

Bis[μ -phthalato-tripyridin-disilber(I)],* [Ag₄(C₅H₅N)₆(C₈H₄O₄)₂]

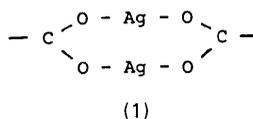
VON MARTINA HEDRICH UND HANS HARTL

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, Fabekstrasse 34/36, D-1000 Berlin 33, Bundesrepublik Deutschland

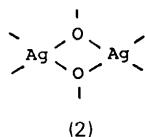
(Eingegangen am 18. Juni 1983; angenommen am 30. August 1983)

Abstract. $M_r = 1233.6$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 12.050$ (2), $b = 10.701$ (2), $c = 9.199$ (2) Å, $\alpha = 84.02$ (2), $\beta = 75.02$ (2), $\gamma = 73.50$ (2)°, $V = 1098$ (3) Å³, $Z = 1$, $D_x = 1.87$ g cm⁻³, Zr-filtered Mo K α , $\lambda = 0.7107$ Å, $\mu = 19$ cm⁻¹, $F(000) = 608$, $T = 298$ K. The final R value is 0.047 for 3786 observed reflexions (0.070 for all 4303 reflexions). One Ag is coordinated in a distorted tetrahedron to one N and three O atoms, the other Ag forms almost a plane with the nearest two N and two O atoms. Two phthalate groups coordinate two Ag atoms in a 14-membered ring. The additional bridging property of two of the four O atoms subdivides this 14-membered ring into one four- and two seven-membered chelating rings. No significantly short Ag—Ag contacts have been found.

Einleitung. In Silber(I)-carboxylaten findet man neben einer gestreckten Anordnung O—Ag—O wie im Glycinatosilber(I)-hemihydrat (Acland & Freeman, 1971) mit einem Bindungswinkel $>170^\circ$ und einzähniger Ligandenfunktion der Carboxylatgruppe häufig auch zweikernige Baueinheiten in Form von 8-Ringen



mit Winkeln O—Ag—O um 160° und Carboxylatgruppen als zweizähnige Liganden. In Verbindungen mit der Baugruppe (1) wird fast immer eine Erhöhung der Koordinationszahl des Silbers auf 3 oder 4 beobachtet. Erreicht wird sie durch zusätzliche, intermolekulare Sauerstoffbrücken, die durch 4-Ringe der Form



* 1,2,3; 2,3,4-Bis(μ_3 -phthalato-*O,O',\mu-O''*)-1,1,2,3,4,4-hexakis(pyridin)tetrasilber(I).

die 8-Ringe zu polymeren Einheiten verknüpfen. Es entstehen Schichten- oder Kettenstrukturen wie z.B. im Disilber(I)-oxalat (Griffith, 1943) oder Disilber(I)-malonat (Charbonnier, Faure & Loiseleur, 1981).

Die Umsetzung von Silber(I)-carboxylaten mit Lewis-Basen führt zu Ag-Komplexverbindungen, bei denen entweder die Koordinationszahl am Silber vergrößert oder aber Carboxylatsauerstoff als Koordinationspartner durch die hinzukommenden Liganden verdrängt wird. Im Falle der zusätzlichen Anlagerung von Lewis-Basen wie Pyridin oder Benzol erhöht sich die Koordinationszahl am Silber(I) auf 4, wie die Beispiele *catena*-Bis(μ -benzoato-*O,O',\mu-O*)-bis(pyridin)disilber(I) (Hedrich & Hartl, 1983) und Bis[silber(I)-trifluoracetat]-benzol (Hunt, Lee & Amma, 1974) zeigen. Gleichzeitig erfolgt eine Verkleinerung des Winkels O—Ag—O innerhalb der 8-Ringe (1).

Die Verdrängung von Carboxylatsauerstoff durch einzähnige Liganden führt zu Verbindungen, die gegenüber reinen Ag^I-carboxylaten einen reduzierten Vernetzungsgrad aufweisen, z.B. Ausbildung von oligomeren Einheiten durch Kettenabbruch in Tetrakis[acetatotriphenylphosphinsilber(I)] (Blues, Drew & Femi-Onadeko, 1977).

