

Acta Crystallographica Section E

## Structure Reports

Online

ISSN 1600-5368

**I<sub>8</sub>As<sub>21</sub>Ge<sub>25</sub>**

Katia Ayouz,\* Mohammed Kars, Allaoua Rebbah et Houria Rebbah

Laboratoire Sciences des Matériaux USTHB, Faculté de Chimie, Université Houari-Boumediene, BP 32 El-Alia, 16111 Bab-Ezzouar, Alger, Algérie

Correspondence e-mail: bouttondor@yahoo.fr

Reçu le 24 janvier 2009; accepté le 11 février 2009

Key indicators: single-crystal X-ray study;  $T = 293$  K; mean  $\sigma(\text{As-Ge}) = 0.009$  Å; disorder in main residue;  $R$  factor = 0.030;  $wR$  factor = 0.037; data-to-parameter ratio = 40.4.

Single crystals of octaiodine henacosarsenic pentacosagermanium were grown by chemical transport reactions. The structure is isotypic with the analogous clathrates-I. In this structure, the statistically occupied clathrand atoms (As,Ge)<sub>46</sub> form bonds in a distorted tetrahedral coordination and their arrangement can define two polyhedra of different sizes; one is an (As,Ge)<sub>20</sub> pentagonal dodecahedron, and the other is an (As,Ge)<sub>24</sub> tetrakaidecahedron. The guest atom (iodine) resides inside these polyhedra with site symmetry  $m\bar{3}$  (Wyckoff position  $2a$ ) and  $\bar{4}2m$  (Wyckoff position  $6d$ ), respectively.

## Littérature associée

La synthèse en phase vapeur des premiers clathrates  $M_8A_8Ge_{38}$  ( $M = \text{halogènes}$ ,  $A = \text{P, As, Sb}$ ) est décrite par Menke & von Schnering (1973). Les structures sont isotypes aux hydrates de gaz correspondants (Pauling & Marsh, 1952). Pour les propriétés semiconductrices et thermoélectriques, voir respectivement Chu *et al.* (1982) et Kishimoto *et al.* (2006). Pour les propriétés structurales et la conductivité thermique de  $M_8A_{16}Ge_{30}$  ( $M = \text{Sr, Eu}$ ), voir Nolas *et al.* (2000). Pour autres composées d'intérêt, voir Nespa *et al.* (1986) et Shreeve-Keyer *et al.* (1997).

## Partie expérimentale

## Données cristallines

I<sub>8</sub>As<sub>21</sub>Ge<sub>25</sub> $M_r = 4403$ Cubique,  $Pm\bar{3}n$   
 $a = 10.5963$  (6) Å  
 $V = 1189.77$  (13) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 1$ Mo  $K\alpha$  radiation  
 $\mu = 34.30$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 293$  K  
 $0.08 \times 0.07 \times 0.04$  mm

## Collection de données

Diffractomètre Nonius KappaCCD  
Correction d'absorption: Gaussian  
(JANA2000; Petříček & Dušek, 2000)  
 $T_{\min} = 0.137$ ,  $T_{\max} = 0.330$ 5499 réflexions mesurées  
606 réflexions indépendantes  
454 réflexions avec  $I > 3\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.064$ 

## Affinement

 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.030$   
 $wR(F^2) = 0.037$   
 $S = 1.75$   
606 réflexions15 paramètres  
3 contraintes  
 $\Delta\rho_{\max} = 2.48$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\min} = -3.60$  e Å<sup>-3</sup>

Collection des données: *KappaCCD Software* (Nonius, 1998); affinement des paramètres de la maille: *KappaCCD Software*; réduction des données: *DENZO* et *SCALEPACK* (Otwinowski & Minor, 1997); méthode pour la solution de la structure: coordonnées prises des clathrates-I analogues (Menke & von Schnering, 1973); programme(s) pour l'affinement de la structure: *JANA2000* (Petříček & Dušek, 2000); graphisme moléculaire: *GRETEP* (Laugier & Bochu, 2002); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *JANA2000*.

