

match between the observed and the calculated intensities. The intensity data are given in Table 3. Once again, this structure has a homometric counterpart  $(11)_8-2112$ . Hence the actual structure is either of the two. Since the previous 22-layered polytype was represented as  $22H_{10}$ , the present one has been designated as  $22H_{11}$ .

One of us (IS) is grateful to the University Grants Commission, India, for providing a research fellowship.

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 910–912

## Structure du Sulfure de Gallium et de Potassium, $\text{KGaS}_2$

PAR P. LEMOINE, D. CARRÉ ET M. GUITTARD

*Laboratoire de Chimie Minérale Structurale associé au CNRS n° 200 (Laboratoire de Physique), Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques Paris–Luxembourg, 4, Avenue de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France*

(Reçu le 4 juillet 1983, accepté le 18 janvier 1984)

**Abstract.**  $M_r = 172.95$ , monoclinic,  $Aa$ ,  $a = 14.791$  (5),  $b = 10.425$  (3),  $c = 10.424$  (2) Å,  $\gamma = 100.16$  (2)°,  $V = 1582.15$  (77) Å<sup>3</sup>,  $Z = 16$ ,  $D_m(293 \text{ K}) = 2.8$  (1),  $D_x = 2.90 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\text{Mo K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.71069$  Å,  $\mu = 90.9 \text{ mm}^{-1}$ ,  $F(000) = 1312$ , 293 K,  $R = 0.039$  for 1293 independent reflections. The compound crystallizes in a layer structure; each layer is made up of tetrahedral  $\text{Ga}_4\text{S}_{10}$  polyanions, with two anion layers perpendicular to  $\mathbf{a}^*$  in the unit cell. Two adjacent layers are held together by  $\text{K}^+$  ions. The Ga–S and K–S bond lengths are normal and the structure is typical of tetrahedral  $\text{MX}_2$  structures.

**Introduction.**  $\text{KGaS}_2$  a été préparé dans le cadre de l'étude de chalcogénures mixtes du gallium et d'éléments monovalents (Na, K). Il est obtenu par action de  $\text{H}_2\text{S}$  sur un mélange de  $\text{GaO}(\text{OH})$  et  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , en proportions stoechiométriques, à 1070 K. Les cristaux se sont formés au cours du chauffage de ce composé avec dix parties de  $\text{KBr}$ , vers 1270 K.

**Partie expérimentale.** Monocristal de couleur orange, parallélépipède de dimensions:  $150 \times 160 \times 240 \mu\text{m}$ , masse volumique mesurée par pycnométrie à 293 K; 15 réflexions utilisées pour affiner les paramètres de la maille,  $\theta$  variant de  $5,91$  à  $26,81^\circ$ ; 1509 réflexions indépendantes,  $\sin\theta \leq 0,65$ ,  $h - 20$  à  $0$ ,  $k - 15$  à  $15$ ,  $l 0$  à  $15$ ; diffractomètre automatique à quatre cercles Syntex, balayage  $\omega - 2\theta$ , angles  $-0,7^\circ + 2\theta_1$  à  $0,7^\circ + 2\theta_2$ ,  $\theta_1$  et  $\theta_2$  étant les angles de diffraction correspondant respectivement aux longueurs d'onde  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$  du molyb-

### References

- JAIN, P. C. & TRIGUNAYAT, G. C. (1977). *Acta Cryst.* **A33**, 257–260.  
 JAIN, P. C. & TRIGUNAYAT, G. C. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2677–2684.  
 PALOSZ, B. & GIERLOTKA, S. (1984). *Acta Cryst.* Submitted.  
 SRINIVASAN, R. & PARTHASARATHI, V. (1973). *Z. Kristallogr.* **137**, 296–310.  
 WAHAB, M. A. & TRIGUNAYAT, G. C. (1980). *Acta Cryst.* **A36**, 1013–1016.

