

que les structures établies pour les deux composés CCH et CBH sont identiques à ceci près que nous avons utilisé deux cristaux énantiomorphes (on passe d'une structure à l'autre en inversant le signe de la cote  $z$ ). Les chlorure et bromure de calcium hexahydratés sont donc bien isotopes. Ajoutons qu'ils sont isotopes de  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  puisque d'après Agron & Busing (1969) les hexahydrates des chlorures de Sr et de Ca le sont. Les principales distances et les principaux angles sont répertoriés dans le Tableau 2. Dans les deux cas l'atome de calcium est entouré de neuf molécules d'eau formant un prisme à base triangulaire avec les faces latérales surmontées d'une pyramide. Les molécules d'eau formant la base triangulaire du prisme sont communes à deux atomes de calcium ce qui crée des chaînes de polyèdres  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{O})_6$  le long de l'axe  $c$ . Les chaînes parallèles de polyèdres sont reliées entre elles par des atomes d'halogène qui forment des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau.

Dans le CCH, l'atome de calcium présente un environnement différent de celui qu'il a dans des hydrates inférieurs des chlorures. En effet dans  $\text{CaCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Thewalt & Bugg, 1973) et  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Leclaire & Borel, 1977) le calcium a un indice de coordination de six constitué respectivement

par les quatre oxygènes des  $4\text{H}_2\text{O}$  et deux chlores pour le premier, par les deux oxygènes des  $2\text{H}_2\text{O}$  et quatre chlores pour le second.

### Références

- ABRAHAMS, S. C. & KEVE, E. T. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 157–165.  
 AGRON, P. A. & BUSING, W. R. (1969). Ann. Progr. Rep. ORNL-4437, pp. 118–119. Chemistry Division, Oak Ridge National Laboratory.  
 BAUR, W. H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 909–916.  
 CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 HAMILTON, W. C. & ABRAHAMS, S. C. (1972). *Acta Cryst.* **A28**, 215–218.  
 HERMANN, Z. (1931). *Z. anorg. allgem. Chem.* **197**, 212–218.  
 JENSEN, A. T. (1940). *Kgl. Danske Vidensk. Selsk. Mat. Fys. Medd.* **17**, 27.  
 LECLAIRE, A. & BOREL, M. M. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1608–1610.  
 MARIGNAC, C. (1856). *Ann. Min., Paris*, pp. 1–52.  
 THEWALT, U. & BUGG, C. E. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 615–617.

*Acta Cryst.* (1977). **B33**, 2940–2943

## Le Triphényl-2,5,6 Dithia( $\text{S}^{\text{IV}}$ )-1,6a Aza-6 Pentalène

PAR M. M. BOREL ET A. LECLAIRE

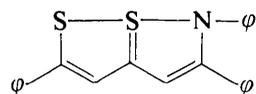
Laboratoire de Cristallographie et Chimie du Solide, LA 251, Laboratoires de Chimie Minérale B et de Cristallographie–Minéralogie, UER de Sciences, Université de Caen, 14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 12 mai 1977, accepté le 17 mai 1977)

**Abstract.**  $\text{S}_2\text{NC}_{23}\text{H}_{17}$ , orthorhombic,  $P2_12_12_1$ ;  $a = 13.238$  (3),  $b = 13.710$  (2),  $c = 10.480$  (5) Å,  $Z = 4$ ,  $D = 1.276 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\mu/\rho = 2.16 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ . The structure was solved by the direct method and refined to  $R = 0.034$  and  $R_w = 0.037$ . There is only one independent molecule, with a  $\text{S} \cdots \text{N}$  interaction.

