

Fig. 2. Projection des octaèdres  $\text{NaO}_6$  de l'arrangement sur le plan  $ab$ . Seuls quatre des six voisins des sodium apparaissent à cause de l'effet du miroir qui superpose les oxygènes extérieurs des groupements  $\text{P}_3\text{O}_9$  [ $\text{O}(E1)$ ] et les oxygènes des octaèdres  $\text{TeO}_6$  [ $\text{O}(4)$ ].

Les groupements  $\text{TeO}_6$  situés à l'origine et en  $0,0,\frac{1}{2}$  sont des octaèdres quasi réguliers.

Les deux sites d'atomes de sodium ainsi que les deux sites de molécules d'eau sont situés dans les plans miroirs en  $z = \frac{1}{4}$  et  $\frac{3}{4}$ .

Les atomes de sodium  $\text{Na}(1)$  sont entourés d'un octaèdre très déformé d'oxygène formé par quatre atomes d'oxygène extérieurs du cycle  $\text{P}_3\text{O}_9$  [ $\text{O}(E)$ ] et deux molécules d'eau.

Les atomes de sodium  $\text{Na}(2)$  sont également dans un octaèdre très déformé formé par deux atomes d'oxygène extérieurs [ $\text{O}(E)$ ] des cycles  $\text{P}_3\text{O}_9$ , deux molécules d'eau et deux atomes d'oxygène provenant des octaèdres  $\text{TeO}_6$ .

*Acta Cryst.* (1981). B37, 647–649

## Structure d'un Trimétaphosphate-Tellurate de Potassium Dihydraté $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot \text{K}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

PAR N. BOUDJADA, M. T. AVERBUCH-POUCHOT ET A. DURIF

Laboratoire de Cristallographie, Centre National de la Recherche Scientifique, Laboratoire associé à l'USMG, 166 X, 38042 Grenoble CEDEX, France

(Reçu le 22 Septembre 1980, accepté le 3 décembre 1980)

**Abstract.**  $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot \text{K}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , monoclinic,  $P2_1/c$ ,  $a = 15.61(4)$ ,  $b = 7.456(2)$ ,  $c = 14.84(4)$  Å,  $\beta = 108.01(5)^\circ$ ,  $Z = 4$ . The structure has been solved by using 4271 independent reflections. The final  $R$  value is 0.03. It is the second example of a phosphate-tellurate with a condensed phosphate ion. As in the already-described sodium compound  $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot$

Tableau 3. Distances interatomiques (Å) et angles ( $^\circ$ ) dans les octaèdres  $\text{TeO}_6$  et  $\text{NaO}_6$

Environnement de Te			
(6×) Te—O(4)	1,923 (3)	O(4)—Te—O(4)	91,5 (1)
O(4)—Te—O(4)	180,0 (2)	O(4)—Te—O(4)	88,5 (1)
Environnement de Na(1)			
(2×) Na(1)—O(E1)	2,433 (3)	Na(1)—O(W1)	2,398 (5)
(2×) Na(1)—O(E1)	2,504 (3)	Na(1)—O(W2)	2,367 (5)
O(E1)—Na(1)—O(E1)	83,1 (1)	O(E1)—Na(1)—O(W1)	79,4 (1)
	74,7 (1)		143,1 (1)
	72,2 (1)	O(E1)—Na(1)—O(W2)	141,5 (1)
(2×) O(E1)—Na(1)—O(E1)	126,5 (1)		80,7 (1)
			93,2 (1)
Environnement de Na(2)			
(2×) Na(2)—O(E1)	2,501 (3)	Na(2)—O(W1)	2,377 (5)
(2×) Na(2)—O(4)	2,484 (3)	Na(2)—O(W2)	2,424 (5)
O(4)—Na(2)—O(4)	99,3 (2)	O(4)—Na(2)—O(W2)	86,0 (1)
O(4)—Na(2)—O(E1)	160,8 (2)	O(E1)—Na(2)—O(E1)	72,4 (1)
	92,6 (1)	O(E1)—Na(2)—O(W1)	78,5 (1)
O(4)—Na(2)—O(W1)	110,8 (1)	O(W1)—Na(2)—O(W2)	152,9 (2)

Il est à noter que ces octaèdres  $\text{NaO}_6$  se regroupent par six pour former des enchaînements finis dont la Fig. 2 donne la reproduction. Le Tableau 3 rassemble les principales distances interatomiques et angles de liaison dans ces octaèdres  $\text{NaO}_6$ .

