

Verfeinerung der Kristallstruktur des Silberperchlorats AgClO_4

H. J. Berthold, W. Ludwig und R. Wartchow

Institut für Anorganische Chemie der Universität Hannover,
Callinstraße 9, D-3000 Hannover 1, Federal Republic of Germany

Eingegangen am 28. März 1979

Abstract. The crystal structure of anhydrous AgClO_4 has been investigated by us recently, using powder diffraction data [1]. Space group is $\bar{I}42m$, the cell dimensions are $a = 4.976 \text{ \AA}$ and $c = 6.746 \text{ \AA}$ (25°C), $Z = 2$. After the isolation of single crystals the structure has now been refined by least squares methods to $R = 0.032$, using three dimensional X-ray diffraction data.

The structure represents a new structure type for perchlorates with univalent cations. In contrast to the structure of the perchlorates of Na (anhydrite type) and of K, Rb, Cs, Tl, NH_4^+ (baryte type), in silver perchlorate the atoms Ag and Cl are located in fixed positions (2b and 2a) and the ClO_4 groups all have equal orientation. The groups are slightly stretched along their $\bar{4}$ axis (symmetry D_{2d}) and their orientation is such that the two twofold axes point into the direction of the a and b axis of the crystal. After the refinement the interatomic distances within the ClO_4 group are $\text{Cl}-\text{O} = 1.440 \text{ \AA}$, $\text{O}-\text{O} = 2.327$ and 2.364 \AA . The shortest $\text{O}-\text{O}$ distance between neighbouring ClO_4 groups is 3.115 \AA (mean distance 3.27 \AA). The Ag atoms have a $4 + 4$ coordination with Ag–O distances of 2.504 and 2.779 \AA .

The rigid body motion analysis yields r.m.s. amplitudes for the translational motions of the ClO_4 group of 0.135 \AA ($\parallel c$) and 0.145 \AA ($\parallel a$ or b) and for the librational motion of 9.5° (about c) and 5.5° (about a or b). The libration causes the apparent Cl–O bond length to be shortened by 0.02 \AA .

Zusammenfassung. Die Kristallstruktur des wasserfreien AgClO_4 ist kürzlich von uns unter Verwendung von Pulveraufnahmen aufgeklärt worden [1]. Die Verbindung kristallisiert in der Raumgruppe $\bar{I}42m$ und besitzt die Gitterkonstanten $a = 4,976 \text{ \AA}$ und $c = 6,746 \text{ \AA}$, $Z = 2$. Die Isolierung von Einkristallen ermöglichte nun eine Verfeinerung der Struktur unter Verwendung dreidimensionaler Röntgendiffraktometerdaten nach der Methode der kleinsten Quadrate bis $R = 0,032$.

Die Struktur stellt einen neuen Strukturtyp für Perchlorate mit einwertigen Kationen dar. Im Gegensatz zur Struktur der Perchlorate von Na (Anhydrit-Typ) und von K, Rb, Cs, Tl, NH_4^+ (Baryt-Typ) befinden sich die Atome Ag und Cl im AgClO_4 in parameterfreien Punktlagen ($2b$ und $2a$), und die ClO_4 -Gruppen besitzen alle die gleiche Orientierung.

Die ClO_4 -Gruppen sind in Richtung der $\parallel c$ liegenden $\bar{4}$ -Achse geringfügig gestreckt und ihre Orientierung ist so, daß die beiden zweizähligen Achsen in Richtung der Achsen a und b weisen.

Die Verfeinerung lieferte folgende Abstände: $\text{Cl}-\text{O} = 1,440 \text{ \AA}$, $\text{O}-\text{O}$ (im ClO_4^- -Anion) $2,327$ und $2,364 \text{ \AA}$, kürzester $\text{O}-\text{O}$ -Abstand zwischen benachbarten ClO_4^- -Anionen $3,115 \text{ \AA}$ (mittlerer Abstand $3,27 \text{ \AA}$). Die Ag-Atome haben eine $4 + 4$ -Koordination mit $\text{Ag}-\text{O}$ -Abständen von $2,504$ und $2,779 \text{ \AA}$.

