

- HATHAWAY, B. J. & BILLING, D. E. (1970). *Coord. Chem. Rev.* **5**, 143–207.
- HATHAWAY, B. J. & HODGSON, P. G. (1973). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **35**, 4071–4081.
- HATHAWAY, B. J. & MURPHY, A. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 295–299.
- HATHAWAY, B. J., PROCTOR, I. M., SLADE, R. C. & TOMLINSON, A. A. G. (1969). *J. Chem. Soc. A*, pp. 2219–2224.
- HATHAWAY, B. J., RAY, N. J., KENNEDY, D. M., O'BRIEN, N. & MURPHY, B. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1371–1377.
- HUQ, F. & SKAPSKI, A. C. (1971). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1927–1931.
- KAISER, J., BRAUER, G., SCHRODER, F. A., TAYLOR, F. & RASMUSSEN, S. E. (1974). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 1490–1493.
- KASEMPIMOLPORN, V., TYAGI, S. & HATHAWAY, B. J. (1980). Unpublished data.
- KENNEDY, D. M., RAY, N. J., SHEAHAN, R., POWER, M. & HATHAWAY, B. J. (1980). Unpublished data.
- NAKAI, H. (1971). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **44**, 2412–2415.
- NARDIN, G., RANDACCIO, L., BONOMO, R. & PIZZARELLI, E. (1980). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 369–375.
- POWER, P. C. & HATHAWAY, B. J. (1980). Unpublished data.
- PROCTOR, I. M., HATHAWAY, B. J., BILLING, D. E., DUDLEY, R. J. & NICHOLLS, P. (1969). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1192–1197.
- PROCTOR, I. M., HATHAWAY, B. J. & NICHOLLS, P. (1968). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1678–1684.
- PROCTOR, I. M. & STEPHENS, F. S. (1969). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1248–1255.
- RAY, N. J., HULETT, L., SHEAHAN, R. & HATHAWAY, B. J. (1978). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **14**, 305–308.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX 76*. A program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- SIMMONS, C. J., LUNDEEN, M., PAYNE, P. W., SEFF, K. & HATHAWAY, B. J. (1980). *Inorg. Chem.* Submitted.
- SIMMONS, C. J., SEFF, K., CLIFFORD, F. & HATHAWAY, B. J. (1980). *Acta Cryst.* Submitted.
- STEPHENS, F. S. (1969). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 883–890, 1248–1255, 2081–2087.
- STEPHENS, F. S. & TUCKER, P. A. (1973). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2293–2297.
- STYNES, H. C. & IBERS, J. A. (1971). *Inorg. Chem.* **10**, 2304–2308.
- SUTTON, L. E. (1959). Spec. Publ. No. 11. London: The Chemical Society.
- SUTTON, L. E. (1965). Spec. Publ. No. 18. London: The Chemical Society.
- WALSH, B., POWER, P. C. & HATHAWAY, B. J. (1981). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* To be published.

*Acta Cryst.* (1981). **B37**, 1520–1523

## Bis(1,2-diaminoethan)-1,6-diiodoplatin(IV) Diiodid Dihydrat, $1,6\text{-}[\text{Pt}(\text{en})_2\text{I}_2]\text{I}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

VON BERNHARD FRECKMANN UND KARL-FRIEDRICH TEBBE

Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln, Greinstrasse 6, D-5000 Köln 41, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 12. November 1980; angenommen am 6. Februar 1981)

