Chem. Ber. 113, 226-232 (1980)

Kristall- und Molekülstrukturen des $S_3N_2^+$ -Radikalkations in $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 CH_3CN$ und von $S_3N_2(NSO_2F)$

Bernt Krebs* und Gerald Henkel

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Münster, Gievenbecker Weg 9, D-4400 Münster

Siegfried Pohl

Fakultät für Chemie der Universität Bielefeld, Universitätsstraße, D-4800 Bielefeld

Herbert W. Roesky

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Frankfurt, Niederurseler Hang, D-6000 Frankfurt/Main 50

Eingegangen am 2. April 1979

Die Röntgenstrukturanalysen von $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 CH_3CN$ (1) und $S_3N_2NSO_2F$ (2) zeigen in 1 ein planares $S_3N_2^+$ -Radikalkation, wobei zwei Kationen über schwache S-S-Wechselwirkungen zu sesselförmigen Dimeren assoziiert sind. Der an einem S-Atom der S-S-Gruppe substituierte S_3N_2 -Ring in 2 ist nicht planar; die S-S-Bindung ist schwächer als in 1.

Crystal and Molecular Structures of the $S_3N_2^+$ Radical Cation in $S_3N_2^+SO_3CF_3^-\cdot 1/2\,CH_3CN$ and of $S_3N_2(NSO_2F)$

The molecular and crystal structures of $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 CH_3CN$ (1) and $S_3N_2NSO_2F$ (2) were determined from single crystal X-ray diffraction data. The $S_3N_2^+$ radical cation in 1 is planar, two cations being connected through weak S-S bonding interactions to form dimers with a chair configuration. The S_3N_2 ring of 2, in which the NSO₂F group is covalently bonded to one of the S atoms of the S-S group, is not planar; the S-S bond is weaker than in 1.

Die Zahl der bisher synthetisierten planaren, unsubstituierten Schwefel-Stickstoff-Ringe ist klein. Sie besitzen jedoch wegen Fragen nach der Art der π -Wechselwirkungen zwischen Stickstoff und Schwefel sowie dem Ausmaß ihrer Delokalisierung aus bindungstheoretischer Sicht besonderes Interesse (z. B. Lit.¹⁻⁴). Neben dem neutralen S₂N₂⁵) sind bisher Verbindungen mit den Ionen S₃N₂^{+ 6-8}, S₄N₃^{+ 9}, S₄N₄^{2 + 10}, S₅N₅^{+ 11}) und S₃N₃^{- 12}) dargestellt worden. Nach den Strukturbestimmungen aus Röntgenbeugungsdaten wird dabei das S₃N₂⁺-Ion einmal als isoliertes Radikalkation (in S₃N₂⁺AsF₆^{- 7}), zum anderen als dimeres S₆N₄^{2 +}-Ion (in S₃N₂⁺S₂O₆Cl⁻)⁶) beschrieben. Wir haben daher eine weitere Strukturbestimmung an einer Verbindung durchgeführt, die das S₃N₂⁺-Ion enthält⁸).

© Verlag Chemie, GmbH, D-6940 Weinheim, 1980

Erhebliche Abweichungen von der Planarität weisen die an einem Schwefelatom substituierten S_3N_2 -Ringe S_3N_2X (mit X = NR oder Cl) auf^{13,14}). Die Strukturbestimmung an $S_3N_2(NSO_2F)^{15}$ sollte einen Vergleich mit dem unsubstituierten Radikalkation ermöglichen. Über beide Untersuchungen wird im folgenden berichtet.

Strukturbestimmung

Die Darstellung der Substanzen wurde bereits beschrieben ^{8, 15)}. Für die Strukturuntersuchungen wurden Einkristalle mit den Dimensionen $0.35 \times 0.25 \times 0.18 \text{ mm}^3$ (1) und $0.20 \times 0.32 \times 0.08 \text{ mm}^3$ (2) verwendet, die in Markröhrchen eingeschmolzen waren. Die Reflexintensitäten wurden auf einem Syntex P2₁-Vierkreisdiffraktometer bei -130 ± 2 °C (1) bzw. 20 ± 1 °C (2) gemessen (ω -2 Θ -Messung; Mo- K_u -Strahlung; Graphitmonochromator; $\lambda = 71.069 \text{ pm}$. Szintillationszähler, Meßbereich 2.0° in 2 Θ ; variable, intensitätsabhängige Meßgeschwindigkeit zwischen 2 und 30°/ min, Referenzreflex nach 50 Meßwerten). Die Gitterkonstanten wurden durch Kleinste-Quadrate-Anpassung der Diffraktometer-Koordinaten von 15 hochindizierten Reflexen verfeinert. 1 kristallisiert monoklin in der Raumgruppe $P2_1/c$.

