

Kupfer bildet mit Picolylketonen Bis-Chelate unter Ausbildung eines koordinativen Sechsrings. Als Liga-

toratome fungieren die Stickstoff- und Sauerstoffatome. Strukturell ähnlich sind die Bis-Chelate des Kupfers mit N-substituierten Salicylaldimininen und *o*-Hydroxyacetophenonimininen aufgebaut. Andererseits zeigen die

Picolylketone durch das Auftreten eines Keto-Enol-Gleichgewichtes Analogien zu den  $\beta$ -Diketonen. Die vorliegende Arbeit sollte deshalb Aussagen über die Koordinationstendenz der Picolylketone geben.

$\text{Cu}(\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{NO})_2$  wurde nach Uhlemann (1963) dargestellt und durch langsame Kristallisation aus Äthanol in Form brauner Nadeln erhalten. Die Nadelachse der Kristalle ist die  $c$ -Achse. Die Intensitäten wurden nach der multiplen Filmtechnik aus Weissenbergaufnahmen (Co  $K\alpha$ -Strahlung)  $hk0$ - $hk6$  und  $h0l$  erhalten. Sehr schwache Reflexe, die nicht photometriert werden konnten, wurden mittels einer kalibrierten Intensitätsskala geschätzt. Den zufällig ausgelöschten Reflexen wurde die Hälfte der kleinsten geschätzten Intensitäten als  $I(hkl)$  zugeordnet. Die relativen Intensitäten wurden mit Lorentz- und Polarisationsfaktor und einem die  $K\alpha_1, K\alpha_2$ -Aufspaltung berücksichtigenden Faktor korrigiert. Eine Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt ( $\mu R = 0,3$ ).

Die Position des Kupferatoms wurde aus der Pattersonsynthese zu  $(0; 0; 0,25)$  bestimmt und bestätigt die auf den Weissenbergaufnahmen gefundene Intensitätsverteilung:

$$I(hkl)\text{-systematisch stark für } h+k=2n,$$

$$I(hkl)\text{-systematisch schwach für } h+k=2n+1.$$

Die Kupferatome besitzen somit Translationen von  $\frac{1}{2}a$  und  $\frac{1}{2}b$ ; eine Strukturfaktorrechnung ergab deshalb

$F_c(hkl) = 0$  für alle Reflexe mit  $h+k=2n+1$ . Die mit den Phasen des Kupferatoms berechnete Fouriersynthese  $[F_c(hkl) \neq 0$  nur für Reflexe mit  $h+k=2n$

$$\varrho(xyz) = \frac{4}{V} \sum_0^h \sum_0^k \sum_0^l$$

$$\times \left. \begin{aligned} &\{h+k=2n, l=2n \\ &[F(hkl) + F(\bar{h}kl)] \cos 2\pi hx \cos 2\pi ky \cos 2\pi lz \\ &h+k=2n, l=2n+1 \\ &-[F(hkl) - F(\bar{h}kl)] \cos 2\pi hx \cos 2\pi ky \cos 2\pi lz \} \end{aligned} \right\}$$

zeigte eine Pseudosymmetrie, hervorgerufen durch die speziellen Lageparameter des Kupferatoms. Jeder Peak der Elektronendichte in  $(x, y, z)$  wird durch eine in  $(0, 0, \frac{1}{2})$  liegende zweizählige Drehachse in einen weiteren Peak in  $(\bar{x}, y, \frac{1}{2}-z)$  überführt. Nur einer dieser symmetrieäquivalenten Peaks entspricht einer Atomlage in der Struktur. Durch Inspektion der Fouriersynthese an Hand eines Modells konnten die Atome der beiden Phenylringe C(8)-C(13) und C(21)-C(26) lokalisiert werden. Die anschließende Strukturfaktorrechnung ergab  $F_c \neq 0$  für alle Strukturfaktoren und mit einer Fouriersynthese liessen sich alle weiteren Leichtatome (mit Ausnahme der Wasserstoffatome) lokalisieren. Die Struktur wurde nach dem Block-Diagonal-Least-Squares-Verfahren isotrop in zwei Zyklen bis zu einem

Tabelle 1. Atomkoordinaten und anisotrope Temperaturfaktoren ( $\times 10^4$ ) für  $\text{Cu}(\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{NO})_2$  mit Standardabweichungen (e.s.d.) in Klammern

Die Exponentialkoeffizienten  $b_{ij}$  sind durch den Ausdruck  $T = \exp[-(b_{11}h^2 + b_{22}k^2 + b_{33}l^2 + b_{12}hk + b_{13}hl + b_{23}kl)]$  gegeben.