### Abstract

$[\text{Pt}(\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2)_2\text{I}_2]\text{I}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{C}_4\text{H}_{16}\text{I}_2\text{N}_4\text{Pt}^{2+} \cdot 2\text{I}^- \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , is triclinic,  $P\bar{1}$ , with  $a = 7.151(5)$ ,  $b = 7.729(5)$ ,  $c = 8.331(7)$  Å,  $\alpha = 111.80(8)$ ,  $\beta = 96.28(7)$ ,  $\gamma = 98.09(6)^\circ$ ,  $V = 426.1$  Å<sup>3</sup>,  $D_c = 3.36$  Mg m<sup>-3</sup>,  $Z = 1$ . The compound may be prepared in solution by oxidative addition of  $\text{I}_2$  to  $[\text{Pt}(\text{en})_2]\text{I}_2$ . The structure has been solved by Patterson and Fourier methods from diffractometer data and refined by full-matrix least squares to  $R = 0.034$  for 1452 independent reflections. The structure can be interpreted in terms of nearly tetragonal bipyramidal complexes  $[\text{Pt}(\text{en})_2\text{I}_2]^{2+}$  and  $\text{I}^-$  ions. The  $\text{I}^-$  ions are at a rather short distance (3.905 Å) from the coordinated I atoms and the  $\text{I} \cdots \text{I}$  groups are perpendicular to the  $[\text{Pt}(\text{en})_2]$  moiety to give linear units  $\text{I} \cdots \text{I} - \text{Pt} - \text{I} \cdots \text{I}$ . These small units are arranged nearly in the  $[111]$  direction. The

slightly disordered water molecules fill cages in this arrangement.

### Einleitung

Bei unseren systematischen chemischen und strukturellen Untersuchungen an Polyiodiden komplexer Kationen (Tebbe, 1977, 1978) konnten wir einen Verbindungstyp  $[\text{M}(\text{en})_2\text{I}_6]$  näher charakterisieren (bisher mit  $\text{M} = \text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Pd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ; en = 1,2-Diaminoethan), dessen einzelne Vertreter strukturverwandt sind, sich aus einer einfachen hexagonalen Säulenpackung herleiten lassen und bedingt durch die unterschiedlichen geometrischen und zusätzlichen koordinativen Eigenschaften der Komplexe  $[\text{M}(\text{en})_2]^{2+}$  geordnete Triiodid- $(\cdots \text{I} - \text{I} - \text{I} \cdots)_\infty$  und gestreckte oder gewinkelte Iod-Iodid-Ketten  $(\cdots \text{I} - \text{I} \cdots \text{I} \cdots)_\infty$  in verschiedenen Varianten enthalten (Düker, Freckmann,

Niebuhr, Plewa & Tebbe, 1979). Die Darstellung der Verbindungen und die Züchtung von Einkristallen gelingt durch langsame Fällung während der Diffusion der Komplexe  $[M(en)_2]^{2+}$  und  $I_3^-$  in eine überbrückende Schicht aus Ethanol.

Bei dem Versuch, die Liste dieser Verbindungen um einen analogen Platin-Komplex zu ergänzen (6 mmol  $PtCl_2$ , 12 mmol en in 20 ml  $H_2O$ ; 12 mmol  $KI_3$  in 50 ml  $H_2O$ ; 30 Tage), beobachtet man allerdings nicht die Fällung eines Polyiodids. Statt dessen erfolgt in Übereinstimmung mit dem bekannten Reaktionsverhalten des  $Pt^{II}$  (Hodges & Rund, 1975; Keller, Buse & Pritzkow, 1977; Thiele & Wagner, 1978) eine oxidative Addition des Iods an den niedrig-valenten und koordinativ ungesättigten Komplex  $[Pt(en)_2]^{2+}$  zu  $1,6-[Pt(en)_2I_2]^{2+}$ . Unter den gewählten Reaktionsbedingungen kristallisiert dieser ausschliesslich als Iodid  $1,6-[Pt(en)_2I_2]I_2 \cdot 2H_2O$  in Form spröder, dunkelroter, angenähert prismatischer Blöcke aus, die meist verzwilligt sind (Ausbeute  $\sim 50\%$ , Nachfällung beim Vermischen der Lösungen; analytische Daten, berechnet: Pt 22,71, I 59,10, O 3,37, N 6,52, C 5,59, H 2,35%; gemessen: Pt 22,83, I 59,73, N 6,68, C 5,86, H 2,87%; Pt gravimetrisch als Pt nach Reduktion mit  $HCOOH$ , I argentometrisch, Rest durch CHN-Analyse; Aufschluss nach Davydova, Belikova, Voronina, Statsenko & Konstantinova, 1980). Die Identität und die Reinheit der Substanz wurden im Anschluss an die Strukturbestimmung durch den Vergleich einer Pulveraufnahme (Debye-Scherrer-Technik) mit dem berechneten Diagramm nachgewiesen.