Gitterkonstanten mit Standardfehlern [pm] bzw. [°]									
		а	b		с	β			
1	(-130°C)	749.4 (3)	2339.	0 (7)	609.4 (3)	110.94 (4)			
1	(20°C)	753.9 (2)	2357.	6 (5)	612.3 (2)	110.53 (3)			
2	(20 °C)	794.1 (2)	545.	0(2)	1657.8 (4)	112.54 (3)			
		V [pm ³ · 10 ⁶]	Ζ	$d_{ront.}$ [g·cm ⁻³]	$d_{ ext{exp.}}^{a)}$ [g·cm ⁻	μ^{b} [cm ⁻¹]			
1	(-130°C)	997.6	4	1.956		9.6			
1	(20°C)	1019.2	4	1.914	1.92 (1) 9.4			
2	(20°C)	662.7	4	2.219	2.21 (1) 13.4			

^{a)} Schwebemethode (CCl₄/CHBr₃). - ^{b)} Absorptionskoeffizient für Mo-K_x-Strahlung.

Meßdaten:		Meßbereich O _{max} [°]	Gemessene unab- hängige Reflexe	Zahl der Reflexe mit $I > 1.96 \sigma(I)$
1	(-130°C)	26.0	1998	1256
2	(20°C)	27.0	1304	1135

Die Daten wurden durch Lorentz- und Polarisationsfaktor-Korrekturen zu Strukturfaktoren reduziert. Eine Absorptionskorrektur war nicht notwendig. Alle Reflexe mit Netto-Intensitäten $<1.96 \sigma(I)$ wurden als nicht beobachtet behandelt. Ihnen wurde das Gewicht w = 0 zugeordnet.

Die Struktur von 1 wurde durch Interpretation der Patterson-Funktion gelöst, wobei zunächst die Schwefelatome des Kations und Anions lokalisiert wurden: die Festlegung der Phasen für 2 gelang nach direkten Methoden mit Hilfe des Programmsystems MULTAN¹⁶. Die mit 211 normalisierten Strukturfaktoren als Koeffizienten berechnete Fourier-Synthese ergab hier direkt im ersten Schritt 8 der 10 Atome in der asymmetrischen Einheit der Elementarzelle. Die Kleinste-Quadrate-Verfeinerung (volle Matrix) zunächst mit isotropen, dann mit anisotropen Temperaturfaktoren führte zu folgenden abschließenden *R*-Werten für die beobachteten Reflexe:

Jahrg. 113

ъ \

1: $R_1 = 0.056$, $R_2 = 0.052$; 2: $R_1 = 0.037$, $R_2 = 0.040$, wobei $R_1 = \Sigma(||F_0| - |F_c||) \Sigma |F_0|$, $R_2 = [\Sigma w(|F_0| - |F_c|)^2 / \Sigma w F_0^2]^{1/2}$ ist. Verwendetes Gewichtsschema: $1/w = [\sigma(F_0)]^2 + (0.01 \cdot |F_0|)^2$, wobei $\sigma(F_0) = \sigma(I)/(2 \cdot |F_0| \cdot Lp)$ mit Lp = Lorentz-Polarisationsfaktor. Die Atom-Formfaktoren für S, F, O, N und C wurden den International Tables¹⁷ entnommen¹⁶. Eine Lokalisierung der H-Atome des Acctonitril-Moleküls in 1 war wegen einer vermuteten Rotations-Fehlordnung nicht möglich.

