

Les longueurs des liaisons Pt—N sont comprises entre 2,01 (2) et 2,07 (1) Å dans les deux cations  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  et sont égales à 2,07 (2) Å dans  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}]^+$ . Leurs homologues mesurent 2,043 (8) et 2,033 (6) Å dans le tétracyano-7,7,8,8 quinodiméthane de tétrammineplatine(II) (Endres, Keller, Moroni, Nöthe & Vu Duong, 1978) et 2,05 (1) Å dans le bis[trichloro(diméthylsulfoxyde)platinate(II)] de tétrammineplatine(II) (Khodadad & Rodier, 1987). La longueur de la liaison Pt(3)—Cl(1) [2,287 (6) Å], un peu courte par rapport aux liaisons Pt—Cl présentes dans  $\text{K}[\text{PtCl}_3(\text{CH}_3)_2\text{SO}]$  [2,318 (5) Å] (Melanson, Huber & Rochon, 1976) ou dans l'anion  $[\text{PtCl}_3(\text{NH}_3)]^-$  [2,30 (1) à 2,32 (3) Å] (Jeannin & Russell, 1970), paraît s'expliquer par les dimensions des atomes d'azote. L'étude en solution de  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}]\text{Cl}$  a permis à Morita & Bailar (1983) de montrer l'existence du cation  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}]^+$ . Toutefois, ce dernier n'a, semble-t-il, jamais été rencontré jusqu'ici dans une structure cristalline.

Huit anions  $\text{Cl}(2)^-$  entourent le cation  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_3\text{Cl}]^+$  et réalisent un polyèdre que l'on peut faire dériver du cube par déformation. Les droites joignant Pt(3) aux extrémités d'une diagonale du polyèdre font entre elles des angles de 164,22 (6)°. Quatre distances Pt(3)...Cl(2) sont égales à 4,229 (3) Å et les quatre autres 4,382 (4) Å.

Bien que les atomes d'hydrogène n'aient pas été localisés, l'existence de plusieurs liaisons hydrogène N—H...Cl peut être considérée comme très vraisemblable. Ainsi, N(1) paraît lié à Cl(2<sup>viii</sup>) [(viii):  $1+x, y, z$ ], N(2) à Cl(2<sup>v</sup>) [(v):  $\frac{1}{2}-y, x, -\frac{1}{2}+z$ ], N(3) à Cl(2<sup>vii</sup>) [(vii):

$\frac{1}{2}+y, -x, \frac{3}{2}-z$ ] et N(4) à Cl(2<sup>vi</sup>) [(vi):  $-x, 1-y, 1-z$ ]. Leurs longueurs vont de 3,31 (1) à 3,38 (2) Å.

On observe, par ailleurs, que le rapport  $c/a$  des dimensions de la maille est égale à 1,5808 et que l'on obtient sensiblement la valeur indiquée par Kurnakow & Andrejewsky (1930) si l'on remplace  $a$  par  $a' = a\sqrt{2}$ , c'est-à-dire par la diagonale de la face (001).

#### References

- COPPENS, P., LEISEROWITZ, L. & RABINOVICH, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035–1038.  
 ENDRES, H., KELLER, H. J., MORONI, W., NÖTHE, D. & VU DUONG (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1703–1705.  
 FRENZ, B. A. (1982). *SDP Structure Determination Package*. B. A. Frenz & Associates, College Station, Texas, USA, et Enraf-Nonius, Delft, Pays-Bas.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 99 et 149. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
 JEANNIN, Y. & RUSSELL, D. R. (1970). *Inorg. Chem.* **9**, 778–783.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.  
 KHODADAD, P. & RODIER, N. (1987). *Acta Cryst.* **C43**, 1690–1692.  
 KURNAKOW, N. S. & ANDREJEWSKY, I. A. (1930). *Z. Anorg. Chem.* **189**, 137–144.  
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1982). *MULTAN*11/82. *A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.  
 MELANSON, R., HUBER, J. & ROCHON, F. D. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 1914–1916.  
 MORITA, H. & BAILAR, J. C. JR (1983). *Inorg. Synth.* **22**, 124–125.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 2050–2053