Die rigid-body-motion-Analyse liefert für die ClO_4 -Gruppen einen Translationstensor, der Schwingungsamplituden ($\sqrt{u^2}$) von $0,135 \text{ \AA}$ ($\parallel c$) und $0,145 \text{ \AA}$ ($\parallel a$ oder b) entspricht. Dem Librationstensor entsprechen Librationen der ClO_4 -Gruppen um die den kristallographischen Achsen $a = b$, c parallelen Hauptachsen von $5,5^\circ$ und $9,5^\circ$. Die Bindungslängenkorrektur für den $\text{Cl}-\text{O}$ -Abstand beträgt $0,02 \text{ \AA}$.

Einleitung

Die Kristallstruktur des wasserfreien AgClO_4 wurde kürzlich in unserem Laboratorium durch Auswertung von Pulveraufnahmen aufgeklärt [1]. Die Untersuchung hat gezeigt, daß AgClO_4 in einem bei ABO_4 -Verbindungen bisher noch nicht beobachteten neuen Strukturtyp mit tetragonal innenzentrierter Elementarzelle (Raumgruppe $I\bar{4}2m$, $Z = 2$) kristallisiert. Frühere Angaben [2–5], nach denen AgClO_4 wie NaClO_4 im orthorhombischen CaSO_4 -Typ kristallisieren soll, treffen nicht zu.

Es ist uns inzwischen gelungen, Einkristalle des wasserfreien AgClO_4 herzustellen, so daß die Kristallstruktur verfeinert werden konnte. Die aus Pulverdaten abgeleitete Struktur wird durch die Verfeinerung in allen wesentlichen Punkten bestätigt.

Im Zusammenhang mit unseren Untersuchungen über die thermischen Phasentransformationen des AgClO_4 – die Verbindung geht über zwei Zwischenformen [1] bei $155,1^\circ\text{C}$ in eine kubische Hochtemperaturphase (NaCl-Typ) mit einer Orientierungsfehlordnung der ClO_4^- -Anionen über [1–7] –, interessierten wir uns bei der Strukturverfeinerung besonders für die anisotropen Temperaturbewegungen der Atome und für die aus diesen Daten durch eine rigid-body-motion-Analyse erhältlichen Translationsschwingungen und Librationen der ClO_4^- -Anionen bei Raumtemperatur. Die Verfeinerung der Ortsparameter der Sauerstoffatome gestattet nunmehr auch eine genaue Aussage über den $\text{Cl}-\text{O}$ -Abstand im AgClO_4 , der in unserer früheren Mitteilung nur mit Vorbehalt angegeben werden konnte.

Experimentelles

Einkristalle von wasserfreiem AgClO_4 wurden aus heiß gesättigten wäßrigen AgClO_4 -Lösungen durch langsame Abkühlung auf etwa 90°C erhalten. Die überwiegende Mehrzahl der farblosen, sehr hygroskopischen Kristalle zeigte Zwillingsbildung mit (112) als Verwachsungsebene.

Zur röntgenographischen Untersuchung wurden Kristalle ausgelesen, deren optische Eigenschaften darauf schließen ließen, daß sie nicht verzwillingt waren. Sie wurden unter Argon in Glaskapillaren eingeschmolzen und mittels Filmaufnahmen zunächst auf einwandfreie Beschaffenheit hin untersucht. Für die Strukturverfeinerung wurde schließlich ein nadelförmiger Kristall von rechteckigem Querschnitt ausgewählt. Die Kantenlängen des Kristalls betragen $1,12\text{ mm} \parallel [1\bar{1}0]$, $0,3\text{ mm} \parallel [110]$ und $0,175\text{ mm} \parallel [001]$. Die gegenüber unserer früheren Mitteilung [1] unveränderten kristallographischen Daten des wasserfreien AgClO_4 bei 25°C sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1. Kristallographische Daten des AgClO_4 (25°C)

Kristallsystem:	Tetragonal
Raumgruppe:	$\bar{1}42m - D_{2d}^{11}$
Zahl der Formeleinheiten pro Elementarzelle:	2
Gitterkonstanten:	$a = 4,976\text{ \AA}$, $c = 6,746\text{ \AA}$
Berechnete Dichte:	$4,12\text{ g/cm}^3$
Linearer Absorptionskoeffizient:	$\mu = 64,09\text{ cm}^{-1}$ ($\text{MoK}\alpha$)
$F(000)$:	192

Dreidimensionale Intensitätsdaten wurden durch Vermessung des Kristalls $\parallel [1\bar{1}0]$ auf einem automatischen Zweikreisdiffraktometer (Stadi 2 der Fa. Stoe, Darmstadt) unter Verwendung eines Graphitmonochromators und $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung erhalten. Insgesamt wurden 832 Reflexe in 9 Schichten im ω -scan-Verfahren gemessen. Der maximale Zählrohrwinkel (2θ) betrug $66,3^\circ$.

