

The oxalate ion is centrosymmetric and planar. The dimensions of the ion are given in Table 3.

We see that there is a slight difference in the two C—O distances of 0.0226 (7) Å, the longest being C—O1 which is the acceptor of a relatively strong hydrogen bond. The unperturbed bond should have C—O distances of equal length. The C—C distance is long, 1.564 (1) Å, and definitely longer than in oxalic acid, 1.554 (1) Å the value determined from low temperature X-ray and neutron diffraction work by Stevens & Coppens (1980). The angles around the C atoms also reflect earlier findings: O—C—O larger than 120° and C—C—O1 smaller than C—C—O2. The sizes of the last two correlate well with the corresponding C—O bond lengths (Pedersen, 1969).

Sodium coordination. The Na ion has six nearest neighbours in a distorted octahedral arrangement. The Na—O distances range from 2.336 (1) to 2.465 (1) Å and are of normal length. The O—Na—O angles range from 68 to 94°. These results compare well with corresponding distances and angles determined in sodium carbonate hydrogen peroxide crystals 2.33–2.51 Å and 78–100°. Stereoscopic views are given in Fig. 1.

BFP would like to thank Brookhaven National Laboratory for making possible the use of the neutron diffraction facilities and for generous hospitality while staying there. The stay was made possible by a grant from The Norwegian Council for Science and

Humanities, which is also hereby gratefully acknowledged. We would also like to thank Mr Joseph Henriques for valuable technical assistance.

References

- ADAMS, J. M. & PRITCHARD, R. G. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2438–2440.
 ADAMS, J. M. & PRITCHARD, R. G. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3650–3653.
 BECKER, P. & COPPENS, P. (1974). *Acta Cryst.* **A30**, 129–147.
 BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3054–3059.
 FRITCHIE, C. J. & McMULLAN, R. K. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 1086–1091.
 ICHIKAWA, M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2074–2080.
 KOESTER, L. (1977). *Springer Tracts in Modern Physics*, Vol 80, edited by G. HOHLER, p. 36. New York: Springer.
 LUNDGREN, J. O. (1982). *Crystallographic Computer Programs*. Rep. UUIC-B13-04-04, Institute of Chemistry, Univ. of Uppsala, Sweden.
 PEDERSEN, B. F. (1969). *Structural Aspects of Perhydrates*. Thesis, Univ. of Oslo, Universitetsforlaget, Oslo, Norway.
 PEDERSEN, B. F. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 746–754, 1014–1016.
 PEDERSEN, B. F. (1989). To be published.
 PEDERSEN, B. F. & KVICK, Å. (1989). *Acta Cryst.* Accepted.
 PEDERSEN, B. F. & PEDERSEN, B. (1964). *Acta Chem. Scand.* **18**, 1454–1468.
 PRINCE, E., TREVINO, S. F., CHOI, C. S. & FARR, M. K. (1975). *J. Chem. Phys.* **63**, 2620–2624.
 SAVARIAULT, J. M. & LEHMANN, M. S. (1980). *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 1298–1303.
 STEVENS, E. D. & COPPENS, P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1867–1876.
 THORNLEY, F. R. & NELMES, R. J. (1974). *Acta Cryst.* **A30**, 748–757.

Acta Cryst. (1989). **C45**, 1727–1730

Tetraphenylphosphonium-hexachlorowolfram(V) und die Fehlordnung in tetragonalen $E\text{Ph}_4^+$ -Salzen mit oktaedrischen Anionen

VON ULRICH MÜLLER UND AIDA EL-KHOLI

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

(Eingegangen am 8. August 1988; angenommen am 27. Februar 1989)

