

|  |            |  |           |
|--|------------|--|-----------|
| S—Ta(1)—S <sup>iv</sup>                          | 94.9 (3)   | O(3)—Sm—O(1 <sup>v</sup> )               | 66.5 (5)  |
| S—Ta(1)—S <sup>vii</sup>                         | 173.01 (6) | O(3)—Sm—O(2)                             | 63.2 (6)  |
| S <sup>iv</sup> —Ta(1)—S <sup>vi</sup>           | 173.01 (6) | O(3)—Sm—O(2 <sup>y</sup> )               | 63.2 (6)  |
| O(1 <sup>ix</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>vi</sup> )    | 79.6 (7)   | O(3)—Sm—S                                | 105.4 (5) |
| O(1 <sup>ix</sup> )—Ta(2)—O(3 <sup>vi</sup> )    | 93.8 (6)   | O(3)—Sm—S <sup>x</sup>                   | 121.2 (5) |
| O(1 <sup>ix</sup> )—Ta(2)—O(3 <sup>vii</sup> )   | 93.8 (6)   | O(4)—Sm—O(1)                             | 72.2 (5)  |
| O(1 <sup>ix</sup> )—Ta(2)—O(2 <sup>vi</sup> )    | 150.1 (8)  | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(1 <sup>y</sup> ) | 72.2 (5)  |
| O(2 <sup>vi</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>vi</sup> )    | 70.5 (8)   | O(4)—Sm—O(1 <sup>y</sup> )               | 151.9 (6) |
| O(3 <sup>vi</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>vi</sup> )    | 79.0 (6)   | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(1)               | 151.9 (6) |
| O(3 <sup>vii</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>vi</sup> )   | 79.0 (6)   | O(4)—Sm—O(2 <sup>y</sup> )               | 144.9 (6) |
| O(3 <sup>vi</sup> )—Ta(2)—O(2 <sup>vi</sup> )    | 80.8 (6)   | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(2)               | 144.9 (6) |
| O(3 <sup>vii</sup> )—Ta(2)—O(2 <sup>vi</sup> )   | 80.8 (6)   | O(4)—Sm—O(2)                             | 69.0 (6)  |
| O(3 <sup>vi</sup> )—Ta(2)—O(3 <sup>vii</sup> )   | 155 (1)    | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(2 <sup>y</sup> ) | 69.0 (6)  |
| O(4 <sup>viii</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>ix</sup> )  | 107.9 (8)  | O(4)—Sm—O(3)                             | 127.3 (4) |
| O(4 <sup>viii</sup> )—Ta(2)—O(1 <sup>vi</sup> )  | 172.5 (7)  | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(3)               | 127.3 (4) |
| O(4 <sup>viii</sup> )—Ta(2)—O(2 <sup>vi</sup> )  | 102.0 (9)  | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—O(4)               | 104.4 (7) |
| O(4 <sup>viii</sup> )—Ta(2)—O(3 <sup>vi</sup> )  | 100.1 (6)  | O(4)—Sm—S                                | 75.8 (4)  |
| O(4 <sup>viii</sup> )—Ta(2)—O(3 <sup>vii</sup> ) | 100.1 (6)  | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—S                  | 75.8 (4)  |
| O(1 <sup>y</sup> )—Sm—O(1)                       | 97.5 (6)   | O(4)—Sm—S <sup>x</sup>                   | 76.2 (4)  |
| O(1)—Sm—O(2)                                     | 61.3 (6)   | O(4 <sup>y</sup> )—Sm—S <sup>x</sup>     | 76.2 (4)  |
| O(1 <sup>y</sup> )—Sm—O(2 <sup>y</sup> )         | 61.3 (6)   | S—Sm—S <sup>x</sup>                      | 133.4 (1) |

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

The Sm and Ta atoms were located by direct methods (*MITHRIL*; Gilmore, 1983) with Ta(1) situated near the 2(a) special position. However, refinements with Ta(1) at the 2(a) site led to very high  $B_{eq}$  and  $R$  values, indicating that Ta(1) cannot be located at that site. Refinement with Ta(1) at the 4(g) site (occupancy 0.5) led to the worse result of  $R = 0.15$  and  $\Delta\rho_{max} = 49.98 e \text{ \AA}^{-3}$ . Re-refinement with Ta(1) distributed statistically at the 4(e) position led to the better result of  $R = 0.06$  and  $\Delta\rho_{max} = 4.80 e \text{ \AA}^{-3}$ ; thus Ta(1) was finally located at the 4(e) position. The remaining atoms were found in successive difference Fourier syntheses. The structure was refined by full-matrix least-squares methods with anisotropic displacement parameters for Sm, Ta and S atoms. All calculations were performed on a VAX 11/785 computer using *TEXSAN* software (Molecular Structure Corporation, 1987).