dène; 1293 réflexions telles que  $I > 3\sigma(I)$  conservées; l'écart-type  $\sigma(I)$  sur la mesure de l'intensité  $I$  est déduit de l'écart-type  $\sigma_c$  sur le taux de comptage et de l'écart-type relatif  $\sigma_i$  sur la variation des réflexions de référence par la relation:  $\sigma(I) = (\sigma_c^2 + \sigma_i^2 I^2)^{1/2}$ ; l'écart-type relatif sur l'instabilité égal à 0,015 déterminé avec l'intensité des réflexions de référence 144 et 144 et vérifiées toutes les 50 mesures; les  $I$  corrigées des facteurs de Lorentz–polarisation et mises à l'échelle absolue par la méthode statistique de Wilson; correction d'absorption réalisée au moyen du programme de J. A. Ibers d'après la méthode analytique décrite par de Meulenaer & Tompa (1965), max. et min. facteur de transmission 0,55 et 0,38; résolution de la structure effectuée en deux étapes: localisation des atomes de gallium par les méthodes directes, puis recherche de la position des atomes de potassium et de soufre par analyse des densités électroniques tridimensionnelles; facteurs de structure normalisés  $E$  calculés pour toutes les réflexions en prenant comme facteur d'agitation thermique celui obtenu par la méthode statistique de Wilson, soit  $B = 0,71 \text{ Å}^2$ ; la distribution statistique des  $E$  est acentrique ce que confirme la noncentrosymétrie de la structure; les 150 valeurs de  $E > 1,53$  introduites dans *MULTAN* de Germain, Main & Woolfson (1971); un calcul de cartes de Fourier des  $E$  à partir de la solution ayant la figure de mérite la plus élevée fait apparaître dans l'unité asymétrique quatre pics de même poids que l'on attribue au gallium; plusieurs autres séries de Fourier des différences effectuées à partir des phases calculées avec ces atomes

Tableau 1. Positions atomiques et facteurs moyens d'agitation thermique ( $\text{\AA}^2$ ), avec leurs écarts-type entre parenthèses

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j B_{ij} a_i a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
Ga(1)	0	0	0,1876 (7)	1,51 (13)
Ga(2)	0,5011 (7)	0,7482 (9)	0,0649 (6)	1,14 (10)
Ga(3)	0,8265 (7)	0,9578 (10)	0,4373 (7)	1,43 (12)
Ga(4)	0,3258 (2)	0,7039 (3)	0,3099 (6)	1,07 (10)
K(1)	0,7743 (9)	0,8190 (15)	0,0688 (14)	2,06 (19)
K(2)	0,5517 (10)	0,1387 (14)	0,1848 (13)	2,10 (21)
K(3)	0,2701 (13)	0,0672 (17)	0,1906 (18)	3,01 (33)
K(4)	0,0537 (9)	0,3889 (14)	0,0553 (13)	2,01 (20)
S(1)	0,9111 (12)	0,1062 (15)	0,0605 (14)	0,99 (15)
S(2)	0,0903 (13)	0,9051 (16)	0,0593 (16)	2,67 (26)
S(3)	0,5966 (12)	0,6458 (17)	0,1854 (18)	2,17 (30)
S(4)	0,9141 (11)	0,6067 (14)	0,0703 (12)	0,81 (13)
S(5)	0,7318 (8)	0,3134 (12)	0,0647 (13)	1,15 (15)
S(6)	0,4186 (12)	0,8605 (16)	0,1915 (19)	1,68 (28)
S(7)	0,2331 (10)	0,5552 (16)	0,1898 (16)	1,69 (26)
S(8)	0,4183 (14)	0,3496 (18)	0,1883 (24)	2,72 (41)