Abstract. $[\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_4][\text{WCl}_6]$, $M_r = 736.0$, tetragonal, $P4/n$, $a = 12.958$ (3), $c = 7.764$ (2) Å, $V = 1303.7$ (8) Å³, $Z = 2$, $D_x = 1.875$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.71069$ Å, $\mu = 48.8$ cm⁻¹, $F(000) = 710$, $T = 293$ K, $R = 0.029$ for 1329 unique observed reflexions. The structure corresponds to the $[\text{AsPh}_4][\text{RuNCl}_4]$ structure type with octahedral WCl_6^- ions on the fourfold rotation axes. Unusual 'thermal' ellipsoids for five of the Cl atoms and a seemingly abnormal short Cl...Cl contact between ions can be explained by positional disorder of the WCl_6^- ion in a way such that one Cl atom is situated on the

fourfold axis but the rest of the ion is tilted away from it. Comparison with other isotopic compounds with octahedral anions shows this effect to be common for $[\text{EPh}_4][\text{MX}_6]$ compounds.

Einleitung. In Tetraphenylphosphonium und -arsonium Salzen mit einem Kationen-zu-Anionen-Verhältnis von 1:1 sind die $E\text{Ph}_4^+$ -Ionen meist zu parallel stehenden Säulen gestapelt (Müller, 1980; $E = \text{P, As, ...}$). Die Hohlräume zwischen den Säulen eignen sich besonders gut zur Unterbringung von quadratisch-pyramidalen Anionen. Der entspre-

chende [AsPh₄][RuNCl₄]-Strukturtyp gehört der Raumgruppe *P4/n* an, wobei sich die Anionen auf den vierzähligen Rotationsachsen befinden. Die gleiche Packung wurde auch wiederholte Male mit oktaedrischen Anionen gefunden. Dabei wurden in allen Fällen eigenartige Ellipsoide der 'thermischen Schwingung' und abnorm kurze Kontaktabstände zwischen Atomen von benachbarten Anionen entlang der vierzähligen Achse gefunden, für deren Ursache unterschiedliche Vermutungen geäußert wurden. Wie im folgenden am Beispiel der neu bestimmten Struktur des [PPh₄][WCl₆] gezeigt wird, lassen sich diese Erscheinungen zwanglos mit einem Fehlordnungmodell erklären.

Experimentelles. [PPh₄][WCl₆] war als Produkt aus der Umsetzung von WCl₄NSeCl mit PPh₄Cl im Molverhältnis 1:2 in CH₂Cl₂ erhalten worden (Adel, El-Kholi, Willing, Müller & Dehnicke, 1988). Dunkelrote Kristalle waren aus dieser Lösung bei 255 K entstanden, nachdem etwas CCl₄ zugesetzt worden war. Kristallplättchen 0,875 × 0,5 × 0,125 mm in Quarzglas Kapillare. Vierkreisdiffraktometer Enraf-Nonius CAD-4. Gitterkonstanten aus 25 θ -Werten, $6 < \theta < 28^\circ$. Intensitätsmessung durch ω -scan, Meßbereich $\sin\theta/\lambda < 0,64 \text{ \AA}^{-1}$, $0 \leq h \leq 16$, $0 \leq k \leq 16$, $0 \leq l \leq 9$. Intensitätsschwankung der Kontrollreflexe 032 und 553 kleiner als 2%. Numerische Absorptionskorrektur des vermessenen Kristalls, Transmissionsfaktoren 0,113 bis 0,545. 1546 gemessene Reflexe, davon 1424 unabhängig, $R_{\text{int}} = 0,037$. 95 Reflexe mit $F < 2\sigma(F)$ als unbeobachtet angesehen. Strukturauflösung aufgrund von Isotypie zu [PPh₄][NbCl₆] (Dübgen, Müller, Weller & Dehnicke, 1980). Verfeinerung durch Minimalisieren von $\sum(|F_o| - |F_c|)^2$, Einheitsgewichte. Ausgehend von modellmäßig berechneten Positionen ließen sich die H-Atomlagen problemlos mit isotropen Temperaturfaktoren verfeinern. Verfeinerung bis alle $\Delta\sigma < 0,01$. Restelektronendichte in abschließender Differenz-Fourier-Synthese $< 0,9 \text{ e \AA}^{-3}$. Keine Extinktionskorrektur. $R = 0,029$. Atomformfaktoren: Cromer & Mann (1968). Rechenprogramme: CADLP (Müller, 1971), SHELX76 (Sheldrick, 1976), ORTEP (Johnson, 1965). Die erhaltenen Atomparameter sind in Tabelle 1* zusammengestellt. f' , f'' : Cromer & Liberman (1970).

