

Acta Cryst. (1956). **9**, 538

Eine empirische Sn-Streukurve. Von WERNER H. BAUR, *Mineralogisch-Kristallographisches Institut der Universität, Göttingen, Deutschland*

(Eingegangen am 28. November 1955)

Im Verlaufe der röntgenographischen Untersuchung einiger Vertreter des Rutiltyps wurde auch die Struktur des Zinnsteins (SnO_2) bearbeitet. Dabei stellten sich zwischen den beobachteten (F_o) und den berechneten Struktur Faktoren (F_c) systematische Abweichungen heraus, die weder auf die Wahl eines falschen Parameterwertes noch auf die eines unrichtigen Temperaturfaktors zurückgeführt werden konnten. Es lag die Vermutung nahe, dass die Thomas-Fermi-Streukurve, die zur Berechnung der F_c verwendet worden war, eine andere Gestalt hatte als die tatsächliche Streukurve. Zur Klärung dieser Frage wurde die experimentelle Streukurve des Sn aufgestellt. Die auf Weissenberg-Aufnahmen mit $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung beobachteten 40 Interferenzen der Zone [001], zu denen das Sn beiträgt, wurden rund 300mal auf verschieden stark belichteten Aufnahmen photometriert, so dass jeder Reflex im Durchschnitt 7mal gemessen wurde (weitere experimentelle Einzelheiten s. Baur (1956)). Die Intensitäten wurden auf Absorption und sekundäre Extinktion korrigiert. Aus den F_o wurde die Streukurve des Sn, unter der Annahme des Sauerstoffparameters $x = 0,307$ und bei Verwendung der O^2 -Streuwerte aus den *Internationalen Tabellen*, berechnet. Die einzelnen Punkte streuten nur wenig um die durch sie gelegte Kurve. Die Abweichung von der Thomas-Fermi-Kurve liegt ausserhalb der Fehlergrenzen. Dagegen stimmt die Kurve gut überein mit der Sn-Streukurve, die Pauling & Sherman (1932) berechnet haben. Die Berücksichtigung der anomalen Dispersion bei der Berechnung der Intensitäten (Dauben & Templeton, 1955) ändert nichts an

den angegebenen Werten, da diese Korrektur praktisch von θ unabhängig ist.

Tabelle 1

$(\sin \theta)/\lambda$ (\AA^{-1})	Thomas-Fermi	Streuwerte des Sn: experimentell aus SnO_2	Pauling-Sherman
0,0	50,0	—	50,0 ₀
0,1	45,7	—	44,9 ₀
0,2	39,5	37,0	38,2 ₉
0,3	33,8	31,4	32,1 ₅
0,4	28,7	27,0	27,3 ₂
0,5	25,6	24,6	24,3 ₉
0,6	22,9	23,2	22,7 ₈
0,7	20,6	21,9	21,5 ₇
0,8	18,5	19,9	20,2 ₈
0,9	16,6	18,4	18,0 ₆
1,0	15,1	16,9	16,8 ₇
1,1	13,7	15,4	15,0 ₅
1,2	12,7	13,4	13,3 ₆
1,3	—	11,6	11,8 ₉

Literaturverzeichnis

- BAUR, W. H. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 515.
 DAUBEN, C. H. & TEMPLETON, D. H. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 841.
Internationale Tabellen zur Bestimmung von Kristallstrukturen, (1935). Berlin: Bornträger.
 PAULING, L. & SHERMAN, J. (1932). *Z. Kristallogr.* **81**, 1.

Acta Cryst. (1956). **9**, 538

Preliminary study of a high-temperature phase in cuprous chloride. By M. R. LORENZ and J. S. PRENER, *General Electric Research Laboratory, Schenectady, New York, U. S. A.*

(Received 24 February 1956)

Phase transitions at elevated temperatures have been reported for cuprous bromide (Krug & Sieg, 1952; Hoshino, 1952) and cuprous iodide (Krug & Sieg, 1952; Miyake, Hoshino & Takenaka, 1952), but we could find no reference in the literature to a phase transition in cuprous chloride. The bromide and iodide are trimorphous. The low-temperature or γ modification has the cubic zincblende structure. At intermediate temperatures the stable form is the β form, which has a hexagonal wurtzite structure. At high temperatures the α form has a cubic structure. The transition temperatures are 385 and 470° C. for CuBr (Hoshino, 1952) and 369 and 407° C. for CuI (Miyake *et al.*, 1952). At room temperature CuCl also has a cubic zincblende structure with a lattice constant $a = 5.4057 \text{ \AA}$ (Vegard & Skoftefeld, 1942).

