

$\text{Si}_5\text{H}_{10}$  ist eine farblose Flüssigkeit mit einem extrapolierten Siedepunkt von  $\approx 130^\circ\text{C}$ . Die Elementaranalyse ergibt nur Silicium und Wasserstoff im korrekten Verhältnis. Das  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum (in  $\text{C}_6\text{D}_6$ , Standard TMS) weist ein einziges scharfes Singulett bei 6.57 ppm auf mit einer Kopplungskonstante  $J(^{29}\text{SiH}) = 195 \text{ Hz}$ . Die Schwingungsspektren sind linienarm: IR:  $\nu\text{SiH}$  2130,  $\delta\text{SiH}_2$  865, 890  $\text{cm}^{-1}$ ; Raman:  $\nu\text{SiH}$  2135,  $\delta\text{SiH}_2$  891, 924, Ringpulsation ( $\nu_{\text{as}}\text{SiSi}$ ) 382,  $\nu_{\text{as}}\text{SiSi}$  463,  $\delta\text{Ring}$  175  $\text{cm}^{-1}$ . Eine theoretische Abschätzung der Pulsationsfrequenz ergab unter der Annahme eines ebenen Rings bei Verwendung der Kernabstände und Kraftkonstanten des Disilans einen Wert von 372  $\text{cm}^{-1}$ <sup>[5]</sup>.

Das Massenspektrum von (2) zeigt Liniengruppen im Bereich von  $m/e$  150 (Molekül-Ion), 118 ( $\text{Si}_4$ -Einheiten mit variierenden Anteilen Wasserstoff), 88 ( $\text{Si}_3$ -Einheiten mit variierenden Anteilen Wasserstoff) und 60 ( $\text{Si}_2$ -Einheiten mit variierenden Anteilen Wasserstoff). Die einzelnen Gruppen sind erwartungsgemäß durch Isotopieeffekte und sukzessiven H-Verlust aufgespalten.

Aufgrund der vorliegenden Befunde kann die Existenz des cyclischen Silans  $\text{Si}_5\text{H}_{10}$  als gesichert angenommen werden.

Eingegangen am 8. Dezember 1972 [Z 774 b]

[1] Ältere Zusammenfassung in H. Gilman u. G. L. Schwebke, *Advan. Organometal. Chem.* 1, 89 (1964); s. auch R. West u. A. Indriksons, *J. Amer. Chem. Soc.* 94, 6110 (1972); E. Hengge u. F. Lunzer, *Syn. Inorg. Metallorg. Chem.* 2, 93 (1972).

[2] R. Schwarz u. A. Köster, *Z. Naturforsch.* 7b, 57 (1952); E. Bonitz, *Angew. Chem.* 78, 475 (1966); *Angew. Chem. internat. Edit.* 5, 462 (1966).

[3] E. Hengge u. H. Marketz, *Monatsh. Chem.* 100, 890 (1969).

[4] E. Hengge u. H. Marketz, *Monatsh. Chem.* 101, 528 (1970).

[5] Die Berechnung der Pulsationsfrequenz und die schwingungsspektroskopischen Untersuchungen wurden von Herrn Doz. Dr. F. Höfler durchgeführt. Wir danken ihm dafür.

## Ein Makroisopolyanion des Molybdäns: $\text{Mo}_{36}\text{O}_{112}^{8-}$

Von Karl-Heinz Tytko, Bernd Schönfeld, Bruno Buss und Oskar Glemser<sup>[\*]</sup>

In Fortsetzung des Studiums der beim Ansäuern von Molybdat- und Wolframatlösungen<sup>[1]</sup> ablaufenden Reaktionen haben wir eine Serie wäßriger Molybdatlösungen ( $c=0.1-1 \text{ M}$ <sup>[2]</sup>) mit steigendem Säuregrad  $Z$ <sup>[3]</sup> untersucht. Wir fanden bei  $Z \approx 1.8$ , wie die im folgenden beschriebenen raman-spektroskopischen Messungen, die Bestimmung der relativen Molekülmasse mit der Ultrazentrifuge, die röntgenographische Untersuchung sowie die mathematische Analyse potentiometrischer Gleichgewichtskurven für das System  $\text{H}^+/\text{MoO}_4^{2-}$  zeigen, gemäß der Bildungsgleichung



eine neue, einheitliche, ungewöhnlich große Spezies, das Makroisopolyanion  $\text{Mo}_{36}\text{O}_{112}^{8-}$ , das sowohl in Lösung als