Diskussion. [PPh₄][WCl₆] kristallisiert isotyp zu den in Tabelle 2 aufgeführten Substanzen mit einer Packung, die dem [AsPh₄][RuNCl₄]-Typ entspricht

* Die Liste der Strukturparameter und der anisotropen Temperaturfaktoren sind bei der British Library Document Supply Centre als Supplementary Publication No. SUP 52045 (10 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tabelle 1. Atomkoordinaten und Parameter $U_{\text{äq}}$ (\AA^2) für den äquivalenten isotropen Temperaturfaktor

$$U_{\text{äq}} = \frac{1}{3}(U_{11} + U_{22} + U_{33}).$$

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$
W	0,2500	0,2500	0,1613 (1)	0,0332 (2)
Cl(3)	0,1948 (1)	0,0787 (1)	0,1678 (3)	0,067 (1)
Cl(1)	0,2500	0,2500	0,4570 (3)	0,051 (1)
Cl(2)	0,2500	0,2500	-0,1278 (5)	0,115 (3)
P	0,2500	0,7500	0,0000	0,0309 (9)
C(1)	0,1044 (4)	0,6107 (4)	0,1266 (7)	0,042 (3)
C(2)	0,0274 (5)	0,5823 (5)	0,2461 (9)	0,053 (4)
C(3)	-0,0043 (5)	0,6502 (5)	0,3711 (9)	0,055 (4)
C(4)	0,0401 (5)	0,7471 (5)	0,3841 (8)	0,054 (4)
C(5)	0,1160 (5)	0,7772 (4)	0,2702 (8)	0,047 (3)
C(6)	0,1477 (4)	0,7090 (4)	0,1401 (7)	0,035 (2)

(Müller, 1980). Bei allen in Tabelle 2 genannten Verbindungen befindet sich das oktaedrische Anion auf einer vierzähligen Drehachse und die Ellipsoide für die anisotrope 'Schwingung' haben die gleiche Gestalt und Orientierung wie in Fig. 1. Auffällig ist vor allem das flache und relativ große, scheibenartige Ellipsoid des Atoms Cl(2) und die schräge Orientierung des Cl(3)-Ellipsoids. Diese Ellipsoidgestalten lassen sich deuten, wenn man annimmt, daß das WCl₆⁻-Ion gegen die vierzählige Drehachse verkippt ist; der Angelpunkt für die Verkipfung befindet sich im Atom Cl(1) (Fig. 2). Das Atom Cl(1) hat relativ kurze Kontaktabstände zu den Phenylgruppen der Kationen und ist deshalb in seiner Position fixiert; um den Rest des WCl₆⁻-Ions, vor allem um das Atom Cl(2), ist jedoch reichlich Platz, so daß es neben die vierzählige Achse kippen kann (Fig. 1). Die Verkipfung erfolgt statistisch in vier verschiedene Positionen, und im Mittel bleibt die Vierzähligkeit der Drehachse erhalten. Die statistische Überlagerung der verkippten WCl₆⁻-Ionen ergibt je vier nahe beieinanderliegende Positionen für W, Cl(2) und Cl(3). Das tatsächlich eine Fehlordnung dieser Art vorliegt, folgt auch aus Messungen am isotypen [PPh₄][NbCl₆] bei Raumtemperatur und bei 170 K, wonach sich für Cl(2) und Cl(3) keine Verkleinerung der Ellipsoide bei der tiefen Temperatur ergibt (Patt-Siebel & Müller, 1989).

