

Fig. 1. ORTEP drawing of the title compound (relative configuration). Thermal ellipsoids are drawn at the 35% probability level. H atoms represented by spheres of arbitrary size.

ring. The five-membered ring is in a half-chair conformation. The benzoate ester exhibits an extended conformation, and the molecules lie in rows parallel to the body diagonal of the unit cell. The thermal motion associated with the benzoate group is much larger than that of the rigid aromadendrane framework. This is consistent with the observed molecular packing and the weak intermolecular interactions. The C—C distances in the benzene ring range from 1.342 (8) to 1.382 (4) Å which reflects the relatively large anisotropic thermal motion. The valence angles all lie within  $3\sigma$  of the ideal value of  $120.0^\circ$ . A least-squares plane fitted to the six atoms of the benzene ring shows a maximum deviation of 0.020 (11) Å from the plane while C(12) and O(12) lie out of the plane by 0.045 (8) and 0.245 (8) Å respectively. The C(4a)—C(7a) bond joining the five- and seven-membered rings is 1.549 (4) Å while the

C(1a)—C(7b) bond joining the three- and seven-membered rings is 1.506 (4) Å. The remaining distances and angles around the five- and seven-membered rings can be rationalized in terms of conformational symmetry and substitution pattern.

There are two H...H intermolecular contacts of less than 2.50 Å, one O...H of less than 2.80 Å and one O...O of less than 3.00 Å; H(8b)...H(7)(1-x, y-1/2, 1-z) = 2.30 (5), H(16)...H(6b)(2-x, 1/2+y, 1-z) = 2.40 (4), O(7)...H(8b)(1-x, 1/2+y, 1-z) = 2.62 (3) and O(12)...O(7)(1-x, 1/2+y, 1-z) = 2.938 (4) Å.

We thank the Robert A. Welch Foundation (P-074) for financial support.

#### References

- CROMER, D. T. & MANN, J. P. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.  
 JOHNSON, C. K. (1971). *ORTEPII*. Report ORNL-3794, revised. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 MAIN, P., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1978). *MULTAN78. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 MISKI, M., ULUBELEN, A. & MABRY, T. J. (1983). *Phytochemistry*, **22**, 2231–2233.  
 MISKI, M., ULUBELEN, A., MABRY, T. J., VICKOVIC, I., WATSON, W. H. & HOLUB, M. (1984). *Tetrahedron*, **40**, 5197–5201.  
 SAYA, O. & MISKI, M. (1985). *Plant Syst. Evol.* Submitted.  
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C. W., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The *XRAY76* System. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.  
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.  
 TOROMONOFF, E. (1980). *Tetrahedron*, **36**, 2809–2931.

*Acta Cryst.* (1986). **C42**, 319–322

## Die Strukturen von *N*-Mesylhydroxylamin, $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N}(\text{H})\text{OH}$ , und *N*-Mesyl-*O*-methylhydroxylamin, $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N}(\text{H})\text{OCH}_3$

VON KLAUS BRINK UND RAINER MATTES

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Münster, Corrensstrasse 36, 4400 Münster, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 8. Februar 1985; angenommen am 20. September 1985)

**Abstract.**  $\text{CH}_5\text{NO}_3\text{S}$  (I):  $M_r = 111.12$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 5.621$  (3),  $b = 5.791$  (3),  $c = 6.922$  (4) Å,  $\alpha = 97.31$  (7),  $\beta = 100.33$  (8),  $\gamma = 104.29$  (5)°,  $V = 211.3$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_m = 1.70$ ,  $D_x = 1.75$  Mg m<sup>-3</sup>,

Mo  $K\alpha$ ,  $\lambda = 0.71069$  Å,  $\mu = 0.31$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 116$ ,  $T = 160$  K,  $R = 0.058$  for 886 independent reflections.  $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$  (II):  $M_r = 125.15$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 8.018$  (3),  $b = 4.902$  (2),  $c = 13.629$  (6) Å,  $\beta =$

0108-2701/86/030319-04\$01.50

© 1986 International Union of Crystallography

97.83 (3)°,  $V = 530.7 \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ ,  $D_m = 1.55$ ,  $D_x = 1.57 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\text{Mo K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.71069 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 0.50 \text{ mm}^{-1}$ ,  $F(000) = 264$ ,  $T = 120 \text{ K}$ ,  $R = 0.037$  for 1096 independent reflections. The N atoms are pyramidally coordinated in both compounds. The N—S bonds [1.664 (3) and 1.662 (1) \AA] are slightly longer than in the related methanesulfonic acid derivatives.

