

Acta Crystallographica Section E

Structure Reports

Online

ISSN 1600-5368

I₈As₂₁Ge₂₅

Katia Ayouz,* Mohammed Kars, Allaoua Rebbah et Houria Rebbah

Laboratoire Sciences des Matériaux USTHB, Faculté de Chimie, Université Houari-Boumediene, BP 32 El-Alia, 16111 Bab-Ezzouar, Alger, Algérie

Correspondence e-mail: bouttondor@yahoo.fr

Reçu le 24 janvier 2009; accepté le 11 février 2009

Key indicators: single-crystal X-ray study; $T = 293$ K; mean $\sigma(\text{As-Ge}) = 0.009$ Å; disorder in main residue; R factor = 0.030; wR factor = 0.037; data-to-parameter ratio = 40.4.

Single crystals of octaiodine henacosarsenic pentacosagermanium were grown by chemical transport reactions. The structure is isotypic with the analogous clathrates-I. In this structure, the statistically occupied clathrand atoms (As,Ge)₄₆ form bonds in a distorted tetrahedral coordination and their arrangement can define two polyhedra of different sizes; one is an (As,Ge)₂₀ pentagonal dodecahedron, and the other is an (As,Ge)₂₄ tetrakaidecahedron. The guest atom (iodine) resides inside these polyhedra with site symmetry $m\bar{3}$ (Wyckoff position $2a$) and $\bar{4}2m$ (Wyckoff position $6d$), respectively.

Littérature associée

La synthèse en phase vapeur des premiers clathrates $M_8A_8Ge_{38}$ ($M = \text{halogènes}, A = \text{P, As, Sb}$) est décrite par Menke & von Schnering (1973). Les structures sont isotypes aux hydrates de gaz correspondants (Pauling & Marsh, 1952). Pour les propriétés semiconductrices et thermoélectriques, voir respectivement Chu *et al.* (1982) et Kishimoto *et al.* (2006). Pour les propriétés structurales et la conductivité thermique de $M_8A_{16}Ge_{30}$ ($M = \text{Sr, Eu}$), voir Nolas *et al.* (2000). Pour autres composées d'intérêt, voir Nespa *et al.* (1986) et Shreeve-Keyer *et al.* (1997).

Partie expérimentale

Données cristallines

I₈As₂₁Ge₂₅ $M_r = 4403$ Cubique, $Pm\bar{3}n$
 $a = 10.5963$ (6) Å
 $V = 1189.77$ (13) Å³
 $Z = 1$ Mo $K\alpha$ radiation
 $\mu = 34.30$ mm⁻¹
 $T = 293$ K
 $0.08 \times 0.07 \times 0.04$ mm

Collection de données

Diffractomètre Nonius KappaCCD
Correction d'absorption: Gaussian
(JANA2000; Petříček & Dušek, 2000)
 $T_{\min} = 0.137, T_{\max} = 0.330$ 5499 réflexions mesurées
606 réflexions indépendantes
454 réflexions avec $I > 3\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0.064$

Affinement

 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.030$
 $wR(F^2) = 0.037$
 $S = 1.75$
606 réflexions15 paramètres
3 contraintes
 $\Delta\rho_{\max} = 2.48$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -3.60$ e Å⁻³

Collection des données: *KappaCCD Software* (Nonius, 1998); affinement des paramètres de la maille: *KappaCCD Software*; réduction des données: *DENZO* et *SCALEPACK* (Otwinowski & Minor, 1997); méthode pour la solution de la structure: coordonnées prises des clathrates-I analogues (Menke & von Schnering, 1973); programme(s) pour l'affinement de la structure: *JANA2000* (Petříček & Dušek, 2000); graphisme moléculaire: *GRETEP* (Laugier & Bochu, 2002); logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: *JANA2000*.

Des documents complémentaires et figures concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de 'UICr (Référence: BR2095).