Die Diffraktometermeßdaten wurden in der üblichen Weise gegen Untergrund korrigiert. Wegen der Verwendung eines Monochromators wurde eine Vorpolarisationskorrektur angebracht. Daneben wurden die auf Grund der Impulsstatistik bedingten Fehler der Intensitätsdaten berechnet. Die weitere Reduktion des Datensatzes einschließlich einer Absorptionskorrektur sowie seine Auswertung erfolgten mit dem Programmsystem SHELX von G. M. Sheldrick. Nach Mittelung über die symmetrieäquivalenten Flächen verblieben 222 unabhängige Reflexe ($R = 0,017$).

Gang der Verfeinerung

Die Verfeinerung der Parameter erfolgte nach der Methode der kleinsten Quadrate im Vollmatrixverfahren (Programm L. S. in SHELX). Die Atomformfaktoren für neutrale Atome und die Dispersionskorrekturen wurden den Internationalen Tabellen, Bd. IV, entnommen.

Da die Silber- und Chloratome in der Struktur die speziellen Punktlagen $2b$ und $2a$ der Raumgruppe $I\bar{4}2m$ besetzen, brauchten für diese Atome nur die Temperaturparameter verfeinert zu werden. Als Ausgangswerte für die Verfeinerung wählten wir die aus den Untersuchungen mit Pulverdaten [1] erhaltenen Ortsparameter der Sauerstoffatome $x(\text{O}) = y(\text{O}) = 0,1647$ und $z(\text{O}) = 0,1339$ sowie die Temperaturparameter $U(\text{Ag}) = 0,040$, $U(\text{Cl}) = 0,024$ und $U(\text{O}) = 0,050 \text{ \AA}^2$ für den zunächst verwendeten isotropen Temperaturfaktor $\exp[-8\pi^2 \cdot U_j \cdot (\sin^2 \theta / \lambda^2)]$. Unter Verwendung von Einheitsgewichten wurde nach drei Zyklen ein R -Wert von 10,1% erhalten. Die Parameter lauteten jetzt $x(\text{O}) = y(\text{O}) = 0,1699$; $z(\text{O}) = 0,1282$; $U(\text{Ag}) = 0,0230$, $U(\text{Cl}) = 0,0143$, $U(\text{O}) = 0,0337 \text{ \AA}^2$.

Nach Einführung anisotroper Temperaturfaktoren fiel der R -Wert in den folgenden drei Zyklen mit Einheitsgewichten auf 6,8%. Zur weiteren Verfeinerung wurden noch fünf Zyklen gerechnet, bei denen Gewichte $w \sim 1/(\sigma_F^2 + 0,00001 F^2)$ eingeführt und zusätzlich ein Parameter κ für eine isotrope Extinktionskorrektur [$F_{\text{korr}} = F_{\text{ber}} \cdot (1 - \kappa \cdot F^2 / \sin \theta)$] freigegeben worden waren. Bereits nach zwei Zyklen war bei $R = 0,032$ Konvergenz eingetreten. Der Extinktionsparameter κ ergab sich zu $4,0 \cdot 10^{-6}$.

Die verfeinerten Orts- und Temperaturparameter sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Tabelle 2. Orts- und Temperaturparameter des AgClO_4 (25°C)^a

Atom	$x/a = y/a$	z/c	$U_{11} = U_{22}$	U_{33}	$U_{13} = U_{23}$	U_{12}
Ag	0	0,5	0,0337	0,0228	0	0
Cl	0	0	0,0218	0,0169	0	0
O	0,1653	0,1259	0,0460	0,0304	-0,0056	-0,0216

^a Der anisotrope Temperaturfaktor lautet $\exp[-2\pi^2 (U_{11} a^* h^2 + \dots + 2U_{23} b^* c^* k l + \dots)]$. Die Standardabweichungen betragen: $\sigma [x, y(\text{O})] = 0,0005$, $\sigma [z(\text{O})] = 0,0003$, $\sigma [U_{ii}(\text{Ag}, \text{Cl})] = 0,0002$ bis $0,0004$, $\sigma [U_{ii,ij}(\text{O})] = 0,0008$ bis $0,0016$

