

## Structure Cristalline et Moléculaire d'un Complexe de l'Argent(I): Thiocyanate d'Argent et Oxa-1 Diaza-7,10 Dithia-4,13 Cyclopentadécane

PAR R. LOUIS, Y. AGNUS ET R. WEISS

Laboratoire de Cristallochimie associé au CNRS (ERA n° 8), Institut de Chimie, Université Louis Pasteur, BP 296/R8, 67008-Strasbourg, France

(Reçu le 16 septembre 1976, accepté le 8 octobre 1976)

The crystal structure of the silver thiocyanate complex with the macrocyclic ligand (*B*) 1-oxa-7,10-diaza-4,13-dithiacyclopentadecane ( $C_{10}H_{22}N_2OS_2$ ) has been determined from three-dimensional X-ray data collected by counter methods. This macrocyclic ligand differs from the macrocycle (*A*) 1-oxa-4,13-diaza-7,10-dithiacyclopentadecane ( $C_{10}H_{22}N_2OS_2$ ) by the sequence of the heteroatoms in the cycle: the structure of the complex  $Ag(A)(SCN)$  was previously described. The complex  $Ag(B)(SCN)$  crystallizes in the orthorhombic system; space group *Pbca*.  $Z = 8$  formula units per unit cell of dimensions  $a = 26.681(9)$ ,  $b = 8.533(5)$ ,  $c = 14.332(8)$  Å. The structure was refined to a conventional *R* of 0.037 for 1200 non-zero independent reflexions measured on a Picker automatic diffractometer. The complex consists of  $Ag(C_{10}H_{22}N_2OS_2)(SCN)$  molecules. The metal atom is located in the cavity of the macrocycle, surrounded by the two N atoms [ $Ag-N$  2.534(7) and 2.453(7) Å] and the two S atoms of the ligand [ $Ag-S$  2.675(2) and 2.855(2) Å]. The distance between Ag and the S atom of the thiocyanate ion [ $Ag-S$  2.539(2) Å] is the same as that found in the  $Ag(A)(SCN)$  structure; but there is no interaction between the metal and the O atom of the macrocycle.

Le ligand macrocyclique oxa-1 diaza-7,10 dithia-4,13 cyclopentadécane  $C_{10}H_{22}N_2OS_2$  (*B*) (Pélissard & Louis, 1972) diffère de l'oxa-1 diaza-4,13 dithia-7,10 cyclopentadécane  $C_{10}H_{22}N_2OS_2$  (*A*) par la séquence des hétéroatomes le long du cycle.



### Partie expérimentale

Le complexe  $Ag(C_{10}H_{22}N_2OS_2)(SCN)$  [ $Ag(B)(SCN)$ ] a été préparé par dissolution de thiocyanate d'argent dans une solution du ligand  $C_{10}H_{22}N_2OS_2$  (*B*) dans un mélange 1/1 méthanol-butanol. Après filtration et évaporation lente on obtient des cristaux que l'on recristallise dans un mélange 1/1 méthanol-acétate d'éthyle.

La détermination des paramètres de la maille a été effectuée initialement sur chambre de précession à la longueur d'onde  $Cu K\alpha$ . La matrice d'orientation du cristal, les dimensions de la maille cristalline et les écarts types sur les paramètres ont été ensuite calculés à partir d'un affinement par moindres carrés sur les valeurs des angles  $\chi$ ,  $\omega$  et  $2\theta$  de 12 réflexions indépendantes centrées automatiquement sur diffractomètre automatique. Les données sont les suivantes:  $Ag(SCN)(C_{10}H_{22}N_2OS_2)$ ,  $M_r = 416,38$ ; orthorhombique; groupe d'espace *Pbca*;  $a = 26,681(9)$ ,  $b = 8,533(5)$ ,  $c = 14,332(8)$  Å;  $V = 3262,9$  Å<sup>3</sup>;  $D_c = 1,695$  pour  $Z = 8$   $D_m = 1,70$  g cm<sup>-3</sup>.