	$x$	$y$	$z$	$b_{11}$	$b_{22}$	$b_{33}$	$b_{12}$	$b_{13}$	$b_{23}$
Cu(1)	141 (1)	141 (1)	2390 (2)	84 (2)	15 (1)	85 (4)	4 (1)	28 (4)	5 (1)
O(1)	1363 (7)	820 (3)	2410 (8)	81 (9)	10 (2)	11 (13)	-1 (6)	60 (10)	14 (6)
O(2)	-1224 (7)	-470 (3)	2083 (8)	83 (9)	15 (2)	76 (12)	-23 (7)	71 (14)	-3 (8)
N(1)	1392 (9)	-306 (4)	1280 (10)	77 (13)	11 (2)	75 (16)	1 (8)	8 (19)	16 (8)
N(2)	-809 (10)	523 (5)	3849 (10)	82 (12)	19 (2)	76 (16)	11 (9)	53 (19)	36 (9)
C(1)	2744 (12)	807 (5)	2359 (12)	99 (15)	12 (3)	60 (19)	14 (10)	32 (23)	17 (9)
C(2)	3456 (12)	347 (5)	1895 (12)	115 (16)	9 (3)	56 (20)	7 (11)	-27 (24)	8 (10)
C(3)	2834 (13)	-170 (5)	1328 (14)	92 (15)	17 (3)	85 (23)	44 (10)	8 (24)	42 (10)
C(4)	3693 (14)	-589 (6)	491 (14)	140 (18)	13 (3)	124 (22)	33 (12)	104 (29)	10 (11)
C(5)	3068 (14)	-1047 (7)	-160 (15)	123 (18)	25 (4)	93 (24)	36 (13)	67 (27)	37 (13)
C(6)	1616 (14)	-1148 (6)	-237 (14)	134 (18)	19 (3)	64 (23)	24 (13)	30 (27)	6 (12)
C(7)	784 (12)	-773 (5)	431 (13)	104 (15)	14 (3)	80 (21)	15 (10)	58 (24)	7 (10)
C(8)	3465 (12)	1379 (5)	2749 (12)	125 (16)	18 (3)	20 (19)	21 (11)	11 (24)	13 (9)
C(9)	4989 (13)	1414 (6)	3058 (14)	112 (17)	16 (3)	8 (21)	0 (11)	5 (25)	-11 (12)
C(10)	5635 (13)	1963 (7)	3349 (15)	87 (16)	32 (4)	114 (24)	-11 (14)	0 (26)	-22 (14)
C(11)	4830 (15)	2484 (6)	3410 (14)	166 (21)	30 (4)	59 (26)	1 (15)	30 (29)	30 (13)
C(12)	3342 (14)	2452 (6)	3141 (15)	126 (19)	25 (4)	98 (25)	5 (13)	-23 (29)	-1 (13)
C(13)	2683 (12)	1890 (5)	2844 (12)	118 (16)	15 (3)	64 (22)	8 (11)	20 (24)	9 (10)
C(14)	-228 (14)	1026 (5)	4544 (14)	120 (17)	13 (3)	95 (20)	17 (11)	42 (26)	3 (10)
C(15)	-843 (16)	1313 (6)	5526 (25)	196 (22)	19 (4)	73 (24)	-12 (14)	60 (32)	11 (12)
O(16)	-2017 (15)	1094 (6)	6036 (15)	180 (21)	15 (3)	122 (14)	13 (13)	8 (30)	11 (12)
C(17)	-2716 (12)	587 (5)	5400 (12)	140 (16)	21 (3)	41 (20)	49 (11)	-12 (24)	19 (10)
C(18)	-2006 (12)	298 (6)	4330 (12)	121 (17)	16 (3)	41 (20)	20 (11)	75 (25)	10 (10)
C(19)	-2742 (16)	-277 (7)	3734 (15)	127 (21)	18 (3)	111 (25)	11 (14)	-55 (31)	-19 (13)
C(20)	-2304 (10)	-589 (5)	2733 (12)	47 (19)	13 (4)	103 (23)	6 (13)	13 (28)	11 (12)
C(21)	-3014 (10)	-1180 (5)	2355 (11)	59 (12)	17 (3)	34 (8)	15 (9)	31 (19)	32 (9)
C(22)	-3723 (14)	-1497 (7)	3331 (14)	144 (19)	27 (4)	69 (23)	-6 (13)	17 (28)	1 (12)
C(23)	-4306 (14)	-2046 (7)	2925 (15)	146 (21)	26 (4)	105 (24)	47 (15)	58 (32)	17 (14)
C(24)	-4328 (14)	-2254 (5)	1616 (14)	134 (17)	16 (3)	95 (22)	16 (11)	21 (26)	8 (11)
C(25)	-3685 (11)	-1939 (5)	663 (13)	86 (14)	12 (3)	91 (21)	8 (9)	1 (23)	11 (9)
C(26)	-3035 (11)	-1401 (5)	1053 (12)	71 (14)	19 (3)	19 (20)	-5 (10)	-17 (21)	9 (10)