[\*] Dr. K. H. Tytko, Dipl.-Chem. B. Schönfeld, Dr. B. Buss und Prof. Dr. O. Glemser  
Anorganisch-chemisches Institut der Universität  
34 Göttingen, Hospitalstraße 8-9

auch im festen Zustand existiert. Dies ist unseres Wissens das größte einheitliche diskrete Ion, das bisher in Lösung nachgewiesen oder im festen Zustand in Form eines Salzes isoliert wurde.

**Raman-Spektrum<sup>[4]</sup>:** Aufgrund von Intensitätsdifferenzen-Diagrammen<sup>[5]</sup> (Abb. 1) gibt es im Bereich von  $Z > 1.6$  zwei Reaktionen, deren eine der Bildung und deren andere der Weiterreaktion einer neuen einheitlichen Polymolybdat-Spezies, Bildungsmaximum bei  $Z \approx 1.8$ , zuzuschreiben

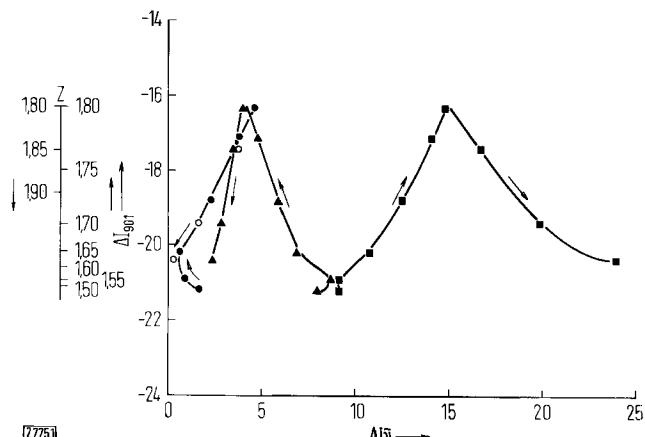


Abb. 1. Intensitätsdifferenzen-Diagramm für das System  $\text{H}^+/\text{MoO}_4^{2-}$  ( $c=0.2 \text{ M}$ ), bezogen auf das  $\text{MoO}_4^{2-}$ -Spektrum, im Bereich  $Z > 1.5$  für drei Wellenzahlenpaare: ■ 955/901, ▲ 971/901, ● 983/901  $\text{cm}^{-1}$ .

ist. Diese beiden Reaktionen sind auch am Auftreten von isosbestischen Punkten zu erkennen. Aus dem scharfen Übergang zwischen den beiden Geradenstücken im Intensitätsdifferenzen-Diagramm, entlang denen die beiden Reaktionen ablaufen, können wir für die Lösung im Schnittpunkt, dem Bildungsmaximum, abschätzen, daß die neue Polymolybdat-Spezies einen Molybdänbruch<sup>[7]</sup> von  $> 0.95$  erreicht und Vor- bzw. Folgeprodukt keine Rolle mehr bzw. noch keine Rolle spielen. Das Raman-Spektrum dieser Lösung (Abb. 2) kann somit als identisch mit dem der neuen Spezies in Lösung angesehen werden. Die Gleichgewichtseinstellung bei der Bildung dieser Spezies ist spätestens nach etwa 30 min abgeschlossen, und es folgt danach auch keine weitere, langsame verlaufende Reaktion.

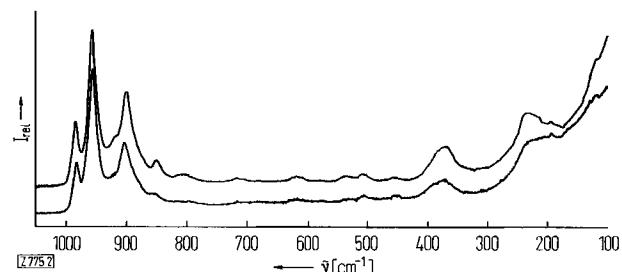


Abb. 2. Raman-Spektrum des  $\text{Mo}_{36}\text{O}_{112}^{8-}$ -Ions; unten: Lösung, oben: Festsubstanz.