**Introduction.** Les cristaux ont été préparés et fournis par M. Le Coustumer (Laboratoire des Composés Thioorganiques de Caen), qui étudie la structure moléculaire des azadithiapentalènes. Une étude par infra-rouge du composé, enrichi en  $^{15}\text{N}$  à 50%, a montré qu'il y avait deux vibrations (région  $1550 \text{ cm}^{-1}$  et région  $1400 \text{ cm}^{-1}$ ) affectées par le marquage. Ces deux vibrations pourraient être attribuées, l'une à  $\text{C}=\text{N}$  et l'autre à  $\text{C}-\text{N}$ . Le composé pourrait alors se présenter sous deux formes: l'une avec une interaction

$\text{S}-\text{N}$  correspondant à  $\text{C}-\text{N}$ , l'autre correspondant à  $\text{C}=\text{N}$  et sans interaction  $\text{S}-\text{N}$ . En effet, dans un composé analogue à celui de notre étude, où l'atome d'azote est remplacé par un atome d'oxygène – le (*p*-diméthylanilino)-2 phényl-4 dithia-6,6a furoptène,  $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{NOS}_2$  – Sæthre & Hordvik (1975) observèrent dans l'unité asymétrique de la maille cristalline deux molécules indépendantes qui présentaient des distances  $\text{S} \cdots \text{O}$  différentes [2,440 (3) et 2,287 (3) Å]. Pour préciser cet aspect, nous avons entrepris une étude par diffraction des rayons X du composé (A).



(A)

Les diagrammes de Bragg, Weissenberg et Buerger, ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisés à l'aide du diffractomètre.

Les intensités diffractées ont été collectées à l'aide d'un diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius avec le rayonnement  $K\alpha$  du molybdène ( $\lambda = 0,71069$  Å) isolé par un monochromateur à lame de graphite. Les mesures ont été faites jusqu'à l'angle de Bragg  $\theta = 37,5^\circ$  avec un balayage  $\omega-2\theta$  d'amplitude  $\Delta = (1,05 + 0,35 \text{ tg } \theta)^\circ$  et une ouverture de compteur de  $(3,00 + 0,80 \text{ tg } \theta)$  mm. La vitesse de balayage fut ajustée de façon à avoir ou à approcher  $\sigma(I)/I = 0,018$  pour un temps de mesure limité à 60 s. Le fond continu a été déterminé en étendant l'intervalle de balayage de 25% de part et d'autre de la réflexion. La mesure de trois

réflexions de contrôle toutes les 2000 s a permis de constater que le produit n'était pas altéré par le rayonnement X. Le cristal utilisé avait la forme d'un prisme droit de dimensions  $0,15 \times 0,15 \times 0,6$  mm.

1124 réflexions satisfaisant au test  $I \geq 3\sigma(I)$  ont servi à résoudre et à affiner la structure. Elles ont été corrigées des phénomènes de Lorentz et de polarisation, mais nous avons négligé l'absorption ( $\mu r = 0,05$ ).

La structure a été résolue par les méthodes directes. La détermination des phases correspondant aux facteurs de structures normalisés les plus forts ( $E > 1,35$ ) a été réalisée en utilisant le programme *MULTAN* de Germain, Main & Woolfson (1971).

Les coordonnées et les facteurs d'agitation thermique anisotropes des atomes de soufre, d'azote et de carbone ont été affinés par une méthode de moindres carrés avec une matrice complète. Les facteurs  $R$  et  $R_w$  sont alors 0,056 et 0,064.

Les facteurs de diffusion atomique ont été calculés à partir des tables publiées par Cromer & Waber (1965). Nous avons tenu compte de la dispersion anormale du soufre (Cromer, 1965).

Les sections de Fourier différences calculées après affinement ont permis de localiser tous les atomes d'hydrogène. L'introduction de ces derniers dans les calculs d'affinement a conduit aux facteurs  $R = 0,034$ ,  $R_w = 0,037$ .

Les paramètres atomiques figurent dans le Tableau 1.\*

**Discussion.** Les principales distances intramoléculaires et les principaux angles de la molécule représentée sur la Fig. 1 sont résumés dans le Tableau 2. Dans les phényles, les atomes de carbone et d'hydrogène ne s'écartent pas significativement de leurs plans moyens respectifs.

Les équations de ces plans sont:

- pour les C(11) à C(16)  
 $0,4450X + 0,7379Y - 0,5074Z + 1,5884 = 0$ ,
  - pour les C(21) à C(26)  
 $0,6559X - 0,34124Y + 0,6741Z + 0,7216 = 0$ ,
  - pour les C(31) à C(36)  
 $0,6891X - 0,6611Y - 0,2968Z + 3,6872 = 0$ ,
- avec:  $X = ax$ ,  $Y = by$ ,  $Z = cz$ .