**Einleitung.** Während Kristallstrukturen und Bindungsverhältnisse von primären (Vorontsova, 1966), sekundären (Klug, 1968, 1970; Attig & Mootz, 1975) und tertiären (Naumov, Garaeva & Butenko, 1979) Mesylaminen eingehend studiert wurden, liegen über die analogen Derivate des Hydroxylamins keine derartigen Untersuchungen vor. Die bereits früher publizierten Arbeiten über die Kristallstrukturen von Kaliumhydroxylamin-*N*-sulfonat (Pant & Cruickshank, 1966) und Kaliumhydroxylamin-*N,O*-disulfonat (Hall, Johnson, Kennard, Smith, Skelton & White, 1980) nahmen wir zum Anlass, die Kristallstrukturen der vergleichbaren neutralen Mesylhydroxylamine (I) und (II) zu untersuchen. Hierdurch sollten insbesondere Auskünfte über die Bindungsverhältnisse am Stickstoffatom, die Acidität des H-Atoms und seine Beteiligung an Wasserstoffbrückenbindungen erhalten werden.

**Experimentelles.** (I) und (II) dargestellt nach Literaturangaben (Brink, Gombler & Bliefert, 1977; Boldhaus, Bliefert, Brink & Mattes, 1981).  $D_m$  durch Schwebemethode; Kristalle in Lindemannröhrchen; Syntex  $P2_1$  Diffraktometer,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71069 \text{ \AA}$ ,  $(\theta/2\theta)$ -scan. 1 Standardreflex pro 100 Reflexe, Schwächung  $< \pm 1.5\%$ . Anwendung direkter Methoden; 'Kleinste Quadrate'-Verfeinerung (volle Matrix) mit anisotropen Temperaturparametern aller Atome ausser H-Atomen unter Verwendung von  $F$ -Werten; H-Atome aus Differenzsynthesen und isotrop verfeinert.  $w^{-1} = (F_o)^2 + (0.015F_o)^2$ . Letzter Quotient  $(\Delta/\sigma) < 10^{-2}$ . Programme und Atomformfaktoren aus Syntex-XTL/E-XTL-Programmsystem (Syntex, 1976). Keine Extinktionskorrektur. Zu (I): Kristallgröße (mm)  $0.3 \times 0.4 \times 0.5$ ; keine Absorptionskorrektur; Gitterparameter über 14 Reflexe mit  $7^\circ \leq \theta \leq 19^\circ$ ; gemessen 1002 Reflexe ( $\theta_{\text{max}} = 27^\circ$ ),  $0 \leq h \leq 7$ ,  $-7 \leq k \leq 7$ ,  $-8 \leq l \leq 8$ ; 886 unabhängige Reflexe mit  $I > 1.96\sigma(I)$ ; 75 Parameter,  $R = 0.058$ ,  $wR = 0.077$ ,  $S = 4.3$ ;  $-0.4 \leq \Delta\rho \leq 0.9 \text{ e \AA}^{-3}$  (max. in der C—S-Bindung). Zu (II): Kristallgröße (mm)  $0.25 \times 0.4 \times 0.4$ ; Absorptionskorrektur über experimentell bestimmte Transmissionsfläche (5 Reflexe); Gitterparameter über 12 Reflexe mit  $7^\circ \leq \theta \leq 18^\circ$ ; gemessen 1174 Reflexe ( $\theta_{\text{max}} = 27^\circ$ ),  $0 \leq h \leq 10$ ,  $0 \leq k \leq 6$ ,  $-17 \leq l \leq 17$ ; 1096 unabhängige Reflexe mit  $I > 1.96\sigma(I)$ ; 92 Parameter,  $R = 0.037$ ,  $wR = 0.049$ ,  $S = 2.59$ ;  $-0.5 \leq \Delta\rho \leq 0.3 \text{ e \AA}^{-3}$ .

