



HAL
open science

Structure cristalline des bis(dichromate) de bismuth et de thallium et bis(dichromate) d'ammonium et de bismuth

Y Gerault, A Riou, Yannick Cudennec

► **To cite this version:**

Y Gerault, A Riou, Yannick Cudennec. Structure cristalline des bis(dichromate) de bismuth et de thallium et bis(dichromate) d'ammonium et de bismuth. *Acta Crystallographica Section C: Crystal Structure Communications* [1968-2013], 1989, 45, pp.1211 - 1213. 10.1107/s0108270189002374 . hal-03274225

HAL Id: hal-03274225

<https://hal.science/hal-03274225>

Submitted on 29 Jun 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Structure Cristalline des Bis(dichromate) de Bismuth et de Thallium et Bis(dichromate) d'Ammonium et de Bismuth

Par Y. GERAULT, A.RIOU et Y. CUDENNEC

Laboratoire de Chimie des Matériaux Inorganiques et de Cristallographie, 20, Avenue des Buttes de Coesmes, 35043 Rennes CEDEX, France

(Reçu le 1 décembre 1988, accepté le 17 février 1989)

Abstract. $\text{BiTl}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$, $M_r = 845.3$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 8.310(11)$, $b = 17.092(7)$, $c = 8.645(7)$ Å, $\beta = 91.65(4)^\circ$, $V = 1227.3$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 4.52(1)$, $D_x = 4.574(12)$ Mg.m⁻³, $\text{MoK}\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 30.44$ mm⁻¹, $F(000) = 1488$, room temperature, $R = 0.07$ for 1680 reflections. $\text{Bi}(\text{NH}_4)(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$, $M_r = 659.00$, monoclinic, $P2_1/a$, $a = 8.298(7)$, $b = 17.020(7)$, $c = 8.719(9)$ Å, $\beta = 91.53(4)^\circ$, $V = 1230.8$ Å³, $Z = 4$, $D_m = 3.52(1)$, $D_x = 3.556(9)$ Mg.m⁻³, $\text{MoK}\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 17.17$ mm⁻¹, $F(000) = 1208$, room temperature, $R = 0.06$ for 1279 reflections.

These structures are isotypic with $\text{BiRb}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$. The structure contains $[\text{BiO}_8]$ polyhedra linked together by $[\text{Cr}_2\text{O}_7]$ groups to build complex layers in the ab plane. All the layers are linked by Tl^+ or NH_4^+ ions.

Partie expérimentale. Le mode de préparation de ces composés a été publié antérieurement (Lecerf, Cudennec, Riou & Gerault, 1981). Les monocristaux de $\text{NH}_4\text{Bi}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$ ont été préparés en portant à 277 K environ, la solution saturée filtrée obtenue lors de la préparation de ces composés à la température ambiante. Ces cristaux sont rouges de forme prismatique à section pratiquement octogonale. Les monocristaux de $\text{TlBi}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$ sont obtenus comme ceux de $\text{RbBi}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$, par une lente évaporation à 325 K d'une solution contenant 1 mol de $\text{RbBi}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$ et 6 mol de CrO_3 . Ces cristaux sont en forme de plaquettes pseudo hexagonales tronquées. Les paramètres ont été affinés sur diffractomètre automatique à partir de 25 réflexions comprises entre 5 et 10° et la masse volumique mesurée par la méthode de la poussée d'Archimède. La similitude des résultats obtenus avec ceux observés dans l'étude du composé du rubidium (Gerault, Riou & Cudennec, 1984), nous a conduit à envisager une isotypie structurale.

Les intensités utilisées dans ces déterminations structurales ont été collectées sur un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 entre 2 et 30°. La stabilité dans le temps a été contrôlée par le suivi de l'évolution de trois réflexions standards (-3-20, -2-2-1, 20-2) pour le composé de l'ammonium et (22-3, 242, 240) pour celui du thallium. Dans le domaine $-10 < h < 10$; $0 < k < 20$; $0 < l < 11$, 2557 réflexions ont été collectées pour le composé de l'ammonium et 2685 pour le composé du thallium. Pour le composé du thallium la variation d'intensité a été inférieure à 1 %, par contre pour le composé de l'ammonium, il est apparu un lent noircissement du cristal au cours de l'enregistrement du à la photo sensibilité de ce cristal aux rayons X; il a donc été nécessaire

de soumettre les données brutes à une correction de forme parabolique afin de tenir compte de ce phénomène. Ces intensités brutes ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation ainsi que de l'absorption ($6,74 < T < 23,04$). Les dimensions des cristaux utilisés sont de $0,228 \times 0,114 \times 0,114$ mm pour le composé de l'ammonium et de $0,066 \times 0,066 \times 0,150$ mm pour celui du thallium. La détermination structurale a été conduite sur la base de l'isotypie avec le composé du rubidium.

Les calculs ont été effectués sur un ordinateur PDP 11/60 avec la chaîne de programme Enraf-Nonius SDP (Frenz, 1978), les facteurs de diffusion atomique ont été relevés dans les tables publiées par Cromer & Waber (1965). Pour l'affinement final des 182 variables, basé sur une méthode de moindres carrés à matrice totale il a été retenu 1279 réflexions pour le composé de l'ammonium et 1680 réflexions pour celui du thallium considérées comme significatives [$I > \sigma(I)$]. Les valeurs des coefficients de confiance se stabilisent aux valeurs suivantes pour le composé de l'ammonium: $R(F) = 0,06$, $wR = 0,07$, $p = 0,08$, $\Delta/\sigma < 0,01$ et $\Delta\rho < 0,4 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ et pour celui de thallium: $R(F) = 0,07$, $wR = 0,09$, $p = 0,06$, $\Delta/\sigma < 0,02$ et $\Delta\rho < 0,4 \text{ e } \text{Å}^{-3}$; $w = 1/\sigma^2(F)$.

