

Molecular Structure Corporation (1988). *MSC/AFC Diffractometer Control Software*. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.

Mooney-Slater, R. C. L. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 1140–1146.

North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.

Sheldrick, G. M. (1997). *SHELXL97. Program for the Refinement of Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.

Xu, Y., Koh, L. L., An, L. H., Xu, R. R. & Qiu, S. L. (1995). *J. Solid State Chem.* **117**, 373–378.

*Acta Cryst.* (1999). **C55**, 281–282

## Nitrate d'argent et de césium: $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$

FATMA BEN AMOR,<sup>a\*</sup> DALILA HELLALI<sup>b</sup> ET HMIDA ZAMALI<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisie, et <sup>b</sup>Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, Route de Kairouan, 5000 Monastir, Tunisie. E-mail: tahar.jouini@fst.rnu.tn

(Reçu le 6 mai 1998, accepté le 12 octobre 1998)

### Abstract

The structure of silver caesium dinitrate,  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$ , consists of  $\text{NO}_3^-$  layers perpendicular to the [100] direction. The  $\text{Ag}^+$  and  $\text{Cs}^+$  cations are located between the layers, forming  $\text{AgO}_5$  and  $\text{CsO}_{12}$  polyhedra. The  $\text{NO}_3^-$  groups are planar.

### Commentaire

Si les structures de  $\text{AgNO}_3$  (Meyer *et al.*, 1978) et  $\text{CsNO}_3$  (Dean *et al.*, 1985) ont été bien établies, celle du sel double  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$  n'a fait l'objet d'aucune détermination structurale. Seule son existence a été signalée dans les systèmes  $\text{AgNO}_3\text{-CsNO}_3$  (Flor & Sinistri, 1968; Gioia Lobbia & Cingolani, 1975; Hellali *et al.*, 1999) et  $\text{AgNO}_3\text{-CsNO}_3\text{-H}_2\text{O}$  (Khutsistova, 1988). Dans ce travail, la synthèse et l'étude structurale de  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$  sont présentées. La structure de  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$  est constituée de couches  $\text{NIO}_3^-$  et  $\text{N}_2\text{O}_3^-$  alternées perpendiculaires à la direction [100], entre lesquelles se placent les cations  $\text{Ag}^+$  et  $\text{Cs}^+$  (Fig. 1). Les couches  $\text{NIO}_3^-$  sont de plans moyens situés à  $x = 0$  et  $x = 0,5$  et celles de type  $\text{N}_2\text{O}_3^-$  à  $x = 0,25$  et  $x = 0,75$ . Dans la couche  $\text{N}_2\text{O}_3^-$ , deux atomes d'azote sont distants de 3,380 (9) Å. Cette distance est supérieure à celle séparant deux atomes d'azote dans la couche  $\text{NIO}_3^-$  (3,083 Å), mais inférieure à celle séparant N1 de N2 [4,837 (11) Å]. Ces distances encadrent la valeur 3,265 Å trouvée dans  $\text{AgNO}_3$  (Meyer *et al.*,

1978). Les groupements  $\text{NIO}_3^-$  et  $\text{N}_2\text{O}_3^-$  sont plans et s'orientent perpendiculairement l'un par rapport à l'autre [90,0 (4)°]. Chaque cation  $\text{Ag}^+$  est situé au centre d'une pyramide à base carrée d'atomes d'oxygène dont trois proviennent de deux groupements  $\text{N}_2\text{O}_3^-$  [2,317 (8)–2,590 (11) Å] et les deux autres d'un groupement  $\text{NIO}_3^-$  [2,474 (7) Å]. Chaque cation  $\text{Cs}^+$  est environné par douze atomes d'oxygène appartenant respectivement à huit groupements  $\text{NIO}_3^-$  [3,123 (4)–3,716 (7) Å] et à quatre groupements  $\text{N}_2\text{O}_3^-$  [3,100 (7)–3,578 (9) Å]. Les distances  $\text{Ag-O}$  [2,317 (8)–2,590 (11) Å] et  $\text{Cs-O}$  [3,100 (7)–3,716 (7) Å] sont proches de celles rencontrées respectivement dans les composés  $\text{AgNO}_3$  (Meyer & Capponi, 1982) et  $\text{CsNO}_3$  (Pohl & Gross, 1993).