Les distances C–C aromatiques sont comprises entre 1,364 et 1,408 Å avec une moyenne de 1,39 Å. Les angles de liaisons varient de  $118,7^\circ$  à  $121,6^\circ$  avec une moyenne de  $120^\circ$ .

Les atomes S(1), S(2), N, C(1), C(2), C(3), C(4), C(5) et les atomes d'hydrogène correspondants sont, aux erreurs près, situés dans un plan d'équation:

$$-0,2406X + 0,8498Y - 0,4690Z - 1,4331 = 0.$$

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32712: 10 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 ( $\times 10^4$ ; pour les H,  $\times 10^3$ )

	x	y	z
S(1)	-2941 (1)	1742 (1)	3135 (1)
S(2)	-3622 (1)	2427 (1)	5107 (2)
N	-2293 (3)	1285 (3)	1678 (4)
C(1)	-2474 (5)	2877 (4)	-4453 (5)
C(2)	-1676 (4)	2756 (4)	4754 (5)
C(3)	-1792 (4)	2259 (4)	3566 (5)
C(4)	-1034 (4)	2109 (4)	2678 (5)
C(5)	-1323 (4)	1559 (4)	1620 (5)
C(11)	-2364 (4)	3398 (4)	-3196 (6)
C(12)	-1508 (4)	3276 (4)	-2464 (6)
C(13)	-1404 (7)	3809 (6)	-1322 (7)
C(14)	-2145 (8)	4442 (7)	-957 (7)
C(15)	-3002 (6)	4570 (6)	-1675 (7)
C(16)	-3132 (5)	4032 (5)	-2808 (6)
C(21)	-642 (4)	1243 (4)	575 (6)
C(22)	-711 (4)	306 (4)	62 (6)
C(23)	-63 (4)	37 (5)	-915 (6)
C(24)	644 (5)	689 (6)	-1371 (6)
C(25)	716 (5)	1612 (6)	-835 (6)
C(26)	78 (4)	1891 (4)	142 (6)
C(31)	-2908 (4)	906 (4)	679 (6)
C(32)	-3565 (5)	139 (5)	958 (6)
C(33)	-4218 (5)	-190 (5)	13 (8)
C(34)	-4206 (5)	240 (5)	-1185 (8)
C(35)	-3539 (5)	991 (5)	-1461 (6)
C(36)	-2897 (5)	1340 (5)	-537 (6)
H(C2)	-96 (5)	319 (5)	489 (6)
H(C4)	-34 (5)	242 (5)	276 (6)
H(C12)	-93 (5)	280 (5)	-271 (6)
H(C13)	-74 (5)	363 (5)	-83 (6)
H(C14)	-207 (5)	490 (5)	-23 (6)
H(C15)	-361 (5)	501 (5)	-135 (6)
H(C16)	-374 (5)	407 (5)	-329 (6)
H(C22)	-121 (5)	-23 (5)	28 (6)
H(C23)	-14 (5)	-57 (5)	-119 (6)
H(C24)	105 (5)	59 (5)	-199 (6)
H(C25)	112 (5)	203 (5)	-110 (6)
H(C26)	11 (5)	257 (5)	50 (6)
H(C32)	-355 (5)	-28 (5)	171 (6)
H(C33)	-470 (5)	-72 (5)	22 (6)
H(C34)	-465 (5)	6 (5)	-173 (6)
H(C35)	-354 (5)	134 (5)	-232 (6)
H(C36)	-236 (5)	199 (5)	-59 (6)

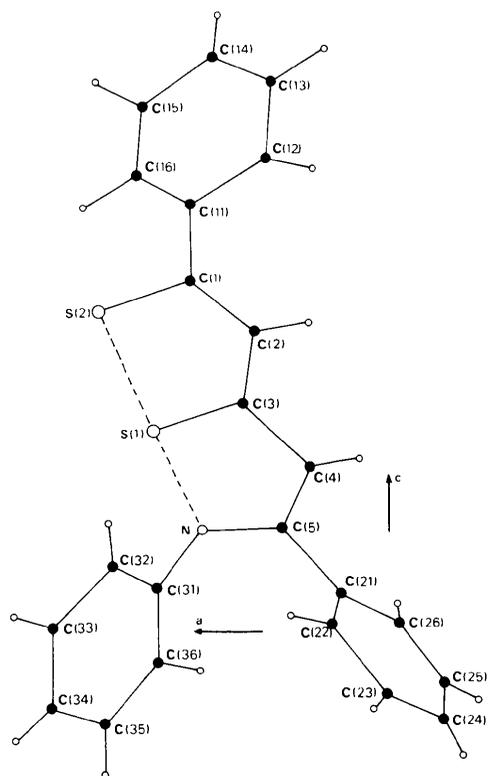


Fig. 1. Projection de la structure suivant la direction [010].