Das Ergebnis der präparativen Untersuchung ist insofern überraschend, als bekannt ist, dass die Oxidation von  $Pt^{II}$  zu  $Pt^{IV}$  nicht immer vollständig erfolgt. Dieses gilt auch für das untersuchte System, wenn der Ligand en im Unterschuss eingesetzt wird. Die Umsetzung bleibt in diesem Fall bevorzugt auf der Stufe  $[Pt^{II}(en)I_2][Pt^{IV}(en)I_4]$  stehen (Watt & McCarley, 1957b; Makashev, Kulba & Zlotnikova, 1971; Interante, Browall & Bundy, 1974), obwohl offensichtlich auch eine Verbindung  $Pt(en)I_4$  dargestellt werden konnte (Watt & McCarley, 1957a). Da nach unserer Kenntnis die Verbindung  $1,6-[Pt(en)_2I_2]I_2 \cdot 2H_2O$  bisher nicht beschrieben worden ist, das Ion  $1,6-[Pt(en)_2I_2]^{2+}$  aber als meist fehlgeordnete Komponente der zur Zeit intensiv untersuchten valenzgemischten Komplexe vom Typ des Wolfram'schen Salzes ein gewisses Interesse verdient (Endres, Keller, Martin, Nam Gung & Traeger, 1979, und dort zitierte Literatur), haben wir die im folgenden beschriebene Strukturanalyse durchgeführt.

Die Symmetrie und angenäherte Gitterkonstanten wurden aus Drehkristall- und Weissenberg-Aufnahmen hergeleitet (Mo  $K\alpha$ -Strahlung). Die genauen Gitterkonstanten (siehe *Abstract*) wurden aus den mit einem Diffraktometer ermittelten Winkel-Positionen von neun Reflexen berechnet. Die Messung der Intensitäten

erfolgte mit einem automatischen Einkristall-Diffraktometer [CAD-4 der Firma Nonius, Delft; Mo  $K\alpha$ -Strahlung, Graphit-Monochromator, Szintillationszähler;  $\omega$ - $\theta$ -Scan, Scan-Breite  $\Delta\omega = (2,0 + 0,45tg\theta)^\circ$ , Apertur  $4,0(2,5 + 1,0tg\theta)$  mm<sup>2</sup>; variable Scan-Geschwindigkeit  $1,0 \leq v \leq 6,7^\circ \text{ min}^{-1}$ ;  $4^\circ \leq 2\theta \leq 52^\circ$ , Ausmessung einer Halbkugel mit  $0 \leq h \leq 9$ ,  $-9 \leq k \leq 9$ ,  $-10 \leq l \leq 10$ ; Sammlung von 1675 Messdaten, von denen später 1452 nach dem Kriterium  $|F_o| \geq 3\sigma(F_o)$  also beobachtet eingestuft und bei den Verfeinerungen berücksichtigt wurden; keine Änderung der Intensität zweier Kontrollreflexe während der gesamten Messzeit von 66 h]. Wegen der unregelmässigen Gestalt und der Kleinheit des Messkristalls ( $\sim 0,1 \times 0,1 \times 0,1$  mm) wurde keine Absorptionskorrektur durchgeführt. Polarisations- und Lorentz-Korrekturen wurden wie üblich berechnet und die Standardabweichungen der Strukturaktoren aus der Zählstatistik hergeleitet.

