

mation, the molecule can be considered as a strip twisted somewhere between N(13)–C(4) and N(14)–C(1). Quantitatively the situation can be described with an orthonormal reference frame $\{T, N, B\}$, as is shown in Fig. 2. Then each plane can be described by its normal, giving the alternative parameters $(\tau, \theta)(\varphi, \kappa)$. The results are given in Table 2.

A short intermolecular contact of 2.47 Å has been found between O(17) and H(4a) [O(17)···C(4) = 3.356 (2) Å and O(17)···H(4a)–C(4) = 159 (2)°].

We are very grateful to Professor M. Lora-Tamayo and his co-workers for suggesting the problem and supplying the material. We thank the Centro de Proceso de Datos del Ministerio de Educación y Ciencia (Madrid) for the use of the 1108 Univac computer. Most computations were performed with the XRAY system (Stewart, Kundell & Baldwin, 1970).

References

- ABRAHAMS, S. C. & KEVE, E. T. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 157–165.
 CANO, F. H., FOCES-FOCES, C. & GARCÍA-BLANCO, S. (1977). *Tetrahedron*, **33**, 797–802.
 FOCES-FOCES, C., CANO, F. H. & GARCÍA-BLANCO, S. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3521–3524.
International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
 MAIN, P., WOOLFSON, M. M., LESSINGER, L., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1974). *MULTAN 74. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
 STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1970). The XRAY 70 system. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 WINKLER, F. K. & DUNITZ, J. D. (1971). *J. Mol. Biol.* **59**, 169–182.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 3959–3961

Berylliumtellurat Be₄TeO₇

VON MARTIN TRÖMEL

*Institut für Anorganische Chemie der Johann Wolfgang Goethe-Universität, Niederurseler Hang,
 D 6000 Frankfurt/Main 50, Bundesrepublik Deutschland*

UND JOSEF MAETZ UND MANFRED MÜLLNER

*Institut für Kernphysik der Johann Wolfgang Goethe-Universität, August-Euler-Strasse 6,
 D 6000 Frankfurt/Main, Bundesrepublik Deutschland*

(Eingegangen am 27. Dezember 1976; angenommen am 8. August 1977)

Abstract. Powder samples of Be₄TeO₇ have been obtained by solid-state reaction of BeO with TeO₂ in the presence of air at 690–800°C. X-ray and neutron powder diffraction data indicate a face-centred cubic lattice with $a = 7.5770(4)$ Å, $Z = 4$, $D_c = 4.208(2)$, $D_x = 4.18(2)$ g cm⁻³. A structure model, space group *F43m*, containing regular octahedral TeO₆ groups ($d_{\text{Te-O}} = 1.919$ Å), tetrahedrally coordinated Be atoms ($d_{\text{Be-O}} = 1.614$ and 1.636 Å), and O atoms, which are tetrahedrally coordinated by Be, has been refined by neutron diffraction profile analysis to $R = 0.042$ on intensity values. In this model, TeO₆ and Be₄O groups are arranged like the Zn and S atoms in the sphalerite structure.

Einleitung. Zur Präparation von Be₄TeO₇ wurden Mischungen von Berylliumoxid, reinst (Merck), und TeO₂ (99,7%, Th. Schuchardt), die einen TeO₂-Überschuss von ca 10% aufwiesen, fein verrieben und

3d in einer Platinschale in einem langsamen Luftstrom bei 690–700°C erhitzt. Danach wurde neu verrieben und 10–14d bei 800°C erhitzt. Das erhaltene gelblichweiße Pulver zersetzt sich bei Temperaturen über ca 850°C, wobei BeO zurückbleibt. Versuche zur Darstellung von Einkristallen blieben bisher erfolglos. BeO und TeO₂ setzen sich ausreichend schnell erst nahe 700°C um, wobei TeO₂ schon merklich flüchtig ist. Alle untersuchten Proben enthielten – hauptsächlich im Neutronenbeugungsdiagramm erkennbar – noch geringe Mengen der Ausgangssubstanzen. Daher erlaubten die Analysenwerte keinen Schluss auf die Zusammensetzung der Verbindung, die sich endgültig erst aus der Auswertung der Beugungsdaten ergab.