## Surstructures par Pseudo-Translation. I. Structure Cristalline du Polytype Hexagonal 2H du Pentasulfure de Difer et Digallium

PAR G. CASCARANO

*Dipartimento Geomineralogico, Università di Bari, 70121 Bari, Italie*

ET L. DOGGUY-SMIRI\* ET NGUYEN-HUY DUNG

*Laboratoire de Physique (Laboratoire de Chimie Minérale Structurale associé au CNRS UA 200), Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Paris V, 4 avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France*

(Reçu le 18 décembre 1986, accepté le 25 juin 1987)

**Abstract.**  $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$ ,  $M_r = 411.45$ , hexagonal, space group  $P6_3/mmc$ ,  $a = 3.637$  (2),  $c = 29.63$  (2) Å,  $V = 339.6$  (6) Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_m$ (flotation) = 3.95,  $D_x =$

4.02 Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$  Å,  $\mu = 13.63$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 194$ ,  $T = 293$  K,  $R = 0.047$  for 181 independent observed reflexions. The crystal structure of this polytype containing ten-S-atom planes is built up of a double layer of  $\text{FeS}_6$  octahedra enclosed between two single layers of  $\text{GaS}_4$  tetrahedra. The

\* Actuellement: Ecole Normale Supérieure de Bizerte, Université de Tunis, Tunisie.

polyhedra formed by the fifth S-atom plane and its centrosymmetrically related homologue have metal vacancies, as observed in the  $3R$   $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$  polytype. The configuration of the unit block, however, differs from one polytype to the other:  $\text{GaS}_4$  tetrahedra and  $\text{FeS}_6$  octahedra are related to themselves in the  $2H$  polytype by a mirror which is replaced by a center of symmetry in the  $3R$  polytype: so a shortening of the Fe-Fe distance is observed in the  $2H$  polytype. In addition to the superstructure effects due to the polytypism, some atoms are related by a pseudo-translation vector approximately equal to  $\mathbf{c}/3$ .

**Introduction.** Lors de l'étude du diagramme de phases du système  $\text{Ga}_2\text{S}_3$ -FeS, différents polytypes de composition égale à  $\text{FeGa}_2\text{S}_4$  et  $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$  ont été mis en évidence. La structure du polytype  $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$ ,  $3R$  a été établie (Doggy-Smiri & Nguyen-Huy Dung, 1982). Le présent mémoire se propose de décrire la structure du polytype  $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$ ,  $2H$ .

$\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$ ,  $2H$  est obtenu par chauffage à 1280 K pendant douze heures, en ampoules de silice scellée sous vide d'un mélange de sulfure de fer et de gallium correspondant au rapport atomique  $\text{Fe}/(\text{Fe} + \text{Ga}) = 0,5$ . Des monocristaux de  $\text{Fe}_2\text{Ga}_2\text{S}_5$ ,  $2H$  ont été préparés par la méthode de transport en phase gazeuse en présence d'iode après un séjour de 15 jours entre 1300 et 1200 K.