Des documents complémentaires et figures concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de 'UICr (Référence: BR2095).

## Références

- Chu, T. L., Chu, S. S. & Ray, R. L. (1982). *J. Appl. Phys.* **53**, 7102–7103.  
Kishimoto, K., Arimura, S. & Koyanagi, T. (2006). *Appl. Phys. Lett.* **88**, 222115–222117.  
Laugier, J. & Bochu, B. (2002). *GRETEP*. Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique de l'Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (INPG), France.  
Menke, H. & von Schnering, H. G. (1973). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **395**, 223–238.  
Nesper, R., Curda, J., & von Schnering, H. G. (1986). *Angew. Chem.* **98**, 369–370.  
Nolas, G. S., Weakley, T. J. R., Cohn, J. L. & Sharm, R. (2000). *Phys. Rev. B*, **61**, 3845–3850.  
Nonius (1998). *KappaCCD Software*. Nonius BV, Delft, les Pays-Bas.  
Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods in Enzymology*, Vol. 276, *Macromolecular Crystallography*, Part A, edited by C. W. Carter Jr & R. M. Sweet, pp. 307–326. New York: Academic Press.  
Pauling, L. & Marsh, R. E. (1952). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, **38**, 112–118.  
Petříček, V. & Dušek, M. (2000). *JANA2000*. Institut de Physique, Prague, la République tchèque.  
Shreeve-Keyer, J. L., Haushalter, R. C., Young-Sook, L., Srchu, L., O'Connor, J., Dong-Kyun, S. & Myung-Hwan, W. (1997). *J. Solid State Chem.* **130**, 234–249.

**supplementary materials**

*Acta Cryst.* (2009). E65, i15 [ doi:10.1107/S1600536809004991 ]

## I<sub>8</sub>As<sub>21</sub>Ge<sub>25</sub>

K. Ayouz, M. Kars, A. Rebbah et H. Rebbah

### Comment

Les clathrates-I de germanium en particulier ceux encapsulant des halogènes ont connus un regain d'intérêt au cours de ces dernières années, essentiellement en raison de leurs propriétés semiconductrices (Chu *et al.*, 1982) et thermoélectriques très prometteuses (Kishimoto *et al.*, 2006). Les premiers clathrates de ce type synthétisés sont de formulation  $M_8A_8Ge_{38}$  ( $M$ : halogènes,  $A$ : P, As, Sb) (Menke & von Schnering, 1973) suivi par l'iodide avec  $I_8Ge_{46-x}I_x$  ( $x = 8/3$ ) (Nesper *et al.*, 1986). Les structures de ces clathrates ont été déterminées par isotypie aux hydrates de gaz correspondants (Pauling & Marsh, 1952). Dans la structure du composé  $I_8As_{21}Ge_{25}$  tous les atomes clathrands  $(Ge,As)_{46}$  forment des chaînes tétraédriques légèrement distordues, le réseau est alors décrit par la juxtaposition de deux types de polyèdres: les dodécaèdres pentagonaux  $(Ge,As)_{20}$  et les tétrakaïdècaèdres  $(Ge,As)_{24}$ . Les sommets de ces polyèdres sont occupés par les atomes de germanium et d'arsenic, alors que les atomes d'iode se logent aux centres des cavités formées par ces deux types de polyèdres. Les distances entre atomes clathrands [2.4456 (6)–2.4925 (9) Å] sont légèrement supérieures à celle observées dans la structure germanium type diamant 2.4498 Å, mais comparables à celles obtenues dans  $I_8As_8Ge_{38}$  [2.4457 (6)–2.4925 (9) Å] (Menke & von Schnering, 1973), ou dans d'autres combinaisons avec le dimère AsGe [2.4457 (6)–2.4925 (9) Å] (Shreeve-Keyer *et al.*, 1997). Les angles de liaisons entre atomes clathrands [104.13 (3)–124.91 (3) °] sont similaires à ceux d'une hybridation  $sp^3$  dans la structure germanium type diamant. Enfin, il faut noter que l'agitation thermique (ADP's) autour de l'atome I2 (site 6d) est comparable à celles des autres atomes constituant le clathrate, ce n'est pas le cas de nombreux clathrates au germanium où l'agitation thermique autour de  $M2$  ( $M$ : métaux alcalins, Eu) est beaucoup plus large (Nolas *et al.*, 2000).