This work was funded by National Nature Science Foundation of China, State Key Laboratory of Structure Chemistry and Fujian Province Natural Science Foundation.

Lists of structure factors and anisotropic displacement parameters have been deposited with the IUCr (Reference: OH1081). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

## References

- Brennan, T. D., Aleandri, L. E. & Ibers, J. A. (1991). *J. Solid State Chem.* **91**, 312–322.
- Brennan, T. D. & Ibers, J. A. (1992). *J. Solid State Chem.* **98**, 82–89.
- Cromer, D. T. & Waber, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, Tables 2.2A and 3.2.1. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- Dugue, J., Vovan, T. & Laruelle, P. (1985). *Acta Cryst.* **C41**, 1146–1148.
- Dugue, J., Vovan, T. & Villers, J. (1990a). *Acta Cryst.* **B36**, 1291–1294.
- Dugue, J., Vovan, T. & Villers, J. (1990b). *Acta Cryst.* **B36**, 1294–1297.

Gilmore, C. J. (1983). *MITHRIL. Computer Program for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Data*. Department of Chemistry, Univ. of Glasgow, Scotland.

Molecular Structure Corporation (1987). *TEXSAN. TEXRAY Structure Analysis Package*. Revised. MSC, 3200 Research Forest Drive, The Woodlands, TX 77381, USA.

North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 1966–1968

## Redétermination de la Structure du Sulfure de Cadmium et de Germanium, Cd<sub>4</sub>GeS<sub>6</sub>

M. JULIEN-POUZOL ET S. JAULMES†

*Laboratoire de Physique de la Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, Université René Descartes, 4 Avenue de l'Observatoire, 75006 Paris, France*

(Reçu le 16 décembre 1994, accepté le 15 mars 1995)

### Abstract

The structure of tetracadmium germanium hexasulfide comprises GeS<sub>4</sub> and CdS<sub>4</sub> tetrahedra. The GeS<sub>4</sub> tetrahedra are regular but are not bonded. Each S-atom vertex of a GeS<sub>4</sub> tetrahedron is shared with two CdS<sub>4</sub> tetrahedra.

### Commentaire

La structure de Cd<sub>4</sub>GeS<sub>6</sub> a été résolue en 1970 par Susa & Steinfink (1971) avec un  $R$  conventionnel de 0,0715. Cependant, disposant d'un cristal de très bonne qualité, nous avons repris cette structure afin d'obtenir des valeurs plus précises des distances et des angles interatomiques; ceci dans le but d'attribuer avec précision les pics observés dans les spectres infrarouges de ce composé.

Chaque cation présente une coordination soufrée tétraédrique classique (Tableau 2), tous les tétraèdres GeS<sub>4</sub> et CdS<sub>4</sub> sont liés les uns aux autres par des sommets. Dans la maille, il y a quatre atomes de Cd indépendants et les quatre tétraèdres correspondants sont liés entre eux par un atome de S commun, soit S(5) (Fig. 1), soit S(1). En revanche deux tétraèdres GeS<sub>4</sub> ne sont jamais liés entre eux. Chaque atome de S d'un tétraèdre GeS<sub>4</sub> est commun à deux tétraèdres CdS<sub>4</sub> (Fig. 2). Les tétraèdres GeS<sub>4</sub> et Cd(3)S<sub>4</sub> sont presque réguliers, les trois autres tétraèdres CdS<sub>4</sub> sont plus irréguliers (Tableau 2).

† Adresse actuelle: Laboratoire de cristallographie, Université Pierre et Marie Curie, 4 Place Jussieu, 75005 Paris, France.

