

Chalkogenolat-Ionen und ihre Derivate, III¹⁾

Kristall- und Molekülstruktur von Tetraphenylphosphonium-tris(tellurophenolato)mercurat(II)

Ulrich Behrens, Karsten Hoffmann und Günter Klar*

Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg,
Martin-Luther-King-Platz 6, D-2000 Hamburg 13

Eingegangen am 21. Januar 1977

Die Struktur der Titelverbindung **1c** wurde aus Diffraktometer-Einkristalldaten bestimmt und für 3509 symmetrieeunabhängige Reflexe zu einem *R*-Wert von 0.049 verfeinert. **1c** kristallisiert in der Raumgruppe $P2_1/c$ und besitzt eine salzartige Struktur mit isolierten Kationen und Anionen. Im trigonal ebenen Anion $[\text{Hg}(\text{TePh})_3]^-$ sind die Liganden propellerartig um das zentrale Hg-Atom angeordnet. Der mittlere Hg–Te-Abstand beträgt 269.7 pm.

Chalcogenolate Ions and their Derivatives, III¹⁾

Crystal and Molecular Structure of Tetraphenylphosphonium Tris(tellurophenolato)mercurate(II)

The structure of the title compound **1c** has been determined from single crystal X-ray data and refined to an *R*-value of 0.049 using 3509 symmetry-independent reflections. **1c** crystallizes in the space group $P2_1/c$, and has an ionic structure with isolated cations and anions. In the trigonal planar anion $[\text{Hg}(\text{TePh})_3]^-$, the ligands have a propeller-like arrangement about the central Hg-atom. The mean Hg–Te distance is 269.7 pm.

Den Anionen der Tetraphenylphosphonium-tris(chalkogenophenolato)mercurat(II) (**1**) kommen nach schwingungsspektroskopischen Untersuchungen¹⁾ unterschiedliche Strukturen zu. Bei der Thiophenolato- **1a** und wahrscheinlich auch bei der Selenophenolato-Verbindung **1b** ist eine trigonal pyramidale, bei dem Tellurophenolat-Derivat **1c** dagegen eine trigonal ebene Anordnung der Liganden um das zentrale Quecksilber(II)-Ion anzunehmen. Einen ähnlichen Aufbau findet man auch bei den vergleichbaren Trihalogeno- und Tripseudohalogenomercuraten(II) (**2**). Allerdings sind in diesen Fällen die Grundeinheiten unter Ausbildung von Halogenid- bzw. Pseudohalogenid-Brücken zu polymeren Strukturen verknüpft. Aus den trigonal pyramidalen Anionen der Komplexe **2a** und **2b** werden Ketten mit der Koordinationszahl 4 am Quecksilber(II)-Ion aufgebaut^{2,3)}, während die trigonal ebenen Anionen von **2c** in der Weise parallel übereinandergestapelt sind, daß für die Quecksilber(II)-Ionen eine trigonal bipyramidale Koordination resultiert⁴⁾. Wegen der großen Raumbeanspruchung des Tetraphenylphosphonium-

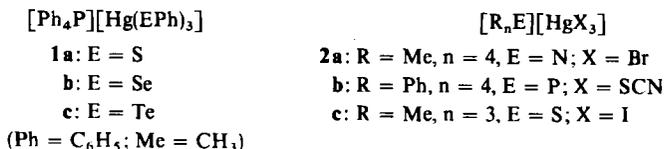
¹⁾ II. Mitteil.: J. Liesk und G. Klar, Z. Anorg. Allg. Chem., im Druck.

²⁾ R. H. Fenn, Acta Crystallogr. **20**, 20 (1966).

³⁾ A. Sakhri und A. L. Beauchamp, Inorg. Chem. **14**, 740 (1975).

⁴⁾ J. G. White, Acta Crystallogr. **16**, 397 (1963).

Ions und insbesondere des Phenylsubstituenten der Chalkogenophenolato-Liganden sollten aber bei **1**, anders als bei **2**, Inselstrukturen vorliegen.