Die Tabellen der beobachteten und berechneten Strukturfaktoren können bei den Autoren (B. K.) angefordert werden. In Tab. 1 und 2 sind die Atomkoordinaten und

	Lageparameter			Koeffizi	peffizienten der anisotropen Temperaturfakt			oren ")	
	x	У	z	^в 11	B ₂₂	B ₃₃	B ₁₂	^B 13	^B 23
s1	24510(23)	-189(7)	49960(32)	1.10(6)	1.46(7)	1.50(6)	0.04(6)	0.26(5)	-0.17(6)
S2	15138(22)	4771(7)	73280(29)	1.33(7)	1.38(7)	1.31(7)	-0.07(6)	0.32(6)	-0.30(6)
S 3	24635(23)	11362(7)	41943(29)	1.41(7)	1.50(7)	1.72(7)	-0.20(6)	0.39(6)	-0.04(6)
S 4	23044(24)	90428(7)	620(31)	1.29(7)	1.32(7)	1.51(7)	0.10(6)	0.22(6)	-0.01(6)
F1	4279(6)	8102(2)	892(9)	4.3(2)	2.1(2)	7.6(3)	1.9(2)	-0.1(2)	0.9(2)
F2	4699(7)	8632(2)	-1717(9)	4.9(3)	5.2(3)	8.1(3)	0.3(2)	4.8(3)	-1.7(3)
F3	2104(6)	8141(2)	-2538(9)	3.5(2)	3.4(2)	6.6(3)	0.4(2)	-0.5(2)	-3.2(2)
01	3876(6)	9322(2)	1806(8)	1.9(2)	2.1(2)	2.6(2)	0.1(2)	-0.5(2)	-1.0(2)
02	905(7)	8786(2)	864(8)	2.9(2)	3.5(3)	3.3(2)	0.3(2)	1.9(2)	0.8(2)
03	1447(6)	9367(2)	-2082(8)	2.1(2)	2.1(2)	2.1(2)	-0.4(2)	0.0(2)	1.0(2)
N1	2858(7)	509(2)	3541(9)	1.3(2)	2.6(3)	1.5(2)	-0.6(2)	0.3(2)	-0.7(2)
N2	1768(7)	1099(2)	6319(8)	0.9(2)	1.5(2)	1.9(2)	-0.3(2)	0.2(2)	-0.4(2)
N3	7856(12)	7500	5263(18)	3.1(5)	2.6(4)	4.2(6)	0	0.7(4)	0
C1	3394(10)	8440(3)	-878(14)	1.7(3)	1.9(3)	4.3(4)	0.0(3)	0.8(3)	-0.8(3)
C2	9115(18)	7500	1760(23)	5.8(7)	3.0(6)	5.1(7)	0	3.9(6)	0
C3	8428(16)	7500	3732(23)	3.0(6)	2.3(5)	4.7(7)	0	-0.6(5)	0

Tab. 1. $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2$ CH₃CN (1). Atomparameter mit Standardabweichungen (Lageparameter × 10⁵ für S, × 10⁴ für F, O, N, C)

CB 114/79.Tab.1

*) Die anisotropen Temperaturfaktoren sind definiert als: $\exp\left[-1/4(B_{11}a^*b^2 + B_{22}b^*k^2 + B_{33}c^*c^2l^2 + 2B_{12}a^*b^*hk + 2B_{13}a^*c^*hl + 2B_{23}b^*c^*kl)\right].$

Tab. 2. $S_3N_2(NSO_2F)$ (2). Atomparameter mit Standardabweichungen (Lageparameter $\times 10^5$ für S, $\times 10^4$ für F, O, N)

Lageparameter			Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren						
	x	У	2	B ₁₁	^B 22	^B 33	^B 12	B ₁₃	^B 23
S1	16350(12)	24121(18)	45362(6)	2.20(4)	2.57(4)	1.97(4)	0.12(3)	0.81(3)	0.12(3)
S 2	53176(13)	26851(22)	37055(7)	2.62(4)	3.88(5)	3.17(5)	0.53(4)	1.34(4)	-0.05(4)
S3	35463(12)	56097(18)	38519(6)	2.37(4)	2.33(4)	2.00(4)	0.07(3)	0.57(3)	-0.06(3)
S4	20454(16)	29083(26)	23207(7)	4.06(5)	5.49(7)	1.75(4)	-0.64(5)	0.85(4)	-0.71(4)
F	-348(3)	3423(5)	4119(2)	2.13(9)	4.76(13)	4.95(14)	0.53(9)	0.82(9)	0.39(12)
01	1736(4)	607(5)	3941(2)	4.39(14)	2.74(13)	3.53(14)	-0.47(11)	2.08(12)	-0.74(11)
02	1872(4)	1729(6)	5398(2)	4.98(16)	4.82(16)	2,25(12)	0.38(13)	1.63(11)	-0.75(12)
N1	3874(5)	1493(7)	2799(2)	5.04(20)	4.41(19)	3.31(17)	-0.13(16)	2.62(16)	-1.25(16)
N2	2016(3)	5294(7)	2854(2)	2.96(14)	4.24(18)	1.94(14)	-0.24(13)	0.05(12)	-0.72(13)
N3	2778(4)	4829(6)	4579(2)	2.48(13)	2.73(14)	1.90(13)	0.23(11)	0.75(11)	0.42(11)