**Partie expérimentale.** Monocristal de couleur noire, plaquette hexagonale de dimensions  $50 \times 50 \times 12 \mu\text{m}$ . 25 réflexions utilisées pour affiner les paramètres de la maille,  $2\theta$  variant de  $4,10$  à  $30,90^\circ$ , diffractomètre automatique quatre cercles CAD-4 Enraf-Nonius; balayage  $\omega-2\theta$  d'amplitude  $s = (1,5 + 0,35 \text{ tg } \theta)^\circ$ ,  $-1,5^\circ < \theta < 35^\circ$ ;  $0 \leq h \leq 5$ ,  $0 \leq k \leq 5$ ,  $0 \leq l \leq 48$ . Réflexions choisies pour contrôler les intensités 008,  $0\bar{1}\bar{2}$  et 012. Ecart-type relatif d'instabilité  $\sigma_I$  égal à 0,025. Nombre de réflexions indépendantes mesurées: 289. Nombre de réflexions considérées comme observées [ $I > 3\sigma(I)$ ]: 181.  $w = 1/\sigma^2(F)$ . Correction d'absorption réalisée au moyen du programme de J. A. Ibers d'après la méthode analytique décrite par de Meulenaer & Tompa (1965), max. et min. du facteur de transmission 0,819 et 0,321. Essai infructueux de détermination de la structure par le programme *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Distribution inégale des  $E$  dans les différents groupes de parité. Mise en évidence de façon automatique par le programme *SIR85* (Cascarano, Giacovazzo, Burla, Nunzi, Polidori, Camalli, Spagna & Viterbo, 1985) d'un vecteur de pseudo translation ( $\mathbf{c}/3$ ) le plus probable parmi les soixante douze d'ordre le plus bas examinés en utilisant la figure de mérite la plus élevée calculée à partir du rapport  $(\langle E' \rangle^2 \text{ sous structure}) / (\langle E' \rangle^2 \text{ surstructure})$  où  $\langle E' \rangle$  sont des valeurs moyennes des facteurs de structure normalisés en

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique équivalents  $B_{eq}$*

$$B_{eq} = \frac{8}{3}\pi^2 \sum_i \sum_j U_{ij}$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
Fe	0	0	0,7012 (1)	1,17
Ga			0,5845 (1)	0,95
S(1)			0,25	0,69
S(2)			0,6600 (2)	0,88
S(3)			0,5532 (2)	0,82

absence d'aucune information structurale. Nouvelle procédure de normalisation tenant compte du fait que le pouvoir de diffusion fractionnaire de la partie structurale satisfaisant à la pseudotranslation  $\mathbf{c}/3$  a été estimé égale à 0,44 (Cascarano, Giacovazzo & Luić, 1987). Extension de phases par une formule de la tangente modifiée pour tenir compte de l'information disponible sur la symétrie de la pseudotranslation (Cascarano *et al.*, 1987). Parmi un ensemble de 32 solutions, la dix septième présente la figure de mérite combinée la plus élevée. Les positions des pics correspondent aux atomes de la structure, avec inversion des poids pour les atomes de gallium et de soufre. Positions atomiques introduites dans *ORXFLS* de Busing (1971); facteurs de structure calculés à partir des facteurs de diffusion donnés par *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); après plusieurs cycles d'affinement basés sur  $F$ , les facteurs d'agitation thermique anisotrope sont introduits pour tous les atomes.  $R = 0,047$ ,  $wR = 0,067$ ,  $S = 0,26$  à partir de 181 réflexions répondant au critère  $I > 3\sigma(I)$ ;  $\Delta/\sigma_{\text{max}} = 8 \times 10^{-4}$ ;  $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,69-0,93 \text{ e \AA}^{-3}$ . Le Tableau 1 donne les valeurs des coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents des atomes.\* L'examen de la figure montre que les vecteurs Ga-Ga (homologues par le miroir  $m$ ) et Ga-S(1) sont quasi équipollents à  $\mathbf{c}/3$ . Ces atomes sont donc affectés par la pseudotranslation.

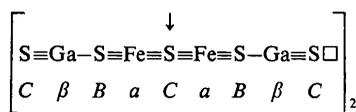
**Discussion.** La Fig. 1 représente la projection de la structure sur le plan (110) et le Tableau 2 donne les distances interatomiques.