Tableau 2. Distances interatomiques ( $\text{\AA}$ ) et écarts-type

Ga(1)—S(8 <sup>iv</sup> )	2,22 (2)	Ga(3)—S(7 <sup>iii</sup> )	2,28 (2)
Ga(1)—S(2 <sup>vii</sup> )	2,24 (2)	Ga(3)—S(5 <sup>ii</sup> )	2,29 (1)
Ga(1)—S(1 <sup>viii</sup> )	2,28 (2)	Ga(3)—S(4 <sup>ii</sup> )	2,30 (2)
Ga(1)—S(3 <sup>iv</sup> )	2,31 (2)	Ga(3)—S(8 <sup>iii</sup> )	2,32 (2)
Ga(2)—S(6)	2,26 (2)	Ga(4)—S(1 <sup>v</sup> )	2,21 (2)
Ga(2)—S(4 <sup>vii</sup> )	2,27 (1)	Ga(4)—S(7)	2,26 (1)
Ga(2)—S(3)	2,29 (2)	Ga(4)—S(6)	2,30 (2)
Ga(2)—S(2)	2,31 (2)	Ga(4)—S(5 <sup>v</sup> )	2,35 (1)
K(1)—S(3)	3,16 (2)	K(3)—S(3 <sup>iv</sup> )	3,11 (3)
K(1)—S(4)	3,29 (2)	K(3)—S(2 <sup>vii</sup> )	3,20 (2)
K(1)—S(8 <sup>iii</sup> )	3,29 (3)	K(3)—S(4 <sup>iv</sup> )	3,26 (2)
K(1)—S(2 <sup>i</sup> )	3,29 (2)	K(3)—S(1 <sup>v</sup> )	3,33 (3)
K(1)—S(1 <sup>iv</sup> )	3,31 (2)	K(3)—S(6 <sup>vii</sup> )	3,34 (2)
K(1)—S(6 <sup>i</sup> )	3,43 (2)	K(3)—S(8)	3,35 (2)
K(2)—S(8)	3,20 (2)	K(4)—S(5 <sup>iv</sup> )	3,14 (2)
K(2)—S(5)	3,20 (2)	K(4)—S(8 <sup>v</sup> )	3,21 (3)
K(2)—S(6 <sup>vii</sup> )	3,21 (2)	K(4)—S(7)	3,22 (2)
K(2)—S(7 <sup>v</sup> )	3,24 (2)	K(4)—S(6 <sup>iv</sup> )	3,29 (2)
K(2)—S(4 <sup>iv</sup> )	3,24 (2)	K(4)—S(1 <sup>viii</sup> )	3,31 (2)
K(2)—S(1 <sup>v</sup> )	3,28 (2)	K(4)—S(4 <sup>viii</sup> )	3,33 (2)

Code de symétrie: (i)  $\frac{1}{2} + x, y, -z$ ; (ii)  $x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} + z$ ; (iii)  $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ ; (iv)  $x - \frac{1}{2}, y - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - z$ ; (v)  $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$ ; (vi)  $x - \frac{1}{2}, y, -z$ ; (vii)  $x, y - 1, z$ ; (viii)  $x - 1, y, z$ ; (ix)  $x, y + 1, z$ ; (x)  $\frac{1}{2} + x, y - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - z$ ; (xi)  $x, y - \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$ .

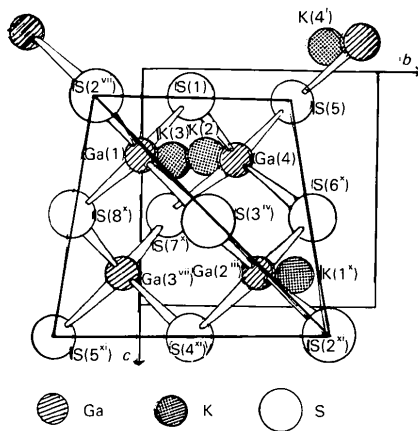


Fig. 1. Projection suivant l'axe a de la moitié supérieure de la maille.

permettent de placer successivement les quatre atomes de potassium, puis les huit atomes de soufre; ces positions atomiques sont introduites dans ORXFLS de Busing (1971); facteurs de structure calculés à partir des facteurs de diffusion donnés par *International Tables for X-ray Crystallography* (1974); après plusieurs cycles d'affinement basé sur  $F$ , les facteurs d'agitation thermique anisotrope sont introduits pour tous les atomes; correction de l'extinction secondaire faite à l'aide du programme de Becker & Coppens (1975);  $R = 0,039$  pour les 1293 réflexions indépendantes,  $R_w = 0,039, w = 1; (\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 1,01$ .