L'enregistrement de l'espace réciproque indépendant a été effectué sur diffractomètre automatique Picker en utilisant un monocristal taillé de forme parallélépipédique de dimensions 0,14 × 0,16 × 0,20 mm. La technique d'enregistrement est la même que celle exposée pour les enregistrements des complexes du Ni<sup>II</sup> et du Pd<sup>II</sup> avec le ligand (*A*) (Louis, Metz & Weiss, 1974; Louis Pélissard & Weiss, 1974).

Les intensités ont été corrigées des facteurs de

La détermination des constantes de stabilité des complexes du ligand (*A*) avec les ions  $Co^{II}$ ,  $Ni^{II}$ ,  $Zn^{II}$ ,  $Cd^{II}$ ,  $Pb^{II}$  et  $Ag^I$  a été effectuée (Arnaud-Neu & Schwing-Weill, 1975) et les structures cristallines des complexes  $[Pd(A)](NO_3)_2$ ,  $[Ni(A)(H_2O)](NO_3)_2$  et  $Ag(A)(SCN)$  ont été déterminées (Louis, Pélissard & Weiss, 1974, 1976; Louis Metz & Weiss, 1974). Pour permettre d'étudier l'influence de la position des hétéroatomes sur la structure et sur la stabilité, nous avons étudié la structure de complexes avec le ligand (*B*) et déterminé les constantes de stabilité des complexes du ligand (*B*) avec les mêmes ions (Louis, Arnaud-Neu, Weiss & Schwing-Weill, 1977).

Nous exposons ici la structure du complexe formé par l'oxa-1 diaza-7,10 dithia-4,13 cyclopentadécane (*B*) avec le thiocyanate d'argent.

Lorentz et de polarisation. Sur 9529 mesures non nulles et indépendantes, nous en avons utilisé initialement 3596 répondant au critère  $\sigma(I) < 0,45I$  pour la résolution de la structure, puis ensuite 1200 satisfaisant au critère  $\sigma(I) < 0,20 I$  pour l'affinement de la structure. Les effets de l'absorption ont été négligés.

### Résolution de la structure et affinement

La position de l'atome d'argent a été déterminée à partir de la fonction de Patterson tridimensionnelle. Les coordonnées de tous les autres atomes ont été trouvées par la méthode de l'atome lourd. Les facteurs de diffusion, les corrections de dispersion anormale, les méthodes d'affinements par moindres carrés et les pondérations sont les mêmes que pour la détermination de la structure du complexe de l'argent avec le ligand (A) (Louis, Péliissard & Weiss, 1976). Le facteur d'agitation thermique isotrope de chaque atome d'hydrogène a été pris égal à  $4,0 \text{ \AA}^2$ . A la fin de l'affinement avec des facteurs d'agitation thermique anisotrope pour tous les atomes sauf pour les atomes d'hydrogène, les déplacements sur les paramètres atomiques sont tous inférieurs

au dixième de l'écart type correspondant. Les résidus sur la fonction différence finale sont tous inférieurs à  $0,3 \text{ e \AA}^{-3}$ . Les facteurs  $R$  et  $R_w$  prennent les valeurs  $0,037$  et  $0,049$ .\*

Les valeurs finales des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique sont groupées dans le Tableau 1. Les écarts types sur les différents paramètres, indiqués entre parenthèses, portent sur le dernier chiffre significatif des grandeurs auxquelles ils se rapportent. Les longueurs de liaisons et les distances interatomiques importantes sont indiquées dans le Tableau 2, les angles de valence et les angles dièdres dans les Tableaux 3 et 4 respectivement.

