

Die Kristallstruktur des Strontiumcyanamids

KARL-GUSTAV STRID und NILS-GÖSTA VANNERBERG

Institut für Anorganische Chemie der Chalmersschen Technischen Hochschule und der Kgl. Universität Göteborg, Göteborg, Schweden

The crystal structure of SrCN_2 has been determined by X-ray methods. The unit cell is hexagonal (space group $P6_3/mmc$) with $a = 10.379 \text{ \AA}$, $c = 6.633 \text{ \AA}$ and contains 8 formula units. The structure consists of strontium ions and linear cyanamide ions. The following positions have been found:

2 Sr	in $2d$ ($\frac{1}{2}, \frac{2}{3}, \frac{2}{3}$)
6 Sr	in $6h$ ($x, 2x, \frac{1}{2}$) with $x = 0.1965$
6 C	in $6g$ ($\frac{1}{2}, 0, 0$)
12 N	in $12k$ ($x, 2x, z$) with $x = 0.569, z = -0.050$
2 CN_2	in $2b$ ($0, 0, \frac{1}{2}$)

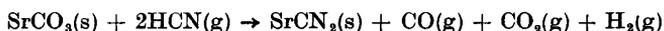
For symmetry reasons the cyanamide groups in $2b$ are assumed to be either rotating or stochastically distributed.

Die Eigenschaften des Strontiumcyanamids sind wenig bekannt. Die Kristallstruktur dieser Verbindung scheint nicht früher untersucht worden zu sein.

Eine vorläufige Mitteilung dieser Arbeit ist veröffentlicht worden.¹

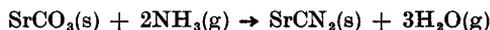
HERSTELLUNG UND ANALYSEN

Strontiumcyanamid wurde aus Strontiumcarbonat hergestellt, das in einem elektrisch geheizten Rohrofen bei 500 bis 700°C der Einwirkung von Wasserstoffcyanid ausgesetzt wurde:²



Unterhalb 600°C wurden wenig kristalline Präparate erhalten, und oberhalb 650°C entstand ein hartes, fast schwarzes Produkt. Die schönsten Kristalle wurden bei dazwischenliegenden Temperaturen gebildet; sie waren hellgrau, glänzend, nadelförmig und von etwa 10 mm Länge und 1 mm Durchmesser, aber sie waren keine Einkristalle.

Es wurde auch versucht Strontiumcyanamid im Rohrofen bei 700 bis 1000°C aus Strontiumcarbonat und Ammoniak herzustellen:³



Diese Versuche waren erfolglos, da sehr wenig Strontiumcyanamid gebildet wurde.

Der Stickstoffgehalt der Präparate wurde nach Kjeldahl bestimmt, wobei angenommen wurde, dass aller Stickstoff als Cyanamidion vorlag. Die beste Ausbeute war 96 %.

Die Dichte der Verbindung wurde nach dem Verfahren von Schrewelius ⁴ zu $2,74 \pm 0,02$ g/cm³ festgestellt.

RÖNTGENAUFNAHMEN

Die Einkristalle, die röntgenographisch untersucht wurden, wurden bei 600°C hergestellt. Sie waren durchsichtige, fast farblose hexagonale Prismen, etwa 1 mm lang und 0,2 mm in Durchmesser. Die Kristalle wurden in Glaskapillaren eingeschlossen, um die Luftfeuchtigkeit auszuschliessen, und während der Drehung um ihre prismatische Achse wurden mit CuK α - und MoK α -Strahlung Drehkristallaufnahmen und Weissenberg-Aufnahmen gleicher Neigung aller entdeckbarer Schichtlinien vorgenommen. Die Mehrfachfilmtechnik wurde verwendet.

Pulverphotogramme mit getrocknetem Natriumchlorid als Eichsubstanz wurden in einer Guinier-Kamera bei 21°C aufgenommen.

DIE BESTIMMUNG DER STRUKTUR

Die Schichtlinienphotogramme zeigten 6-zählige Drehsymmetrie und ferner Spiegelsymmetrie (Laue-Gruppe $6/mmm$) an. Die Drehachse erwies sich als die hexagonale c -Achse.

