

Structure Cristalline du Ditellurure de Diphenyle ($C_{12}H_{10}Te_2$)

PAR G. LLABRES, O. DIDEBERG ET L. DUPONT

*Laboratoire de Cristallographie approfondie et de Physique de l'Etat Solide,
Université de Liège, B-4000 Liège, Belgique*

(Reçu le 21 mars 1972)

The crystal and molecular structure of diphenyl ditelluride $C_{12}H_{10}Te_2$ has been determined by three-dimensional X-ray analysis. Crystals are orthorhombic and belong to the space group $P2_12_12_1$. The unit cell has dimensions $a=27.028$, $b=8.703$, $c=5.221$ Å and contains four molecules. Three-dimensional intensity data were collected with a Hilger four-circle diffractometer. Positional and temperature factor parameters for tellurium and carbon atoms have been refined by Fourier and block-diagonal matrix least-squares methods on 1596 independent reflexions to a final R value of 0.073. The molecule has a non-planar configuration and the planes of the benzene rings are inclined at an angle of 20.1° . The Te–Te bond length is 2.712 Å ($\sigma=0.002$). The average of the observed Te–C bond distances is 2.115 Å ($\sigma=0.016$).

Introduction

La détermination de la structure du ditellurure de diphenyle s'inscrit dans le cadre général d'une étude entreprise sur des molécules formées par deux phényles reliés entre eux par O, S, Se ou Te.

Actuellement, il n'existe que peu de données cristallographiques sur les composés tellurés. Ce travail nous a permis d'obtenir la longueur des liaisons C–Te, Te–Te, et l'angle des liaisons C–Te–Te, avec une bonne précision.

La molécule n'est pas plane et les deux liaisons C–Te définissent avec la liaison Te–Te deux plans. Nous avons déterminé l'angle dièdre entre ces plans, qui est une des principales caractéristiques de ce type de composés. De plus, il était intéressant de comparer ce composé avec le disulfure de diphenyle et le disélénium de diphenyle dont les structures cristallographiques sont connues (Lee & Bryant, 1969; Marsh, 1952).

Partie expérimentale

Le ditellurure de diphenyle a été préparé par J. L. Piette (laboratoire de chimie organique de l'Université de Liège, Service du Professeur Renson). Les cristaux ont été obtenus par refroidissement d'une solution saturée de ditellurure de diphenyle dans l'éther de pétrole 40–60.

Ils se présentent sous forme d'aiguilles allongées suivant l'axe c . Les paramètres de la maille unité ont été calculés par moindres carrés à partir de douze réflexions; la densité a été mesurée à l'aide de la balance de Berman. Les données cristallographiques et physiques sont reprises dans le Tableau 1.

Les intensités ont été enregistrées à l'aide d'un diffractomètre Hilger, les dimensions du cristal utilisé étaient de $0.12 \times 0.16 \times 0.35$ mm. Nous avons mesuré 2796 réflexions indépendantes dont 1200 sont consi-

dérées comme inobservées [$I < 2\sigma(I)$], les principales caractéristiques des mesures sont:

rayonnement du Mo $K\alpha = 0.7107$ Å
 $\theta < 20^\circ$ balayage ω avec 80 pas
 $20^\circ < \theta < 35^\circ$ balayage θ/ω avec 90 pas $\Delta\theta, \Delta\omega = 0.01^\circ$
 temps de mesure du fond continu: 20 sec
 temps de mesure d'un pas: 1 sec
 compteur à scintillation.

Tableau 1. *Données physiques et cristallographiques du ditellurure de diphenyle*

$C_{12}H_{10}Te_2$	$a = 27.028 \pm 0.005$ Å
P.M. 409,41	$b = 8.703 \pm 0.003$
Maille orthorhombique	$c = 5.221 \pm 0.003$
$P2_12_12_1$	$h00 \quad h = 2n + 1$
	$0k0 \quad k = 2n + 1$
	$00l \quad l = 2n + 1$
$V = 1228 \pm 4$ Å ³	
$Z = 4$	
$\rho_c = 2.215$ g.cm ⁻³	
$\rho_m = 2.23 \pm 0.01$ g.cm ⁻³	
$\mu = 48.7$ cm ⁻¹ [$\lambda(Mo K\alpha) = 0.7107$ Å]	
$F(000) = 744$.	