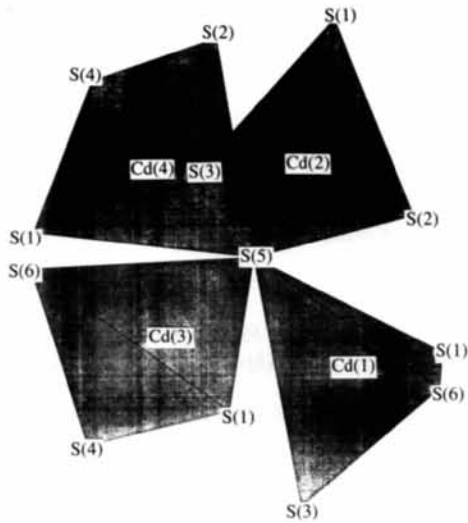


Fig. 1. Mise en commun du soufre S(5) par quatre tétraèdres CdS<sub>4</sub>.

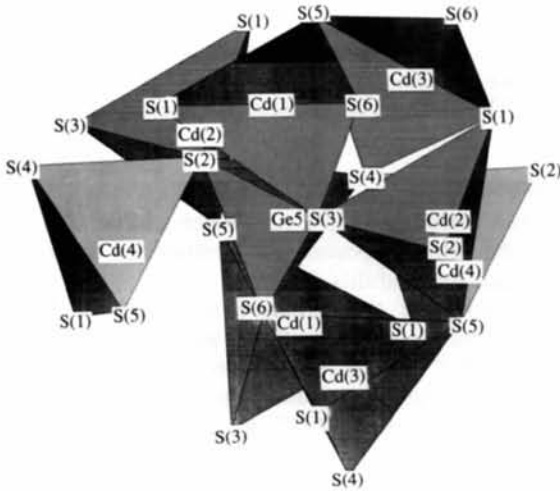


Fig. 2. Environnement d'un tétraèdre GeS<sub>4</sub> par huit tétraèdres CdS<sub>4</sub>.

**Partie expérimentale**

Le sulfure Cd<sub>4</sub>GeS<sub>6</sub> est préparé à partir des sulfures CdS et GeS<sub>2</sub> pris en quantité stoechiométrique. Ce mélange est chauffé à 1273 K en ampoule de silice scellée sous vide pendant 4 h, puis trempé dans l'eau à la température ambiante (Barnier, 1993).

*Données cristallines*

Cd<sub>4</sub>GeS<sub>6</sub>

M<sub>r</sub> = 714,55

Monoclinique

Cc

a = 12,326 (3) Å

b = 7,088 (2) Å

c = 12,365 (3) Å

β = 110,08 (2)°

Mo Kα radiation

λ = 0,71069 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 3,37–11,63°

μ = 12,246 mm<sup>-1</sup>

T = 293 K

Polyèdre à neuf faces

V = 1014,7 (4) Å<sup>3</sup>

Z = 4

D<sub>x</sub> = 4,67 Mg m<sup>-3</sup>

D<sub>m</sub> = 4,70 (5) Mg m<sup>-3</sup>

D<sub>m</sub> mesurée par pycnométrie

0,09 × 0,08 × 0,07 mm

Jaunâtre

*Collection des données*

Diffractomètre Syntex

Nicolet P3F

Balayage θ/2θ

Correction d'absorption:

analytique

T<sub>min</sub> = 0,416, T<sub>max</sub> =

0,527

1480 réflexions mesurées

1480 réflexions

indépendantes

1480 réflexions observées

[F ≥ 0]

θ<sub>max</sub> = 30°

h = -17 → 16

k = 0 → 9

l = 0 → 16

3 réflexions de référence

mesurées toutes les 60

réflexions

variation d'intensité: 2,4%

*Affinement*

Affinement à partir des F

R = 0,041

wR = 0,051

S = 0,28

1480 réflexions

99 paramètres

w = 1/σ(F)

(Δ/σ)<sub>max</sub> = 0,0007

Δρ<sub>max</sub> = 2,2 e Å<sup>-3</sup>

Δρ<sub>min</sub> = -1,5 e Å<sup>-3</sup>

Correction d'extinction:

Becker & Coppens (1975)

Coefficient d'extinction:

