

Structure Cristalline de l'Oxyfluorure de Tantale et de Potassium, $K_2Ta_4F_4O_9$

PAR A. BOUKHARI, J. P. CHAMINADE, M. VLASSE ET M. POUCHARD

Laboratoire de Chimie du Solide du CNRS, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence CEDEX, France

(Reçu le 28 novembre 1978, accepté le 18 mai 1979)

Abstract

$K_2Ta_4F_4O_9$ has hexagonal symmetry with the parameters $a = 15.936$ (8) and $c = 3.892$ (5) Å. The space group is $P6$ and the unit cell contains three formula units; $d_m = 5.90$ (5), $d_x = 5.91$ Mg m⁻³. The structure was refined to a final $R = 0.045$ with 1077 reflections. The lattice is made up of $[Ta_{12}X_{54}]$ blocks, similar to those found in the hexagonal tungsten bronzes, linked together in the (001) plane by common corners. This arrangement creates large infinite tunnels containing the K atoms.

Introduction

Dans le cadre de l'étude du système pseudo-quaternaire A^I-B^V-O-F ($A = Li, Na, K, Ag$; $B = Nb, Ta$) entreprise au laboratoire, de nombreuses phases ont été isolées (Vlasse, Chaminade & Pouchard, 1973, 1976; Chaminade, Vlasse, Pouchard & Hagenmuller, 1974; Chaminade, 1974; Vlasse, Chaminade, Massies & Pouchard, 1975; Vlasse, Chaminade, Saux & Pouchard, 1977; Vlasse, Boukhari, Chaminade & Pouchard, 1979).

C'est ainsi que la phase $K_2Ta_4F_4O_9$, a été mise en évidence dans le système $K-Ta-O-F$ (Chaminade, Vlasse, Pouchard & Hagenmuller, 1974). Elle a été préparée sous forme monocristalline dans un flux de KCl, sa structure s'avère proche de $K_2W_4O_{13}$ (Seleborg, 1967). L'intérêt croissant porté aux composés du tantale(+V) susceptibles de comporter des tunnels à large section propices à une conductivité ionique élevée (Reau, Magniez, Rabardel, Chaminade, Pouchard & Hammou, 1976; Reau, Magniez, Chaminade, Pouchard & Hagenmuller, 1977), nous a amené à entreprendre une étude structurale complète de $K_2Ta_4F_4O_9$.

Etude expérimentale

Dans le système $K-Ta-O-F$ de petits monocristaux étaient généralement obtenus par simple interaction à l'état solide, en tubes scellés d'or, des produits de

départ. Cette technique ne s'est pas avérée possible pour $K_2Ta_4F_4O_9$. La méthode des flux a donc été envisagée.

Des quantités calculées de K_2TaF_7 , $KTaO_3$ et Ta_2O_5 , correspondant à la formulation $K_2Ta_4F_4O_9$, ont été mélangées avec KCl dans un rapport massique $K_2Ta_4F_4O_9/KCl = 0,4$. L'ensemble introduit dans un tube de platine scellé ultérieurement sous atmosphère d'argon est porté à 1173 K pendant trois heures. Un refroidissement lent de 30 K h⁻¹ est ensuite effectué jusqu'à température ambiante. Après élimination du flux par lavage à l'eau, des monocristaux en forme d'aiguilles ont été récupérés, puis caractérisés par diffraction X.

Les films de Weissenberg et de précession indiquent une symétrie de Laue $6/m$ et trois groupes d'espace possibles: $P6$, $P\bar{6}$ ou $P6/m$.

Un monocristal de forme aciculaire ($25 \mu m \times 25 \mu m \times 120 \mu m$) a été choisi pour la collection des intensités de diffraction X. Il était orienté selon l'axe c (axe de l'aiguille) sur le diffractomètre automatique à trois cercles (Enraf-Nonius CAD-3) utilisant la radiation $K\alpha_1$ du molybdène ($\lambda = 0,7107$ Å). 1077 réflexions [$I > 3\sigma(I)$] ont été enregistrées ($\theta/2\theta$, $\theta_{max} = 35^\circ$) et corrigées de l'effet de Lorentz-polarisation, mais pas d'absorption ($\mu R_{min} = 0,54$, $\mu R_{max} = 2,58$).