### Description de la structure et discussion

La structure cristalline de ce composé est constituée par l'empilement de molécules complexes  $\text{Ag}(\text{C}_{10}$ -

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32256: 5 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique anisotrope*

Les facteurs  $\beta_{ij}$  sont multipliés par  $10^5$ , les coordonnées sont multipliées par  $10^4$  pour Ag, O, C, S, N et par  $10^3$  pour H.

|       | <i>x</i>   | <i>y</i>   | <i>z</i>   | $\beta_{11}$ | $\beta_{22}$ | $\beta_{33}$ | $\beta_{12}$ | $\beta_{13}$ | $\beta_{23}$ |
|-------|------------|------------|------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Ag    | 1329,1 (3) | 1567,2 (6) | 1877,2 (5) | 180 (1)      | 1059 (7)     | 515 (4)      | 65 (3)       | -79 (2)      | -93 (5)      |
| O(1)  | 163 (3)    | 176 (7)    | 3034 (5)   | 15 (1)       | 194 (10)     | 72 (4)       | -1 (2)       | -3 (2)       | 11 (6)       |
| C(2)  | -95 (4)    | -635 (14)  | 2309 (8)   | 19 (2)       | 291 (23)     | 70 (8)       | -29 (6)      | -4 (3)       | -19 (11)     |
| C(3)  | 208 (4)    | -1138 (11) | 1514 (7)   | 19 (2)       | 195 (16)     | 54 (6)       | -27 (4)      | 3 (3)        | -2 (8)       |
| S(4)  | 518 (1)    | 514 (2)    | 973 (2)    | 12 (1)       | 127 (2)      | 53 (1)       | -6 (1)       | -2 (1)       | -1 (1)       |
| C(5)  | 843 (3)    | -521 (9)   | 53 (6)     | 15 (1)       | 144 (12)     | 39 (5)       | -8 (4)       | -5 (2)       | -10 (7)      |
| C(6)  | 1324 (3)   | -1288 (8)  | 367 (6)    | 18 (1)       | 115 (11)     | 51 (5)       | -7 (4)       | 1 (2)        | -18 (5)      |
| N(7)  | 1696 (3)   | -108 (6)   | 587 (5)    | 16 (1)       | 103 (9)      | 41 (4)       | -1 (2)       | 1 (2)        | -18 (4)      |
| C(8)  | 2170 (3)   | -765 (10)  | 969 (7)    | 13 (1)       | 159 (14)     | 59 (7)       | 15 (4)       | 4 (3)        | -9 (7)       |
| C(9)  | 2120 (3)   | -1296 (8)  | 1982 (7)   | 17 (1)       | 120 (11)     | 55 (6)       | 14 (3)       | 0 (2)        | 6 (7)        |
| N(10) | 2008 (2)   | 52 (7)     | 2596 (5)   | 13 (1)       | 139 (10)     | 37 (4)       | 3 (2)        | -1 (2)       | 16 (5)       |
| C(11) | 1914 (3)   | -438 (11)  | 3545 (7)   | 15 (2)       | 207 (16)     | 44 (6)       | 11 (4)       | 0 (2)        | 35 (8)       |
| C(12) | 1739 (4)   | 911 (12)   | 4133 (6)   | 17 (2)       | 255 (18)     | 31 (5)       | -5 (4)       | -7 (2)       | 9 (8)        |
| S(13) | 1128 (1)   | 1680 (2)   | 3832 (2)   | 17 (1)       | 132 (2)      | 49 (1)       | -2 (1)       | 2 (0)        | 6 (1)        |
| C(14) | 721 (4)    | 193 (10)   | 4304 (7)   | 19 (2)       | 174 (14)     | 50 (6)       | 0 (4)        | 6 (3)        | 28 (8)       |
| C(15) | 474 (4)    | -805 (11)  | 3566 (8)   | 24 (2)       | 163 (16)     | 92 (9)       | -21 (5)      | -15 (4)      | 49 (9)       |
| S(16) | 1393 (1)   | 4518 (2)   | 1690 (1)   | 23 (0)       | 109 (2)      | 48 (1)       | -6 (1)       | -2 (0)       | 3 (1)        |
| C(17) | 1653 (4)   | 4900 (9)   | 2708 (7)   | 15 (2)       | 111 (11)     | 51 (6)       | -13 (3)      | 7 (3)        | -4 (7)       |
| N(18) | 1845 (3)   | 5172 (9)   | 3414 (7)   | 23 (2)       | 217 (15)     | 60 (6)       | -21 (4)      | 5 (3)        | -17 (7)      |

