

Fig. 1. A portion of the structure of LiV_2O , showing the coordination about the vanadium atoms.

CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 104.
DARRIET, J., MUHLL, R. & GALY, J. (1969). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **92**, 17.

GALY, J. & HARDY, A. (1955). *Acta Cryst.* **19**, 432.
International Tables for X-ray Crystallography (1969). Vol. I. Birmingham: Kynoch Press.

Acta Cryst. (1971). **B27**, 1477

The crystal structure of $(-)_546$ -*cis*- β -dinitro-(L-3,8-dimethyltriethylenetetramine)cobalt(III) perchlorate.

A correction. By M. ITO, F. MARUMO and Y. SAITO, *The Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, Roppongi, Tokyo 106, Japan*

(Received 2 March 1971)

Corrected values for crystal data are given.

In a recent article (Ito, Marumo & Saito, 1970) incorrect values were given for M , D_x , $F(000)$ and μ in the crystal data of $(-)_546$ -*cis*- β -[Co(NO₂)₂(L-3,8-dimethrien)]ClO₄. The correct values are as follows: $M=424$, $D_x=1.76$ g.cm⁻³, $F(000)=880$, $\mu=69$ cm⁻¹.

Reference

ITO, M., MARUMO, F. & SAITO, Y. (1970). *Acta Cryst.* **B26** 1408.

Acta Cryst. (1971). **B27**, 1477

Raumgruppenbestimmung durch Datengruppen-Einzelstatistik. Von M. DRÄGER und G. GATTOW, *Institut für Anorganische Chemie und Kernchemie, Johannes Gutenberg-Universität, D-65 Mainz, Deutschland (BRD)*

(Eingegangen am 21. Dezember 1970)

A new space group test in connexion with the 'average-multiple method' of Rogers [*Acta Cryst.* (1950), **3**, 455] is demonstrated.

Wilson (1949, 1950) und Rogers (1950) zeigten, dass die Intensitäten der reziproken Gitterpunkte eines Kristalls ausser der Laue-Symmetrie und den durch Translations-elemente bedingten systematischen Auslöschungen noch zwei weitere charakteristische Eigenschaften besitzen, die nach einer statistischen Auswertung zur Raumgruppenbestimmung herangezogen werden können. Mittels der 'distribution method' wird geprüft, ob die Gesamtzelle oder eine spezielle Zone ein Symmetriezentrum enthält oder nicht, und die 'average-multiple method' stellt fest, ob die mittlere Intensität in Zonen, die parallel möglichen Symmetrieelementen liegen, ein ganzzahliges Vielfaches der mittleren Intensität der übrigen Zonen beträgt. Zur

Durchführung der 'distribution method' sind verschiedene Tests entwickelt worden (vgl. Rogers, 1965), während die 'average multiple method' bislang kaum praktische Anwendung erfahren hat. Dieses ist verwunderlich, da 'distribution'-Tests häufig wegen erheblicher Abweichungen von den idealen Werten nicht mehr eindeutig interpretierbar sind, während die 'average multiple method' infolge der Grösse des zu beobachtenden Effekts noch eine klare Entscheidung zulässt. Ein Grund für die Vernachlässigung der letzteren Methode ist sicherlich das Fehlen eines systematischen und schnellen Rechenverfahrens zur Durchführung eines 'average multiple'-Tests. Wir entwickelten deshalb ein Verfahren, das im Rahmen der allgemeinen

Datenvorbereitung für eine Kristallstrukturbestimmung auch eine routinemässige Abfrage auf das Vorhandensein einer bestimmten Raumgruppe aus einem der klassischen Diffraktionsgruppen-Sets gestattet.

Gemessene Intensitätsdaten für eine dreidimensionale Kristallstrukturbestimmung liegen zumeist in mehreren getrennt bestimmten Datengruppen vor, die bei Anwesenheit gemeinsamer Reflexe mit deren Hilfe einander angeglichen werden können. Von dieser gemeinsamen relativen Basis aus werden dann alle Reflexe zusammen oder – für unseren Fall des Raumgruppentests – auch in Einzelgruppen nach der Methode von Wilson (1942) auf eine absolute Skala gebracht, wobei sich einander annähernd gleiche Skalenfaktoren ergeben müssen. Fehlen gemeinsame Reflexe, wie es z.B. bei Weissenberg-Schichtlinien der Fall ist, muss durch getrennte Skalierung jeder Datengruppe sofort auf eine gemeinsame absolute Basis übergegangen werden, wobei aber unter der Voraussetzung gleichartiger Messbedingungen bei der Erstellung aller Reflexgruppen auch wieder annähernd gleiche oder von Datengruppe zu Datengruppe sich gleichmässig ändernde Skalenfaktoren resultieren müssen.

All diese Skalenfaktoren werden nun beim Absolutierungsverfahren von Wilson (1942) (vgl. Rogers, 1965) aus der Winkelabhängigkeit der mittleren Intensität in einem engen $\sin^2 \theta/\lambda^2$ -Bereich bestimmt, wobei alle gemessenen Intensitäten spezieller Zonen mit den erwähnten Raumgruppen-abhängigen Multiplen (Rogers, 1950, 1965) korrigiert werden müssen, so dass der Wert eines jeden Skalenfaktors von den in der zugehörigen Datengruppe enthaltenen Reflexen spezieller Zonen abhängig ist. Da die Verteilung dieser Reflexe auf die einzelnen Datengruppen aber im allgemeinen unterschiedlich ist, kann nur bei Benutzung der richtigen Raumgruppeninformation eine gleichförmige Verteilung der Werte der Skalenfaktoren resultieren. Ist dagegen die zur Berechnung benutzte Raumgruppeninformation falsch, so müssen besonders die Skalenfaktoren von Datengruppen mit vielen speziellen Reflexen stark von den übrigen Skalenfaktoren abweichen.