Les corrections de Lorentz et de polarisation ont été effectuées, mais pas celles d'absorption.

Détermination et affinement de la structure

Les coordonnées des atomes de tellure dans la maille ont été obtenues à partir d'une synthèse de Patterson tridimensionnelle.

Ces positions ont été ensuite affinées par moindres carrés jusqu'à une valeur du facteur d'accord $R = [\sum |F_o| - |F_c|]/\sum |F_o|$ égale à 0.17. La synthèse ($F_o - F_c$) a permis de déterminer les positions des atomes de carbone.

Quelques cycles d'affinement avec les facteurs de température isotropes ont fait descendre le facteur R

jusque 0,12. La structure a été ensuite affinée avec des facteurs de température anisotropes suivant l'approximation des blocs diagonaux (3×3 , 6×6), avec les 1596 F_o . La fonction à minimiser $\sum W(|F_o| - |F_c|)^2$ a été pondérée suivant le schéma de Cruickshank (1961),

$W = (a + |F_o| + c F_o^2)^{-1}$ avec $a = 2F_{o\min}$ et $c = 2/F_{o\max}$. Le facteur R final est égal à 0,073.

L'ensemble des calculs a été effectué sur les ordinateurs IBM 360-65 et 360-50 du centre de Calcul de l'Université de Liège au moyen des programmes de

Table 2. Facteurs de structure calculés et observés

L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA
#	0	0	0	2	313	330	0.0	9	213	219	246.97	14	241	241	0.0	14	116	119	270.13	14	116	119	0.0
2	674	763	0	4	213	248	140.00	8	263	287	82.07	10	323	328	180.00	10	105	106	106.00	10	105	106	106.00
4	857	717	186.00	6	186	206	140.00	4	105	105	77.93	4	111	111	66.38	10	157	120	0.0	2	235	267	249.97
6	113	97	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
8	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
10	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
12	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
14	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
16	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
18	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
20	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
22	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
24	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
26	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
28	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
30	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
32	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
34	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
36	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
38	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
40	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
42	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
44	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
46	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
48	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
50	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
52	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
54	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
56	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
58	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
60	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
62	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
64	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
66	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
68	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
70	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
72	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
74	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
76	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
78	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
80	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
82	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
84	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
86	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
88	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
90	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
92	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
94	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
96	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
98	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
100	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
102	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
104	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
106	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	471	472	246.38	10	111	112	24.23
108	151	113	0.0	10	157	157	0.0	10	157	157	19.20	3	120	120	20.71	2	47						

Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966). Les facteurs de diffusion sont ceux calculés par Hanson, Herman, Lea & Skillman (1964).

Les valeurs des facteurs de structure, calculés et observés, sont reprises dans le Tableau 2.

Description de la structure

Les coordonnées atomiques et les paramètres d'agitation thermique sont donnés avec leurs déviations standards dans le Tableau 3.

Tableau 2 (suite)