Die Reflexe wurden auf Polarkoordinatenpapier übertragen und darauf indiziert. Das Pulverdiffraktionsmuster konnte dann indiziert werden (Tabelle 1), und die folgenden Werte für die Gitterparameter bei 21°C konnten berechnet werden:

$$\begin{aligned} a &= 10,379 \pm 0,009 \text{ \AA} \\ c &= 6,633 \pm 0,007 \text{ \AA} \\ V &= 618,8 \pm 1,7 \text{ \AA}^3 \end{aligned}$$

Tabelle 1. Pulverdiffraktionsdaten von SrCN₂, mit CuK α -Strahlung aufgenommen.

$h k l$	$10^4 \sin^2\theta_{\text{obs}}$	$10^4 \sin^2\theta_{\text{ber}}$	I_{obs}
1 0 0	74	74	ss
2 0 0	295	294	s
2 0 1	429	429	m
2 1 0	514	515	st
1 0 2	617	614	s
2 1 1	650	650	st
3 0 0	663	662	s
1 1 2	764	761	s
3 0 1	797	797	s
2 0 2	832	834	m
2 2 0	882	883	m
3 1 0	956	956	s
3 0 2	1196	1202	s
1 0 3	1286	1289	ss
3 2 0	1401	1398	m
2 2 2	1417	1423	m
4 1 0	1548	1545	m
3 3 0	1991	1986	m

st = stark, m = mittelstark, s = schwach, ss = sehr schwach

Mit der oben gefundenen Dichte und mit einem Molgewicht von 127,64 muss das Strontiumcyanamid $8 \pm 0,1$ Formeleinheiten pro Einheitszelle enthalten. Mit 8 Formeleinheiten in der Zelle lässt sich die Dichte zu $2,740 \pm 0,007$ g/cm³ berechnen.

Die folgenden systematischen Bedingungen begrenzen die Zahl der erhaltenen Reflexe:

$$\begin{aligned} h k l: & \text{keine Bedingung;} \\ h h 2\bar{h} l: & l = 2n; \\ h \bar{h} 0 l: & \text{keine Bedingung.} \end{aligned}$$

Die möglichen Raumgruppen sind dann $P6_3mc$ (Nr. 186), $P\bar{6}2c$ (Nr. 190) und $P6_3/mmc$ (Nr. 194). Um das Vorkommen eines Inversionszentrums in der Struktur festzustellen wurde eine Intensitätsstatistik⁵ vorgenommen, und mit Hilfe dieser (Abb. 1) wurde die Raumgruppe zu $P6_3/mmc$ angenommen. Die folgenden Lageangaben sind auf diese Gruppe bezogen.

Die Intensitäten der Reflexe wurden mittels einer Grauskala gemessen und mit Lorentz- und Polarisationsfaktoren in der üblichen Weise korrigiert.

Mit den Intensitäten der $\text{CuK}\alpha$ -Aufnahmen wurde mittels der elektronischen Rechenanlage Wegematic 1000 eine Patterson-Projektion in Richtung [0001] (Abb. 2) berechnet.⁶ Mit Hilfe dieser wurden eine 6-zählige und eine 2-zählige Lage der schweren Sr-Atome identifiziert: $6h(x, 2x, 1/4)$ mit $x = 0,20$ und $2\bar{d}(1/3, 2/3, 3/4)$. Für diese Lagen wurden, unter Ausnutzung der Atomformfaktoren von Vand u. Mitarbeitern,⁷ Strukturformfaktoren berechnet.⁸ Die Zeichen dieser wurden dann mit den beobachteten Strukturformfaktoren verwendet um eine dreidimensionale Fourier-Synthese⁶ durchzuführen, welche zeigte, dass die angenommenen Sr-Lagen richtig sind. Mit Hilfe der Fourier-Synthese wurden sechs C-Atome in $6g(1/2, 0, 0)$ und zwölf N-Atome in $12k(x, 2x, z)$ mit $x = 0,437$, $z = 0,070$ eingesetzt.

Die Berechnungen wurden mit der Rechenanlage SAAB D21 fortgesetzt, wobei Programme von Abrahamsson u. Mitarbeitern⁹⁻¹⁴ verwendet wurden.

