

SHORT-FORMAT PAPERS

Contributions intended for publication under this heading should follow the format given in the Checklist for Authors [Acta Cryst. (1985). C41, 1–4].

Acta Cryst. (1986). C42, 1263–1264

Cyclopentaaazathienium-tetrachloroaurat

VON WOLFGANG WILLING, SOMLUCK RUANGSUTTINARUPAP, ULRICH MÜLLER UND KURT DEHNICKE

Fachbereich Chemie der Universität Marburg, Hans-Meerwein-Straße, D-3550 Marburg, Bundesrepublik Deutschland

(Eingegangen am 17. September 1985; angenommen am 2. April 1986)

Abstract. $[S_5N_5][AuCl_4]$, $M_r = 569.1$, monoclinic, $P2_1/m$, $a = 5.340$ (5), $b = 11.997$ (2), $c = 10.160$ (5) Å, $\beta = 99.51$ (7)°, $V = 642.0$ Å³, $Z = 2$, $D_x = 2.94$ Mg m⁻³, $\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 12.56$ mm⁻¹, $F(000) = 556$, $T = 295$ K, $R = 0.044$ for 1370 observed independent reflexions. $[S_5N_5][AuCl_4]$ was prepared by reaction of $AuCl_3$ with $(NSCl)_3$ in boiling $SOCl_2$; it crystallizes upon cooling of the solution. It consists of planar quadratic $[AuCl_4]^-$ ions and planar (within 0.02 Å) $[S_5N_5]^+$ ions that have the 'azulene-like' configuration with nearly equal lengths for all NS bonds (mean value 1.564 Å). Both cation and anion are intersected by the crystallographic mirror plane.

Experimentelles. Synthese: 0,63 g $AuCl_3$ (2,1 mmol), das man in aktiver Form durch Entwässern von wasserhaltiger Tetrachlorogoldsäure mit Thionylchlorid hergestellt hat (Dell'Amico & Calderazzo, 1973), werden mit 1,56 g Trithiazylchlorid (6,3 mmol) in 40 ml Thionylchlorid zunächst 2 h bei 333 K gerührt, anschließend wird noch 1 h unter Rückfluß erhitzt. Man filtriert warm und kühlt das Filtrat langsam auf 273 K ab, wobei goldgelbe Nadeln entstehen, die man filtriert, mit Dichlormethan wäscht und im Vakuum trocknet. IR-Absorptionen: 1165 *m*, 975 *m*, 930 *m*, 722 *m*, 655 *w*, 630 *w*, 570 *m*, 542 *m*, 465 *sh*, 460 *m*, 355 *st* (ν_{as} $AuCl_4^-$), 308 *w*, 292 *w* cm⁻¹.

Nadelförmiger Kristall längs [010]; 0,04 × 0,67 × 0,10 mm; Diffraktometer Enraf-Nonius CAD-4; Gitterparameter aus 16 θ -Werten $16 < \theta < 29^\circ$, ω -scan; Absorptionskorrektur (Transmissionsfaktoren 0,36 bis 0,69); $\theta < 28^\circ$, $0 \leq h \leq 7$, $0 \leq k \leq 15$, $-13 \leq l \leq 13$; Kontrollreflexe 100 und 020 mit Intensitätsschwankungen $\leq 2\%$. Gemessen 1739 Reflexe, 1576 unabhängig, davon 206 mit $F < 2\sigma(F)$ als unbeobachtet gewertet und nicht verwendet; $R_{int} = 0,023$. Au- und Cl-Lagen aus Patterson-Synthese; übrige Atome aus Differenz-Fourier-Synthese; Ver-

feinerung durch Minimalisieren von $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$ mit $w = 1/\sigma^2(F)$; bis Parameterverschiebungen $< 0,16\sigma$; $R = 0,044$, $wR = 0,050$; bei Einschluß der unbeobachteten Reflexe [$F = 1/2\sigma(F)$] $R = 0,053$; grösster Peak in abschliessender Differenz-Fourier-Synthese $1,0$ e Å⁻³. Atomformfaktoren nach Cromer & Mann (1968), f' und f'' nach Cromer & Liberman (1970). Rechenprogramme: Müller (1971), Sheldrick (1976), Johnson (1965).

