

the *c* axis (Fig. 2).

The authors are grateful to Dr Sankarananda Guha for help in the computation carried out on the CDC 3600 computer at TIFR, Bombay, and to Dr R. K. Sen for several stimulating discussions.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 2299–2300

L'Iodure de Zinc-Pyridine (1 : 2)

PAR J. F. LE QUERLER, M. M. BOREL ET A. LECLAIRE

Laboratoire de Cristallographie et Chimie du Solide associé au CNRS n° 251, Laboratoires de Chimie Minérale B et de Cristallographie-Minéralogie, UER des Sciences, Université de Caen, 14032 Caen Cédex, France

(Reçu le 18 février 1977, accepté le 11 mars 1977)

Abstract. $\text{ZnI}_2 \cdot 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, monoclinic, $P2_1/c$, $Z = 4$, $a = 9.316$ (7), $b = 18.034$ (9), $c = 8.801$ (7) Å, $\beta = 100.8$ (1)°, $V = 1452$ Å³, $D_c = 2.18$, $D_o = 2.18$ (2) g cm⁻³, $\mu_1(\text{Mo K}\alpha) = 27.5$ cm⁻¹. The zinc atom is tetrahedrally coordinated.

Introduction. Dans le cadre de l'étude thermo-chimique des composés d'addition des halogénures de zinc, cadmium et mercure avec quelques amines, un certain nombre de résultats ont été obtenus (Le Querler, 1975).

Peu de données structurales ont été publiées sur ces composés. Avec les amines aliphatiques, la mauvaise qualité des cristaux que nous avons obtenus n'a pas permis d'entreprendre des déterminations de structure. Par contre, pour les composés d'addition avec les amines aromatiques, des études de structure ont déjà fait l'objet de publications.

Des cristaux sont obtenus en laissant évaporer à température ambiante la solution obtenue par action de la pyridine sur l'iodure de zinc. Ces cristaux sont en forme d'aiguilles de formule $\text{ZnI}_2 \cdot 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, en accord avec l'analyse chimique.

Les diagrammes de Bragg, Weissenberg et Buerger ont permis de déterminer le groupe de symétrie et les valeurs approchées des paramètres cristallins que nous avons précisées à l'aide du diffractomètre.

Les intensités diffractées ont été collectées à l'aide d'un diffractomètre automatique CAD-4 Enraf-Nonius avec le rayonnement $K\alpha$ du molybdène ($\lambda = 0,71069$ Å) fourni par un monochromateur à lame de graphite. Les mesures ont été faites jusqu'à l'angle de Bragg $\theta = 30^\circ$. La mesure de trois réflexions de contrôle toutes les heures a montré qu'il n'y avait aucune décomposition du cristal sous les rayons X. Les réflexions ont été corrigées des phénomènes de Lorentz et de polarisation mais nous n'avons pas fait de correction d'absorption ($\mu_r = 0,5$). Sur 1720 réflexions, seules 1120 satisfaisant

References

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 SEKIZAKI, M. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 327–331.
 SEKIZAKI, M., MARUMO, F., YAMASAKI, K. & SAITO, Y. (1971). *Bull. Chem. Soc. Japan*, **44**, 1731–1734.

au test $I > 4\sigma(I)$ ont été utilisées pour résoudre et affiner la structure.

Par les méthodes directes de Germain, Main & Woolfson (1971), nous avons trouvé les coordonnées des atomes de zinc et d'iode. La méthode de l'atome lourd a permis de localiser les deux atomes d'azote. Dans le reste de la maille cristalline, la densité électronique peu contrastée, n'a pas permis de localiser les autres atomes.

Entretemps, une détermination précise de la structure de $\text{ZnCl}_2 \cdot 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ a été publiée (Steffen & Palenik, 1976). Les paramètres des deux composés étant voisins ainsi que les coordonnées des atomes de zinc et d'halogène, nous avons utilisé les coordonnées des atomes du composé $\text{ZnCl}_2 \cdot 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ pour affiner la structure de $\text{ZnI}_2 \cdot 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$.

Après cinq cycles d'affinement avec des facteurs de température isotropes, nous avons obtenu $R = 0,077$ et $R_w = 0,082$.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques* ($\times 10^4$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
Zn	7793 (2)	1124 (1)	1996 (2)
I(1)	6472 (1)	28 (1)	2951 (1)
I(2)	9963 (1)	1727 (1)	3764 (1)
N(1)	8397 (14)	824 (7)	-37 (15)
C(1)	7621 (18)	293 (10)	-943 (19)
C(2)	7957 (22)	102 (12)	-2404 (22)
C(3)	9099 (19)	430 (8)	-2862 (18)
C(4)	9931 (21)	971 (11)	-1953 (22)
C(5)	9539 (18)	1162 (9)	-517 (19)
N(2)	6269 (11)	1931 (7)	1190 (14)
C(6)	4944 (17)	1758 (9)	547 (27)
C(7)	3866 (20)	2300 (15)	-26 (42)
C(8)	4259 (24)	3008 (12)	46 (31)
C(9)	5618 (23)	3199 (11)	686 (27)
C(10)	6643 (19)	2643 (9)	1257 (23)

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles (°)