Um diese Strukturzuordnungen abzusichern, wurde eine Röntgenstrukturbestimmung von **1c** vorgenommen. Darüberhinaus wurden auch noch die Gitterkonstanten und Raumgruppen von **1a** und **1b** ermittelt.

Experimentelles

1a, **b**, **c** wurden in verflüssigtem Ammoniak als Lösungsmittel durch Umsetzung von Quecksilber(II)-chalkogenophenolat mit der äquivalenten Menge des dazugehörigen Alkalichalkogenophenolats und anschließendes Fällen mit Tetraphenylphosphoniumchlorid dargestellt¹⁾. Einkristalle, die für eine Strukturbestimmung geeignet waren, wurden durch Umkristallisation aus Tetrahydrofuran/Ethanol erhalten⁵⁾.

Durch Filmaufnahmen, die zeigten, daß die Kristalle jeweils dem monoklinen System angehörten, wurden die Gitterkonstanten und die Raumgruppe grob bestimmt. Diese Werte sind für **1a** und **1b** in Tab. 1 zusammengestellt. Die genauen endgültigen Zellparameter von **1c**, für das dann auch die Strukturanalyse durchgeführt wurde, ließen sich mit Hilfe eines Vierkreis-Einkristall-Diffraktometers (Fa. Hilger & Watts) an einem Einkristall der Größe 0,3 × 0,3 × 0,2 mm gewinnen⁵⁾; sie sind ebenfalls in Tab. 1 aufgeführt. Zur Sammlung der integrierten Intensitäten wurde der Kristall bis zu einem maximalen Beugungswinkel von $\theta = 25^\circ$ nach der $\theta/2\theta$ -Scan-Technik vermessen. Eine Zersetzung im Röntgenstrahl wurde nicht beobachtet.

Die Umwandlung der integrierten Intensitäten in Strukturformfaktoren geschah mit Hilfe des Programms ALDASO⁶⁾. Eine Absorptionskorrektur wurde nicht vorgenommen. Insgesamt wurden 3509 symmetrieunabhängige Reflexe mit $F_o > 3\sigma_{(F_o)}$ ausgewertet.

Tab. 1. Kristalldaten^{a)}

| Gitterkonstanten | a (pm) | b (pm) | c (pm) | β ° | V (pm ³) |
|------------------|------------|------------|------------|-----------|------------------------|
| 1a | 1318 | 1358 | 2005 | 106 | 3450 · 10 ⁶ |
| 1b | 1095 | 1358 | 2457 | 98 | 3620 · 10 ⁶ |
| 1c | 1553.4(19) | 1448.1(16) | 1793.2(21) | 96.74(5) | 4006 · 10 ⁶ |

Raumgruppe: jeweils $P2_1/c$ (Auslöschungen $h0l$: $l = 2n + 1$ und $0k0$: $k = 2n + 1$)
Formeleinheiten/Zelle: jeweils 4

Nur für **1c**:

Dichte: $\rho_{\text{rönt}} = 1.91 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, $\rho_{\text{exp}} = 1.89 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ (nach der Schwebemethode)

Linearer Absorptionskoeffizient: $\mu [\text{Mo-K}_\alpha] = 62 \text{ cm}^{-1}$

^{a)} Die Ziffern in Klammern bezeichnen hier und in den folgenden Tabellen die Standardabweichungen in Einheiten der letzten angegebenen Dezimalstelle.

⁵⁾ Für die Züchtung der Einkristalle sei Herrn Dr. J. Liesk, für deren Vermessung Herrn Dr. J. Kopf herzlich gedankt.

⁶⁾ K. Hoffmann, Dissertation, Univ. Hamburg 1976.

