

## References

- BERGMAN, J. G., BOYD, G. D. & ASHKIN, A. (1969). *J. Appl. Phys.* **40**, 2860–2863.
- BRANDT, G. & MORITZ, R. (1985). *Mater. Res. Bull.* **20**, 49–56.
- BURCKHARDT, H.-G., KOÇAK, M., KÜLCÜ, N. & TRÖMEL, M. (1984). *J. Solid State Chem.* **54**, 256–259.
- BURCKHARDT, H.-G., PLATTE, C. & TRÖMEL, M. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2450–2452.
- ENGEL, G. & KLEE, W. E. (1970). *Z. Kristallogr.* **132**, 332–339.
- FOLGER, F. (1975). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **411**, 111–117.
- HANKE, K. (1967). *Naturwissenschaften*, **54**, 199.
- HANKE, K. (1983). Private communication.
- KELLER, E. (1980). *SCHAKAL. Ein Fortran-Programm zur graphischen Darstellung von Molekülmodellen*. Univ. of Freiburg.
- KOHN, K., INOUE, K., HORIE, O. & AKIMOTO, S. I. (1976). *J. Solid State Chem.* **18**, 27–37.
- MARKOVSKII, L. YA & PRON, G. F. (1968). *Russ. J. Inorg. Chem.* **13**, 1361–1363.
- MEHROTRA, B. N., HAHN, TH., EYSEL, W., RÖPKE, H. & ILLGUTH, A. (1978). *Neues Jahrb. Mineral. Monatsh.* pp. 408–421.
- ROBERTSON, D. S., SHAW, N. & YOUNG, I. M. (1978). *J. Mater. Sci.* **13**, 1986–1990.
- SEELMANN-EGGEBERT, M., BRANDT, G. & RICHTER, H. J. (1984). *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2**, 11–15.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C. W., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The *XRAY76* system. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- WROBSEWSKA, J., ERB, A., DOBROWOLSKI, J. & FREUNDLICH, W. (1979). *Rev. Chim. Minér.* **16**, 112–123.
- YOUNG, J. M. (1979). *J. Mater. Sci.* **14**, 1579–1585.

*Acta Cryst.* (1985). **C41**, 1154–1157

## Structure du Tétrachlorure de Baryum et de Cadmium Tétrahydraté, $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

PAR M. LEDÉSERT

Laboratoire de Cristallographie, Chimie et Physique des Solides, Associé au CNRS n° 251, Laboratoire de Cristallographie, Université de Caen, 14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 15 novembre 1984, accepté le 26 avril 1985)

**Abstract.**  $M_r = 463.59$ ,  $P\bar{1}$ ,  $a = 8.9938$  (6),  $b = 8.7475$  (9),  $c = 6.9028$  (6) Å,  $\alpha = 98.634$  (8),  $\beta = 102.316$  (7),  $\gamma = 98.919$  (7)°,  $V = 514.63$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 2.986$  Mg m<sup>-3</sup>, Mo  $K\bar{\alpha}$ ,  $\lambda = 0.71069$  Å,  $\mu = 6.95$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 424$ ,  $T = 293$  K,  $R = 0.019$  for 4675 reflections with  $I \geq 3\sigma(I)$ . The Cd atom is octahedrally coordinated to six Cl atoms. The Ba atom is surrounded by five Cl atoms and four O atoms (from water molecules) located at the vertices of a mono-capped Archimedean antiprism. Edge-sharing  $\text{CdCl}_6$  octahedra and  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  form endless ribbons along the [001] direction. The ribbons are connected by Cl–Cl edges belonging to two  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  so that they form puckered layers parallel to the (100) plane. Layers are held together by hydrogen bonds.

**Introduction.** Les chlorures doubles hydratés dont l'un des cations est le cadmium ont des structures dans lesquelles l'enchaînement des polyèdres de coordination des cations est très varié. Faisant suite à l'étude des chlorures doubles de cadmium et potassium (Ledésert & Monier, 1983), nous avons entrepris celle des composés de cadmium et baryum. Le système  $\text{CdCl}_2\text{--BaCl}_2\text{--H}_2\text{O}$  a été exploré par divers auteurs, en particulier par Benrath & Lechner (1940) à différentes températures et par Moshinskii & Tikhomirova (1975) à 323 K. Les sels doubles obtenus à 298 K sont

$\text{BaCd}_2\text{Cl}_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  et  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . La structure cristalline de  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  a été déterminée en vue notamment d'étudier les polyèdres de coordination des cations, leur mode d'enchaînement ainsi que la coordination des molécules d'eau.