Tabelle 1. Orts- ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2$ ) von  $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OH}$

$$U_{\text{äq}} = 1/24\pi^2 \sum_i \sum_k B_{ik} a_i^* a_k^* (\mathbf{a}_i, \mathbf{a}_k).$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}/U_{\text{iso}}$
S	1289 (1)	3231 (1)	2051 (1)	0,0266
O(1)	1522 (4)	2529 (3)	38 (3)	0,0339
O(2)	2634 (4)	5657 (3)	3066 (3)	0,0370
O(3)	2325 (4)	1906 (4)	5398 (3)	0,0324
N	2483 (5)	1385 (5)	3337 (4)	0,0318
C(1)	-1892 (5)	2707 (5)	2110 (4)	0,0322
H(1)	1595 (70)	92 (70)	3013 (50)	0,037
H(2)	-2493 (97)	3834 (88)	1463 (65)	0,072
H(3)	-2695 (56)	980 (55)	1548 (42)	0,022
H(4)	-1996 (70)	2917 (67)	3428 (56)	0,037
H(5)	3916 (84)	2736 (75)	6187 (60)	0,056

Tabelle 2. Orts- ( $\times 10^4$ ) und isotrope Temperaturparameter ( $\text{\AA}^2$ ) von  $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OCH}_3$

$$U_{\text{äq}} = 1/24\pi^2 \sum_i \sum_k B_{ik} a_i^* a_k^* (\mathbf{a}_i, \mathbf{a}_k).$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}/U_{\text{iso}}$
S	4690,1 (4)	1667 (1)	1441,8 (2)	0,0146
O(1)	4982 (2)	-1056 (2)	1809 (1)	0,0225
O(2)	3433 (2)	2127 (3)	603 (1)	0,0240
O(3)	5306 (2)	3493 (2)	3184 (1)	0,0213
N	4014 (2)	3453 (3)	2347 (1)	0,0176
C(1)	6622 (2)	3044 (4)	1220 (1)	0,0204
C(2)	4736 (2)	1955 (4)	3965 (1)	0,0255
H(1)	3851 (31)	4983 (58)	2158 (18)	0,033
H(2)	7050 (36)	1879 (53)	734 (21)	0,044
H(3)	7369 (30)	3100 (47)	1797 (18)	0,028
H(4)	6445 (32)	4741 (53)	968 (17)	0,032
H(5)	3683 (33)	2739 (52)	4150 (18)	0,035
H(6)	5621 (32)	2178 (54)	4477 (19)	0,032
H(7)	4543 (31)	-29 (57)	3742 (18)	0,038

Tabelle 3. Ausgewählte Bindungslängen (\AA) und -winkel (°) in  $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OH}$  und  $\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OCH}_3$

	$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OH}$	$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N(H)OCH}_3$
N—S	1,664 (3)	1,662 (1)
N—O(3)	1,437 (3)	1,432 (2)
N—H(1)	0,77 (4)	0,80 (3)
O(3)—H(5)	0,94 (5)	
O(3)—C(2)		1,430 (2)
S—O(1)	1,440 (2)	1,433 (1)
S—O(2)	1,440 (2)	1,435 (1)
S—C(1)	1,759 (3)	1,753 (2)
O(3)—H(5)···O(2)	2,779 (3)	
H(5)···O(2)	1,88 (5)	
N—H(1)···O(1)		2,922 (1)
H(1)···O(1)		2,22 (3)
N—S—C(1)	107,8 (1)	108,1 (1)
O(1)—S—C(1)	110,9 (1)	108,2 (1)
O(2)—S—C(1)	108,9 (1)	110,1 (1)
O(1)—S—N	104,8 (1)	106,6 (1)
O(2)—S—N	106,3 (1)	104,1 (1)
O(1)—S—O(2)	117,7 (1)	119,2 (1)
O(3)—N—S	109,8 (2)	108,9 (1)
H(1)—N—S	109 (3)	108 (2)
H(1)—N—O(3)	101 (3)	108 (2)
N—O(3)—H(5)	110 (3)	
N—O(3)—C(2)		108,4 (1)
O(3)—H(5)···O(2)	161 (4)	
N—H(1)···O(1)		147 (2)