Diskussion der Ergebnisse

Abbildung 1 zeigt einen Schnitt durch die innenzentrierte tetragonale Elementarzelle des AgClO_4 ($Z = 2$) parallel $(1\bar{1}0)$. Zur Erhöhung der Anschaulichkeit hinsichtlich der Lage der ClO_4^- -Anionen sind auch die nicht in der Schnittebene liegenden Sauerstoffatome (3,4 sowie 7,8) eingezeichnet wor-

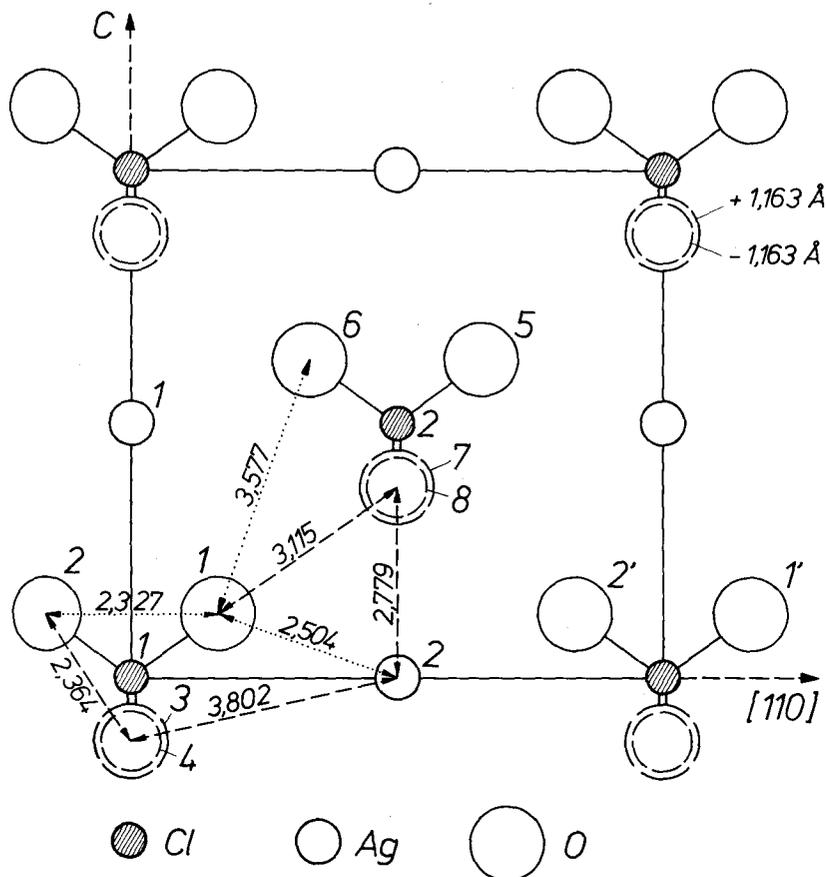


Abb. 1. Schnitt durch die innenzentrierte tetragonale Elementarzelle des AgClO_4 parallel $(1\bar{1}0)$. Die Schnittebene enthält als Achsen die c -Achse ($6,746 \text{ \AA}$) und die Flächendiagonale $[110]$ ($7,037 \text{ \AA}$). Die nicht in der Schnittebene liegenden O-Atome sind gestrichelt gezeichnet

den. Sie liegen um $\pm 1,163 \text{ \AA}$ oberhalb bzw. unterhalb der gezeichneten Ebene. Die Bezeichnung der Atome ist dieselbe wie in der perspektivischen Darstellung der Elementarzelle in unserer früheren Mitteilung [1], auf die hier verwiesen sei. Die Richtungen c und $[110]$ der tetragonalen Elementarzelle (Abb. 1) sind richtungsgleich mit den kristallographischen Achsen der kubischen Hochtemperaturphase des AgClO_4 , der ein Gitter vom NaCl-Typ mit orientierungsfehlgeordneten ClO_4^- -Anionen zugrunde liegt [7]. Die geometrische Verwandtschaft zwischen der Elementarzelle der Raumtemperaturmodifikation und derjenigen der Hochtemperaturphase des AgClO_4 wurde in [1] aufgezeigt.