**Partie expérimentale.** Cristaux obtenus par évaporation d'une solution aqueuse de  $\text{CdCl}_2$  et  $\text{BaCl}_2$  dans le rapport de 3 à 2 mol. Etudes préliminaires radiocristallographiques menées sur chambre de précession. Paramètres affinés par moindres carrés sur diffractomètre CAD-4 Enraf–Nonius à partir de 21 réflexions ( $\theta$  compris entre 6,2 et 26,8°). Paramètres de la maille et morphologie sont en accord avec les déterminations de Swaryczewski & Stępień (1971): cristaux allongés suivant  $c$ , limités par les formes {100} et {010} les plus développées, accompagnées de {110}  $\bar{1}10$ ,  $\bar{1}01$ ,  $0\bar{1}1$  et {001}. Cristal de 0,10 × 0,10 × 0,26 mm; radiation Mo  $K\bar{\alpha}$ , monochromateur de graphite,  $2 \leq \theta \leq 40^\circ$ ,  $-16 \leq h \leq 16$ ,  $-15 \leq k \leq 15$ ,  $0 \leq l \leq 12$ . Trois réflexions de référence (0 $\bar{1}2$ ,  $\bar{1}13$ , 430) mesurées toutes les 2000 s sans variation significative. 4696 réflexions d'intensité non nulle, 4675 avec  $I \geq 3\sigma(I)$  retenues pour l'affinement. Corrections de Lorentz–polarisation et absorption en tenant compte de la forme du cristal, programme *AGNOSTC* (Coppens, Leiserowitz & Rabinovich, 1965; de Meulenaer &

Tompa, 1965); valeurs extrêmes de la transmission 0,463 et 0,566. Structure résolue par la méthode de l'atome lourd. Schéma de pondération en fonction de  $\sin \theta/\lambda$  déterminé à partir du programme *NANOVA* de W. C. Hamilton (non publié). Correction d'extinction secondaire (Coppens & Hamilton, 1970). Affinement sur  $F$  par moindres carrés, matrice complète. Facteurs de diffusion atomique des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974), dispersion anormale prise en compte pour  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  et  $\text{Cl}^-$ . Affinement des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique anisotropes.  $R = 0,019$ ,  $wR = 0,021$ ,\* coefficient d'extinction isotrope  $g = 0,323$  (8),  $S = 1,335$ . En fin d'affinement  $\Delta x_i/\sigma_i < 0,01$ ; résidus observés sur les sections de Fourier différence  $\leq 1,5 \text{ e } \text{Å}^{-3}$  permettant la localisation des atomes d'hydrogène, pas d'affinement de leurs positions.

**Discussion.** Le Tableau 1 rassemble les valeurs finales des positions atomiques avec leurs écarts types ainsi que les facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents.

Le cadmium a un environnement octaédrique composé de six chlores. Comme dans  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Padmanabhan, Busing & Levy, 1978) le baryum est lié à cinq chlores et quatre oxygènes de quatre molécules d'eau (Tableau 2) et les neuf atomes sont situés aux sommets d'un antiprisme d'Archimède monopyrâmide déformé. Dans les deux structures, les quatre oxygènes forment deux sommets voisins sur chacune des faces quadrangulaires; tandis que dans  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ils constituent deux faces triangulaires consécutives, ce n'est pas le cas dans  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Les chlores sont de trois types: Cl(1) et Cl(2) sont liés à un baryum et deux cadmiums, Cl(3) à un baryum et un cadmium, Cl(4) à deux baryums et un cadmium (Fig. 1).

Les octaèdres  $\text{CdCl}_6$  sont joints entre eux par leurs deux arêtes passant par des centres de symétrie. Ils forment une ligne brisée dans laquelle les distances Cd—Cd sont 3,873 (1) et 3,940 (1) Å et dont la direction moyenne est [001], axe d'allongement du cristal. Les polyèdres  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  sont fixés dans les creux de part et d'autre des octaèdres, les atomes de cadmium et de baryum sont approximativement situés dans un même plan et leurs coordonnées  $z$  sont voisines. Chaque polyèdre  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  met en commun quatre chlores avec les trois octaèdres  $\text{CdCl}_6$  voisins; les distances Ba—Cd sont: 4,428, 4,576 et 4,720 Å. Les faces quadrangulaires des antiprismes