Affinement de la structure

La comparaison des coordonnées atomiques du tungstène dans $K_2W_4O_{13}$ (Seleborg, 1967) et des coordonnées théoriques possibles des atomes de tantale déduites de la synthèse de Patterson a permis de localiser sans ambiguïté ces derniers dans la maille. Les atomes de potassium et les anions (O,F) ont été localisés à partir des calculs de la densité électronique à trois dimensions. Aucune distinction n'a été faite entre l'oxygène et le fluor.

Un seul facteur d'échelle a été utilisé dans tout l'affinement. Les facteurs de diffusion atomiques sont ceux donnés par McMaster, Kerr del Grande, Mallet & Hubbel (1969). La dispersion anormale a été corrigée pour le tantale à l'aide des valeurs de Dauben & Templeton (1962).

Tableau 1. *Coordonnées réduites, facteurs d'agitation thermique et écarts types relatifs à la phase $K_2Ta_4F_4O_9$* Le facteur d'agitation anisotrope est de la forme $\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$.

Site	x	y	z	β_{11} ($\times 10^5$)	β_{22} ($\times 10^5$)	β_{33} ($\times 10^5$)	β_{12} ($\times 10^5$)	β_{13} ($\times 10^5$)	β_{23} ($\times 10^5$)	
Ta(1)	6(d)	0,2634 (1)	0,1734 (1)	$\frac{1}{2}$	119 (3)	81 (3)	2975 (73)	47 (2)	-38 (56)	65 (47)
Ta(2)	6(d)	0,3579 (1)	0,4368 (1)	0,5150 (13)	198 (4)	73 (3)	3477 (78)	66 (3)	-19 (50)	117 (45)
K	6(d)	0,1790 (7)	0,4965 (1)	0,031 (7)	737 (55)	342 (32)	2124 (539)	315 (36)	159 (319)	-90 (240)

Site	x	y	z	B (\AA^2)	Site	x	y	z	B (\AA^2)		
O(1)*	6(d)	0,187 (1)	0,035 (1)	0,579 (5)	0,9 (5)	O(5)	6(d)	0,454 (2)	0,093 (2)	0,047 (29)	2,9 (9)
O(2)	6(d)	0,034 (1)	0,349 (1)	0,568 (6)	0,7 (5)	O(6)	6(d)	0,273 (2)	0,178 (2)	0,031 (18)	3,1 (9)
O(3)	6(d)	0,220 (1)	0,388 (1)	0,576 (4)	0,2 (4)	O(7)	3(c)	0,0	$\frac{1}{2}$	0,586 (8)	1,0 (8)
O(4)	6(d)	0,374 (1)	0,569 (1)	0,566 (5)	0,9 (5)						

* Le symbole O représente (O,F).

Tableau 2. *Distances interatomiques (\AA) et écarts types dans la maille de la structure $K_2Ta_4F_4O_9$*

Ta(1)—O(1)*	1,94 (2)	Ta(2)—O(2 ^{lv})	1,89 (2)
Ta(1)—O(1)	1,92 (2)	Ta(2)—O(3)	1,95 (2)
Ta(1)—O(2 ^{lv})	1,99 (2)	Ta(2)—O(4)	2,00 (2)
Ta(1)—O(3 ^{lv})	2,05 (2)	Ta(2)—O(5 ^v)	2,09 (6)
Ta(1)—O(6)	1,83 (5)	Ta(2)—O(7)	1,98 (1)
Ta(1)—O(6 ^{lv})	2,07 (5)	Ta(2)—O(5 ^v)	1,84 (6)
\langle Ta(1)—O \rangle	1,97	\langle Ta(2)—O \rangle	1,96
Ta(1)—Ta(1 ^v)	3,695 (2)	Ta(1)—K(1 ^v)	3,73 (2)
Ta(1)—Ta(2)	3,683 (3)	Ta(2)—K	3,91 (2)
Ta(1)—Ta(2 ^{lv})	3,752 (3)	Ta(2)—K(1)	3,90 (2)
Ta(2)—Ta(2 ^{lv})	3,929 (5)	\langle Ta—K \rangle	3,84
\langle Ta—Ta \rangle	3,765		
K—O(2)	3,13 (2)	K—O(5 ^l)	3,75 (6)
K—O(2 ^{lv})	2,95 (2)	K—O(5 ^{lv})	3,19 (6)
K—O(3)	3,01 (2)	K—O(5 ^v)	3,29 (5)†
K—O(3 ^{lv})	2,78 (2)	K—O(6 ^v)	3,12 (2)
K—O(4 ^l)	2,85 (2)	K—O(7)	3,60 (2)†
K—O(4 ^{lv})	3,43 (2)†	K—O(7 ^{lv})	3,36 (2)†
K—O(4 ^{lv})	3,27 (2)†	\langle K—O \rangle	2,96
K—O(4 ^{lv})	2,66 (2)		
O(1)—O(1 ^v)	2,74 (3)	O(3)—O(5 ^{xl})	2,67 (6)
O(1)—O(2 ^{lv})	2,76 (3)	O(3)—O(6 ^v)	2,86 (6)
O(1)—O(3 ^{lv})	2,82 (2)	O(3)—O(6 ^{xl})	2,61 (5)
O(1)—O(6)	2,92 (5)	O(4)—O(5 ^v)	2,67 (6)
O(1)—O(6 ^{lv})	2,65 (5)	O(4)—O(5 ^{xl})	2,56 (6)
O(1)—O(6 ^{lv})	2,67 (5)	O(4)—O(7 ^l)	2,73 (2)
O(1)—O(6 ^{lv})	2,93 (5)	O(4)—O(7 ^{lv})	2,87 (6)
O(2)—O(3)	2,71 (2)	O(5)—O(7 ^{lv})	2,66 (6)
O(2)—O(3 ^v)	2,82 (2)	\langle O—O \rangle	2,75
O(2)—O(5 ^x)	2,82 (6)		
O(2)—O(5 ^l)	2,94 (6)		
O(2)—O(6 ^v)	2,82 (5)		
O(2)—O(6 ^{xl})	2,62 (5)		
O(2)—O(7)	2,72 (2)		
O(3)—O(4)	2,70 (2)		
O(3)—O(5 ^v)	2,83 (6)		

