

Acta Cryst. (1968). B24, 1705

Kristalldaten von α -Ba(OH)₂. Von P. BUCK* und H. BÄRNIGHAUSEN,† *Chemisches Laboratorium der Universität Freiburg, 78 Freiburg (Breisgau), Albertstrasse 21, Deutschland*

(Eingegangen am 22. April 1968)

The dimensions of the orthorhombic unit cell of α -Ba(OH)₂, which contains 20 formula units Ba(OH)₂, are $a = 11.03$, $b = 16.56$, $c = 7.11$ Å. The space group is either $Pnma$ or $Pn2_1a$.

Im Zusammenhang mit der Strukturbestimmung von Strontiumhydroxid Sr(OH)₂, über die in Kürze an anderer Stelle berichtet werden soll, haben wir auch röntgenographische Studien an Bariumhydroxid begonnen. Dabei fanden wir die Angaben von Michaud (1966) bestätigt, wonach Ba(OH)₂ in zwei Modifikationen kristallisiert, und möchten nun als vorläufiges Ergebnis unserer Untersuchungen die Kristalldaten der Hochtemperaturform α -Ba(OH)₂ mitteilen.

α -Ba(OH)₂ entsteht beim Erstarren der Schmelze – der Schmelzpunkt von Bariumhydroxid beträgt nach Michaud 408°C – und kann unter sorgfältig getrocknetem Schutzgas auf Zimmertemperatur abgekühlt werden, ohne sich dabei in die eigentlich stabile Tieftemperaturform β -Ba(OH)₂ umzuwandeln. Kleine, zu röntgenographischen Untersuchungen geeignete Einkristallsplitter von α -Ba(OH)₂ konnten

* Gegenwärtige Anschrift: Institut für Mineralogie der Technischen Hochschule Darmstadt, 61 Darmstadt, Rossdorfer Str. 140, Deutschland.

† Gegenwärtige Anschrift: Institut für Anorganische Chemie der Universität (TH) Karlsruhe, 75 Karlsruhe, Englerstrasse 11, Deutschland.

wir aus einem Präparat isolieren, das in einem Silberschiffchen unter trockenem Stickstoff zunächst aufgeschmolzen und danach sehr langsam wieder abgekühlt worden war. Nach Abfüllung eines solchen Splitters in eine dünnwandige Glaskapillare fertigten wir mit Mo $K\alpha$ -Strahlung Buerger-Präzessionsaufnahmen um die Richtungen [010], [001] sowie [111] an, und zwar registrierten wir jeweils den Äquator und die 1. Schicht. Die Auswertung der Filme führte auf eine primitive rhombische Elementarzelle mit den Gitterkonstanten $a = 11,03 \pm 0,03$, $b = 16,56 \pm 0,04$, und $c = 7,11 \pm 0,02$ Å. Unter der Annahme von 20 Formeleinheiten Ba(OH)₂ in der Elementarzelle stimmt die berechnete Dichte $D_x = 4,38$ g.cm⁻³ hinreichend mit dem pyknometrisch ermittelten Wert $D_m = 4,43$ g.cm⁻³ überein. Zwischen den Raumgruppen $Pn2_1a$ (No. 33) und $Pnma$ (No. 62), die beide mit den beobachteten Auslöschungen verträglich sind, kann noch nicht entschieden werden.

In Tabelle 1 sind die von Michaud (1966) publizierten Daten einer Debye-Scherrer-Aufnahme von α -Ba(OH)₂ für den Bereich kleiner Beugungswinkel mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit verglichen. Wie ersichtlich, stehen die Angaben gut miteinander in Einklang. Lediglich eine

Tabelle 1. Vergleich eines Debye-Scherrer-Diagramms von α -Ba(OH)₂ (Michaud, 1966) mit den aus der Einkristalluntersuchung gewonnenen Daten im Bereich niedriger Beugungswinkel