Die vier Positionen für Cl(2) sind weit genug voneinander getrennt, um sie mit einer Besetzungswahrscheinlichkeit von 0,25 trotz hoher Korrelationen noch verfeinern zu können. Dabei ergibt sich ein Abstand von 0,38 (6) \AA von der vierzähligen Achse. Dieser Wert stimmt innerhalb der Fehlergrenzen mit dem Wert für die Wurzel des mittleren Amplitudenquadrats der thermischen Schwingung $(U_{11})^{1/2} = 0,396$ (4) \AA überein, der sich ergibt, wenn man Cl(2) auf der vierzähligen Achse annimmt. Der Kippwinkel für das WCl₆⁻-Ion errechnet sich daraus zu 4,8 (8)°. Die Kipprichtung erfolgt etwa in Richtung auf Cl(3). Die schräge Orientierung des Ellipsoids für Cl(3) ergibt sich aus der Überlagerung der

Tabelle 2. Einige Strukturdaten isotyper Verbindungen: Gitterkonstanten, Längen der anomal kurzen Abstände $M-X$ und $X \cdots X$ und Werte $U_{11} = U_{22}$ und U_{33} des anisotropen Temperaturfaktors $\exp[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + \dots + 2U_{12}hka^*b^*)]$ für das X -Atom in $1/4, 1/4, z$ ($z \approx -0,13$)

	a (Å)	c (Å)	$M-X$ (Å)	$X \cdots X$ (Å)	U_{11} (Å ²)	U_{33} (Å ²)	Literatur
[PPh ₄][NbCl ₆]	12,95 (1)	7,85 (1)	2,269 (5)	3,254 (6)	0,177 (4)	0,035 (3)	(1)
[PPh ₄][WCl ₆]	12,958 (3)	7,764 (2)	2,245 (4)	3,224 (4)	0,157 (3)	0,030 (2)	(2)
[AsPh ₄][WCl ₆]	13,005 (5)	7,803 (3)	2,250 (3)	3,250 (3)	0,167 (3)	0,024 (1)	(3)
[AsPh ₄][WScI ₅]	12,985 (6)	7,800 (3)	2,173 (6)*	3,278 (8)†	0,173 (4)	0,034 (3)	(4)
[PPh ₄][OsCl ₆]	12,957 (3)	7,709 (1)	2,252 (4)	3,183 (3)	0,156 (3)	0,025 (2)	(5)

Literatur: (1) Dübgen, Müller, Weller & Dehnicke (1980); (2) diese Arbeit; (3) Uhl, Hey, Becker, Weller & Dehnicke (1983); (4) Weller, Ruschke & Dehnicke (1980); (5) Kim, Eriks & Magnuson (1984).

*W=S.
†S=Cl.

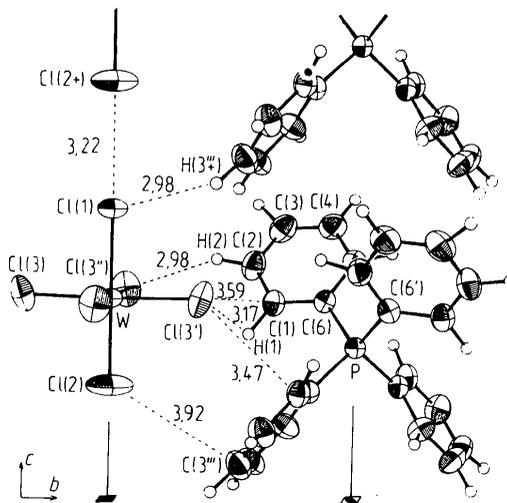


Fig. 1. Ausschnitt aus der Kristallstruktur von [PPh₄][WCl₆] mit Angabe der kürzesten interionischen Atomabstände (Å). Die Ellipsoide umschließen den Bereich mit 50% Aufenthaltswahrscheinlichkeit.

