

Synthese und Kristallstruktur von Europium(III)-diacetatotriaquo-chlorid, $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$

Synthesis and Crystal Structure of
Europium(III)-diacetatotriaquo-chloride, $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$

Thomas Schleid und Gerd Meyer*

Institut für Anorganische Chemie der Universität, Callinstraße 9, D-3000 Hannover 1

Z. Naturforsch. **44b**, 1007–1010 (1989); eingegangen am 21. April 1989

Rare Earth Acetate Chloride, Synthesis, Crystal Structure

Colourless single crystals of $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ are obtained at about 5 °C from a solution of $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in a mixture of acetone, tetrahydrofuran and acetonitrile (1:1:2) to which a small amount of water had been added. $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ crystallizes in the monoclinic system, space group $\text{P}2_1/n$ (No. 14), $a = 786.19(5)$, $b = 791.86(5)$, $c = 1768.81(13)$ pm; $\beta = 98.235(6)^\circ$, $R = 0.025$, $R_w = 0.021$, $Z = 4$. Eu^{3+} is in nine-coordinate surrounding of O^{2-} , three of which belong to water molecules and six to acetate anions (two bidentate and two monodentate). Cationic chains of the composition $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ are formed through further connection *via* acetate-oxygen atoms. These chains are stacked hexagonally parallel $[100]$ and held together by "lonesome" Cl^- anions. The chloride ions are surrounded by 4+1 aquo ligands.

Einleitung

Oxidhalogenide zweiwertiger Lanthanoide, M_4OX_6 , sind mit $\text{M} = \text{Sm}, \text{Eu}, \text{Yb}$ [1–3] bekannt: Ein durch O^{2-} zentriertes $(\text{M}^{2+})_4$ -Tetraeder, $[\text{OM}_4]^{6+}$, läßt sich als „bestimmende“ Struktureinheit herauszeichnen. Zu klären war, ob diese Einheit, ähnlich wie dies z. B. im basischen Berylliumacetat, $\text{Be}_4\text{O}(\text{CH}_3\text{COO})_6$ [4], der Fall ist, aus dem dreidimensionalen Verbund herausgelöst und durch den zweizähligen Liganden CH_3COO^- koordinativ abgesättigt werden kann.

Experimentelles

Eu_4OCl_6 [2] löst sich in einer Mischung aus Aceton, Tetrahydrofuran und Acetonitril (Volumenverhältnis: 1:1:2) erst auf Zugabe von wenigen Tropfen Wasser. Aus der farblosen, klaren Lösung, die einige Tage bei 5 °C aufbewahrt wird, scheiden sich farblose, lattenförmige Kristalle ab. Ihre Charakterisierung durch Röntgenstrukturanalyse anhand von Einkristall-Vierkreisdiffraktometerdaten ergab, daß offenbar durch Oxidation von Eu^{2+} zu Eu^{3+} Europium(III)-diacetatotriaquo-chlorid, $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$, entstanden war.

Zur weniger aufwendigen Darstellung reiner Proben von $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ löst man

$\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in dem o. g. Lösemittelgemisch und gibt soviel Wasser zu bis eine klare Lösung entsteht. Kristallisation tritt im verschlossenen Kölbchen bei etwa 5 °C (Kühlschrank) innerhalb weniger Tage ein. Versuche zur Kristallisation durch isothermes Einengen, sowohl solcher Lösungen als auch essigsaurer Lösungen von $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in offenen Gefäßen, liefern lediglich den Ausgangsstoff ($\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) als gut ausgebildete, quaderförmige Einkristalle vom monoklinen $\text{GdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -Typ [5] zurück.

Ergebnisse und Diskussion

Einzelheiten zur Strukturbestimmung an $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ sind in Tab. I zusammengestellt. Eu^{3+} ist hier in Form eines stark verzerrten, dreifach bekappten trigonalen Prismas (Ecken der Dreieck-Basisflächen: O1, O1' und O5w bzw. O3, O3' und O7w; „Kappen“: O2, O4 und O6w) von neun O^{2-} umgeben. Davon liefert drei das „Hydratwasser“, sechs gehören zu Acetat-Ionen. Zwei Acetatgruppen fungieren als zweizählige, zwei weitere als einzählige Liganden, vgl. Abb. 1.

Die beiden chelatartig angreifenden Acetat-Ionen koordinieren zusätzlich noch mit je einem der beiden Sauerstoffatome (O1 und O3) das nächste Metallkation. Somit entstehen eindimensional unendliche, kationische Ketten, $\frac{1}{2}[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ (Abb. 2), die längs $[100]$ nach Art einer hexagonal dichtesten „Stabpackung“ angeordnet sind, vgl. Abb. 3. Ladungsausgleich und Verbrückung solcher

* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. G. Meyer.