L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA
■ 17. K	4			■ 1. 183	187	221.39		■ 3. 133	138	197.53		■ 2. 163	157	105.92		■ 2. 112	157	106.98		■ 11. K	*		
■ 2. 213	301	170.18		■ 0. 208	184	180.00		■ 2. 302	308	82.96		■ 3. 307	298	352.53		■ 3. 104	181	61.68		■ 0. 309	326	60.00	
■ 3. 245	213	242.16		■ 1. 260	226	238.79		■ 3. 164	176	264.99		■ 0. 275	659	180.00		■ 2. 264	K	7		■ 1. 96	93	76.09	
■ 4. 18. K	4			■ 2. 105	976	22.47		■ 3. 111	100	270.00		■ 1. 201	172	181.61		■ 0. 271	266	0.0		■ 2. 251	249	142.17	
■ 0. 429	600	100.00		■ 4. 151	184	75.80		■ 1. 261	275	146.19		■ 2. 679	669	189.56		■ 4. 123	57	3.82		■ 1. 141	161	76.77	
■ 1. 541	539	5.28		■ 5. 99	61	255.69		■ 2. 136	120	150.76		■ 3. 162	180	299.40		■ 5. 160	191	165.73		■ 3. 165	161	27.50	
■ 3. 505	526	359.16		■ 7. 165	115	95.78		■ 4. 137	131	121.16		■ 5. 154	180	297.00		■ 0. 186	120	122.88		■ 4. 134	164	256.38	
■ 4. 105	99	23.24		■ 5. 117	99	361.03		■ 6. 144	K	0		■ 1. 110	124	340.60		■ 0. 169	387	180.00		■ 1. 233	241	219.79	
■ 6. 19. K	4			■ 7. 74	K	5		■ 8. 261	K	5		■ 1. 760	756	260.96		■ 1. 536	513	133.93		■ 0. 260	290	270.00	
■ 0. 244	552	50.00		■ 1. 246	254	126.13		■ 0. 289	297	180.00		■ 1. 267	266	0.0		■ 4. 142	117	356.45		■ 1. 206	224	213.70	
■ 3. 392	386	16.36		■ 3. 606	594	73.87		■ 3. 123	125	92.55		■ 3. 255	247	325.71		■ 1. 121	125	313.83		■ 4. 106	85	124.31	
■ 4. 126	333	311.70		■ 5. 243	120	100.00		■ 6. 122	110	66.31		■ 9. 155	110	50.00		■ 0. 157	159	270.00		■ 1. 136	167	123.30	
■ 5. 105	120	230.17		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19		■ 3. 171	193	143.03	
■ 6. 105	99	23.24		■ 7. 74	K	5		■ 8. 261	K	5		■ 1. 760	756	260.96		■ 1. 109	110	66.10		■ 2. 107	107	196.75	
■ 8. 19. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 151	157	0.0		■ 3. 161	178	205.60	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1. 181	187	160.03	
■ 3. 179	180	146.38		■ 4. 122	68	176.45		■ 5. 106	109	47.78		■ 6. 124	107	274.14		■ 1. 131	90	112.44		■ 4. 111	113	127.41	
■ 5. 105	202	233.70		■ 6. 157	120	230.17		■ 7. 104	K	5		■ 1. 156	157	0.0		■ 3. 110	119	144.65					
■ 8. 21. K	4			■ 9. 156	120	230.17		■ 10. 199	204	90.00		■ 1. 127	120	120.00		■ 1. 157	151	134.97		■ 1. 122	129	150.19	
■ 0. 151	341	166.81		■ 1. 236	235	353.68		■ 1. 231	244	242.27		■ 2. 348	551	92.88		■ 3. 177	154	111.70		■ 1.			

Tableau 2 (suite)

L	FO	FL	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA	L	FO	FC	ALPHA					
** 16, K+ 10	1	119	62 15,74	** 16, K+ 11				** 16, K+ 11				0	236	260	0,0	0	269	302	0,0	0	17, K+ 12			0	109	101 176,66	2 113 9 208,64					
2 213	79	225,61	2 213 227,62	1	146	129 159,14	2 156	176 4,90	1	127	88 150,57	1	109	102 227,00	2 156	176 237,16	** 16, K+ 12				0	145	159 0,0	0	145	159 0,0						
** 17, K+ 10	0	125	39 190,00	** 17, K+ 11	4	113	132 333,08	3 114	101 13,21	** 17, K+ 11			0	129	96 270,00	** 16, K+ 12				0	113	75 237,34	** 21, K+ 12				0	113	88 121,19			
1 226	236	174,76	** 16, K+ 11	0	281	303 270,00	1	108	119 155,40	0	205	226 270,00	** 17, K+ 12			0	121	131 180,00	** 16, K+ 12				0	121	126 147,01							
4 152	93	83,75	175 185,70	4	121	82 95,16	3 115	126 173,63	** 16, K+ 11	0	121	131 180,00	** 17, K+ 12			0	120	150 180,79	** 16, K+ 13				0	120	150 180,79							
** 19, K+ 10				** 16, K+ 11				** 16, K+ 11				0	129	126 224,83	** 16, K+ 12				0	127	126 85,18	2 125 116 270,00				0	127	126 85,18				
1 153	201	350,56	** 16, K+ 11	0	255	308 00,00	1	160	210 263,83	0	256	266 270,00	** 16, K+ 11			0	160	166 100,00	** 16, K+ 12				0	160	166 100,00	** 16, K+ 13				0	160	166 100,00
** 20, K+ 10	1	133	126 250,13	2 122	126 137,88	** 16, K+ 11	3 108	100 142,11	** 16, K+ 11	0	207	212 90,00	** 16, K+ 11			0	161	166 101,35	** 16, K+ 12				0	161	166 101,35	** 16, K+ 13				0	161	166 101,35
2 144	170	276,08	** 16, K+ 11	0	236	266 90,00	** 16, K+ 11	3 110	93 340,97	** 16, K+ 11			0	184	221 0,0	** 16, K+ 12				0	137	91 356,93	** 16, K+ 13				0	137	91 356,93			
** 22, K+ 10				2 126	105 37,24	2 126	100 142,11	** 16, K+ 11	4 107	66 259,95	** 16, K+ 11			2 146	91 26,36	2 126	145 180,00	** 16, K+ 12				0	122	116 180,00	0 138 7 0,0				0	122	116 180,00	
2 131	166	86,20	2 121	105 152,24	2 121	105 197,51	** 16, K+ 11	3 150	93 340,97	** 16, K+ 11			0	116	132 270,00	** 16, K+ 12				0	114	132 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00				
** 23, K+ 10				** 16, K+ 11				** 16, K+ 11				** 16, K+ 11			1	107	112 294,00	** 16, K+ 12				0	114	132 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00		
1 167	171	173,56	** 16, K+ 11	1	132	163 33,69	** 16, K+ 11	0	116	132 270,00	** 16, K+ 11			1	107	112 294,00	** 16, K+ 12				0	114	132 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00			
** 26, K+ 10	2	166	185 1,40	5	140	18 283,76	2 126	130 20,68	** 16, K+ 12			** 16, K+ 12			0	114	132 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00	0	140	89 90,00			