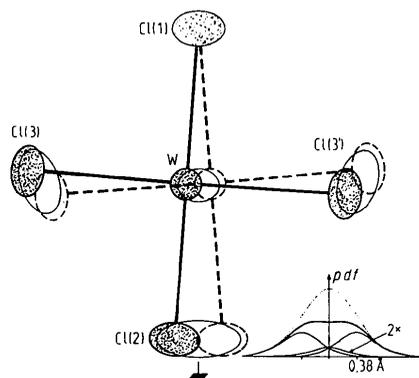


Fig. 2. Deutung der Ellipsoide für die Aufenthaltswahrscheinlichkeit durch statistische Überlagerung von verkippten WCl_6 -Ionen. Rechts unten: Wahrscheinlichkeitsfunktion (p.d.f.) für Cl(2) entlang der Ellipsoidhauptachse; dünne Kurven für je $1/4$ Cl-Atom $0,38$ Å neben der vierzähligen Achse, dicke Kurve = Überlagerung dieser vier Kurven, punktiert = p.d.f. für das Strukturmodell mit Cl-Atom auf der 4-Achse mit $(U_{11})^{1/2} = 0,40$ Å.

Positionen für dieses Atom mit der tatsächlichen Schwingungsbewegung, die wegen der Librations-schwingung des WCl_6^- -Ions ihre größte Amplitude senkrecht zur $W-Cl$ -Bindung hat (Fig. 2). In Fig. 2 ist auch die Wahrscheinlichkeitsfunktion (*probability density function*, p.d.f.; Dunitz, Maverick & Trueblood, 1988) für Cl(2) aufgetragen. Die punktierte Kurve gibt die Aufenthaltswahrscheinlichkeit in Richtung der langen Hauptachse des großen Ellipsoides an; sie stimmt nach außen hin gut mit der Summe der vier Wahrscheinlichkeitsfunktionen nach dem Fehlordnungsmodell überein, ist aber in der Nähe der vierzähligen Achse eine sehr schlechte Näherung. Bei dem Fehlordnungsmodell wurde eine mittlere quadratische Auslenkung von $U_{11} = 0,076 \text{ \AA}^2$ [$(U_{11})^{1/2} = 0,28 \text{ \AA}$] angenommen, so wie es beim [PPh₄][WScI₅] gefunden wurde (Klingelhöfer & Müller, 1988); diese Verbindung kristallisiert im gleichen Strukturtyp und hat vergleichbare Atom-massen, weist aber wegen des fehlenden sechsten Liganden am Wolframatom keine Fehlordnung auf.

Die Ursache für die Verkipfung der WCl_6^- -Ionen ist in der Packung der PPh_4^+ -Ionen zu suchen, für die eine Stapelung in Richtung c mit einer Periodizität von $c \approx 7,80 \text{ \AA}$ besonders günstig ist (Müller, 1980). Dieser Wert ist jedoch etwas zu klein, um die WCl_6^- -Ionen entlang der vierzähligen Drehachsen zu stapeln. Wenn sich das Atom Cl(2) auf der Achse befände, würde sich ein $Cl \cdots Cl$ Kontaktabstand zwischen benachbarten WCl_6^- -Ionen von $3,224 (4) \text{ \AA}$ ergeben. Durch die Kippung der WCl_6^- -Ionen vergrößert sich dieser Abstand. Nach Bondi (1964) beträgt der van der Waals-Abstand zwischen Cl-Atomen $3,50 \text{ \AA}$. Neuere Untersuchungen von Nyburg & Faerman (1985) haben für an C-Atome gebundene Cl-Atome einen nicht-sphärischen Wirkungsbereich ergeben, wobei der van der Waals-Radius in Richtung der verlängerten kovalenten Bindung $1,58 \text{ \AA}$ und senkrecht dazu $1,78 \text{ \AA}$ beträgt. Wenn diese Werte auch für das WCl_6^- -Ion gelten würden, bestünde kein Grund für das Verkippen der WCl_6^- -Ionen, da der van der Waals-Abstand zwischen benachbarten Ionen $3,16 \text{ \AA}$ betrüge und