### Références

- ANDRIEU, R., DIAMENT, R., DURIF, A., POUCHOT, M. T. & TRANQUI, D. (1966). *C.R. Acad. Sci.* **262**, 718–721.  
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1979). *Mater. Res. Bull.* **14**, 1219–1223.  
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1980). *Mater. Res. Bull.* **15**, 387–395.  
 DURIF, A., AVERBUCH-POUCHOT, M. T. & GUITEL, J. C. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1444–1447.  
 MASSE, R., GRENIER, J. C., AVERBUCH-POUCHOT, M. T., TRANQUI, D. & DURIF, A. (1967). *Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr.* **90**, 158–161.

$6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_3\text{O}_9$  ring anions and  $\text{TeO}_6$  octahedra are independent.

**Introduction.** L'étude structurale d'un grand nombre de phosphates tellurates:  $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  et  $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  par Durif, Averbuch-Pouchot & Guitel (1979),  $\text{Te}(\text{OH})_6 \cdot \text{Rb}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{RbH}_2\text{PO}_4$  par

Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel (1979), Te(OH)<sub>6</sub>·Cs<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> et Te(OH)<sub>6</sub>·Cs<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·2CsH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> par Averbuch-Pouchot, Durif & Guitel (1980), de métaux monovalents a montré que dans ce type de composés, il n'y avait jamais formation d'anions mixtes condensés phosphotellurates mais coexistence dans le même cristal de groupements TeO<sub>6</sub> et de tétraèdres PO<sub>4</sub> totalement indépendants. Toutes ces études étaient limitées aux monophosphates. Récemment, les auteurs Boudjada, Averbuch-Pouchot & Durif (1981) dans Te(OH)<sub>6</sub>·2Na<sub>3</sub>·P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·6H<sub>2</sub>O ont montré que cette particularité pouvait s'étendre aux phosphates condensés à anions cycliques (métaphosphates) en mettant en évidence l'existence de cycles P<sub>3</sub>O<sub>9</sub> et d'octaèdres TeO<sub>6</sub> indépendants dans ce dernier composé. Le présent travail décrit le deuxième exemple de phosphate-tellurate renfermant un anion cyclique P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>, celui du sel de potassium Te(OH)<sub>6</sub>·K<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·2H<sub>2</sub>O.

Les cristaux de Te(OH)<sub>6</sub>·K<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·2H<sub>2</sub>O sont des prismes pseudohexagonaux pouvant atteindre un centimètre de longueur. Le cristal choisi pour la détermination de la structure était un fragment de prisme approximativement cubique de dimensions 0,15 × 0,15 × 0,15 mm. La mesure des intensités diffractées a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre Philips PW 1100 utilisant la longueur d'onde de l'argent Kα (0,5608 Å) monochromatisée par une lame de graphite dans un domaine angulaire allant de 3 à 25° (θ). 4353

Tableau 1. Coordonnées atomiques (×10<sup>4</sup>) et facteurs de température équivalents B<sub>éq.</sub> dans Te(OH)<sub>6</sub>·K<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·2H<sub>2</sub>O

Les écarts types sont donnés entre parenthèses.

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	B <sub>éq.</sub> (Å <sup>2</sup> )
Te	1877,2 (2)	2519,1 (6)	1057,9 (3)	1,71
K(1)	6083,9 (8)	7988 (2)	5051 (1)	2,02
K(2)	4472,1 (8)	503 (2)	2716 (1)	2,03
K(3)	9465,5 (9)	3136 (2)	3718 (1)	2,92
P(1)	7462,5 (9)	1616 (2)	6492 (1)	1,55
P(2)	6250,5 (9)	2787 (2)	4688 (1)	1,56
P(3)	6018,8 (9)	4089 (2)	6443 (1)	1,60
O(1)	1999 (3)	2615 (8)	-184 (3)	2,96
O(2)	1810 (3)	2552 (7)	2319 (3)	2,43
O(3)	1980 (3)	-23 (6)	1083 (3)	2,55
O(4)	3141 (3)	2940 (6)	1477 (3)	2,22
O(5)	606 (2)	2168 (6)	588 (3)	2,68
O(6)	1646 (3)	5083 (6)	985 (4)	2,78
O(E11)	7058 (3)	-116 (6)	6638 (3)	2,04
O(E12)	8450 (2)	3119 (6)	1874 (3)	2,16
O(E21)	6459 (3)	3719 (7)	3901 (3)	2,46
O(E22)	5573 (3)	1348 (6)	4495 (3)	2,09
O(E31)	5321 (2)	2818 (5)	6525 (3)	2,00
O(E32)	6033 (3)	5928 (6)	6820 (3)	2,53
O(L12)	7190 (2)	2936 (5)	384 (3)	1,79
O(L13)	7002 (2)	3234 (6)	6892 (3)	1,90
O(L23)	6001 (2)	4300 (5)	5357 (3)	1,83
O(W1)	-9001 (3)	4558 (7)	3405 (3)	2,96
O(W2)	404 (3)	-286 (8)	3952 (4)	3,74

réflexions ont été mesurées parmi lesquelles 4271 indépendantes; chacune d'entre elles était explorée en balayage ω à la vitesse de 0,03° s<sup>-1</sup> dans une zone angulaire de 1,40°; le fond continu était mesuré durant 5s de part et d'autre de cette zone. Les deux réflexions de référence (2, 0, 10 et 2, 0, 10) ont subi de sensibles variations d'intensité durant la mesure. Les intensités observées ont été corrigées en fonction de cette évolution. Compte tenu de la longueur d'onde utilisée aucune correction d'absorption n'a été effectuée.