|        | <i>x</i> | <i>y</i> | <i>z</i> | <i>B</i> |         | <i>x</i> | <i>y</i> | <i>z</i> | <i>B</i> |
|--------|----------|----------|----------|----------|---------|----------|----------|----------|----------|
| H(2,1) | -28      | -165     | 258      | 4,0      | H(9,1)  | 184      | -212     | 199      | 4,0      |
| H(2,2) | -39      | 5        | 203      | 4,0      | H(9,2)  | 247      | -185     | 217      | 4,0      |
| H(3,1) | 49       | -191     | 178      | 4,0      | H(10)   | 232      | 82       | 256      | 4,0      |
| H(3,2) | 1        | -176     | 103      | 4,0      | H(11,1) | 165      | -135     | 355      | 4,0      |
| H(5,1) | 60       | -137     | -25      | 4,0      | H(11,2) | 224      | -94      | 384      | 4,0      |
| H(5,2) | 93       | 25       | -50      | 4,0      | H(12,1) | 172      | 53       | 486      | 4,0      |
| H(6,1) | 125      | -198     | 96       | 4,0      | H(12,2) | 200      | 179      | 416      | 4,0      |
| H(6,2) | 146      | -204     | -16      | 4,0      | H(14,1) | 93       | -49      | 476      | 4,0      |
| H(7)   | 177      | 55       | -2       | 4,0      | H(14,2) | 44       | 69       | 468      | 4,0      |
| H(8,1) | 231      | -167     | 55       | 4,0      | H(15,1) | 79       | -123     | 311      | 4,0      |
| H(8,2) | 246      | 12       | 94       | 4,0      | H(15,2) | 31       | -174     | 388      | 4,0      |

$\text{H}_{22}\text{N}_2\text{OS}_2)(\text{SCN})$ . L'empilement dans la maille élémentaire est représenté sur la Fig. 1.

La molécule complexe est représentée sur la Fig. 2. L'atome d'argent est situé dans la cavité du macrocycle. Il est lié d'une part à l'atome de soufre S(16) de l'ion thiocyanate S(16)C(17)N(18), d'autre part aux deux atomes d'azote N(7) et N(10) et aux deux atomes de soufre S(4) et S(13) du macrocycle. La molécule ne présente globalement aucun élément de symétrie.

La distance Ag–S(16)(thiocyanate) de 2,539 (2) Å est très proche de celle de 2,428 (11) Å observée dans la structure en chaîne coude du thiocyanate d'argent Ag(SCN) (Lindqvist, 1957); elle est identique à celles observées dans le complexe Ag(A)(SCN) [2,526 (2) et 2,534 (2) Å]. L'angle Ag–S(16)–C(17)N(18)-

(thiocyanate) est par contre plus faible, 97,6 (2) au lieu de 103,79° dans Ag(SCN), 106,5 (2) et 103,9 (2)° dans Ag(A)(SCN). La structure du groupement SCN est similaire, S(16)–C(17) 1,647 (9) et C(17)–N(18) 1,159 (14) Å avec un angle S–C–N de 178,5 (5)°. Le groupement thiocyanate ne s'éloigne pas significativement de la linéarité.

Les distances Ag–N(7) et Ag–N(10) de 2,534 (7) et 2,453 (7) Å indiquent le caractère covalent de ces liaisons. Ces valeurs sont similaires à celles trouvées dans le complexe Ag(A)(SCN) et d'autres complexes comme l'antibiotique X537 (Maier & Paul, 1971), la grisorixin (Alléaume & Hickel, 1970) et le [3]-cryptate (Wiest & Weiss, 1973). Les liaisons Ag–S(4) et Ag–S(13) de 2,675 (2) et 2,855 (2) Å présentent un caractère électrostatique, la somme des rayons de covalence étant de 2,57 Å. Cependant ces distances sont du même ordre de grandeur que dans le complexe Ag(A)(SCN): 2,705 (2), 2,787 (2), 3,005 (2) et 2,878 (2) Å. Le caractère électrostatique est donc ici moins prononcé.