CB 114/79. Tab. 2



CB 114/79.1

Abb. 1. S₃N₂⁺SO₃CF₃⁻ 1/2 CH₃CN (1). Dimere Struktureinheit mit Atombezeichnungen und Bindungslängen [pm]; Standardabweichungen: S − S 0.2; S − N und S − O 0.5; C − S und C − F 0.9 pm

Tab. 3. $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 \ CH_3CN (1) \ und \ S_3N_2(NSO_2F) (2):$ Valenzwinkel und Torsionswinkel [°]

1: Valenzwinkel		2: Valenzwinkel		2: Torsionswinkel	
N1-S1-S2	97.0 (2)	S3-S2-N1	97.9 (2)	N1-S2-S3-N2	-12.8
N2 - S2 - S1	97.1 (2)	S2 - N1 - S4	117.2 (2)	N1-S2-S3-N3	+ 102.7
N1 - S3 - N2	107.8 (3)	N1-S4-N2	109.4 (2)	S4-N2-S3-S2	+15.3
S1-N1-S3	119.0 (3)	S3 - N2 - S4	119.1 (2)	S4-N2-S3-N3	- 9 7.8
S2-N2-S3	119.0 (3)	S2-S3-N2	94.0 (2)	N2-S3-N3-S1	+45.4
		S2-S3-N3	109.5 (2)	S2-S3-N3-S1	-57.8
		N2-S3-N3	112.4 (2)	O1-S1-N3-S3	+16.7
		S1-N3-S3	124.3 (2)	O2-S1-N3-S3	+154.3
		O1-S1-O2	119.9 (2)	F-S1-N3-S3	95.4
		O1-S1-F	104.7 (2)		
		O1-S1-N3	115.1 (2)		
		02-S1-F	105.2 (2)		
		O2-S1-N3	108.7 (2)		
		F - S1 - N3	101.0 (2)		

Temperaturparameter für 1 und 2 mit Standardabweichungen wiedergegeben. Abb. 1 zeigt die über $S \cdots S$ -Kontakte schwach assoziierte, zentrosymmetrische sesselförmige $(S_3N_2^+)_2$ -Einheit von 1 mit den Atombezeichnungen und Bindungslängen. Wichtige Bindungswinkel und Torsionswinkel sind in Tab. 3 zusammengestellt. Ein $S_3N_2(NSO_2F)$ -Molekül mit Bindungsabständen und Schwingungsellipsoiden ist in Abb. 2 wiedergegeben; Abb. 3 zeigt die Elementarzelle von 1, die die Packung der Moleküle wiedergibt.

Ergebnisse und Diskussion

Die Strukturbestimmung von $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 CH_3CN$ (1) bestätigt die Existenz planarer $S_3N_2^+$ -Ringe im Festkörper, wie sie bereits in $S_3N_2^+S_2O_6Cl^{-6}$ (3) und $S_3N_2^+AsF_6^{-7}$ (4) gefunden wurden. Die Bindungsverhältnisse in den Fünfringen stimmen in 1, 3 und 4 sehr gut überein (zu 1 s. Abb. 1 und Tab. 1). Für die Beschreibung der Bin-



Abb. 2. $S_3N_2(NSO_2F)$ (2). Molekül mit Atombezeichnungen, Bindungslängen [pm] und Schwingungsellipsoiden (50% Wahrscheinlichkeit); Standardabweichungen: S-S 0.2; S-N, S-O, S-F 0.3 pm



Abb. 3. $S_3N_2^+SO_3CF_3^- \cdot 1/2 \text{ CH}_3CN$ (1). Molekülpackung in der Elementarzelle; Projektion parallel *a*

dungen im Radikalkation kann eine größere Zahl von Grenz-Valenzstrukturen formuliertwerden ⁷⁾, mit denen die unterschiedlichen S-N-Abstände im Ring hinreichend erklärt werden können.