Le phényle attaché à C(1) forme avec l'hétérobicyclic un angle dièdre de 45°. Ceux attachés respectivement à C(5) et à N forment avec l'hétérobicyclic des angles dièdres de 140° et 126°. Contrairement au composé étudié par Sæthre & Hordvik (1975), il n'y a qu'une molécule par unité asymétrique. Ce résultat peut être interprété de deux façons: soit que les coordonnées atomiques observées sont des moyennes résultant de la superposition de deux formes, soit qu'il n'y a réellement qu'une seule forme correspondant à la formule développée (A).

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles (°)

S(1)–S(2)	2,440 (2)	C(21)–C(22)	1,392 (9)
S(1)–N	1,860 (4)	C(22)–C(23)	1,386 (9)
S(1)–C(3)	1,740 (6)	C(22)–H(C22)	1,00 (7)
S(2)–C(1)	1,707 (6)	C(23)–C(24)	1,378 (9)
N–C(5)	1,341 (6)	C(23)–H(C23)	0,96 (7)
C(1)–C(2)	1,355 (9)	C(24)–C(25)	1,385 (9)
C(2)–H(C2)	1,09 (7)	C(24)–H(C24)	0,76 (7)
C(2)–C(3)	1,426 (9)	C(25)–C(26)	1,381 (9)
C(3)–C(4)	1,385 (9)	C(25)–H(C25)	0,83 (7)
C(4)–H(C4)	1,05 (7)	C(26)–C(21)	1,380 (9)
C(4)–C(5)	1,393 (9)	C(26)–H(C26)	1,03 (7)
		C(21)–C(5)	1,483 (9)
Cycles			
C(11)–C(12)	1,380 (9)	C(31)–C(32)	1,394 (9)
C(12)–C(13)	1,408 (9)	C(32)–C(33)	1,390 (9)
C(12)–H(C12)	1,03 (7)	C(32)–H(C32)	1,01 (7)
C(13)–C(14)	1,364 (9)	C(33)–C(34)	1,385 (9)
C(13)–H(C13)	1,05 (7)	C(33)–H(C33)	1,02 (7)
C(14)–C(15)	1,374 (9)	C(34)–C(35)	1,386 (9)
C(14)–H(C14)	0,96 (7)	C(34)–H(C34)	0,88 (7)
C(15)–C(16)	1,406 (9)	C(35)–C(36)	1,375 (9)
C(15)–H(C15)	1,05 (7)	C(35)–H(C35)	1,04 (7)
C(16)–C(11)	1,399 (9)	C(36)–C(31)	1,401 (9)
C(16)–H(C16)	0,99 (7)	C(36)–H(C36)	1,15 (7)
C(11)–C(1)	1,503 (9)	C(31)–N	1,426 (9)
S(2)–S(1)–N	173,9 (2)	C(1)–C(11)–C(16)	118,7 (6)
S(2)–S(1)–C(3)	87,0 (2)	C(16)–C(11)–C(12)	120,8 (6)
C(3)–S(1)–N	86,8 (2)	C(12)–C(11)–C(1)	120,8 (6)
S(1)–S(2)–C(1)	92,0 (2)	C(11)–C(12)–C(13)	119,3 (6)
S(2)–C(1)–C(2)	119,4 (4)	C(11)–C(12)–H(C12)	125 (4)
S(2)–C(1)–C(11)	119,5 (4)	C(13)–C(12)–H(C12)	116 (4)
C(11)–C(1)–C(2)	121,1 (6)	C(12)–C(13)–C(14)	119,7 (6)
C(1)–C(2)–C(3)	120,6 (6)	C(12)–C(13)–H(C13)	116 (4)
C(1)–C(2)–H(C2)	121 (4)	C(14)–C(13)–H(C13)	124 (4)
H(C2)–C(2)–C(3)	118 (4)	C(13)–C(14)–C(15)	121,6 (6)
C(2)–C(3)–S(1)	120,9 (4)	C(13)–C(14)–H(C14)	121 (4)
C(2)–C(3)–C(4)	125,3 (6)	C(15)–C(14)–H(C14)	117 (4)
S(1)–C(3)–C(4)	113,7 (6)	C(14)–C(15)–C(16)	119,7 (6)
C(3)–C(4)–C(5)	114,5 (6)	C(14)–C(15)–H(C15)	119 (4)
C(3)–C(4)–H(C4)	121 (4)	C(16)–C(15)–H(C15)	120 (4)
H(C4)–C(4)–C(5)	124 (4)	C(15)–C(16)–C(11)	118,7 (6)
C(4)–C(5)–N	112,2 (6)	C(15)–C(16)–H(C16)	117 (4)
C(4)–C(5)–C(21)	125,2 (6)	C(11)–C(16)–H(C16)	124 (4)
N–C(5)–C(21)	122,4 (6)		
S(1)–N–C(5)	112,8 (4)		
S(1)–N–C(31)	117,3 (3)		
C(5)–N–C(31)	128,2 (4)		