Bei der Umsetzung von Disilber(I)-phthalat mit Pyridin konnte eine Verbindung der Zusammensetzung [Ag₂(C₅H₅N)₃(C₈H₄O₄)₂] (PhPAg) isoliert werden, bei der drei Pyridinmoleküle mit zwei Carboxylatgruppen um zwei Ag^I-Ionen als Koordinationspartner konkurrieren. Die ungerade Anzahl von einzähnigen Pyridinliganden lässt erwarten, dass zwei unterschiedlich koordinierte Ag^I-Ionen in der Kristallstruktur auftreten. In der vorliegenden Arbeit soll über die Strukturuntersuchung dieser Verbindung berichtet werden.

Experimentelles. Farblose Kristalle von PhPAg wurden durch Lösen von Disilber(I)-phthalat in Pyridin und anschließendes Verdampfen des Lösungsmittels bei 298 K bis zur Trockene dargestellt. Das auf diesem Syntheseweg erwartete Produkt der Zusammensetzung Ag₂(C₅H₅N)(C₈H₄O₂) (Ignateva & Kharitonova, 1969) wurde von uns nicht erhalten.

Bei Lichteinwirkung auf PhPAg tritt langsam Zersetzung unter Schwarzfärbung (Ag-Abscheidung) ein.

gegenüber Röntgenstrahlung besteht hinreichende Stabilität, so dass sich die Reflexintensitäten bei Raumtemperatur ermitteln liessen. Weissenbergaufnahmen: triklines Kristallsystem; Stoe-Vierkreisdiffraktometer: $\Omega/2\theta$ -Abtastung, maximale Abtastzeit 0,4 s/Schritt, Zr-Filter, Kristallgrösse $0,96 \times 0,53 \times 0,19$ mm, Ermittlung der Gitterkonstanten nach Busing & Levy (1967), 4303 unabhängige Reflexe vermessen, $2,9^\circ \leq \theta \leq 26^\circ$, Standardreflexe 080 und 910 , 517 unbeobachtete Reflexe [$I \leq 2\sigma(I)$], LP-Korrektur, Absorptionskorrektur (Burnham, 1966), Transmission im Bereich von 0,403 (für 318) bis 0,707 (für 103); Strukturaufklärung mit *MULTAN* (Germain, Main & Woolson, 1971) (Ag-Atomlagen), Differenzfouriersynthesen (C-, O-, N- und H-Atomlagen) und Kleinste-Quadrate-Verfeinerung [$\sum w(\Delta F)^2$ minimalisiert, Gewichtungsschema: $w^2(F_o) = 1,1847 - 0,0757F_o + 0,0051 F_o^2 - 0,000259 F_o^3$]; sinnvolle Verfeinerung der H-Atomlagen mit isotropen Temperaturfaktoren möglich; anisotrope Temperaturfaktoren für Ag, O, N und C; Extinktionskorrektur ($G = 0,016$); R -Wert konvergiert mit beobachteten Reflexen gegen 4,7% und mit allen Reflexen gegen 7,0%; $(\Delta/\sigma)_{\max}$ im letzten Verfeinerungszyklus 13%; Restelektronendichte $1,14 e \text{ \AA}^{-3}$. Die Atomformfaktoren für Ag, O, N, C und H sowie die Koeffizienten für den Realteil der Dispersionskorrektur für Ag entstammen den *International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Alle Rechnungen wurden, sofern nicht anders angegeben, mit Hilfe des Programmsystems XRAY76 durchgeführt (Stewart, Machin, Dickinson, Ammon, Heck & Flack, 1976).

