

*Acta Cryst.* (1962). **15**, 1186

**Cristallographie de complexes d'halogénures alcalins et de molécules organiques.** Par Y. GOBILLON\* et P. PIRET†, *Laboratoire de Chimie-Physique, Université de Louvain, Belgique*

(Reçu le 1 juin 1962)

Dans le cadre d'une étude des complexes cristallins d'halogénures alcalins et de molécules organiques, nous donnons ci-dessous quelques résultats concernant les groupes spatiaux et les paramètres de ces complexes.

Les paramètres ont été mesurés sur des diagrammes d'oscillation rotation et de Weissenberg. Le spectre d'un fil d'argent ( $a = 4,078 \text{ \AA}$ ) a servi d'étalon. Les monocristaux ont dû être enfermés dans un tube capillaire en verre de Lindemann, afin d'éviter leur destruction par l'humidité de l'air. Les spectres ont été pris à la température de  $25^\circ\text{C}$ ., sauf pour l'acétonate qui a été étudié à  $10^\circ\text{C}$ .

**NaI. 3 acétone**

Ce complexe a été découvert par Finkelstein (1910). Il sert encore parfois à la purification de l'acétone. Son point de fusion est  $25,7^\circ\text{C}$ . (Macy, 1926). Il se prépare par simple refroidissement d'une solution.

Système hexagonal.

$$a = 11,37 \pm 0,03, \quad c = 6,60 \pm 0,01 \text{ \AA}; \\ Z = 2, \quad d_c = 1,457 \text{ g.cm.}^{-3}; \\ 2\text{I en } (b); \quad 2\text{Na en } (a).$$

Groupe spatial  $P6_3$ .

**LiCl. dioxanne 1,4**

Ce complexe a été préparé suivant la méthode décrite par Rheinboldt, Luyken & Schmittmann (1937), en dissolvant le chlorure de lithium dans l'éthanol absolu et en ajoutant à cette solution du dioxanne 1,4 en excès. Point de fusion:  $120^\circ\text{C}$ .

Système orthorhombique.

$$a = 8,03 \pm 0,02, \quad b = 7,14 \pm 0,03, \quad c = 11,32 \pm 0,04 \text{ \AA}; \\ Z = 4, \quad d_c = 1,31 \text{ g.cm.}^{-3}.$$

Groupe spatial:  $P2_12_12_1$ .

**LiBr. 2 dioxanne 1,4**

Ce complexe a été préparé à peu près comme le précédent. Rheinboldt obtenait des cristaux de composition  $\text{LiBr} \cdot 2 \text{ dioxanne } 1,4$ . Ceux que nous avons obtenus répondent à la formule  $\text{LiBr} \cdot 2 \text{ dioxanne } 1,4$ .

Système orthorhombique.

$$a = 9,86 \pm 0,03, \quad b = 13,66 \pm 0,05, \quad c = 9,56 \pm 0,03 \text{ \AA}; \\ Z = 4, \quad d_c = 1,36 \text{ g.cm.}^{-3}.$$

Groupe spatial:  $Pm2_1n$  ou  $Pmmn$ .

**NaBr. 2 acétamide**

Ce complexe a été préparé par la méthode décrite par Titherley (1901), en dissolvant le bromure de sodium et

l'acétamide dans l'éthanol absolu. Point de fusion:  $145^\circ\text{C}$ .

Système monoclinique.

$$a = 9,09 \pm 0,01, \quad b = 6,48 \pm 0,01, \quad c = 17,69 \pm 0,03 \text{ \AA}; \\ \beta = 115,4^\circ \pm 0,2; \quad Z = 4, \quad d_c = 1,560 \text{ g.cm.}^{-3}.$$

Groupe spatial:  $P2_1/c$ .

**NaI. 2 acétamide**

Ce complexe est également décrit par Titherley (1901). Il se prépare de la même manière. Point de fusion:  $110^\circ\text{C}$ .

Système orthorhombique.

$$a = 15,47 \pm 0,04, \quad b = 9,33 \pm 0,03, \quad c = 6,61 \pm 0,03 \text{ \AA}; \\ Z = 4, \quad d_c = 1,86 \text{ g.cm.}^{-3}.$$

Groupe spatial:  $P2_12_12_1$  ou  $P2_12_12_1$ .

**NaI. 3 diméthylformamide**

Découvert par Maillard & Rosenthal (1952). Point de fusion:  $95^\circ\text{C}$ . Préparation par refroidissement d'une solution.

Système hexagonal.

$$a = 11,75 \pm 0,03, \quad c = 6,55 \pm 0,02 \text{ \AA}; \\ Z = 2, \quad d_c = 1,55 \text{ g.cm.}^{-3}.$$

2I en (d); 2Na en (a);  $6(\text{CH}_3)_2\text{NCHO}$  en (b).

Groupe spatial:  $P6_3$ .

Nous avons entrepris la détermination complète, par diffraction des rayons X, des structures cristallines suivantes:

NaI.3 diméthylformamide (Gobillon *et al.*, 1962), NaI.3 acétone, NaBr.2 acétamide et LiCl.dioxanne 1,4.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude au Prof. M. Van Meerssche pour l'intérêt qu'il a témoigné à ce travail. Tous nos remerciements vont également au F.N.R.S. et à l'I.R.S.I.A. pour l'octroi d'un mandat et d'une bourse de spécialisation. Cette recherche a bénéficié du soutien financier du Fonds National Belge de la Recherche Scientifique.

**Références**

- FINKELSTEIN, H. (1910). *Ber. deutsch. Chem. Ges.* **43**, 1528.  
GOBILLON, Y., PIRET, P. & MEERSSCHE, M. VAN (1962). *Bull. Soc. Chim.*, p. 551.  
MACY, R. & THOMAS, F. W. (1926). *J. Amer. Chem. Soc.* **48**, 1547.  
MALLARD, A. & ROSENTHAL, W. (1952). *C. R. Acad. Sci., Paris*, **234**, 2546.  
RHEINBOLDT, H., LUYKEN, A. & SCHMITTMANN, H. (1937). *J. prakt. Chem.* **148**, 81.  
TITHERLEY, A. W. (1901). *J. chem. Soc.* **79**, 413.

\* Titulaire d'une bourse de spécialisation de l'Institut pour l'Encouragement de la Recherche Scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture.

† Chercheur qualifié du Fonds National Belge de la Recherche Scientifique.