Tab. 1. $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$: Kristallographische Daten und ihre Bestimmung.

Gitterkonstanten [pm, °], molares Volumen, V_m [cm³ mol⁻¹], Guinier-Simon-Daten [6, 7]:

$a = 786,19(5)$; $b = 791,86(5)$; $c = 1768,81(13)$;
 $\beta = 98,235(6)$; $V_m = 164,09(2)$;

Vierkreis-Diffraktometerdaten:

$a = 786,1$; $b = 791,7$; $c = 1768,5$;
 $\beta = 98,24$; $V_m = 163,99$

Kristallsystem: monoklin, Raumgruppe: $P2_1/n$ (Nr. 14),
 $Z = 4$

Datensammlung: Vierkreis-Diffraktometer Siemens-Stoe AED, Mo–K α -Strahlung, Graphitmonochromator, $\lambda = 71,07$ pm, ω -scan, Scangeschwindigkeit und -breite: variabel („learn-profile“-Methode, $3^\circ \leq \theta \leq 30^\circ$, $F(000) = 640$, $\mu = 56,87$ cm⁻¹

Datenkorrektur: Untergrund, Polarisations- und Lorentz-Faktoren

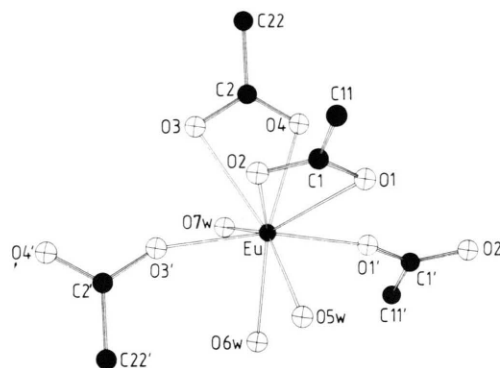
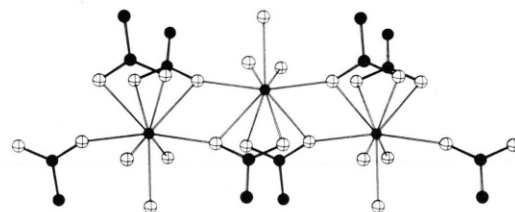
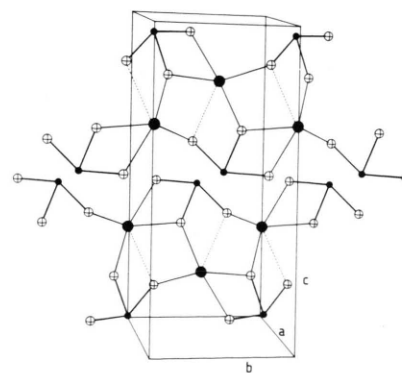
Datenstatistik: 6651 Reflexe gemessen, davon 3038 symmetrieunabhängig ($R_{\text{int}} = 0,034$), 2942 mit $|F_o| \geq 2 \sigma(F_o)$

Strukturbestimmung und -verfeinerung: Programm SHELX 76 [8], Streufaktoren nach Cromer *et al.* [9], Direkte Methoden (MULTAN 80 [10]: Eu), sukzessive Differenz-Fourier-Synthesen (Cl, O und C), „full-matrix least-squares“-Verfeinerung; $R = 0,025$; $R_w = 0,021$ ($w = k\sigma(F_o)^{-2}$; $k = 0,279$)

Lageparameter:	x/a	y/b	z/c
Eu (4e)	0,73508(2)	0,03979(2)	0,96153(1)
O1 (4e)	0,0052(3)	0,1630(3)	0,9633(1)
O2 (4e)	0,7244(3)	0,7671(3)	0,0262(1)
C1 (4e)	0,8789(4)	0,7344(4)	0,0503(2)
C11 (4e)	0,9239(5)	0,5738(5)	0,0929(3)
O3 (4e)	0,4529(3)	0,9375(3)	0,9260(1)
O4 (4e)	0,8172(3)	0,1317(3)	0,0952(1)
C2 (4e)	0,6808(4)	0,1016(4)	0,1209(2)
C22 (4e)	0,3278(5)	0,8887(6)	0,7958(2)
O5w (4e)	0,8326(3)	0,8375(3)	0,8749(1)
O6w (4e)	0,7000(3)	0,1480(3)	0,8308(1)
O7w (4e)	0,6041(3)	0,3207(3)	0,9603(1)
Cl (4e)	0,3807(1)	0,4716(1)	0,18992(5)

Koeffizienten der „anisotropen“ Temperaturfaktoren: $\exp[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + \dots + 2U_{23}klb^*c^* + \dots)]$, U_{ij} [pm²].

