

depicted in Fig. 2. The main feature of this structure is the presence of two different types of anions in the crystal. The structure can be regarded as being built of planes of pure TeO_6 octahedra alternating with planes of pure SO_4 tetrahedra, both families being parallel to the ab plane. The same observation holds when the polyhedra are viewed in a direction parallel to the plane ac . Also in a direction parallel to the plane ac we observe parallel layers, each of them containing both kinds of polyhedra.

An interesting point is, that compared with the already known sulfate tellurate structures, the Te octahedra here are distorted with angles such as $\text{O}(12)-\text{Te}-\text{O}(15) = 165.0^\circ$ and $\text{O}(13)-\text{Te}-\text{O}(15) = 76.4^\circ$.

The N atoms are distributed on two sites. In one of them the N atom is coordinated by three O atoms

belonging to S tetrahedra and five O atoms belonging to Te octahedra. In the second site only four O atoms belonging to Te octahedra participate in the coordination reducing the coordination number of this N atom to seven.

References

- BROWN, I. D. & SHANNON, R. D. (1973). *Acta Cryst.* **A29**, 266–282.
 DONNAY, G. & ALLMANN, R. (1970). *Am. Mineral.* **55**, 1003–1015.
 ZILBER, R., DURIF, A. & AVERBUCH-POUCHOT, M. T. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2743–2745.
 ZILBER, R., TORDJMAN, I. & GUITEL, J. C. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2741–2743.

Acta Cryst. (1981). **B37**, 652–654

Structure de l'Hexachlorure de Cadmium et Dimagnesium Dodécahydraté

PAR M. LEDESERT ET J. C. MONIER

Laboratoire de Cristallographie et Chimie du Solide LA 251, Institut des Sciences de la Matière et du Rayonnement, Université de Caen, 14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 2 juin 1980, accepté le 6 novembre 1980)

Abstract. $\text{CdMg}_2\text{Cl}_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, hexagonal, $P31c$, $a = 9.9809$ (9), $c = 11.5560$ (9) Å, $Z = 2$, $d_m = 1.967$ (2), $d_c = 1.965$ Mg m^{-3} . The structure was refined by least-squares calculations to a final R of 0.030 ($R_w = 0.034$) for 1292 independent reflexions. The crystal structure consists of CdCl_6 and $\text{Mg}(\text{H}_2\text{O})_6$ octahedra linked by hydrogen bonds. Approximate positions for the H atoms in the four water molecules are proposed.

Introduction. Dans le cadre des travaux effectués au laboratoire sur les sels hydratés nous avons entrepris les déterminations de structures d'hydrates des chlorures mixtes de cadmium et magnésium.

Les cristaux de formule $\text{CdMg}_2\text{Cl}_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (Bassett & Strain, 1952) ont été obtenus par évaporation à température ordinaire d'une solution aqueuse contenant du chlorure de cadmium et du chlorure de magnésium dans le rapport de 1 à 2 mol. Très hygroscopiques et assez isométriques les cristaux de symétrie trigonale présentent les monoèdres $\{00.1\}$ et $\{00.\bar{1}\}$ bien développés accompagnés des pyramides $\{10.2\}$ et $\{10.\bar{2}\}$. Le prisme hexagonal $\{10.0\}$ est moins développé. Les pyramides $\{10.1\}$ et $\{10.\bar{1}\}$ ainsi que les prismes trigonaux $\{11.0\}$ et $\{\bar{1}\bar{1}.0\}$ sont peu

développés. Les notations que nous employons sont relatives aux données cristallographiques de l'*Abstract*.

Un cristal légèrement allongé suivant c a été scellé dans un tube capillaire en verre de Lindemann contenant de l'huile de paraffine. D'une longueur de 0,22 mm il présente un prisme hexagonal de 0,17 mm de section moyenne.

L'enregistrement du spectre de diffraction a été effectué sur un diffractomètre CAD-4 Enraf-Nonius avec le rayonnement $K\alpha$ du molybdène ($\lambda = 0,71069$ Å) isolé par un monochromateur à lame de graphite. Les paramètres de la maille ont été obtenus avec un affinement par moindres carrés de 25 réflexions choisies dans l'espace réciproque.