somit nicht unterschritten wäre. Offenbar sind die Werte von Nyburg & Faerman nicht ohne weiteres auf Cl-Atome übertragbar, die an Metallatome gebunden sind. Da eine Metall—Chlor-Bindung polarer als eine C—Cl-Bindung ist, ist das Cl-Atom in der ersteren einem kugelförmigen Cl⁻-Ion ähnlicher; die bei C—Cl-Bindungen beobachtete Abplattung des Cl-Atoms in Richtung auf das C-Atom ist bei Metallverbindungen offenbar weniger ausgeprägt. Für eine geringer werdende Abweichung vom sphärischen Wirkungsbereich bei zunehmender Bindungspolarität spricht auch die von Nyburg & Faerman beobachtete Tendenz abnehmender Deformation für die Atome I > Br > Cl > F bei Kohlenstoffverbindungen.

Die Bindungslänge W—Cl(3) kann aus dem Modell ohne Verkippung der WCl₆⁻-Ionen berechnet werden; da die Verkippung in Richtung der Bindung W—Cl(3) erfolgt und zwar statistisch gleichermaßen zum Atom Cl(3) hin und von ihm weg, ergibt sich im Mittel die tatsächliche Länge. Für die Bindungen W—Cl(1) und W—Cl(2) erhält man dagegen zu kurze Längen wenn die Verkippung nicht berücksichtigt wird. Diese scheinbare Deformation des Oktaeders wurde bei allen in Tabelle 2 aufgeführten Beispielen aufgefunden. Bei den in Tabelle 3 angegebenen Abständen wurde die Verkippung nicht berücksichtigt. Der vorstehend abgeleitete Kippwinkel von 4,8° ist noch zu gering, um eine nennenswerte Verlängerung der Abstände W—Cl(1), W—Cl(2) und Cl(1)···Cl(2⁺) zu erreichen (es ergeben sich 2,304, 2,253 bzw. 3,246 Å). Der tatsächliche Kippwinkel scheint demnach größer zu sein. Vernünftige Werte erhält man bei einer Verkippung um 10,2°; dann wird W—Cl(1) 2,333 Å lang, genauso wie W—Cl(3), so daß sich fünf gleich lange W—Cl-Bindungen ergeben, und der Kontaktabstand Cl(1)···Cl(2⁺) kommt mit 3,326 Å dem van der Waals-Abstand nach Bondi näher. Die sechste W—Cl-Bindung, W—Cl(2), bliebe mit 2,281 Å allerdings immer noch kürzer als die übrigen Bindungen und die Bindungswinkel würden weiterhin von 90 bzw. 180° abweichen (vgl. Tabelle 3). W—Cl-Abstände in anderen WCl₆⁻-Salzen: 2,32 bis 2,34 Å (Eichler & Seifert, 1977).

Um diese Abweichungen von der idealen Oktaedersymmetrie zu erklären, ist unser Modell nicht ausreichend. Unbefriedigend bleibt auch die Diskrepanz zwischen dem Kippwinkel von 4,8° nach den Ellipsoiden und von 10,2° zum Erreichen gleichmäßiger Bindungsabstände. Ein noch besseres Modell müßte von der bisher gemachten Annahme eines starren WCl₆⁻-Oktaeders abgehen.