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{23}	U_{13}	U_{12}
Eu	157(1)	270(1)	306(1)	12(1)	48(1)	-28(1)
O1	246(10)	428(13)	476(13)	38(11)	103(10)	-98(9)
O2	213(10)	396(12)	560(15)	125(11)	86(10)	3(9)
C1	226(12)	318(14)	360(15)	23(12)	73(12)	-6(11)
C11	545(23)	428(20)	710(26)	286(20)	5(20)	89(17)
O3	221(9)	375(12)	327(11)	-3(9)	2(8)	-53(8)
O4	217(10)	496(13)	387(12)	-41(11)	52(9)	-51(9)
C2	230(12)	297(13)	316(14)	-12(12)	-2(11)	11(11)
C22	399(18)	806(26)	296(16)	-37(19)	31(14)	59(19)
O5w	261(10)	372(12)	476(13)	-83(11)	27(10)	20(9)
O6w	550(15)	374(12)	402(13)	40(11)	129(11)	89(11)
O7w	283(10)	323(11)	470(13)	43(10)	124(10)	12(9)
Cl	482(5)	347(4)	464(4)	47(4)	43(4)	-45(4)

Abb. 1. Koordinationsfigur um Eu^{3+} : Vier Acetat-Ionen, davon zwei zweizählig, und drei „Hydratwasser“-Moleküle als Liganden.Abb. 2. Ausschnitt aus einer eindimensional unendlichen, kationischen Kette der Zusammensetzung $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ längs [100].Abb. 3. Verknüpfung der kationischen Ketten $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ über „einsame“, isolierte Cl^- -Ionen. Die Ketten werden nur durch den $[\text{Eu}(\text{H}_2\text{O})_3]$ -Teil repräsentiert, sie verlaufen in Richtung [100]. (Eu^{3+} : kleine schwarze Kreise; H_2O : offene Kreise; Cl^- : große schwarze Kreise.)

kationischen Ketten erfolgt durch isolierte, „einsame“ Cl^- -Ionen, die ihrerseits in einen „Hydratwasser-Mantel“ aus vier (plus eins) Wassermolekülen eingebettet sind.

Acetatoaquochloride der hier beschriebenen Art waren bislang nicht bekannt. Strukturelle Ähnlichkeiten ergeben sich jedoch mit den Lanthanoid(III)-Acetathydraten, von denen bislang nur die Formeltypen $\text{M}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Ce}–\text{Nd}$) [11, 12], $\text{M}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Eu}, \text{Tm}$) [11, 12] und $\text{M}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ($\text{M} = \text{Eu}–\text{Lu}$) [11, 13] durch Strukturaufklärung an Einkristallen zuverlässig charakterisiert sind. Hierbei fällt auf, daß $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ eine Art Bindeglied zwischen den Strukturen der Mono- und der Tri- bzw. Tetrahydrate darstellt. In den Tri- bzw. Tetrahydraten liegen jeweils elektroneutrale, zentrosymmetrische, dimere Einheiten $[\text{M}_2(\text{CH}_3\text{COO})_6(\text{H}_2\text{O})_4]$ ($\text{M} = \text{Eu}–\text{Lu}$) vor, die in der Kristallstruktur durch zwei bzw. vier zusätzliche „zeolithische“ Kristallwassermoleküle pro Dimer zusammengehalten werden.

Für beide Hydrate sind die dimeren Einheiten nahezu gleich: Jedes Kation des Dimers trägt je drei chelatartig angreifende Acetationen und zwei Wassermoleküle. Der neunte Ligand stammt von einem doppelt koordinierenden Sauerstoffatom einer Acetatgruppe.

Monohydrate, die bei den „leichten“ Lanthanoiden Ce, Pr und Nd auftreten, zeichnen sich dagegen durch elektroneutrale, eindimensional unendliche Ketten aus. Jedes Kation trägt fünf Acetatgruppen, wobei zwei davon chelatartig gebunden sind und zusätzlich mit je einem ihrer beiden Sauerstoffatome das nächste Kation koordinieren. Eines dieser Acetationen greift überbrückend an das nächste Metallkation der Kette an, ein Molekül Kristallwasser pro M^{3+} komplettiert schließlich zur Koordinationszahl 9. Ersetzt man das überbrückende Acetatanion $[-\text{O}-\text{C}(\text{CH}_3)-\text{O}-]^-$ durch zwei neutrale Wassermoleküle, so erhält man das Verknüpfungsprinzip der kationischen $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ -Kette in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$.