Tableau 3. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et paramètres d'agitation thermique ($\times 10^4$) avec les déviations standardsLe facteur d'agitation thermique est égal à $\exp [-(B_{11}h^2 + B_{22}k^2 + B_{33}l^2 + B_{12}hk + B_{13}hl + B_{23}kl)]$.

X	Y	Z	B ₁₁	B ₂₂	B ₃₃	B ₂₃	B ₁₃	B ₁₂	
Te(1)	3364 (0)	1757 (1)	654 (2)	14 (0)	110 (1)	499 (5)	71 (4)	19 (1)	10 (1)
Te(2)	3306 (0)	-767 (1)	3683 (2)	17 (0)	117 (1)	308 (3)	10 (4)	1 (1)	-11 (1)
C(1)	4128 (6)	2008 (17)	407 (32)	20 (3)	77 (16)	364 (58)	-72 (52)	0 (22)	6 (10)
C(2)	4398 (7)	2990 (25)	2107 (41)	21 (3)	165 (29)	422 (76)	-148 (87)	8 (28)	-14 (15)
C(3)	4907 (8)	3269 (24)	1827 (49)	27 (4)	157 (29)	482 (100)	-212 (101)	-7 (30)	-23 (17)
C(4)	5148 (6)	2517 (25)	-186 (57)	14 (2)	188 (29)	737 (126)	162 (118)	-44 (31)	-18 (15)
C(5)	4914 (6)	1587 (29)	-1722 (54)	13 (2)	239 (40)	587 (115)	4 (127)	42 (27)	23 (16)
C(6)	4395 (6)	1297 (21)	-1477 (38)	19 (2)	129 (21)	357 (71)	-221 (72)	-10 (24)	-5 (12)
C(7)	3289 (5)	-2454 (15)	674 (29)	13 (2)	69 (14)	376 (52)	36 (45)	6 (20)	-4 (9)
C(8)	3732 (6)	-3199 (20)	-84 (50)	11 (2)	133 (23)	704 (117)	133 (104)	-6 (26)	-2 (12)
C(9)	3721 (6)	-4264 (20)	-1977 (43)	16 (2)	123 (21)	496 (78)	9 (81)	-33 (24)	14 (12)
C(10)	3269 (6)	-4627 (17)	-3155 (36)	20 (3)	83 (15)	469 (68)	-36 (53)	-48 (25)	-27 (11)
C(11)	2843 (7)	-3925 (25)	-2377 (39)	18 (3)	175 (32)	382 (80)	66 (87)	40 (25)	-32 (15)
C(12)	2353 (5)	-2853 (15)	-405 (38)	10 (2)	82 (16)	472 (76)	13 (57)	25 (20)	-11 (8)

Tableau 4. Longueur des liaisons et déviations standards (en Å)

