

Starting with the published atomic parameters it was obvious that after a few cycles of full-matrix refinement considerable changes of some coordinates had taken place and at the same time the R value had dropped appreciably. The refinement was continued until all shifts were less than one tenth of the estimated standard deviations. The data were weighted according to $w = 1/(a + |F_o| + c|F_o|^2 + d|F_o|^3)$.

Table 2. Bond lengths and angles with standard deviations

	This work	Goodyear & Steigmann (1969)
Cd-P(1)	2.562 (10) Å	2.529 (15) Å
P(1)	2.563 (8)	2.579 (15)
P(2)	2.619 (10)	2.495 (15)
P(2)	2.571 (8)	2.627 (15)
P(1)-P(2)	2.200 (14)	2.386 (18)
P(2)	2.167 (12)	2.050 (18)
P(1)-Cd-P(1)	125.6 (3)°	126.3 (5)°
P(1)-Cd-P(2)	98.9 (3)	95.6 (5)
P(1)-Cd-P(2)	107.7 (3)	105.4 (5)
P(1)-Cd-P(2)	114.0 (3)	115.9 (5)
P(1)-Cd-P(2)	109.3 (3)	110.5 (5)
P(2)-Cd-P(2)	97.3 (2)	99.2 (5)
P(2)-P(1)-P(2)	110.9 (4)	108.0 (7)
P(1)-P(2)-P(1)	108.4 (4)	105.7 (7)

The values $a=10.0$, $c=0.02$ and $d=0.001$ finally used were suitable as was shown by a weighting analysis. In the space group $Pna2_1$, to which α -CdP₂ belongs, the z direction is polar and the z coordinate for the cadmium atom was accordingly kept constant during the refinement. The final R value based on the 282 reflexions used in the refinement was 0.110. For all 298 reflexions $R=0.120$. ($R = \sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$). The reflexions excluded from the refinement were essentially very weak ones. The final atomic parameters are given in Table 1. Table 2 shows the bond lengths and angles obtained as compared with those given by Goodyear & Steigmann. The distances between the phosphorus atoms within the chains are now 2.17 and 2.20 Å. These distances, which deviate about ten standard deviations from those originally given, agree much better with the P-P distances found in other phosphides of similar type.

This result has also been confirmed independently by Goodyear and Steigmann.

We wish to thank Professor I. Olovsson and Professor S. Rundqvist for the facilities placed at our disposal and for their stimulating interest in this work. The work has been financially supported by the Swedish Natural Science Research Council.

References

- GOODYEAR, J. & STEIGMANN, G. A. (1969). *Acta Cryst.* B25, 2371.

Acta Cryst. (1970). B26, 1884

Etude radiocristallographique préliminaire de quelques thiazides. Par L. DUPONT et O. DIDEBERG, *Laboratoire de Cristallographie approfondie et de Physique de l'Etat solide, Université de Liège, Sart Tilman (par Liège 1), Belgique*

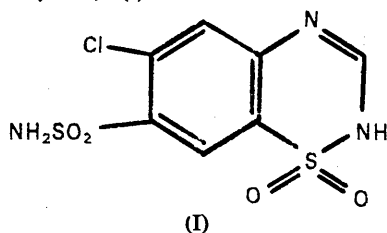
(Reçu le 1 juillet 1970)

Crystal data for chlorothiazide, hydrochlorothiazide and polythiazide have been determined from X-ray data by the Weissenberg method.

Les thiazides que nous étudions sont des sulfamides diurétiques de la série de la benzothiadiazine. Ils agissent en inhibant un ou plusieurs des mécanismes de transport qui assurent la réabsorption du sodium par le tube rénal (Gantt & Synek, 1961; Heinemann, Demartini & Laragh, 1959; Pignard, 1960).

L'étude qui suit concerne la détermination des paramètres des mailles cristallines et des groupes spatiaux du chlorothiazide (C₇H₆ClN₃O₄S₂), de l'hydrochlorothiazide (C₇H₈ClN₃O₄S₂) et du polythiazide (C₁₁H₁₂ClF₃N₃O₄S₃).

(a) *Le chlorothiazide: chloro-6-sulfamoyl-7-Δ3-benzothiazine-1,2,4 dioxyle-1,1* (I).



Des cristaux de chlorothiazide, sous forme de plaquettes triangulaires incolores, ont été obtenus par évaporation lente, à température ambiante d'une solution de ce dérivé dans de l'éthanol.

Les données concernant la maille cristalline ont été déterminées par la méthode de Weissenberg avec la radiation Cu K α ($\lambda = 1,5418$ Å). Le réseau cristallin est triclinique, de groupe spatial $P1$.

Les paramètres de la maille ont été affinés par la méthode des moindres carrés portant sur un nombre élevé de réflexions de $\theta > 45^\circ$, au moyen d'un programme de Cox (1967), adapté à l'ordinateur IBM 360/65. Les valeurs suivantes ont été obtenues:

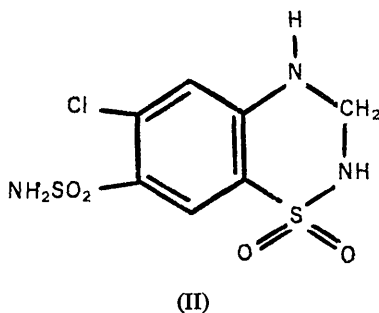
$$a = 7,423 \pm 0,010, \quad b = 4,901 \pm 0,010, \quad c = 9,024 \pm 0,010 \text{ \AA}$$

$$\alpha = 96,405 \pm 0,010, \quad \beta = 99,504 \pm 0,010, \quad \gamma = 121,182 \pm 0,010^\circ$$

Volume de la maille, $V = 269,3 \pm 1,2$ Å³
 Densité calculée, $D_c = 1,81 \pm 0,01$ g.cm⁻³
 Coefficient d'absorption linéaire,
 $\mu = 66,7 \pm 0,3$ cm.⁻¹ (Cu K α)
 Nombre de molécules par maille, $Z = 1$.

