

## SHORT STRUCTURAL PAPERS

Papers intended for publication under this heading must be in the format prescribed in *Acta Cryst.* (1972). **B28**, 2888

*Acta Cryst.* (1973). **B29**, 632

## Ammoniumtrifluorostannat(II)

VON G. BERGERHOFF UND L. GOOST

Anorganisch-chemisches Institut der Universität, D-53 Bonn, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 18. September 1972; angenommen am 5. November 1972)

**Abstract.**  $\text{NH}_4\text{SnF}_3$ , monoclinic,  $B2$ ,  $a=11,66$  (1),  $b=6,507$  (5),  $c=6,859$  (5),  $\gamma=125,0$  (5)°,  $Z=4$ ,  $D_x=2,99$  [Donaldson & O'Donoghue (1964). *J. Chem. Soc.* pp. 271–275]. The structure consists of  $\text{SnF}_3$  and  $\text{NH}_4$  groups combined in a three-dimensional framework by one quadrifurcated and three normal hydrogen bonds.

**Einleitung.**  $\text{NH}_4\text{SnF}_3$  kristallisiert beim Erkalten von heiss nahezu gesättigten wässrigen Lösungen mit  $\text{SnF}_2$  und  $\text{NH}_4\text{F}$  im Molverhältnis 1:1 oder einem Überschuss von  $\text{NH}_4\text{F}$ . Der Querschnitt der in Richtung  $c$  lang gestreckten Kristalle betrug beim untersuchten Exemplar *ca.* 0,2 mm. Der lineare Absorptionskoeffizient für Mo  $K\alpha$ -Strahlung beträgt  $\mu=58,8$   $\text{cm}^{-1}$ . Aus technischen Gründen konnte keine Absorptionskorrektur durchgeführt werden. Gitterkonstanten und Auslöschungen ( $hkl$  nur mit  $h+l=2n$ ) wurden Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen entnommen. Die Intensitäten von 402 unabhängigen Reflexen im messbaren Bereich wurden auf integrierten Weissenberg-aufnahmen der reziproken Gitterebenen  $hk0$  bis  $hk4$  photometriert, wobei jeweils mehrere Aufnahmen unterschiedliche Zeiten belichtet waren. Die Lorentz- und Polarisationskorrektur sowie alle weiteren Rechnungen wurden mit dem X-ray-System 1967 durchgeführt auf der IBM 7090/1410-Anlage der Gesellschaft für Mathematik und Datenverarbeitung, Bonn. Die Atomformfaktoren sind der Arbeit von Cromer & Waber (1965) entnommen.

Die dreidimensionale Pattersonsynthese zeigte einen Sn–Sn-Vektor, der sich der speziellen vierzähligen Lage  $xy0$  der zentrosymmetrischen Raumgruppe  $B2/m$  zuordnen liess. Eine anschliessende Fouriersynthese gestattete zwar die Lokalisierung eines Fluoratoms in achtzähliger Lage, aber für eine dann sinnvolle weitere vierzählige Lage von Fluor liessen sich auch in Differenzsynthesen keine Anhaltspunkte erkennen. Da auch die Intensitätsstatistik keine eindeutige Entscheidung zugunsten der zentrischen oder azentrischen Raumgruppe gestattete, schien es gerechtfertigt, zwei nahe benachbarte Maxima der Fouriersynthese als Bild und Spiegelbild eines azentrisch gelegenen Fluoratoms aufzufassen, hervorgerufen durch die zentrische Lage des Schweratoms. Spaltet man demnach die achtzählige