0,88 (3) × 10<sup>-6</sup>

Facteurs de diffusion des

International Tables for

X-ray Crystallography

(1974, Tome IV)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)

$$B_{eq} = (8\pi^2/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

|       | x          | y          | z          | B <sub>eq</sub> |
|-------|------------|------------|------------|-----------------|
| Cd(1) | 0,3186     | 0,3935 (2) | 0,6407     | 1,33 (3)        |
| Cd(2) | 0,3477 (2) | 0,8844 (2) | 0,4530 (2) | 1,31 (3)        |
| Cd(3) | 0,1627 (2) | 0,9186 (2) | 0,6438 (2) | 1,24 (3)        |
| Cd(4) | 0,5298 (2) | 0,8031 (2) | 0,7992 (2) | 1,50 (3)        |
| Ge    | 0,0966 (2) | 0,2302 (2) | 0,3912 (2) | 0,58 (3)        |
| S(1)  | 0,3408 (4) | 0,2551 (5) | 0,1381 (3) | 0,83 (6)        |
| S(2)  | 0,0526 (3) | 0,4820 (5) | 0,4719 (3) | 0,85 (6)        |
| S(3)  | 0,2847 (3) | 0,2366 (5) | 0,4438 (4) | 0,99 (6)        |
| S(4)  | 0,0206 (3) | 0,0177 (5) | 0,9401 (3) | 1,04 (6)        |
| S(5)  | 0,7142 (3) | 0,2761 (5) | 0,2583 (3) | 0,90 (6)        |
| S(6)  | 0,5206 (3) | 0,2218 (5) | 0,7041 (3) | 0,90 (6)        |

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

|  |           |  |           |
|--|-----------|--|-----------|
| Cd(1)—S(1 <sup>i</sup> )                 | 2,509 (4) | S(1 <sup>i</sup> )...S(5 <sup>vi</sup> )     | 4,218 (5) |
| Cd(1)—S(5 <sup>ii</sup> )                | 2,552 (4) | S(1 <sup>i</sup> )...S(4 <sup>vii</sup> )    | 4,216 (5) |
| Cd(1)—S(3)                               | 2,579 (4) | S(5 <sup>vi</sup> )...S(6 <sup>viii</sup> )  | 4,211 (5) |
| Cd(1)—S(6)                               | 2,638 (4) | S(4 <sup>vii</sup> )...S(6 <sup>viii</sup> ) | 3,753 (5) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(5 <sup>ii</sup> ) | 4,462 (5) | S(4 <sup>vii</sup> )...S(5 <sup>vi</sup> )   | 4,203 (5) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(3)                | 4,256 (5) | Cd(4)—S(1 <sup>i</sup> )                     | 2,526 (4) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(6)                | 4,255 (5) | Cd(4)—S(5 <sup>ii</sup> )                    | 2,555 (4) |
| S(3)...S(5 <sup>ii</sup> )               | 4,271 (5) | Cd(4)—S(2 <sup>viii</sup> )                  | 2,560 (4) |
| S(3)...S(6)                              | 3,522 (5) | Cd(4)—S(4 <sup>iv</sup> )                    | 2,699 (4) |
| S(5 <sup>ii</sup> )...S(6)               | 4,059 (5) | S(1 <sup>i</sup> )...S(5 <sup>i</sup> )      | 4,327 (5) |
| Cd(2)—S(1 <sup>i</sup> )                 | 2,523 (4) | S(1 <sup>i</sup> )...S(2 <sup>viii</sup> )   | 4,495 (5) |
| Cd(2)—S(5 <sup>ii</sup> )                | 2,524 (4) | S(1 <sup>i</sup> )...S(4 <sup>iv</sup> )     | 3,972 (5) |
| Cd(2)—S(2 <sup>iv</sup> )                | 2,552 (4) | S(2 <sup>viii</sup> )...S(5 <sup>i</sup> )   | 4,349 (5) |
| Cd(2)—S(3 <sup>v</sup> )                 | 2,607 (4) | S(2 <sup>viii</sup> )...S(4 <sup>iv</sup> )  | 3,577 (5) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(5 <sup>ii</sup> ) | 4,417 (5) | S(4 <sup>iv</sup> )...S(5 <sup>i</sup> )     | 4,072 (5) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(2 <sup>iv</sup> ) | 4,192 (5) | Ge—S(4 <sup>iv</sup> )                       | 2,173 (4) |