### Experimental

Les monocristaux de  $I_8As_{21}Ge_{25}$  ont été élaborés par transport en phase vapeur à partir d'un mélange stoechiométrique des éléments purs. Le mélange est chauffé dans un tube en quartz scellé pendant 4 jours à 1133 K. Le composé obtenu en fin de réaction est constitué de cristaux stables de forme cubique.

### Refinement

La structure a été déterminée par isotypie aux clathrates-I dans le groupe d'espace  $Pm\bar{3}n$  avec une occupation statistique des sites 6c, 16i et 24k par les atomes de germanium et d'arsenic. Tous les sites mixtes Ge/As ont été affinés avec une contrainte d'occupation totale égale à l'unité; donnant enfin d'affinement la formulation  $I_8As_{21}Ge_{25}$  dont la composition atomique [I(at.%) = 14.81, As(at.%) = 38.88, Ge(at.%) = 46.3] est proche de celle déduite par analyse chimique au MEB [I(at.%) = 14.10, As(at.%) = 41.48, Ge(at.%) = 44.41].

## Figures

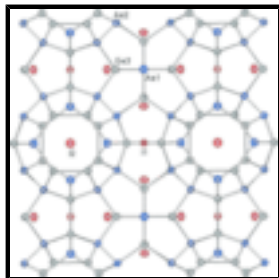


Fig. 1. Projection de la structure de  $I_8As_{21}Ge_{25}$  sur le plan (100) montrant les atomes d'Iode (en rouge); d'Arsenic (en bleu) et de Germanium (en gris), avec un déplacement des ellipsoïdes à 90% de probabilité.

## octaiodine henacosarsenic pentacosagermanium

### Crystal data

$I_8As_{21}Ge_{25}$

$M_r = 4403$

Cubic,  $Pm\bar{3}n$

Hall symbol: -P 4n 2 3

$a = 10.5963$  (6) Å

$b = 10.5963$  (5) Å

$c = 10.5963$  (8) Å

$\alpha = 90^\circ$

$\beta = 90^\circ$

$\gamma = 90^\circ$

$V = 1189.77$  (13) Å<sup>3</sup>

$Z = 1$

$F_{000} = 1917$

$D_x = 6.143$  (1) Mg m<sup>-3</sup>

Mo  $K\alpha$  radiation

$\lambda = 0.71069$  Å

Cell parameters from 25 reflections

$\theta = 6.1\text{--}38.0^\circ$

$\mu = 34.30$  mm<sup>-1</sup>

$T = 293$  K

Cubic, colourless

$0.08 \times 0.07 \times 0.04$  mm

### Data collection

Nonius KappaCCD  
diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Monochromator: graphite

$T = 293$  K

$\varphi$  scans

Absorption correction: Gaussian  
(JANA2000; Petříček & Dušek, 2000)

$T_{\min} = 0.137$ ,  $T_{\max} = 0.330$

5499 measured reflections

606 independent reflections

454 reflections with  $I > 3\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.064$

$\theta_{\max} = 38.0^\circ$

$\theta_{\min} = 6.1^\circ$

$h = -17 \rightarrow 18$

$k = -12 \rightarrow 10$

$l = -10 \rightarrow 17$

### Refinement

Refinement on  $F$

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.030$

$wR(F^2) = 0.037$

3 restraints

Weighting scheme based on measured s.u.'s  $w = 1/[\sigma^2(F) + 0.0001F^2]$

$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.0001$

$S = 1.75$

606 reflections

15 parameters

$\Delta\rho_{\max} = 2.48 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -3.60 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