Im Festkörper erfolgt die Stabilisierung des Radikalkations $S_3N_2^+$ jedoch auch durch intermolekulare Wechselwirkungen. Die S. S-Abstände zweier benachbarter, durch ein Inversionszentrum verknüpfter Ringe betragen in 1 299.6 pm (s. Abb. 1), in 3 und 4 302.7 bzw. 299.4 pm.



Sowohl die Annahme isolierter $S_3N_2^+$ -Ionen in 4 als auch die Formulierung dimerer $(S_3N_2)_2^{2+}$ -Einheiten in 3 sind offensichtlich zwei Extreme in der Beschreibung auf der Basis gleicher Bindungsverhältnisse. Die Struktur von 1 zeigt außerdem, daß sich die bindenden intermolekularen Wechselwirkungen nicht auf S \cdots S-Kontakte beschränken. So weist ein Sauerstoffatom des Anions zu zwei Schwefelatomen des S_3N_2 -Ringes (S 1 und S 2; s. Abb. 1) mit 260.0 bzw. 262.4 pm Abstände auf, die ebenfalls deutlich unter der Summe der van der Waals-Radien dieser Atome (ca. 325 pm) liegen.

In $S_3N_2^+AsF_6^-$ (4) nimmt ein Fluoratom (F 2) des AsF_6^- -Anions eine entsprechende Position ein. Die S····F-Abstände betragen hier 271.6 (S 2····F 2) und 275.6 pm (S 3····F 2)⁷⁾.

Die trotz der unterschiedlichen Anionen in 1 und 4 nahezu identische Koordination der S₂-Gruppierung des S₃N₂-Ringes deutet darauf hin, daß diese Anordnung nicht zufällig ist, sondern das Radikalkation wahrscheinlich besonders gut stabilisiert. Eine ähnliche Umgebung der betreffenden S-Atome ist daher in 3^{6} zu erwarten, obwohl in der ohne Atomkoordinaten publizierten Arbeit lediglich die S…S-Kontakte diskutiert werden.

Der Übergang vom unsubstituierten S_3N_2 -Radikalkation zum substituierten S_3N_2 -Ring kann formal als Verstärkung der Kation-Anion-Wechselwirkung unter Ausbildung einer kovalenten Bindung zwischen einem Schwefelatom des Ringes und einem Atom des Anions angesehen werden (das Anion wäre dann ebenfalls als Radikal zu formulieren).

Für den S_3N_2 -Ring ergeben sich damit erhebliche Änderungen in den Bindungsverhältnissen, was am Beispiel des von uns strukturell ebenfalls untersuchten $S_3N_2(NSO_2F)$ (2)¹⁵⁾ erläutert werden soll (s. auch Abb. 2).

Der S₃N₂-Ring in 4 ist nicht planar. Das die exocyclische Bindung ausbildende Schwefelatom wird aus der Ringebene herausgedreht. Der Winkel zwischen den Normalen der Ebenen durch S 2, N 1, S 4, N 2 und N 2, S 3, S 2 beträgt ca. 14°. Die Unterschiede in den S-N-Abständen im Ring vergrößern sich gegenüber dem Radikalkation signifikant (Mittelwert für äquivalente S-N-Bindungen in 1: 156.9 und 161.5 pm; in 2: 157.2 und 164.0 pm). Beide Befunde deuten hin auf eine Reduzierung der im Radikalkation von 1 vorhandenen teilweisen Delokalisierung des π -Elektronensystems. Die zweifache Koordination des Schwefels ist offensichtlich eine Voraussetzung zur Ausbildung planarer Schwefel-Zyklen mit delokalisierten π -Elektronen. Bindende intermolekulare Wechselwirkungen werden lediglich in Verbindungen mit dem S₃N₂⁺-Radikalkation gefunden, dem einzigen planaren unsubstituierten S-N-Ring (s. Einleitung), der kein (4n + 2) π -Elektronensystem bildet.