Diskussion. Die endgültigen Lageparameter und gemittelten Temperaturfaktoren sind in Tabelle 1, die wichtigsten Atomabstände und Winkel in Tabelle 2 aufgeführt.*

In der Kristallstruktur von PhPAg liegen vierkernige, zentrosymmetrische Komplexmoleküle mit zwei koordinativ unterschiedlichen Ag-Atomen vor. Betrachtet man nur die Ag-O- bzw. Ag-N-Abstände $< 2,5 \text{ \AA}$ als Bindungen, so kommt man für beide Ag-Atome auf die Koordinationszahl 3 mit jeweils nahezu planarer Anordnung der Ligandenatome um das Ag. Der bei vielen anderen Ag-Komplexverbindungen gefundene 8-Ring (1) tritt in der vorliegenden Struktur nicht mehr auf. Ag(1) ist von einem Pyridin-N und zwei O-Atomen aus zwei verschiedenen Carboxylatgruppen koordiniert, wobei es um $0,2 \text{ \AA}$ aus der durch die drei Ligan-

denatome N(1), O(1) und O(3') (Fig. 1) aufgespannten Ebene herausragt. Diese drei nächsten Nachbarn befinden sich im Abstand von $2,220 (4)$, $2,261 (4)$ bzw. $2,427 (3) \text{ \AA}$ zum betrachteten Silberatom (Tabelle 2). Die über das Symmetriezentrum verknüpften Ag-Atome Ag(1) und Ag(1)' werden durch die vier Carboxylatgruppen der beiden Phthalatliganden eines Moleküls in einen 14-Ring eingegliedert. In etwas

Tabelle 1. *Fraktionelle Atomkoordinaten und Temperaturfaktoren*

	x	y	z	$U_{\text{äq}}^*$ ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)
Ag(1)	0,50502 (3)	-0,12864 (4)	0,14479 (4)	5,3
Ag(2)	0,32174 (4)	0,48478 (4)	0,21098 (5)	6,8
O(1)	0,3768 (3)	-0,0364 (3)	-0,0018 (4)	5,6
O(2)	0,2480 (4)	0,0288 (4)	0,2138 (4)	6,8
C(1)	0,2795 (4)	0,0300 (4)	0,0762 (5)	4,3
C(2)	0,1954 (4)	0,1193 (4)	-0,0123 (5)	4,2
C(3)	0,1365 (4)	0,0640 (5)	-0,0894 (6)	5,9
C(4)	0,0555 (5)	0,1428 (6)	-0,1656 (7)	7,2
C(5)	0,0312 (4)	0,2757 (6)	-0,1658 (7)	6,4
C(6)	0,0884 (4)	0,3321 (5)	-0,0887 (6)	5,3
C(7)	0,1714 (4)	0,2549 (4)	-0,0126 (5)	4,0
C(8)	0,2379 (4)	0,3207 (4)	0,0602 (5)	4,2
O(3)	0,3484 (3)	0,2805 (3)	0,0341 (4)	5,5
O(4)	0,1773 (3)	0,4154 (3)	0,1411 (4)	6,1
N(1)	0,5329 (4)	-0,1763 (4)	0,3756 (4)	5,0
C(11)	0,6411 (5)	-0,2113 (5)	0,4015 (6)	6,0
C(12)	0,6615 (7)	-0,2087 (6)	0,5423 (8)	7,4
C(13)	0,5659 (7)	-0,1680 (5)	0,6602 (6)	7,1
C(14)	0,4531 (6)	-0,1324 (5)	0,6366 (6)	6,4
C(15)	0,4411 (5)	-0,1382 (5)	0,4932 (6)	5,5
N(2)	0,5185 (4)	0,4384 (4)	0,1805 (5)	5,6
C(21)	0,5909 (5)	0,3523 (5)	0,0768 (6)	5,7
C(22)	0,7139 (5)	0,3162 (6)	0,0550 (7)	6,7
C(23)	0,7644 (6)	0,3677 (7)	0,1440 (8)	8,1
C(24)	0,6926 (7)	0,4552 (7)	0,2464 (9)	8,8
C(25)	0,5692 (6)	0,4889 (6)	0,2637 (7)	7,1
N(3)	0,1986 (4)	0,6279 (4)	0,3920 (5)	5,6
C(31)	0,1145 (5)	0,5899 (6)	0,4979 (7)	6,8
C(32)	0,0305 (5)	0,6708 (7)	0,6026 (7)	7,5
C(33)	0,0332 (6)	0,7993 (7)	0,5973 (8)	7,9
C(34)	0,1178 (6)	0,8401 (6)	0,4923 (7)	7,0
C(35)	0,2000 (5)	0,7529 (5)	0,3904 (6)	5,8

* Mittelwerte $U_{\text{äq}}$ aus den anisotropen Temperaturfaktoren nach Hamilton (1959).