Aus den Lösungen mit  $Z \approx 1.8$  kristallisiert bei höheren Konzentrationen (die Grenzkonzentration ist vom Kation abhängig) bereits kurz nach dem Ansäuern Salze, die trotz variierender Säure/Base-Verhältnisse ( $\text{MoO}_3/\text{M}_2\text{O}$ ;  $\text{M} = \text{Na, K, NH}_4, \text{Ba}/2$ ) alle das gleiche Raman-Spektrum zeigen, das zudem mit dem Spektrum der Lösung übereinstimmt (Abb. 2). Damit ist erwiesen, daß in der Lösung

und dem daraus kristallisierenden Feststoff das gleiche Polymolybdat-Ion vorliegt. Im System  $H^+/MoO_4^{2-}$  konnte ein solches Verhalten bisher nur für das Monomolybdat-Ion  $MoO_4^{2-}$  ( $Z^+ = 0^{[18]}$ ) und das 8,7-Heptamolybdat-Ion  $Mo_7O_{24}^{6-}$  ( $Z^+ = 8/7 = 1.14$ ) nachgewiesen werden. Ein derartiger Nachweis ist für die Klärung der Bildungsmechanismen der Polymetallat-Ionen sehr wichtig, da so über die Untersuchungsergebnisse am Feststoff (z. B. Analyse oder Strukturbestimmung) Aussagen über die in Lösung unter definierten Bedingungen (Ansäuerungsgrad, Zeit, Konzentration) nach einem bestimmten Mechanismus thermodynamisch stabilsten Spezies<sup>[19]</sup> möglich sind.

**Analyse:** Die Analyse der Salze ergab die Verhältnisse  $Na/Mo = 0.20 - 0.22$ ;  $K/Mo = 0.22 - 0.24$ ;  $NH_4/Mo = 0.22 - 0.28$ . Schon früher fand Lindqvist<sup>[10]</sup> bei Präparaten, die auf ähnliche Weise wie die unseren dargestellt worden waren (ohne die Natur der Spezies, besonders ihre Einheitlichkeit, zu erkennen), ein Verhältnis  $Na/Mo = 0.23 - 0.29$ . Die leicht verwitternden Salze besitzen einen hohen Kristallwasseranteil, der einschließlich eventuell vorhandener OH-Gruppen (die als  $H_2O$  ermittelt werden) etwa  $2.2 H_2O/Mo$  ausmacht.

Der aus dem genannten Base/Säure-Verhältnis abgeleitete  $Z^+$ -Wert beträgt  $1.72 - 1.80$ , im Mittel  $1.77$ . Wie wir darlegten, gilt dieser Wert auch für die neue Polymolybdat-Spezies in Lösung. Aufgrund der Struktur des Systems  $H^+/MoO_4^{2-}$  im Bereich  $Z > 1.6$  war eine zahlenmäßige Übereinstimmung zwischen dem  $Z$ -Wert der Lösung beim Bildungsmaximum und dem  $Z^+$ -Wert des neuen Polymolybdats zu erwarten.