Code de symétrie

- | | |
|------------------------------|-----------------------------------|
| (i) $\bar{y}, x - y, z$ | (vii) x, y, \bar{z} |
| (ii) $y - x, \bar{x}, z$ | (viii) $y - x, \bar{x}, z$ |
| (iii) \bar{x}, \bar{y}, z | (ix) $y, y - x, z + 1$ |
| (iv) $y, y - x, z$ | (x) $\bar{y}, x - y, z + 1$ |
| (v) $x - y, x, z$ | (xi) $x - y, x, z + 1$ |
| (vi) $x, y, z + \frac{1}{2}$ | (xii) $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$ |

* Le symbole O représente (O,F).

† Distance n'entrant pas dans le calcul de la moyenne.

Comme première hypothèse, nous avons choisi le groupe $P6/m$ pour l'affinement de la structure. Nous obtenons $R = \frac{\sum |F_o| - |F_c|}{\sum |F_o|} = 0,051$.

L'affinement dans le groupe $P6$ ($R = 0,045$) n'a pas permis d'effectuer un choix entre les deux groupes $P6/m$ et $P6$.

Nous avons constaté toutefois que la fonction statistique de Howells, Phillips & Rogers (1950) révélait une structure noncentrosymétrique. Parallèlement, les facteurs d'agitation thermique isotrope des atomes, en particulier des anions (O,F), étaient nettement plus petits pour $P6$ que pour $P6/m$. De plus, le test statistique de Hamilton (1965) permettait de prévoir le groupe $P6$ avec une probabilité supérieure à 95%.

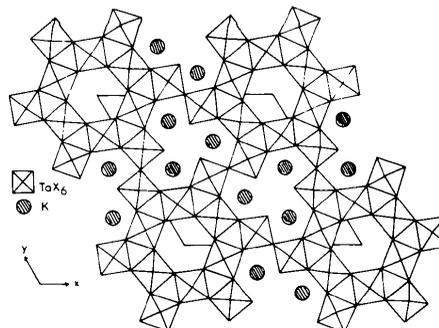
Par ailleurs, le groupe de $K_2Ta_4F_4O_9$ ne comportant pas d'axe sénaire inverse (6), le groupe $P6$ est également exclu. Le groupe $P6$ a donc été adopté.

Le Tableau 1 donne les coordonnées réduites des atomes et les facteurs d'agitation thermique. Les Tableaux 2 et 3 résument les distances et angles interatomiques.*

Description de la structure et discussion

La Fig. 1 donne la projection de la structure dans le plan (001).

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34489: 8 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.

Fig. 1. Projection de la structure de $K_2Ta_4F_4O_9$ sur le plan (001).