Liaison	Distance	Déviations
Te(1)-Te(2)	2,712 Å	0,002 Å
Te(1)-C(1)	2,081	0,018
Te(2)-C(7)	2,150	0,015
C(1)-C(2)	1,43	0,03
C(2)-C(3)	1,40	0,03
C(3)-C(4)	1,40	0,03
C(4)-C(5)	1,30	0,03
C(5)-C(6)	1,43	0,03
C(6)-C(1)	1,37	0,02
C(7)-C(8)	1,42	0,02
C(8)-C(9)	1,35	0,03
C(9)-C(10)	1,40	0,02
C(10)-C(11)	1,36	0,03
C(11)-C(12)	1,39	0,03
C(12)-C(7)	1,35	0,02

La Fig. 1 fournit une vue de la molécule selon l'axe *c*, en perspective; chaque atome y est représenté par son ellipsoïde d'agitation thermique à 50% de probabilité (programme ORTEP, Johnson, 1965). La disposition des molécules dans la maille est donnée par la projection (001) (Fig. 2).

Les valeurs des distances et angles de liaison sont reprises dans les Tableaux 4 et 5 ainsi que sur la Fig. 3.

Par la méthode des moindres carrés, nous avons calculé les plans moyens des cycles phényles I et II et les plans moyens formés par les cycles phényles en incluant l'atome de tellure lié au cycle. Les équations

Tableau 5. Angle des liaisons et déviations standards

Angles	
C(1)-Te(1)-Te(2)	100,3°
C(7)-Te(2)-Te(1)	97,4
Te(1)-C(1)-C(2)	122,0
Te(1)-C(1)-C(6)	121,4
Te(2)-C(7)-C(8)	119,9
Te(2)-C(7)-C(12)	119,9
C(1)-C(2)-C(3)	122,5
C(2)-C(3)-C(4)	117,0
C(3)-C(4)-C(5)	121,8
C(4)-C(5)-C(6)	122,0
C(5)-C(6)-C(1)	120,1
C(6)-C(1)-C(2)	116,5
C(7)-C(8)-C(9)	119,9
C(8)-C(9)-C(10)	119,4
C(9)-C(10)-C(11)	120,2
C(10)-C(11)-C(12)	120,3
C(11)-C(12)-C(7)	119,9
C(12)-C(7)-C(8)	120,1

des plans et les écarts aux plans moyens sont donnés dans les Tableaux 6 et 7.

Discussion

Les Tableaux 4 et 5 montrent que les cycles phényles ne sont pas déformés et qu'ils sont plans (Tableaux 6 et 7) dans les limites des déviations standards. Les Tableaux 6 et 7 montrent que l'atome de tellure (2) est contenu dans le plan du cycle phényle II, tandis que l'atome de tellure (1) s'écarte significativement

Tableau 6. *Plans moyens*

Plan	Atomes dans le plan	Equations	χ^2
I	C(1)C(2)C(3)C(4)C(5)C(6)	$-0,1935x + 0,7701y - 0,6078z + 0,9549 = 0$	1,07
II	C(7)C(8)C(9)C(10)C(11)C(12)	$0,1443x + 0,7197y - 0,6791z + 0,5124 = 0$	3,39
III	Te(1)C(1)C(2)C(3)C(4)C(5)C(6)	$-0,1639x + 0,7745y - 0,6110z + 0,5656 = 0$	1836,9
IV	Te(2)C(7)C(8)C(9)C(10)C(11)C(12)	$0,1442x + 0,7179y - 0,6811z + 0,5051 = 0$	19,23

Tableau 7. *Distances des atomes au plan moyen en Å et déviations standards ($\times 10^4$)*

Plan I	Ecart ($\times 10^4$ Å)	D.S. ($\times 10^4$)	Plan III	Ecart ($\times 10^4$ Å)	D.S. ($\times 10^4$)
C(1)	127	160	C(1)	-390	160
C(2)	-99	218	C(2)	-391	218
C(3)	-2	232	C(3)	129	233
C(4)	83	254	C(4)	413	254
C(5)	-53	265	C(5)	80	266
C(6)	-56	192	C(6)	-354	193
			Te(1)	511	12
Plan II			Plan IV		
C(7)	191	143	C(7)	145	143
C(8)	-64	223	C(8)	-90	223
C(9)	-64	201	C(9)	-53	201
C(10)	72	172	C(10)	103	172
C(11)	50	216	C(11)	62	216
C(12)	-185	169	C(12)	-212	169
			Te(2)	45	11