**Aggregationsgrad:** Zur Ermittlung des Aggregationsgrades der neuen Polymolybdat-Spezies haben wir mit der Ultrazentrifuge<sup>[17]</sup> nach dem Sedimentationsgleichgewichtsverfahren (Schlierenoptik) Molekülmassebestimmungen an  $0.2 \text{ M}$  Lösungen verschiedenen Ansäuerungsgrades in Gegenwart von  $0.4 \text{ M} Na(Cl)$  als Inertelektrolyt durchgeführt. Wir fanden, daß bei  $Z \approx 1.8$  ein Maximum auftritt, und bestimmten für dieses an  $0.1 - 0.2 \text{ M}$  Lösungen eine scheinbare Molekülmasse  $M_{app}^{[11]} \approx 5620$ . Mit den Annahmen, daß die Spezies einen  $Z^+$ -Wert in der Nähe von  $1.8$  und keine OH-Gruppen besitzt, kommt ein 38-Molybdat-Ion  $Mo_{38}O_{112}^{8-}$  ( $Z^+ = 68/38 = 1.79$ ) mit  $M = 5540$  der experimentell gefundenen scheinbaren Molekülmasse am nächsten. Wegen der Unsicherheit in den Annahmen und des Unterschiedes zwischen  $M_{app}$  und  $M$  muß jedoch mit einem Fehler von etwa  $5\%$  gerechnet werden. Kontrollmessungen an dem Heptamolybdat-Ion  $Mo_7O_{24}^{6-}$  ergaben bei gleichem Auswerteverfahren, daß  $M_{app}$  etwa  $10\%$  zu hoch gefunden wird. Daher erscheinen Aggregationsgrade von  $34 - 40$  möglich.

**Röntgenographische Untersuchung:** Das Natriumsalz kristallisiert in monoklinen Prismen der Raumgruppen  $Cc - C_4^4$  oder  $C2/c - C_{2h}^6$  mit folgenden Gitterkonstanten:  $a = 40.2$ ,  $b = 19.4$ ,  $c = 33.4 \text{ \AA}$ ;  $\beta = 139.2^\circ$ ;  $V = 16460 (\pm 170) \text{ \AA}^3$ . Die Raumgruppen schließen – in Übereinstimmung mit theoretischen Strukturbetrachtungen – ein 34-, 35-, 37-, 38- sowie 39-Molybdat aus. Für ein 36-Molybdat würde die Formel  $Na_8Mo_{36}O_{112} \cdot 80 H_2O$  ( $Z^+ = 64/36 = 1.78$ ), für ein 40-Molybdat  $Na_8Mo_{40}O_{124} \cdot 88 H_2O$  ( $Z^+ = 72/40 = 1.80$ ) lauten. Die Dichte wurde pyknometrisch (Benzol oder Acetonitril) zu  $d_{exp} = 2.72 \text{ g/cm}^3$  bestimmt. Die Zahl der Formeleinheiten in der Elementarzelle beträgt somit  $z = 4$ . Für ein 36-Molybdat berechnet sich die röntgenographische Dichte zu  $d_{cal} = 2.77 \text{ g/cm}^3$ , für ein 40-Molybdat zu  $d_{cal} = 3.06 \text{ g/cm}^3$ . Nimmt man weiter an, daß die O-Atome eine dichteste Kugelpackung bilden<sup>[12]</sup> – und das wurde für alle

strukturell bekannten Polymolybdate gefunden –, so ergibt sich für ein 36-Molybdat eine Packungsdichte von  $20.6 \text{ \AA}^3/O\text{-Atom}$  – dieser Wert stimmt sehr gut mit den Packungsdichten der strukturell bekannten Isopolymolybdate überein –, für ein 40-Molybdat von  $18.7 \text{ \AA}^3/O\text{-Atom}$ . Aufgrund beider Argumente ist das 40-Molybdat auszuschließen. Die neue Polymolybdat-Spezies ist also ein 36-Molybdat<sup>[14]</sup>.

**Strukturbetrachtungen und Strukturvorschlag:** Aufgrund unserer theoretischen Untersuchungen zu den Bildungsmechanismen und Strukturen von Polywolframat- und -molybdat-Ionen<sup>[9]</sup> können wir einen sukzessiven Aufbau – Oktaeder nach Oktaeder – eines derart großen Aggregats, wie es ein 36-Molybdat-Ion ist, ausschließen. Auch 18-Molybdat-Ionen, die zu einem 36-Molybdat-Ion dimerisieren könnten, sind für einen solchen Aufbau noch zu groß. Erst für 12-Molybdat-Ionen, die unter Trimerisation ein 36-Molybdat-Ion bilden könnten, erscheint ein sukzessiver Aufbau möglich, jedoch kommt hier prinzipiell aus strukturellen Gegebenheiten keine Trimerisation in Frage (es sei denn zu Strukturen geringerer Symmetrie, die einen Ausschnitt aus einer durch Tetramerisierung erhältlichen, höhersymmetrischen Struktur darstellen). Die nächste Möglichkeit besteht in der Tetramerisierung von vier 9-Molybdat-Ionen (es ist auch der Fall der Dimerisierung zweier 9-Molybdat-Ionen zu einem 18-Molybdat und dessen weiterer Dimerisierung zum 36-Ion denkbar), wobei ein Ion gebildet wird, das im Idealfall  $T_d$ -Symmetrie besitzt. Abbildung 3 zeigt eine nach diesem Prinzip aufgebaute