Tabelle 2. *Abstände (\AA) und Winkel ($^\circ$) in PhPAg*

Die Pyridinringe und der C_6 -Ring der Phthalatgruppe sind planar [maximale Abweichungen von den jeweils besten Ebenen betragen $0,005 (7) \text{ \AA}$]. Die Bindungslängen bzw. -winkel innerhalb der Ringe entsprechen denen vergleichbarer Verbindungen und sind deshalb an dieser Stelle nicht aufgeführt.

Ag(1)-Ag(1)'	3,625 (1)	O(3')-Ag(1)-N(1)	111,0 (1)
Ag(2)-Ag(1)'	4,914 (1)	O(3')-Ag(1)-O(1)'	83,2 (1)
Ag(1)-O(1)	2,261 (4)	Ag(1)-O(1)-Ag(1)'	95,7 (1)
Ag(1)-O(1)'	2,618 (4)	N(2)-Ag(2)-O(3)	90,8 (1)
Ag(1)-O(3)'	2,427 (3)	N(2)-Ag(2)-O(4)	141,3 (1)
Ag(1)-N(1)	2,220 (4)	N(2)-Ag(2)-N(3)	119,2 (2)
Ag(2)-O(3)	2,758 (4)	N(3)-Ag(2)-O(3)	147,6 (1)
Ag(2)-O(4)	2,325 (5)	N(3)-Ag(2)-O(4)	98,6 (2)
Ag(2)-N(2)	2,227 (5)	O(4)-Ag(2)-O(3)	50,6 (1)
Ag(2)-N(3)	2,299 (4)	C(1)-O(1)-Ag(1)	110,5 (3)
C(1)-O(1)	1,263 (5)	C(1)-O(1)-Ag(1)'	106,9 (3)
C(1)-O(2)	1,223 (6)	C(8)-O(3)-Ag(1)'	132,9 (3)
C(1)-C(2)	1,522 (6)	C(8)-O(3)-Ag(2)	82,6 (3)
C(7)-C(8)	1,511 (7)	C(8)-O(4)-Ag(2)	102,8 (3)
C(8)-O(3)	1,244 (5)	Ag(1)'-O(3)-Ag(2)	142,7 (2)
C(8)-O(4)	1,254 (5)	O(1)-C(1)-O(2)	126,1 (4)
O(1)-Ag(1)-O(1)'	84,3 (1)	O(1)-C(1)-C(2)	115,6 (4)
O(1)-Ag(1)-O(3)'	98,4 (1)	O(2)-C(1)-C(2)	118,3 (3)
O(1)-Ag(1)-N(1)	147,7 (1)	C(7)-C(8)-O(3)	118,8 (4)
O(1)'-Ag(1)-N(1)	111,4 (2)	C(7)-C(8)-O(4)	117,1 (4)
		O(3)-C(8)-O(4)	124,0 (5)

* Die Liste der Strukturparameter, die Tabelle der anisotropen Temperaturfaktoren, eine Liste der H-Atomlagen, eine vollständige Liste der Atomabstände und -winkel und eine Liste der Koeffizienten der Kleinste-Quadrate-Ebenen sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38759: 36 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