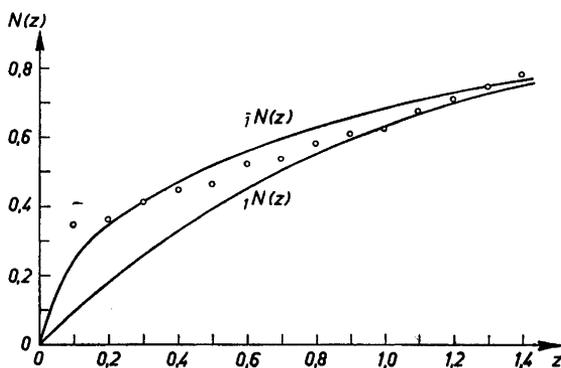


Abb. 1. Der Anteil $N(z)$ der Reflexe, deren normierten Intensitäten schwächer als z sind. Die Linie $1N(z)$ ist für eine zentrosymmetrische und die Linie $iN(z)$ für eine nicht-zentrosymmetrische Struktur gültig.

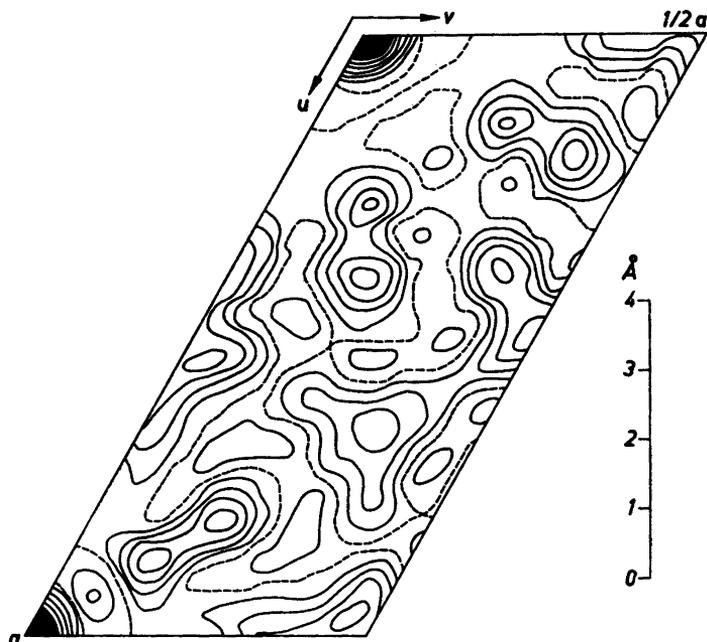


Abb. 2. Patterson-Projektion in Richtung [0001], mit den unabhängigen Reflexen (nicht hexagonal symmetrisiert) berechnet. Die Linien sind mit willkürlichen aber gleichen Intervallen gezeichnet.

Versuchsweise wurden die rückständigen zwei CN_2 -Ionen in $2a$ (0, 0, 0) eingesetzt, und es wurde angenommen, dass diese Ionen um ihre Zentralatome frei rotieren können. Für den Ionenformfaktor wurde der Ausdruck

$$f_{\text{CN}_2^-} = f_{\text{C}} + 2f_{\text{N}^-} \frac{\sin \varphi}{\varphi}$$

mit

$$\varphi = 4\pi r_{\text{C-N}} \frac{\sin \vartheta}{\lambda}$$

verwendet,¹⁵ wobei f_{C} und f_{N^-} die Atomformfaktoren von C bzw. N^- sind und $r_{\text{C-N}} \approx 1,22$ Å der Abstand zwischen Kohlenstoff und Stickstoff ist.

Eine Verfeinerung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate^{11,12} mit Atomformfaktoren der Internationalen Tabellen¹⁶ gab schliesslich den Unzuverlässigkeitsindex R ($= \frac{\sum |F_{\text{obs}}(hkl)| - |F_{\text{ber}}(hkl)|}{\sum |F_{\text{obs}}(hkl)|} = 0,193$).

Da die bei den röntgenographischen Aufnahmen verwendeten Kristalle ziemlich gross waren und da der lineare Absorptionskoeffizient des Strontiumcyanamids für $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung 237 cm^{-1} ist, musste eine Absorptionskorrektur vorgenommen werden, ehe mit der Verfeinerung fortgesetzt wurde. Den hexagonal prismatischen Kristallen wurden zirkuläre Zylinder angenähert, und die Korrekturen von Bond¹⁷ wurden dann verwendet.