d'Archimède et certaines faces d'octaèdre sont approximativement situées dans deux plans parallèles au plan des cations. L'ensemble des polyèdres  $\text{CdCl}_6$  et  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  forme une chaîne en ruban dont l'allongement est suivant  $c$ , et dont la plus grande dimension de la section est voisine du plan (110) (Fig. 1). De plus, les polyèdres  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$  sont joints deux à deux par une arête Cl—Cl [3,728 (1) Å] passant par un centre de symétrie. De ce fait, chaque chaîne en ruban est liée à ses voisines déduites par les translations [010] et l'ensemble forme un assemblage bidimensionnel plissé dont la direction moyenne est parallèle au plan (100).

Tableau 1. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes équivalents*

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j (\beta^{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j).$$

	$x$	$y$	$z$	$B_{\text{eq}}(\text{Å}^2)$
Ba	0,24236 (1)	0,18000 (1)	-0,23234 (2)	1,81 (0,01)
Cd	0,05733 (2)	0,42224 (2)	0,24841 (2)	1,72 (0,01)
Cl(1)	-0,06453 (6)	0,29809 (5)	-0,13958 (7)	1,82 (0,01)
Cl(2)	0,19669 (6)	0,53085 (6)	0,63860 (7)	1,88 (0,01)
Cl(3)	0,32951 (6)	0,43753 (6)	0,17359 (8)	2,08 (0,01)
Cl(4)	0,03000 (6)	0,13730 (6)	0,32370 (8)	2,04 (0,01)
O(1)	0,56108 (24)	0,22387 (26)	-0,03817 (32)	2,74 (0,04)
O(2)	0,29529 (28)	0,03954 (26)	0,10239 (35)	3,03 (0,05)
O(3)	0,44738 (27)	0,25384 (32)	-0,47316 (35)	3,29 (0,05)
O(4)	0,32815 (34)	-0,09029 (30)	-0,38466 (60)	4,45 (0,08)

Tableau 2. *Distances (Å) et angles (°) caractéristiques*

Octaèdre $\text{CdCl}_6$						
Cd	Cl(1)	Cl(1 <sup>h</sup> )	Cl(2)	Cl(2 <sup>h</sup> )	Cl(3)	Cl(4)
Cl(1)	2,657 (1)	3,643 (1) <sub>a</sub>	5,326 (2)	4,045 (1)	3,650 (1) <sub>b</sub>	3,673 (1)
Cl(1 <sup>h</sup> )	86,49 (2)	2,660 (1)	3,984 (1)	3,605 (1) <sub>b</sub>	3,566 (1)	5,261 (2)
Cl(2)	175,22 (2)	96,63 (2)	2,674 (1)	3,561 (1) <sub>a</sub>	3,681 (1)	3,686 (1) <sub>b</sub>
Cl(2 <sup>h</sup> )	99,67 (2)	85,75 (2)	84,21 (2)	2,636 (1)	5,203 (2)	3,806 (1)
Cl(3)	88,03 (2)	85,45 (2)	88,61 (2)	167,95 (2)	2,595 (1)	3,878 (1)
Cl(4)	88,48 (2)	174,58 (2)	88,52 (2)	93,08 (2)	96,40 (2)	2,607 (1)
Polyèdre $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$						
Ba—Cl(1)	3,246 (1)			Ba—O(1)	2,833 (2)	
—Cl(2 <sup>h</sup> )	3,382 (1)			—O(2)	2,764 (2)	
—Cl(3)	3,188 (1)			—O(3)	2,800 (3)	
—Cl(4 <sup>h</sup> )	3,181 (1)			—O(4)	2,731 (3)	
—Cl(4 <sup>h</sup> )	3,288 (1)					
Liaisons hydrogène et environnement des molécules d'eau						
*O(1)—Cl(2 <sup>h</sup> )	3,342 (2)	*O(3)—Cl(3 <sup>h</sup> )		3,202 (3)		
*O(1)—Cl(3 <sup>h</sup> )	3,307 (2)	*O(3)—Cl(3 <sup>h</sup> )		3,235 (2)		
*O(2)—Cl(4)	3,249 (3)	*O(4)—Cl(2 <sup>h</sup> )		3,381 (3)		
*O(2)—O(1 <sup>h</sup> )	2,835 (4)	*O(4)—O(3 <sup>h</sup> )		2,899 (4)		
Ba—O(1)—Cl(2 <sup>h</sup> )	135,76 (8)	Ba—O(3)—Cl(3 <sup>h</sup> )		116,52 (9)		
Ba—O(1)—Cl(3 <sup>h</sup> )	96,61 (6)	Ba—O(3)—Cl(3 <sup>h</sup> )		98,92 (4)		
Ba—O(1)—O(2 <sup>h</sup> )	116,34 (7)	Ba—O(3)—O(4 <sup>h</sup> )		132,43 (13)		
Cl(2 <sup>h</sup> )—O(1)—Cl(3 <sup>h</sup> )	71,41 (5)	Cl(3 <sup>h</sup> )—O(3)—Cl(3 <sup>h</sup> )		94,91 (7)		
Cl(2 <sup>h</sup> )—O(1)—O(2 <sup>h</sup> )	105,06 (7)	Cl(3 <sup>h</sup> )—O(3)—O(4 <sup>h</sup> )		103,98 (9)		
Cl(3 <sup>h</sup> )—O(1)—O(2 <sup>h</sup> )	123,37 (9)	Cl(3 <sup>h</sup> )—O(3)—O(4 <sup>h</sup> )		101,50 (9)		
Ba—O(2)—Cl(4)	101,77 (8)	Ba—O(4)—Cl(2 <sup>h</sup> )		130,21 (11)		
Ba—O(2)—O(1 <sup>h</sup> )	112,23 (7)	Ba—O(4)—O(3 <sup>h</sup> )		150,99 (12)		
Cl(4)—O(2)—O(1 <sup>h</sup> )	137,73 (9)	Cl(2 <sup>h</sup> )—O(4)—O(3 <sup>h</sup> )		77,02 (9)		

