

Table 3. Bond distances (Å) and angles (°), with standard deviations in parentheses

C(1)—C(2)	1.480 (5)	C(1)—C(2)—C(3)	113.2 (4)
C(2)—C(3)	1.479 (6)	C(2)—C(3)—N(4)	125.8 (3)
C(3)—N(4)	1.315 (4)	C(2)—C(3)—N(7)	122.9 (3)
C(3)—N(7)	1.349 (4)	N(4)—C(3)—N(7)	111.1 (3)
N(4)—C(5)	1.367 (4)	C(3)—N(4)—C(5)	106.3 (3)
C(5)—C(6)	1.355 (4)	N(4)—C(5)—C(6)	108.5 (3)
C(6)—N(7)	1.356 (4)	C(5)—C(6)—N(7)	107.5 (3)
C(6)—N(15)	1.411 (4)	C(5)—C(6)—N(15)	126.8 (3)
N(7)—C(8)	1.471 (5)	N(7)—C(6)—N(15)	125.6 (3)
C(8)—C(9)	1.498 (6)	C(3)—N(7)—C(6)	106.5 (3)
C(9)—N(10)	1.472 (6)	C(3)—N(7)—C(8)	123.2 (3)
N(10)—C(11)	1.335 (5)	C(6)—N(7)—C(8)	129.1 (3)
C(11)—S(12)	1.640 (3)	N(7)—C(8)—C(9)	110.8 (3)
C(11)—O(13)	1.334 (4)	C(8)—C(9)—N(10)	110.9 (4)
O(13)—C(14)	1.444 (5)	C(9)—N(10)—C(11)	119.4 (3)
N(15)—O(16)	1.246 (4)	N(10)—C(11)—S(12)	128.0 (3)
N(15)—C(17)	1.199 (4)	N(10)—C(11)—O(13)	107.5 (3)
		S(12)—C(11)—O(13)	124.5 (2)
		C(11)—O(13)—C(14)	117.5 (3)
		C(6)—N(15)—O(16)	116.7 (3)
		C(6)—N(15)—O(17)	120.4 (3)
		O(16)—N(15)—O(17)	122.9 (3)

Table 4. Torsion angles in sulnidazole

C(1)—C(2)—C(3)—N(4)	-10°
C(5)—C(6)—N(15)—O(16)	1
C(3)—N(7)—C(8)—C(9)	-102
N(7)—C(8)—C(9)—N(10)	171
C(8)—C(9)—N(10)—C(11)	-95
C(9)—N(10)—C(11)—S(12)	14
C(9)—N(10)—C(11)—O(13)	-164
N(10)—C(11)—O(13)—O(14)	175

Acta Cryst. (1977). **B33**, 2270–2272

Tellure de Gallium

PAR M. JULIEN-POUZOL, S. JAULMES ET F. ALAPINI

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

(Reçu le 28 janvier 1977, accepté le 21 février 1977)

Abstract. Ga₂Te₅, tetragonal, *I4/m*, *a* = 7.913 (1), *c* = 6.848 (3) Å, *Z* = 2, *D*_c = 6.02, *D*_m = 5.85 g cm⁻³, μ(Mo *K*α) = 231 cm⁻¹. The final *R* value is 0.069 for 475 independent reflexions. GaTe₄ tetrahedra involve Te atoms which form covalent Te—Te bonds.

Introduction. Au cours de l'étude du diagramme de phase GaTe (Alapini, Guittard, Julien-Pouzol & Flahaut, 1976) le composé de formule Ga₂Te₅ a été mis en évidence. Newman, Brice & Wright (1961) avaient

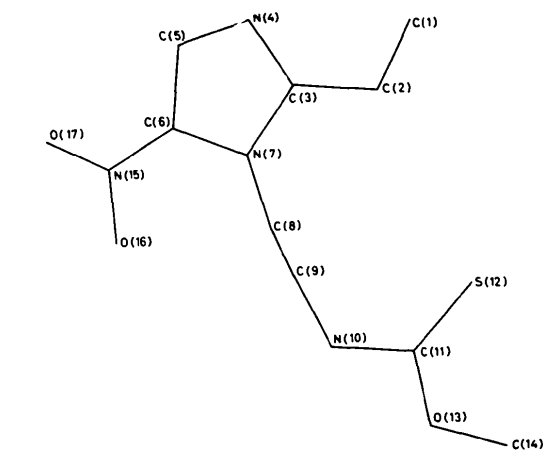


Fig. 1. The conformation and numbering scheme of C₉H₁₄N₄O₃S.

Discussion. The conformation of the molecule and the numbering scheme are shown in Fig. 1, and the bond distances and angles in Table 3. The torsion angles defining the conformation of the molecule are given in Table 4. All relevant structural information is given in the *Abstract*.