Röntgen-Pulveraufnahmen wurden mit einem Siemens-Pulverdiffraktometer bzw. mit einer Huber-Zählrohr-Guinierkamera (mit Ni gefilterte bzw. an Quarzmonochromatisierte Cu-K α -Strahlung, $\lambda = 1,54051$ Å) ausgeführt. Die Gitterkonstante wurde

durch Aufnahmen im Rückstrahlbereich bestimmt (26°C , Eichung mit 99,991% Silicium). Röntgen-Reflexintensitäten wurden im Bereich bis $2\theta = 155^\circ$ mit dem Diffraktometer in Schritten von $0,05^\circ$ punktwise gemessen und nach Korrektur des linear interpolierten Untergrundes numerisch integriert.

Neutronenbeugungsaufnahmen zweier Proben wurden mit dem Pulverdiffraktometer D3 des Instituts für Kernphysik, Frankfurt, am Forschungsreaktor FR2 in Karlsruhe ausgeführt. Dabei wurden zylindrische Probenbehälter (Durchmesser 20 mm, Höhe 90 mm) aus 0,1 mm starkem Vanadiumblech benutzt. Die Wellenlänge der Neutronen betrug $\lambda = 1,0150(4) \text{ \AA}$. Als Monochromator diente ein Kupfer-Einkristall in 311-Transmissionsstellung. Die Beugungsintensität wurde mit fünf ^3He -Zählrohren im Winkelabstand von $2,5^\circ$ gleichzeitig gemessen und im Messbereich von $5\text{--}106^\circ$ (2θ) in Schritten von $0,1^\circ$ punktwise registriert und aufsummiert.

Durch kombinierte Auswertung der Röntgen- und Neutronenbeugungsdaten erhielten wir ein Strukturmodell, dessen Interferenzbild mit den experimentell ermittelten Werten gut übereinstimmte. Für diese Auswertungen wurden die Atomformfaktoren der ungeladenen Atome bzw. die Streulängen den *International Tables for X-ray Crystallography* (1974) entnommen. Zur Berechnung der Reflexintensitäten diente ein eigenes Rechenprogramm, das die Berechnung der Strukturformfaktoren sowie von Lorentz-, Polarisations- und Flächenhäufigkeitsfaktoren bei vorgegebenen Indizes und Strukturparametern umfasste

und eine Variation der letzteren ermöglichte. Als abschliessende Auswertung der Neutronenbeugungsdaten wurde eine Profilverfeinerung mit der Fortran-Version des Rechenprogramms von Rietveld (1969) ausgeführt, das die Anpassung der Strukturparameter an den gesamten Intensitätsverlauf im Pulverdiagramm nach der Methode der Kleinsten Quadrate ermöglicht. Die sehr schwach erkennbaren Beugungsprofile von BeO und TeO_2 wurden von den gemessenen Intensitäten abgezogen. Da das Rechenprogramm nur den Intensitätsverlauf in der Nähe vorgegebener Reflexlagen berücksichtigt, blieben zwei schwache Reflexe bei $14,25$ bzw. $42,70^\circ$ ohne weitere Korrektur ausser Betracht. Eine Korrektur für die Absorption in den zylindrischen Proben wurde mit einer Schüttdichte von $2,05 \text{ g cm}^{-3}$ ausgeführt ($\mu = 0,014$). Als Reflexprofile wurden Gauss-Kurven angenommen, deren Halbwertsbreiten H gemäss $H^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W$ als Funktion des Beugungswinkels dargestellt sind. Die Halbwertsbreitparameter U , V und W wurden als

Tabelle 1. Atomparameter

Standardabweichungen für die letzte Stelle in Klammern.