*R*-Wert von 0,17 verfeinert. Ein weiterer Zyklus mit anisotropen Temperaturparametern führte zum abschliessenden *R*-Wert von 0,12. Die minimalisierte Funktion war  $\sum w[|F_o| - |F_c|]^2$ . Zur Wichtung wurde die Funktion  $w = 1/\{1 + [(|F_o| - P_2)/P_1]^2\}$  mit den Parametern  $P_1 = 10,5$  und  $P_2 = 5,25$  verwendet. Die Lage- und Temperaturparameter der Atome sind in Tabelle 1 angegeben; die Molekülstruktur mit den Bindungslängen und -winkeln ist in Fig. 1 dargestellt. Die Streukurven wurden den *International Tables for X-ray Crystallography* (1962) entnommen. Die Rechnungen wurden mit der NRC-Programm-Bibliothek nach Ahmed, Hall, Pippy & Saunderson (1968) durchgeführt.\*

### Diskussion

Im Bis-(2-picoly-phenylketonato)kupfer(II) sind die Sauerstoff- und Stickstoffligandatomatome in *trans*-Stellung angeordnet. Die gemittelten Bindungslängen betragen für Cu-N 2,006 Å und für Cu-O 1,917 Å. Die Werte stimmen gut mit vergleichbaren Kupferkomplexen (Tabelle 3) überein. Das untersuchte Bis-Chelat zeigt folgende stereochemische Eigenschaften (Tabelle 2):

(1) Die Koordinationsgeometrie lässt sich als tetraedrisch verzerrte planare Anordnung der vier Ligandatomatome beschreiben. Die durch die Atome Cu(1)-N(1)-O(1) und Cu(1)-N(2)-O(2) definierten Ebenen bilden einen Winkel von 16,4° (Tabelle 2). Der Ligandatomabstand beträgt im vorliegenden Fall N(1)-O(1) 2,81 (2) Å. Während Kirchner, Andreotti, Barnhart, Thomas, Welsh & Lingafelter (1973) bei den Bis-Chelaten des Kupfers mit *o*-Hydroxyacetophenonimininen eine Korrelation zwischen der Grösse des Ligandatomabstandes und der Grösse des Torsionswinkels fanden, zeigen andere Untersuchungen keine derartige Abhängigkeit (Tabelle 3). Mit der tetraedrischen Verzerrung ist eine Änderung der Winkel zwischen O(1)-Cu(1)-O(2) und N(1)-Cu(1)-N(2) verbunden. Die Winkel betragen bei planarer Koordination (Torsionswinkel 0°) 180°, durch die Torsion sind sie im vorliegenden Fall 169° bzw. 167°. Der Einfluss der Stickstoffsubstituenten auf die Grösse des Torsionswinkels ist jedoch trotz umfangreichen experimentellen Materials bisher nicht eindeutig überschaubar.

(2) Die beiden Phenylringe (Ebenen V und VI, Tabelle 2) sind gegenüber den Chelatringebenen verdreht.

(3) Während das Cu-Atom in der Ebene IV liegt, hat es von der Ebene III einen Abstand von 0,58 Å.

Auf Grund dieser stereochemischen Eigenschaften ist das untersuchte Chelat in seiner Koordinationstendenz den Komplexen des Kupfers mit Salicylaldimininen und *o*-Hydroxyacetophenonimininen ähnlich.