Strukturbestimmung

Die Lagen der Schweratome Quecksilber und Tellur konnten mit direkten Methoden durch Anwendung des Programmsystems MULTAN⁷⁾ erhalten werden. Aus nachfolgenden Fourier-Synthesen (Programm FOUR⁸⁾) konnten die Lagen der Kohlenstoff- und Phosphoratome entnommen werden. Die Struktur wurde dann anisotrop nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate (Programm ORFLS⁹⁾) verfeinert, wobei die Summe von $(F_o - F_c)^2$ minimiert wurde. Die Wasserstoffatome wurden nicht bestimmt. Der abschließende *R*-Wert für die 3509 Reflexe betrug 0,049. Die Atomparameter und die Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren, definiert durch $\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$ mit den dazugehörigen Standardabweichungen finden sich in Tab. 2.

1c besitzt im festen Zustand eine salzartige Struktur mit isolierten, diskreten Ionen $[\text{PPh}_4]^+$ und $[\text{Hg}(\text{TePh})_3]^-$. Im Gegensatz zu den Befunden bei den Komplexen 2 werden bei 1c keine Brücken zwischen den Anionen ausgebildet; die Abstände zwischen Tellur- und Quecksilberatomen benachbarter $[\text{Hg}(\text{TePh})_3]^-$ -Einheiten sind durchweg größer als 1000 pm.

Im Tetraphenylphosphonium-Ion sind die Phenylgruppen wie zu erwarten tetraedrisch um das zentrale Phosphoratom angeordnet, die C–P–C-Winkel liegen zwischen 108(1) und 112(1)° (Mittelwert $109,7 \pm 0,8^\circ$). Die P–C-Abstände variieren zwischen 179(2) und 183(2) pm; der Mittelwert von $180,5 \pm 1,0$ pm entspricht den in der Literatur für

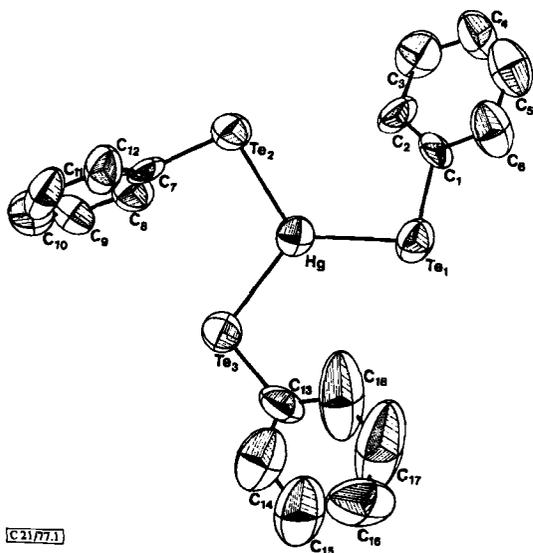


Abb. 1. Anion von 1c (ohne Wasserstoffatome) mit Numerierung der Atome

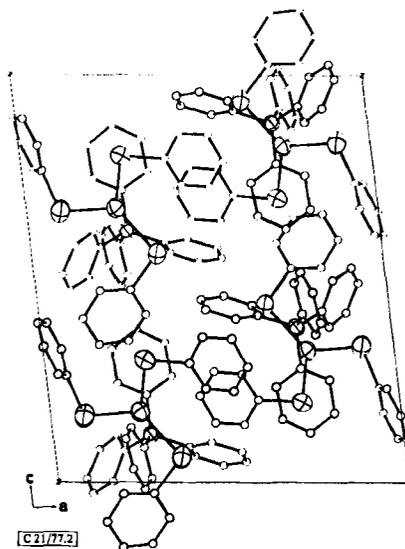


Abb. 2. Projektion der Elementarzelle von 1c parallel zur *b*-Achse (ohne Wasserstoffatom)

⁷⁾ P. Main, M. M. Woolfson, L. Lessinger, G. Germain und J.-P. Declercq, Programm MULTAN 1974.

⁸⁾ J. Kopf, noch unveröffentlichtes Programm, Univ. Hamburg 1975.

⁹⁾ W. R. Busing, K. O. Martin, H. A. Levy, R. D. Ellison, W. C. Hamilton, J. A. Ibers, C. K. Johnson und W. A. Thiessen, ORXFLS 3, A Fortran Crystallographic Least Squares Program, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, USA 1971.

andere Tetraphenylphosphonium-Verbindungen angegebenen Werten von 178 bis 180 pm^{3, 10-14}.