La structure peut être décrite à partir du motif $[Ta_3X_{15}]$ ($X = O, F$) formé par trois octaèdres TaX_6 liés par deux sommets communs (Fig. 2). L'enchaînement de ces blocs $[Ta_3X_{15}]$, mettant deux-à-deux un octaèdre en commun, donne naissance à une double couronne $[Ta_{12}X_{54}]$ qui délimite un tunnel hexagonal central et six tunnels triangulaires (Fig. 2). Ce motif se retrouve d'ailleurs dans les bronzes hexagonaux de tungstène (BHT) (Magnéli, 1953). Ces doubles couronnes s'assemblent alors dans le plan (001) à l'aide de sommets communs pour former des réseaux bidimensionnels $[Ta_{12}X_{54}]_n$ (Fig. 1). Ceux-ci s'empilent à leur tour dans la direction [001] en partageant les sommets axiaux des octaèdres, pour donner la charpente $[Ta_{12}X_{39}] = (Ta_4X_{13})_3$. Il se crée alors deux types de tunnels infinis dirigés selon l'axe c (Fig. 1). L'un est de section hexagonale, il est vide. L'autre est plus complexe. C'est dans celui-ci que se trouvent les sites 6(d) du potassium, de coordinence 14, disposés autour de l'axe ternaire. Ceux-ci se rapprochent des sites de coordinence 15 à section pentagonale des bronzes quadratiques de tungstène (Magnéli, 1949).

Les atomes de tantale Ta(1) et Ta(2) sont donc à l'intérieur d'octaèdres oxyfluorés. Les distances Ta(1)–(O,F) varient de 1,830 à 2,071 Å, les distances Ta(2)–

(O,F) de 1,838 à 2,085 Å. Les valeurs moyennes sont très voisines: $\langle Ta(1)-X \rangle = 1,965$ Å et $\langle Ta(2)-X \rangle = 1,957$ Å. Elles sont compatibles avec celles des auteurs antérieurs notamment celles de $LiTaF_2O_2$ (Vlasse, Chaminade & Pouchard, 1973) ($\langle Ta-X \rangle = 1,980$ Å), de $Na_2Ta_2F_2O_5\beta$ (Vlasse, Chaminade, Massies & Pouchard, 1975) ($\langle Ta-X \rangle = 1,966$ Å) ou de $Rb_{10}Ta_{29,2}O_{78}$ (Michel, Guomarc'h & Raveau, 1978) ($\langle Ta-X \rangle = 1,97$ Å).

Le potassium dans l'environnement oxyfluoré (Tableau 2) possède en fait une coordinence huit avec des distances comprises entre 2,659 et 3,193 Å ($\langle K-X \rangle = 2,960$ Å). Les six autres distances K–(O,F), supérieures à 3,30 Å, ne peuvent pas être réellement considérées comme faisant partie du polyèdre de coordination. Dans K_2NbF_7 (Hoard, 1939), le potassium comporte une coordinence neuf, les distances varient de 2,65 à 2,94 Å. Dans $K_6Ta_{10,8}O_{30}$ (Awadalla & Gatehouse, 1978), il occupe deux sites à 9 et 12 proches voisins, avec des distances de 2,88 à 3,19 Å et de 2,80 à 2,81 Å respectivement.

L'absence de potassium dans les tunnels hexagonaux de $K_2Ta_4F_4O_9$, en site 1(a), résulte probablement de la grande section de ceux-ci. Dans l'hypothèse où un atome de potassium se placerait en position 00z (avec $z \approx 0$), l'anion le plus proche serait à 3,40 Å, distance évidemment trop longue.

L'existence de solutions solides entre $K_2Ta_4F_4O_9$ et la phase isostructurale $K_7Ta_{12}F_{11}O_{28}$ montre cependant que les tunnels hexagonaux ne sont pas nécessairement dépourvus de potassium mais leur occupation entraîne nécessairement une contraction du paramètre a , qui implique une diminution des distances K–(O,F).

Tableau 3. Angles des liaisons ($^\circ$) et écarts types dans l'environnement octaédrique des Ta(1) et Ta(2) relatives à $K_2Ta_4F_4O_9$