Par contre, la différence entre Ag(A)(SCN) et Ag(B)(SCN) réside principalement dans l'interaction entre l'atome métallique et l'atome d'oxygène du macrocycle. La faible interaction [Ag–O(1), 2,883 (5) Å] qui existait dans le composé Ag(A)(SCN) disparaît ici totalement, la distance interatomique Ag...O(1) étant ici de 3,719 (7) Å. Dans la séquence des hétéroatomes sur le macrocycle, l'atome d'oxygène O(1) est ici placé entre les deux atomes de soufre S(4) et S(13) qui ont un rayon ionique plus grand que celui de l'azote. Ceci ajouté à la faible affinité de l'ion  $\text{Ag}^I$  pour l'atome d'oxygène d'une fonction éther, donc la faible énergie de la liaison Ag–O, défavorise encore l'interaction Ag...O(1) comparativement au cas du complexe Ag(A)(SCN).

Le polyèdre de coordination autour du métal (Fig. 3) peut être défini comme un état intermédiaire entre la pyramide à base carrée dont le sommet est occupé par l'atome de soufre S(16), et la bipyramide trigonale dont

Tableau 2. Longueurs des liaisons et distances interatomiques (Å)

|             |            |               |            |
|-------------|------------|---------------|------------|
| Ag...O(1)   | 3,719 (7)  | Thiocyanate   |            |
| Ag–S(4)     | 2,675 (2)  | S(16)–C(17)   | 1,647 (9)  |
| Ag–N(7)     | 2,534 (7)  | C(17)–N(18)   | 1,159 (14) |
| Ag–N(10)    | 2,453 (7)  |               |            |
| Ag–S(13)    | 2,855 (2)  |               |            |
| Ag–S(16)    | 2,539 (2)  |               |            |
| O(1)–C(2)   | 1,427 (13) | O(1)...S(4)   | 3,115 (9)  |
| C(2)–C(3)   | 1,463 (15) | O(1)...S(13)  | 3,096 (8)  |
| C(3)–S(4)   | 1,810 (9)  | S(4)...N(7)   | 3,233 (7)  |
| S(4)–C(5)   | 1,808 (9)  | S(4)...N(10)  | 4,623 (8)  |
| C(5)–C(6)   | 1,511 (13) | S(4)...S(13)  | 4,520 (5)  |
| C(6)–N(7)   | 1,447 (11) | S(4)...S(16)  | 4,264 (5)  |
| N(7)–C(8)   | 1,489 (12) | N(7)...N(10)  | 3,000 (11) |
| C(8)–C(9)   | 1,526 (14) | N(7)...S(13)  | 5,124 (8)  |
| C(9)–N(10)  | 1,479 (10) | N(7)...S(16)  | 4,329 (8)  |
| N(10)–C(11) | 1,446 (12) | N(10)...S(13) | 3,254 (7)  |
| C(11)–C(12) | 1,502 (14) | N(10)...S(16) | 4,348 (8)  |
| C(12)–S(13) | 1,809 (9)  | S(13)...S(16) | 3,973 (5)  |
| S(13)–C(14) | 1,802 (9)  |               |            |
| C(14)–C(15) | 1,510 (15) |               |            |
| C(15)–O(1)  | 1,405 (13) |               |            |