Innerhalb der Benzolringe — sowohl im Kation als auch im Anion — werden die üblichen C—C-Abstände zwischen 132(3) und 150(3) pm (Mittelwert 139.9 ± 0.7 pm) und C—C—C-

Tab. 2. Atomparameter und Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren ($\times 10^4$)

| Atom | x | y | z | σ_{11} | σ_{22} | σ_{33} | σ_{12} | σ_{13} | σ_{23} |
|--------|------------|-------------|------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Hg | 2534,9 (6) | 349,9 (7) | 1739,4 (5) | 51 (1) | 77 (1) | 46 (1) | -10 (1) | 3 (1) | -8 (1) |
| Te (1) | 3550,1 (8) | 360,7 (12) | 628,6 (8) | 53 (1) | 105 (1) | 56 (1) | -5 (1) | 11 (1) | -6 (1) |
| Te (2) | 953,9 (8) | 1173,0 (11) | 1643,4 (8) | 61 (1) | 79 (1) | 62 (1) | 7 (1) | 12 (1) | 24 (1) |
| Te (3) | 2843,7 (9) | -623,3 (12) | 3023,2 (7) | 64 (1) | 134 (2) | 42 (1) | 9 (1) | 0 (1) | -1 (1) |
| C (1) | 2667 (12) | 843 (13) | -270 (10) | 61 (14) | 67 (16) | 39 (9) | -9 (12) | 9 (9) | 29 (10) |
| C (2) | 1801 (11) | 707 (16) | -292 (11) | 32 (12) | 131 (22) | 53 (11) | 16 (12) | -1 (10) | -10 (13) |
| C (3) | 1242 (13) | 975 (18) | -975 (12) | 71 (15) | 155 (29) | 57 (13) | 3 (15) | -7 (12) | -30 (15) |
| C (4) | 1613 (18) | 1355 (19) | -1603 (15) | 135 (25) | 126 (29) | 61 (14) | 19 (21) | 35 (15) | 34 (16) |
| C (5) | 2452 (18) | 1610 (17) | -1513 (12) | 150 (29) | 94 (24) | 51 (13) | -22 (22) | 22 (16) | -17 (14) |
| C (6) | 3011 (14) | 1263 (18) | -873 (12) | 94 (19) | 139 (29) | 54 (13) | -55 (17) | 11 (13) | 0 (16) |
| C (7) | 575 (9) | 622 (14) | 2648 (10) | 21 (10) | 87 (19) | 47 (11) | 17 (12) | -4 (8) | 0 (11) |
| C (8) | 528 (13) | 1249 (18) | 3270 (11) | 73 (16) | 146 (27) | 43 (12) | 0 (17) | 9 (11) | -23 (15) |
| C (9) | 199 (12) | 814 (21) | 3913 (13) | 46 (14) | 189 (37) | 60 (14) | -1 (16) | 8 (11) | -46 (18) |
| C (10) | -45 (13) | -75 (23) | 3919 (14) | 60 (17) | 199 (41) | 58 (14) | -2 (19) | -7 (12) | 5 (19) |
| C (11) | 30 (13) | -628 (17) | 3338 (12) | 91 (18) | 103 (25) | 53 (12) | 12 (16) | 9 (13) | 25 (14) |
| C (12) | 344 (11) | -288 (16) | 2656 (11) | 71 (15) | 67 (18) | 61 (12) | 1 (14) | 10 (11) | 16 (13) |
| C (13) | 4082 (13) | -1142 (16) | 2954 (12) | 73 (16) | 106 (22) | 54 (12) | -13 (15) | -4 (11) | 39 (14) |
| C (14) | 4547 (17) | -1477 (21) | 3574 (16) | 96 (24) | 161 (34) | 107 (20) | -26 (22) | 23 (18) | -46 (21) |
| C (15) | 5371 (19) | -1933 (26) | 3535 (19) | 111 (29) | 224 (50) | 126 (25) | -48 (29) | 42 (22) | -18 (28) |
| C (16) | 5720 (17) | -1944 (24) | 2861 (21) | 75 (22) | 205 (44) | 152 (30) | -29 (24) | -30 (20) | 52 (30) |
| C (17) | 5253 (21) | -1551 (43) | 2258 (20) | 97 (23) | 626 (71) | 119 (23) | -78 (31) | 38 (18) | -108 (34) |