Die Liste enthält sämtliche im gewählten Bereich unter Berücksichtigung der Raumgruppensymmetrie möglichen Interferenzen hkl , geordnet nach fallenden Netzebenenabständen d . Die Werte d_c wurden aus den im Text angegebenen Gitterkonstanten von α -Ba(OH)₂ berechnet; die Werte d_0 erhielten wir durch Vermessung des von Michaud als Strichschema publizierten Pulverdiagramms. Die zugehörigen Linienintensitäten I_0 sowie die relativen Reflexintensitäten I_B der Präzessionsaufnahmen wurden grob geschätzt in den Stufen der Skala ss =sehr schwach, s =schwach, m =mittel, st =stark und sst =sehr stark. Ein Strich in der Spalte I_B bedeutet, dass die Intensität des betreffenden Reflexes unterhalb der Wahrnehmbarkeitsgrenze lag; die mit Fragezeichen versehenen Reflexe waren entweder vom Primärstrahlfänger abgeschattet oder gehören gar nicht den sechs registrierten Schichten des reziproken Gitters an. Die Spalten I_0 und I_B dürfen nur qualitativ miteinander verglichen werden, da in den Angaben weder Lorentz-, Polarisations- und Flächenhäufigkeitsfaktor noch ein Angleichungsfaktor enthalten ist. Die geschweiften Klammern markieren Koinzidenzen.

hkl	I_B	d_c	d_0	I_0	hkl	I_B	d_c	d_0	I_0
020	?	8,28 Å			122	$ss-s$	3,13 Å		
011	ss	6,53			321	s	3,04	3,05 Å	ss
101	ss	5,98			051	m	3,00	3,00	$s-m$
111	m	5,62	5,64 Å	$s-m$	241	s	3,00		
200	ss	5,52			202	---	2,99		
210	st	5,24	5,27	m	212	s	2,94		
121	s	4,85	4,89	ss	151	m	2,90	2,88	m
220	s	4,59			132	$s-m$	2,88		
031	?	4,36	4,39	s	250	ss	2,84	2,80	ss
201	s	4,36							
211	$s-m$	4,22	4,23	s	331	ss	2,81		
040	s	4,14			222	?	2,81		
131	$s-m$	4,06	4,08	ss	060	ss	2,76		
230	---	3,90			400	s	2,76		
221	s	3,86	3,87	ss	410	$ss-s$	2,72		
			3,69	m	042	?	2,70		
			3,56	m	251	ss	2,64		
002	st	3,55			232	---	2,63		
231	ss	3,42			142	st	2,62	2,62	$m-st$
141	sst	3,40	3,39	sst	420	$ss-s$	2,62		
102	st	3,38					401	m	2,57
112	$m-st$	3,31	3,31	$st-sst$	341	m	2,57		
240	sst	3,31					302	$s-m$	2,56
301	sst	3,27	3,25	sst	411	$ss-s$	2,54		
022	ss	3,27					312	---	2,53
311	s	3,21			161	ss	2,51		

Linie des Pulverdiagramms von Michaud kann nicht dem Gitter von α -Ba(OH)₂ zugeordnet werden. Bei dieser Linie mit dem Wert $d_0 = 3,69 \text{ \AA}$ handelt es sich aber offenbar um die stärkste Interferenz von BaCO₃, einer Substanz, die als Verunreinigung in Frage kommt und auch in den Präparaten β -Ba(OH)₂ und Ba(OH)₂·H₂O von Michaud (1966) enthalten ist.

Wir danken Herrn Prof. Dr G. Brauer für die Überlassung von Institutseinrichtungen und Herrn Dipl.-Math.

A. von Plehwe für das Schreiben eines Programms zur Berechnung der theoretischen Linienabfolge auf Pulverdiagrammen (Rechenanlage Siemens 2002). Die Deutsche Forschungsgemeinschaft stellte im Rahmen ihres Schwerpunktprogramms 'Kristallstrukturforschung' eine Buerger-Präzessionskamera zur Verfügung.

Literatur

MICHAUD, M. (1966). *C. r. Acad. Sci. Paris*, **262**, 1143.