Tableau 8. *Distances intermoléculaires tellure-carbone les plus courtes pour les cycles phényles I et II (en Å)*

Te(3) en position	(0,3306, -0,0767, -0,6316)
Te(4) en position	(0,3364, 1,1757, 0,0655)
Te(5) en position	(0,6694, 0,4232, 0,1316)
Cycle II	Tellure voisin
C(7)	Te(3)
C(8)	Te(3)
C(9)	Te(3)
C(10)	Te(3)
C(11)	Te(3)
C(12)	Te(3)
C(9)	Te(4)
C(10)	Te(4)
C(11)	Te(4)
Cycle I	Tellure voisin
C(1)	Te(3)
C(3)	Te(5)
C(4)	Te(5)

Distance σ

C(7)	3,93 Å	0,01 Å
C(8)	4,05	0,02
C(9)	3,95	0,02
C(10)	3,74	0,02
C(11)	3,65	0,02
C(12)	3,78	0,02
C(9)	3,85	0,02
C(10)	3,73	0,02
C(11)	4,31	0,02
C(1)	4,80 Å	0,015 Å
C(3)	4,90	0,02
C(4)	4,50	0,02

Tableau 9. *Distances intermoléculaires les plus courtes carbone-carbone et tellure-tellure (en Å)*

Te(2)	Te	(0,1636, -0,1757, 0,5655)	4,71 Å	0,002 Å
Te(2)	Te	(0,3364, 0,1757, 1,0655)	4,255	0,002
C(1)	C	(0,3721, 0,5736, -0,1977)	3,64	0,02
C(2)	C	(0,4915, 0,1587, 0,8278)	3,71	0,03
C(2)	C	(0,4395, 0,1297, 0,8524)	3,66	0,03
C(2)	C	(0,3721, 0,5736, -0,1976)	3,69	0,03
C(3)	C	(0,4915, 0,1587, 0,8278)	3,67	0,03
C(4)	C	(0,6278, 0,0736, -0,3023)	3,73	0,03

(c'est-à-dire $> 3\sigma$) du plan du cycle phényle I [l'angle Te(2)-C(7)-C(10) est de 179,6 ($\sigma=0,8$)° tandis que l'angle Te(1)-C(1)-C(4) est de 175,8 ($\sigma=0,9$)°].

Nous avons effectué le même calcul pour le disulfure de diphenyle (Lee & Bryant, 1969). Dans ce composé, la situation est similaire: nous obtenons un écart significatif au plan moyen du cycle phényle pour un des atomes de soufre.

Les distances intermoléculaires les plus courtes carbone-tellure sont reprises dans le Tableau 8. On constate une grande différence d'environnement entre les deux cycles phényles. En effet, si nous admettons comme rayon de van der Waals pour l'atome de tellure 2,20 Å et 1,70 Å pour la demi épaisseur du cycle phényle (Pauling, 1960), il apparaît que seuls les atomes du cycle II sont proches des atomes de tellure. Le cycle II se dispose presque tangentielle au tellure en position (0,3306, -0,0767, -0,6316).

Le Tableau 9 reprend les distances intermoléculaires les plus courtes entre atomes de carbone et entre atomes de tellure. Aucune distance carbone-carbone n'est inférieure à 3,60 Å. La cohésion cristalline serait principalement due à des contacts carbone-tellure et tellure-tellure. Les deux longueurs des liaisons carbone-

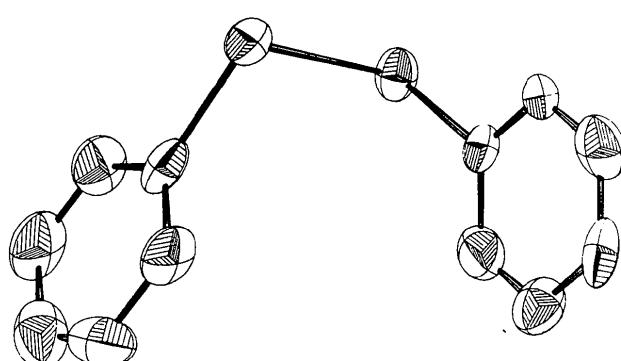


Fig. 1. Configuration de la molécule de ditellurure de diphenyle.

