

nommen wurden, ist die Verbesserung durch die anisotrope Verfeinerung mit Vorbehalt aufzunehmen.

Tabelle 1. *Atomparameter (Standardabweichungen in Klammern)*

Ag(1)	8d	0,2869 (2)	0,00556 (8)	0,9712 (2)	2,15 (4)
Ag(2)	4c	0	0,0830 (1)	0,25	1,81 (5)
S	4c	0	0,6004 (3)	0,25	1,15 (10)
N(1)	8d	0,308 (2)	0,0616 (6)	0,233 (3)	1,1 (2)
N(2)	4c	0	0,886 (1)	0,25	1,8 (4)
O(1)	4c	0	0,944 (2)	0,25	5,1 (7)
O(2)	8d	0,405 (6)	0,356 (2)	0,368 (6)	7,5 (8)
C(1)	8d	0,510 (5)	0,150 (1)	0,045 (4)	2,3 (4)
C(2)	8d	0,324 (5)	0,200 (1)	0,435 (5)	3,6 (6)

**Diskussion.** Der Struktur der Verbindung (I), die auch formal nicht als 'Salz' des Sulfondiimins zu bezeichnen ist, wird eine Beschreibung als Komplex mit Stickstoff als Zentralatom besser gerecht (Bergerhoff, 1964). Dieser Stickstoff aus den Imingruppen ist nahezu tetraedrisch von drei Silberatomen – dank des zusätzlichen  $\text{AgNO}_3$  – und einem Schwefelatom umgeben (Tabelle 2). Mit der Koordinationszahl 2 verbindet Silber zwei N-Atome, Schwefel auf Grund der Struktur der Ausgangsverbindung Diäthylsulfondiimin desgleichen. Die über alle 4 Ecken verknüpften Tetraeder bilden Doppelschichten wie im  $\text{SrZnO}_2$  (Schnering & Hoppe, 1961) oder  $\text{BaMnS}_2$  (Schmitz & Bronger, 1971). Die Aethylgruppen ergänzen die Koordination des Schwefels zu vier und liegen mit den Nitrationen zwischen den Schichten (Fig. 1). Abstände und Winkel entsprechen im Bereich der Fehlergrenzen den üblichen Werten [S–C: 1,76 (2), C–C: 1,56 (3) Å, S–C–C: 112 (1)°, C–S–C: 105 (1)°, (103°<sup>4</sup>), N–S–C: 111 (1)°, 107 (1)°, (113°, 103°<sup>4</sup>); N–O: 1,25 (3), 1,22 (3) Å; O–N–O: 122 (2)°, 116 (2)°].

*Acta Cryst.* (1974). **B30**, 1362

## Kristallstruktur des Dizinn(II)-trifluorid-chlorid

VON G. BERGERHOFF UND L. GOOST

*Anorganisch-chemisches Institut der Universität Bonn, 53 Bonn, Max-Planck-Strasse, Deutschland (BRD)*

(Eingegangen am 5. Dezember 1973; ange nommen am 17. Januar 1974)

**Abstract.**  $(\text{Sn}_2\text{F}_3)\text{Cl}$ , cubic,  $P2_13$ ,  $a = 7.840 (1) \text{ \AA}$ ,  $Z = 4$ ,  $D_x = 4.47 \text{ g cm}^{-3}$ . The structure consists of trigonal-pyramidal  $\text{SnF}_3$  groups linked through common fluorine chlorine atoms in large holes to form a three-dimensional network.

**Einleitung.** Kristallisiert man  $\text{SnF}_2$  aus wässriger Lösung in Gegenwart von Cl-Ionen um, so erhält man ein Zinn(II)-fluorid-chlorid  $\text{Sn}_2\text{F}_3\text{Cl}$  (*Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie*, 1972). Schon die geringen Spuren von Cl-Ionen, die bei der Darstellung von

Tabelle 2. *Abstände und Winkel im  $\text{Ag}_3\text{SN}$ -'Tetraeder' in Å bzw. °*

Feld A: Abstände L–L' (Tetraederkanten); Feld B: Winkel N–L–N'; Feld C: Winkel L–N–L'; Feld D: Abstände N–L (Vergleichswerte in der unteren Reihe: <sup>1</sup>  $\text{AgNCS}$ , Lindqvist (1957); <sup>2</sup>  $\alpha\text{-Ag}_3\text{NSeO}_3$ , Fawcett, Kocman, Nyburg & O'Brien (1969); <sup>3</sup>  $\text{AgNCO}$ , Britton & Dunitz (1965); <sup>4</sup>  $(\text{CH}_3)_2\text{S}(\text{NH})_2$ , Webb & Gloss (1967).