Les mesures des intensités ont été réalisées jusqu'à l'angle de Bragg $\theta = 40^\circ$ avec un balayage $\omega-2\theta$ d'amplitude $(1,10 + 0,35 \text{ tg}\theta)^\circ$ et une ouverture de compteur $(3,00 + 0,80 \text{ tg}\theta)$ mm. Les réflexions ayant un $\sigma(I)/I > 0,018$ ont été mesurées à nouveau avec une vitesse de balayage ajustée de façon à avoir ou à approcher $\sigma(I)/I < 0,018$ pour un temps de mesure limité à 60 s. Le fond continu a été déterminé en augmentant l'intervalle de balayage de 25% de part et d'autre de la réflexion. La mesure de trois réflexions de

Tableau 1. Paramètres atomiques et écarts types, et paramètres thermiques isotropes équivalents

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j B_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
Cd	$\frac{1}{2}$	$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{2}$	1,58 (1)
Mg(1)	$\frac{1}{2}$	$\frac{2}{3}$	0,24892 (37)	1,57 (3)
Mg(2)	0	0	0,34745 (22)	1,83 (4)
Cl(1)	0,50991 (13)	0,90190 (12)	0,38674 (10)	2,16 (2)
Cl(2)	0,16752 (15)	0,41753 (13)	0,12408 (10)	2,47 (3)
O(1)	0,47626 (42)	0,19131 (42)	0,35375 (33)	2,28 (8)
O(2)	0,86032 (48)	0,45409 (63)	0,15007 (36)	3,18 (12)
O(3)	0,06613 (46)	0,19301 (45)	0,45037 (34)	2,80 (10)
O(4)	0,18790 (42)	0,13593 (43)	0,24235 (36)	2,53 (8)

contrôle toutes les 6000 s a permis de constater que le cristal utilisé n'était pas altéré par le rayonnement X.

1292 réflexions pour lesquelles $I > 3\sigma(I)$ furent utilisées pour affiner la structure. Les corrections de Lorentz et de polarisation ont été effectuées mais nous avons négligé l'absorption ($\mu = 1,99 \text{ mm}^{-1}$).

La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd. Les groupes spatiaux compatibles avec les extinctions systématiques sont $P\bar{3}1c$ et $P31c$. Des considérations sur la hauteur des pics les plus élevés de la fonction de Patterson, ainsi que le doublement des pics des séries de Fourier et Fourier différence calculées avec le groupe $P\bar{3}1c$, nous ont fait poursuivre la détermination de la structure avec le groupe non centrosymétrique $P31c$.

Un affinement des coordonnées et des facteurs d'agitation thermique isotropes à l'aide du programme LINUS (Coppens & Hamilton, 1970) conduit à des facteurs d'accord $R = 0,055$ et $R_w = 0,070$. Les facteurs de diffusion atomique utilisés sont ceux de Cromer & Waber (1965). Nous avons tenu compte de la dispersion anormale pour Cd, Cl et Mg (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1974).

L'affinement a été poursuivi avec agitation thermique anisotrope pour tous les atomes et le schéma de pondération suivant: $w = 73,825 s^2 - 98,925 s + 37$ pour $0 < s < 0,816$ et $w = 5,443$ pour $s > 0,816$ ($s = \sin \theta/\lambda$). Les indices $R = (\sum ||F_o| - |F_c||) / \sum |F_o|$, $R_w = [\sum w(F_o - F_c)^2]^{1/2} / (\sum wF_o^2)^{1/2}$ et $S = [\sum w(F_o - F_c)^2]^{1/2} / (N_o - N_v)^{1/2}$ ont pour valeurs respectives, 0,030, 0,034 et 1,14. Les coordonnées obtenues en fin d'affinement sont données dans le Tableau 1.*

Il n'a pas été possible de déterminer la structure absolue, l'écart sur R_w n'étant pas significatif.

L'examen des environnements des atomes d'oxygène a permis de déduire le réseau probable des liaisons hydrogène et les positions approximatives des huit

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35790: 10 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