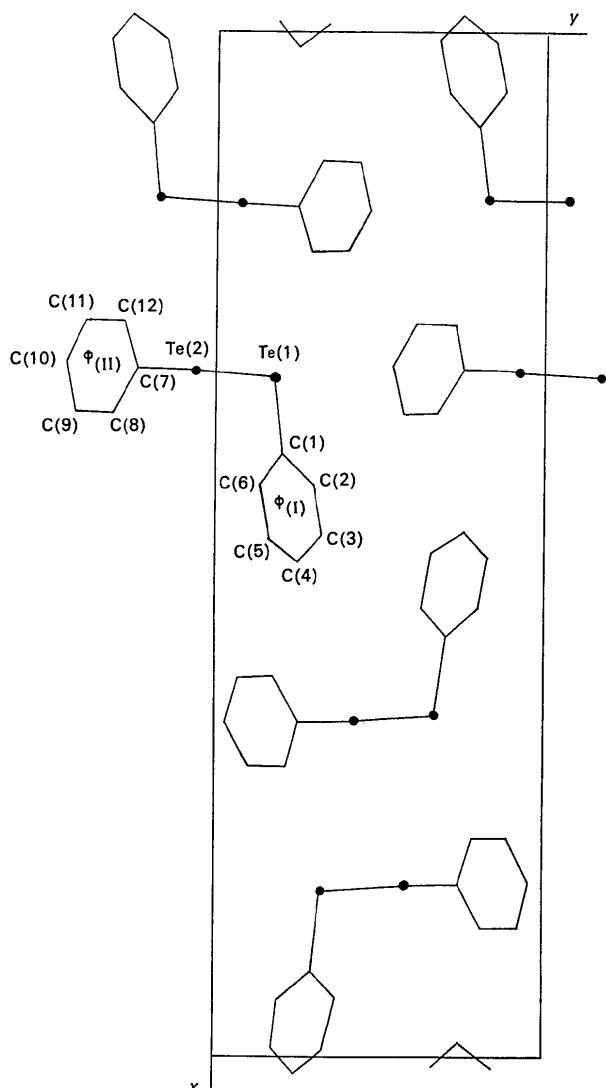


Fig. 2. Projection selon (001) de la structure.

tellure présentent entre elles un écart significatif $C(1)-Te(1)=2,081$ ($\sigma=0,018$) et $C(7)-Te(2)=2,150$ Å ($\sigma=0,015$): cependant, vis-à-vis de la valeur moyenne 2,115 Å ($\sigma=0,016$) l'écart n'est plus significatif. Cette valeur moyenne est plus grande que la longueur de liaison donnée par Blackmore & Abrahams (1955) dans le tellurure di-*p*-tolyle ($2,05 \pm 0,05$ Å).

La comparaison de nos résultats avec ceux de Kruse, Marsh & McCullough (1957) dans le ditellure *p*-dichlorodiphényle conduit aux considérations suivantes: la substitution en *para* par des atomes de chlore change considérablement la géométrie et l'arrangement moléculaire. Les deux différences les plus marquantes sont: les modifications de l'angle de liaison du tellure et de l'angle dièdre. Le ditellure de diphényle possède un angle de liaison de 98,8 ($\sigma=0,4$)° et un angle dièdre de 88,55°, le ditellure *p*-dichlorodiphényle, un angle de liaison de 94 ± 1 ° et un angle dièdre de 72°.

Comparaison entre disulfure, diselenure et ditellurure de diphenyle

Le Tableau 10 fait apparaître plusieurs similitudes entre les trois composés envisagés. Cependant, le ditellurure de diphenyle n'est pas isotype des deux autres.

Nous nous bornerons à formuler trois remarques concernant ce tableau.

1. La longueur de la liaison X-X est, dans les trois composés, inférieure de manière significative à la liaison simple covalente de Pauling (1960).