Code de notation: (i)  $-x, -y, -z$ ; (ii)  $-x, -y, 1-z$ ; (iii)  $x, y, -1+z$ ; (iv)  $-x, -y, -z$ ; (v)  $1-x, 1-y, 1-z$ ; (vi)  $1-x, 1-y, -z$ ; (vii)  $1-x, -y, -z$ ; (viii)  $1-x, -y, -1-z$ ; (ix)  $x, -1+y, -1+z$ .

Notes:  $a$  indique une arête commune à deux octaèdres,  $b$  une arête commune à un octaèdre et à un polyèdre  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$ .

\* Oxygène sur lequel se trouve H qui produit la liaison O—H...

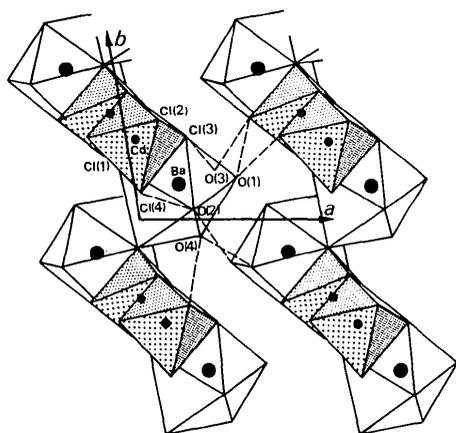
\* Les listes des facteurs de structure calculés et observés et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 42214: 28 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 3. Comparaison des périodes des chaînes d'octaèdres  $\text{CdCl}_6$  ou  $\text{CdCl}_5(\text{H}_2\text{O})$  dans lesquelles les atomes de cadmium forment une ligne brisée

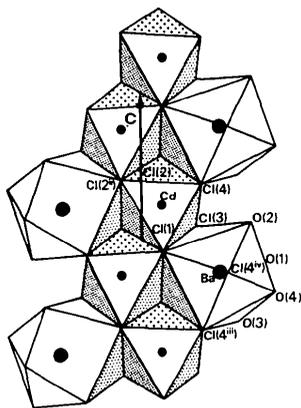
Composé	$\text{Cd}_3\text{Ca}_2\text{Cl}_{10} \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	$\text{Cd}_3\text{KCl}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$\text{Cd}_4\text{NiCl}_{10} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$\text{CdBaCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Type de chaîne*				
Indice et paramètre (Å) de la rangée parallèle à la chaîne	$b = 6,573$	$a = 6,6736$	$a = 6,634$	$c = 6,9028$
Références	(1)	(2)	(3)	Ce travail

Références: (1) Leligny & Monier (1982); (2) Ledésert (1982); (3) Leclaire & Borel (1980).

\* A, B et C représentent les cations situés respectivement au coeur des polyèdres  $\text{CdCl}_6$ ,  $\text{CdCl}_5(\text{H}_2\text{O})$  et  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$ .