| C (18) | 4466 (20) | -1086 (32) | 2317 (17) | 125 (25) | 414 (53) | 90 (21) | -148 (30) | 39 (20) | -68 (29) |
| P | 7244 (3) | 1137 (4) | 3824 (3) | 37 (3) | 52 (4) | 30 (2) | 2 (3) | 0 (2) | -2 (2) |
| C (19) | 8050 (9) | 1936 (13) | 4221 (9) | 22 (9) | 70 (16) | 40 (9) | 15 (11) | -5 (11) | 2 (10) |
| C (20) | 8183 (11) | 2759 (13) | 3839 (10) | 54 (14) | 48 (16) | 57 (11) | -14 (12) | 15 (9) | 7 (10) |
| C (21) | 8742 (11) | 3413 (13) | 4187 (12) | 45 (14) | 56 (17) | 76 (14) | -10 (12) | 4 (11) | 6 (13) |
| C (22) | 9183 (11) | 3212 (15) | 4901 (11) | 49 (14) | 83 (20) | 67 (13) | -1 (14) | 0 (11) | 7 (14) |
| C (23) | 9053 (12) | 2445 (15) | 5268 (11) | 70 (15) | 63 (18) | 48 (11) | 5 (14) | -6 (11) | -11 (11) |
| C (24) | 8463 (10) | 1744 (13) | 4969 (9) | 41 (12) | 73 (17) | 42 (9) | -6 (11) | -7 (9) | -12 (11) |
| C (25) | 7232 (11) | 1173 (13) | 2828 (10) | 56 (14) | 54 (15) | 49 (10) | 33 (12) | -1 (9) | -19 (10) |
| C (26) | 8011 (13) | 1197 (14) | 2645 (10) | 100 (18) | 49 (16) | 47 (10) | 61 (14) | 26 (11) | -4 (11) |
| C (27) | 6053 (13) | 1197 (13) | 1713 (11) | 94 (16) | 46 (15) | 53 (12) | -9 (14) | 13 (11) | 6 (12) |
| C (28) | 7303 (17) | 1242 (18) | 1230 (14) | 99 (20) | 96 (23) | 84 (16) | -9 (19) | -27 (15) | -9 (16) |
| C (29) | 6543 (16) | 1268 (17) | 1556 (12) | 113 (21) | 82 (21) | 59 (13) | -9 (18) | 5 (14) | 8 (14) |
| C (30) | 6468 (12) | 1220 (17) | 2365 (10) | 53 (13) | 164 (27) | 31 (9) | 9 (15) | -19 (8) | -13 (12) |
| C (31) | 6199 (9) | 1462 (12) | 4121 (9) | 25 (10) | 41 (13) | 51 (9) | -1 (9) | 4 (7) | 0 (9) |
| C (32) | 6072 (12) | 2354 (15) | 4361 (11) | 54 (13) | 78 (19) | 67 (12) | 21 (12) | 2 (10) | -23 (13) |
| C (33) | 5290 (13) | 2594 (16) | 4582 (15) | 38 (13) | 82 (21) | 149 (21) | 17 (13) | 24 (14) | -9 (18) |
| C (34) | 4631 (14) | 1999 (16) | 4489 (14) | 79 (16) | 67 (20) | 101 (17) | 11 (15) | 25 (14) | 14 (16) |
| C (35) | 4722 (13) | 1040 (20) | 4244 (13) | 56 (16) | 152 (29) | 76 (14) | -9 (16) | 5 (12) | 22 (17) |
| C (36) | 5559 (10) | 756 (15) | 4024 (11) | 22 (10) | 120 (22) | 68 (12) | 6 (12) | -1 (9) | -20 (13) |
| C (37) | 7483 (10) | -29 (12) | 4143 (10) | 30 (9) | 54 (15) | 44 (9) | -3 (9) | -4 (8) | 7 (9) |
| C (38) | 7360 (10) | -235 (14) | 4903 (10) | 40 (10) | 71 (17) | 45 (10) | -15 (11) | 7 (8) | 4 (12) |
| C (39) | 7586 (11) | -1120 (15) | 5170 (12) | 36 (12) | 58 (18) | 91 (15) | 17 (12) | 0 (10) | 14 (13) |
| C (40) | 7851 (11) | -1741 (15) | 4674 (16) | 30 (13) | 60 (19) | 128 (20) | 12 (12) | -5 (13) | 29 (16) |
| C (41) | 7963 (13) | -1564 (14) | 3935 (15) | 59 (16) | 39 (16) | 105 (17) | 9 (13) | 11 (14) | 11 (15) |
| C (42) | 7770 (10) | -707 (13) | 3654 (11) | 36 (11) | 61 (16) | 68 (12) | 17 (10) | -1 (9) | -35 (12) |