Tableau 2 (suite)

C(5)–C(21)–C(22)	120,8 (6)	N–C(31)–C(32)	118,5 (6)
C(5)–C(21)–C(26)	118,5 (6)	N–C(31)–C(36)	120,3 (6)
C(22)–C(21)–C(26)	120,6 (6)	C(32)–C(31)–C(36)	121,0 (6)
C(21)–C(22)–C(23)	119,2 (6)	C(31)–C(32)–C(33)	118,9 (6)
C(23)–C(22)–H(C22)	132 (4)	C(33)–C(32)–H(C32)	125 (4)
C(21)–C(22)–H(C22)	109 (4)	C(31)–C(32)–H(C32)	115 (4)
C(22)–C(23)–C(24)	120,4 (6)	C(32)–C(33)–C(34)	120,0 (6)
C(22)–C(23)–H(C23)	111 (4)	C(32)–C(33)–H(C33)	119 (4)
C(24)–C(23)–H(C23)	128 (4)	C(34)–C(33)–H(C33)	121 (4)
C(23)–C(24)–C(25)	119,7 (6)	C(33)–C(34)–C(35)	120,7 (6)
C(23)–C(24)–H(C24)	121 (4)	C(35)–C(34)–H(C34)	119 (4)
C(25)–C(24)–H(C24)	119 (4)	C(33)–C(34)–H(C34)	120 (4)
C(24)–C(25)–C(26)	120,7 (6)	C(34)–C(35)–C(36)	120,4 (6)
C(24)–C(25)–H(C25)	123 (4)	C(36)–C(35)–H(C35)	123 (4)
C(26)–C(25)–H(C25)	117 (4)	C(34)–C(35)–H(C35)	116 (4)
C(25)–C(26)–C(21)	119,3 (6)	C(35)–C(36)–C(31)	118,9 (6)
C(21)–C(26)–H(C26)	123 (4)	C(35)–C(36)–H(C36)	113 (4)
C(25)–C(26)–H(C26)	117 (4)	C(31)–C(36)–H(C36)	128 (4)

Les ellipsoïdes d'agitation thermique anisotrope des atomes de soufre et d'azote ont leur grand axe approximativement perpendiculaire au plan du bicyclic (leurs angles respectifs avec la normale au plan sont inférieurs à 20°) et les déplacements carrés moyens ont des valeurs normales pour ce type de composé.

De plus, dans le cas de l'azote, le petit axe de l'ellipsoïde se trouve dans la direction où devrait se trouver son grand axe si les coordonnées atomiques étaient une moyenne de deux positions voisines.

Tous ces faits plaident en faveur de la seconde hypothèse, c'est à dire qu'il y a une seule forme de la molécule dans le cristal.

