

## KRISTALLOGRAPHISCHE DATEN VON $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{Co}^{\text{II}}\text{Cl}_4]$ UND $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{ZnCl}_4]$

J. R. GÜNTER, G. MATTMANN UND H. WERNER

*Anorganisch-chemisches Institut der Universität Zürich (Schweiz)*

(Eingegangen den 27. Juli 1970)

### SUMMARY

The unit cell and space group of  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{Co}^{\text{II}}\text{Cl}_4]$  have been determined from single crystal and powder X-ray data: monoclinic,  $a=9.38 \text{ \AA}$ ,  $b=14.76 \text{ \AA}$ ,  $c=20.32 \text{ \AA}$ ,  $\beta=126.00^\circ$ ,  $Z=4$ , space group  $P2_1/c-C_{2h}^5$ ,  $d_{\text{pyk}}=1.72 \text{ g/cm}^3$ ,  $d_x=1.70 \text{ g/cm}^3$ .

The compound  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{ZnCl}_4]$  is isotypic and has the same cell dimensions.

### ZUSAMMENFASSUNG

Die Elementarzelle und Raumgruppe von  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{Co}^{\text{II}}\text{Cl}_4]$  wurden aus Röntgen-Einkristall- und -Pulverdaten bestimmt: monoklin,  $a=9.38 \text{ \AA}$ ,  $b=14.76 \text{ \AA}$ ,  $c=20.32 \text{ \AA}$ ,  $\beta=126.00^\circ$ ,  $Z=4$ , Raumgruppe  $P2_1/c-C_{2h}^5$ ,  $d_{\text{pyk}}=1.72 \text{ g/cm}^3$ ,  $d_{r0}=1.70 \text{ g/cm}^3$ .

Die Verbindung  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{ZnCl}_4]$  ist dazu isotyp und besitzt die gleichen Zelldimensionen.

---

Die Darstellung der aus komplexen Ionen aufgebauten Verbindungen  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{Co}^{\text{II}}\text{Cl}_4]$  (I) und  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]_2[\text{ZnCl}_4]$  (II) ist in der vorangehenden Arbeit beschrieben worden<sup>1</sup>. Ihre Kristallstrukturen erscheinen in zweierlei Hinsicht von besonderem Interesse: Im Hinblick auf den Bau des Kations  $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]^+$  und, im Falle von (I), einer Verbindung mit zwei- und dreiwertigem Kobalt im gleichen Gitter.

Mit einer Guinier-Kamera nach De Wolff (Firma Nonius Delft) aufgenommene Röntgen-Pulverdiagramme der beiden Substanzen sind innerhalb der Messgenauigkeit sowohl bezüglich Linienlagen als auch bezüglich Reflex-Intensitäten identisch, woraus auf Isotypie und gleiche Zelldimensionen von (I) und (II) geschlossen wird. Die an Einkristallen von (I) hergestellten Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen nach Bürger der Zonen  $hk0$ ,  $h0l$ ,  $0kl$ ,  $h1l$  führen auf eine monokline Elementarzelle. Aufgrund der systematischen Auslöschung aller Reflexe  $h0l$  mit  $l \neq 2n$  und  $0k0$  mit  $k \neq 2n$  folgt als Raumgruppe eindeutig  $P2_1/c-C_{2h}^5$ . Aus der pyknometrisch in Dekalin bei  $20^\circ$  gemessenen Dichte von (I),  $d_{\text{pyk}}=1.72 \text{ g/cm}^3$ , kann die Zahl der Formeleinheiten pro Elementarzelle  $Z=4$ , berechnet werden. Die röntgenographische Dichte ergibt sich damit zu  $d_{r0}=1.70 \text{ g/cm}^3$ .

Zur Ermittlung genauer Gitterkonstanten wurden die ersten sieben Reflexe eines mit Kaliumchlorid geeichten Röntgen-Pulverdiagramms mit Hilfe der vorläufigen Werte für  $a$ ,  $b$ ,  $c$  und  $\beta$  indiziert und auf der elektronischen Datenverarbeitungsanlage CDC der Eidgenössischen Technischen Hochschule in Zürich nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate verfeinert.

Die so erhaltenen Werte für die Dimensionen der Elementarzelle betragen:

$$a = 9.38 \pm 0.01 \text{ \AA}$$

$$b = 14.76 \pm 0.01 \text{ \AA}$$

$$c = 20.32 \pm 0.03 \text{ \AA}$$

$$\beta = 126.00 \pm 0.05^\circ$$

Eine vollständige Kristallstrukturbestimmung ist vorgesehen.

#### LITERATUR

1 H. WERNER, G. MATTMANN, A. SALZER UND T. WINKLER, *J. Organometal. Chem.*, 25 (1970) 461.

*J. Organometal. Chem.*, 25 (1970) 475–476