Atom	Lage	Punkt-symmetrie	x	y	z	B (\AA^2)
Te	4(a)	43m	0	0	0	0,15 (10)
Bc	16(e)	3m	0,6270 (3)	x	x	0,38 (3)
O(1)	24(f)	mm	0,2532 (6)	0	0	0,46 (3)
O(2)	4(d)	43m	0,75	0,75	0,75	0,36 (12)

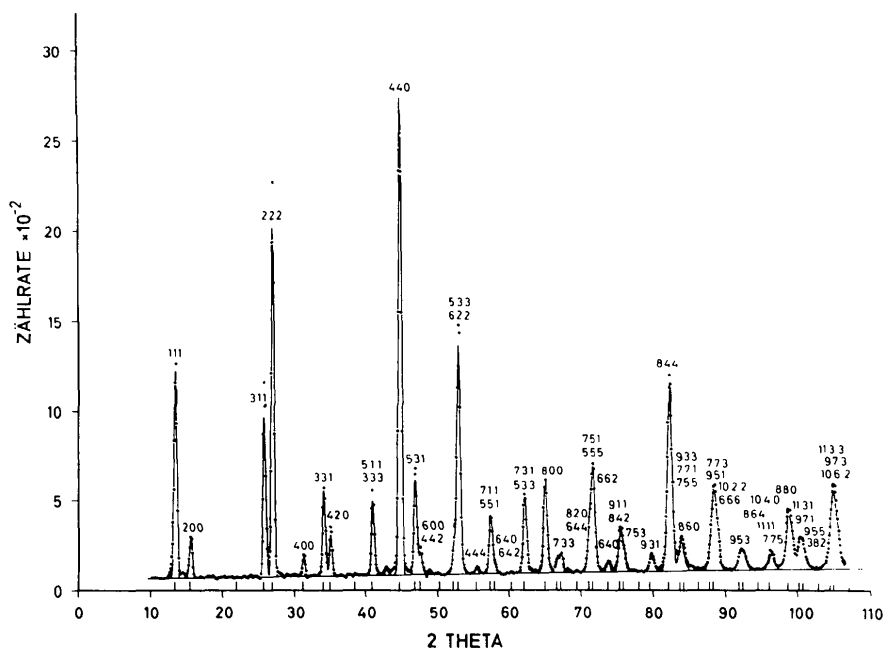


Fig. 1. Neutronenbeugungsprofil von Be_4TeO_7 , Messwerte als Punkte, berechnetes Profil bzw. Untergrundverlauf als Kurven gezeichnet. Die berechneten Reflexlagen sind über der Winkelskala eingetragen.

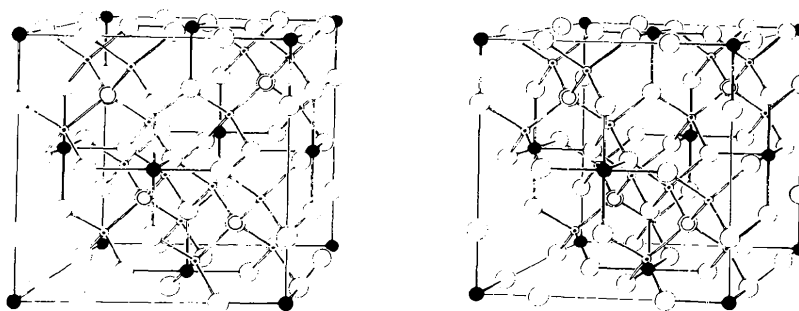


Fig. 2. Stereoskopische Abbildung der Elementarzelle von Be_4TeO_7 . $\circ = \text{Be}$, $\bullet = \text{Te}$, $\circ = \text{O}(1)$, $\bullet = \text{O}(2)$.