Les valeurs finales des coordonnées atomiques et des coefficients d'agitation thermique équivalents sont consignées dans les Tableaux 1 et 2.*

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 51813: 19 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.

Références

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104–109.
FRENZ, B. A. (1978). Dans *Computing in Crystallography*, édité par H. SCHENK, R. OLTHOF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 64–71. Delft Univ. Press.
GERAULT, Y., RIOU, A. & CUDENNEC, Y. (1984). *Acta Cryst.* **C40**, 220–222.
LECERF, A., CUDENNEC, Y., RIOU, A. & GERAULT, Y. (1981). *C. R. Acad. Sci.* **292**, 969–972.

Tableau 1. Paramètres atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents de $\text{Bi}(\text{NH}_4)(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$

$$B_{\text{éq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j.$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{éq}}(\text{Å}^2)$
Bi	0,28853 (7)	0,87576 (6)	-0,00355 (8)	1,98 (2)
Cr(1)	0,0837 (3)	0,1840 (2)	0,2120 (3)	2,01 (8)
Cr(2)	0,3700 (3)	0,0525 (2)	0,2703 (4)	1,93 (7)
Cr(3)	0,1656 (3)	0,7045 (2)	0,2381 (3)	2,04 (8)
Cr(4)	0,4092 (3)	0,5584 (2)	0,2061 (3)	1,83 (7)
O(1)	-0,127 (2)	0,756 (1)	-0,077 (2)	2,7 (3)
O(2)	0,234 (2)	0,004 (1)	-0,130 (2)	3,1 (4)
O(3)	0,302 (2)	0,5989 (9)	-0,189 (2)	2,4 (3)
O(4)	0,472 (2)	0,8980 (9)	-0,226 (2)	2,8 (3)
O(5)	0,375 (2)	0,9641 (9)	0,201 (2)	3,1 (4)
O(6)	0,162 (1)	0,1450 (9)	-0,281 (2)	2,7 (3)
O(7)	0,041 (1)	0,919 (1)	0,075 (2)	2,7 (3)
O(8)	0,226 (2)	0,7966 (9)	0,202 (1)	2,6 (3)
O(9)	0,058 (2)	0,705 (1)	0,380 (2)	3,3 (4)
O(10)	0,570 (1)	0,834 (1)	0,096 (2)	2,9 (3)
O(11)	0,112 (1)	0,8404 (9)	-0,204 (2)	2,3 (3)
O(12)	0,374 (2)	0,723 (1)	-0,371 (2)	3,4 (4)
O(13)	0,642 (2)	0,952 (1)	-0,452 (2)	3,4 (4)
O(14)	0,002 (2)	0,014 (1)	-0,342 (2)	3,8 (4)
N	0,249 (2)	0,376 (1)	0,500 (2)	3,6 (6)

Tableau 2. Paramètres atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents de $\text{BiTl}(\text{Cr}_2\text{O}_7)_2$

$$B_{\text{éq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j.$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{éq}}(\text{Å}^2)$
Bi	0,2879 (1)	0,87642 (5)	-0,0055 (1)	1,39 (2)
Cr(1)	0,0832 (4)	0,1841 (2)	0,2180 (5)	1,25 (7)
Cr(2)	0,3681 (4)	0,0525 (2)	0,2746 (5)	1,35 (7)
Cr(3)	0,1670 (4)	0,7040 (2)	0,2388 (5)	1,42 (7)
Cr(4)	0,4125 (4)	0,5592 (2)	0,2062 (5)	1,33 (7)
O(1)	-0,126 (2)	0,755 (1)	-0,085 (3)	3,0 (4)
O(2)	0,232 (2)	0,0040 (9)	-0,139 (2)	2,4 (4)
O(3)	0,298 (2)	0,600 (1)	-0,192 (2)	1,9 (3)
O(4)	0,467 (2)	0,899 (1)	-0,229 (2)	2,3 (4)
O(5)	0,368 (2)	0,963 (1)	0,209 (2)	3,2 (4)
O(6)	0,166 (2)	0,146 (1)	-0,284 (2)	2,0 (3)
O(7)	0,042 (2)	0,918 (1)	0,071 (2)	2,0 (3)
O(8)	0,227 (2)	0,7953 (9)	0,197 (2)	1,8 (3)
O(9)	0,060 (2)	0,708 (1)	0,384 (2)	3,2 (4)
O(10)	0,568 (2)	0,834 (1)	0,093 (2)	2,2 (4)
O(11)	0,113 (2)	0,840 (1)	-0,211 (2)	2,2 (4)
O(12)	0,377 (3)	0,721 (1)	-0,379 (2)	3,8 (5)
O(13)	0,641 (2)	0,952 (1)	-0,457 (2)	2,5 (4)
O(14)	-0,005 (3)	0,016 (1)	-0,342 (2)	4,0 (5)
Tl	0,2372 (2)	0,37558 (8)	0,5004 (1)	3,09 (3)