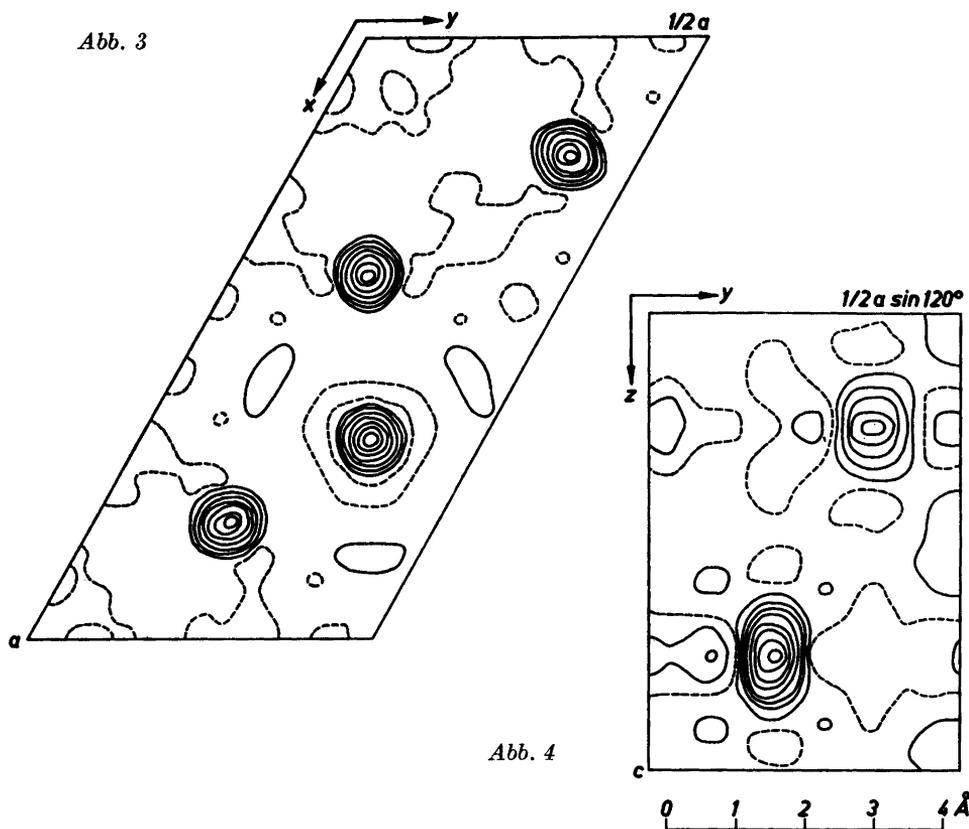


Abb. 3 und 4. Projektionen der Elektronendichte in Richtung $[0001]$ bzw. $[2\bar{1}10]$. Die Linien sind mit Intervallen von $10 \text{ Elektronen}/\text{Å}^2$ gezeichnet, wobei die gebrochenen Linien $0 \text{ Elektronen}/\text{Å}^2$ darstellen.

In der folgenden Verfeinerung wurde die Struktur als triklin behandelt. Von den unabhängigen Reflexen wurden sämtliche Reflexe der halben Reflexionskugel mittels des Programms D21-Transform¹⁸ abgeleitet. Eine dreidimensionale Fourier-Synthese¹⁹ (vgl. Abb. 3 und 4) wurde ausgeführt. Eine dreidimensionale Fourier-Differenzsynthese (vgl. Abb. 5 und 6), wobei die Beiträge der acht Sr abgezogen wurden, zeigte sechs C in $6g$ und zwölf N in $12k$, genau wie angenommen worden war. Eine neue Differenzsynthese, bei der die Beiträge sämtlicher dieser Atome abgezogen wurden, ergab, dass die zwei letzten CN_2 in $2b$ ($0, 0, \frac{1}{4}$) wahrscheinlicher als in $2a$ liegen. Eine Verfeinerung, zuerst mit isotropen Temperaturfaktoren für sämtliche Atome und später mit anisotropen Temperaturfaktoren für N und CN_2 , wurde durchgeführt und ergab die Lagen, die in der Tabelle 2 angeführt sind. Es wurde ein Unzuverlässigkeitsindex $R = 0,137$ erhalten, wenn nicht beobachtete Reflexe nicht berücksichtigt wurden. Die Abstände und Winkel in der Struktur wurden zuletzt berechnet¹⁴ (Tabelle 4).