**Diskussion.** Tabellen 1 und 2 enthalten die abschließenden Parameter, Tabelle 3 die Bindungsabstände und -winkel;\* Fig. 1 und 2 zeigen die Strukturen von (I) und (II). In beiden Mesitylhydroxylaminen ist das Stickstoffatom eindeutig pyramidal koordiniert und damit  $sp^3$ -hybridisiert. In allen bisher untersuchten neutralen und anionischen Sulfonsäurederivaten von Ammoniak und Hydroxylamin ist der N—S-Abstand im Vergleich zum reinen Einfachbindungsabstand von 1,7714 (3) Å in der Amidosulfonsäure (Bats, Coppens & Koetzle, 1977) deutlich verkürzt. Dies wird auf die Wechselwirkung der leeren  $3d$ -Orbitale des Schwefels mit dem freien Elektronenpaar am Stickstoff und die Ausbildung von  $d\pi-p\pi$ -Bindungen zurückgeführt. In (I) und (II) bewirkt zwar der gleiche Effekt ebenfalls eine Verkürzung der N—S-Bindung; sie fällt aber wie beim Kaliumhydroxylamin-*N*-sulfonat (Pant & Cruickshank, 1966) wegen des zum Stickstoffatom benachbarten Sauerstoffatoms geringer aus. Der elektronegative Charakter des Sauerstoffs erschwert die Ausbildung von NS- $\pi$ -Bindungen und führt zu einer größeren Pyramidalität am Stickstoff. In der Tat ist der N—S-Abstand — parallel laufend zu einer größeren Pyramidalität — in allen Hydroxylamin-Derivaten länger als in den analogen Ammoniak-Derivaten (siehe Tabelle 4). Die Bindungslängen und -winkel der Mesitylgruppen in (I) und (II) zeigen keine Besonderheiten. Im Vergleich zu den Sulfonsäurederivaten sind die S—O-Bindungen geringfügig kürzer, die OSO-Winkel deutlich größer.

Die Konformationen der Mesitylhydroxylamine (I) und (II) entlang den N—S-, N—O- und C—S-Bindungen sind jeweils gestaffelt. Das freie Elektronenpaar am Stickstoff liegt, entlang der N—S-Bindung gesehen, zwischen den beiden Sauerstoffatomen der  $SO_2$ -Gruppe. Es bevorzugt diese Position aus sterischen und

\* Die Listen der Strukturparameter und die Tabellen der anisotropen Temperaturfaktoren sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42507: 7 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

elektronischen Gründen. Bereits bei der IR-spektroskopischen Untersuchung von (I) und (II) konnte das Auftreten von H-Brückenbindungen unter Beteiligung des Sauerstoffs der  $SO_2$ -Gruppen beobachtet werden (Brink, 1983). In (I) sind die beiden Formeleinheiten der Elementarzelle durch ein symmetrisches Paar intermolekularer O(3)—H(5)···O(2') Wasserstoffbrückenbindungen der Länge 2,779 (3) Å und dem O—H···O-Winkel von 161 (4)° zu einem zentrosymmetrischen Dimeren verknüpft. In Lösung und in der Gasphase liegt (I) monomer vor, wie Molekulargewichtsbestimmung bzw. Massenspektrum zeigen (Brink, Gombler & Bliefert, 1977). In (II) verlaufen die Wasserstoffbrückenbindungen |N—H(1)···O(1'): 2,922 (1) Å, N—H(1)···O(1'): 141 (2)°| entlang der zweizähligen Schraubenachse der Elementarzelle, was zu einer kettenförmigen Verknüpfung führt. Schwache intramolekulare N—H···O-Wechselwirkungen, wie für *N*-Phenylsulfonylhydroxylamin postuliert (Exner, 1964), sind in Lösungen von (I) und (II) nicht auszuschließen.

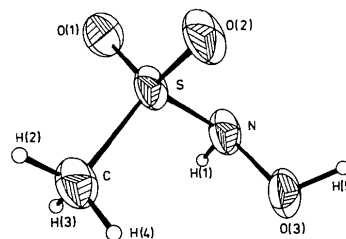


Fig. 1. Struktur von  $CH_3SO_2N(H)OH$ .

