

molecule II at  $(-x, 2-y, -z)$ , at a distance of 2.68 Å,  $\text{As-O}(3)\cdots\text{O}(1') = 108.9^\circ$ . Also, O(2) of molecule I has a close neighbour, O(1'') of molecule III at  $(1-x, 2-y, -z)$  which overlaps in this projection with molecule II, at a distance of 2.61 Å,  $\text{As-O}(2)\cdots\text{O}(1'') = 114.0^\circ$ . These O $\cdots$ O hydrogen bonds link the molecules to form infinite chains along **a**. There is also a possible O(5) $\cdots$ O(6) intramolecular hydrogen bond of length 2.64 Å. All the other intermolecular distances correspond to normal van der Waals interactions, as shown by the list in Table 3. The type of hydrogen bonding observed in this structure is very similar to those observed for phenylarsonic acid (Shimada, 1959) and its *o*-amino derivative (Chatterjee & Sen Gupta, 1977). In the present case, however, only O $\cdots$ O hydrogen bonds are formed.

The authors are grateful to Professor A. K. Barua for his keen interest in this work. They also wish to thank the referees for helpful criticisms.

### References

- AZAROFF, L. V. & BUEGER, M. J. (1958). *The Powder Method in X-ray Crystallography*, Ch. 11. New York: McGraw-Hill.
- CHATTERJEE, A. & SEN GUPTA, S. P. (1975). *Indian J. Phys.* **49**, 552–554.
- CHATTERJEE, A. & SEN GUPTA, S. P. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 164–167.
- CRUICKSHANK, D. W. J., PILLING, D. E., BUJOSA, A., LOVELL, F. M. & TRUTER, M. R. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, edited by R. PEPINSKY, p. 45. New York: Pergamon Press.
- PHILLIPS, D. C. (1954). *Acta Cryst.* **7**, 746–751.
- PHILLIPS, D. C. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 819–821.
- SHIMADA, A. (1959). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **32**, 309–310.
- SHIMADA, A. (1960). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **33**, 301–304.
- SHIMADA, A. (1961). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **34**, 639–643.
- SHIMADA, A. (1962). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **35**, 1600–1603.
- TROTTER, J. & ZOBEL, T. (1965). *J. Chem. Soc.* pp. 4466–4471.
- VICKERY, B. L., BRIGHT, D. & MALLINSON, P. R. (1971). X-RAY ARC IBM 1130 program system for crystallography. Agricultural Research Council, London.
- WILSON, A. J. C. (1942). *Nature, Lond.* **150**, 151–152.

*Acta Cryst.* (1977). **B33**, 3595–3597

## Disilber-sulfamid

VON H. GRESCHONIG UND E. NACHBAUR

*Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Universität Graz, A-8010 Graz, Österreich*

UND H. KRISCHNER

*Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Abteilung für Strukturforschung, Technische Universität Graz, A-8010 Graz, Österreich*

(Eingegangen am 12. April 1977; angenommen am 8. Juli 1977)

**Abstract.**  $\text{SO}_2(\text{NHAg})_2$ , monoclinic,  $P2_1/c$  (No. 14),  $a = 7.661$  (1),  $b = 5.719$  (1),  $c = 10.464$  (1) Å,  $\beta = 93.89$  (2)°,  $V = 457.4$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_m = 4.53$ ,  $D_x = 4.49$  g cm<sup>-3</sup>. Single crystals have been prepared by the reaction of  $\text{AgNO}_3$  with sulphamide in aqueous solution after neutralization with  $\text{NH}_3$ . The compound consists of discrete  $\text{SO}_2\text{N}_2$  tetrahedra with S as the central atom. Each Ag atom is bonded to two N atoms of different tetrahedra. In this way, double chains parallel to **c** are formed. The double chains are linked by hydrogen bonds.

**Einleitung.** Die Messung der Intensitäten erfolgte mittels integrierter Weissenbergaufnahmen (Cu  $K\alpha$ ,

Mehrfachfilmmethode). Es fanden drei verschiedene prismatische Kristalle mit einem mittleren Durchmesser von 0,08 mm Verwendung,  $\mu = 735,7$  cm<sup>-1</sup>. Aus Aufnahmen von 11 Schichtlinien um die Drehrichtungen [001], [100] und [010] erhielten wir 925 unabhängige Reflexe, von denen 164 als nicht beobachtet gewertet wurden. An den photometrisch bestimmten Intensitäten führten wir Korrekturen mit dem Lorentz- und dem Polarisationsfaktor sowie eine Absorptionskorrektur für zylindrische Kristalle durch (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1959). Die Streukurven für die Berechnung der Strukturparameter entnahmen wir den *International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Die von



grund dieser Befunde muss dem Strukturvorschlag *B* der Vorzug gegeben werden.

Die  $\text{SO}_2\text{N}_2$ -Tetraeder sind über Ag-Atome verknüpft, wobei jedes Ag-Atom zu zwei N-Atomen verschiedener Tetraeder Abstände zwischen 2,12 und 2,20 Å aufweist. Die entsprechenden N–Ag–N-Winkel betragen 165,4 und 179,2°. Diese Ergebnisse stimmen mit Literaturangaben für Ag–N-Bindungen mit hohem kovalenten Bindungsanteil überein (Tabelle 4). Die Silberatome sind von den nächsten Sauerstoffatomen zwischen 2,77 und 3,33 Å entfernt und befinden sich somit ausserhalb jenes Bereiches von Ag–O-Bindungslängen, der typisch ist für Ag-Salze von Sauerstoffsäuren. DSSA kann daher nicht als Ag-Salz einer 'Sauerstoffsäure' angesehen werden, sondern weist die typischen Merkmale von Silberosalzen stickstoffhaltiger Verbindungen auf, wobei das Anion  $(\text{SO}_2\text{N}_2\text{H}_2)^{2-}$  beide Koordinationsstellen des Silbers besetzt.