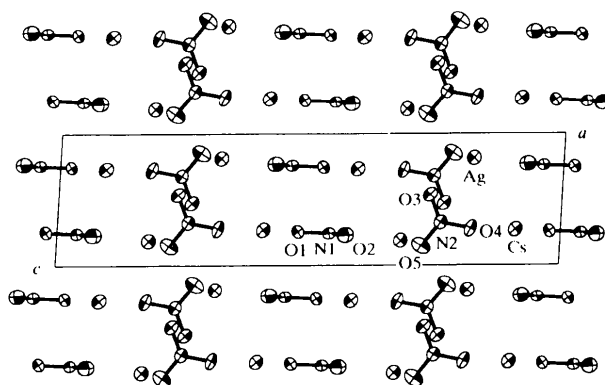


Fig. 1. Projection de la structure de  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$  selon [010]. Les ellipsoïdes d'agitation isotropique ont une probabilité de 50%.

### Partie expérimentale

Les réactifs utilisés sont  $\text{AgNO}_3$  et  $\text{CsNO}_3$  purs (Aldrich: 99,99%) préalablement séchés à 380 K pendant plus de 24 h. Un mélange de  $\text{AgNO}_3$  et  $\text{CsNO}_3$  pris dans le rapport molaire 1:1 et placé dans un creuset en platine a été porté à 620 K. Après fusion, il a été refroidi à 298 K. Il a été ensuite dissous dans l'eau et abandonné à température ambiante pendant plusieurs jours pour laisser apparaître des cristaux de  $\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$ .

#### Données cristallines

$\text{AgCs}(\text{NO}_3)_2$   
 $M_r = 364,80$   
 Monoclinique  
 $C2/m$   
 $a = 20,430 (4) \text{ \AA}$   
 $b = 5,591 (4) \text{ \AA}$   
 $c = 5,2880 (6) \text{ \AA}$   
 $\beta = 93,260 (10)^\circ$   
 $V = 603,0 (5) \text{ \AA}^3$   
 $Z = 4$   
 $D_x = 4,018 \text{ Mg m}^{-3}$   
 $D_m$  pas mesurée

Mo  $K\alpha$  radiation  
 $\lambda = 0,71069 \text{ \AA}$   
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions  
 $\theta = 10,40\text{--}13,89^\circ$   
 $\mu = 9,269 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 293 (2) \text{ K}$   
 Parallélépipède  
 $0,36 \times 0,14 \times 0,14 \text{ mm}$   
 Incolore

## Collection des données

Diffractionmètre CAD-4  $R_{\text{int}} = 0,030$   
 Balayage  $\omega/2\theta$   $\theta_{\text{max}} = 31,09^\circ$   
 Correction d'absorption:  $h = -28 \rightarrow 28$   
 empirique par balayage  $k = -7 \rightarrow 0$   
 $\psi$  (North *et al.*, 1968)  $l = 0 \rightarrow 7$   
 $T_{\text{min}} = 0,69$ ,  $T_{\text{max}} = 0,99$   
 1095 réflexions mesurées 1 réflexion de référence  
 1003 réflexions fréquence: 120 min  
 indépendantes variation d'intensité: 0,0%  
 951 réflexions avec  
 $I > 2\sigma(I)$

## Affinement

Affinement à partir des  $F^2$   $\Delta\rho_{\text{max}} = 1,805 \text{ e } \text{Å}^3$   
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,043$  (près de Cs)  
 $wR(F^2) = 0,129$   $\Delta\rho_{\text{min}} = -1,977 \text{ e } \text{Å}^{-3}$   
 $S = 1,265$  Correction d'extinction:  
 1003 réflexions *SHELXL93* (Sheldrick, 1993)  
 59 paramètres Coefficient d'extinction:  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0620P)^2 + 8,3643P]$  0,077 (5)  
 où  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$  Facteurs de diffusion des  
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,001$  *International Tables for Crystallography* (Vol. C)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents ( $\text{Å}^2$ )
$$U_{\text{eq}} = (1/3)\sum_i \sum_j U^{ij} a^i a^j a_i a_j$$

	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
Ag	0,18055 (4)	0	0,8113 (2)	0,0416 (3)
Cs	0,09010 (3)	1/2	0,2686 (1)	0,0315 (3)
N1	0,0393 (4)	0	0,7576 (13)	0,024 (1)
N2	0,2411 (4)	0	1,3217 (15)	0,028 (1)
O1	-0,0219 (4)	0	0,7449 (13)	0,032 (1)
O2	0,0715 (3)	-0,1929 (11)	0,7686 (9)	0,039 (1)
O3	0,2642 (4)	0	1,5329 (14)	0,034 (1)
O4	0,1805 (4)	0	1,2764 (16)	0,038 (2)
O5	0,2778 (5)	0	1,1476 (18)	0,054 (2)