Tabelle 2. *Least-squares Ebenen*

#### (a) Definition der Ebenen

Ebene	Atome in der Ebene und Ebenengleichung
I	Cu(1), N(1), O(1) $-0,4303x + 0,3404y - 0,8360z + 1,7924 = 0$
II	Cu(1), N(2), O(2) $-0,4538x + 0,5708y - 0,6843z + 1,3555 = 0$
III	O(1), N(1), C(1), C(2), C(3), C(4), C(5), C(6), C(7) $-0,0510x + 0,4826y - 0,8744z + 1,3255 = 0$
IV	O(2), N(2), C(14), C(15), C(16), C(17), C(18), C(19), C(20) $-0,4949x + 0,5598y - 0,6646z + 1,2509 = 0$
V	C(8), C(9), C(10), C(11), C(12), C(13) $0,1749x + 0,1639y - 0,9708z + 1,6476 = 0$
VI	C(21), C(22), C(23), C(24), C(25), C(26) $-0,8265x + 0,4799y - 0,2942z + 2,7003 = 0$

#### (b) Abweichungen der Atome von der Ebene (Å)

Ebene I		Ebene II	
zusätzl. Atome	Abstand von der Ebene	zusätzl. Atome	Abstand von der Ebene
C(1)	-0,54 (1)	C(14)	-0,04 (1)
C(2)	-0,82 (1)	C(15)	-0,01 (1)
C(3)	-0,52 (1)	C(16)	-0,09 (2)
C(4)	-0,55 (1)	C(17)	-0,05 (1)
C(5)	-0,14 (1)	C(18)	-0,07 (1)
C(6)	0,43 (1)	C(19)	-0,11 (1)
C(7)	0,55 (1)	C(20)	-0,08 (1)
Ebene III		Ebene IV	
Atome d. Ebene	Abstand v. d. Ebene	Atome d. Ebene	Abstand v. d. Ebene
O(1)	0,07 (1)	O(2)	0,01 (1)
N(1)	-0,17 (1)	N(2)	0,01 (1)
C(1)	0,03 (1)	C(14)	0,04 (1)
C(2)	-0,09 (1)	C(15)	0,02 (1)
C(3)	-0,13 (1)	C(16)	0,01 (1)
C(4)	0,08 (1)	C(17)	0,02 (1)
C(5)	0,18 (1)	C(18)	0,01 (1)
C(6)	0,09 (1)	C(19)	-0,01 (1)
C(7)	0,08 (1)	C(20)	-0,02 (1)
zusätzl. Atome			
Cu(1)	-0,58 (1)	Cu(1)	0,05 (1)

#### (c) Winkel zwischen den Ebenen

Ebenen	Winkel (°)
I/II	16,4
III/IV	16,6
IV/VI	29,1
III/V	23,3

Die Packung der Moleküle zeigt Fig. 2. Entlang der *c*-Achse resultieren von den Cu-Atomen zu den C-Atomen der zentrosymmetrisch liegenden Pyridinringe kurze intermolekulare Abstände (Tabelle 4) von durchschnittlich 3,20 Å. Die Torsion der Chelatringebenen begünstigt die Wechselwirkung der Cu-Atome mit den  $\pi$ -Elektronensystemen der Pyridinringe.

\* Die Liste der Strukturdaten ist bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31218: 8 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

Tabelle 3. Strukturparameter einiger Kupferkomplexe mit Salicylaldiminen (R-Nsal)<sub>2</sub>Cu und o-Hydroxyacetophenonimininen (R-Naph)<sub>2</sub>Cu

Eine umfassende Darstellung der Bis-Chelate gibt Holm & O'Connor (1971). Der Abstand N(1)-O(1) gibt den Intraligand-Ligand-Ligand Abstand an (in Å). Der Torsionswinkel ist definiert als Winkel zwischen den Ebenen Cu-O(1)-N(1) und Cu-N(2)-O(2).

Verbindung (R-Nsal) <sub>2</sub> Cu	Cu-O (Å)	Cu-N (Å)	O(1)-N(1) Å	Torsionsw. (°)	Literatur
R: H	1,91	1,90	2,84	0	Baker, Clark & Waters (1966)
CH <sub>3</sub> α-Form	1,901	1,989	2,78	0	Lingafelter, Simmons, Morosin, Scheringer & Freiburg (1961)
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	1,875	1,918	2,76	35,6	Baker, Hall & Waters (1967)
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	1,886	1,990	2,79	0	Bombieri, Panattoni, Forsellini & Grazini (1969)
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	1,870	1,979	2,82	59,7	Orioli & Sacconi (1966)
n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1,901	2,019	2,79	0	Hall, Summer & Waters (1969)
t-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1,903	1,960	2,90	61,9	Cheeseman, Hall & Waters (1966)
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1,878	1,993	2,77	0	Wei, Stogsdill & Lingafelter (1964)
n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	1,893	2,012	2,75	35,5	Jain & Syal (1972)
<b>(R-Naph)<sub>2</sub>Cu</b>					
R: H	1,876	1,922	2,71	0	Marongiu & Lingafelter (1971)
H	1,894	1,926	2,71	7,8	Marongiu & Lingafelter (1971)
i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1,891	2,003	2,62	0	Chilardi & Lingafelter (1970)
CH <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1,884	1,990	2,77	26,4	Kirchner <i>et al.</i> (1973)
CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	1,865	1,997	2,75	29,6	Kirchner <i>et al.</i> (1973)
Cu(C <sub>13</sub> H <sub>10</sub> NO) <sub>2</sub>	1,917	2,006	2,81	16,4	Diese Arbeit