Abbildung 1 zeigt deutlich, daß die ClO_4^- -Anionen im AgClO_4 alle die gleiche Orientierung besitzen. Dies steht im Gegensatz zu den Strukturen der bisher bekannten Perchlorate einwertiger Metalle mit Anhydrit- oder Baryt-Struktur. Wegen Einzelheiten der Strukturbeschreibung des AgClO_4 vgl. [1].

Vergleicht man die durch die Verfeinerung erhaltenen Ortsparameter des Sauerstoffs mit den Ausgangswerten, so erkennt man, daß der Parameter x nahezu unverändert geblieben ist ($\Delta x = +0,0006$), während z deutlich kleiner geworden ist ($\Delta z = -0,0080$). Eine Zusammenstellung der wichtigsten Abstände und Winkel im AgClO_4 ist in den Tabellen 3 und 4 durchgeführt. Abstände, an denen kein Sauerstoffatom beteiligt ist, sind gegenüber den früheren Angaben unverändert geblieben. Die in den Tabellen in Klammern aufgeführten Abstände und Winkel sind die unter Verwendung von Atomformfaktoren für formal geladene Atome aus Pulverdaten früher abgeleiteten Werte.

Tabelle 3. Atomabstände im AgClO_4 ^a

$\text{Ag}(1) - \text{Ag}(2) = 4,874 \text{ \AA}$	$\text{Cl}(1) - \text{Cl}(2) = 4,874 \text{ \AA}$
$\text{Ag}(1) - \text{Cl}(1) = 3,373$	$\text{Cl}(1) - \text{O}(1) = 1,440 \text{ (1,47)}$
$\text{Ag}(2) - \text{Cl}(1) = 3,519$	$\text{O}(1) - \text{O}(2) = 2,327 \text{ (2,32)}$
$\text{Ag}(2) - \text{O}(1) = 2,504 \text{ (2,53)}$	$\text{O}(1) - \text{O}(3) = 2,364 \text{ (2,44)}$
$\text{Ag}(2) - \text{O}(7) = 2,779 \text{ (2,73)}$	$\text{O}(1) - \text{O}(7) = 3,115 \text{ (3,06)}$
$\text{Ag}(2) - \text{O}(4) = 3,802 \text{ (3,81)}$	$\text{O}(1) - \text{O}(6) = 3,577 \text{ (3,58)}$

^a Wegen der Bezeichnung der Atome vgl. Abb. 1. Die Standardabweichungen betragen 0,003 bis 0,006 Å

Tabelle 4. Winkel im ClO_4 -Tetraeder^a

Atom 1	Atom 2	Atom 3	Winkel am Atom 2
O(1)	Cl(1)	O(2)	107,8° (104,1)
O(1)	Cl(1)	O(3)	110,3 (112,2)
O(1)	O(2)	O(3)	60,6
O(1)	O(3)	O(2)	59,0

^a Die Standardabweichungen betragen 0,1 bis 0,3°

Bemerkenswert ist, daß sich der starke Einfluß der Atomformfaktoren auf den Cl–O-Abstand, den wir bei der Auswertung der Pulverdaten ($\text{CuK}\alpha$ -Strahlung) seinerzeit beobachtet haben, auch bei der Auswertung der Einkristalldaten ($\text{MoK}\alpha$ -Strahlung) zeigt, wenn die anisotrope Verfeinerung mit Einheitsgewichten durchgeführt wird. Wegen des erweiterten Datensatzes ist der Einfluß der Atomformfaktoren auf den Cl–O-Abstand bei der Einkristallstrukturverfeinerung aber deutlich kleiner. Die mit Atomformfaktoren unterschiedlich geladener Atome erhaltenen Cl–O-Abstände lauten (Werte der früheren Untersuchung in Klammern): 1,473 (1,49) Å für neutrale

Atome; 1,470 (1,47) Å für formal geladene Atome [Ag(1+), Cl(3+), O(1-)]; 1,461 (1,43) Å für Ionen [Ag(1+), Cl(7+), O(2-)].