O(1)*–Ta(1)–O(1 ^v)	90,8 (7)	O(2 ^{iv})–Ta(2)–O(3)	94,3 (7)
O(1)–Ta(1)–O(3 ^{iv})	89,9 (7)	O(2 ^{iv})–Ta(2)–O(7 ⁱ)	89,5 (5)
O(1)–Ta(1)–O(6)	101,3 (8)	O(2 ^{iv})–Ta(2)–O(5 ^v)	105 (2)
O(1)–Ta(1)–O(6 ^{vii})	82,8 (8)	O(2 ^{iv})–Ta(2)–O(5 ^{vi})	90 (2)
O(1 ^v)–Ta(1)–O(2 ^{iv})	87,5 (7)	O(3)–Ta(2)–O(4)	86,4 (7)
O(1 ^v)–Ta(1)–O(6)	102,7 (8)	O(3)–Ta(2)–O(5 ^v)	97 (1)
O(1 ^v)–Ta(1)–O(6 ^{vii})	83,8 (8)	O(3)–Ta(2)–O(5 ^{vi})	83 (1)
O(2 ^{iv})–Ta(1)–O(6)	94,9 (8)	O(4)–Ta(2)–O(7 ⁱ)	86,5 (6)
O(2 ^{iv})–Ta(1)–O(6 ^{vii})	80,8 (8)	O(4)–Ta(2)–O(5 ^v)	88 (1)
O(2 ^{iv})–Ta(1)–O(3 ^{iv})	86,8 (6)	O(4)–Ta(2)–O(5 ^{vi})	79 (2)
O(3 ^{iv})–Ta(1)–O(6)	94,7 (7)	O(5 ^v)–Ta(2)–O(7 ⁱ)	97 (1)
O(3 ^{iv})–Ta(1)–O(6 ^{vii})	78,5 (7)	O(5 ^{vi})–Ta(2)–O(7 ⁱ)	82 (1)
$\langle O-Ta(1)-O \rangle$	89,5	$\langle O-Ta(2)-O \rangle$	89,7

* Le symbole O représente (O,F).

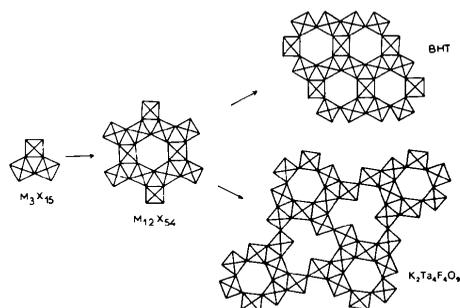


Fig. 2. Formation du réseau de $K_2Ta_4F_4O_9$ à partir de blocs $[Ta_3X_{15}]$.

Références

- AWADALLA, A. A. & GATEHOUSE, B. M. (1978). *J. Solid State Chem.* **24**, 349–355.
- CHAMINADE, J. P. (1974). Thèse Doctorat ès Sciences, Bordeaux I.
- CHAMINADE, J. P., VLASSE, M., POUCHARD, M. & HAGENMULLER, P. (1974). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 1791–1794.
- DAUBEN, C. H. & TEMPLETON, D. H. (1962). *International Tables for X-ray Crystallography*, Tome III, p. 214. Birmingham: Kynoch Press.
- HAMILTON, W. C. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 505–510.
- HOARD, J. L. (1939). *J. Am. Chem. Soc.* **61**, 1252–1259.
- HOWELLS, E. R., PHILLIPS, D. C. & ROGERS, D. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 210–214.
- MCMASTER, W. H., KERR DEL GRANDE, N., MALLET, J. H. & HUBBEL, J. H. (1969). *Compilation of X-ray Cross Sections*, UCRL-50174, Sec. II, rev. I. Washington: National Bureau of Standards.
- MAGNÉLI, A. (1949). *Ark. Kemi*, **24**, 213–221.
- MAGNÉLI, A. (1953). *Acta Chem. Scand.* **7**, 315–324.
- MICHEL, C., GUOMARC'H, A. & RAVEAU, B. (1978). *J. Solid State Chem.* **25**, 251–261.

- REAU, J. M., MAGNIEZ, G., CHAMINADE, J. P., POUCHARD, M. & HAGENMULLER, P. (1977). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **31**, 88–92.
- REAU, J. M., MAGNIEZ, G., RABARDEL, L., CHAMINADE, J. P., POUCHARD, M. & HAMMOU, A. (1976). *Mater. Res. Bull.* **11**, 867–872.
- SELEBORG, M. (1967). *Chem. Commun.* pp. 1126–1127.
- VLASSE, M., BOUKHARI, A., CHAMINADE, J. P. & POUCHARD, M. (1979). *Mater. Res. Bull.* **14**, 101–108.
- VLASSE, M., CHAMINADE, J. P., MASSIES, J. C. & POUCHARD, M. (1975). *J. Solid State Chem.* **12**, 102–109.
- VLASSE, M., CHAMINADE, J. P. & POUCHARD, M. (1973). *Mater. Res. Bull.* **8**, 117–126.
- VLASSE, M., CHAMINADE, J. P. & POUCHARD, M. (1976). *Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr.* **99**, 3–7.
- VLASSE, M., CHAMINADE, J. P., SAUX, M. & POUCHARD, M. (1977). *Rev. Chim. Minér.* **14**, 429–434.