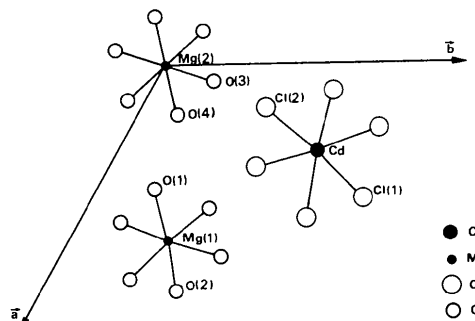
atomes d'hydrogène. Six de ces derniers atomes ont pu être localisés sur les sections de séries de Fourier différence. L'introduction des huit atomes d'hydrogène a conduit les facteurs d'accord aux valeurs $R = 0,028$ et $R_w = 0,032$; la variation de R_w est significative. L'affinement des atomes lourds puis de ceux d'hydrogène n'a pas modifié ces facteurs. En outre les paramètres des atomes d'hydrogène après plusieurs cycles d'affinement sont obtenus avec une précision médiocre ($0,01 < \sigma_{x,y,z} < 0,02$). Ceci étant, il nous a paru sans intérêt de donner les valeurs obtenues. Par contre l'aspect positif de cet affinement est de confirmer le réseau des liaisons hydrogène prévues.

Discussion. La structure est composée d'octaédres isolés CdCl_6 et $\text{Mg}(\text{H}_2\text{O})_6$ (Tableau 2 et Fig. 1). La cohésion entre octaédres est assurée par des liaisons hydrogène indiquées au Tableau 3. Ces liaisons sont de type $\text{O}-\text{H}\cdots\text{Cl}$ à l'exception de $\text{O}(4)-\text{H}\cdots\text{O}(1)$. La

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) dans les octaédres CdCl_6 et $\text{Mg}(\text{H}_2\text{O})_6$

Cd-Cl(1)	2,641 (1)	Cl(1)-Cd-Cl(1')	87,89 (4)
Cd-Cl(2)	2,631 (1)	Cl(1)-Cd-Cl(2')	86,84 (4)
Cl(1)-Cl(1')	3,666 (2)	Cl(1)-Cd-Cl(2'')	92,98 (4)
Cl(1)-Cl(2')	3,624 (2)	Cl(2)-Cd-Cl(2')	92,37 (4)
Cl(1)-Cl(2'')	3,824 (2)	Cl(1)-Cd-Cl(2)	174,62 (4)
Cl(2)-Cl(2')	3,797 (2)		
Mg(1)-O(1)	2,096 (4)	O(1)-Mg(1)-O(1''')	89,95 (18)
Mg(1)-O(2)	2,041 (5)	O(1)-Mg(1)-O(2''')	93,85 (21)
O(1)-O(1''')	2,963 (6)	O(1)-Mg(1)-O(2'')	84,82 (21)
O(1)-O(2''')	3,022 (6)	O(2)-Mg(1)-O(2''')	91,71 (23)
O(1)-O(2'')	2,790 (7)	O(1)-Mg(1)-O(2)	173,52 (20)
O(2)-O(2''')	2,929 (6)		
Mg(2)-O(3)	2,071 (4)	O(3)-Mg(2)-O(3'')	90,31 (18)
Mg(2)-O(4)	2,071 (4)	O(3)-Mg(2)-O(4)	87,96 (17)
O(3)-O(3'')	2,937 (6)	O(3)-Mg(2)-O(4')	92,74 (18)
O(3)-O(4)	2,876 (6)	O(4)-Mg(2)-O(4')	89,09 (18)
O(3)-O(4')	2,998 (6)	O(3)-Mg(2)-O(4'')	176,50 (18)
O(4)-O(4')	2,905 (6)		

Code des notations: (i) $1 - y, 1 + x - y, z$; (ii) $y - x, 1 - x, z$; (iii) $1 - y, x - y, z$; (iv) $1 + y - x, 1 - x, z$; (v) $-y, x - y, z$; (vi) $y - x, -x, z$; (vii) $x, y - 1, z$; (viii) $y, x, \frac{1}{2} + z$; (ix) $y, x, -\frac{1}{2} + z$; (x) $1 + x, y, z$; (xi) $2 - y, 1 + x - y, z$; (xii) $-x, y - x, \frac{1}{2} + z$.

Fig. 1. $\text{CdMg}_2\text{Cl}_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Octaédres CdCl_6 , $\text{Mg}(1)(\text{H}_2\text{O})_6$ et $\text{Mg}(2)(\text{H}_2\text{O})_6$.