|  |           |  |           |
|--|-----------|--|-----------|
| S(1 <sup>i</sup> )...S(3 <sup>v</sup> )        | 4,157 (5) | Ge—S(3)  | 2,184 (4) |
| S(2 <sup>iv</sup> )...S(5 <sup>iii</sup> )     | 4,353 (5) | Ge—S(2)  | 2,203 (4) |
| S(2 <sup>iv</sup> )...S(3 <sup>v</sup> )       | 3,675 (5) | Ge—S(6 <sup>s</sup> )                            | 2,205 (4) |
| S(3 <sup>v</sup> )...S(5 <sup>iii</sup> )      | 3,914 (5) | S(3)...S(4 <sup>ix</sup> )                       | 3,709 (5) |
| Cd(3)—S(1 <sup>i</sup> )                       | 2,540 (4) | S(3)...S(6 <sup>s</sup> )                        | 3,584 (5) |
| Cd(3)—S(6 <sup>iii</sup> )                     | 2,545 (4) | S(2)...S(4 <sup>ix</sup> )                       | 3,573 (5) |
| Cd(3)—S(5 <sup>vi</sup> )                      | 2,546 (4) | S(2)...S(6 <sup>s</sup> )                        | 3,510 (5) |
| Cd(3)—S(4 <sup>viii</sup> )                    | 2,566 (4) | S(4 <sup>ix</sup> )...S(6 <sup>s</sup> )         | 3,595 (5) |
| S(1 <sup>i</sup> )...S(6 <sup>iii</sup> )      | 4,302 (5) | S(2)...S(3)                                      | 3,468 (4) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(1)—S(5 <sup>ii</sup> )   | 123,7 (2) | S(5 <sup>vi</sup> )—Cd(3)—S(6 <sup>iii</sup> )   | 111,6 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(1)—S(3)                  | 113,5 (2) | S(4 <sup>viii</sup> )—Cd(3)—S(5 <sup>vi</sup> )  | 110,6 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(1)—S(6)                  | 111,5 (2) | S(4 <sup>viii</sup> )—Cd(3)—S(6 <sup>iii</sup> ) | 94,5 (2)  |
| S(3)—Cd(1)—S(5 <sup>ii</sup> )                 | 112,7 (2) | S(1 <sup>i</sup> )—Cd(4)—S(5 <sup>i</sup> )      | 116,8 (2) |
| S(3)—Cd(1)—S(6)                                | 84,9 (2)  | S(1 <sup>i</sup> )—Cd(4)—S(2 <sup>viii</sup> )   | 124,2 (2) |
| S(5 <sup>ii</sup> )—Cd(1)—S(6)                 | 102,9 (2) | S(1 <sup>i</sup> )—Cd(4)—S(4 <sup>iv</sup> )     | 98,9 (2)  |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(2)—S(5 <sup>iii</sup> )  | 122,1 (2) | S(2 <sup>viii</sup> )—Cd(4)—S(4 <sup>iv</sup> )  | 85,7 (2)  |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(2)—S(2 <sup>iv</sup> )   | 111,4 (2) | S(2 <sup>viii</sup> )—Cd(4)—S(5 <sup>i</sup> )   | 116,5 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(2)—S(3 <sup>v</sup> )    | 108,2 (2) | S(4 <sup>ix</sup> )—Cd(4)—S(5 <sup>i</sup> )     | 101,6 (2) |
| S(2 <sup>iv</sup> )—Cd(2)—S(5 <sup>iii</sup> ) | 118,1 (2) | S(4 <sup>ix</sup> )—Ge—S(3)                      | 116,7 (2) |
| S(2 <sup>iv</sup> )—Cd(2)—S(3 <sup>v</sup> )   | 90,8 (2)  | S(4 <sup>ix</sup> )—Ge—S(2)                      | 109,5 (2) |
| S(3 <sup>v</sup> )—Cd(2)—S(5 <sup>iii</sup> )  | 99,4 (2)  | S(4 <sup>ix</sup> )—Ge—S(6 <sup>s</sup> )        | 110,4 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(3)—S(6 <sup>iii</sup> )  | 115,5 (2) | S(2)—Ge—S(3)                                     | 104,5 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(3)—S(5 <sup>vi</sup> )   | 112,1 (2) | S(2)—Ge—S(6 <sup>s</sup> )                       | 105,5 (2) |
| S(1 <sup>i</sup> )—Cd(3)—S(4 <sup>viii</sup> ) | 111,3 (2) | S(3)—Ge—S(6 <sup>s</sup> )                       | 109,5 (2) |

Codes de symétrie: (i)  $x, 1 - y, \frac{1}{2} + z$ ; (ii)  $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ; (iii)  $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} + y, z$ ; (iv)  $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} + y, z$ ; (v)  $x, 1 + y, z$ ; (vi)  $x - \frac{1}{2}, \frac{3}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ; (vii)  $x, 1 - y, z - \frac{1}{2}$ ; (viii)  $\frac{1}{2} + x, \frac{3}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ; (ix)  $x, -y, z - \frac{1}{2}$ ; (x)  $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, z - \frac{1}{2}$ .