Der Patterson-Funktion konnten die Schweratome Pt, I(1) und I(2), einer mit der Schweratom-Teilstruktur berechneten Differenz-Fouriersynthese die Lagen der leichteren Atome C, N und O ohne Mühe entnommen werden. Mit isotropen Temperaturfaktoren für die leichten und anisotropen für die schweren Atome liessen sich die Zuverlässigkeitswerte  $R = 0,045$ ,  $R_w = 0,071$  erreichen. Nach der Berücksichtigung anisotroper Temperaturfaktoren für die leichten Atome, einer empirischen Extinktionskorrektur nach  $F^* = F(1 - 10^{-4}gF^2/\sin\theta)$  mit  $g = 0,0077$  (2) und der aus geometrischen Modellen berechneten Wasserstoff-Lagen an den C- und N-Atomen konvergierte die Verfeinerung (full matrix) schliesslich bei  $R = 0,034$ ,  $R_w = 0,042$  [ $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0,00078|F|^2$ ; relative Parameterverschiebungen im letzten Zyklus:  $\Delta/\sigma \leq 0,002$ ]. Eine abschliessend berechnete Fourier-Synthese bestätigt das Strukturmodell, eine Differenz-fourier-Synthese ist weitgehend konturlos ( $-1,62 \leq \Delta\rho \leq 4,36 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ ; die stärkeren Restpeaks liegen in der Nachbarschaft der schweren Atome).

Obwohl sämtliche berechneten Wasserstoff-Lagen auch in einer Differenz-Elektronendichte lokalisiert (8 Lagen unter den 40 höchsten Peaks) und abschliessend sinnvoll verfeinert werden konnten, gelang es nicht, die Protonen des Wasser-Moleküls eindeutig aufzufinden und in einer Verfeinerung zu berücksichtigen. Möglicherweise ist das Wasser-Molekül geringfügig fehlgeordnet. Hierauf könnte schon der vergleichsweise grössere Temperaturfaktor des Sauerstoffs hindeuten.

Die Atomlagen sind in der Tabelle 1 aufgelistet.† Die

† Listen mit den Strukturaktoren und den anisotropen thermischen Parametern sind bei der British Library Lending Division als Supplementary Publication No. SUP 36039 (11 pp.) hinterlegt worden. Kopien können angefordert werden bei The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tabelle 1. 1,6-[Pt(en)<sub>2</sub>I<sub>2</sub>]<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O: Atomlagen (Standardabweichungen)Die Temperaturfaktoren sind definiert für  $T = \exp(-8\pi^2 U \sin^2 \theta / \lambda^2)$ .

	x	y	z	U (Å <sup>2</sup> )
Pt	0	0	0	0,0159 (3)
I(1)	0,26733 (7)	0,83995 (7)	0,14532 (7)	0,0259 (3)
I(2)	0,30594 (9)	0,34510 (9)	0,63642 (7)	0,0333 (3)
N(1)	0,9766 (9)	0,7626 (8)	0,7781 (8)	0,022 (2)
N(2)	0,2071 (9)	0,1349 (9)	0,9333 (8)	0,020 (2)
C(1)	0,1340 (12)	0,3864 (11)	0,1944 (11)	0,028 (3)
C(2)	0,2911 (12)	0,2938 (12)	0,0904 (12)	0,025 (3)
O(H <sub>2</sub> O)	0,6971 (11)	0,1649 (11)	0,3825 (10)	0,054 (4)
H(N1)	1,094 (8)	0,690 (11)	0,755 (10)	0,03 (1)
H(N1')	0,924 (11)	0,773 (12)	0,661 (8)	0,03 (1)
H(N2)	0,310 (9)	0,055 (11)	0,903 (10)	0,03 (1)
H(N2')	0,132 (10)	0,165 (11)	0,844 (9)	0,03 (1)
H(C1)	0,029 (9)	0,446 (11)	0,148 (10)	0,03 (1)
H(C1')	0,189 (11)	0,483 (10)	0,316 (7)	0,03 (1)
H(C2)	0,365 (11)	0,390 (10)	0,056 (11)	0,03 (1)
H(C2')	0,397 (9)	0,241 (11)	0,150 (10)	0,03 (1)

Rechnungen wurden auf einer Rechenanlage CDC 72/76 (Rechenzentrum der Universität zu Köln) mit dem Programm SHELX76 (Sheldrick, 1976) durchgeführt. Dispersionskorrekturen für die schweren Atome und die Atomformfaktoren für Pt<sup>IV</sup>, I<sup>-</sup>, O, N, C und H wurden den *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) entnommen.