Dans ce polytype  $2H$ , les atomes de soufre sont situés dans des plans perpendiculaires à  $[001]$  constituant un empilement compact suivant la séquence (CBCBC) (BCBCB). Les atomes de fer occupent les interstices octaédriques  $\Omega$  en position (a) dans les deuxième et troisième couches de soufre qui correspondent aux intervalles délimités par les deuxième, troisième et quatrième plans d'atomes. Ces couches sont symétriques par rapport au miroir  $m$  du groupe

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 44142: 3 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

spatial. Cette configuration diffère de celle observée dans le polytype 3R où les atomes de fer occupent les interstices octaédriques (*a*) et (*b*) dans les deuxième et troisième couches d'atomes de soufre qui se correspondent alors par un centre d'inversion. Les atomes de gallium dans Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 2H occupent les interstices tétraédriques  $\tau$  en position *b* (ou *c*) dans le premier et le quatrième intervalle entre atomes de soufre. Un octaèdre (FeS<sub>6</sub>) partage un sommet avec un tétraèdre (GaS<sub>4</sub>) contigu et une face avec l'octaèdre homologue. Les doubles couches d'octaèdres (FeS<sub>6</sub>) se trouvent ainsi prises en sandwich entre des couches simples de tétraèdres GaS<sub>4</sub>: les plans d'atomes S(2) et S(3) contiennent alors trois tétraèdres vides sur quatre. L'intervalle délimité par les plans d'atomes S(3) et leurs homologues centrosymétriques est lacunaire en métal. Les épaisseurs des différents intervalles mesurés entre les plans d'atomes de soufre valent respectivement:  $L(\tau) = 3,177$  (8);  $L(\Omega) = 2,670$  (6) et  $L(\square) = 3,120$  (8) Å; ce qui met bien en évidence les liaisons faibles créées par les atomes de gallium à coordinence tétraédrique. Cette différence ne peut être expliquée par les rayons des atomes de fer et de gallium. Cet effet se retrouve dans le polytype 3R: l'épaisseur de la couche d'octaèdres se trouve aplatie par rapport à celle de la couche de tétraèdres.

La notation de Hulliger (1976) permet de caractériser les polytypes par leur séquence d'empilement. Les traits pleins désignent les liaisons, les lettres minuscules les sites métalliques octaédriques et les lettres grecques les sites tétraédriques. Ainsi, dans le polytype Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 2H, on observe la séquence:



que l'on peut écrire encore (*hhhhh*)<sub>2</sub>; l'atome de soufre situé sur le miroir est repéré par une flèche. La séquence

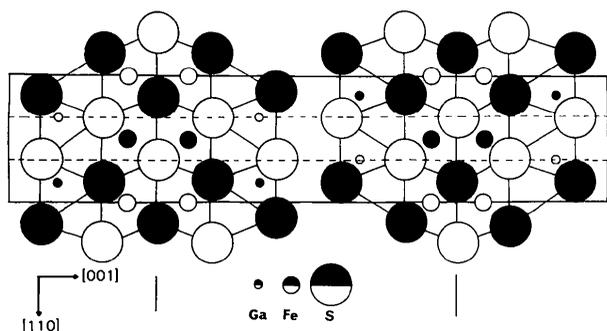


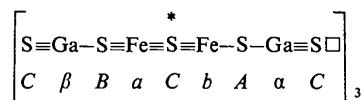
Fig. 1. Projection de la structure sur le plan (110). Les cercles blancs de taille décroissante représentent respectivement les atomes de soufre, de fer et de gallium. Les cercles noirs correspondent aux atomes situés à des cotes  $\pm a/2$ .

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

Les écarts-types sont mis entre parenthèses.			
Fe-S(1)	2,549 (2) ×2	Ga-S(2)	2,236 (7)
Fe-S(2)	2,430 (4) ×2	Ga-S(3)	2,295 (3) ×3

d'empilement est donc symétrique par rapport à ce plan.