grösserer Entfernung [2,618 (4) Å] erweitert das Sauerstoffatom O(1)' die Koordinationszahl des Ag(1) auf 3 + 1, es ergibt sich die Form eines sehr stark verzerrten Tetraeders. Innerhalb dieser Anordnung zeigt der Winkel N(1)—Ag(1)—O(1) mit 147,7 (1)° die grösste Abweichung von der Tetraedersymmetrie. Diese Winkelaufweitung dürfte Atom O(2) hervorrufen, welches mit einer Entfernung von 3,012 (4) Å zwar nicht mehr als Bindungspartner des Silbers in Frage kommt, aber offenbar durch seine sterischen Ansprüche die Verzerrung der Koordinationssphäre um das Ag(1) bewirkt. Die beiden Tetraeder [AgNOO_{2/2}] um Ag(1) bzw. Ag(1)' sind durch die durch O(1) und O(1)' verlaufende gemeinsame Kante miteinander verknüpft.

Durch die brückenbildende Funktion der Sauerstoffatome O(1) bzw. O(1)' kommt es zur Ausbildung eines ebenen 4-Ringes (2). Dieses Strukturelement, welches in Komplexen des Ag^I bisher stets in Verbindung mit dem 8-Ring (1) gefunden worden war, führt hier nicht zum Aufbau hochmolekularer Ketten wie im Bis[silber(I)-trifluoracetat]-benzol (Hunt, Lee & Amma, 1974) oder im *catena*-Bis(*μ*-benzoato-*O,O'*,*μ*-*O*)-bis(pyridin)disilber(I) (Hedrich & Hartl, 1983). Der 4-Ring unterteilt im PhPAg den 14-gliedrigen Ring mit den beiden Ag-Atomen Ag(1) und Ag(1)' in zwei 7-gliedrige Chelatränge, gebildet durch die beiden Phthalatliganden. Der 7-gliedrige Chelatring ist geknickt und liegt angenähert in Form einer Wanne vor. Die Ebenen der Carboxylatgruppen sind um 70,4° [C(1)] bzw. 48,3° [C(8)] gegen die Ebene des Phenylringes gedreht. Das zweite Silberatom Ag(2) bildet mit seinen drei nächsten Ligandenatomen [einem Carboxylat-O und zwei Pyridin-N im Abstand von 2,325 (5), 2,227 (5) bzw. 2,299 (4) Å] eine nahezu planare Anordnung aus, der Abstand des Ag(2) von der durch N(2), N(3) und O(4) gebildeten Ebene beträgt 0,10 (1) Å. Aber auch hier treten keine 120°-Winkel auf. Der Winkel N(2)—Ag(2)—O(4) ist mit 141,3 (1)° am stärksten aufgeweitet, was wiederum durch die Nähe des zweiten O-Atoms der Carboxylatgruppe bewirkt wird. Dieses Sauerstoffatom O(3) befindet sich in einer Entfernung von 2,758 (4) Å zum Ag(2) und hat 0,28 (1) Å Abstand von der durch N(2), N(3) und O(4) beschriebenen Ebene. Die Koordinationssphäre um das Ag(2) ist damit zu einer unregelmässigen, angenähert planaren Anordnung 3 + 1 erweitert, aus deren bester Ebene das Ag(2) um 0,15 (9) Å herausragt. Die Carboxylatgruppe um C(8) verhält sich in Bezug auf Ag(2) wie ein zweizähniger Ligand und bildet einen planaren, 4-gliedrigen Chelatring

Kurze Ag—Ag-Abstände (<3 Å), wie sie in Ag^I-Komplexen mit Carbonsäuren innerhalb der 8-Ringe

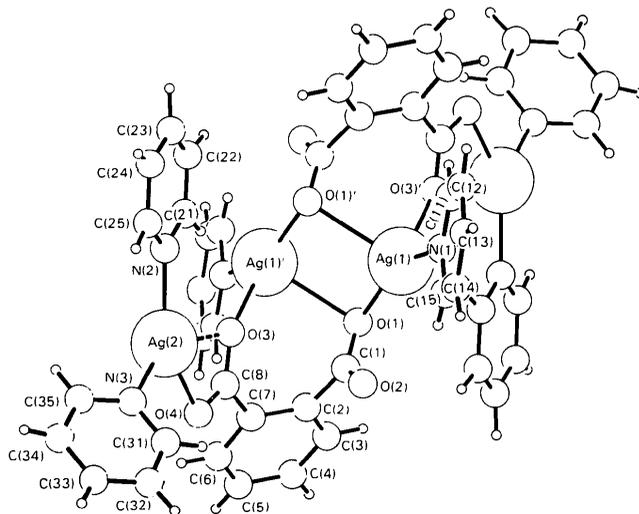
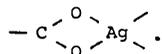


Fig. 1. Molekülstruktur von PhPAg.