### Diskussion

Das Bezeichnungsschema für die Atome und wichtige strukturelle Grössen sind in Fig. 1 eingetragen. Das Zentralatom Pt<sup>IV</sup> besetzt eine Lage der Punktsymmetrie  $\bar{1}$  und ist planar von den Stick-

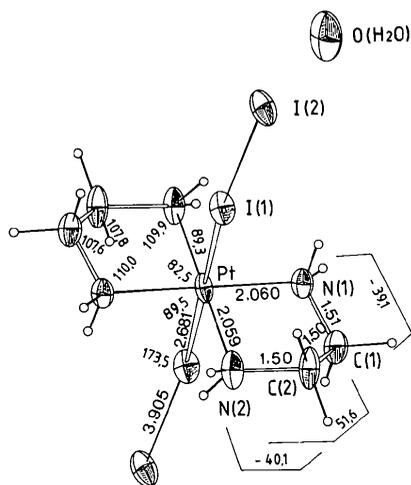


Fig. 1. 1,6-[Pt(en)<sub>2</sub>I<sub>2</sub>]<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. ORTEP-Plot (Johnson, 1976) des Komplexes mit thermischen Ellipsoiden für die Atome (50% Wahrscheinlichkeit) und mit Bindungslängen (Å), Bindungs- und Torsionswinkeln (°). Die Standardabweichungen betragen  $\sigma(\text{Pt}, \text{I}) - \text{I} \approx 0,001$ ,  $\sigma(\text{Pt} - \text{N}) \approx 0,006$ ,  $\sigma[(\text{C}, \text{N}) - \text{C}] \approx 0,01$  Å;  $\sigma(\text{I}, \text{N}) - \text{Pt} - (\text{I}, \text{N}) \approx 0,2$ ,  $\sigma(\text{Pt} - \text{N} - \text{C}) \approx 0,5$ ,  $\sigma(\text{N} - \text{C} - \text{C}) \approx 0,6$ °.

stoff-Atomen der beiden Ethandiamin-Liganden umgeben. Letztere nehmen eine *gauche*-Konformation mit nahezu idealen Torsionswinkeln ein. Der Komplex liegt in der üblichen  $\delta\lambda$ -Konfiguration vor. Die Abstände und Bindungswinkel entsprechen der Erwartung. Die Koordination des Platin-Atoms wird in Übereinstimmung mit den Strukturen anderer Baugruppen vom Typ  $[\text{Pt}(\text{N}_4)\text{X}_2]^{2+}$  (Craven & Hall, 1966; Larsen *et al.*, 1975; Brown & Hall, 1976) senkrecht zur Pt(N<sub>4</sub>)-Ebene durch die Iod-Ionen I(1) zu einer tetragonalen Bipyramide ergänzt. Der Bindungsabstand  $d(\text{Pt}-\text{I}) = 2,684$  (1) Å ist kürzer als derjenige in den allerdings meist fehlgeordneten und deshalb weniger genau charakterisierten Wolfram-Salzanalogen Verbindungen (~2,70–2,80 Å; Breer, Endres, Keller & Martin, 1978; Matsumoto, Yamashita & Kida, 1978; Matsumoto, Yamashita, Kida & Ueda, 1979; Endres *et al.*, 1979; Endres, Keller, Martin & Traeger, 1980), offensichtlich da hier keine zusätzliche koordinative Beanspruchung des Liganden wie in den valenzgemischten überbrückten Komplex-Stapeln  $\cdots \text{I}-\text{Pt}^{\text{IV}}-\text{I} \cdots \text{Pt}^{\text{II}} \cdots$  vorliegt. Er ist eher mit denen anderer Iodokomplexe des Platins vergleichbar (~2,64–2,67 Å; Cheetham, Puddephatt, Zalkin, Templeton & Templeton, 1976; Thiele & Wagner, 1978).