Extinction correction: none

*Special details*

**Refinement.** Refinement of  $F^2$  against ALL reflections. The weighted  $R$ -factor  $wR$  and goodness of fit  $S$  are based on  $F^2$ , conventional  $R$ -factors are based on  $F$ , with  $F$  set to zero for negative  $F^2$ . The threshold expression of  $F^2 > n*\sigma(F^2)$  is used only for calculating  $R$ -factors *etc.* and is not relevant to the choice of reflections for refinement. The program used for refinement, Jana2000, uses the weighting scheme based on the experimental expectations, see `_refine_ls_weighting_details`, that does not force  $S$  to be one. Therefore the values of  $S$  are usually larger than the ones from the *SHELX* program.

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	$x$	$y$	$z$	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
I1	0	0	0	0.01086 (12)	
I2	0.25	0.5	0	0.01537 (14)	
Ge3	0	0.31029 (6)	0.11761 (6)	0.01180 (15)	0.971 (4)
As3	0	0.31029 (6)	0.11761 (6)	0.01180 (15)	0.029 (4)
As2	0.18337 (4)	0.18337 (4)	0.18337 (4)	0.01082 (8)	0.900 (4)
Ge2	0.18337 (4)	0.18337 (4)	0.18337 (4)	0.01082 (8)	0.100 (4)
As1	0.25	0	0.5	0.0144 (2)	0.966 (8)
Ge1	0.25	0	0.5	0.0144 (2)	0.034 (8)

*Atomic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
I1	0.0109 (2)	0.0109 (2)	0.0109 (2)	0	0	0
I2	0.0110 (3)	0.0176 (2)	0.0176 (2)	0	0	0
Ge3	0.0112 (3)	0.0129 (3)	0.0113 (3)	0	0	-0.0009 (2)
As3	0.0112 (3)	0.0129 (3)	0.0113 (3)	0	0	-0.0009 (2)
As2	0.01082 (14)	0.01082 (14)	0.01082 (14)	-0.00079 (13)	-0.00079 (13)	-0.00079 (13)
Ge2	0.01082 (14)	0.01082 (14)	0.01082 (14)	-0.00079 (13)	-0.00079 (13)	-0.00079 (13)
As1	0.0152 (5)	0.0140 (3)	0.0140 (3)	0	0	0
Ge1	0.0152 (5)	0.0140 (3)	0.0140 (3)	0	0	0

*Geometric parameters ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )*

I1—Ge3	3.5161 (7)	I2—Ge3	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>i</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xvi</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>ii</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xvii</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>iii</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>v</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>iv</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xviii</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>v</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xix</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>vi</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xx</sup>	3.5513 (4)
I1—Ge3 <sup>vii</sup>	3.5161 (7)	I2—Ge3 <sup>xxi</sup>	3.5513 (4)