Tableau 3. Angles de valence (°)

|                   |           |                |            |
|-------------------|-----------|----------------|------------|
| O(1)–C(2)–C(3)    | 116,1 (5) | S(4)–Ag–N(7)   | 76,6 (1)   |
| C(2)–C(3)–S(4)    | 111,0 (4) | S(4)–Ag–N(10)  | 128,6 (1)  |
| C(3)–S(4)–C(5)    | 98,6 (3)  | S(4)–Ag–S(13)  | 109,59 (7) |
| S(4)–C(5)–C(6)    | 113,6 (3) | S(4)–Ag–S(16)  | 109,69 (7) |
| C(5)–C(6)–N(7)    | 110,2 (4) | N(7)–Ag–N(10)  | 73,9 (2)   |
| C(6)–N(7)–C(8)    | 113,5 (5) | N(7)–Ag–S(13)  | 143,8 (1)  |
| N(7)–C(8)–C(9)    | 112,8 (4) | N(7)–Ag–S(16)  | 117,2 (1)  |
| C(8)–C(9)–N(10)   | 110,5 (4) | N(10)–Ag–S(13) | 75,1 (1)   |
| C(9)–N(10)–C(11)  | 111,6 (5) | N(10)–Ag–S(16) | 121,1 (1)  |
| N(10)–C(11)–C(12) | 111,1 (5) | S(13)–Ag–S(16) | 94,72 (7)  |
| C(11)–C(12)–S(13) | 115,0 (3) | Ag–S(4)–C(3)   | 115,1 (2)  |
| C(12)–S(13)–C(14) | 101,4 (4) | Ag–S(4)–C(5)   | 97,5 (2)   |
| S(13)–C(14)–C(15) | 113,4 (4) | Ag–N(7)–C(6)   | 106,6 (2)  |
| C(14)–C(15)–O(1)  | 107,5 (5) | Ag–N(7)–C(8)   | 105,8 (2)  |
| C(15)–O(1)–C(2)   | 113,0 (6) | Ag–N(10)–C(9)  | 108,0 (2)  |
| Ag–S(16)–C(17)    | 97,6 (2)  | Ag–N(10)–C(11) | 114,7 (2)  |
| S(16)–C(17)–N(18) | 178,5 (5) | Ag–S(13)–C(12) | 93,0 (2)   |
|                   |           | Ag–S(13)–C(14) | 117,2 (2)  |

Tableau 4. Angles dièdres (°)

|                         |         |
|-------------------------|---------|
| O(1)–C(2)–C(3)–S(4)     | –57,75  |
| C(2)–C(3)–S(4)–C(5)     | –179,75 |
| C(3)–S(4)–C(5)–C(6)     | –81,37  |
| S(4)–C(5)–C(6)–N(7)     | –68,84  |
| C(5)–C(6)–N(7)–C(8)     | 175,78  |
| C(6)–N(7)–C(8)–C(9)     | –75,30  |
| N(7)–C(8)–C(9)–N(10)    | –63,72  |
| C(8)–C(9)–N(10)–C(11)   | 174,67  |
| C(9)–N(10)–C(11)–C(12)  | –173,03 |
| N(10)–C(11)–C(12)–S(13) | 67,43   |
| C(11)–C(12)–S(13)–C(14) | 75,23   |
| C(12)–S(13)–C(14)–C(15) | –107,91 |
| S(13)–C(14)–C(15)–O(1)  | –63,71  |
| C(14)–C(15)–O(1)–C(2)   | –179,66 |
| C(15)–O(1)–C(2)–C(3)    | –72,26  |

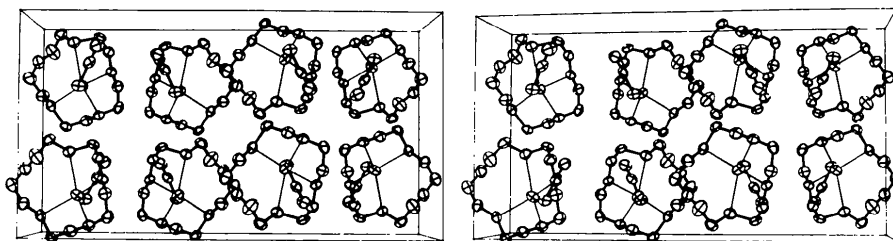


Fig. 1. Empilement des molécules complexes dans la maille élémentaire (vue stéréoscopique).