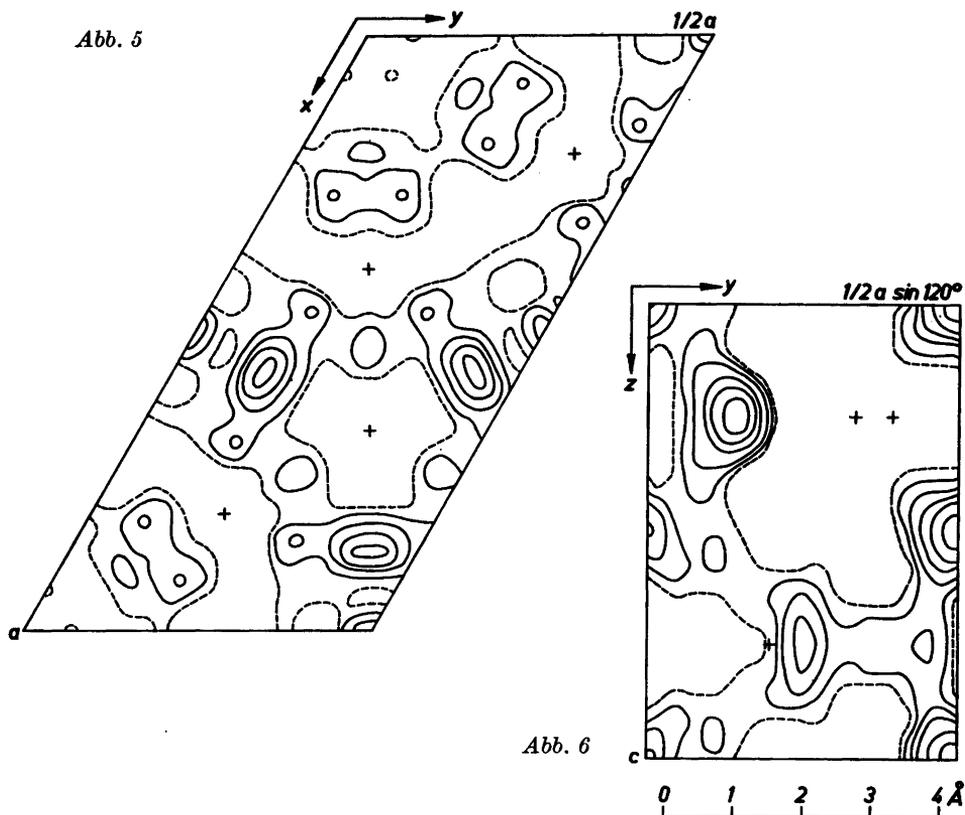


Abb. 5 und 6. Projektionen in Richtung [0001] bzw. $[2\bar{1}10]$ der Differenz zwischen der gesamten Elektronendichte und dem Beitrage der Strontiumatome zur Elektronendichte. Die gebrochene Linie entspricht 5 Elektronen/Å², während ein Intervall von 2 Elektronen/Å² zwei benachbarte Linien unterscheidet. Die Kreuze zeigen die Lagen der Strontiumatome an.

Tabelle 2. Atomlagen und thermische Parameter ¹¹ mit Standardabweichungen.

Atom	Lage	<i>x</i>	<i>z</i>	<i>B</i> (Å ²)
Sr	2 <i>d</i> ($\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$)			1,43 ± 0,01
Sr	6 <i>h</i> (<i>x</i> , 2 <i>x</i> , $\frac{1}{2}$)	0,1965 ± 0,0004		2,68 ± 0,01
C	6 <i>g</i> ($\frac{1}{2}, 0, 0$)			5,50 ± 0,22
N	12 <i>k</i> (<i>x</i> , 2 <i>x</i> , <i>z</i>)	0,569 ± 0,004	-0,050 ± 0,014	
CN ₂	2 <i>b</i> (0, 0, $\frac{1}{2}$)			

Atom	Lage	<i>U</i> ₁₁ (Å ²)	<i>U</i> ₂₂ (Å ²)	<i>U</i> ₃₃ (Å ²)
N	12 <i>k</i>	0,12 ± 0,04	0,06 ± 0,04	0,16 ± 0,08
CN ₂	2 <i>b</i>	0,57 ± 0,06	0,57 ± 0,06	0,63 ± 0,28

Atom	Lage	<i>U</i> ₂₃ (Å ²)	<i>U</i> ₃₁ (Å ²)	<i>U</i> ₁₂ (Å ²)
N	12 <i>k</i>	-0,05 ± 0,05	-0,02 ± 0,05	0,05 ± 0,02
CN ₂	2 <i>b</i>	0,06 ± 0,13	0,06 ± 0,13	0,14 ± 0,03

Tabelle 3. Strukturfaktoren von SrCN₂, mit CuK α -Strahlung bestimmt.