Mit AsPh₄⁺ an Stelle von PPh₄⁺ sind die Gitterparameter 0,04 bis 0,06 Å größer (Tabelle 2). Hier spiegelt sich der etwas größere Platzbedarf des As-Atoms gegenüber dem P-Atom wider. Die Unter-

Tabelle 3. Abstände (Å) und Winkel (°) für PPh₄[WCl₆]

Für das WCl₆⁻-Ion sind die unkorrigierten Werte ohne Berücksichtigung der Verkippung angegeben (vgl. Text). Symmetrioperationen: (°) Drehung um 180°; (°') Drehung um 90°; (°'') 4; (+) Translation um c.

W—Cl(1)	2,296 (3)	Cl(1)—W—Cl(2)	180,0
W—Cl(2)	2,245 (4)	Cl(1)—W—Cl(2')	88,8 (1)
W—Cl(3)	2,333 (1)	Cl(2)—W—Cl(3)	91,2 (1)
Cl(1)···Cl(2 ⁺)	3,224 (4)	Cl(3)—W—Cl(3')	177,5 (1)
P—C(6)	1,795 (5)	C(6)—P—C(6')	105,4 (3)
C(1)—C(2)	1,412 (8)	C(6)—P—C(6'')	111,5 (2)
C(2)—C(3)	1,372 (9)	C(1)—C(2)—C(3)	120,6 (6)
C(3)—C(4)	1,385 (9)	C(2)—C(3)—C(4)	120,6 (6)
C(4)—C(5)	1,379 (8)	C(3)—C(4)—C(5)	120,4 (6)
C(5)—C(6)	1,404 (7)	C(4)—C(5)—C(6)	119,5 (5)
C(6)—C(1)	1,395 (7)	C(5)—C(6)—C(1)	120,7 (5)
C—H	1,04 bis	C(6)—C(1)—C(2)	118,3 (5)
	1,15 (6)	P—C(6)—C(1)	121,5 (4)
		P—C(6)—C(5)	117,7 (4)

schiede sind aber deutlich geringer, als zwischen [PPh₄][MoNCl₄] und [AsPh₄][MoNCl₄], die im gleichen Strukturtyp kristallisieren (Differenzen 0,15 Å, Müller, Schweda & Strähle, 1983).

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für ihre Unterstützung. Herrn J. Adel danken wir für die Überlassung der Kristalle.

Literatur

- ADEL, J., EL-KHOLI, A., WILLING, W., MÜLLER, U. & DEHNICKE, K. (1988). *Chimia*, **42**, 70–71.
 BONDI, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1897.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 DÜBGEN, R., MÜLLER, U., WELLER, F. & DEHNICKE, K. (1980). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **471**, 89–101.
 DUNITZ, J. D., MAVERICK, E. F. & TRUEBLOOD, K. N. (1988). *Angew. Chem.* **108**, 910–926. Dort weitere Literatur.
 EICHLER, W. & SEIFERT, H.-J. (1977). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **431**, 123–133.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Bericht ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, VStA.
 KIM, E. E., ERIKS, K. & MAGNUSON, R. H. (1984). *Inorg. Chem.* **23**, 393–397.
 KLINGELHÖFER, P. & MÜLLER, U. (1988). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **556**, 70–78.
 MÜLLER, U. (1971). *CADLP. Programm zur Auswertung und Lp-Korrektur von Diffraktometerdaten*. Univ. Marburg, Bundesrepublik Deutschland.
 MÜLLER, U. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1075–1081.
 MÜLLER, U., SCHWEDA, E. & STRÄHLE, J. (1983). *Z. Naturforsch. Teil B*, **38**, 1299–1300.
 NYBURG, S. C. & FAERMAN, C. H. (1985). *Acta Cryst.* **B41**, 274–279.
 PATT-SIEBEL, U. & MÜLLER, U. (1989). Unveröffentlicht.
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Programme für die Strukturbestimmung. Univ. Cambridge, England.
 UHL, G., HEY, E., BECKER, G., WELLER, F. & DEHNICKE, K. (1983). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **497**, 213–223.
 WELLER, F., RUSCHKE, P. & DEHNICKE, K. (1980). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **467**, 89–94.