Tab. II vergleicht wichtige interatomare Abstände $\text{M}–\text{O}$ in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ mit jenen in $\text{Nd}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [11], $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [12] und $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [11]. Es fällt auf, daß in den dimeren Einheiten von Europium(III)-Acetat-tri- bzw. -tetrahydrat die kürzesten Abstände $\text{Eu}–\text{O}$ zu den beiden Kristallwassermolekülen unterhalten werden (238–240 pm). Sechs Abstände

Tab. II. Vergleich wichtiger interatomarer Abstände [pm] in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$, $\text{Nd}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ und $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

$\text{Nd}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [11]		$[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$	
Nd–O6	239,5	Eu–O1	233,3
–O3	242,7	–O3	236,1
–O5	245,0	–O5 w	241,6
–O4	249,2	–O6 w	244,4
–O7 w	252,6	–O7 w	245,0
–O1	254,3	–O2	245,1
–O1'	255,7	–O4	247,0
–O2	257,3	–O1'	264,9
–O3'	260,6	–O3'	278,2
$\bar{d}(\text{Nd}–\text{O})$	250,8	$\bar{d}(\text{Eu}–\text{O})$	248,4
Nd–Nd	419,1 (2×)	Eu–Eu	416,6
			424,0
$\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [12]		$\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [11]	
Eu–O8 w	239,3	Eu–O8 w	238,4
–O7 w	239,8	–O7 w	240,0
–O6	239,8	–O6	241,1
–O2	245,8	–O4	243,9
–O4	247,0	–O2	246,8
–O3	248,1	–O5	247,3
–O1	248,7	–O3	248,2
–O5	250,0	–O1	249,0
–O6'	256,7	–O6'	256,9
$\bar{d}(\text{Eu}–\text{O})$	246,1	$\bar{d}(\text{Eu}–\text{O})$	245,7
Eu–Eu	419,1	Eu–Eu	421,1

$\text{Eu}–\text{O}$ zu den Acetat-Sauerstoffatomen liegen in dem engen Intervall von 240 bis 250 pm, der siebte Abstand ($\text{Eu}–\text{O6}'$) ist mit 257 pm deutlich größer. Dies korrespondiert mit dem kürzesten Abstand ($\text{Eu}–\text{O6}$) in dem „Parallelogramm“, das von Eu, O6, Eu' und O6' aufgespannt wird. Die mittleren Abstände, $\bar{d}(\text{Eu}–\text{O})$, sind für C.N. 9 mit 246 pm stets gleich. Auch der Abstand $\text{Eu}–\text{Eu}$ in den Dimeren beträgt jeweils rund 420 pm.

In $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ liegen die Abstände $\text{Eu}–\text{O}(\text{Wasser})$ mit 242–245 pm in jenem Bereich, in dem auch die terminalen $\text{Eu}–\text{O}(\text{Acetat})$ -Abstände angetroffen werden (245–247 pm). Auffällig sind die sehr inhomogenen Abstände innerhalb der verknüpfenden „Parallelogramme“ aus Eu, O1, Eu' und O1' bzw. Eu, O3, Eu' und O3' (233–236 gegenüber 265–278 pm). Der mittlere Abstand, $\bar{d}(\text{Eu}–\text{O})$, für C.N. 9 ist mit 248,4 pm dennoch nur unwesentlich länger als jener in $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (246,1) bzw. $\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (245,7 pm). Gegenüber dem einen Abstand $\text{Eu}–\text{Eu}$ innerhalb der dimeren Einheiten treten nunmehr zwei unterschiedliche Abstände

Eu—Eu (416,6 und 424,0 pm) innerhalb der kationischen Ketten in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ auf.

Tab. III. Weitere wichtige Abstände [pm] und Winkel [°] in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$.