## supplementary materials

I1—Ge3 <sup>viii</sup>	3.5161 (7)	I2—As1 <sup>xxii</sup>	3.7464 (2)
I1—Ge3 <sup>ix</sup>	3.5161 (7)	I2—As1 <sup>xxiii</sup>	3.7464 (2)
I1—Ge3 <sup>x</sup>	3.5161 (7)	I2—As1 <sup>xxiv</sup>	3.7464 (2)
I1—Ge3 <sup>xi</sup>	3.5161 (7)	I2—As1 <sup>xxv</sup>	3.7464 (2)
I1—As2	3.3655 (4)	Ge3—Ge3 <sup>v</sup>	2.4925 (9)
I1—As2 <sup>i</sup>	3.3655 (4)	Ge3—As2	2.4636 (6)
I1—As2 <sup>xii</sup>	3.3655 (4)	Ge3—As2 <sup>xiii</sup>	2.4636 (6)
I1—As2 <sup>xiii</sup>	3.3655 (4)	Ge3—As1 <sup>xxv</sup>	2.4513 (7)
I1—As2 <sup>iv</sup>	3.3655 (4)	As2—As2 <sup>xiii</sup>	3.8862 (6)
I1—As2 <sup>v</sup>	3.3655 (4)	As2—As2 <sup>v</sup>	3.8862 (6)
I1—As2 <sup>xiv</sup>	3.3655 (4)	As2—As2 <sup>xv</sup>	3.8862 (6)
I1—As2 <sup>xv</sup>	3.3655 (4)	As2—As2 <sup>xxvi</sup>	2.4457 (6)
Ge3—I1—Ge3 <sup>i</sup>	180	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>i</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>ii</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>xii</sup>	180
Ge3—I1—Ge3 <sup>iii</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>iv</sup>	70.529 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>iv</sup>	138.482 (15)	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>v</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>vi</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>xiv</sup>	70.529 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>vii</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>xiii</sup> —I1—As2 <sup>xv</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>viii</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2	109.471 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>ix</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>i</sup>	70.529 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>x</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>xii</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—Ge3 <sup>xi</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>xiii</sup>	70.529 (10)
Ge3—I1—As2 <sup>i</sup>	138.117 (9)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>v</sup>	180
Ge3—I1—As2 <sup>xii</sup>	138.117 (9)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>xiv</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—As2 <sup>iv</sup>	109.587 (11)	As2 <sup>iv</sup> —I1—As2 <sup>xv</sup>	70.529 (10)
Ge3—I1—As2 <sup>v</sup>	70.413 (11)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2	70.529 (10)
Ge3—I1—As2 <sup>xiv</sup>	70.413 (11)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>i</sup>	109.471 (10)
Ge3—I1—As2 <sup>xv</sup>	109.587 (11)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>xii</sup>	70.529 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3	180	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>xiii</sup>	109.471 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>ii</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>iv</sup>	180
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>iii</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>xiv</sup>	70.529 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>v</sup>	138.482 (15)	As2 <sup>v</sup> —I1—As2 <sup>xv</sup>	109.471 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>vi</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2	109.471 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>vii</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>i</sup>	70.529 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>viii</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>xii</sup>	109.471 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>ix</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>xiii</sup>	70.529 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>x</sup>	109.356 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>iv</sup>	109.471 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—Ge3 <sup>xi</sup>	70.644 (10)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>v</sup>	70.529 (10)
Ge3 <sup>i</sup> —I1—As2	138.117 (9)	As2 <sup>xiv</sup> —I1—As2 <sup>xv</sup>	180
Ge3 <sup>i</sup> —I1—As2 <sup>xiii</sup>	138.117 (9)	As2 <sup>xv</sup> —I1—As2	70.529 (10)

Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>iv</sup>	70.413 (11)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>i</sup>	109.471 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>v</sup>	109.587 (11)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xii</sup>	70.529 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiv</sup>	109.587 (11)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiii</sup>	109.471 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xv</sup>	70.413 (11)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>iv</sup>	70.529 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	70.644 (10)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>v</sup>	109.471 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup>	109.356 (10)	As <sup>2</sup> <sup>xv</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiv</sup>	180
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup>	180	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xviii</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>vii</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xix</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>viii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xx</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>ix</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xxi</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>x</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxii</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>xi</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiii</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>i</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiv</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xii</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiii</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>iv</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xviii</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>v</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xix</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiv</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xx</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xxi</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>i</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxii</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup>	180	Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiii</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>vi</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xviii</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>viii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xix</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>ix</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xx</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>x</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xxi</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>xi</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxii</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiii</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xii</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiv</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xiii</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xvi</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>iv</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xvii</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>v</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xviii</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup> —I1—As <sup>2</sup> <sup>xv</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xix</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xx</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>ii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—Ge <sup>3</sup> <sup>xxi</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>iii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxii</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup>	180	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxiii</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3</sup> <sup>iv</sup> —I1—Ge <sup>3</sup> <sup>vi</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> <sup>v</sup> —I2—As <sup>1</sup> <sup>xxv</sup>	73.781 (9)

