

NOTIZEN

**Notiz zur Kristallstruktur
von APb_2Cl_5 -Verbindungen**

Notice about Crystal Structures
of APb_2Cl_5 -Compounds

H.-L. KELLER

Institut für Anorganische Chemie
der Christian-Albrechts-Universität Kiel

(Z. Naturforsch. **31b**, 885 [1976]; eingegangen am 1. März 1976)

Single Crystal, X-ray, Structure Determination

Single crystals of TlPb_2Cl_5 and $\text{NH}_4\text{Pb}_2\text{Cl}_5$ were prepared. X-ray diffraction data confirm the space group $C_{2h}^5\text{-P}2_1/c$ (No. 14). Crystal structure determination shows a new type, belonging to the PbCl_2 -structure.

Bezüglich der Bildung und Struktur von Verbindungen der Zusammensetzung AB_2Cl_5 in den Systemen ACl/BCl_2 bestehen seit längerem widersprüchliche Aussagen. Eine neue systematische Untersuchung schien daher angezeigt. Es gelang, die Verbindungen TlPb_2Cl_5 und $\text{NH}_4\text{Pb}_2\text{Cl}_5$ homogen und in einkristalliner Form darzustellen.

Einkristalle dieser Vertreter eines bisher nicht bekannten Strukturtyps wurden mit modernen röntgenographischen Methoden (z.B.: Vierkreisdiffraktometer PW 1100, PHILIPS) untersucht. Die experimentell bestimmten Gitterkonstanten stimmen mit den Werten von JANSEN¹ (Werte in Klammern) überein.

TlPb_2Cl_5 :

$$a = 8,954, b = 7,920, c = 12,487 \text{ \AA}, \beta = 90,0^\circ.$$

$\text{NH}_4\text{Pb}_2\text{Cl}_5$:

$$a = 9,004, b = 7,973, c = 12,492 \text{ \AA}, \beta = 90,0^\circ, \\ (9,035 \text{ \AA}) (7,967 \text{ \AA}) (12,491 \text{ \AA}).$$

Die beobachteten Beugungsbilder zeigen monokline Symmetrie und führen eindeutig zur Raumgruppe $C_{2h}^5\text{-P}2_1/c$ (No. 14). Zur Intensitätsmessung (PW 1100) wurden nur Reflexe mit $I_{\text{peak}} - 2\sqrt{I_{\text{peak}}} > I_{\text{Untergrund}}$ herangezogen.

Die Struktur wurde mit Hilfe direkter Methoden an TlPb_2Cl_5 bestimmt. LSQ-Verfeinerungen mit 2157 symmetrieunabhängigen Reflexen ergaben bei

anisotroper Verfeinerung einen Gütefaktor $R_{(hkl)} = 0,119$. Untersuchungen an einem kugelförmigen Einkristall sind noch in Arbeit. Für das Isotypie $\text{NH}_4\text{Pb}_2\text{Cl}_5$ wurde mit 2985 Reflexen eines kugelförmigen Kristalls ein Gütefaktor von $R_{(hkl)} = 0,085$ bei anisotroper Verfeinerung erreicht. Die endgültigen Atomparameter lauten für beide Verbindungen:

Atomparameter für $\text{NH}_4\text{Pb}_2\text{Cl}_5$.

Lage 4e	x	y	z
NH_4	0,515	0,060	0,165
Pb_I	0,005	0,010	0,174
Pb_{II}	0,251	0,436	0,993
Cl_I	0,955	0,166	0,407
Cl_{II}	0,214	0,043	0,999
Cl_{III}	0,541	0,178	0,425
Cl_{IV}	0,228	0,312	0,220
Cl_V	0,780	0,346	0,187

Atomparameter für TlPb_2Cl_5 .

Lage 4e	x	y	z
Tl	0,510	0,052	0,167
Pb_I	0,004	0,014	0,174
Pb_{II}	0,253	0,435	0,994
Cl_I	0,961	0,167	0,404
Cl_{II}	0,216	0,036	0,998
Cl_{III}	0,536	0,177	0,417
Cl_{IV}	0,231	0,313	0,221
Cl_V	0,775	0,344	0,188

Die Koordinationsverhältnisse des Bleis in den genannten Verbindungen entsprechen denen im Blei(II)-chlorid, d.h. sieben erstnächste Chlornachbarn ($d_{\text{Pb-Cl}}$: 2,90–3,19 Å). TlCl bzw. NH_4Cl ist schichtenförmig in die Struktur eingelagert.

Eine ausführliche Beschreibung weiterer zugehöriger Verbindungen und deren Kristallstruktur ist in Arbeit.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für ihre Unterstützung. Herrn Prof. Dr. MÜLLER-BUSCHBAUM danke ich für die großzügige Überlassung von Mitteln.

Sonderdruckanforderungen an Dr. H.-L. KELLER, Institut für anorganische Chemie der Univ. Kiel, Olshausenstraße 40–60, Haus 22 und 21, D-2300 Kiel.

¹ P. W. J. JANSEN, Rec. Trav. Chim. **87**, 1021 [1968].