

Die Kristallstruktur von KLiTe

The Crystal Structure of KLiTe

Horst Sabrowsky*, Rolf-Dieter Hitzbleck,
Petra Vogt

Ruhr-Universität Bochum,
Lehrstuhl für Anorganische Chemie I,
Festkörperchemie,
Universitätsstraße 150, D-44801 Bochum

Z. Naturforsch. **48b**, 1835–1836 (1993);
eingegangen am 9. Juli 1993

Potassium Lithium Telluride, Crystal Structure

The crystal structure of KLiTe described earlier as a dark grey powder compound has been determined by X-ray diffraction of single crystals. Very hygroscopic KLiTe crystallizes in the tetragonal space group $P4/nmm$ ($Z = 2$) with the cell parameters $a = 483.0(1)$ and $c = 770.4(2)$ pm. The structure was determined from 211 independent reflections by Patterson and Fourier methods ($R = 0.013$; $wR = 0.013$).

Einleitung

Nachdem unsere Untersuchungen zur Existenz von ternären Interalkalimetallchalkogeniden gezeigt haben, daß hier Verbindungen vom Formeltyp $MM'X$ (M und M' verschiedene Alkalimetalle, $X = O, S, Se$) mit teils eigenem Strukturtyp vorliegen [2–4], gelang es uns, in Fortsetzung unserer Arbeiten an dieser homologen Verbindungsreihe auch Vertreter mit $X = Te$, wie NaLiTe, KLiTe und KNaTe [1], als homogene Pulverphasen mit charakteristischem Guinierdiagramm darzustellen. Inzwischen konnten von dem dunkelgrauen KLiTe auch Einkristalle erhalten werden, durch deren Kristallstrukturbestimmung die anfänglichen Ergebnisse gesichert werden.

Experimenteller Teil

Die Darstellung von KLiTe-Einkristallen gelang durch 7-tägiges Tempern bei 673 K von äquimolaren Stoffportionen aus Li_2Te und K_2Te in dicht verschlossenen Silberzylindern unter Argon in Duranglasampullen eingeschmolzen. Die Reflexdaten dieser zerriebenen kristallinen Proben sind identisch mit den seinerzeit erhaltenen Pulverdaten [1]. Für die Bestimmung der Reflexintensitäten wurde

Tab. I. Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung.

Formel	KLiTe
Molmasse (g/mol)	173,64
Kristallsystem	tetragonal
Auslöschung	$hk0: h + k = 2n$
Raumgruppe	$P4/nmm$ (Nr. 129)
a	$= 483,0(1)$
c	$= 770,4(2)$
Zellvolumen (\AA^3)	179,7
Formeleinheiten	$Z = 2$
Dichte röntgenographisch (g/cm^3)	3,210
Dichte experimentell (g/cm^3)	3,05
Absorptionskoeffizient (cm^{-1})	85,76
Absorptionskorrektur	numerische Korrektur nach optischer Vermessung
Huber Typ 511	Vierkreisdiffraktometer
Strahlung	MoK_α
Monochromator	Graphit
Meßtemperatur	293 K
Meßbereich	$3^\circ - 65^\circ$ in 2θ
Scan	ω -Scan
Zahl der gemessenen Reflexe	1150
Zahl der unabhängigen Reflexe	211
davon beobachtet	211 ($F > 3\sigma(F)$)
R	0,013
wR	0,013

ein schwarzer Kristall von $0,2 \times 0,1 \times 0,03$ mm Format verwendet. Er war wegen seiner Empfindlichkeit gegenüber Luft unter Argon in eine Kapillare aus Lindemannglas eingeschmolzen. Kristalldaten und Angaben zur Strukturbestimmung finden sich in Tab. I. Die Lageparameter der Atome und die Temperaturfaktoren sind in Tab. II wiedergegeben. Ausgewählte Bindungsabstände sind in Tab. III aufgeführt. Die Rechnungen erfolgten auf einem Siemens PC 32-05 unter Verwendung des Programms SHELX-76 [5]. Die Struktur ist in Abb. 1 abgebildet.