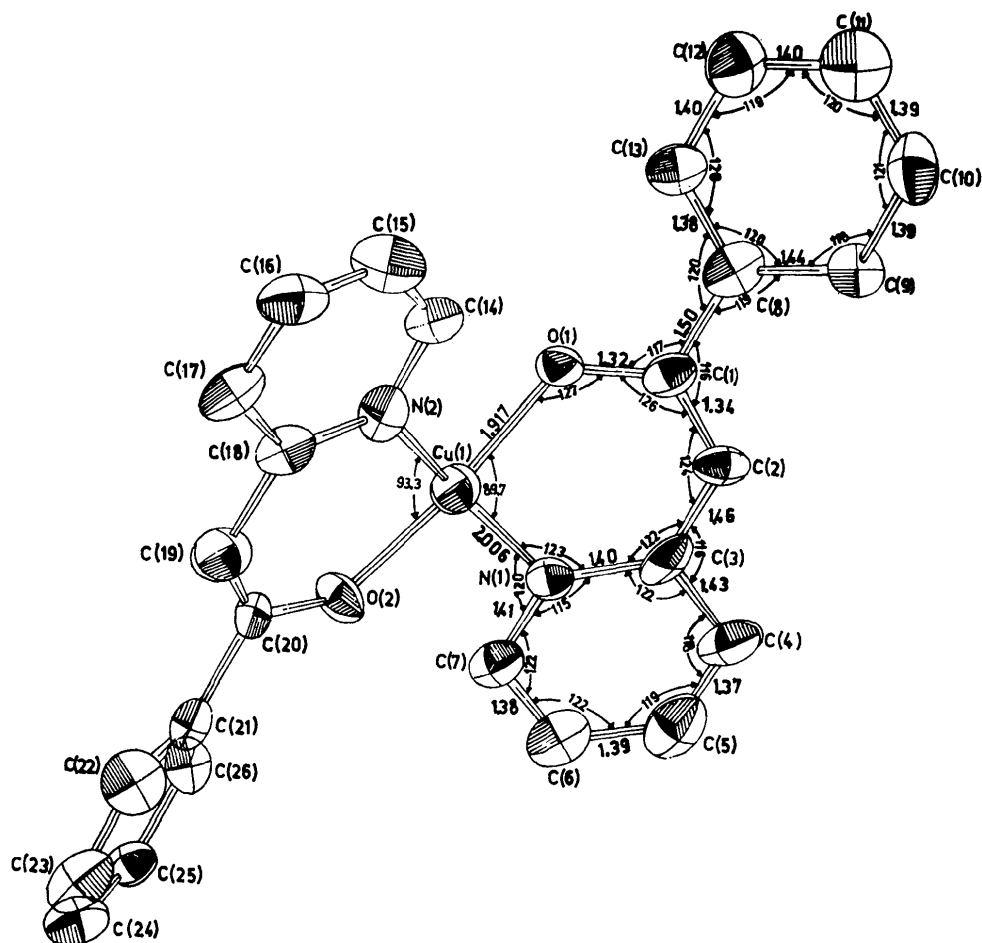


Fig. 1. Molekülstruktur und Bindungsparameter von Bis-(2-picolyphenylketonato)kupfer(II). Die Bindungslängen (Å) und Winkel (°) sind gemittelte Werte; das Kupferatom wurde als Symmetriezentrum angenommen. Die Standardabweichungen sind: Cu-O 0,007; Cu-N 0,009; C-C, C-N 0,02 Å; Winkel 1°.