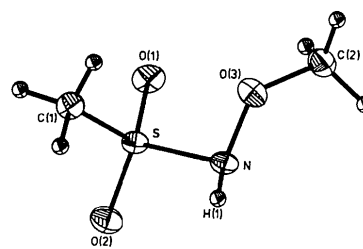


Fig. 2. Struktur von  $CH_3SO_2N(H)OCH_3$ .

Tabelle 4. Bindungslängen (Å) und -winkel (°) in Mesitylhydroxylaminen im Vergleich mit einigen analogen Sulfonsäurederivaten von Ammoniak und Hydroxylamin sowie Mesitylaminen

	C—S	S—N	N—O	S=O <sup>a</sup>	Winkelsumme am Stickstoff	O—S—O	N—S—O <sup>a</sup>	S—N—O
$CH_3SO_2N(H)OH^b$	1,759 (3)	1,664 (3)	1,437 (3)	1,440 (2)	320 (2)	117,7 (1)	105,6 (1)	109,8 (2)
$CH_3SO_2NH_2^c$	1,81 (2)	1,61 (2)		1,46 (2)	<sup>d</sup>	119	107	
$K[SO_3N(H)OH]^e$		1,69 (1)	1,48 (2)	1,46 (1)	<sup>d</sup>	110,9 (6)	107,7 (6)	108,4 (8)
$K[SO_3NH_2]^f$		1,666 (6)		1,454 (4)	330,5 (5)	115,5 (5)	103,9 (3)	
$CH_3SO_2N(H)OCH_3^b$	1,753 (2)	1,662 (1)	1,432 (2)	1,434 (1)	325 (1)	119,2 (1)	105,4 (1)	108,9 (1)
$CH_3SO_2N(H)C_6H_5^g$	1,746 (2)	1,633 (2)		1,434 (2)	342,0	118,6 (1)	106,5 (1)	
$K[SO_3N(H)CH_3]^h$		1,637 (4)		1,454 (3)	330	110,9 (2)	107,7 (2)	

Anmerkungen: (a) Mittelwerte; (b) diese Arbeit; (c) Vorontsova (1966); (d) H-Atom(e) nicht lokalisiert; (e) Pant & Cruickshank (1966); (f) Cox, Sabine, Padmanabhan, Ban, Chung & Surjadi (1967); (g) Klug (1968); (h) Morris, Kennard, Hall & Smith (1982).

## Literatur

- ATTIG, R. & MOOTZ, D. (1975). *Acta Cryst.* B31, 1212–1214.
- BATS, J. W., COPPENS, P. & KOETZLE, T. F. (1977). *Acta Cryst.* B33, 37–45.
- BOLDHAUS, M., BLIEFERT, C., BRINK, K. & MATTES, R. (1981). *Z. Naturforsch. Teil B*, 36, 1673–1674.
- BRINK, K. (1983). *Mesylhydroxylamine und verwandte Verbindungen – Reaktionen, Spektren und Strukturen*. Dissertation. Univ. Münster.
- BRINK, K., GOMBLER, W. & BLIEFERT, C. (1977). *Z. Anorg. Allg. Chem.* 429, 255–260.
- COX, G. W., SABINE, T. M., PADMANABHAN, V. M., BAN, N. T., CHUNG, M. K. & SURJADI, A. J. (1967). *Acta Cryst.* 23, 578–581.
- EXNER, O. (1964). *Collect. Czech. Chem. Commun.* 29, 1337–1343.
- HALL, J. R., JOHNSON, R. A., KENNARD, C. H. L., SMITH, G., SKELTON, B. W. & WHITE, A. H. (1980). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* S. 2199–2207.
- KLUG, H. P. (1968). *Acta Cryst.* B24, 792–802.
- KLUG, H. P. (1970). *Acta Cryst.* B26, 1268–1275.
- MORRIS, A. J., KENNARD, C. H., HALL, J. R. & SMITH, G. (1982). *Inorg. Chim. Acta*, 62, 247–252.
- NAUMOV, V. A., GARAEVA, R. N. & BUTENKO, G. G. (1979). *Zh. Strukt. Khim.* 20, 1110–1113; *J. Struct. Chem.* 20, 946–949.
- PANT, A. K. & CRUICKSHANK, D. W. J. (1966). *Acta Cryst.* 21, 819–820.
- Syntax (1976). *XTL/XTLE Structure Determination System*. Syntax Analytical Instruments, Cupertino, California.
- VORONTOVA, L. G. (1966). *Zh. Strukt. Khim.* 7, 280–283; *J. Struct. Chem.* 7, 275–277.