(a)



(b)

Fig. 1. Structure de  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . (a) Projection parallèlement à c. Les liaisons hydrogène issues des quatre molécules d'eau indépendantes sont indiquées par des tirets. (b) Représentation de la chaîne en ruban. Le plan de la figure, parallèle à l'axe c, est approximativement celui de la face d'octaèdre déterminée par les atomes Cl(1), Cl(2<sup>II</sup>) et Cl(4). L'arête Cl(4<sup>II</sup>)—Cl(4<sup>IV</sup>) est commune à deux polyèdres  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$ .

Des chaînes infinies d'octaèdres, dans lesquelles les cadmiums forment des lignes brisées, ont déjà été rencontrées dans plusieurs structures de chlorures doubles hydratés:  $2[\text{Ca}(\text{H}_2\text{O})_8] \cdot [\text{Cd}_3\text{Cl}_{10}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Leligny & Monier, 1982),  $\text{Cd}_3\text{KCl}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Ledésert & Monier, 1983), et  $\text{Cd}_4\text{NiCl}_{10} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (Leclaire & Borel, 1980). Dans les deux premiers composés existent des chaînes où, suivant l'allongement, alternent un et deux octaèdres; dans le troisième, la disposition des octaèdres  $\text{CdCl}_6$  est la même que dans  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  et les octaèdres  $\text{CdCl}_5(\text{H}_2\text{O})$ , comme les polyèdres  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$ , sont fixés de part et d'autre (Tableau 3). L'allongement de la période observé dans  $\text{BaCdCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  peut s'expliquer par le fait que, dans ce composé, les polyèdres  $\text{BaCl}_5(\text{H}_2\text{O})_4$ , plus volumineux que les octaèdres  $\text{CdCl}_6$  ou  $\text{CdCl}_5(\text{H}_2\text{O})$ , sont incorporés à la chaîne d'octaèdres.

Les quatre molécules d'eau font partie de l'environnement du baryum. Toutes les distances O—O et O—Cl inférieures à 3,5 Å ont été calculées; celles qui correspondent à des liaisons hydrogène figurent dans la dernière partie du Tableau 2. Les molécules d'eau contenant les oxygènes O(1) et O(3) ont un environnement tétraédrique composé d'un baryum, d'un hydrogène d'une autre molécule d'eau et de deux chlores liés à leurs deux hydrogènes. Les molécules d'eau contenant les oxygènes O(2) et O(4) ont un environnement triangulaire comportant un baryum, un chlore et un oxygène d'une autre molécule d'eau liés à leurs deux hydrogènes. Les liaisons hydrogène (Fig. 1) prennent place entre atomes appartenant soit à un même assemblage bidimensionnel de polyèdres de coordination des cations, soit à des assemblages contigus en assurant la cohésion de la structure.

#### Références

- BENRATH, A. & LECHNER, K. (1940). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **244**, 359–376.  
 COPPENS, P. & HAMILTON, W. C. (1970). *Acta Cryst.* **A26**, 71–83.  
 COPPENS, P., LEISEROWITZ, L. & RABINOVICH, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035–1038.

*International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)  
 LECLAIRE, A. & BOREL, M. M. (1980). *Acta Cryst.* B36, 3090–3093.  
 LEDÉSERT, M. (1982). *Acta Cryst.* B38, 1569–1571.  
 LEDÉSERT, M. & MONIER, J. C. (1983). *Z. Kristallogr.* 165, 199–208.  
 LELIGNY, H. & MONIER, J. C. (1982). *Acta Cryst.* B38, 355–358.

MEULENAER, J. DE & TOMPA, H. (1965). *Acta Cryst.* 19, 1014–1018.  
 MOSHINSKII, A. S. & TIKHOMIROVA, K. A. (1975). *Russ. J. Inorg. Chem.* 20, 2504–2509.  
 PADMANABHAN, V. M., BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1978). *Acta Cryst.* B34, 2290–2292.  
 SWARYCZEWSKI, A. & STĘPIEŃ, A. (1971). *Soc. Sci. Lodz. Acta Chim.* 16, 7–11.