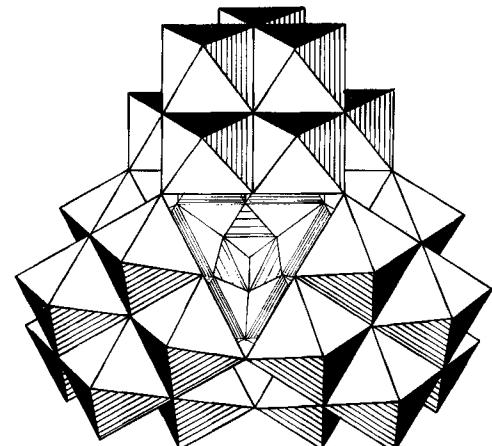


Abb. 3. Strukturvorschlag für das  $Mo_{36}O_{112}^{8-}$ -Ion.

**Struktur mit  $Mo_{36}O_{112}$ -Gerüst.** Diese Struktur könnte aufgrund der vorhandenen terminalen O-Atome und des pH-Existenzbereichs der Spezies maximal schätzungsweise zwölf negative Ladungen übernehmen und braucht aus strukturellen Gründen keine OH-Gruppen zu besitzen. Sie erfordert einen Mindest- $Z^+$ -Wert (keine OH-Gruppen) von  $64/36 = 1.78$ , wodurch sich eine Höchstladungszahl von  $8^-$  ergibt, wonach (Ladungszahl  $\lesssim 12^-$ ) sie wiederum keine OH-Gruppen besitzen darf. Die Formel des in Abbildung 3 dargestellten Ions lautet somit  $Mo_{36}O_{112}^{8-}$  ( $Z^+ = 64/36 = 1.78$ ).

Die vier 36-Molybdat-Ionen pro Elementarzelle können aufgrund ihrer Symmetrie (kein Symmetriezentrum) nur auf zweizählige Achsen gelegt werden (die 4-Tetraederachsen fallen mit den zweizähligen Drehachsen zusammen). Jedes Anion hat so bei den oben genannten Gitterkonstan-

ten in einem Abstand von ca. 16.5 Å sechs nächste Nachbarn. Die am Modell der hier vorgeschlagenen Struktur ermittelte Ausdehnung des Anions in Richtung auf die sechs Nachbarionen ist gering genug, um keine Überschneidung mit diesen aufkommen zu lassen. Das Makroisopolyanion nimmt in seinem Innern vier Moleküle Kristallwasser auf, während die restlichen 76 Kristallwassermoleküle den Raum zwischen den Anionen ausfüllen.

*Mathematische Analyse von potentiometrischen Gleichgewichtskurven für das System  $H^+/MoO_4^{2-}$ : Sasaki und Sillén<sup>[15]</sup> leiteten aus einer mathematischen Analyse von  $Z$ ,  $\log h^{16}$ -Gleichgewichtskurven für das System  $H^+/MoO_4^{2-}$  für höhere  $Z$ -Werte die Existenz eines größeren Anions ab, dessen wahrscheinlichste Formel  $Mo_{19}O_{59}^{4-}$  ( $Z^+ = 34/19 = 1.79$ ) sein soll. Eine von uns durchgeführte Rechnung mit den Meßdaten dieser Autoren zeigte, daß für einen Satz von Spezies, bei dem das 34,19-Ion gegen ein 64,36-Ion ausgetauscht ist, sich eine nur wenig schlech-*

Tabelle 1. Brutto-Bildungskonstanten  $\beta$  und Standardabweichung  $\sigma_Z$  für zwei Sätze von Molybdat-Spezies nach Meßdaten von Sasaki und Sillén.