In Tabelle 1 sind die Atomparameter,* in Tabelle 2 die Bindungsabstände und -winkel zusammengestellt. Fig. 1 zeigt die Struktur von Kation und Anion.

Verwandte Literatur. Das $[S_5N_5]^+$ -Ion ist bereits mit mehreren anderen Anionen bekannt; mit folgenden

* Die Liste der anisotropen Temperaturfaktoren und der beobachteten und berechneten Strukturformfaktoren sind bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42972: 11 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

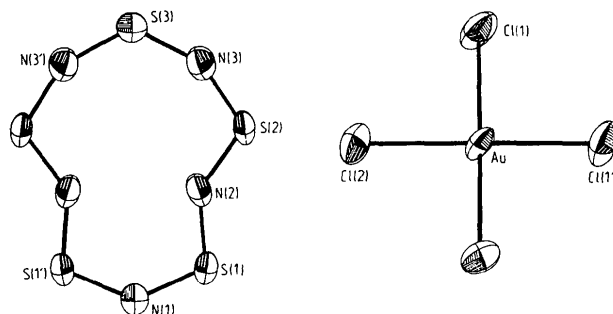


Fig. 1. Struktur des $[S_5N_5]^+$ -Ions (links) und des $[AuCl_4]^-$ -Ions (rechts). Ellipsoide der thermischen Schwingung für 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit bei 295 K. Beide Ionen sind spiegelsymmetrisch.

Anionen hat es die gleiche Struktur wie in unserem Fall: $[\text{S}_3\text{N}_3\text{O}_4]^-$ (Roesky, Böwing, Rayment & Shearer, 1975), $[\text{SnCl}_5(\text{OPCl}_2)]^-$ (Banister, Durrant, Rayment & Shearer, 1976), $[\text{RuCl}_3(\text{CO})_3]^-$ (Berg, Dehnicke &

Fenske, 1985) und $[\text{Ga}_2\text{Cl}_7]^-$ (Klinzing, Willing, Müller & Dehnicke, 1985). Eine abweichende Struktur des $[\text{S}_3\text{N}_3]^+$ -Ions, vermutlich verbunden mit einer dynamischen Fehlordnung, ist mit folgenden Anionen bekannt: $[\text{AlCl}_4]^-$ (Hazell & Hazell, 1972), $[\text{GaCl}_4]^-$ (Klinzing, Willing, Müller & Dehnicke, 1985) und $[\text{SbCl}_6]^-$ (Gillespie, Sawyer, Slim & Tyrer, 1982).

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter der äquivalenten isotropen Temperaturfaktoren (Å^2)

$$B_{\text{eq}} = \frac{3}{2} \pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

| | x | y | z | B_{eq} |
|-------|-------------|------------|-------------|-----------------|
| Au | 0,1549 (1) | 0,25 | 0,29616 (6) | 2,69 (2) |
| Cl(1) | 0,3840 (7) | 0,1155 (2) | 0,4197 (3) | 4,6 (1) |
| Cl(2) | -0,0728 (6) | 0,1157 (2) | 0,1700 (3) | 4,5 (1) |
| N(1) | 1,007 (3) | 0,25 | 0,611 (2) | 4,0 (5) |
| S(1) | 0,9270 (6) | 0,1293 (2) | 0,6495 (3) | 3,7 (1) |
| N(2) | 0,741 (2) | 0,1397 (7) | 0,7530 (9) | 3,4 (3) |
| S(2) | 0,5851 (6) | 0,0629 (2) | 0,8308 (3) | 3,6 (1) |
| N(3) | 0,425 (2) | 0,1341 (7) | 0,9151 (9) | 3,7 (4) |
| S(3) | 0,3371 (9) | 0,25 | 0,9637 (4) | 3,9 (2) |