Lage der zentrischen Raumgruppe in zwei vierzählige allgemeine Lagen in der azentrischen Raumgruppe  $B2$  auf, so zeigt sich bei weiteren Differenzsynthesen auch die 3. Fluorlage und die Stickstofflage. Die Parameter des letzten Verfeinerungszyklus (mit voller Matrix, ohne Gewichtung), der zu  $R=10,8\%$  führte, zeigt Tabelle 1. Ein Versuch, Wasserstofflagen zu finden, wurde nicht unternommen, da bei dem vorhandenen Intensitätsmaterial schon die Genauigkeit der Fluor- und Stickstofflagen neben den Zinnatomen kaum befriedigend war. Die Tabelle der beobachteten und berechneten Strukturamplituden liegt als Supplementary Publication No. SUP 30037 vor.\*

Tabelle 1. Parameter für  $\text{NH}_4\text{SnF}_3$  in der Raumgruppe  $B2$

Standardabweichungen in Klammern

		$x$	$y$	$z$	$B$
Sn	4(c)	0,3623 (9)	0,0864 (16)	0,0	1,06 (19)
F(1)	4(c)	0,114 (11)	0,167 (20)	0,363 (26)	3,1 (2,2)
F(2)	4(c)	0,788 (12)	0,831 (20)	0,753 (26)	3,5 (2,5)
F(3)	4(c)	0,348 (11)	0,150 (22)	0,414 (19)	2,7 (2,3)
N	4(c)	0,122 (11)	0,354 (18)	0,973 (48)	1,5 (2,5)

**Diskussion.** In den Systemen  $\text{NaF–SnF}_2\text{–H}_2\text{O}$  (Bergerhoff & Goost, 1970) und  $\text{KF–SnF}_2\text{–H}_2\text{O}$  (Goost & Bergerhoff, 1967) treten u.a. die Strukturen  $\text{NaSn}_2\text{F}_5$  (McDonald, Larson & Cromer, 1964),  $\text{Na}_4\text{Sn}_3\text{F}_{10}$  (Bergerhoff & Goost, 1970) und  $\text{KSnF}_3 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$  (Bergerhoff, Goost & Schultze-Rhonhof, 1968) auf, die stark durch das einsame Elektronenpaar am Zinn(II) bestimmt werden. Bei den Kristallstrukturen im System  $\text{NH}_4\text{F–SnF}_2\text{–H}_2\text{O}$  sollte sich zusätzlich ein Einfluss von Wasserstoffbrückenbindungen bemerkbar machen. In den praktisch trigonal-pyramidal gebauten  $\text{SnF}_3$ -Gruppen des  $\text{NH}_4\text{SnF}_3$  (Fig. 1) besitzt das Zinn zwar drei weitere Fluornachbarn aus drei andern  $\text{SnF}_3$ -Gruppen, sie befinden sich jedoch in wesentlich grösserem Abstand (Fig. 2). Der Pyramidenbasis gegenüber

\* Die Abschriften lassen sich erhalten von The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.



Fig. 1. Stereobild des  $\text{NH}_4\text{SnF}_3$  (Sn: Kugeln mit schwarzem Segment; N: Kugeln mit 2 Grosskreisen; H: nicht gezeichnet).

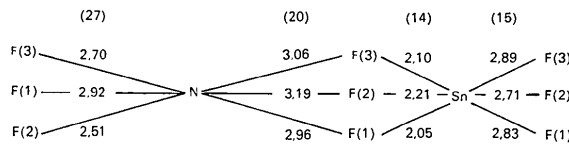


Fig. 2. Bindungsabstände (Standardabweichungen in Klammern) in Å.

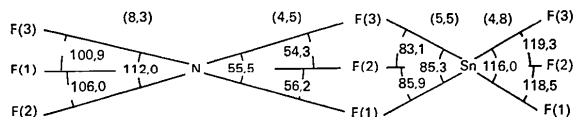


Fig. 3. Bindungswinkel (Standardabweichungen in Klammern).