In 2 werden intermolekulare $S \cdots S$ -Kontakte wie in 1 nicht beobachtet. Mit 160.3 bzw. 158.6 pm legen die S - N-Abstände in der exocyclischen S(IV)-N-S(VI)-Gruppierung eine Formulierung als dipolare Anordnung nahe, die als eine der wichtigen Grenzstrukturen anzusehen ist.

Ungewöhnlich in 2 ist der endocyclische S-S-Abstand mit 220 pm, eine Bindungslänge, die auch in S₃N₂(NCOCF₃)¹⁴) beobachtet wurde. Dagegen liegen in den Radikalkationen von 1, 3 und 4, aber auch im chlorsubstituierten S₃N₂Cl⁺Cl⁺ die entsprechenden Werte zwischen 213.6 und 214.7 pm^{6,7,13)}.

Eine eindeutige Erklärung dafür fehlt bisher, jedoch sollten nicht die Unterschiede in der Konformation der Ringe dafür verantwortlich sein, da der S_3N_2 -Ring im $S_3N_2Cl^+$ ebenfalls nicht planar ist (wie in 2 und im $S_3N_2(NCOCF_3)$). Die hier nicht diskutierten Daten entsprechen den Erwartungen und können den Tabellen entnommen oder von den Autoren (B. K.) angefordert werden.

Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie für die Förderung unserer Arbeiten.

Literatur

- ¹⁾ R. Gleiter, J. Chem. Soc. A 1970, 3174; R. Bartetzko und R. Gleiter, Inorg. Chem. 17, 995 (1978).
- ²⁾ R. Zahradnik, A. J. Banister und H. G. Clarke, Coll. Czech. Chem. Commun. 38, 998 (1973).
- ³⁾ D. A. Johnson, G. D. Blyholder und A. W. Cordes, Inorg. Chem. 4, 1790 (1965).
- ⁴⁾ H. Bock, Angew. Chem. 89, 631 (1977); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. 16, 613 (1977).
- ⁵⁾ M. Goehring und D. Voigt, Z. Anorg. Allg. Chem. 285, 181 (1956).
- ⁶⁾ A. J. Banister, H. G. Clarke, I. Rayment und H. M. M. Shearer, Inorg. Nucl. Chem. Lett. 10, 647 (1974).
- ⁷⁾ R. J. Gillespie, P. R. Ireland und J. E. Vekris, Can. J. Chem. 53, 3147 (1975).
- ⁸⁾ H. W. Roesky und A. Hamza, Angew. Chem. 88, 226 (1976); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. 15, 226 (1976).
- ⁹⁾ E. Demarcy, C. R. Acad. Sci. **91**, 854 (1880).
- ¹⁰⁾ R. J. Gillespie, D. R. Slim und J. D. Tyrer, J. Chem. Soc., Chem. Commun. 1977, 253.
- ¹¹⁾ A. J. Banister und P. J. Dainty, J. Chem. Soc., Dalton Trans. 1972, 2658; H. W. Roesky, W. Grosse Böwing, I. Rayment und H. M. M. Shearer, J. Chem. Soc., Chem. Commun. 1975, 735. ¹²⁾ J. Bojes und T. Chivers, Inorg. Chem. 17, 318 (1978).
- ¹³⁾ A. Zalkin, T. E. Hopkins und D. H. Templeton, Inorg. Chem. 5, 1767 (1966).
- 14) R. Steudel, F. Rose, R. Reinhardt und H. Bradaczek, Z. Naturforsch., Teil B 32, 488 (1977). ¹⁵⁾ ^{15a)} H. W. Roesky und E. Janssen, Chem. Ber. 108, 2531 (1975). -^{15b)} H. W. Roesky, G. Holtschneider, H. Wiezer und B. Krebs, ebenda 109, 1358 (1976).
- ¹⁶⁾ Die Rechnungen wurden mit Programmen des Syntex XTL-Systems, dem Programmsystem MULTAN von G. Germain, P. Main und M. M. Woolfson sowie dem Programm ORTEP von C. K. Johnson auf einer TR 440-Anlage und einem NOVA 1200-Rechner ausgeführt.
- ¹⁷⁾ International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. IV, Kynoch Press, Birmingham 1974.

[114/79]