Tabelle 2. Interatomare Abstände (Å) und Winkel ($^\circ$)

| | | | |
|-----------|-----------|-----------------|-----------|
| Au-Cl(1) | 2,274 (3) | Cl(1)-Au-Cl(2) | 89,8 (1) |
| Au-Cl(2) | 2,281 (3) | Cl(1)-Au-Cl(1') | 90,4 (1) |
| | | Cl(2)-Au-Cl(2') | 89,9 (1) |
| N(1)-S(1) | 1,577 (6) | S(1)-N(1)-S(1') | 133,3 (9) |
| S(1)-N(2) | 1,566 (9) | N(1)-S(1)-N(2) | 108,7 (6) |
| N(2)-S(2) | 1,544 (9) | S(1)-N(2)-S(2) | 138,7 (6) |
| S(2)-N(3) | 1,562 (9) | N(2)-S(2)-N(3) | 110,2 (5) |
| N(3)-S(3) | 1,572 (9) | S(2)-N(3)-S(3) | 150,9 (7) |
| | | N(3)-S(3)-N(3') | 124,4 (5) |

Literatur

- BANISTER, A. J., DURRANT, J. A., RAYMENT, I. & SHEARER, H. M. (1976). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* S. 928-930.
- BERG, A., DEHNICKE, K. & FENSKE, D. (1985). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **527**, 111-117.
- CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891-1897.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321-324.
- DELL'AMICO, D. B. & CALDERAZZO, F. (1973). *Gazz. Chim. Ital.* **103**, 1099-1104.
- GILLESPIE, R. J., SAWYER, J. F., SLIM, D. R. & TYRER, J. D. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 1296-1302.
- HAZELL, A. C. & HAZELL, R. G. (1972). *Acta Chem. Scand.* **26**, 1987-1995.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KLINZING, P., WILLING, W., MÜLLER, U., DEHNICKE, K. (1985). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **529**, 35-45.
- MÜLLER, U. (1971). *CADLP*. Programm zur Auswertung und *Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten*. Univ. Marburg.
- ROESKY, H. W., BÖWING, W. G., RAYMENT, I. & SHEARER, H. M. (1975). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* S. 735-736.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program für die Strukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.

Acta Cryst. (1986). **C42**, 1264-1266

Structure of an Unexpected Indole Photolysis Product

BY KLAUS HARMS AND GEORGE M. SHELDRIK

Institut für Anorganische Chemie der Universität, Tammannstrasse 4, D3400 Göttingen, Federal Republic of Germany

AND KLAUS BRÜGGEMANN AND LUTZ-F. TIETZE

Institut für Organische Chemie der Universität, Tammannstrasse 2, D3400 Göttingen, Federal Republic of Germany

(Received 29 January 1986; accepted 24 March 1986)

Abstract. Methyl 8,9,15,16-tetrahydro-5bH,14bH-5,7a,14,14c-tetraazabenz[1,2-a:1',2'-c]difluorene-6-carboxylate ethyl acetate solvate, $\text{C}_{26}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$, $M_r = 512.6$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 10.340$ (5), $b = 10.809$ (5), $c = 13.613$ (1) Å, $\alpha = 97.53$ (4), $\beta = 101.65$ (4), $\gamma = 113.84$ (3)°, $U = 1324$ Å³, $Z = 2$, D_x

$= 1.286$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 0.081$ mm⁻¹, $F(000) = 544$, $T = 298$ K, $R = 0.052$ for 2807 reflections. The structure is a 1:1 ethyl acetate solvate. It was investigated to determine the relative configuration, which could not be established by NMR. There is a hydrogen bond [2.892 (4) Å] between N(15)