I: Satz nach Sasaki und Sillén; II: gleicher Satz, Spezies 34,19 jedoch gegen eine Spezies 64,36 ausgetauscht.

Spezies	log $\beta$	
	I	II
1,1	3.89	3.89
2,1	7.50	7.50
8,7	57.74	57.74
9,7	62.14	62.14
10,7	65.68	65.68
11,7	68.21	68.21
34,19	196.30	—
64,36	—	373,69
5,2	19	19
$\sigma_Z$ [a]	0.0078	0.0089

[a] Um eine Nivellierung der  $\sigma_Z$ -Werte zu vermeiden, wurden für deren Berechnung nur die Meßreihen benutzt, in denen sich eine Spezies 34,19 bzw. 64,36 auch bemerkbar macht, d. h. die Meßreihen, für die Werte mit  $Z > 1.5$  vorlagen.

tere Standardabweichung in  $Z$  ergibt (Tabelle 1). Dabei ist noch der Trend zu berücksichtigen, daß mit zunehmender Konzentration die Rechnungen für das 64,36-Ion immer günstiger ausfallen. Die Messungen von Sasaki und Sillén stehen somit unseren Untersuchungsergebnissen nicht entgegen.

Eingegangen am 18. Dezember 1972 [Z 775]

[1] O. Glemser, W. Holznagel, W. Höltje u. E. Schwarzmüller, Z. Naturforsch. 20b, 725 (1965); O. Glemser, W. Holznagel u. S. I. Ali, ibid. 20b, 192 (1965); O. Glemser u. K. H. Tytko, ibid. 24b, 648 (1969); K. H. Tytko u. O. Glemser, ibid. 25b, 429 (1970).

[2] Alle Konzentrationsangaben, auch die für die Polymolybdat-Ionen, beziehen sich auf Mo. Eine in diesem Sinne 1 M Lösung z. B. einer Spezies  $Mo_4O_{34}^{4-}$  enthält  $1/4$  mol  $Mo_4O_{34}^{4-}/l$ .

[3] Unter dem Säuregrad  $Z$  einer Lösung versteht man das Molverhältnis von umgesetzten  $H^+$ -Ionen zu eingesetzten  $MoO_4^{2-}$ -Ionen.

[4] Messungen mit dem Raman-Spektrometer PH 1 der Fa. CODERG, Clichy, und dem 200 mW-He-Ne-Laser 181 E der Fa. OIP, Gent.

[5] Wenn bei einer Lösung durch entsprechende Maßnahmen Linearität zwischen der Konzentration einer Spezies und der Intensität ihres Raman-Spektrums gegeben ist, können Intensitätsdifferenzen-Diagramme in gleicher Weise wie Extinktionsdifferenzen-Diagramme bei Absorptionspektronen [6] zur Klärung des Ablaufs chemischer Reaktionen verwendet werden.

[6] K. H. Tytko, Dissertation, Technische Hochschule Aachen 1967; H. Mauser, Z. Naturforsch. 23b, 1021, 1025 (1968).

[7] Unter „Molybdänbruch“ verstehen wir den Bruchteil des Molybdäns, der in der zur Diskussion stehenden Spezies vorliegt.

[8] Unter dem  $Z^+$ -Wert eines Isopolyions verstehen wir das Verhältnis der stöchiometrischen Koeffizienten von  $H^+$  und  $MoO_4^{2-}$  in der Brutto-Bildungsgleichung für das Isopolyion.

[9] K. H. Tytko u. O. Glemser, Chimia 23, 494 (1969); Z. Naturforsch. 26b, 659 (1971); K. H. Tytko, Angew. Chemie 83, 935 (1971); Angew. Chem. internat. Edit. 10, 860 (1971); Vortrag Chemiedozenten-Tagung, Heidelberg 1972, und I. Meeting International Society of Solute-Solvent Interactions, Marseille 1972.

[10] I. Lindqvist, Nova Acta Regiae Soc. Sci. Upsal. Serie IV, 15, No. 1 (1950).