**Discussion.** Le Tableau 1 donne les valeurs des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique équivalents isotropes des atomes.\* Cette structure se révèle être isotype de  $\text{TlGaSe}_2$  (Muller & Hahn, 1978).

Les atomes de gallium ont un environnement tétraédrique. Les distances Ga—S (Tableau 2) varient de 2,22 à 2,35  $\text{\AA}$ , valeurs en bon accord avec la somme des longueurs admises pour les rayons des ions  $\text{Ga}^{3+}$  et  $\text{S}^{2-}$ , soit 2,31  $\text{\AA}$  (Shannon, 1976). Les atomes de potassium sont liés à six atomes de soufre; leurs distances interatomiques (Tableau 2) sont comprises entre 3,13 et 3,42  $\text{\AA}$ , valeurs habituelles pour la liaison K—S.

L'agencement des tétraèdres  $[\text{GaS}_4]$  se fait de façon à former un polyanion tétraédrique  $\text{Ga}_4\text{S}_{10}$ , de type blende. Il y a association de quatre tétraèdres  $\text{GaS}_4$  mettant en commun leurs quatre sommets comme il est représenté sur la Fig. 1. Ces polyanions tétraédriques se

\* 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 SUP 39191: 9 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.

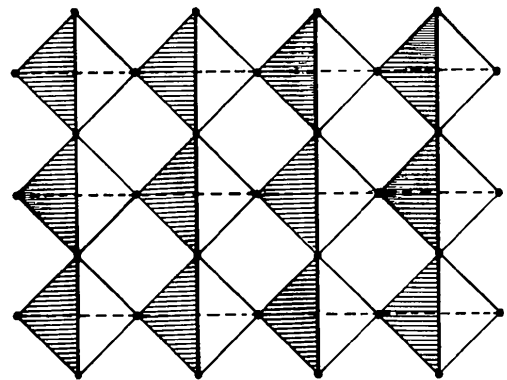


Fig. 2. Représentation schématique de l'arrangement des polyanions tétraédriques dans une couche parallèle à l'axe  $yOz$ . • Sommet commun à deux tétraèdres. — Arête supérieure du tétraèdre. --- Arête inférieure du tétraèdre.

disposent en couches successives perpendiculairement à l'axe  $a^*$ , l'enchaînement à l'intérieur d'une couche se faisant par mise en commun des sommets et alignement suivant une arête. On passe d'une couche à la suivante par une rotation de  $90^\circ$  autour de l'axe  $a$ , de l'ensemble de la couche (Fig. 2). Ce genre d'enchaînement se rencontre de façon générale dans les structures tétraédriques déficitaires de type  $MX_2$  (Hulliger, 1976). Ces couches sont reliées par des atomes de potassium situés sur des droites parallèles aux arêtes du tétraèdre  $[\text{Ga}_4\text{S}_{10}]$ .

*Acta Cryst.* (1984). **C40**, 912–913

## Structure of Beryllium–Rhenium $\text{Re}_{0.92}\text{Be}_{16}$

BY MARTIN C. MAHAR AND DOUGLAS M. COLLINS

*Chemistry Department, Texas A&M University, College Station, Texas 77843, USA*

(Received 17 October 1983; accepted 20 February 1984)

**Abstract.**  $M_r = 315.5$ , cubic,  $F\bar{4}3m$ ,  $Z = 1$ ,  $a = 5.875(2) \text{ \AA}$ ,  $V = 202.8(2) \text{ \AA}^3$ ,  $D_x = 2.58 \text{ Mg m}^{-3}$ ,  $\text{Mo K}\alpha$ ,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$ ,  $\mu = 14.5 \text{ mm}^{-1}$ ,  $F(000) = 133(1)$ ,  $T = 295 \text{ K}$ ,  $R = 0.038$  for 79 reflections. In this intermetallic compound the Re positions are only partially occupied. The Be atom is in a nominally 12-coordinate environment. The structure is well described as composed of Be tetrahedra which share vertices. The mostly vacant Re sites are in uninterrupted channels through the Be network.