<i>h k l</i>	$ F_{\text{obs}} $	F_{ber}	<i>h k l</i>	$ F_{\text{obs}} $	F_{ber}
1 0 0	56,0	-54,4	7 5 1	52,2	-52,0
2 0 0	102,0	-56,8	1 0 2	15,6	12,9
3 0 0	74,9	-40,2	2 0 2	135,8	133,5
4 0 0	53,6	-50,1	3 0 2	13,2	-8,1
5 0 0	92,3	105,3	4 0 2	57,7	47,2
6 0 0	52,1	52,8	5 0 2	91,4	-92,9
7 0 0	54,4	-51,5	6 0 2	37,2	-42,7
8 0 0	47,6	-41,3	7 0 2	54,3	59,0
10 0 0	38,7	33,2	8 0 2	31,7	43,8
2 1 0	46,8	54,4	10 0 2	21,6	-29,4
3 1 0	31,0	-27,9	1 1 2	23,3	-24,2
4 1 0	34,5	29,3	2 1 2	70,9	-63,8
6 1 0	51,4	-54,0	3 1 2	75,1	59,2
7 1 0	58,5	67,5	4 1 2	51,5	-37,0
8 1 0	19,6	-21,0	5 1 2	22,3	19,6
10 1 0	22,0	24,9	6 1 2	30,3	37,8
2 2 0	132,5	168,1	7 1 2	59,0	-70,5
3 2 0	59,3	-99,1	9 1 2	20,2	18,3
4 2 0	57,3	-46,5	2 2 2	120,9	-131,4
6 2 0	35,9	24,2	3 2 2	63,9	68,5
7 2 0	40,8	36,3	4 2 2	55,4	50,5
9 2 0	27,1	-23,9	6 2 2	17,0	-9,4
3 3 0	95,1	110,8	7 2 2	29,7	-30,3
4 3 0	37,4	35,9	3 3 2	71,1	-79,7
5 3 0	50,0	-56,7	4 3 2	52,2	-44,7
7 3 0	44,7	-41,5	5 3 2	49,9	47,1
9 3 0	39,9	46,4	6 3 2	22,1	-20,2
4 4 0	38,1	40,7	7 3 2	28,4	33,7
5 4 0	44,1	-33,9	5 4 2	39,5	27,1
5 5 0	80,1	86,3	6 4 2	19,8	20,9
7 5 0	44,7	-30,8	5 5 2	66,9	-84,3
1 0 1	42,0	-39,4	2 0 3	94,3	149,7
2 0 1	116,8	-193,1	3 0 3	79,8	-94,4
3 0 1	102,0	100,2	4 0 3	86,4	-85,3
4 0 1	106,6	127,6	5 0 3	38,4	33,6
5 0 1	50,2	-39,8	6 0 3	28,3	31,9
6 0 1	30,5	-34,0	7 0 3	29,9	30,4
7 0 1	41,3	39,6	2 1 3	33,7	-31,6
9 0 1	24,6	33,7	3 1 3	33,6	30,5
11 0 1	20,1	-25,8	4 1 3	50,4	42,7
2 1 1	76,7	34,1	5 1 3	69,5	-66,0
3 1 1	50,3	-37,9	9 1 3	47,7	39,5
4 1 1	73,4	-65,4	3 2 3	45,0	40,6
5 1 1	75,2	79,2	4 2 3	49,8	48,8
6 1 1	25,4	-27,2	5 2 3	63,1	-61,2
8 1 1	36,4	32,6	4 3 3	39,8	-37,7
9 1 1	41,9	-44,7	5 3 3	70,7	71,1
3 2 1	50,7	-51,3	7 3 3	53,5	-54,6
4 2 1	55,6	-52,0	7 5 3	46,2	45,4
5 2 1	82,0	78,0	1 0 4	25,9	-30,9
8 2 1	38,2	-35,9	2 0 4	57,7	-60,9
4 3 1	39,5	35,4	3 0 4	13,6	-7,4
5 3 1	75,6	-81,4	4 0 4	28,7	-27,7
7 3 1	74,4	66,4	5 0 4	64,1	61,5

<i>h k l</i>	$ F_{\text{obs}} $	F_{ber}	<i>h k l</i>	$ F_{\text{obs}} $	F_{ber}
6 0 4	40,6	39,0	7 1 4	47,9	51,8
7 0 4	32,5	-42,4	2 2 4	97,2	107,3
8 0 4	24,1	-29,5	3 2 4	75,9	-59,1
1 1 4	17,3	13,5	4 2 4	40,0	-32,3
2 1 4	34,1	31,5	3 3 4	72,2	67,1
3 1 4	47,1	-36,1	5 3 4	29,9	-38,0
4 1 4	25,3	25,6	5 5 4	54,6	64,0
6 1 4	31,0	-34,2			

Tabelle 4. Abstände (Å) und Winkel (°) in SrCN₂ mit Standardabweichungen.