Tabelle 4. Intermolekulare Kontakte zwischen Atomen verschiedener Molekülpaare die kleiner als 3,5 Å sind

Von Molekül (1:  $x, y, z$ ) zu Molekül ( $\bar{1}$ :  $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$ )

Cu(1)···C(6)	3,40 (1)	C(17)···C(3)	3,42 (2)
Cu(1)···C(7)	3,17 (1)	O(1)···C(6)	3,42 (2)
Cu(1)···C(17)	3,48 (1)	O(1)···C(7)	3,27 (1)
Cu(1)···C(16)	3,20 (1)	C(15)···O(2)	3,45 (2)
C(17)···N(1)	3,44 (2)	N(2)···N(2)	3,49 (1)
C(7)···N(1)	3,48 (2)		

Die Autoren danken Herrn Dr Gy. Argay, Ungarische Akademie der Wissenschaften, Budapest, für die Anfertigung von Fig. 1 (Johnson, 1965).

#### Literatur

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & SAUNDERSON, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 system. National Research Council, Ottawa, Canada.
- BAKER, E. N., CLARK, G. R., HALL, D. & WATERS, T. N. (1966). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 251–257.
- BAKER, E. N., HALL, D. & WATERS, T. N. (1967). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 680–684.
- BOMBIERI, G., PANATTONI, C., FORSELLINI, E. & GRAZINI, R. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 1208–1211.
- CHEESEMAN, T. B., HALL, D. & WATERS, T. N. (1966). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 685–695.
- CHILARDI, C. A. & LINGAFELTER, E. C. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1807–1812.
- HALL, D., SUMMER, R. H. & WATERS, T. N. (1969). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 420–425.
- HOLM, R. M. & O'CONNOR, M. J. (1971). *Progr. Inorg. Chem.* **14**, 241–308.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JAIN, P. C. & SYAL, V. K. (1972). *J. Chem. Soc. Dalton*, pp. 1908–1912.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794.
- KIRCHNER, R. M., ANDRETTI, G. D., BARNHART, D., THOMAS, F. D., WELSH, D. & LINGAFELTER, E. C. (1973). *Inorg. Chim. Acta*, **7**, 17–42.
- LINGAFELTER, E. C., SIMMONS, G. L., MOROSIN, B., SCHE-RINGER, C. & FREIBURG, C. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 1222–1225.

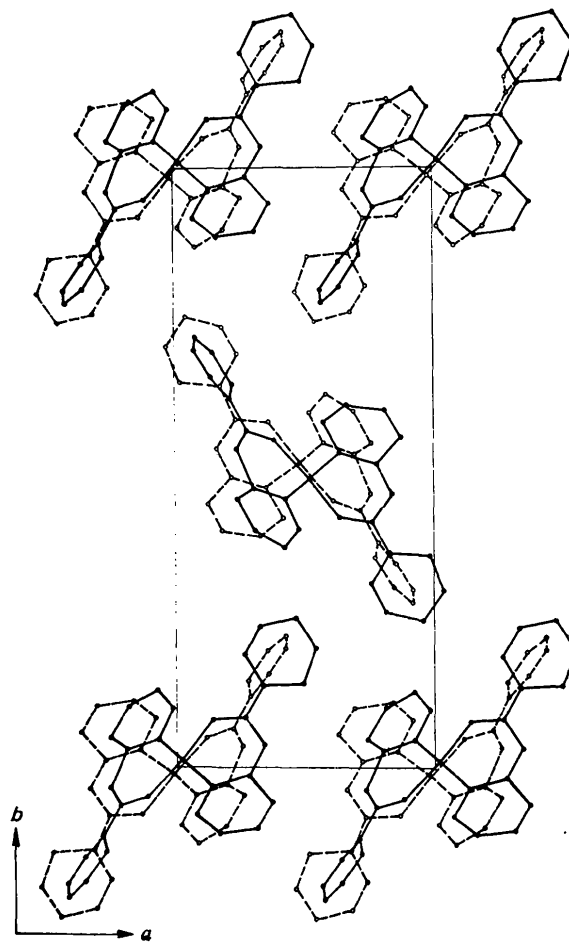


Fig. 2. Projektion der Struktur in Richtung [001]. Die gepunktet gezeichneten Moleküle liegen zentrosymmetrisch zu den Molekülen mit ausgezogenen Linien.

- MARONGIU, G. & LINGAFELTER, E. C. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 1195–1201.
- ORIOLE, P. L. & SACCONI, L. (1966). *J. Amer. Chem. Soc.* **88**, 277–280.
- UHLEMANN, E. (1963). *J. prakt. Chem.* **21**, 277–285.
- WEI, L., STOGSDILL, R. M. & LINGAFELTER, E. C. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1058–1062.