References

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). *World List of Crystallographic Computer Programs*, 2nd ed., Appendix, p. 52. Utrecht: Oosthoek.
GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.

déjà décrit cette phase et lui avaient attribué la composition GaTe₃, sans preuves définitives. Elle n'est stable que dans un étroit domaine de température entre 400 et 495°C.

Le monocristal de Ga₂Te₅ présente une couleur noire, sa forme ne peut pas être approchée par un polyèdre convexe.

Les extinctions systématiques observées pour une tache *hkl* sont *h* + *k* + *l* = 2*n* + 1, ce qui conduit à trois groupes d'espace possibles: *I4*, *I4̄* et *I4/m*. C'est la

répartition statistique des facteurs de structure normalisés en fonction de leur intensité qui a montré que le groupe d'espace est centrosymétrique.

Les intensités de 475 réflexions indépendantes par symétrie, non nulles, ont été enregistrées à l'aide d'un diffractomètre Nonius CAD-4 avec la radiation $K\alpha$ du molybdène. Pour les mesures il a été utilisé un balayage en $\omega-2\theta$. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation; pour effectuer les corrections d'absorption le cristal a été assimilé à une sphère, à cause de la complexité de sa forme ($\mu R = 4$).

Les facteurs de structure normalisés ont été calculés en utilisant les valeurs du coefficient global de température ($B = 1,04 \text{ \AA}^2$) et du facteur d'échelle déterminé par la méthode de Wilson.

C'est à partir des réflexions

hkl	E
7 4 1	2,33 +
5 3 6	2,37 B
9 5 2	2,43 C
7 4 3	2,34 D

que les phases de 128 réflexions dont le facteur normalisé est supérieur à 1,20 ont été calculées par le programme *LSAM* de Germain, Main & Woolfson (1971). Le choix des quatre réflexions de départ nous donne huit solutions. Parmi celles-ci celle qui présente la meilleure figure de mérite donne une série de Fourier des E où l'on trouve pour une maille dix atomes de poids égaux que nous avons supposés être du tellure.

La densité électronique calculée avec les F_o et les phases déterminées par ces atomes de tellure a donné la position des deux atomes de gallium.

L'affinement par la méthode des moindres carrés a été réalisé à l'aide du programme de Busing, Martin & Levy (1962). Les facteurs de structure y sont calculés à partir des facteurs de diffusion donnés par Cromer & Waber (1965). Après quelques cycles d'affinement le facteur R atteint la valeur 0,069 pour 475 réflexions indépendantes, en introduisant des facteurs d'agitation thermique anisotrope pour tous les atomes.*

Discussion. La Fig. 1 donne une projection de la structure parallèle à la direction c . Dans le Tableau 1

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32553: 6 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 2. Distances interatomiques avec leurs écarts types entre parenthèses compte tenu des incertitudes sur les paramètres de la maille

Ga—Te(2)	2,641 (1) Å
Te(1)—Te(2)	3,027 (2)
Te(2)—Te(2)	3,780 (2)
Te(2)—Te(2)	3,943 (2)
Te(2)—Te(2)	4,021 (2)
Te(2)—Te(2)	4,451 (2)

on trouve les coordonnées atomiques. Dans le Tableau 2 ont été relevés toutes les distances Te—Te et Te—Ga.

Chaque atome de gallium est entouré par quatre atomes de Te(2) formant un tétraèdre dont le gallium occupe le centre.

Les quatre distances Ga—Te égales par symétrie valent 2,641 Å, ce qui est court et indique que la liaison est à caractère principalement covalent. Dans le tétraèdre GaTe_4 , quatre arêtes Te—Te sont égales par symétrie (4,451 Å); les deux autres, parallèles au plan xOy , sont plus courtes (4,021 Å). Ces tétraèdres forment des chaînes infinies parallèles à la direction c par mise en commun de leurs arêtes courtes.

Les atomes de Te(1), qui n'entrent pas dans la formation de ces chaînes, sont disposés à égale distance de quatre tétraèdres GaTe_4 , au centre de carrés formés par quatre atomes de Te(2) appartenant à quatre chaînes voisines.

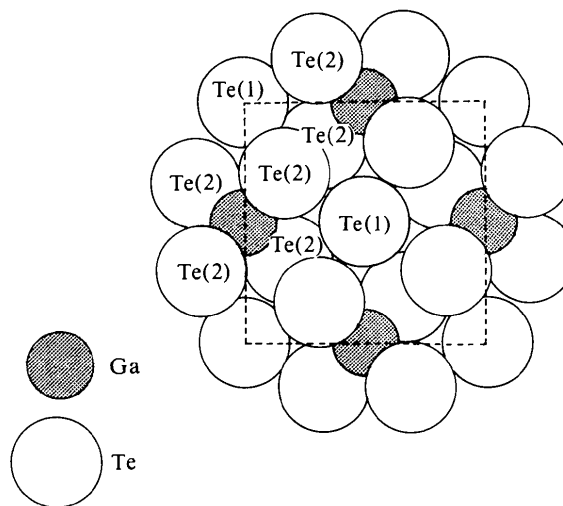


Fig. 1. Projection des atomes de la structure dont la cote z est comprise entre 0,0 et 0,5 parallèlement à la direction c .