D'autre part, nous constatons que dans le cycle S(1), C(3), C(4), C(5), N, les angles ayant comme sommets des atomes de carbone, sont tous systématiquement inférieurs à 120° et valent environ 113°; ceci pourrait être le résultat d'une interaction S...N. En effet, si les angles de liaisons des atomes de carbone étaient de 120° dans ce cycle comme ils le sont dans les trois phényles et le cycle S(1), S(2), C(1), C(2), C(3), l'atome d'azote serait à plus de 2,4 Å du soufre S(1).

En conséquence, le fait qu'il n'y a qu'une seule molécule par unité asymétrique et qu'il y a très probablement une interaction S...N, nous permet de conclure à l'absence de tautomérie de valence pour ce composé à l'état cristallin. En plus, l'agitation thermique anisotrope de l'atome de soufre S(1) ne permet pas de lui attribuer un effet de 'battant de cloche' que Shen & Hedberg (1974), et Gleiter & Hoffmann (1968) proposent pour les atomes de soufre des trithiapentalènes.

#### Références

- CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17–23.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 GLEITER, R. & HOFFMANN, R. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 5899.  
 SÆTHRE, L. & HORDVIK, A. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 30–37.  
 SHEN, Q. & HEDBERG, K. (1974). *J. Amer. Chem. Soc.* **96**, 289–291.

*Acta Cryst.* (1977). **B33**, 2943–2945

### Tri- $\mu$ -chloro-bis( $\eta$ -cycloheptatrienyl)dimolybdenum Tetrafluoroborate at $-60^\circ\text{C}$

By N. W. ALCOCK

*Department of Molecular Sciences, University of Warwick, Coventry CV4 7AL, England*

(Received 25 April 1977; accepted 21 May 1977)

**Abstract.**  $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{BCl}_3\text{F}_4\text{Mo}_2$ , tetragonal, *I4*. At  $-60^\circ\text{C}$ ,  $a = 11.8920(8)$ ,  $c = 12.9105(15)$  Å,  $V = 1825.8$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 2.06$  g cm<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 18.2$  cm<sup>-1</sup>. The cation (symmetry 2) contains three bridging Cl atoms and apparently symmetrical, planar  $\text{C}_7\text{H}_7$  rings; the Mo–Mo distance is 3.051(1) Å, corresponding to a single bond. There is some rotational disorder in both the cation and the anion. The structure has also been determined at 20°C to less precision.

**Introduction.** Crystals of the title compound were provided by Dr M. L. H. Green (Ashworth, Green & Knight, 1974). They were deep-green, air-stable and of well developed tabular form (principal faces {001}, bounded by {111}). Data were collected on a Syntex *P2*<sub>1</sub> diffractometer with graphite-monochromatized Mo *K* $\alpha$  radiation, to a  $2\theta_{\text{max}}$  of 50°, at scan rates between 1.0 and 29.3° min<sup>-1</sup>, depending on the intensity of a 2 s pre-scan. The crystal was held at  $-60^\circ\text{C}$  with the Syntex L-T 1 attachment. Three standard reflexions were used; these showed no significant change in

intensity. After correction for Lorentz, polarization and absorption effects, 801 reflexions were considered observed [ $I/\sigma(I) \geq 3.0$ ] and used in refinement. Data were also collected at 20°C on a Picker card-controlled diffractometer, and used for an initial structure solution; the cell parameters were  $a = 11.985(5)$ ,  $c = 13.049(9)$  Å,  $V = 1874.4$  Å<sup>3</sup>.

The lack of systematic absences indicates space groups *I4*,  $I\bar{4}$  or *I4/m*. A Patterson synthesis located the Mo atom with  $z$  close to or precisely zero,  $x$  and  $y$  being consistent with a molecule centred on ( $\frac{1}{2}, 0, 0$ ) and with either 2 (*I4*,  $I\bar{4}$ ) or 2/*m* (*I4/m*) symmetry, with disorder in the latter. Further differences between the space groups are that for *I4* and *I4/m*, but not  $I\bar{4}$ , the Mo  $z$  coordinates are all zero. For *I4* the triangles of Cl atoms all point in one direction, for  $I\bar{4}$  they are alternately up and down, and for *I4/m* both orientations are superimposed. Location of the remaining atoms and refinement proceeded satisfactorily in space group *I4*, which was therefore selected.

The cation and anion each lie on twofold axes. With