Die Ag(2)-Atome verbinden die Tetraeder zu Ketten, die parallel zur *c*-Achse verlaufen. Die Ag(1)-Atome verknüpfen zwei derartige Tetraederketten zu Doppelketten, wobei sich Achterringe ausbilden, die aus je zwei Ag(1)-, Ag(2)-, N(1)- und N(2)-Atomen aufgebaut sind. Diese Struktur bietet eine Erklärung für

die Unlöslichkeit von DSSA in allen gängigen Lösungsmitteln.

Obwohl eine direkte Lokalisierung der Wasserstoffatome nicht möglich war, lassen sich unter Berücksichtigung der Bindungsgeometrie im Modell *B* wahrscheinliche Positionen ableiten. Je zwei  $\text{S}-\text{N}\cdots\text{O}(2^i)$ - bzw.  $\text{S}-\text{O}(2)\cdots\text{N}^i$ -Winkel liegen in einem Bereich, der das Vorhandensein von Wasserstoffbrückenbindungen möglich erscheinen lässt (Schuster, Zundel & Sandorfy, 1976). Die dazugehörigen  $\text{N}\cdots\text{O}(2^i)$ -Abstände von 2,93 und 3,11 Å bekräftigen diese Annahme. Die Wasserstoffbrücken kommen daher zwischen den N(1)- und N(2)-Atomen verschiedener Tetraeder einer Doppelkette und den O(2)-Atomen der gegenüberliegenden Doppelkette zu liegen. Die strichlierten Linien in Fig. 1 zeigen die Lage dieser Wasserstoffbrücken.

Die Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse lassen sich bei Vorliegen zweier NH-Gruppen und von Wasserstoffbrückenbindungen mit den Aussagen der IR- und H-NMR-Untersuchungen in Einklang bringen. Kürzlich an DSSA durchgeführte Untersuchungen mittels inelastischer Neutronenstreuung (INS) (Howard, Waddington & Nachbaur, 1977) erbrachten unabhängig von der Röntgenuntersuchung Resultate, die das Vorhandensein von  $\text{NH}_2$ -Gruppen in DSSA ausschliessen und einen kovalenten Bindungsanteil in den Ag–N-Bindungen feststellen.

Tabelle 4. Abstände (Å) und Winkel (°) einiger Ag-Verbindungen

Alle Werte sind auf 0,01 Å bzw. auf 1° gerundet.

	Ag–N	N–Ag–N	Ag–O	Literatur
AgNCO	2,12	179	2,99	1
$[\text{Ag}(\text{Imidazol})_2]\text{NO}_3$	2,12	172	2,96	2
$\text{Ag}_2\text{SO}_4$	–	–	2,34–2,76	3
$\text{Ag}_3\text{PO}_4$	–	–	2,34	4

Literatur: (1) Britton & Dunitz (1965). (2) Antti & Lundberg (1971). (3) Zachariasen (1932). (4) Helmholtz (1936).

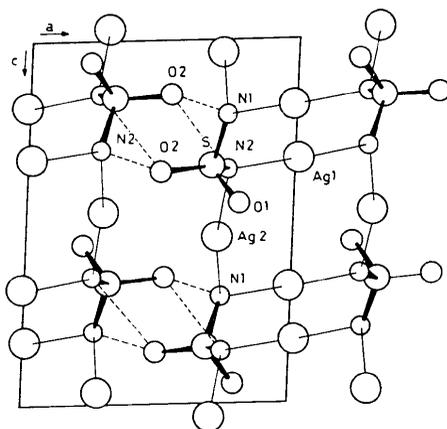


Fig. 1. Projektion der Struktur von  $\text{O}_2\text{S}(\text{NHAg})_2$  längs der *b*-Achse.

#### Literatur

- ALBANO, V., DOMENICANO, A. & VACIAGO, A. (1966). *Gazz. Chim. Ital.* **96**, 922–934.
- ANTTI, C. J. & LUNDBERG, B. K. S. (1971). *Acta Chem. Scand.* **25**, 1758–1766.
- BRITTON, D. & DUNITZ, J. D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 424–428.
- COX, G. W. & SABINE, T. M. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 578–582.
- HAMILTON, W. C. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 129–130.
- HELMHOLTZ, L. (1936). *J. Chem. Phys.* **4**, 316–322.
- HOWARD, J., WADDINGTON, T. C. & NACHBAUR, E. (1977). *J. Chem. Soc. Dalton*. Im Druck.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1959). Bd. II, S. 291–299. Birmingham: Kynoch Press.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Bd. III, S. 201–207. Birmingham: Kynoch Press.
- JEFFREY, G. A. & JONES, D. W. (1955). Abstr. ACA Meet., Pasadena. Paper No. 7.
- NACHBAUR, E. & POPITSCH, A. (1973). *Angew. Chem.* **85**, 355.
- NACHBAUR, E., POPITSCH, A. & BURKERT, P. (1974). *Mh. Chem.* **105**, 822–833.
- SASS, R. L. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 320–324.
- SCHUSTER, P., ZUNDEL, G. & SANDORFY, C. (1976). *The Hydrogen Bond*, Bd. II, S. 395–456. Amsterdam: North-Holland.
- TRAUBE, W. (1893). *Ber. dtsh. chem. Ges.* **26**, 607–613.
- TRUEBLOOD, K. N. & MAYER, S. W. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 628–634.
- ZACHARIASEN, W. H. (1932). *Z. Kristallogr.* **82**, 161–162.