

HOGUE, R., JAGER, J. & FISCHER, K. (1977). *Cryst. Struct. Commun.* pp. 287–290.  
 MARTIN, P., GREUTER, H., RIHS, G., WINKLER, T. & BELLUS, D. (1981). *Helv. Chim. Acta*, **64**, 2571–2586.  
 MOTHERWELL, W. D. S. & CLEGG, W. (1978). *PLUTO*. Program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.

SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.  
 SHELDRIK, G. M. (1985). *SHELXS86*. In *Crystallographic Computing 3*, edited by G. M. SHELDRIK, C. KRUGER & R. GODDARD, pp. 175–189. Oxford Univ. Press.  
 TINANT, B., DECLERQ, J.-P. & GOBEAUX, B. (1990). *Acta Cryst.* **C46**, 1944–1946.

## SHORT COMMUNICATION

*Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 1000 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible.*

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 2272

**Révision de la structure de NaNp<sub>3</sub>F<sub>13</sub>.** Par ALAIN COUSSON, *Institut Curie, Section de Physique et Chimie, UA CNRS 448, 11 rue P. et M. Curie, 75231 Paris CEDEX 05, France* et MADELEINE GASPERIN, *Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie associé au CNRS, Université P. et M. Curie, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France*

(Reçu le 28 septembre 1989, accepté le 2 avril 1990)

**Abstract.** The crystal structure of NaNp<sub>3</sub>F<sub>13</sub> has been re-examined; the formula of this compound is in fact Na<sub>4</sub>Np<sub>12</sub>F<sub>46</sub>O<sub>3</sub>.  $M_r = 3858.0$ , hexagonal,  $P6_3/mmc$ ,  $a = 8.022$  (5),  $c = 16.513$  (9) Å,  $V = 920$  (2) Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $D_x = 6.96$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo K}\alpha) = 0.71069$  Å,  $\mu = 25.9$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1598$ ,  $T = 290$  K,  $R = 0.054$ ,  $wR = 0.060$  for 599 independent reflections with  $I \geq 3\sigma(I)$ .

À la lumière d'un récent article concernant Li<sub>3</sub>ThF<sub>7</sub> (Lalignant, Le Bail, Avignat, Cousseins & Ferey, 1989), il nous est apparu que la structure de NaNp<sub>3</sub>F<sub>13</sub> décrite en 1983 (Cousson, Abazli, Pagès & Gasperin, 1983) était certainement erronée. En effet, l'un des atomes de fluor [F(7)], lié seulement à deux atomes de sodium, ne respectait pas la loi de répartition des charges électrostatiques alors qu'à l'inverse, l'atome F(5), lié à trois atomes de neptunium, recevait une charge trop importante.

Nous avons donc repris les affinements en attribuant à F(7) la table de diffusion du sodium, et à F(5) celle de l'oxygène. L'introduction d'un second atome de sodium est d'ailleurs en accord avec le fait que, dans la première description, Na avait un facteur de température élevé compatible avec celle d'un site partiellement occupé.

L'introduction de ces deux changements et la variation des multiplicateurs de Na(1), Na(2) et O aboutissent à la formule Na<sub>4</sub>Np<sub>12</sub>F<sub>46</sub>O<sub>3</sub>. Le facteur  $R$  s'abaisse de 0,066 à 0,054.  $wR = 0,060$ .\*

Les positions atomiques, qui ont peu varié, figurent dans le Tableau 1 et les distances cations-anions dans le Tableau 2. La balance des charges, calculée par le programme

\* Les listes des facteurs de structure et des paramètres thermiques anisotropes ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 52965: 6 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Positions atomiques ( $\times 10^4$ ) et paramètres d'agitation thermique isotropes ou équivalents

$$B_{\text{eq}} = (4/3) \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

Taux d'occupation du site		x	y	z	B
Np		1621 (1)	3241 (1)	1128 (1)	0,90 (2)
( $B_{\text{eq}}$ )					
Na(1)	0.66	3333	6667	9145 (16)	1,2 (4)
Na(2)	0.72	6667	3333	2500	2,1 (7)
F(1)		1394 (15)	2787 (15)	2500	1,4 (3)
F(2)		5376 (11)	0751 (11)	8361 (9)	1,5 (2)
F(3)		3286 (23)	0	0	1,7 (2)
F(4)		3333	6667	0532 (17)	1,8 (4)
F(5)		1657 (14)	3313 (14)	8532 (8)	1,7 (2)
O	0.75	0	0	0840 (23)	0,9 (5)

Tableau 2. Distances dans les polyèdres (Å)

Np—F(3)	2,282 (6) × 2	Np—F(2)	2,307 (10) × 2
Np—F(1)	2,288 (6)	Np—F(5)	2,345 (10) × 2
Np—O	2,301 (8)	Np—F(4)	2,575 (10)
Na(1)—F(4)	2,291 (38)	Na(1)—F(5)	2,540 (15) × 3
Na(2)—F(5)	2,886 (11) × 6		

*LATSUM* (Pannetier, 1980) est maintenant tout à fait satisfaisante. Les deux positions statistiques du sodium sont au voisinage de celle du Cs dans CsU<sub>6</sub>F<sub>25</sub>, ce qui explique l'analogie cristallographique des deux composés.

### Références

- COUSSON, A., ABAZLI, H., PAGÈS, M. & GASPERIN, M. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 318–320.  
 LALIGNANT, Y., LE BAIL, A., AVIGNANT, D., COUSSEINS, J. C. & FEREY, G. (1989). *J. Solid State Chem.* **80**, 206–212.  
 PANNETIER, J. (1980). *Bull. Minéral.* **103**, 367–375.