Tableau 2. Paramètres géométriques ( $\text{Å}$ )

Ag—O3 <sup>i</sup>	2,317 (8)	Cs—O2 <sup>vi</sup>	3,157 (5)
Ag—O4	2,460 (8)	Cs—O2 <sup>vii</sup>	3,194 (5)
Ag—O2	2,474 (7)	Cs—O2 <sup>viii</sup>	3,194 (5)
Ag—O2 <sup>ii</sup>	2,474 (7)	Cs—O4 <sup>xi</sup>	3,349 (4)
Ag—O5	2,590 (11)	Cs—O4 <sup>xii</sup>	3,349 (4)
Cs—O3 <sup>iii</sup>	3,100 (7)	Cs—O5 <sup>xiii</sup>	3,578 (9)
Cs—O1 <sup>iv</sup>	3,123 (4)	Cs—O2 <sup>xiv</sup>	3,716 (7)
Cs—O1 <sup>v</sup>	3,123 (4)	Cs—O2 <sup>xv</sup>	3,716 (7)
Cs—O2 <sup>vi</sup>	3,157 (5)	O3—Ag <sup>xvi</sup>	2,318 (8)

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

La collecte a été effectuée avec la largeur de balayage ( $0,87 + 1,5\text{tg}\theta$ )°. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz-polarisation. La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd (*SHELXS86*; Sheldrick, 1990) puis affinée par la méthode des moindres carrés (*SHELXL93*; Sheldrick, 1993).

Collection des données: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992; Enraf-Nonius, 1994)). Affinement des paramètres de la maille: *CAD-4 EXPRESS*. Réduction des données: *MolEN* (Fair, 1990). Logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *SHELXL93*.

Les auteurs remercient messieurs El Hassan Soumhi, Ahmed Driss et Tahar Jouini du laboratoire de cristallographie, et Mohamed Jemal du laboratoire de thermodynamique chimique, pour leur aide et collaboration.

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: GS1014). Les processus d'accès à ces archives sont donnés au dos de la couverture.

## Références

- Dean, C., Hambley, T. W. & Snow, M. R. (1985). *Acta Cryst.* **C40**, 1512–1515.  
 Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.  
 Enraf-Nonius (1994). *CAD-4 EXPRESS*. Version 5.1/1.2. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.  
 Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.  
 Flor, G. & Sinistri, C. (1968). *Ric. Sci.* **38**, 227–230.  
 Gioia Lobbia, G. & Cingolani, A. (1975). *Ann. Chim.* **65**, 361–367.  
 Hellali, D., Zamali, H., Sebaoun, A. & Jemal, M. (1999). *J. Therm. Anal. Calorim.* *Accepté*.  
 Khutsistova, F. M., Berdyukova, V. A., Popova, T. B., Trufanov, V. N. & Kolomin, L. G. (1988). *Zh. Neorg. Khim.* **33**, 1024–1027.  
 Macíček, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.  
 Meyer, P. & Capponi, J.-J. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2543–2546.  
 Meyer, P., Rimsky, A. & Chevalier, R. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1457–1462.  
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.  
 Pohl, D. & Gross, T. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 316–318.  
 Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.  
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.

*Acta Cryst.* (1999). **C55**, 282–284

Cs<sub>6</sub>Sn<sub>2</sub>Te<sub>6</sub>, a new telluridodistannate(III)

BERND FRIEDE<sup>a</sup> AND MARTIN JANSEN<sup>b</sup>

<sup>a</sup>*Institut für Anorganische Chemie der Universität Bonn, Gerhard-Domagk-Straße 1, 53121 Bonn, Germany*, and <sup>b</sup>*Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstraße 1, 70569 Stuttgart, Germany*. E-mail: hamilton@vsibm.mpi-stuttgart.mpg.de

(Received 8 September 1998; accepted 9 November 1998)

## Abstract

The new compound hexacaesium hexatelluridodistannate(III), Cs<sub>6</sub>Sn<sub>2</sub>Te<sub>6</sub>, has been prepared by reacting a stoichiometric ratio of the elements at 923 K in an evacuated silica-glass tube. The title compound crystallizes as black columns of the K<sub>6</sub>Ge<sub>2</sub>Te<sub>6</sub> type. The structure is composed of isolated distorted Te<sub>6</sub> octahedra, with Sn–Sn dumbbells at the centres. The caesium cations are arranged between the isolated Sn<sub>2</sub>Te<sub>6</sub> octahedra.