Les faces planes triangulaires formant la plaquette sont du type (001).

(b) *L'hydrochlorothiazide: dihydro-chloro-6-sulfamoyl-7, benzothiadiazine-1,2,4 dioxyde-1,1* (II).



Les cristaux d'hydrochlorothiazide se présentent également sous forme de petites plaquettes triangulaires incolores. Ils s'obtiennent par évaporation lente d'une solution du dérivé dans le méthanol.

Les données relatives à la maille cristalline déterminées comme précédemment, sont les suivantes:
Réseau monoclinique de groupe spatial $P2_1$;

$$a = 7,441 \pm 0,010, \quad b = 8,463 \pm 0,010, \quad c = 10,041 \pm 0,010 \text{ \AA}$$

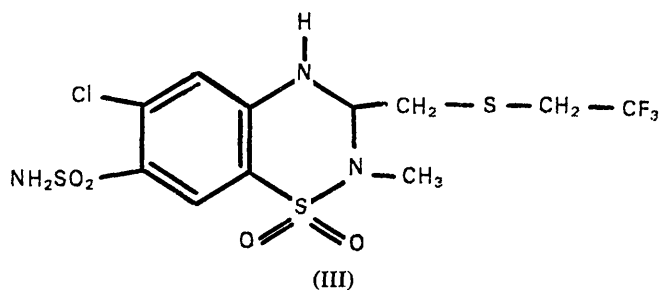
$$\beta = 111,739 \pm 0,010^\circ$$

Volume de la maille, $V = 587,4 \pm 2,1 \text{ \AA}^3$
Densité calculée, $D_c = 1,67 \pm 0,01 \text{ g.cm}^{-3}$
Coefficient d'absorption linéaire,
 $\mu = 61,2 \pm 0,2 \text{ cm}^{-1}$ (Cu $K\alpha$)

Nombre de molécules par maille, $Z = 2$.

Les faces planes triangulaires limitant le cristal sont des faces (001).

(c) *Le polythiazide: dihydro-chloro-6-sulfamoyl-7-méthyl-2-(trifluoro-2,2,2-éthyl-1)-thiométhyl-3-benzothiadiazine-1,2,4 dioxyde-1,1* (III).



Les cristaux de polythiazide s'obtiennent d'une manière analogue à ceux d'hydrochlorothiazide, à partir d'une solution du dérivé dans le méthanol. Les cristaux sont incolores et se présentent sous forme de petites plaquettes.

La maille cristalline a été déterminée comme celle des deux composés précédents:

Réseau monoclinique de groupe spatial Cc ;

$$a = 15,141 \pm 0,010; \quad b = 9,616 \pm 0,010; \quad c = 13,691 \pm 0,010 \text{ \AA}$$

$$\beta = 117,584 \pm 0,010^\circ$$

Volume de la maille, $V = 1766,8 \pm 4,3 \text{ \AA}^3$

Densité calculée, $D_c = 1,64 \pm 0,01 \text{ g.cm}^{-3}$

Coefficient d'absorption linéaire,

$$\mu = 55,8 \pm 0,2 \text{ cm}^{-1} \text{ (Cu } K\alpha)$$

Nombre de molécules par maille, $Z = 4$.

Le cristal plan est limité par les faces (101).

L'étude tridimensionnelle des structures de ces trois composés par diffraction des rayons X est actuellement en cours.

Nous remercions Messieurs les Professeurs H. Brasserer et J. Toussaint pour l'intérêt qu'ils portent à ce travail.

Références

- COX, A. A. (1967). *A Program for Least-Squares Refinement of Unit-Cell Dimensions*. Univ. of London.
GANTT, C. L. & SYNEK, J. H. (1961). *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* **106**, 27.
HEINEMANN, H. O., DEMARTINI, F. E. & LARAGH, J. H. (1959). *Amer. J. Med.* **26**, 853.
PIGNARD, P. (1960). *Path. Biol.* **8**, 1381.

Acta Cryst. (1970). B26, 1885

Refinement of the crystal structure of AmCl_3 .* By JOHN H. BURNS and J. R. PETERSON,† *Chemistry Division, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee 37830, U.S.A.*

(Received 18 February 1970)

A refinement of the parameters of AmCl_3 , which is of the UCl_3 structure type, was carried out using single-crystal X-ray diffraction data. An ionic radius of $0.984 \pm 0.003 \text{ \AA}$ for Am^{3+} was derived.

The hexagonal UCl_3 structure type, to which AmCl_3 corresponds, was established by Zachariasen (1948) who used X-ray powder diffraction methods. He derived tentative

positional parameters for the atoms in UCl_3 and showed this structure to be characteristic for the series of trichlorides from La to Nd, for AcCl_3 , and for the trichlorides from U to Am. Subsequent work by Templeton & Dauben (1954) showed that isotypism in the lanthanide series extends through GdCl_3 . Further studies of isotypism among the actinide trichlorides have included AmCl_3 and CmCl_3 (Asprey, Keenan & Kruse, 1965), CmCl_3 (Wallmann, Fuger,

* Research sponsored by the U.S. Atomic Energy Commission under contract with the Union Carbide Corporation.

† Present address: Department of Chemistry, University of Tennessee, Knoxville, Tennessee 37916, U.S.A.