Weitere Kristallstrukturdaten können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe GmbH, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 57420, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

Ergebnisse und Diskussion

KLiTe kristallisiert im $PbFCl$ -Strukturtyp und ist somit isotyp zu den Homologen KLiS [3] und KLiSe [4]. Es handelt sich um eine Schichtenstruktur, in der senkrecht zu $[001]_z^2$ $[\text{LiTe}_{4/4}]$ -Anionenverbände aus $\text{LiTe}_{4/4}$ -Tetraedern mit $d(\text{Li}-\text{Te}) = 286,9(4)$ pm deutlich erkennbar sind (Abb. 1). Die Anionenverbände sind durch zwei auf Lücke über-

* Sonderdruckeranforderungen an Prof. Dr. H. Sabrowsky.
Verlag der Zeitschrift für Naturforschung,
D-72072 Tübingen
0932-0776/93/1200-1835/\$ 01.00/0



Tab. II. Atomparameter und Temperaturfaktoren für KLiTe (Standardabweichungen). Der anisotrope Temperaturfaktor hat die Form $\exp -2\pi^2[(U_{11}h^2a^{*2} + \dots + 2U_{12}hka^*b^* + \dots)]$ [6].

Atom	Lage	x/a	y/b	z/c
K	2c	0,25	0,25	0,66387(15)
Li	2a	0,75	0,25	0,00000
Te	2c	0,25	0,25	0,20000(3)

Atom	U_{11}	U_{22}	U_{33}
K	0,02395(28)	0,02395(28)	0,02909(44)
Li	0,02454(234)	0,02454(234)	0,02909(432)
Te	0,01473(12)	0,01473(12)	0,02022(12)

$$U_{12} = U_{13} = U_{23} = 0 \text{ für alle Atome.}$$

Tab. III. Kürzeste interatomare Abstände in KLiTe.

Atome	Abstand (pm)	
K–Li	354,7(2)	4 ×
K–K	425,5(1)	4 ×
K–Te	357,9(2)	4 ×
K–Te	413,7(1)	1 ×
Li–Li	342,2(3)	4 ×
Li–Te	286,9(4)	4 ×
Te–Te	460,8(1)	4 ×

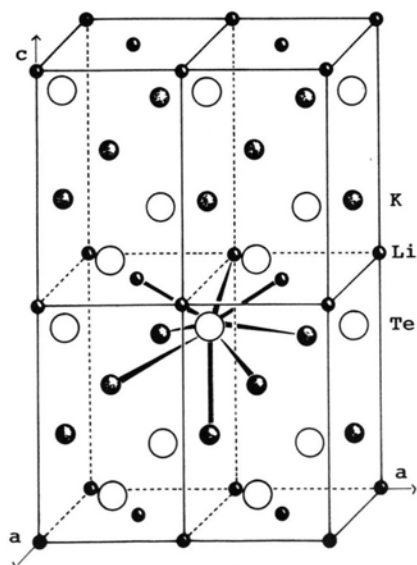


Abb. 1.

einander liegende quadratisch angeordnete Schichten der K-Kationen mit $d(K-K) = 425,5(1)$ pm von Schicht zu Schicht voneinander separiert, wobei die kürzesten K–Te-Abstände 357,9(2) pm betragen.

Das Tellur ist in Form eines einfach überlappten quadratischen Antiprismas 9-fach von Kationen koordiniert. Lithium wird tetraedrisch von Tellur umgeben.

Das Kalium ist in nächster Sphäre fünffach von Tellur koordiniert, wobei vier Tellurteilchen quadratisch angeordnet sind und sich das fünfte Teilchen zentrisch oberhalb des Tellurquadrates befindet.

Aufgrund der unterscheidbaren komplexen Anionenschichten mit dem kleineren Alkalikation im Anionenteil läßt sich KLiTe gemäß der vereinfachten Schreibweise $K^+[LiTe^-]$ auch als komplexes Kaliumtellurolithiat auffassen.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung mit Sach- und Personalmitteln.

- [1] R.-D. Hitzbleck, P. Vogt, H. Sabrowsky, Z. Naturforsch. **44b**, 1602 (1989).
- [2] H. Sabrowsky, P. Mertens, A. Thimm, Z. Kristallogr. **171**, 1 (1985).
- [3] H. Sabrowsky, A. Thimm, P. Mertens, Z. Naturforsch. **40b**, 733 (1985).
- [4] K. Hippler, P. Vogt, R. Wortmann, H. Sabrowsky, Z. Naturforsch. **44b**, 1607 (1989).
- [5] G. M. Sheldrick, SHELX-76, Program for Crystal Structure Determination, University of Cambridge, England (1976).
- [6] J. Buerger, Kristallographie, De Gruyter, Berlin–New York (1977).