## supplementary materials

---

Ge <sup>3iv</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3xvi</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3xvii</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3v</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3xix</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub>	109.587 (11)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—Ge <sup>3xxi</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>i</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiii</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xii</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3xviii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxv</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>v</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3iv</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiv</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3xvi</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3xvii</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3v</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3xviii</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	180	Ge <sup>3xix</sup> —I2—Ge <sup>3xx</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xix</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxv</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3xvi</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3xvii</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub>	70.413 (11)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3v</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>i</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3xix</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xii</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—Ge <sup>3xxi</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiv</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3v</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xv</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3xx</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxv</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3xvi</sup>	123.809 (13)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3xvii</sup>	99.156 (11)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3v</sup>	162.500 (15)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3xviii</sup>	68.952 (13)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	180	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—Ge <sup>3xx</sup>	83.521 (11)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiii</sup>	73.781 (9)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	158.083 (10)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3xxi</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxv</sup>	97.307 (9)
Ge <sup>3vi</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	109.356 (10)	As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiii</sup>	90
Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sub>2</sub>	70.413 (11)	As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	120
Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>i</sup>	109.587 (11)	As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxv</sup>	120
Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xii</sup>	138.117 (9)	As <sub>1</sub> <sup>xxiii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxii</sup>	90
Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>v</sup>	138.117 (9)	As <sub>1</sub> <sup>xxiii</sup> —I2—As <sub>1</sub> <sup>xxiv</sup>	120



Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sup>2xiv</sup>	109.587 (11)	As <sup>1xxiii</sup> —I2—As <sup>1xxv</sup>	120
Ge <sup>3vi</sup> —I1—As <sup>2xv</sup>	70.413 (11)	As <sup>1xxiv</sup> —I2—As <sup>1xxii</sup>	120
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	109.356 (10)	As <sup>1xxiv</sup> —I2—As <sup>1xxiii</sup>	120
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	70.644 (10)	As <sup>1xxiv</sup> —I2—As <sup>1xxv</sup>	90
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	138.482 (15)	As <sup>1xxv</sup> —I2—As <sup>1xxii</sup>	120
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	109.356 (10)	As <sup>1xxv</sup> —I2—As <sup>1xxiii</sup>	120
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	70.644 (10)	As <sup>1xxv</sup> —I2—As <sup>1xxiv</sup>	90
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	180	I1—Ge <sup>3</sup> —I2	113.887 (13)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	70.644 (10)	I1—Ge <sup>3</sup> —I2 <sup>xvi</sup>	113.887 (13)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	109.356 (10)	I1—Ge <sup>3</sup> —Ge <sup>3v</sup>	69.24 (2)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	109.356 (10)	I1—Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup>	65.785 (17)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	70.644 (10)	I1—Ge <sup>3</sup> —As <sup>2xiii</sup>	65.785 (17)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2</sup>	109.587 (11)	I1—Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	165.85 (3)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2i</sup>	70.413 (11)	I2—Ge <sup>3</sup> —I2 <sup>xvi</sup>	96.479 (16)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2xiii</sup>	138.117 (9)	I2—Ge <sup>3</sup> —Ge <sup>3v</sup>	69.456 (15)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2iv</sup>	138.117 (9)	I2—Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup>	79.626 (11)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2xiv</sup>	70.413 (11)	I2—Ge <sup>3</sup> —As <sup>2xiii</sup>	175.25 (2)
Ge <sup>3vii</sup> —I1—As <sup>2xv</sup>	109.587 (11)	I2—Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	74.729 (13)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	70.644 (10)	I2 <sup>xvi</sup> —Ge <sup>3</sup> —I2	96.479 (16)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	109.356 (10)	I2 <sup>xvi</sup> —Ge <sup>3</sup> —Ge <sup>3v</sup>	69.456 (15)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	70.644 (10)	I2 <sup>xvi</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup>	175.25 (2)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	109.356 (10)	I2 <sup>xvi</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2xiii</sup>	79.626 (11)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	109.356 (10)	I2 <sup>xvi</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	74.729 (13)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3v</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup>	106.43 (2)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3v</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2xiii</sup>	106.43 (2)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3v</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	124.91 (3)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	180	As <sup>2</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2xiii</sup>	104.13 (3)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	138.482 (15)	As <sup>2</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	106.61 (2)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2i</sup>	138.117 (9)	As <sup>2xiii</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup>	104.13 (3)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2xii</sup>	70.413 (11)	As <sup>2xiii</sup> —Ge <sup>3</sup> —As <sup>1xxv</sup>	106.61 (2)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2xiii</sup>	109.587 (11)	I1—As <sup>2</sup> —Ge <sup>3</sup>	72.332 (17)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2iv</sup>	138.117 (9)	I1—As <sup>2</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	72.332 (17)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2xiv</sup>	109.587 (11)	I1—As <sup>2</sup> —Ge <sup>3viii</sup>	72.332 (17)
Ge <sup>3viii</sup> —I1—As <sup>2xv</sup>	70.413 (11)	I1—As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	54.736 (9)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	109.356 (10)	I1—As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	54.736 (9)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	70.644 (10)	I1—As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	54.736 (9)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	109.356 (10)	I1—As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	180
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3viii</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	73.570 (18)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	123.08 (2)