Les corrections d'absorption ont été réalisées à l'aide du programme de J. A. Ibers d'après la méthode analytique décrite par de Meulenaer & Tompa (1965).

Résolution de la structure: *MULTAN80* (Main *et al.*, 1980). Affinement de la structure: *ORXFLS* (Busing, 1971) modifié par P. Laruelle. Tracé des figures: *MOLVIEW* (Cense, 1990). Calcul des distances et des angles interatomiques: *ORFFE* (Busing, Martin & Levy, 1964).

Les auteurs remercient S. Barnier (Laboratoire de chimie minérale structurale de la Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques de Paris) qui a préparé le cristal étudié, et A. Mazurier (Laboratoire de Physique de la Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques de Paris) qui a réalisé l'enregistrement des intensités diffractées aux rayons X.

Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: DU1119). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

## Références

- Barnier, S. (1993). Communication personnelle.  
 Becker, P. J. & Coppens, P. (1975). *Acta Cryst.* **A31**, 417–425.  
 Busing, W. R. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 683–684.  
 Busing, W. R., Martin, K. O. & Levy, H. A. (1964). *ORFFE*. Rapport ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
 Cense, J.-M. (1990). *Studies in Physical and Theoretical Chemistry*, pp. 763–766. Amsterdam: Elsevier.  
 Main, P., Fiske, S. J., Hull, S. E., Lessinger, L., Germain, G., Declercq, J.-P. & Woolfson, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.  
 Meulenaer, J. de & Tompa, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.  
 Susa, K. & Steinfink, H. (1971). *Inorg. Chem.* **10**, 1754–1756.

*Acta Cryst.* (1995). **C51**, 1968–1970

## Ba[H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>]

MIKIO SASAKI AND TOMIO YARITA

*Research Center, Asahi Glass Co Ltd, 1150 Hazawa-cho, Kanagawa-ku, Yokohama 221, Japan*

SHOICHI SATO

*X-ray Research Institute, Rigaku Corporation, 3-12-7 Matsubara-cho, Akishima, Tokyo 196, Japan*

(Received 17 October 1994; accepted 4 April 1995)

## Abstract

Barium orthoperiodate was synthesized and its structure determined by single-crystal X-ray diffraction. The structure consists of Ba<sup>2+</sup> and (H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>)<sup>2-</sup> ions alternately located on the trigonal axis (*c* axis). The IO<sub>6</sub> polyhedron has *D*<sub>3</sub> symmetry, but is greatly distorted from a regular octahedron. A three-dimensional network of IO<sub>6</sub> octahedra is formed through short O—H...O hydrogen bonds. The H atom is positionally disordered.

## Comment

As some periodates show non-water-soluble characteristics, the title compound was synthesized in order to investigate its solubility in water.

A drawing of the structure is shown in Fig. 1. The structure comprises Ba<sup>2+</sup> and (H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>)<sup>2-</sup> ions, with the Ba<sup>2+</sup> ion at the origin and the I atom at 0, 0,  $\frac{1}{2}$ . Six O atoms coordinate to an I atom with I—O bond lengths of 1.879 (2) Å. The IO<sub>6</sub> coordination octahedron has *D*<sub>3</sub> symmetry: one threefold axis of rotation and three twofold rotation axes perpendicular to the former through the central I atom. Therefore, the octahedron is highly symmetric but distorted from a regular octahedron. The distortion is characterized by (*a*) the angle between the I—O bond and the trigonal axis being 53.5 (1)°, smaller than that of 54.8° for a regular octahedron, (*b*) by an elongation of the octahedron along the trigonal axis, and (*c*) by the fact that the two faces perpendicular to the trigonal axis are rotated with respect to each other by an angle of 17.7 (2)°, which shows that the octahedron is twisted around the trigonal axis. Thus, the distortion is fairly large in contrast to the distortions observed in related compounds, *e.g.* Cd[H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>].3H<sub>2</sub>O (Braibanti, Tiripicchio, Bigoli & Pellinghelli, 1970) and Mg[H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>].3H<sub>2</sub>O (Bigoli, Manotti Lanfredi, Tiripicchio & Tiripicchio Camellini, 1970).

The H atom is positionally disordered at two equivalent sites [0.8 (2) Å apart] so that a half H atom is attached to each O atom. The IO<sub>6</sub> octahedra are linked through hydrogen bonds to form an infinite