Das andere Iod-Atom ordnet sich nun überraschend mit einem kurzen, aber in der Strukturchemie der Iod-Verbindungen häufiger beobachteten Kontakt-Abstand  $d(\text{I} \cdots \text{I}) = 3,913$  (1) Å über den Spitzen der Bipyramide des Komplexes an, so dass nahezu gestreckte Atomstäbe  $\text{I} \cdots \text{I} - \text{Pt}^{\text{IV}} - \text{I} \cdots \text{I}$  vorliegen. Die übernächsten Kontakte zwischen Iod-Atomen beginnen bei 4,47 Å, sind also nicht kürzer als die Summe der van der Waals-Radien, die sich zu 4,30 Å abschätzen lässt. Die Stäbe werden parallel zueinander gebündelt, wobei die Packung der Zentralatome und deshalb auch die Gruppen  $[\text{Pt}(\text{en})_2\text{I}_2]$  selbst in grober Näherung nach einem kubisch primitiven Gitter erfolgt (Fig. 2).

Die Achse I–Pt–I des Komplexes ist gegen die Zellachsen geneigt (48,9° gegen [100], 128,2° gegen [010] und 57,0° gegen [001]), aber auch gegen die Raumdiagonale [111] um 16,3° gekippt. Benachbarte, zueinander parallele, über ein Inversionszentrum verknüpfte Stäbe sind weit voneinander entfernt [senkrechter Abstand zwischen den Parallelen: 4,108 Å; nächster Abstand zwischen den Atomen der Sorte I(2): 4,918 Å]. Im Vergleich zur kubisch primitiven Anordnung haben die Packungseigenschaften der Atomstäbe  $\text{I} \cdots \text{I} - \text{Pt} - \text{I} \cdots \text{I}$  eine trigonale Verzerrung, die der durch die Komplexe  $[\text{Pt}(\text{en})_2]$  ergänzten Stäbe die Verkippung und gleichzeitig einen Symmetrieabbau bis zum triklinen System zur Folge. Als Mass für die Abweichung lassen sich die Unterschiede zwischen den triklinen Translationen und denen einer kubisch primitiven Zelle werten.

Die Wassermoleküle sind in Lücken dieser Struktur

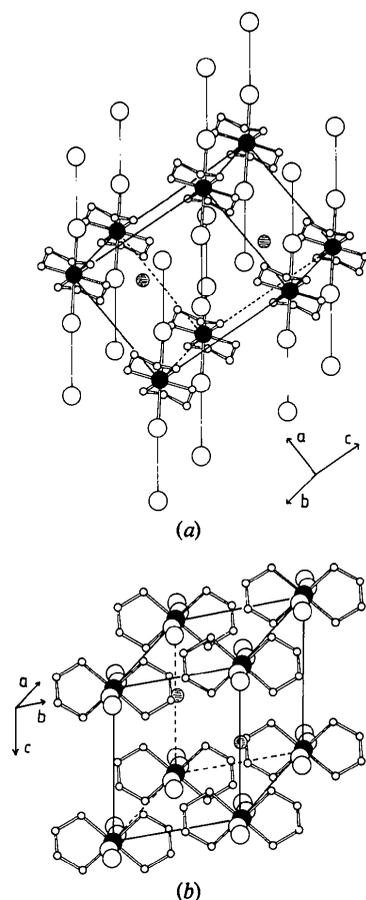


Fig. 2.  $1,6\text{-[Pt(en)}_2\text{I}_2\text{]I}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Inhalt der durch die vollständigen Komplexe ergänzten Elementarzelle. (a) Blick senkrecht auf die Stäbe I—Pt—I. (b) Blick in Richtung der Stäbe I—Pt—I.

eingelagert. Die Rolle von Wasserstoff-Brücken-Bindungen  $\text{N—H}\cdots\text{O}$  und  $(\text{N}, \text{O})\text{—H}\cdots\text{I}$  bei der Stabilisierung dieser Struktur (vergleiche Sequeira & Hamilton, 1967) lässt sich nicht erschöpfend diskutieren, weil die Protonen-Lagen für das Wasser-Molekül nicht ermittelt werden konnten. Einige Abstands- und Winkel-Beziehungen deuten auf schwache H-Brücken hin [z.B.  $\text{H}(\text{N}1')\cdots\text{I}(2) = 2,675 \text{ \AA}$ ,  $\angle\text{N}(1)\text{—H}(\text{N}1')\cdots\text{I}(2) = 151,3^\circ$ ; van der Waals-Radien zum Vergleich:  $r(\text{N}) = 1,55 \text{ \AA}$ ,  $r(\text{I}) = 2,15 \text{ \AA}$ ].