## supplementary materials

Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	107.67 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	180	Ge <sup>3ii</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	138.482 (15)	Ge <sup>3ii</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3viii</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3ii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	73.570 (18)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2xii</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3ii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	123.08 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2xiii</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3ii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	107.67 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2v</sup>	138.117 (9)	Ge <sup>3viii</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2xiv</sup>	70.413 (11)	Ge <sup>3viii</sup> —As <sup>2</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	111.21 (2)
Ge <sup>3ix</sup> —I1—As <sup>2xv</sup>	109.587 (11)	Ge <sup>3viii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	123.08 (2)
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	70.644 (10)	Ge <sup>3viii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	73.570 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	109.356 (10)	Ge <sup>3viii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	107.67 (2)
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	109.356 (10)	As <sup>2xiii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	70.644 (10)	As <sup>2xiii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	109.356 (10)	As <sup>2xiii</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	70.644 (10)	As <sup>2v</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	70.644 (10)	As <sup>2v</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	109.356 (10)	As <sup>2v</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3viii</sup>	138.482 (15)	As <sup>2xv</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—Ge <sup>3xi</sup>	180	As <sup>2xv</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2</sup>	109.587 (11)	As <sup>2xv</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xxvi</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2i</sup>	70.413 (11)	As <sup>2xxvi</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xiii</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2xii</sup>	138.117 (9)	As <sup>2xxvi</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2v</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2iv</sup>	70.413 (11)	As <sup>2xxvi</sup> —As <sup>2</sup> —As <sup>2xv</sup>	125.264 (18)
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2v</sup>	109.587 (11)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxviii</sup>	90
Ge <sup>3x</sup> —I1—As <sup>2xv</sup>	138.117 (9)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxix</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3</sup>	109.356 (10)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxx</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3i</sup>	70.644 (10)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	66.131 (10)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3ii</sup>	70.644 (10)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxx</sup>	66.131 (10)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3iii</sup>	109.356 (10)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxx</sup>	79.908 (15)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3iv</sup>	70.644 (10)	I <sup>2xxvii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxxii</sup>	169.908 (15)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3v</sup>	109.356 (10)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxvii</sup>	90
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3vi</sup>	109.356 (10)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxix</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3vii</sup>	70.644 (10)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxx</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3ix</sup>	138.482 (15)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	66.131 (10)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—Ge <sup>3x</sup>	180	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxx</sup>	66.131 (10)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2</sup>	70.413 (11)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxx</sup>	169.908 (15)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2i</sup>	109.587 (11)	I <sup>2xxviii</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3xxxii</sup>	79.908 (15)
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2xiii</sup>	138.117 (9)	I <sup>2xxix</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxvii</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2iv</sup>	109.587 (11)	I <sup>2xxix</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxviii</sup>	120
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2v</sup>	70.413 (11)	I <sup>2xxix</sup> —As <sup>1</sup> —I <sup>2xxx</sup>	90
Ge <sup>3xi</sup> —I1—As <sup>2xiv</sup>	138.117 (9)	I <sup>2xxix</sup> —As <sup>1</sup> —Ge <sup>3ii</sup>	169.908 (15)