liegt der Stickstoff der  $\text{NH}_4$ -Gruppe. Die spitzen F–N–F-Bindungswinkel (Fig. 3) von im Mittel  $55^\circ$  zeigen, dass hier keine normale F–H–N-Brückenbindung vorliegen kann. Es wird vielmehr ein Wasserstoffatom im Zentrum der drei Fluoratome und des Stickstoffatoms eine Mehrzentrenwasserstoffbrückenbin-

dung bilden. Die drei übrigen Wasserstoffatome des  $\text{NH}_4$ -Ions sind dann in  $109,5^\circ$  entfernten Richtungen zu erwarten. Dort liegen in der Tat Fluoratome weiterer  $\text{SnF}_3$ -Gruppen. N–F-Abstände von im Mittel  $2,71$  Å sprechen für eine N–H–F-Brückenbindung; in der Wurtzit-Struktur des  $\text{NH}_4\text{F}$  betragen sie  $2,707$  und  $2,709$  Å (Morosin, 1970). Die Ammoniumionen verknüpfen daher die  $\text{SnF}_3$ -Gruppen durch Wasserstoffbrückenbindungen zu einem dreidimensionalen Gerüst.

Benutzt man bei der Bestimmung der Elementarzelle  $[110]$  als Drehachse, so wird leicht eine orthorhombische Zelle vorgetäuscht, die mit der von Donaldson & O'Donoghue (1964) angegebenen praktisch übereinstimmt.

Diese Arbeit:  $[110]=9,55$ ,  $b=6,507$ ,  $c=6,859$  Å,  $\gamma=89^\circ$ . Donaldson & Donoghue (1964):  $a=9,43$ ,  $b=6,62$ ,  $c=6,80$  Å,  $\gamma=90^\circ$ .

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte die Arbeit durch eine Sachbeihilfe.

#### Literatur

- BERGERHOFF, G. & GOOST, L. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 19–23.  
 BERGERHOFF, G., GOOST, L. & SCHULTZE-RHONHOF, E. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 803–807.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 DONALDSON, J. D. & O'DONOGHUE, J. D. (1964). *J. Chem. Soc.* S. 271–275.  
 GOOST, L. & BERGERHOFF, G. (1967). *Naturwissenschaften*, **54**, 248–249.  
 McDONALD, R. R., LARSON, A. C. & CROMER, D. T. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1104–1108.  
 MOROSIN, B. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1635–1637.

*Acta Cryst.* (1973). **B29**, 633

## 1,3,5,7-Tetraoxa-9-azacyclodecanon-(10)

VON D. KOBELT UND E. F. PAULUS

Farbwerke Hoechst AG, vormals Meister Lucius & Brüning, 6230 Frankfurt (Main) 80, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 27. Januar 1972; angenommen am 2. November 1972)

**Abstract.** Monoclinic,  $P2_1/c$ , racemic,  $a=7,44$  (1),  $b=8,16$  (1),  $c=13,34$  (1) Å,  $\beta=118,3$  (3)°,  $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_5$ ,  $Z=4$ ,  $M=163,1$ ,  $\rho_x=1,517$  g cm $^{-3}$ . In the crystals the molecules lie in layers parallel to the  $ac$  plane and are held together by  $\text{NH}\cdots\text{O}$  hydrogen bonds. The carbonyl group is not planar.

**Einführung.** Die Röntgenintensitäten wurden auf einem automatischen Einkristalldiffractometer (Fa. Siemens) nach Prof. W. Hoppe vermessen (online-Be-

trieb; Fünfwertmessung; Mo- $K\alpha$ -Strahlung;  $\theta_{\text{max}}=28^\circ$ ; 1573 Reflexe beobachtet, weitere 156 Reflexe wurden infolge Nichterreichen einer Mindestintensität nicht zu Ende gemessen). Systematische Auslöschungen zeigten die Reflexe  $h0l$  für  $l=2n+1$  und  $0k0$  für  $k=2n+1$ . Das Strukturproblem wurde mit den Methoden der direkten Phasenbestimmung (Germain & Woolfson, 1968; Germain, Main & Woolfson, 1970) gelöst. Die Strukturparameterverfeinerung wurde nach der Methode der Kleinsten Quadrate mit vollständiger