Tabelle 2. *Atomabstände* (Å) *und Bindungswinkel* (°)

Te—O(1)	1,919 (5)	Te—O(1)—Be	123,7 (2)
Be—O(1)	1,636 (3)	O(1)—Be—O(1')	107,9 (2)
Be—O(2)	1,614 (2)	O(1)—Be—O(2)	111,0 (2)
O(1)—O(2)	2,6790 (1)	Be—O(1)—Be'	112,6 (3)
O(1)—O(1')	2,645 (5)	Be—O(2)—Be''	109,5
O(1)—O(1'')	2,713 (5)		

unabhängige Variable verfeinert. Es resultierte $U = 1,01$ (5), $V = -0,45$ (4) und $W = 0,235$ (9) in Übereinstimmung mit der Auflösungsfunktion anderer Substanzen bei gleichen experimentellen Bedingungen. Bei der Rechnung wurden gleichzeitig frei variiert: Ortsparameter, isotrope Temperaturfaktoren, die Gitterkonstante, eine Nullpunktkorrektur für die Reflexlagen sowie die Halbwertsbreitparameter. In den letzten Zyklen der Rechnung waren die Parameteränderungen kleiner als 1% der Standardabweichungen. Die abschliessende Rechnung ergab $R = \sum |I_c - I_o| / \sum I_o = 0,042$. Mit den gleichen Parametern (Tabelle 1) führten die Röntgenbeugungsdaten auf $R = 0,098$.* Fig. 1 zeigt den Vergleich zwischen gemessenem und berechnetem Neutronenbeugungsprofil.

Diskussion. Be_4TeO_7 ist kristallchemisch von Interesse wegen seiner Zusammensetzung, die unter den Telluraten(VI) zweiwertiger Metalle bisher kein Gegenstück hat. Tellur(VI) ist hier, wie auch sonst, oktaedrisch von Sauerstoffatomen O(1) koordiniert (Fig. 2). Weitere, nicht an Tellur gebundene Sauerstoffatome

O(2) bilden mit vier Berylliumatomen regulär tetraedrische Be_4O -Gruppen. Die Struktur kann vom Zinkblendetyp abgeleitet werden, indem die TeO_6 - und Be_4O -Gruppen die beiden Atomarten Zn und S ersetzen. Für Beryllium ergibt sich eine tetraedrische Koordination. Die Sauerstoffatome O(1) sind planar von einem Tellur und zwei Beryllium umgeben. Mit elektrostatischen Valenzstärken von 1 für Tellur und $\frac{1}{2}$ für Beryllium erfüllen alle Sauerstoffatome streng die zweite Pauling'sche Regel für den lokalen Ladungsausgleich.

Die Sauerstoffanordnung der verhältnismässig lockeren Struktur entspricht einer nur zu $\frac{7}{8}$ besetzten kubisch-dichtesten Kugelpackung mit einem mittleren Sauerstoffabstand von 2,679 Å, in der die von Tellur besetzten Oktaederlücken um ca 1% aufgeweitet sind. Der Te—O-Abstand stimmt mit den besten, in höhersymmetrischer Koordination bestimmten Werten (1,912 bzw. 1,914 Å in Mg_3TeO_6 , Schulz & Bayer, 1971) gut überein (vgl. Tabelle 2). Auch die Übereinstimmung mit den Ionenradiensummen nach Shannon (1976) ist befriedigend. Die berechneten Abstände betragen: Te—O(1) 1,92, Be—O(1) 1,63 und Be—O(2) 1,65 Å.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, dem Verband der Chemischen Industrie und der Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe, für die Förderung dieser Untersuchung sowie dem Hochschulrechenzentrum der Universität Frankfurt für Rechenzeit an der Univac 1108.

Literatur

- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV, S. 72–86 und S. 270. Birmingham: Kynoch Press.
 RIETVELD, H. M. (1969). *J. Appl. Cryst.* **2**, 65–71.
 SCHULZ, H. & BAYER, G. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 815–821.
 SHANNON, R. D. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 751–767.

* Eine Liste der Röntgen- und Neutronenbeugungsintensitäten ist bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32939; 2 pp.) hinterlegt. Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.