Références

- Chu, T. L., Chu, S. S. & Ray, R. L. (1982). *J. Appl. Phys.* **53**, 7102–7103.
Kishimoto, K., Arimura, S. & Koyanagi, T. (2006). *Appl. Phys. Lett.* **88**, 222115–222117.
Laugier, J. & Bochu, B. (2002). *GRETEP*. Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique de l'Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (INPG), France.
Menke, H. & von Schnering, H. G. (1973). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **395**, 223–238.
Nesper, R., Curda, J., & von Schnering, H. G. (1986). *Angew. Chem.* **98**, 369–370.
Nolas, G. S., Weakley, T. J. R., Cohn, J. L. & Sharm, R. (2000). *Phys. Rev. B*, **61**, 3845–3850.
Nonius (1998). *KappaCCD Software*. Nonius BV, Delft, les Pays-Bas.
Otwinowski, Z. & Minor, W. (1997). *Methods in Enzymology*, Vol. 276, *Macromolecular Crystallography*, Part A, edited by C. W. Carter Jr & R. M. Sweet, pp. 307–326. New York: Academic Press.
Pauling, L. & Marsh, R. E. (1952). *Proc. Natl Acad. Sci. USA*, **38**, 112–118.
Petříček, V. & Dušek, M. (2000). *JANA2000*. Institut de Physique, Prague, la République tchèque.
Shreeve-Keyer, J. L., Haushalter, R. C., Young-Sook, L., Srchu, L., O'Connor, J., Dong-Kyun, S. & Myung-Hwan, W. (1997). *J. Solid State Chem.* **130**, 234–249.

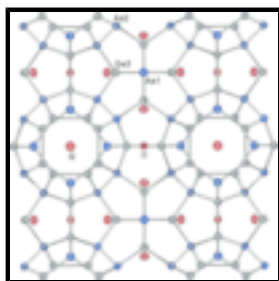


Fig. 1. Projection de la structure de $I_8As_{21}Ge_{25}$ sur le plan (100) montrant les atomes d'Iode (en rouge); d'Arsenic (en bleu) et de Germanium (en gris), avec un déplacement des ellipsoïdes à 90% de probabilité.

$I_8As_{21}Ge_{25}$

$f_0 = 4403$

Cubic, $Fm\bar{3}m$

Hall symbol: $-P 4n 2 3$

$a = 10.5963$ (6) Å

$b = 10.5963$ (5) Å

$c = 10.5963$ (8) Å

$\alpha = 90^\circ$

$\beta = 90^\circ$

$\gamma = 90^\circ$

$V = 1189.77$ (13) Å³

$Z = 1$

$F(000) = 1917$

$\rho_x = 6.143$ (1) Mg m⁻³

Mo α radiation

$\lambda = 0.71069$ Å

Cell parameters from 25 reflections

$\theta = 6.1\text{--}38.0^\circ$

$\mu = 34.30$ mm⁻¹

$T = 293$ K

Cubic, colourless

$0.08 \times 0.07 \times 0.04$ mm

$I_8As_{21}Ge_{25}$ / $Fm\bar{3}m$

Nonius KappaCCD

diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Monochromator: graphite

$T = 293$ K

ϕ scans

Absorption correction: Gaussian

(JANA2000; Petříček & Dušek, 2000)

$\mu_{\min} = 0.137$, $\mu_{\max} = 0.330$

5499 measured reflections

606 independent reflections

454 reflections with $I > 3\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.064$

$\theta_{\text{max}} = 38.0^\circ$

$\theta_{\text{min}} = 6.1^\circ$

$h = -17 \rightarrow 18$

$k = -12 \rightarrow 10$

$l = -10 \rightarrow 17$

$R_{\text{int}} = 0.064$

Refinement on R

$[S^2 > 2\sigma(S^2)] = 0.030$

$\sigma(S^2) = 0.037$

3 restraints

Weighting scheme based on measured s.u.'s $w = 1/$

$[\sigma^2(S^2) + 0.0001]^2$

$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0.0001$