(1) gefunden werden, treten in PhPAg nicht auf. Der kürzeste hier gefundene Ag—Ag-Abstand ist mit 3,625 (1) Å typisch für die in Verbindungen mit den oben beschriebenen 4-Ringen (2) ermittelten Werte: 3,640 (3) Å im Bis[silber(I)-trifluoracetat]-benzol (Hunt, Lee & Amma, 1974) oder 3,58 Å im Disilber(I)-oxalat (Griffith, 1943). Mit seinen beiden unterschiedlich koordinierten Silberatomen sowie mit dem aus zwei asymmetrischen Brücken Ag—O—Ag aufgebauten 4-Ring (2) im Zentrum des Moleküls weist dieser vierkernige Ag^I-Komplex Parallelen zu Tetrakis[acetatotriphenylphosphinsilber(I)] (Blues, Drew & Femi-Onadeko, 1977) auf.

Wie systematische Untersuchungen an Phthalatokupfer(II)-Komplexen zeigen (Biagini Cingi, Manotti Lanfredi, Tiripicchio & Tiripicchio Camellini, 1978*a,b,c*, 1979) ist die Phthalatgruppe in der Lage, sehr vielfältige Koordinationsmöglichkeiten zuzulassen. Neben der Betätigung als 1- bis 4-zähliger Ligand können innerhalb der Phthalatgruppe auch noch zusätzlich verbrückende Funktionen durch die Sauerstoffatome übernommen werden. Im hier untersuchten Fall wirken die beiden kristallographisch identischen Phthalatgruppen als 3-zählige Liganden, wobei zwei Sauerstoffatome, O(1) und O(3), verbrückend gebunden sind. Der Sauerstoff O(2) mit einer Entfernung von 3,012 (4) Å zum nächsten Ag-Atom ist nicht koordinativ gebunden; dies hat einen besonders kurzen C—O-Abstand von 1,223 (6) Å zur Folge. Die Ag—N-Abstände liegen mit 2,220 (4) bis 2,299 (4) Å zwischen denen des zweifach koordinierten Bis(pyridin)silber(I)-nitrat [2,16 (1) Å; Menchetti, Rossi & Tazzoli, 1970] und des vierfach koordinierten Tetrakis(pyridin)silber(I)-perchlorat [2,322 (3) Å;

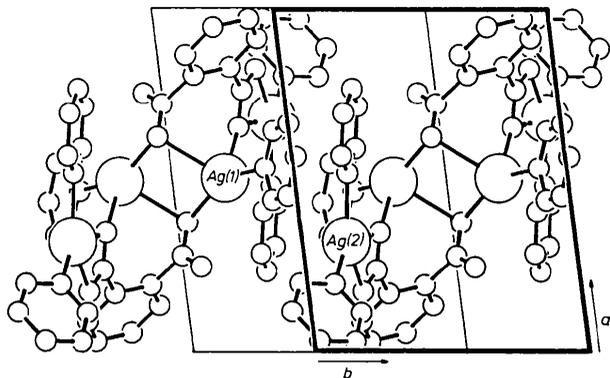


Fig. 2. Projektion der Kristallstruktur von PhPAg auf die Ebene ab nach Drehung um a um 26° .