Notes and News

Announcements and other items of crystallographic interest will be published under this heading at the discretion of the Editorial Board. The notes (in duplicate) should be sent to the General Secretary of the International Union of Crystallography (G. Boom, Laboratorium voor Fysische Metaalkunde der Rijksuniversiteit, Universiteitscomplex Paddepoel, Groningen, The Netherlands). Publication of an item in a particular issue cannot be guaranteed unless the draft is received 8 weeks before the date of publication.

Anniversaries in 1969

In connexion with the preparations for the forthcoming Eighth International Congress of Crystallography we consider it an appropriate time to draw attention to the chief anniversaries falling in 1969 and worth commemorating at Congress sessions.

1. The 350th anniversary of the publication of a treatise *On Hexagonal Snow* by I. Kepler (*Strena seu de Nive sexangula*, 1619). In this first scientific work on Crystallography there is a suggestion that the structure of crystals closely follows the principle of ball packings, the possibility of deriving polyhedra later known as Fedorov parallelohedra is outlined, and the angle constancy for snow crystals is established.

2. The 300th anniversary of the publication of N. Stenon's famous dissertation *On Solid as Naturally contained in Solid (De solidum naturaliter contente*, 1669), where the law of constancy of interfacial angles is first discovered and formulated, the deviations of real crystals from strong face-planarity and strong rectangularity of edges are established, and the initial propositions of geometrical and genetic crystallography are given.

3. The 300th anniversary of the publication of a communication on calcite birefringence by E. Bartolini (Erasmio Bartolini: *Experimenta Crystalli Islandici disdiacastici quibus mira et insolita refractio detegitur*, 1669). The birth of Crystallo-optics and Physical Crystallography in general is closely connected with this work.

4. The 150th anniversary of the publication of a communication on the discovery of isomorphism by E. Mitcherlich (1819); this phenomenon proved, as a matter of fact, to be basis for the formation of Crystal Chemistry as a science.

5. The 50th anniversary of the death of E. S. Fedorov (21 May, 1919), the great Russian crystallographer. He was the originator of the derivation of parallelohedra, space groups of symmetry, and the theodolite method in crystal study, and was one of the founders of modern Crystallography.

6. The 50th anniversary of the publication of the last volume of *Chemische Kristallographie* by P. Groth.

N. V. BELOV
I. I. SHAFRANOVSKI
V. A. FRANK-KAMENETSKI

International Union of Crystallography

International Tables for X-ray Crystallography

Volume III (*Physical and Chemical Tables*) of *International Tables for X-ray Crystallography* has now been reprinted and is again available from the publishers, The Kynoch Press, Witton, Birmingham 6, England. The price is £6.10s. per copy. A preferential price of £3.15s. is available for *bona fide* crystallographers, who must give an undertaking when purchasing that the volume is for their *personal use only*. The prices for Volume I (*Symmetry Groups*) and Volume II (*Mathematical Tables*) are the same.

International Union of Crystallography

Structure Reports

Volume 24 of *Structure Reports*, covering the literature for 1960, was published in November. The price is (Netherlands Guilders) f140 (or at present rates of exchange \$39 or £16.8s).

Full details of various price reductions for standing orders and of reduced personal prices for *Structure Reports* were given in *Acta Cryst.* (1968), **A24**, 703 and **B24**, 1398, and in *J. Appl. Cryst.* (1968), **1**, 196.

Orders

Structure Reports is published for the International Union of Crystallography by A. Oosthoek's Uitgevers Maatschappij N.V., Domstraat 11-13, Utrecht, The Netherlands. Orders can be placed with Oosthoek's or with any bookseller. All prices are post free from Oosthoek's.

Payments to Oosthoek's in U.S. dollars or pounds sterling may be made by cheque, which will be paid in to Oosthoek's account at the Chase Manhattan Bank, New York 15, N.Y., or the British Linen Bank, London, E.C.2., respectively. No problems of U.S. or U.K. currency control arise with such transactions.

Orders from the North American area can also be placed with Polycrystal Book Service, P.O. Box 11567, Pittsburgh, Pa. 15238, U.S.A.

An informative prospectus for *Structure Reports*, showing specimen pages and giving price details for all volumes, can be obtained free of charge from Oosthoek's.