Acta Cryst. (1979). **B35**, 1986–1989

Pentacoordination de l'Atome de Tellure(IV) par les Atomes d'Oxygène. Etude Cristallochimique d'un Oxotellurate Mixte: $NH_4[Te^{IV}Te^{VI}O_5(OH)]$

PAR ETIENNE PHILIPPOT, LEILA BENMILOUD, MAURICE MAURIN ET JACQUES MORET

Laboratoire de Chimie Minérale C, ERA 314, Chimie des Matériaux, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, place Eugène Bataillon, 34060 Montpellier CEDEX, France

(Reçu le 10 janvier 1979, accepté le 21 mai 1979)

Abstract

$NH_4[Te^{IV}Te^{VI}O_5(OH)]$, $M_r = 370.24$, is orthorhombic, space group $Pnma$, with cell parameters $a = 7.340$ (2), $b = 5.546$ (1), $c = 13.164$ (3) Å, $Z = 4$, $V = 535.9$ Å³, and $d_m = 4.50$, $d_x = 4.59$ Mg m⁻³. The structure refinement was performed to a final R value of 0.024. The structure is built up from sheets of $Te^{VI}O_6$ octahedra chains and $Te^{IV}O_5$ pyramids linked together through the NH_4^+ cations, and is characterized by the pyramidal five-coordination of tellurium(IV) by O atoms, with one short axial Te–O bond of 1.920 Å and four long equatorial Te–O bonds of 2.090 ± 0.002 Å. The interaction between the NH_4^+ cation and the lone pair of tellurium(IV) is discussed.

Introduction

Nous avons entrepris récemment une étude systématique du diagramme quaternaire NH_3 – TeO_2 – TeO_3 – H_2O par synthèse hydrothermale sous pression. Peu de travaux ont été effectués sur ces tellurates d'ammonium. Il faut toutefois signaler dans le système ternaire NH_3 – TeO_2 – H_2O , les phases $(NH_4)_2[TeO_3]$ et $(NH_4)_2[Te_4O_9].4H_2O$ (Julien, Dugué & Khodadad, 1971) ainsi que $NH_4[HTeO_3]$ (Khodadad & Julien, 1970). Pour le système ternaire NH_3 – TeO_3 – H_2O , on peut citer $(NH_4)_2[TeO_2(OH)_4]$ (Meyer & Holowatyj, 1948), $(NH_4)_2[TeO_4]$ (Swartz, Wynne & Hercules, 1971) et tout récemment $(NH_4)_2[Te_3O_8(OH)_4]$ par nous-mêmes (Moret, Maurin & Philippot, 1979).

0567-7408/79/091986-04\$01.00

Excepté ce dernier travail, aucune étude cristallochimique complète n'avait été effectuée sur les phases de ces systèmes. D'autre part, à notre connaissance, aucune phase du système quaternaire n'avait encore pu être isolée. D'une manière plus générale, les phases mixtes présentant l'atome de tellure à ses deux degrés d'oxydation, IV et VI, associé avec des cations métalliques sont particulièrement rares. Seule la phase $K_2[Te^{IV}Te^{VI}O_{12}]$ (Daniel, Moret, Maurin & Philippot, 1978) est connue avec certitude.

Nous allons présenter ici les résultats obtenus pour la première phase isolée dans le système quaternaire pour le rapport des constituants le plus simple (H_2O , TeO_2 , TeO_3 , NH_3) soit la formule $NH_4[Te^{IV}Te^{VI}O_5(OH)]$.

Partie expérimentale

La synthèse hydrothermale de $NH_4[Te^{IV}Te^{VI}O_5(OH)]$ a été conduite sur des quantités convenables de $Te(OH)_6$ et de TeO_2 en solution ammoniacale dans un tube d'or scellé. Le mélange ainsi obtenu, maintenu à 523 K sous une pression de 70×10^5 Pa pendant trois jours, conduit à la formation d'une masse bien cristallisée.

Une première étude préliminaire en chambre de précession de Buerger permet de déterminer les constantes radiocristallographiques de la maille de cette phase. Les monocristaux se présentent sous forme d'aiguilles jaunes pales de section rectangulaire.

© 1979 International Union of Crystallography