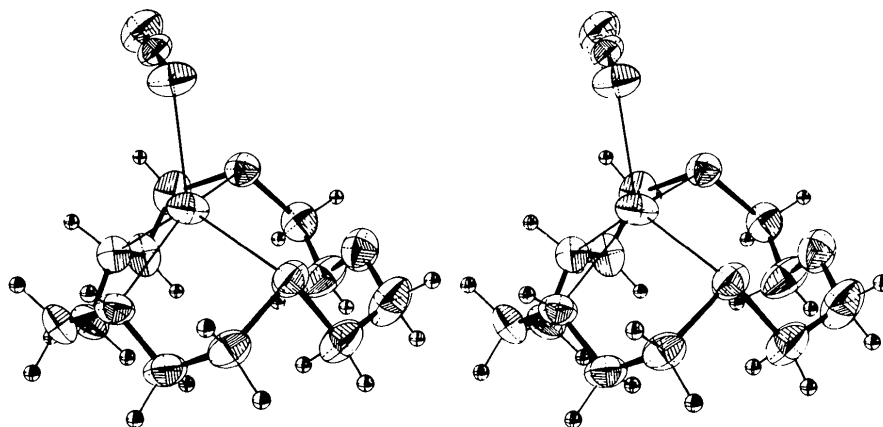
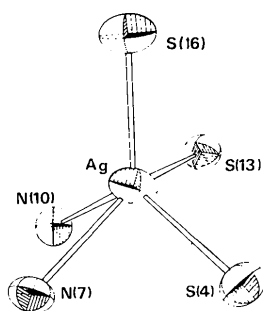
Fig. 2. Molécule complexe  $\text{Ag}(\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{OS}_2)(\text{SCN})$  (vue stéréoscopique).

Fig. 3. Entourage de l'atome d'argent.

les sommets sont occupés par les atomes N(7) et S(13). Les distances interatomiques hétéroatome-hétéroatome voisins varient entre 3,000 (11) [N(7)···N(10)] et 4,520 (5) Å [S(4)···S(13)] et les angles de valence hétéroatome-métal-hétéroatome entre 76,7 (1) [S(4)-Ag-N(7)] et 121,1 (1)° [N(10)-Ag-S(16)].

L'examen des angles de valence (Tableau 3) et des angles dièdres (Tableau 4) le long du macrocycle montre qu'il n'existe aucune tension particulière et que la conformation est très proche de celle d'un réseau diamant.

La cohésion cristalline est assurée par des contacts de van der Waals et par des liaisons hydrogène.

L'atome d'azote N(18) de l'ion thiocyanate est lié par deux liaisons hydrogène aux deux atomes d'azote N(7) et N(10) appartenant chacun à une molécule voisine: N(18)···N(7) 3,140 et N(18)···N(10) 3,274 Å. De même avec les atomes de carbone voisins les contacts sont courts, N(18)···C(6) 3,267 et N(18)···C(11) 3,354 Å. Les autres valeurs sont supérieures à 3,5 Å.

### Références

- ALLÉAUME, M. & HICKEL, D. (1970). *Chem. Commun.* p. 1422.
- ARNAUD-NEU, F. & SCHWING-WEILL, M. J. (1975). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **11**, 131-138.
- LINDQVIST, I. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 29-32.
- LOUIS, R., ARNAUD-NEU, F., WEISS, R. & SCHWING-WEILL, M. J. (1977). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* Sous presse.
- LOUIS, R., METZ, B. & WEISS, R. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 774-780.
- LOUIS, R., PÉLISSARD, D. & WEISS, R. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 1889-1894.
- LOUIS, R., PÉLISSARD, D. & WEISS, R. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1480-1485.
- MAIER, C. A. & PAUL, I. C. (1971). *Chem. Commun.* p. 181.
- PÉLISSARD, D. & LOUIS, R. (1972). *Tetrahedron Lett.* **45**, 4589-4592.
- WIEST, R. & WEISS, R. (1973). *Chem. Commun.* pp. 678-679.