Führt man in die Verfeinerungsrechnung Gewichte $w \sim 1/(\sigma_F^2 + 0,00001 \cdot F^2)$ ein und reduziert damit den Einfluß der im vorderen Glanzwinkelbereich gelegenen starken Reflexe, so ergibt sich im Einklang mit der Erwartung der von den Atomformfaktoren unabhängige Cl–O-Abstand $1,440 \pm 0,003$ Å. Dieser Wert stimmt mit den bei anderen Perchloraten einwertiger Kationen gefundenen Cl–O-Abständen (1,426–1,436 Å) gut überein [8]. Die schon früher beobachtete geringfügige Streckung der ClO₄⁻-Anionen in Richtung der kristallographischen *c*-Achse wird durch die Verfeinerung bestätigt, jedoch ist die Abweichung von der Symmetrie T_d in Richtung auf die durch die Lagesymmetrie geforderte Symmetrie D_{2d} deutlich geringer geworden. Die Kantenabstände innerhalb der ClO₄⁻-Anionen betragen 2,327 Å [O(1)–O(2) = O(3)–O(4)] und 2,364 Å [O(1)–O(3) = O(2)–O(4)]. Auch die Bindungswinkel in den ClO₄⁻-Anionen weichen mit 107,8° [O(1)–Cl(1)–O(2)] und 110,3° [O(1)–Cl(1)–O(3)] nur noch geringfügig vom Tetraederwinkel ab.

Der kürzeste Abstand zwischen Sauerstoffatomen benachbarter ClO₄⁻-Anionen beträgt 3,115 Å [O(1)–O(7)].

Die Ag⁺-Ionen sind von 4 O-Atomen im Abstand von 2,504 Å verzerrt tetraedrisch umgeben und besitzen 4 weitere O-Atome im Abstand von 2,779 Å in ebenfalls verzerrt tetraedrischer Anordnung.

Die Auswertung der in Tabelle 2 aufgeführten anisotropen Temperaturparameter der Atome im Hinblick auf Größe und räumliche Lage der Ellipsoide der thermischen Bewegungen liefert die in Tabelle 5 zusammengestellten Ergebnisse.

Tabelle 5. Parameter der Ellipsoide der thermischen Bewegungen^a

Atom	Hauptachse	<i>B</i>	<i>U</i>	$\sqrt{\overline{u^2}}$	Winkel der Hauptachsen zu den Kristallachsen [in Grad]		
					<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
Ag	1	2,7 Å ²	0,034 Å ²	0,18 Å	0	90	90
	2	2,7	0,034	0,18	90	0	90
	3	1,8	0,023	0,15	90	90	0
Cl	1	1,7	0,022	0,15	0	90	90
	2	1,7	0,022	0,15	90	0	90
	3	1,3	0,017	0,13	90	90	0
O	1	5,3	0,068	0,26	45	135	90
	2	2,8	0,036	0,19	114	114	35
	3	1,5	0,019	0,14	54	54	55

^a Die Ellipsoide der thermischen Bewegung von Ag und Cl sind rotationssymmetrisch zur kristallographischen *c*-Achse

Die Schwingungsamplituden ($\sqrt{u^2}$) der Atome Silber und Chlor besitzen ihren kleinsten Wert in Richtung der kristallographischen c -Achse; die Werte lauten 0,15 Å (Ag) und 0,13 Å (Cl). In Richtung senkrecht zur c -Achse betragen die Schwingungsamplituden 0,18 Å (Ag) und 0,15 Å (Cl). Die Ellipsoide der thermischen Bewegungen der O-Atome zeigen ihre größte Ausdehnung senkrecht zur Spiegelebene, in der das jeweilige O-Atom liegt. Ihre kleinste Achse liegt etwa in Richtung der Cl–O-Bindung.

Um eine Information über die Amplituden der Translationsschwingungen und besonders der Librationen der ClO_4^- -Anionen zu erhalten, wurde mit den durch die Verfeinerung gewonnenen anisotropen Temperaturparametern der Chlor- und Sauerstoffatome eine rigid-body-motion-Analyse durchgeführt. Wir verwendeten dazu das Programm YLIBRA von Schomaker und Trueblood [9].