Diese Überlegung verwendeten wir zur Bestimmung der Raumgruppe des Rubidiumdimercaptomaleonitrils mit einem Kristallwasser ($\text{Rb}_2\text{DMMN} \cdot \text{H}_2\text{O}$), dessen Struktur wir kürzlich beschrieben (Dräger & Gattow, 1970). Die geometrische Anordnung der reziproken Gitterpunkte dieser Verbindung führt zu den drei möglichen Raumgruppen Pmc_2_1 (Nr. 26), Pma_2 (Nr. 28) und $Pmma$ (Nr. 51). Mit Hilfe einer Äquiklinationstechnik benutzenden Diffraktometers bestimmten wir die Intensitäten von 593 Reflexen, die sich auf 7 reziproke Gitterschichten verteilen. Die Intensitäten einer jeden Schicht absolutierten wir getrennt und erhielten für die drei möglichen Raumgruppen das in Fig. 1 graphisch dargestellte Ergebnis.

Nur in der Raumgruppe Pmc_2_1 zeigen die Absolutierungsskalenfaktoren einen gleichmässigen Gang, so dass unser statistischer Test für das Vorliegen dieser Raumgruppe spricht. Die Strukturbestimmung bestätigte die Richtigkeit dieser Aussage.

Die für die Absolutierung notwendigen Rechenoperationen führten wir mit Hilfe unseres FORTRAN-Programmes LSQ1MZ (Dräger & Gattow, 1971) durch, das einerseits für eine statistische Erfassung des reziproken Gitters geschrieben wurde und andererseits zur Datenvorbereitung von Patterson-Synthesen und 'least-squares'-Verfeinerungen dient. Bei der Programmierung fanden wir einen Fehler in den statistischen Punktgruppentabellen von Rogers (1950,

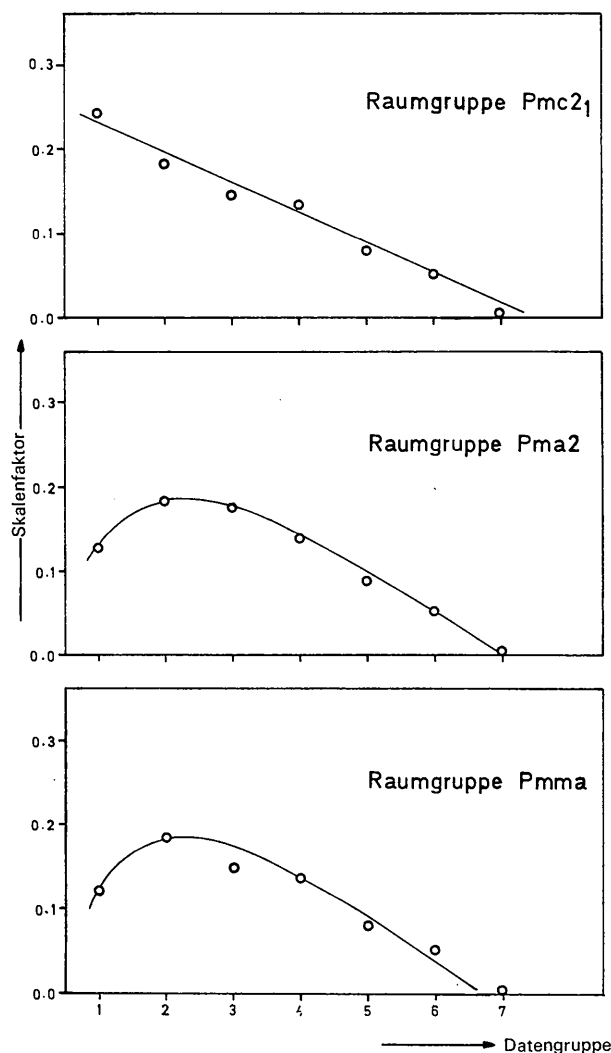


Fig. 1. Absolutierungsskalenfaktoren von $\text{Rb}_2\text{DMMN} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

1965). Dort ist für die Punktgruppe 422 das statistische Symbol $4/2, 2/1, 2/1$ angegeben, das korrekt $4/1, 2/1, 2/1$ lauten muss.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds des Deutschen Chemischen Industrie für grosszügige Unterstützung.

Literatur

- DRÄGER, M. & GATTOW, G. (1970). *Naturwissenschaften*, **57**, 195.
 DRÄGER, M. & GATTOW, G. (1971). *Acta Chem. Scand.* **25**, 761.
 ROGERS, D. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 455.
 ROGERS, D. (1965). In *Computing Methods in Crystallography*. Edited by J. S. ROLLETT, Oxford: Pergamon Press.
 WILSON, A. J. C. (1942). *Nature, Lond.* **150**, 152.
 WILSON, A.J.C. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 318.
 WILSON, A.J.C. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 258.