Tableau 1. Coordonnées des atomes et facteurs d'agitation thermique anisotrope avec leurs écarts types entre parenthèses

Site	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
Te(1)	2(a)	0	0	0,0084 (2)	0,0084 (2)	0,0095 (5)	0	0	0
Te(2)	8(h)	0,1904 (2)	0,3318 (2)	0,0066 (2)	0,0066 (2)	0,0093 (2)	0,0007 (2)	0	0
Ga	4(d)	0	0,5	0,0070 (3)	0,0070 (3)	0,0087 (6)	0	0	0

Les atomes de tellure ont donc deux types d'environnements. Les atomes de Te(1) ont un environnement de quatre atomes Te(2) situés à 3,027 Å. Cette valeur est assez proche de celle observée dans le tellure élémentaire (2,74 Å), et très inférieure à celle observée lors du contact de deux ions Te^{2+} (4,42 Å) dans les tellures ioniques. La liaison Te(1)–Te(2) a donc un caractère principalement covalent. Les atomes de Te(2) ont un environnement plus compliqué que le précédent: chacun d'eux est lié à deux atomes de gallium de deux tétraèdres superposés et à l'atome Te(1), ces trois liaisons étant approximativement perpendiculaires les unes aux autres. Les distances entre atomes Te(2) (3,780 Å) sont très supérieures à la distance Te(1)–Te(2) et ne peut correspondre à des liaisons covalentes.

La structure tridimensionnelle de Ga_2Te_5 est formée de chaînes infinies de tétraèdres GaTe_4 , réunies les unes aux autres par des atomes de tellure interstitiels qui constituent des points Te(2)–Te(1)–Te(2) covalents.

Nous remercions Monsieur le Professeur N. Rodier qui a bien voulu nous apporter son aimable collaboration lors des mesures expérimentales.

Références

- ALAPINI, F., GUITTARD, M., JULIEN-POUZOL, M. & FLAHAUT, J. (1976). *C. R. Acad. Sci. Paris, Sér. C*, **282**, 543–545.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 NEWMAN, P. C., BRICE, J. C. & WRIGHT, A. C. (1961). *Philips Res. Rep.* **16**, 41–48.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 2272–2273

cyclo-Tri- μ -nitrido-[bis(trimethylsilylamino)phosphorus]disulphur

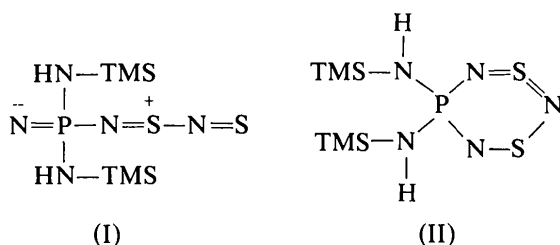
BY JOHANNES WEISS

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg, Im Neuenheimer Feld 270, D 6900 Heidelberg 1, Federal Republic of Germany

(Received 14 February 1977; accepted 4 March 1977)

Abstract. $\text{S}_2\text{N}_5\text{PSi}_2\text{C}_6\text{H}_{20}$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 7.281$ (3), $b = 10.667$ (5), $c = 11.911$ (7) Å, $\alpha = 108.10$ (4), $\beta = 110.62$ (4), $\gamma = 87.56$ (4)°, $V = 821$ Å³, $D_x = 1.26$ g cm⁻³, $Z = 2$. The structure was determined from diffractometer data by direct methods and refined by least squares to $R = 0.073$ for 2612 independent reflexions. The molecule contains a six-membered ring comprising one P, two S and three N atoms.

Introduction. Appel & Halstenberg (1976) synthesized a S–N–P-containing compound which was remarkable



[TMS = $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$]

because of its deep-blue colour. They proposed two different reaction paths which should lead to different structures [(I) and (II)]. This determination was carried out to establish the molecular structure and thus to decide between the proposed reaction mechanisms.

A crystal $0.18 \times 0.28 \times 0.46$ mm was mounted in a glass capillary over P_4O_{10} (because of the pronounced moisture sensitivity).

Lattice constants were determined from the θ values of 37 reflexions by least squares (Berdiesinski & Nuber, 1966); intensities were measured on an automatic single-crystal diffractometer (AED, Siemens) by the five-value method. In a θ range up to 30°, 2612 independent reflexions with $I > 2.58\sigma(I)$ were observed. They were corrected with Lorentz and polarization factors, but no further corrections were applied.

The structure was solved with *MULTAN* (Main, Germain & Woolfson, 1971), implemented in the local version of the XRAY system (Stewart, Kundell & Baldwin, 1970), and subsequent Fourier syntheses. Least-squares refinement with anisotropic temperature factors converged at $R = 0.073$ (maximum shift/error