2. Pour le composé telluré, l'angle dièdre et l'angle des liaisons C-Te-Te se rapprochent sensiblement de 90°.

3. Les éléments de la famille VI possèdent un doublet libre sur une orbitale p . L'orientation des cycles phényles vis-à-vis de l'axe de cette orbitale p varie considérablement lorsque l'on passe du soufre ou du sélénium au tellure. Dans les composés sulfuré et sélénié, les normales aux cycles phényles sont presque parallèles à l'axe de l'orbitale p ($\Phi_s = 9^\circ$; $\Phi_{se} = 13^\circ$). Par con-

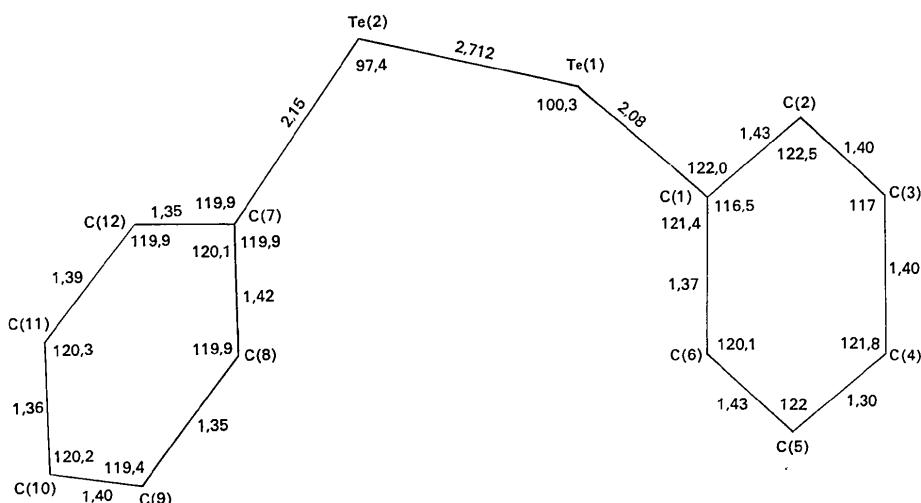


Fig. 3. Distances et angles de liaison.

Tableau 10. Résumé de quelques données cristallographiques sur le disulfure, diséléniure et ditellurure de diphenyle
(X=S, Se ou Te).

	C ₁₂ H ₁₀ S ₂	C ₁₂ H ₁₀ Se ₂	C ₁₂ H ₁₀ Te ₂
Maille	Orthorhombe <i>a</i> =23,78 Å <i>b</i> = 8,13 <i>c</i> = 5,64 <i>P</i> 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	Orthorhombe <i>a</i> =23,70 Å <i>b</i> = 8,255 <i>c</i> = 5,645 <i>P</i> 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	Orthorhombe <i>a</i> =27,028 Å <i>b</i> = 8,703 <i>c</i> = 5,221 <i>P</i> 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁
Liaison X-X	2,03 ($\sigma=0,005$) Å	2,29 \pm 0,01 Å	2,712 ($\sigma=0,002$) Å
Liaison X-X simple - Pauling (1960)	2,08	2,34	2,74
Liaison C-X moyenne	1,80 \pm 0,01	1,93 \pm 0,05	2,115 ($\sigma=0,016$)
Liaison C-X simple - Pauling (1960)	1,81	1,94	2,14
Angle C-X-X	106,15 ($\sigma=0,4$)°	106,05 \pm 2,0°	98,8 ($\sigma=0,4$)°
Angle dièdre	96,2	97,1 \pm 3,0	88,5
Angle entre les normales aux cycles	77,3	79,45	20,1
Angle moyen entre l'axe de l'orbitale <i>p</i> et l'axe du cycle phényle	9	13,05	91,35

tre, pour le tellure, les normales aux cycles phényles sont pratiquement perpendiculaires à l'axe de l'orbitale *p* ($\Phi_{Te}=91,35$ °).

En terminant ce travail, il nous est agréable de remercier MM les Professeurs H. Brasseur et J. Tousaint de l'Université de Liège pour l'aide et les conseils qu'ils nous ont prodigués.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). N.R.C. Crystallographic programs for the IBM/360 system, Division of Pure Physics and Pure Chemistry, National Research Council, Ottawa, Canada.
- BLACKMORE, W. R. & ABRAHAMS, S. C. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 317.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*. Edited by PEPINSKY, R., ROBERTSON, J. M. & SPEAKMAN, J. C. Oxford: Pergamon Press.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 104.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP, ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- KRUSE, F. M., MARSH, R. E. & McCULLOUGH, J. D. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 201.
- LEE, J. D. & BRYANT, M. W. R. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 2094.
- MARSH, R. E. (1952). *Acta Cryst.* **5**, 458.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*. 3rd ed. Ithaca: Cornell Univ. Press.