

NOTIZEN

Zur Kristallstruktur von SrPbO₃The Crystal Structure of SrPbO₃

HANS-L. KELLER, KARL-H. MEIER

und HK. MÜLLER-BUSCHBAUM

Institut für Anorganische Chemie
der Christian-Albrechts-Universität Kiel(Z. Naturforsch. **30b**, 277-278 [1975]; eingegangen am 12. Dezember 1974)

Preparation, High Oxygen Pressure, X-ray

Single crystals of SrPbO₃ could be prepared by oxygen-high-pressure-synthesis ($p_{O_2} > 3500$ at, $t = 450$ °C). Single crystal X-ray diffraction data confirm the space group D_{2h}^{16} -Pnma. SrPbO₃ belongs to the orthorhombic distorted Perovskit type with $a = 5.964$, $b = 8.320$, $c = 5.860$ Å. The atomic positions were refined.

Einleitung

Frühere Untersuchungen zur Darstellung ternärer Oxoargentate unter hohem Sauerstoffdruck^{1,2} können beispielsweise auf die thermisch ebenfalls zersetzlichen Oxoplumbate(IV) ausgeweitet werden. Dies ist erforderlich, da die Präparation ausreichend großer Einkristalle für röntgenographische Untersuchungen offenbar auf anderem Wege nicht gelingt, denn die immer noch vorhandenen Unklarheiten und Widersprüche in bisher publizierten Arbeiten³⁻⁷ über SrPbO₃ können nur mit einer röntgenographischen Untersuchung an Einkristallen beseitigt werden, da alle früheren Arbeiten auf der Untersuchung von mikrokristallinem Material beruhen.

**Präparation
und röntgenographische Untersuchung
von SrPbO₃-Einkristallen**

Die Sauerstoffhochdrucksynthese^{1,2,8} eignet sich zur Darstellung von SrPbO₃-Einkristallen auf zwei Wegen⁹:

1. SrPbO₃, welches nach TRÖMEL¹⁰ bzw. MALLE⁵ als mikrokristallines Pulver anfällt, wird in einer

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. HK. MÜLLER-BUSCHBAUM, Institut für anorganische Chemie der Universität Kiel, D-2300 Kiel, Olshausenstr. 40-60, Haus 22 und 21.

Sr(NO₃)₂-Schmelze bei 4000 at O₂-Druck auf 660 °C erhitzt. Es bilden sich schwarze Einkristalle von SrPbO₃.

2. Auf direktem Wege entsteht SrPbO₃ aus einer Mischung von PbO₂ und Sr(OH)₂ · 8 H₂O (1:1,02) bei 450 °C und 3500 at O₂-Druck bei einer Abkühlungsrate von 5°/h. Es werden schwarze quaderförmige Einkristalle von SrPbO₃ erhalten.

Sowohl die Identität von Beugungsbildern (u. a. Doppelradius-Drehkristallaufnahmen) der nach beiden Methoden erhaltenen Einkristalle untereinander, als auch mit Doppelradius-Straumanisaufnahmen der analytisch untersuchten mikrokristallinen Pulver, bestätigt die Zusammensetzung der Einkristalle als SrPbO₃.

Ber. Sr 25,55 Pb 60,44,
Gef. Sr 29,9 Pb 60,2.

Die Gitterkonstanten aus Filmdaten und Vierkreisdiffraktometermessungen haben die Werte $a = 5,964$, $b = 8,320$, $c = 5,860$ Å. Die systematisch beobachtbaren Reflexe führen zu den zwei möglichen Raumgruppen D_{2h}^{16} -Pnma bzw. C_{2v}^9 -Pna2₁. Wie vergleichende Rechnungen zeigen, ist kein Anhaltspunkt für die niedrigere Symmetrie C_{2v}^9 zu finden. SrPbO₃ gehört somit zur höher symmetrischen Raumgruppe D_{2h}^{16} -Pnma.

Für die Verfeinerung der Parameter standen 348 unabhängige Reflexe mit $I > 3 \sigma I$ (PHILIPS PW 1100) zur Verfügung. Sie führt in Verbindung mit den Gütefaktoren $R_{(hkl)} \text{ isotrop} = 0,067$, $R_{(hkl)} \text{ anisotrop} = 0,061$ zu den in Tab. I aufgeführten Werten.

Tab. I. Parameter für SrPbO₃ in der Raumgruppe D_{2h}^{16} -Pnma.

Atomart	Punktlage	x	y	z
Sr	4c	0,454 ₇	0,250	0,987 ₉
Pb	4a	0,000	0,000	0,000
OI	8d	0,296 ₀	0,947 ₀	0,204 ₆
OII	4c	0,034 ₆	0,250	0,112 ₉

Bemerkungen zur Kristallstruktur

Die Kristallstruktur ist bis auf geringfügige Abweichungen der Parameter mit der früher untersuchten Verbindung LaErO₃¹¹ isotyp. Die projektiven Darstellungen der Elementarzelle (Abb. 1 und 2) längs [010] und [001] zeigen, daß das kleinere Pb⁴⁺-Teilchen erwartungsgemäß die Oktaeder-