Wir danken dem Minister für Wissenschaft und Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen für die Unterstützung dieser Arbeit und Herrn Prof. Dr H.-U. Schuster für die Überlassung von Messzeit am CAD-4-Diffraktometer.

## Literatur

- BREER, H., ENDRES, H., KELLER, H. J. & MARTIN, R. (1978). *Acta Cryst.* B34, 2295–2297.
- BROWN, K. L. & HALL, D. (1976). *Acta Cryst.* B32, 279–281.
- CHEETHAM, A. K., PUDDEPHATT, R. J., ZALKIN, A., TEMPLETON, D. H. & TEMPLETON, L. K. (1976). *Inorg. Chem.* 15, 2997–2999.
- CRAVEN, B. M. & HALL, D. (1966). *Acta Cryst.* 21, 177–180.
- DAVYDOVA, S. L., BELIKOVA, T. I., VORONINA, Z. D., STATSENKO, A. I. & KONSTANTINOVA, K. K. (1980). *Koord. Khim.* 6, 616–620.
- DÜKER, H. U., FRECKMANN, B., NIEBUHR, H., PLEWA, M. & TEBBE, K.-F. (1979). *Z. Kristallogr.* 149, 131–132.
- ENDRES, H., KELLER, H. J., MARTIN, R., NAM GUNG, H. & TRAEGER, U. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1885–1887.
- ENDRES, H., KELLER, H. J., MARTIN, R. & TRAEGER, U. (1980). *Acta Cryst.* B36, 35–39.
- HODGES, K. D. & RUND, J. V. (1975). *Inorg. Chem.* 14, 525–528.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Bd. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- INTERRANTE, L. V., BROWALL, K. W. & BUNDY, F. P. (1974). *Inorg. Chem.* 13, 1158–1162.
- JOHNSON, C. K. (1976). ORTEP-II. Report ORNL-5138 (third revision of ORNL-3794). Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KELLER, H. J., BUSE, K. D. & PRITZKOW, H. (1977). *Inorg. Chem.* 16, 1072–1076.
- LARSEN, K. P., HAZELL, R. G., TORFLUND, H., ANDERSEN, P. R., BISGÅRD, P., EDLUNG, K., ELIASSEN, M., HERSKIND, C., LAURSEN, T. & MØLLER PEDERSEN, P. (1975). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, 29, 499–504.
- MAKASHEV, Y. A., KULBA, F. Y. & ZLOTNIKOVA, R. A. (1971). *Russ. J. Inorg. Chem.* 16, 1325–1327.
- MATSUMOTO, N., YAMASHITA, M. & KIDA, S. (1978). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 51, 3514–3518.
- MATSUMOTO, N., YAMASHITA, M., KIDA, S. & UEDA, I. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1458–1460.
- SEQUEIRA, A. & HAMILTON, W. C. (1967). *J. Chem. Phys.* 47, 1818–1922.
- SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX 76. A Program for Crystal Structure Determination*, Univ. of Cambridge, England, unveröffentlicht.
- TEBBE, K.-F. (1977). *Homoatomic Rings, Chains and Macromolecules of Main-Group Elements*, herausgegeben von A. L. RHEINGOLD, S. 551–606. Amsterdam: Elsevier.
- TEBBE, K.-F. (1978). *Acta Cryst.* A34, S149.
- THIELE, G. & WAGNER, D. (1978). *Z. Anorg. Allg. Chem.* 446, 126–130.
- WATT, G. W. & MCCARLEY, R. E. (1957a). *J. Am. Chem. Soc.* 79, 3315–3317.
- WATT, G. W. & MCCARLEY, R. E. (1957b). *J. Am. Chem. Soc.* 79, 4585–4589.