Nilsson & Oskarsson, 1982]. Während im Bis(pyridin)silber(I)-nitrat mit $N-Ag-N = 172,7(7)^\circ$ angenähert Linearität und im Tetrakis(pyridin)silber(I)-perchlorat mit $N-Ag-N = 108,1(1)$ bzw. $112,3(2)^\circ$ nahezu Tetraedersymmetrie erreicht ist, kommt der Winkel $N(2)-Ag(2)-N(3)$ in PhPAg mit $119,4(2)^\circ$ einer trigonal planaren Anordnung am nächsten. Die beiden Winkel $N(2)-Ag(2)-O(4)$ bzw. $N(3)-Ag(2)-O(4)$ sind allerdings aufgrund des Einflusses von $O(3)$ stark deformiert [$141,3(1)$ bzw. $98,6(2)^\circ$].

Nahezu parallel ($6,2^\circ$) zur besten Ebene durch die Atome $N(2)$, $N(3)$, $O(4)$ und $Ag(2)$ liegt über dem Atom $Ag(2)$ ein Pyridinring eines Nachbarmoleküls (Fig. 2). Bindungen zwischen Ag^I und dem π -Elektronensystem eines benachbarten Aromaten werden bei Bis(cyclohexylbenzol)silber(I)-perchlorat (Griffith & Amma, 1971) und Bis[silber(I)-trifluoacetat]-benzol (Hunt, Lee & Amma, 1974) mit $Ag-C$ -Abständen von $2,4-2,5 \text{ \AA}$ angegeben. Aus dem kürzesten intermolekularen Abstand $Ag(2)-C(22')$ von $3,105(6) \text{ \AA}$ wird geschlossen, dass Wechselwirkungen dieser Art im Falle des PhPAg keine Rolle spielen.

Wir danken Herrn Dr. W. Dreissig, Institut für Kristallographie der Freien Universität Berlin, sehr herzlich für die Durchführung der Messungen am Einkristalldiffraktometer.

Literatur

- ACLAND, C. B. & FREEMAN, H. C. (1971). *Chem. Commun.* pp. 1016–1017.
- BIAGINI CINGI, M., MANOTTI LANFREDI, A. M., TIRIPICCHIO, A. & TIRIPICCHIO CAMELLINI, M. (1978a). *Acta Cryst.* **B34**, 134–137.
- BIAGINI CINGI, M., MANOTTI LANFREDI, A. M., TIRIPICCHIO, A. & TIRIPICCHIO CAMELLINI, M. (1978b). *Acta Cryst.* **B34**, 406–416.
- BIAGINI CINGI, M., MANOTTI LANFREDI, A. M., TIRIPICCHIO, A. & TIRIPICCHIO CAMELLINI, M. (1978c). *Acta Cryst.* **B34**, 774–778.
- BIAGINI CINGI, M., MANOTTI LANFREDI, A. M., TIRIPICCHIO, A. & TIRIPICCHIO CAMELLINI, M. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 312–316.
- BLUES, E. T., DREW, M. G. B. & FEMI-ONADEKO, B. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3965–3967.
- BURNHAM, C. W. (1966). *Am. Mineral.* **51**, 159–164.
- BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 457–464.
- CHARBONNIER, F., FAURE, R. & LOISELEUR, H. (1981). *Rev. Chim. Minér.* **18**, 245–253.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- GRIFFITH, E. A. H. & AMMA, E. L. (1971). *J. Am. Chem. Soc.* **93**, 3167–3172.
- GRIFFITH, R. L. (1943). *J. Chem. Phys.* **11**, 499–505.
- HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
- HEDRICH, M. & HARTL, H. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 533–536.
- HUNT, G. W., LEE, T. C. & AMMA, E. L. (1974). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **10**, 909–913.
- IGNATEVA, E. M. & KHARITONOVA, R. I. (1969). *Ref. Zh. Khim.* Abstr. No. 16 V 52.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1968). Bd. III, S. 202–203, 206–207, 216. Birmingham: Kynoch Press.
- MENCHETTI, S., ROSSI, G. & TAZZOLI, V. (1970). *Rend. Ist. Lomb. Sci. Lett. Cl. Sci. Mat. Nat.* **A104**, 309–316.
- NILSSON, K. & OSKARSSON, Å. (1982). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **36**, 605–610.
- STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C. W., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). XRAY76-System. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.