**Introduction.** Intermetallic compounds of Be occur in variety and have relatively low X-ray absorption coefficients. Consequently, these compounds are uniquely suited to the study of metal bonding through critical analysis of charge density distribution as obtained from X-ray diffraction experiments. As part of a systematic study of Be alloys we have determined the structure of  $\text{Re}_{0.92}\text{Be}_{16}$ .

**Experimental.** A mixture of Re and Be in a 1:26 atomic ratio was pressed into a pellet. The pellet was then melted under an inert atmosphere in a copper-hearth tungsten-arc furnace. When the sample was remelted to ensure homogeneity, the pellet shattered. The fragments were searched for suitable crystals. Computer-controlled four-circle diffractometer (Syntex  $\text{PI}$ ,  $\text{Mo K}\alpha$  radiation). Irregular crystal  $\sim 0.1 \text{ mm}$  on an edge. Lattice parameters determined by least-squares refinement on the  $2\theta$  values of 15 reflections in the range  $23^\circ < 2\theta < 40^\circ$ . Intensity data measured only for positive indices in the ranges  $h \leq 13$ ,  $k \leq 9$ ,  $l \leq 13$ . Standard

## Références

- BECKER, P. & COPPENS, P. (1975). *Acta Cryst.* **A31**, 417–425.  
 BUSING, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683–684.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.  
 HULLIGER, F. (1976). *Structural Chemistry of Layer Type Phases*, Tome 5, p. 136. Lausanne: F. Levy.  
*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV, pp. 71–78. Birmingham: Kynoch Press.  
 MEULENAER, J. DE & TOMPA, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.  
 MULLER, D. & HAHN, H. (1978). *Z. Anorg. Chem.* **438**, 258–272.  
 SHANNON, R. D. (1976). *Acta Cryst.* **A32**, 751–767.

reflections 400, 040, 224: sample standard deviations less than 3% of  $I$ . 215 intensities measured (max.  $\sin\theta/\lambda = 1.18 \text{ \AA}^{-1}$ ), yielding 79 unique reflections; two reflections unobserved [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Lorentz, polarization and empirical absorption (North, Phillips & Mathews, 1968) corrections; max. absorption correction 0.9986, min. 0.9284 using *SDP* (Enraf–Nonius, 1979) package.  $R_{\text{int}}$  for merging equivalent reflections 0.015. Positional parameter for Be, anisotropic thermal parameters for all atoms and occupancies of the Re atoms were refined by a full-matrix least-squares method minimizing  $\sum w(|F_o| - |F_c|)^2$  using *SHELX76* (Sheldrick, 1978);  $w = 1/\sigma^2(F)$ ;  $R = 0.038$ ;  $R_w = 0.034$ . Final parameter shift-to-error ratios all  $< 0.2$ . Final difference Fourier synthesis extremes  $+4.5, -3.7 \text{ e \AA}^{-3}$ . Anomalous-dispersion corrections from *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

**Discussion.** The final structural parameters are given in Table 1; \* a list of selected interatomic distances is given in Table 2.

The Re atomic positions both have identical site symmetry and nearly identical stereochemistry. Fig. 1 shows the nominal coordination around a Re atom. The Be framework around each Re atom is in the form of a 12-apex truncated tetrahedron. If all Re positions were fully occupied, as shown in Fig. 1, there would be

\* A list of structure factors has been deposited with the British Library Lending Division as Supplementary Publication No. SUP 39252 (2 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.