	Liganden L				Standardabweichung	
	Ag(1)	Ag(1')	Ag(2)	S		
Ag(1)	B 169,2	3,427	3,121	3,098	A	
Ag(1')	104,1	3,199	3,148		± 2	
Ag(2)	C 92,1	95,7	155,3	3,427		
S	110,8	114,6	134,5	115,1 (122°)	± 4	
N(1)	D	2,18	2,16	2,12	1,56	± 1
		2,22 <sup>1</sup>	2,18 <sup>2</sup>	2,12 <sup>3</sup>	1,53 <sup>4</sup>	

## Literatur

- APPEL, R., FEHLHABER, H. W., HÄNSSGEN, D. & SCHÖLHORN, R. (1966). *Chem. Ber.* **99**, 3108–3117.  
 BERGERHOFF, G. (1964). *Angew. Chem.* **76**, 697–704; *Angew. Chem. Int. Ed.* **3**, 686–692.  
 BRITTON, D. & DUNITZ, J. D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 424–428.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 FAWCETT, J. K., KOCMAN, V., NYBURG, S. C. & O'BRIEN, R. J. (1969). *Chem. Commun.* **S**, 1198.  
 LINDQVIST, I. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 29–32.  
 SCHMITZ, D. & BRONGER, W. (1971). *Naturwissenschaften*, **58**, 322.  
 SCHNERING, H. G. V. & HOPPE, R. (1961). *Z. anorg. allgem. Chem.* **312**, 88–98.  
 WEBB, C. & GLOSS, R. A. (1967). *Tetrahedron Lett.* **11**, 1043–1047.

$\text{SnF}_2$  aus  $\text{SnCl}_2$  über  $\text{SnO}$  (Nebergall, Muhler & Day, 1952) mitgeschleppt werden können, genügte bei der Untersuchung des Systems  $\text{NH}_4\text{F-SnF}_2\text{-H}_2\text{O}$  zur Bildung von einigen Kristallen der kubischen Phase, die durch Röntgenaufnahmen leicht zu charakterisieren sind. Die Auslöschungen  $h00$  nur mit  $h = 2n$  und die Intensitätsbeziehung  $I(hk0) \neq I(kh0)$  aus Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen belegen die Raumgruppe. Die Deutung der dreidimensionalen Pattersonsynthese, die mit Intensitäten erhalten wurde, die auf integrierten Weissenbergaufnahmen photometriert wurden, gelang

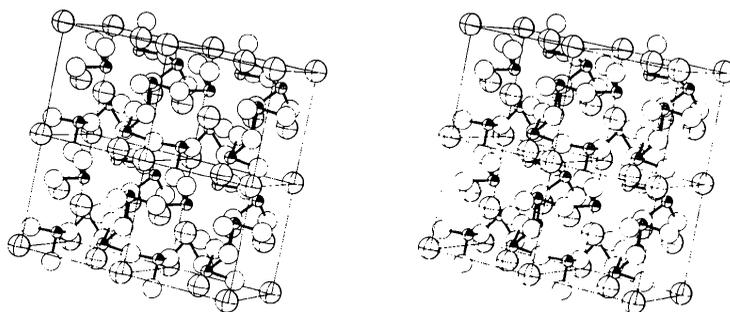


Fig. 1. Stereobild des  $\text{Sn}_2\text{F}_3\text{Cl}$ . (Sn: kleine Kreise mit schwarzem Segment; F: grosse Kreise; Cl: grosse Kreise mit 2 Grosskreisen).