Sr(1) - Sr(2)	4,130 ± 0,008 Å		
Sr(1) - N(1)	2,65 ± 0,08		
Sr(2) - N(1)	2,56 ± 0,08		
Sr(2) - CN ₂ (1)	3,532 ± 0,008		
Sr(2) - CN ₂ (2)	4,845 ± 0,008		
C(1) - N(1)	1,28 ± 0,07		
N(1) - N(3)	3,03 ± 0,10		
<hr/>			
N(1) - Sr(1) - N(2)	98 ± 3°		
N(1) - Sr(1) - N(3)	70 ± 3		
N(2) - Sr(1) - N(3)	141 ± 3		
N(1) - Sr(2) - CN ₂ (1)	128 ± 2		
N(1) - Sr(2) - N(2)	62 ± 3		
N(1) - Sr(2) - N(3)	58 ± 3		
N(2) - Sr(2) - N(3)	72 ± 3		
C(1) - N(1) - Sr(1)	122 ± 3		
C(1) - N(1) - Sr(2)	109 ± 3		
Sr(1) - N(1) - Sr(2)	105 ± 3		
Sr(2) - N(1) - Sr(3)	112 ± 3		
<hr/>			
Atom	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
Sr(1)	$\frac{1}{2}$	$\frac{2}{3}$	$\frac{3}{4}$
Sr(2)	0,1965	0,3929	$\frac{1}{4}$
Sr(3)	0,1965	0,8035	$\frac{1}{4}$
C(1)	0	$\frac{1}{2}$	0
N(1)	0,139	0,569	-0,050
N(2)	0,139	0,569	0,550
N(3)	0,431	0,569	-0,050
CN ₂ (1)	0	0	$\frac{1}{4}$
CN ₂ (2)	0	0	$\frac{3}{4}$

DISKUSSION DER STRUKTUR

Die Struktur besteht aus Strontiumionen und linearen Cyanamidionen (Abb. 7). Die sechs Cyanamidionen in *6g* sind von je sechs Strontiumionen umgeben, etwa wie in Calciumcyanamid,¹⁹ während die zwei Cyanamidionen in *2b*, die wegen der Symmetrie rotierend oder stochastisch verteilt angenom-

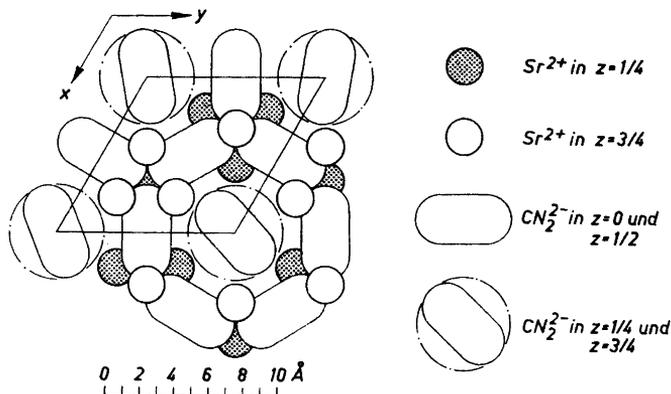


Abb. 7. Die Kristallstruktur des Strontiumcyanamids. Es wird angenommen, dass die Cyanamidionen in $(0, 0, \frac{1}{4})$ und $(0, 0, \frac{3}{4})$ entweder rotieren oder stochastisch verteilt liegen.

men werden müssen, von je drei Strontiumionen in derselben Ebene umgeben sind. Die sechs Strontiumionen in $6h$ sind von vier Stickstoffatomen vier verschiedener Cyanamidionen in $6g$ und von einem Cyanamidion in $2b$ umgeben, während die zwei Strontiumionen in $2d$ von sechs Stickstoffatomen sechs verschiedener Cyanamidionen, wie im Calciumcyanamid, umgeben sind. Wenn zwei Cyanamidionen in $2a$ statt in $2b$ lägen und wenn die Achsen sämtlicher Cyanamidionen parallel wären, ginge diese Struktur in die des Calciumcyanamids über.