*Acta Cryst.* (1985). C41, 1157–1159

## Structure de la Forme de Haute Température du Polyphosphate de Lithium et de Potassium: $\text{LiK}(\text{PO}_3)_2$

PAR N. EL-HORR\* ET M. BAGIEU

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

(Reçu le 9 juillet 1984, accepté le 30 avril 1985)

**Abstract.**  $M_r = 204.0$ , monoclinic,  $C2/c$ ,  $a = 13.753$  (5),  $b = 13.818$  (5),  $c = 11.865$  (5) Å,  $\beta = 90.34$  (5)°,  $V = 2254.8$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 16$ ,  $D_x = 2.405$  g cm<sup>-3</sup>,  $\text{Ag } K\bar{\alpha}$ ,  $\lambda = 0.5608$  Å,  $\mu = 7.46$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1600$ ,  $T = 298$  K,  $R = 0.023$  for 2170 independent reflections. The  $(\text{PO}_3)_\infty$  chains run along the  $a$  direction with a period of eight tetrahedra.  $\text{KO}_8$  polyhedra alternate with  $\text{KO}_6$  polyhedra in such a way that they form, together with  $\text{LiO}_4$  tetrahedra, double chains running through the planes  $ab$ . These layers are joined by other  $\text{LiO}_4$  tetrahedra along  $c$ .

**Introduction.** Dans le cadre d'une étude des phosphates mixtes de cations monovalents de formule  $\text{LiM}^I(\text{PO}_3)_2$  ( $M^I = \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}, \text{Tl}$ ) deux formes de polyphosphates  $\text{LiK}(\text{PO}_3)_2$  ont été isolées. Leurs préparations chimiques ainsi que leurs principales caractéristiques cristallographiques ont déjà été publiées (El-Horr, Caverogheri & Bagieu-Beucher, 1983). La structure cristalline de la forme de basse température dite  $\beta$ - $\text{LiK}(\text{PO}_3)_2$  a déjà aussi été décrite (El-Horr, Bagieu & Tordjman, 1983).

L'étude structurale de la forme de haute température dite  $\alpha$  fait l'objet du présent article. Elle confirme que cette variété est également un polyphosphate à longues chaînes.

**Partie expérimentale.** Technique de Weissenberg, les conditions d'existence des réflexions  $hkl$  ( $h + k = 2n$ ),  $0k0$  ( $k = 2n$ ) et  $h0l$  ( $l = 2n$ ) conduisent aux groupes d'espaces  $Cc$  ou  $C2/c$ . Intensités ont été mesurées dans conditions expérimentales suivantes: dimensions du cristal:  $0,24 \times 0,18 \times 0,10$  mm; appareillage: diffrac-

tomètre Philips PW 1100; monochromateur: lame de graphite; domaine des mesures: 3 à 25° ( $\theta$ ); mode de balayage:  $\Omega$ ; domaine de balayage: 1,2° ( $\theta$ ); vitesse de balayage: 0,02° s<sup>-1</sup>; réflexions de référence: 408 et 408; temps total de mesure du fond continu: 20 s; 3360 réflexions ( $-20 \leq h \leq 20$ ,  $0 \leq k \leq 20$ ,  $0 \leq l \leq 17$ ) mesurées; correction de Lorentz-polarisation sur les 3147 réflexions indépendantes, aucune correction d'absorption; 2205 réflexions telles que  $I > 9\sigma(I)$  conservées pour la détermination structurale; paramètres de maille affinés à partir d'une vingtaine de données; méthodes directes (Germain, Main & Woolfson, 1970); tests statistiques sont en faveur du groupe d'espace centrosymétrique  $C2/c$ ; atomes de potassium, phosphore et oxygène ont été localisés à partir de synthèses de Fourier alternées avec plusieurs cycles d'affinement basé sur  $F$  utilisant facteurs thermiques isotropes; atomes de lithium ont été localisés à partir de synthèses de Fourier 'différence'; nouvelle série d'affinements a été entreprise avec l'anisotropie de l'agitation thermique; après élimination de 35 réflexions mal mesurées pour lesquelles  $|F_o - F_c| > 70$  dans une échelle de 0 à 3603,  $R = 0,023$  pour les 2170 réflexions conservées.  $\Delta\rho(\text{max.}) < 1,5$  e Å<sup>-3</sup>,  $\Delta/\sigma(\text{max.}) 0,00$ . Pour tous les calculs, les programmes  $SDP$  (Enraf-Nonius, 1979) ont été utilisés, schéma de pondération unitaire,  $wR = 0,028$ ,  $S = 2,207$ ; facteur de diffusion des atomes neutres (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1974).†

† 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 42199: 18 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.

\* CNRS, BP 11-8281 Beyrouth, Liban.