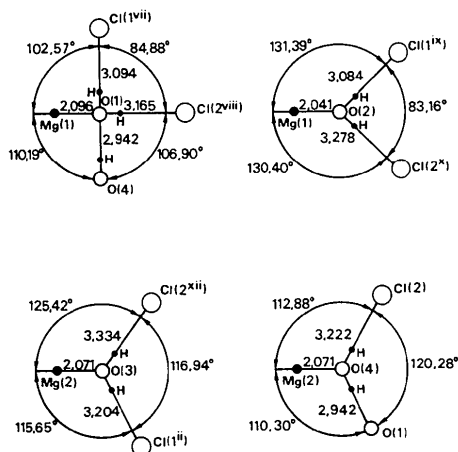


Fig. 2. Coordination des molécules d'eau avec positions probables des atomes d'hydrogène.

coordination des molécules d'eau est représentée schématiquement sur la Fig. 2.

Chaque octaèdre $Mg(1)(H_2O)_6$ établit des liaisons avec des octaèdres $CdCl_6$ centrés sur le même axe ternaire que lui et aussi avec des octaèdres $CdCl_6$ dont l'atome de cadmium a une cote voisine de celle de $Mg(1)$ considéré; il est également lié à trois $Mg(2)(H_2O)_6$. Les octaèdres $Mg(2)(H_2O)_6$, empilés suivant un axe ternaire ne sont pas liés entre eux. Ils sont liés à six $CdCl_6$ et trois $Mg(1)(H_2O)_6$. Les octaèdres $CdCl_6$ sont uniquement liés aux groupements $Mg(1)(H_2O)_6$ et $Mg(2)(H_2O)_6$.

Acta Cryst. (1981). B37, 654–656

Structure of Trisilver(I) Sulfamide–Ammonia–Water at 108 K

BY CHRISTOPH KRATKY

Institut für Physikalische Chemie, Universität Graz, A-8010 Graz, Austria

AND EDGAR NACHBAUR AND ALOIS POPITSCH

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

(Received 6 October 1980; accepted 15 December 1980)

Abstract. $Ag_3(HN_2O_2S).NH_3.H_2O$, orthorhombic, *Pcam*, $a = 11.813$ (6), $b = 9.665$ (5), $c = 6.578$ (2) Å (at 108 K), $Z = 4$, $d_x = 4.01$ Mg m^{-3} , $R = 0.06$ (1076 reflections, 40 parameters). The structure consists of alternating layers of Ag atoms and hydrogen-bonded NH_3 , H_2O and sulfamide molecules. A possible connection between the observed anisotropic photoconductivity and the layer structure is discussed. The

Tableau 3. Distances O–O et O–Cl inférieures à 3,5 Å

Code des notations: cf. Tableau 2. Seules sont indiquées les distances O–O entre oxygènes coordonnés à des Mg différents (Baur, 1972). Les distances soulignées correspondent aux liaisons hydrogène réalisées par les H liés à l'oxygène cité en tête.

O(1)–O(4)	2,942 (6) Å	O(3)–Cl(1 ^{II})	3,204 (4) Å
O(1)–Cl(1 ^{VII})	3,094 (4)	O(3)–O(1 ^V)	3,324 (6)
O(1)–Cl(2 ^{VIII})	3,165 (4)	O(3)–Cl(2 ^{XII})	3,334 (4)
O(1)–O(3 ^{VI})	3,324 (6)	O(3)–O(4 ^{VIII})	3,451 (6)
O(2)–Cl(1 ^{IX})	3,084 (4)	O(4)–O(1)	2,942 (6)
O(2)–Cl(2 ^X)	3,278 (5)	O(4)–Cl(2)	3,222 (5)
O(2)–O(4 ^{IV})	3,398 (6)	O(4)–O(2 ^{III})	3,398 (6)
O(2)–Cl(1 ^{XI})	3,439 (4)	O(4)–O(3 ^{VIII})	3,451 (6)
		O(4)–Cl(1 ^{II})	3,497 (4)

Références

- BASSETT, H. & STRAIN, R. N. C. (1952). *J. Chem. Soc.* pp. 1795–1806.
 BAUR, W. H. (1972). *Acta Cryst.* B28, 1456–1465.
 COPPENS, P. & HAMILTON, W. C. (1970). *Acta Cryst.* A26, 71–83.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* 18, 104–109.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press.

two sulfamide N atoms are covalently bonded to two and three Ag atoms.

Introduction. Crystals of the title compound are yellow, diamagnetic (Haselmair, 1979) and show anisotropic photoconductivity (Gruber, 1981). Both in color and in Ag content, they can be regarded as intermediate between the colorless disilver sulfamide Ag_2SA