Abstände:			
C1—Z (Acetat 1)		C2—Z (Acetat 2)	
C1—O2	125,6	C2—O4	124,6
—O1	127,0	—O3	128,0
—C11	149,4	—C22	148,7
Z—O (Acetat 1)		Z—O (Acetat 2)	
C11—O2	238,0	C22—O4	238,2
C11—O1	240,9	C22—O3	240,3
O1—O2	217,9	O3—O4	217,3
Cl—O (Wasser)		Cl—Z (Acetat) min.	
Cl—O6 w	308,9	Cl—O3	414,5
—O5 w	309,3	—O2	423,9
—O7 w	314,2	—O4	437,2
—O6 w'	318,4	—O1	475,1
—O5 w'	367,3		
		—C11	383,8
		—C22	364,6
		—C22'	389,9
Winkel:			
Acetat 1		Acetat 2	
C11—C1—O1	121,1	C22—C2—O3	120,3
C11—C1—O2	119,7	C22—C2—O4	121,0
O1—C1—O2	119,3	O3—C2—O4	118,7
C11—O1—O2	62,3	C22—O3—O4	62,5
C11—O2—O1	63,6	C22—O4—O3	63,5
O1—C11—O2	54,1	O3—C22—O4	54,0

Gleiche Abstände Nd—Nd (419,1 pm (2×)) zeichnen die neutralen Ketten in $\text{Nd}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ aus. Im Abstandsspektrum Nd—O zeigt sich, daß die beiden verknüpfenden „Parallelogramme“ Nd, O1, Nd', O1' und Nd, O3, Nd', O3' deutlich voneinander verschieden sind. Während die Abstände im ersten 254 und 256 pm betragen, sind sie in dem zweiten recht unterschiedlich: 243 und 261 pm. Die kürzesten Abstände Nd—O (240 und 245 pm) treten jedoch zu der überbrückenden Acetatgruppe (mit O5 und O6) auf. Wiederum fallen die Abstände zu den terminalen Acetat-Sauerstoffatomen (O4: 249 und O2: 257 pm) recht gut mit dem Abstand Nd—O (Wasser) (253 pm) zusammen.

Tab. III macht Angaben zu den Abmessungen der beiden kristallographisch verschiedenen Acetatgruppen in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$, die jedoch keine bemerkenswerten Unterschiede untereinander oder zu anderen, in kristallinen Acetaten zu beobachtenden Anordnungen aufweisen. Außerdem stellt Tab. III weitere wichtige Abstände und Winkel in $[\text{Eu}(\text{CH}_3\text{COO})_2(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}$ zusammen. Dabei fällt auf, daß der Zusammenhalt der kationischen Ketten im Kristallverband sowohl durch (schwache) O—H...O- (Ow—Ow: 274–286 pm bzw. Ow—H...O(Acetat): 272–298 pm) als auch durch (schwache) O—H...Cl-Wasserstoffbrücken-Bindungen (Ow—Cl: 309 bis 318 pm) bewerkstelligt wird.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Bonn, und dem Fonds der Chemischen Industrie, Frankfurt, für wertvolle Hilfe.

- [1] Th. Schleid und G. Meyer, Z. Anorg. Allg. Chem. **553**, 231 (1987).
- [2] Th. Schleid und G. Meyer, Z. Anorg. Allg. Chem. **554**, 118 (1987).
- [3] Th. Schleid und G. Meyer, J. Less-Common Met. **127**, 161 (1987).
- [4] W. H. Bragg und G. T. Morgan, Proc. Roy. Soc. [London] **A104**, 437 (1923).
- [5] A. Habenschuss und F. H. Spedding, Cryst. Struct. Commun. **9**, 213 (1980).
- [6] A. Simon, J. Appl. Crystallogr. **3**, 11 (1970).
- [7] J. Soose und G. Meyer, SOS, Programm zur Auswertung von Guinier-Aufnahmen, Gießen (1980).
- [8] G. M. Sheldrick, SHELX 76, Program for Crystal Structure Determination, Cambridge, U.K. (1976).
- [9] D. T. Cromer und J. B. Mann, Acta Crystallogr. **A24**, 321 (1968); D. T. Cromer und D. Liberman, J. Chem. Phys. **53**, 1891 (1970).
- [10] P. Main, S. J. Fiske, S. E. Hull, L. Lessinger, G. Germain, J. P. Declercq und M. M. Woolfson, MULTAN 80, Program for the Automatic Solution of Crystal Structures, York, U.K. (1980).
- [11] R. Fuchs, Dissertation, Universität Tübingen (1983); R. Fuchs und J. Strähle, unveröffentlicht.
- [12] S. Ganapathy, V. P. Chacko, R. G. Bryant und M. C. Etter, J. Am. Chem. Soc. **108**, 3159 (1986).
- [13] J. W. Bats, R. Kalus und H. Fuess, Acta Crystallogr. **B35**, 1225 (1979).