Dans le polytype Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 3R, on observe la séquence



que l'on peut écrire encore (*hhchh*)<sub>3</sub>, l'atome de soufre situé sur le centre de symétrie est repéré par un astérisque. La séquence d'empilement admet alors un centre d'inversion à la différence du polytype 2H. La tranche élémentaire correspondant à la composition (Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub>)<sub>n</sub> ne présente donc plus la même configuration dans les polytypes 2H et 3R, ce qui est assez exceptionnel. La disposition particulière observée dans le polytype 2H entraîne un raccourcissement des distances Fe-Fe [2,889 (9) Å] par rapport à celle observée dans Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 3R [3,6508 (7) Å]. La première valeur est proche de celle observée dans la smythite Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub>: 2,84 Å (Erd, Evans & Richter, 1957) et dans Fe<sub>7</sub>S<sub>8</sub> dont la plus courte distance Fe-Fe vaut 2,90 Å (Keller-Besrest & Collin, 1982). Elle est cependant plus longue que celle décrite dans FeS: 2,60 Å (Bertaut, Burlet & Chappert, 1965). Les distances reliant l'atome de fer aux atomes de soufre S(1) situés dans le miroir et donc communs à deux couches d'octaèdres sont alors plus courtes de 0,04 Å que celles observées dans le polytype 3R tandis que les autres distances Fe-S et Ga-S restent comparables.

Bien que présentant certaines analogies avec la structure du polytype Zn<sub>2</sub>In<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 2H, de groupe spatial *P6<sub>3</sub>mc*, celle du polytype Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 2H en diffère par la présence d'un centre d'inversion associé à un miroir perpendiculaire à l'axe sénnaire. En effet, dans Zn<sub>2</sub>In<sub>2</sub>S<sub>5</sub>, la tranche élémentaire, de composition (Zn<sub>2</sub>In<sub>2</sub>S<sub>5</sub>)<sub>n</sub>, ne possède aucun élément de symétrie tandis que l'atome d'indium présente deux types de coordination différente: tétraédrique et octaédrique (Donika, Radatsan, Semiletov, Kiosse & Mustya, 1972). A la différence du polytype Fe<sub>2</sub>Ga<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 3R, les distances relativement courtes Fe-Fe dans le polytype 2H permettent de prévoir une possible interaction magnétique dont il sera utile de préciser le mode par des mesures sur des monocristaux.

L'un de nous (NHD.) remercie C. Giacobozzo pour les discussions fructueuses qu'il a eues lors de son séjour à Bari.

## Références

- BERTAUT, E. F., BURLET, P. & CHAPPERT, J. (1965). *Solid State Commun.* **3**(10), 335–338.
- BUSING, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683–684.
- CASCARANO, G., GIACOVAZZO, C., BURLA, M. C., NUNZI, A., POLIDORI, G., CAMALLI, M., SPAGNA, R. & VITERBO, D. (1985). *SIR85*. IXth Eur. Crystallogr. Meet., Torino, Italie. Abstract 1-046.
- CASCARANO, G., GIACOVAZZO, C. & LUIĆ, M. (1987). *Acta Cryst.* **A43**, 14–22.
- DOGGUY-SMIRI, L. & NGUYEN-HUY DUNG (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 372–375.
- DONIKA, F. G., RADAUTSAN, S. I., SEMILETOV, S. A., KIOSSE, G. A. & MUSTYA, I. G. (1972). *Sov. Phys. Crystallogr.* **17**, 575–578.
- ERD, R. C., EVANS, H. T. & RICHTER, D. H. (1957). *Am. Mineral.* **42**, 309–333.
- HULLIGER, F. (1976). *Structural Chemistry of Layer Type Phases*. Dordrecht: D. Reidel.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 148–151. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)
- KELLER-BESREST, F. & COLLIN, G. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 296–303.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- MEULENAER, J. DE & TOMPA, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.