Der Abstand C-N in den Cyanamidionen ist zu $1,28 \pm 0,07$ Å bestimmt worden, während für denselben Abstand in Calciumcyanamid Yamamoto u. Mitarbeiter²⁰ $1,25$ Å und Vannerberg²¹ $1,224 \pm 0,016$ Å gefunden haben. Wenn man den Paulingschen²² Ionenradius $1,13$ Å von Sr^{2+} verwendet, lässt sich der Radius von Stickstoff im Cyanamidion zu $1,47$ Å berechnen. Den gleichen Wert findet man bei Calciumcyanamid, wenn man die Abstände von Vannerberg²¹ und den Ionenradius²² $0,99$ Å von Ca^{2+} verwendet.

Die Stabilitätsbedingung der gefundenen Struktur ist schwierig zu berechnen. Der Abstand N-N benachbarter Cyanamidionen ist aber $3,03$ Å, d. h. die Ionen sind fast in Kontakt miteinander. Es ist höchst unwahrscheinlich, dass diese Struktur mit zweiwertigen Kationen von kleinerem Radius als etwa $1,10$ Å stabil wäre.

Für die Mithilfe bei gewissen Analysen sind wir Frau M. Biéth zu Dank verpflichtet, ferner Herrn Dr. phil. H. Titze, der das Manuskript durchgesehen hat.

LITERATUR

1. Strid, K.-G. und Vannerberg, N.-G. *Naturwiss.* **52** (1965) 258.
2. Franck, H. H. und Heiman, H. *Z. angew. Chem.* **44** (1931) 377.
3. Nagai, S. und Yamaguti, G. *J. Soc. Chem. Ind. Japan* **43** (1940) *Suppl.* 219; nach *Chem. Abstr.* **35** (1941) 15847.
4. Schrewelius, N. *Studier över antimonat, hydroxoantimonat och fluoantimonat* (Diss.), Stockholm 1943, S. 132.

5. Howells, E. R., Phillips, D. C. und Rogers, D. *Acta Cryst.* **3** (1950) 210.
6. Tuvlind, S.-O. *Institut für Automatische Datenverarbeitung, CTH, Göteborg, Schweden, Programm Nr. 05—28 (Tvådimensionell fouriertransformation)*.
7. Vand, V., Eiland, P. F. und Pepinsky, R. *Acta Cryst.* **10** (1957) 310.
8. Appel, K. *Quantenchemische Gruppe der Univ. Uppsala, Schweden, Programm Nr. KGK-1 (Calculation of crystallographic structure factors)*.
9. Abrahamsson, S., Aleby, S., Larsson, K., Selin, K. und Westerdahl, A. *Acta Chem. Scand.* **19** (1965) 758.
10. Abrahamsson, S. und Larsson, K. *Arkiv Kemi* **24** (1965) 383.
11. Abrahamsson, S. *Arkiv Kemi* **24** (1965) 389.
12. Aleby, S. *Arkiv Kemi* **24** (1965) 395.
13. Larsson, K. *Arkiv Kemi* **23** (1964) 17.
14. Abrahamsson, S., Nilsson, B. und Selin, K. *Arkiv Kemi* **24** (1965) 407.
15. James, R. W. *The Optical Principles of the Diffraction of X-Rays* (L. Bragg, Ed., *The Crystalline State*, Vol. 2), G. Bell and Sons, London 1948, S. 230.
16. *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. 3, The Kynoch Press, Birmingham 1962, S. 201.
17. Bond, W. L. *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. 2, The Kynoch Press, Birmingham 1959, S. 295.
18. Wengelin, F. *Persönliche Mitteilung* (1965).
19. Dehlinger, U. *Z. Krist.* **65** (1927) 286.
20. Yamamoto, Y., Kinoshita, K., Tamaru, K. und Yamanaka, T. *Bull. Chem. Soc. Japan* **31** (1958) 501.
21. Vannerberg, N.-G. *Acta Chem. Scand.* **16** (1962) 2263.
22. Pauling, L. *The Nature of the Chemical Bond*, 2nd Ed., Cornell Univ. Press, Ithaca 1940, S. 346.

Eingegangen am 21. Dezember 1965.