jedoch nicht. Dank des Entgegenkommens der Fa. Philips, Eindhoven, stand uns dann für eine Messung das computergesteuerte Zählrohrdiffraktometer PW 1100 zur Verfügung. An einem würflichen Kristall mit einer Kantenlänge von ca. 0,3 mm wurden mit  $\text{Mo K}\alpha$ -Strahlung und Graphit-Monochromator bis  $\theta = 33^\circ$  921 Reflexe gemessen, die durch Mittelung über symmetrieäquivalente Werte auf 353 unabhängige reduziert wurden. Alle Rechnungen wurden mit dem X-RAY-System 1967 auf der IBM 370/165 Anlage der Gesellschaft für Mathematik und Datenverarbeitung, Bonn, durchgeführt. Aus technischen Gründen unterblieb eine Absorptionskorrektur ( $\mu = 119,5 \text{ cm}^{-1}$ ). Die Atomformfaktoren sind der Arbeit von Cromer & Waber (1965) entnommen. Die jetzt besser aufgelöste dreidimensionale Pattersonsynthese zeigte die für die Deutung entscheidenden 2 Sn-Sn-Vektoren zwischen zwei verschiedenen speziellen Punktlagen im Abstand von nur 0,65 Å. Fouriersynthesen führten dann zu den Parametern der Cl- und F-Atome, wodurch auch die stöchiometrische Zusammensetzung bestätigt wurde. Die Verfeinerung mit Gewichten aus den mittleren Standardabweichungen der Zählrohrmessungen (Stout & Jensen, 1968) ergab  $R = 5,2\%$ . Die Atomparameter zeigt Tabelle 1.\*

Tabelle 1. Atomparameter (Standardabweichungen in Klammern)

		x	y	z	B
Sn(1)	4a	0,3176 (3)	x	x	1,56 (3)
Sn(2)	4a	0,6490 (3)	x	x	1,71 (3)
Cl	4a	0,989 (1)	x	x	2,29 (9)
F	12b	0,375 (1)	0,135 (1)	0,119 (1)	1,97 (12)

**Diskussion.** Die Struktur besteht aus trigonal-pyramidal gebauten  $\text{SnF}_3$ -Gruppen, die über alle F-Atome zu

\* Die Tabelle der beobachteten und berechneten Strukturamplituden ist bei der British Library Lending Division als Supplementary Publication No. SUP 30359 (3pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

einem kationischen Gerüst verknüpft sind (Fig. 1). Abstände und Winkel entsprechen den Werten in andern Sn-F-Komplexen (Bergerhoff & Goost, 1973): Sn(1)-F 2,164 (9); Sn(2)-F 2,112 (8) Å; F-Sn(1)-F 79,1 (3); F-Sn(2)-F 81,6 (3); Sn(1)-F-Sn(2) 131,5 (4)°. Die Cl-Atome sitzen in den grossen Lücken des Gerüsts mit Abständen von Sn-Cl von 4,47 und 4,74 Å. Sie übersteigen weit die in  $\text{K}_2\text{SnCl}_4(\text{H}_2\text{O})$  (Kamenar & Grdenić, 1962),  $\text{SnCl}_2$  (Berg, 1961) oder  $\text{SnCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$  (Kiryama, Nakamura, Kitahama & Kiriyama, 1972) gefundenen Abstände.

Analog aus trigonalen Pyramiden gebaute Gerüstkomplexe sind auch bei anderen Zentralatomen mit einsamen Elektronenpaaren zu erwarten, z.B. bei  $(\text{Te}_2\text{O}_3)\text{SO}_4$  (Hubkova, Loub & Syneček, 1966). Bei  $(\text{S}_2\text{Hg}_3)\text{Cl}_2$  (Puff & Küster, 1962) kann man bezüglich des Gerüsts von einer Antiisotypie sprechen.

Ein anders gebauter kationischer Gerüstkomplex wurde bereits von Donaldson & Puxley (1972) beim  $\text{Sn}_3\text{F}_5\text{Br}$  beschrieben.

#### Literatur

- BERG, J. M. VAN DEN (1961). *Acta Cryst.* **14**, 1002–1003.  
 BERGERHOFF, G. & GOOST, L. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 632–633.  
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.  
 DONALDSON, J. D. & PUXLEY, D. C. (1972). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* S. 289.  
*Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie* (1972). Bd. Sn C 1, S. 367. Weinheim: Verlag Chemie.  
 HUBKOVA, H., LOUB, J. & SYNEČEK, V. (1966). *Coll. Czech. Chem. Commun.* **31**, 4353–4361.  
 KAMENAR, B. & GRDENIĆ, D. (1962). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **24**, 1039.  
 KIRIYAMA, H., NAKAMURA, O., KITAHAMA, R. & KIRIYAMA, R. (1972). *Acta Cryst.* **A28**, S60.  
 NEBERGALL, W. H., MUHLER, J. C. & DAY, H. G. (1952). *J. Amer. Chem. Soc.* **74**, 1604.  
 PUFF, H. & KÜSTER, J. (1962). *Naturwissenschaften*, **49**, 299, 464.  
 STOUT, G. H. & JENSEN, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*, S. 454–458. London: Macmillan.