*Acta Cryst.* (1987). **C43**, 2053–2056

## **catena- $\mu$ -Perchlorato- $O,O'$ -tris- $\mu$ -quinoxaline- $N,N'$ -dicopper(I) Perchlorate: Structure and Infrared Spectrum**

BY PAAVO LUMME,\* SEPPO LINDROOS AND EVA LINDELL

*Department of Inorganic Chemistry, University of Helsinki, Vuorik. 20, SF-00100 Helsinki, Finland*

(Received 23 October 1986; accepted 21 May 1987)

**Abstract.**  $[\text{Cu}_2(\text{C}_8\text{H}_6\text{N}_2)_3(\text{ClO}_4)](\text{ClO}_4)$ ,  $M_r=716.4$ , monoclinic,  $P2_1$ ,  $a=8.952(2)$ ,  $b=14.573(4)$ ,  $c=9.912(3)$  Å,  $\beta=94.61(2)^\circ$ ,  $V=1288.9(5)$  Å<sup>3</sup>,  $D_m=1.846(5)$ ,  $D_x=1.85$  g cm<sup>-3</sup>,  $Z=2$ ,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha)=0.71069$  Å,  $\mu(\text{Mo } K\alpha)=19.3$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000)=720$ ,  $T=295$  K, final refinement on  $F$  [2520 data with  $F_o > 6\sigma(F_o)$ ,  $2\theta_{\text{max}}=55.0^\circ$ ]:  $R=0.048$ ,  $wR=0.049$ . The polymeric structure of the title compound consists of a three-dimensional net with all three quinoxaline molecules and one perchlorate ion forming bridges between Cu atoms. The coordination sphere of both Cu atoms is a distorted tetrahedron. The IR spectrum shows bands typical for bridging quinoxaline and perchlorate.

**Introduction.** Copper easily forms complexes with heterocyclic amines and the structures of many of them, especially of pyrazines, have been determined. However, only a few copper quinoxaline complexes have been discussed, but no crystal structure has been determined. Both pyrazine and quinoxaline form complexes where the ligands are bonded through one N atom to the central atom (Morosin, Hughes & Soos, 1975; Lumme, Lindroos & Lindell, 1987) or the ligands can form bridges between the metal ions (Darriet, Haddad, Duesler & Hendrickson, 1979; Richardson, Hatfield, Stoklosa & Wasson, 1973). In this paper we

describe the structure of *catena- $\mu$ -perchlorato- $O,O'$ -tris- $\mu$ -quinoxaline- $N,N'$ -dicopper(I) perchlorate*, where the quinoxaline ligands form bridges between the two copper atoms, and its IR spectrum.

**Experimental.**  $\text{Cu}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0.922 g, 0.0025 mol) in ethanol (5 cm<sup>3</sup>) was added to quinoxaline (0.664 g, 0.0051 mol) also in ethanol (5 cm<sup>3</sup>). Bright red crystals separated after two hours reflux. These were filtered, washed with ethanol and ether and dried in air. The product is very stable and insoluble in all other solvents tried, except mineral acids.

The crystal selected for the intensity-data collection had dimensions 0.2 × 0.2 × 0.4 mm. Density by flotation. The unit-cell parameters were determined by least-squares treatment of the adjusted angular settings of 25 reflections measured on a Nicolet P3F diffractometer. The intensity measurements were carried out at room temperature (295 K) with graphite-monochromatized Mo  $K\alpha$  radiation and the  $\omega$ - $2\theta$  scan technique. The scan rate varied from 2.5 to 29.3° min<sup>-1</sup>, depending on the number of counts measured in a fast preliminary scan through the peak.

A set of 3074 unique reflections was obtained from 3266 reflections measured from  $2\theta=3$ –55° ( $h$  0→12,  $k$  0→19,  $l$  -13→13). 2520 reflections with  $F_o > 6\sigma(F_o)$  were considered as observed and used in refinement. Three strong reflections (210, 303 and 412) monitored

\* To whom correspondence should be addressed.