

*Acta Cryst.* (1965). **18**, 815

**Verfeinerung der Struktur von Heptaschwefelimid, S<sub>7</sub>NH.** VON JOHANNES WEISS UND HANS-STEPHAN NEUBERT, *Anorg. Chem. Institut der Universität Heidelberg, Deutschland*

(Eingegangen am 31. Oktober 1964 und wiedereingereicht am 7. Dezember 1964)

In einer früheren Arbeit konnten wir zeigen (Weiss, 1960) dass S<sub>7</sub>NH und S<sub>6</sub>(NH)<sub>2</sub> dieselbe Struktur besitzen wie rhombischer Schwefel (Warren & Burwell, 1935; Abrahams, 1955) und S<sub>4</sub>(NH)<sub>4</sub> (Lund & Svendsen, 1957; Sass & Donohue, 1958). Die Strukturbestimmung war jedoch, da damals noch kein Elektronenrechner zur Verfügung stand, relativ ungenau. Insbesondere waren die S-S-Abstände im S<sub>7</sub>NH sehr unterschiedlich gefunden worden, und es war fraglich, ob dem eine reale Bedeutung zukommt. Es schien deshalb notwendig, die Struktur des S<sub>7</sub>NH weiter zu verfeinern.

Die am Einkristall mit dem Zählrohr neu bestimmten Gitterkonstanten sind:  $a=7,608$ ,  $b=8,006$ ,  $c=13,086$  Å. [Raumgruppe  $Pbnm$  ( $D_{2h}^{19}$ ) mit 4 Molekülen S<sub>7</sub>NH in der Elementarzelle].

Es wurden zunächst 3-dim. Fouriersynthesen durchgeführt, bis die anschließende  $F_c$ -Berechnung keine Vorzeichenänderung mehr ergab. Anschliessend wurde eine 'back-shift'-Korrektur gemacht (Booth, 1946). Tabelle 1 enthält in Spalte I die früher gefundenen Parameter, in Spalte II die sich aus der letzten  $F_o$ -Synthese ergebenden Werte, Spalte III die korrigierten Werte und Spalte IV die Standard-Abweichung.

Tabelle 1. Parameter

		I	II	III	IV
S(1)	$x$	0,247	0,2440	0,2439	0,0035
	$y$	0,161	0,1673	0,1665	0,0029
	$z$	0,142	0,1446	0,1407	0,0010
S(2)	$x$	0,485	0,4880	0,4863	0,0037
	$y$	0,228	0,2288	0,2285	0,0031
	$z$	0,080	0,0794	0,0803	0,0009
S(3)	$x$	0,660	0,6582	0,6581	0,0043
	$y$	0,045	0,0425	0,0426	0,0032
	$z$	0,136	0,1321	0,1270	0,0013
S(4)	$x$	0,790	0,7891	0,7899	0,0028
	$y$	0,127	0,1288	0,1285	0,0035
	$z$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	—
N	$x$	0,214	0,2131	0,2108	0,0088
	$y$	0,272	0,2781	0,2762	0,0071
	$z$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	—
$R = \frac{\sum  F_o - F_c }{\sum  F_o }$		0,18	0,15	0,12	

*Acta Cryst.* (1965). **18**, 815

**On the thermal expansion of protactinium metal.** BY J. A. C. MARPLES, *Atomic Energy Research Establishment, Harwell, Didcot, Berks., England*

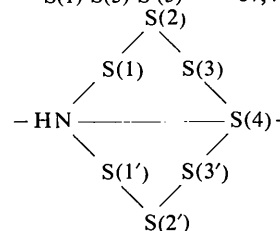
(Received 4 September 1964)

A small quantity of protactinium metal was prepared by reducing the tetrafluoride with calcium and arc melting the resulting fine dispersion of metal in calcium fluoride to form a bead weighing about 80 mg. This bead was malleable and readily flattened (a phenomenon previously

Tabelle 2 zeigt, dass im Gegensatz zur früheren Bestimmung [S(1)–S(2) 2,05 Å, S(2)–S(3) 2,11 Å, S(3)–S(4) 1,90 Å] die Unterschiede in den S–S-Bindungsabständen wesentlich geringer geworden sind und nur wenig von den im rhombischen Schwefel gefundenen Abständen (2,04 Å) abweichen. Auch die Bindungswinkel sind mit denen im rhombischen Schwefel praktisch identisch.

Tabelle 2. Abstände und Winkel im S<sub>7</sub>NH

S(1)–S(2)	2,05 Å	N S(1) S(2)	108,6°
S(2)–S(3)	2,07	S(1) S(2) S(3)	107,0
S(3)–S(4)	2,02	S(2) S(3) S(4)	107,5
S(1)–N	1,73	S(3) S(4) S(3')	106,4
		S(1) N S(1')	115,8
S(1)–S(1')	2,94		
S(1)–S(3)	3,31	S(1') S(1) S(3)	92,6
S(3)–S(3')	3,22	S(1) S(3) S'(3)	87,4
S(1)–S(3')	4,52		
S(2)–S(2')	4,42		
S(4)–N	4,57		



Die Verfeinerung wurde mit einem eigenen Programm, das die oben angegebenen Schritte selbstständig nacheinander durchführt, auf dem Siemens Digitalrechner 2002 gerechnet.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte diese Arbeit durch eine Sachbeihilfe.

References

- ABRAHAMS, S. C. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 661.  
 BOOTH, A. D. (1946). *Proc. Roy. Soc. A*, **188**, 77.  
 LUND, E. W. & SVENDSON, S. R. (1957). *Acta Chem. Scand.* **11**, 940.  
 SASS, R. L. & DONOHUE, J. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 497.  
 WARREN, B. E. & BURWELL, J. T. (1935) *J. Chem. Phys.* **3**, 6.  
 WEISS, J. (1960). *Z. anorg. Chem.* **305**, 190.