Les extinctions observées ont indiqué le groupe d'espace P2<sub>1</sub>/c. L'interprétation de la fonction de Patterson a permis la localisation des atomes de Te, de K et de P. Les synthèses de Fourier, puis de Fourier différence qui ont suivi ont révélé la totalité de l'arrangement atomique. Quelques cycles d'affinements avec les facteurs thermiques isotropes ont conduit à une valeur de R de 0,06. Par la suite, une série d'affinements avec des facteurs thermiques anisotropes effectuée avec 2702 réflexions telles que F<sub>o</sub> > 2σ<sub>F<sub>o</sub></sub> a abouti à une valeur de R de 0,03. Une pondération unitaire a été utilisée pour les affinements. Le Tableau 1 rassemble les coordonnées atomiques et les facteurs thermiques B<sub>éq.</sub> obtenus pour ce composé.\*

**Discussion.** La Fig. 1 fournit une projection de la totalité de l'arrangement atomique sur le plan ac. Comme dans tous les phosphates-tellurates déjà décrits les octaèdres TeO<sub>6</sub> et les anions phosphoriques (ici P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>) ne possèdent aucun atome d'oxygène en

\* Les listes des facteurs de structure et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35839: 22 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.

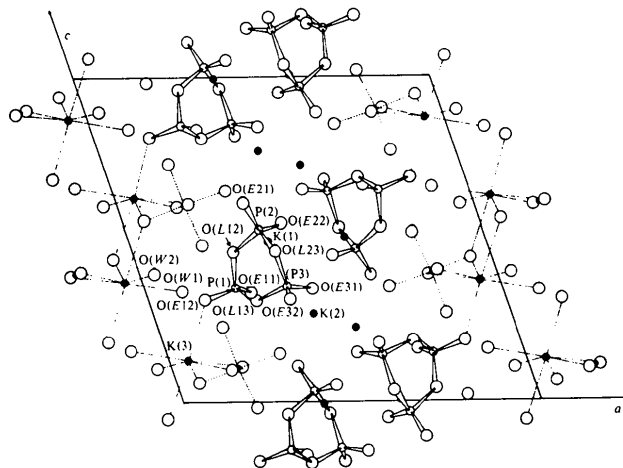


Fig. 1. Projection de l'arrangement atomique de Te(OH)<sub>6</sub>·K<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·2H<sub>2</sub>O sur le plan ac.

Tableau 2. Principales distances interatomiques (Å) et angles de liaison (°) dans l'anion cyclique P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>

Les distances P—O sont soulignées; les distances O—O sont inscrites dans les triangles supérieurs, les angles O—P—O dans les triangles inférieurs.

Tétraèdre P(1)O<sub>4</sub>

P(1)	O(E11)	O(L12)	O(L13)	O(E12)
O(E11)	<u>1,483 (3)</u>	2,528 (4)	2,532 (4)	2,567 (4)
O(L12)	110,0 (2)	<u>1,601 (3)</u>	2,503 (4)	2,467 (4)
O(L13)	109,9 (2)	102,5 (1)	<u>1,609 (3)</u>	2,482 (4)
O(E12)	120,0 (2)	106,2 (1)	106,8 (2)	<u>1,482 (3)</u>

Tétraèdre P(2)O<sub>4</sub>

P(2)	O(E21)	O(L12)	O(L23)	O(E22)
O(E21)	<u>1,480 (3)</u>	2,473 (4)	2,515 (4)	2,563 (4)
O(L12)	106,6 (1)	<u>1,604 (3)</u>	2,487 (3)	2,517 (3)
O(L23)	108,0 (2)	100,6 (1)	<u>1,627 (3)</u>	2,530 (4)
O(E22)	120,6 (2)	109,8 (1)	109,4 (2)	<u>1,471 (3)</u>

Tétraèdre P(3)O<sub>4</sub>

P(3)	O(E31)	O(L13)	O(L23)	O(E32)
O(E31)	<u>1,477 (3)</u>	2,529 (3)	2,548 (4)	2,551 (4)
O(L13)	110,3 (1)	<u>1,604 (3)</u>	2,462 (4)	2,498 (4)
O(L23)	111,1 (1)	99,9 (1)	<u>1,611 (3)</u>	2,475 (4)
O(E32)	119,2 (2)	108,1 (2)	106,3 (2)	<u>1,479 (3)</u>