*Acta Cryst.* (1986). C42, 322–324

### Structure of 7-Hydroxy-2,8-dimethoxy-1,4-phenanthrenequinone

BY HANS-HAGEN BARTSCH\*, HELMUT W. SCHMALLE AND OTTO H. JARCHOW

*Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Hamburg, Grindelallee 48, D-2000 Hamburg 13, Federal Republic of Germany*

AND BJÖRN M. HAUSEN AND KARL-HEINZ SCHULZ

*Universitäts-Hautklinik Hamburg-Eppendorf, Martinistrasse 52, D-2000 Hamburg 20, Federal Republic of Germany*

(Received 18 December 1984; accepted 1 October 1985)

**Abstract.** C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>,  $M_r = 284.28$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 7.446$  (4),  $b = 16.921$  (14),  $c = 10.619$  (7) Å,  $\alpha = 92.18$  (6),  $\beta = 107.03$  (5),  $\gamma = 95.17$  (5)°,  $V = 1271$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.485$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.120$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 592$ ,  $T = 296$  K,  $R = 0.065$  for 1917 observed reflections. The asymmetric unit contains two molecules, giving rise to pseudosymmetry and superstructure phenomena. The molecules consist of aromatic rings of different planarity. The aromatic skeletons are inclined at 8 (1)° to each other. Neighbouring molecules are connected *via* hydrogen bonds along [101]. Weak C–H...O interactions contribute to structural stability.

**Introduction.** The title compound, named cypripedin, is a naturally occurring quinone isolated from *Cypripedium calceolus* L. Cypripedin and other quinones from *Cypripedium* species are known to cause allergic skin reactions (Hausen, 1982). In the course of investigations on structure–function relationships of allergenic constituents of plants and plant materials (Schmalle, Jarchow, Hausen & Schulz, 1983), the

structure of cypripedin was determined. Owing to the small quantity of separated substance no chemical formula or mass spectrometric data was available when starting the X-ray investigation.

**Experimental.** Title compound separated and concentrated by repetitive thin-layer chromatography, dark red crystals recrystallized from solution of acetone and benzene (40/60) ( $v/v = 1:1$ ); crystal dimensions 0.2 × 0.6 × 0.7 mm; space-group determination from Weissenberg photographs; Syntax P2<sub>1</sub> diffractometer; graphite-monochromatized Mo  $K\alpha$  radiation; cell dimensions from least-squares refinement of 14 reflections within shell  $5 \leq 2\theta \leq 25^\circ$ ;  $(\sin\theta/\lambda)_{\max} = 0.527$  Å<sup>-1</sup>;  $\theta/2\theta$  scan mode, variable scan speed from 1.0 to 29.3° min<sup>-1</sup>;  $0 \leq h \leq 6$ ,  $-17 \leq k \leq 17$ ,  $-11 \leq l \leq 11$ ; loss in intensity of standard reflections 143 and 02 $\bar{5}$  less than 1%, monitored at the beginning and after every 98 reflections (32 times) during data collection; 3104 reflections measured, Lorentz–polarization, no absorption correction; 3040 unique reflections, 1917 with  $I > 1.96\sigma(I)$ , 1123 unobserved; structure solved by direct methods (Bartsch, Jarchow & Schmalle, 1980), anisotropic full-matrix least-squares refinement based on  $F(hkl)$ ; all H-atom positions from difference Fourier syntheses, not refined; isotropic

\* Present address: Institut für Mineralogie der Westfälischen Wilhelms Universität Münster, Corrensstrasse 24, D-4400 Münster, Federal Republic of Germany.