[11] Die scheinbare Molekülmasse  $M_{app}$  muß noch in zweifacher Hinsicht korrigiert werden, um zur wahren Molekülmasse zu gelangen:  $M_{app}$  ist auf  $c=0$  zu extrapolieren (man erhält so  $(M_{app})_0$ ), und dieser Wert ist noch bezüglich der Ladung zu korrigieren.

[12] Dabci sind die  $Na^+$ -Ionen analog zu Ammoniumpolymetallaten [13] an der Packung beteiligt.

[13] R. Allmann, Acta Crystallogr. B 27, 1393 (1971); I. Böschen, B. Buss u. B. Krebs, noch unveröffentlicht.

[14] Die röntgenographische Untersuchung der  $Ba$ -,  $Na$ - und  $NH_4$ -Salze des 36-Molybdat-Ions ergab für das  $Ba$ -Salz eine trikline Einheitszelle. Für das  $Na$ -Salz (die  $NH_4$ -Salze sind isotyp) wurden mehrere monokline Spezies gefunden, deren Beugungsbilder gleich oder sehr ähnlich sind. Analoge Berechnungen und Überlegungen (siehe oben und Strukturvorschlag) führen zu einer fast identischen Verteilung der 36-Molybdat-Ionen in den Elementarzellen. Weitere Untersuchungen sind im Gang.

[15] Y. Sasaki, I. Lindqvist u. L. G. Sillén, J. Inorg. Nucl. Chem. 9, 93 (1959); Y. Sasaki u. L. G. Sillén, Acta Chem. Scand. 18, 1014 (1964); Y. Sasaki u. L. G. Sillén, Ark. Kemi 29, 253 (1968).

[16]  $h = H^+$ -Konzentration im Gleichgewicht.

[17] Herrn Dr. W. Bähr, MPI für Biophysikalische Chemie, Göttingen, danken wir für seine Unterstützung dieses Teils der Untersuchungen.

## Kristall- und Molekülstruktur von $NH_4[S_4N_5O]$ – einem neuen Schwefel-Stickstoff-Käfig<sup>[1]</sup>

Von Ralf Steudel, Peter Luger und Hans Bradaczek<sup>[1]</sup>

$NH_4[S_4N_5O]$  (1) wurde in Form gelber, wasserlöslicher Kristalle durch Umsetzung von  $SOCl_2$  mit flüssigem  $NH_3$  und anschließende Hydrolyse der Reaktionsprodukte erhalten<sup>[2]</sup>. Da die IR- und Massenspektren dieser Verbindung auf eine ungewöhnliche Käfig-Struktur des Anions  $S_4N_5O^-$  hinwiesen, haben wir eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse von (1) durchgeführt.

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe  $C2/m$  mit  $a = 17.848$ ,  $b = 6.232$ ,  $c = 7.095$  Å;  $\beta = 104.83^\circ$ ;  $Z = 4$ ;  $d_{exp.} = 1.96$ ,  $d_{ber.} = 2.01$  g/cm<sup>3</sup>. Mit einem automatischen Siemens-Einkristalldiffraktometer wurden 1207 Reflexe mit  $\theta$  zwischen  $2.4^\circ$  und  $30^\circ$  gemessen. 82 Reflexe, deren Intensität weniger als das Doppelte des statistischen Fehlers betrug, wurden als unbeobachtet eingestuft. Die Struktur wurde nach der Multisolution-Methode gelöst und nach der Methode der kleinsten Quadrate verfeinert. Die Temperaturfaktoren der Atome S, N und O wurden anisotrop, die der H-Atome isotrop verfeinert. Wegen des geringen linearen Absorptionskoeffizienten und aufgrund der einem Würfel sehr nahe kommenden Kristallform haben wir auf eine Absorptionskorrektur verzichtet. Nach Konvergenz der Verfeinerungen betrug der endgültige R-Wert 5.1%.

[\*] Prof. Dr. R. Steudel

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der  
Technischen Universität  
1 Berlin 12, Straße des 17. Juni 135

Prof. Dr. H. Bradaczek und Dr. P. Luger

Institut für Kristallographie der Freien Universität  
1 Berlin 33, Takustraße 6