[C21/77, Tab. 2]

¹⁰) P. Goldstein, K. Seff und K. N. Trueblood, Acta Crystallogr., Sect. B 24, 778 (1968).

¹¹) M. R. Churchill und J. Cooke, J. Chem. Soc. A 1970, 2046.

¹²) M. Colapietro und L. Zambonelli, Acta Crystallogr., Sect. B 27, 734 (1971).

¹³) M. Textor, E. Dubler und H. R. Oswald, Inorg. Chem. 13, 1361 (1974).

¹⁴) A. Sakhri und A. L. Beauchamp, Acta Crystallogr., Sect. B 31, 409 (1975).

Bindungswinkel zwischen 113(2) und 126(2)^o (Mittelwert 119.9 ± 0.5^o) gefunden. Die Ringe sind planar, die Abweichungen von den jeweils besten Ebenen betragen maximal 3 pm.

Das Anion von **1c** ist in Abb. 1 dargestellt, seine wichtigsten Strukturdaten finden sich in Tab. 3. Danach sind die drei PhTe-Liganden unter Ausbildung einer annähernd ebenen HgTe₃-Einheit propellerartig um das zentrale Quecksilberatom angeordnet. Der Phenylsubstituent Ph_i eines betrachteten Telluratoms Te_i ist jeweils in die Richtung auf die Winkelöffnung zwischen diesem Telluratom, dem Quecksilberatom und dem im Drehsinn folgenden Telluratom Te_{i+1} hin abgewinkelt. Der Winkel Te_i-Hg-Te_{i+1} ist umso größer, je flacher der Anstellwinkel des Substituenten Ph_i ist, also der Winkel zwischen der Ebene durch diesen Phenylring und der Ebene durch die drei Telluratome des Anions. Dieser Anstellwinkel wird durch die Lage der Ionen im Gitter bestimmt, wie aus Abb. 2 gut zu erkennen ist. Die dadurch bedingten, nicht allzu großen Abweichungen der Winkel Te_i-Hg-Te_{i+1} vom Idealwert 120^o für trigonal planare Koordination (entsprechend einer sp²-Hybridisierung der Valenzelektronen des Quecksilberatoms) sind demnach auf Kristallpackungseffekte zurückzuführen.