P(1)—O(L12)—P(2)	129,1 (3)	P(1)—P(2)	2,894 (1)
P(1)—O(L13)—P(3)	128,6 (3)	P(2)—P(3)	2,905 (1)
P(2)—O(L23)—P(3)	127,5 (3)	P(1)—P(3)	2,895 (1)

Tableau 3. Distances Te—O et angles O—Te—O dans l'octaèdre TeO<sub>6</sub>

Te—O(1)	1,913 (3) Å	Te—O(4)	1,902 (3) Å
Te—O(2)	1,906 (3)	Te—O(5)	1,907 (2)
Te—O(3)	1,902 (3)	Te—O(6)	1,943 (3)
O(1)—Te—O(2)	176,2 (1)°	O(2)—Te—O(6)	88,7 (1)°
O(1)—Te—O(3)	91,3 (2)	O(3)—Te—O(4)	94,9 (1)
O(1)—Te—O(4)	84,7 (1)	O(3)—Te—O(5)	86,7 (1)
O(1)—Te—O(5)	93,1 (1)	O(3)—Te—O(6)	174,4 (1)
O(1)—Te—O(6)	88,9 (2)	O(4)—Te—O(5)	177,3 (2)
O(2)—Te—O(3)	91,3 (2)	O(4)—Te—O(6)	90,7 (1)
O(2)—Te—O(4)	92,4 (1)	O(5)—Te—O(6)	87,7 (1)
O(2)—Te—O(5)	89,7 (1)		

Tableau 4. Distances K—O dans les polyèdres KO<sub>n</sub> (Å)

K(1)—O(1)	2,950 (3)	K(2)—O(4)	2,939 (3)
K(1)—O(4)	2,883 (3)	K(2)—O(E11)	2,850 (3)
K(1)—O(E11)	2,765 (3)	K(2)—O(E21)	2,736 (3)
K(1)—O(E22)	2,681 (3)	K(2)—O(E22)	2,743 (3)
K(1)—O(E22)	2,909 (3)	K(2)—O(E31)	2,699 (3)
K(1)—O(E31)	2,733 (3)	K(2)—O(E31)	2,809 (3)
K(1)—O(E32)	3,064 (3)	K(2)—O(E32)	2,918 (3)
K(1)—O(L23)	2,797 (3)	K(2)—O(E32)	3,293 (3)
K(3)—O(3)	2,734 (3)	K(3)—O(E12)	2,707 (3)
K(3)—O(5)	2,805 (3)	K(3)—O(W1)	2,785 (4)
K(3)—O(5)	3,192 (3)	K(3)—O(W2)	2,910 (4)
K(3)—O(6)	2,976 (3)		

commun. Une idée, assez schématique de l'arrangement peut être donnée en le considérant comme formé par une série de plans parallèles à *c*, renfermant les entités anioniques TeO<sub>6</sub> et P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>. Deux plans successifs de cette famille définis par  $x \sim \frac{1}{3}$  et  $\frac{2}{3}$  renferment les cycles P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>, les deux plans suivants définis par  $x \sim \pm \frac{1}{6}$  renfermant les octaèdres TeO<sub>6</sub>. Les atomes de potassium assurent la cohésion entre les deux types d'anions.

Les anions cycliques P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>, dont les principales caractéristiques géométriques sont rassemblées dans le Tableau 2, sont très voisins des nombreux anions du même type déjà décrits. L'anion TeO<sub>6</sub> est un octaèdre quasi régulier. Les distances Te—O et les angles O—Te—O sont rassemblés dans le Tableau 3. Le Tableau 4 donne les distances K—O dans les divers polyèdres de coordination du potassium.

Dans tous les phosphates-tellurates étudiés antérieurement à ce travail et à celui consacré à Te(OH)<sub>6</sub>·2Na<sub>3</sub>P<sub>3</sub>O<sub>9</sub>·6H<sub>2</sub>O (Boudjada *et al.*, 1981) les entités phosphates étaient des tétraèdres isolés PO<sub>4</sub>. Il conviendrait donc de réserver à ces derniers composés l'appellation de monophosphates-tellurates et de réserver aux composés du type de celui faisant l'objet de cette étude l'appellation de trimétaphosphate-tellurates.

## Références

- AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1979). *Mater. Res. Bull.* **14**, 1219–1223.  
 AVERBUCH-POUCHOT, M. T., DURIF, A. & GUITEL, J. C. (1980). *Mater. Res. Bull.* **15**, 387–395.  
 BOUDJADA, N., AVERBUCH-POUCHOT, M. T. & DURIF, A. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 645–647.  
 DURIF, A., AVERBUCH-POUCHOT, M. T. & GUITEL, J. C. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1444–1447.