As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>i</sup>	180	I <sub>2</sub> <sup>xxix</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	79.908 (15)
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xii</sup>	109.471 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	66.131 (10)
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup>	70.529 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxix</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup>	66.131 (10)
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>iv</sup>	109.471 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—I <sub>2</sub> <sup>xxvii</sup>	120
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>v</sup>	70.529 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—I <sub>2</sub> <sup>xxviii</sup>	120
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiv</sup>	109.471 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—I <sub>2</sub> <sup>xxix</sup>	90
As <sub>2</sub> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xv</sup>	70.529 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup>	79.908 (15)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub>	180	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup>	169.908 (15)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xii</sup>	70.529 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	66.131 (10)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup>	109.471 (10)	I <sub>2</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup>	66.131 (10)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>iv</sup>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	110.18 (2)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>v</sup>	109.471 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiv</sup>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>i</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xv</sup>	109.471 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup>	110.18 (2)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub>	109.471 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>i</sup>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup>	180	Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>iv</sup>	109.471 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>v</sup>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup>	110.18 (2)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xiv</sup>	109.471 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>ii</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xii</sup> —I1—As <sub>2</sub> <sup>xv</sup>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxxi</sup>	109.116 (11)
As <sub>2</sub> <sup>xiii</sup> —I1—As <sub>2</sub>	70.529 (10)	Ge <sub>3</sub> <sup>xxxii</sup> —As1—Ge <sub>3</sub> <sup>xxx</sup>	110.18 (2)

Symmetry codes: (i)  $-x, -y, -z$ ; (ii)  $z, x, y$ ; (iii)  $-z, -x, -y$ ; (iv)  $-x, -y, z$ ; (v)  $x, y, -z$ ; (vi)  $-z, -x, y$ ; (vii)  $z, x, -y$ ; (viii)  $y, z, x$ ; (ix)  $-y, -z, -x$ ; (x)  $-y, z, -x$ ; (xi)  $y, -z, x$ ; (xii)  $x, -y, -z$ ; (xiii)  $-x, y, z$ ; (xiv)  $-x, y, -z$ ; (xv)  $x, -y, z$ ; (xvi)  $-x, -y+1, -z$ ; (xvii)  $-x, -y+1, z$ ; (xviii)  $-x+1/2, z+1/2, y-1/2$ ; (xix)  $x+1/2, -z+1/2, -y+1/2$ ; (xx)  $x+1/2, -z+1/2, y-1/2$ ; (xxi)  $-x+1/2, z+1/2, -y+1/2$ ; (xxii)  $-y+1/2, x+1/2, z-1/2$ ; (xxiii)  $y+1/2, -x+1/2, -z+1/2$ ; (xxiv)  $z-1/2, -y+1/2, x-1/2$ ; (xxv)  $-z+1/2, y+1/2, -x+1/2$ ; (xxvi)  $-y+1/2, -x+1/2, -z+1/2$ ; (xxvii)  $-y+1/2, x-1/2, z+1/2$ ; (xxviii)  $y-1/2, -x+1/2, -z+1/2$ ; (xxix)  $z+1/2, -y+1/2, x+1/2$ ; (xxx)  $-z+1/2, y-1/2, -x+1/2$ ; (xxxi)  $z, x, -y+1$ ; (xxxii)  $-z+1/2, -y+1/2, x+1/2$ .

Fig. 1