Die Lagesymmetrie der ClO_4^- -Anionen verlangt, daß die Hauptachsen des Translationstensors T und des Librationstensors L zu den kristallographischen Achsen $a = b, c$ parallel verlaufen. Für die Komponenten $T_{11} = T_{22}$ und T_{33} des Translationstensors ergibt die Analyse die Werte 0,0210 und 0,0181 Å². Ihnen entsprechen Translationsschwingungen der ClO_4^- -Anionen in Richtung der Kristallachsen a und c mit den Amplituden ($\sqrt{u^2}$) 0,145 und 0,135 Å. Aus dem Librationstensor ergeben sich Librationswinkel von 5,5° um die Achsen a und b und von 9,5° um die c -Achse. Der vergleichsweise kleine Wert von 5,5° dürfte dadurch bedingt sein, daß die Rotationsbewegung des ClO_4^- -Anions um die a - oder b -Achse zu einer weiteren Verkürzung des kürzesten Ag–O-Abstandes führt und daher behindert ist. Der Rotation um 5,5° entspricht eine Verkleinerung des Abstandes Ag(2)–O(1) von 2,504 Å auf 2,43 Å.

Demgegenüber läßt die Rotation der ClO_4^- -Anionen um die c -Achse keine auffällige Behinderung erkennen. Verkleinert wird hierbei lediglich der kürzeste O–O-Abstand benachbarter ClO_4^- -Anionen, der aber mit 3,115 Å [O(1)–O(7)] als vergleichsweise groß angesehen werden kann.

Beim orthorhombischen (pseudotetragonalen) NaClO_4 wurden für die Librationen der ClO_4^- -Anionen um die kristallographischen Achsen a, b, c bei Raumtemperatur die Winkel 6,2, 6,8 und 6,9° gefunden [10].

Die Bindungslängenkorrektur für den Cl–O-Abstand im AgClO_4 beträgt 0,02 Å.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die finanzielle Unterstützung unserer Untersuchungen sowie dem Regionalen Rechenzentrum in Niedersachsen (RRZN, Hannover) für Rechenzeit an den Anlagen CDC Cyber 73 und 76. Herrn Prof. Dr. G. M. Sheldrick (Göttingen) danken wir für die Überlassung seines Programmsystems SHELX.

Literatur

- Berthold, H. J., Molepo, J. M., Wartchow, R.: Die Kristallstruktur des AgClO_4 . Z. Kristallogr. **144**, 116–125 (1976)

2. Gmelin's Handbuch der Anorg. Chemie 8. Aufl. Ag[B1] S. 509. Verlag Chemie 1971, Weinheim/Bergstraße
3. Smith, H. G., Rundle, R. E.: The silver perchlorate-benzene complex, $\text{C}_6\text{H}_6 \cdot \text{AgClO}_4$. Crystal structure and charge transfer energy. *J. Amer. Chem. Soc.* **80**, 5075–5080 (1958)
4. Clark, J. B., Pistorius, C. W. F. T.: Polymorphic behaviour of AgBF_4 and AgClO_4 at elevated pressures and temperatures. *Z. physik. Chem. Neue Folge* **88**, 242–252 (1974)
5. Strømme, K. O.: The crystal structures of the orientationally disordered, cubic high-temperature phases of univalent metal perchlorates. *Acta Chem. Scand. A* **28**, 515–527 (1974)
6. Molepo, J. M.: Röntgenographische und thermochemische Untersuchungen über die Phasenumwandlungen der Perchlorate einwertiger Metalle. Dissertation Hannover 1975
7. Berthold, H. J., Ludwig, W., Wartchow, R.: Die Kristallstruktur der orientierungsfehlgeordneten kubischen Hochtemperaturphase des Silberperchlorats AgClO_4 . Erscheint demnächst
8. Cl–O-Abstände in anderen Perchloraten: 1,426 Å im $\text{NaClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [Bo Berglund, J. O. Thomas und R. Tellgren, *Acta Crystallogr.* **B31**, 1842 (1975)]; 1,435 Å im NaClO_4 [R. Wartchow und H. J. Berthold, *Z. Kristallogr.* **147**, 307–317 (1978)]; 1,435 Å im NH_4ClO_4 [C. S. Choi und H. J. Prask, *Acta Crystallogr.* **B32**, 2919 (1976)]; 1,436 Å im KClO_4 [G. B. Johansson und O. Lindqvist, *Acta Crystallogr.* **B33**, 2918–2919 (1977)]
9. Schomaker, V., Trueblood, K. N.: On the rigid-body-motion of molecules in crystals. *Acta Crystallogr.* **B24**, 63–76 (1968)
10. Wartchow, R., Berthold, H. J.: Verfeinerung der Kristallstruktur des Natriumperchlorats NaClO_4 . *Z. Kristallogr.* **147**, 307–317 (1978)