Tab. 3. Einige Strukturdaten für das Anion von **1c**

| Bindungsabstände (pm) | | | |
|--|-------------|----------------|------------|
| Hg-Te(1) | 268.2(3) | Te(1)-C(1) | 211(2) |
| Hg-Te(2) | 269.2(4) | Te(2)-C(7) | 208(2) |
| Hg-Te(3) | 271.7(4) | Te(3)-C(13) | 211(2) |
| Mittelwert | 269.7 ± 1.0 | Mittelwert | 210 ± 1.2 |
| Bindungswinkel (°) | | | |
| Te(1)-Hg-Te(2) | 123.8(1) | Hg-Te(1)-C(1) | 100.6(5) |
| Te(2)-Hg-Te(3) | 110.7(1) | Hg-Te(2)-C(7) | 96.9(6) |
| Te(3)-Hg-Te(1) | 125.2(1) | Hg-Te(3)-C(13) | 102.3(6) |
| Mittelwert | 119.9 ± 4.6 | Mittelwert | 99.9 ± 1.6 |
| Abweichungen von der Ebene durch die drei Telluratome (pm) | | | |
| Hg: -9, C(1): +59, C(7): +21, C(13): -12 | | | |
| Winkel zwischen den LSQ-Ebenen I [Te(1)-Te(3)], II [C(1)-C(6)], III [C(7)-C(12)], IV [C(13)-C(18)]: | | | |
| I/II: 34.6°, I/III: 71.2°, I/IV: 11.3° | | | |

Wie für eine trigonal ebene Koordination zu postulieren, sind die drei Hg-Te-Abstände annähernd gleich groß, allerdings mit 270 pm kleiner als die Summe der Kovalenzradien (281 pm)¹⁵⁾, andererseits aber auch wieder größer als in [Hg₃Te₂]X₂ (X = Cl, Br)¹⁶⁾. In diesen Verbindungen liegen – anders als im Anion von **1c** – zweibindige Quecksilberatome und dreibindige Telluratome vor; daher ist zu verstehen, daß in diesen Fällen der Abstand mit 264–265 pm kleiner ist.

¹⁵⁾ J. Kleinberg, W. J. Argersinger und E. Griswold, *Inorganic Chemistry*, S. 87, D. C. Heath and Company, Boston 1960.

¹⁶⁾ H. Puff und J. Küster, *Naturwissenschaften* **49**, 464 (1962).

Die Te–C-Abstände von ca. 210 pm und die Bindungswinkel an den Telluratomen mit ca. 100° liegen in den Bereichen von 205–218 pm bzw. 94–101°, wie sie für Diaryltelluride und Diaryltellurdihalogeniden bestimmt wurden^{17–21}.

1c ist eines der wenigen Beispiele für Komplexverbindungen mit dreibändigem Quecksilber und isolierten $[\text{HgX}_3]^-$ -Ionen mit trigonal ebener Koordination. Die Bindungsverhältnisse im Anion von **1c** unterscheiden sich damit grundlegend von denen in $[(\text{CH}_3)\text{Hg}(\text{bipy})]^+$, bei dem die drei Donoratome zwar ebenfalls koplanar zum Quecksilberatom angeordnet, die Bindungsabstände und -winkel jedoch so sehr verschieden sind, daß zu seiner Beschreibung ein sp-Bindungsmodell^{22, 23} herangezogen wird.

Dem *Institutsrat des Instituts für Anorganische und Angewandte Chemie* danken wir für die Bereitstellung von Institutsmitteln, Herrn Prof. Dr. E. Weiß für die Gewährung von Meßzeit an dem von der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* beschafften Einkristalldiffraktometer.

¹⁷⁾ W. R. Blackmore und S. C. Abrahams, *Acta Crystallogr.* **8**, 317 (1955).

¹⁸⁾ F. H. Kruse, R. E. Marsh und J. D. McCullough, *Acta Crystallogr.* **10**, 201 (1957).

¹⁹⁾ G. Llabres, O. Dideberg und L. Dupont, *Acta Crystallogr., Sect. B* **28**, 2438 (1972).

²⁰⁾ G. D. Christofferson und J. D. McCullough, *Acta Crystallogr.* **11**, 249 (1958).

²¹⁾ G. Y. Chao und J. D. McCullough, *Acta Crystallogr.* **15**, 887 (1962).

²²⁾ A. J. Canty und B. M. Gatehouse, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1976**, 2018.

²³⁾ A. J. Canty und A. Marker, *Inorg. Chem.* **15**, 425 (1976).