Zn-I(1)	2,553 (2)	I(1)-Zn-I(2)	120,32 (8)
Zn-I(2)	2,551 (2)	N(1)-Zn-N(2)	99,8 (5)
Zn-N(1)	2,05 (1)	I(1)-Zn-N(1)	108,2 (4)
Zn-N(2)	2,06 (1)	N(1)-Zn-I(2)	109,2 (4)
N(1)-C(1)	1,36 (2)	I(2)-Zn-N(2)	108,9 (3)
C(1)-C(2)	1,42 (3)	N(2)-Zn-I(1)	108,4 (3)
C(2)-C(3)	1,34 (3)	C(5)-N(1)-C(1)	119 (1,5)
C(3)-C(4)	1,40 (3)	N(1)-C(1)-C(2)	121 (1,5)
C(4)-C(5)	1,42 (3)	C(1)-C(2)-C(3)	119 (1,5)
C(5)-N(1)	1,36 (2)	C(2)-C(3)-C(4)	121 (1,5)
N(2)-C(6)	1,30 (2)	C(3)-C(4)-C(5)	118 (1,5)
C(6)-C(7)	1,42 (3)	C(4)-C(5)-N(1)	121 (1,5)
C(7)-C(8)	1,33 (3)	C(10)-N(2)-C(6)	118 (1,5)
C(8)-C(9)	1,33 (3)	N(2)-C(6)-C(7)	123 (1,5)
C(9)-C(10)	1,41 (3)	C(6)-C(7)-C(8)	118 (1,5)
C(10)-N(2)	1,33 (2)	C(7)-C(8)-C(9)	120 (1,5)
		C(8)-C(9)-C(10)	119 (1,5)
		C(9)-C(10)-N(2)	121 (1,5)

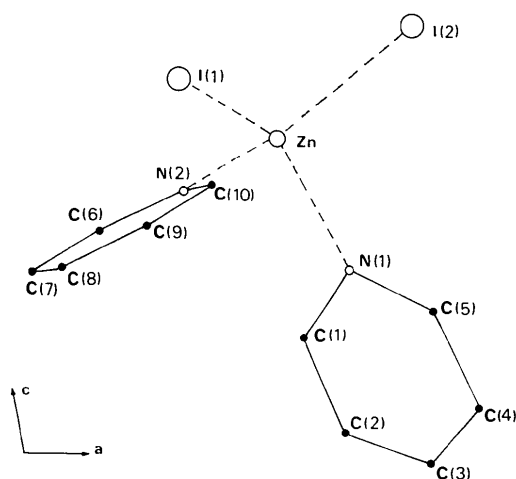


Fig. 1. Projection de la structure selon b.

Les valeurs des coefficients d'agitation thermique isotropes indiquent une agitation des cycles de pyridine.

L'affinement des coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique anisotropes conduisent aux facteurs $R = \Sigma |F_o| - |F_c| / \Sigma |F_o| = 0,035$ et $R_w = [\Sigma w(|F_o| - |F_c|) / \Sigma w|F_o|^2]^{1/2} = 0,040$. Les facteurs de diffusion atomique pour Zn^{2+} , I^- , N et C sont ceux de Cromer & Waber (1965). Nous avons tenu compte de la dispersion anormale pour le zinc et l'iode (Cromer, 1965).

Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1.*

* 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 32552; 6 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Discussion. Une projection de la structure suivant la direction [010] est donnée sur la Fig. 1. Les distances interatomiques et les angles calculés à partir des paramètres finals figurent dans le Tableau 2.

L'atome de zinc est approximativement au centre d'un tétraèdre dont les sommets sont les deux atomes d'iode et les deux atomes d'azote des molécules de pyridine.

Les atomes des molécules de pyridine ne s'écartent pas de manière significative de leurs plans moyens respectifs d'équation

$$(I) -0,6163x + 0,7085y - 0,3438z + 3,1618 = 0$$

$$(II) -0,2624x + 0,0666y + 0,9627z + 1,3443 = 0.$$

Ces plans sont presque perpendiculaires au plan moyen Zn, N(1), N(2), C(3), C(8) d'équation

$$(III) -0,7446x + 0,6675y + 0,0002z - 6,2125 = 0.$$

En effet, les valeurs des angles entre ces plans sont: (I)-(III) = 89,20 et (II)-(III) = 98,67°. Ces valeurs diffèrent sensiblement de celles trouvées pour $ZnCl_2 \cdot 2C_5H_5N$: (I)-(III) = 86,06 et (II)-(III) = 69,46°.

La valeur élevée de l'angle I(1)-Zn-I(2) (120,32°) est similaire de celles publiées pour des structures voisines: $ZnCl_2 \cdot 2C_5H_5N$ (121,0°); dichloro (diméthyl-2,9 phénanthroline-1,10) zinc(II) (121,2°) (Preston & Kennard, 1967); dichloro bis-(méthyl-1 tétrazole) zinc(II) (118,4°) (Baenziger & Schultz, 1971); et $ZnCl_2 \cdot 4CH_3C_5H_4N$ (121,8°) (Lynton & Sears, 1971).

Quant aux distances des liaisons Zn-N, elles correspondent à la valeur de celles publiées pour des structures de complexes tétraédriques du zinc (1,99 à 2,10 Å) (Baenziger & Schultz, 1971), et sont identiques à celles obtenues par Steffen & Palenik (1976) dans le cas de $ZnCl_2 \cdot 2C_5H_5N$, qui valent en effet 2,046 (5) et 2,052 (6) Å.

Références

- BAENZIGER, N. G. & SCHULTZ, R. J. (1971). *Inorg. Chem.* **10**, 661-666.
- CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17-23.
- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104-109.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368-376.
- LE QUERLER, J. F. (1975). Thèse, Caen.
- LYNTON, H. & SEARS, M. C. (1971). *Canad. J. Chem.* **49**, 3418-3424.
- PRESTON, H. S. & KENNARD, C. H. L. (1967). *Chem. Commun.* p. 708.
- STEFFEN, W. L. & PALENIK, G. L. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 298-300.