While observing a small crystal of CuCl mounted in a furnace placed on the stage of a polarizing microscope, we noticed that the crystal became birefringent at 407° C. and remained so up to its melting point. A powder diffraction pattern was taken with a Unicam 19 cm. high-

temperature camera, using $\text{CuK}\alpha$ radiation. The CuCl powder was contained in an evacuated pyrex capillary. The diffraction pattern, taken at a temperature of about 410° C., consisted of eight lines which could be indexed in a hexagonal unit cell with $a = 3.91$, $c = 6.42 \text{ \AA}$, and $c/a = 1.64$. The interplanar spacings, observed relative intensities and indices of the diffraction lines are given below.

d (\AA)	Relative intensity	hkl
3.395	10	100
3.208	8	002
2.997	1	101
2.334	3	102
1.953	8	110
1.805	7	103
1.668	5	112
1.639	2	201

This diffraction pattern, the unit-cell dimensions and axial ratio would indicate that CuCl, like the other two

halides, also can exist in a β modification with a wurtzite structure above 407° C. The intensity of the 101 line, however, is much smaller than one would expect for the wurtzite structure. This high-temperature phase of CuCl is being studied further.

We could observe no further phase transition to a cubic α form in CuCl as is found in the other two halides.

Acta Cryst. (1956). **9**, 539

Unit-cell parameters and space groups for L-cystine, L-cystine hydrochloride and L-cystine hydrobromide. By L. K. STEINRAUF and L. H. JENSEN, *Departments of Biochemistry and Anatomy, University of Washington, Seattle, Washington, U.S.A.*

(Received 16 February 1956)

In connection with the very high specific rotations observed for acid solutions of cystine (Toennies, Lavine & Bennett, 1936), we have found it desirable to study the solid-state structure of cystine and two of its salts, namely, the hydrochloride and hydrobromide. Furthermore, the configuration of the cystinyl group is of importance in protein structure.

We have grown single crystals of L-cystine, L-cystine hydrochloride and L-cystine hydrobromide satisfactory for X-ray structure determination. Unit-cell parameters have been measured from the appropriate oscillation or Weissenberg photographs, using Cu $K\alpha$ radiation. Density (D) and number of molecules per unit cell (Z) as well as the space group (or probable space group) have also been determined. The results follow.

L-Cystine:

$$a_0 = 5.42, c_0 = 56.08 \text{ \AA}; \gamma = 120^\circ.$$

Space group: $P6_122$ (or $P6_522$).

D_0 : 1.677 g.cm.⁻³; D_c : 1.679 g.cm.⁻³.

Z : 6.

L-Cystine hydrochloride:

$$a_0 = 18.61, b_0 = 5.25, c_0 = 7.23 \text{ \AA}; \beta = 103.6^\circ.$$

Space group: $C2$, probable.

D_0 : 1.520 g.cm.⁻³; D_c : 1.515 g.cm.⁻³.

Z : 2.

Acta Cryst. (1956). **9**, 539

Die Kristallstruktur des Natriumhexafluoroantimonats (V). Von GÜNTHER TEUFER,* *Chemisches Staatsinstitut der Universität, Hamburg, Deutschland*

(Eingegangen am 13. März 1956)

Über die Kristallstruktur des NaSbF_6 liegt eine Veröffentlichung von Schrewelius (1938) vor, mit der sich der vorliegende Strukturvorschlag mit Ausnahme der Positionen für die Fluoratome deckt. Die kubische

- References**
- HOSHINO, S. (1952). *J. Phys. Soc. Japan*, **7**, 560.
 KRUG, J. & SIEG, L. (1952). *Z. Naturforsch.* **7a**, 369.
 MIYAKE, S., HOSHINO, S. & TAKENAKA, T. (1952). *J. Phys. Soc. Japan*, **7**, 19.
 VEGARD, L. & SKOFTELAND, G. (1942). *Arch. Math. Naturv.* **45**, 163.

L-Cystine hydrobromide:

$$a_0 = 17.85, b_0 = 5.35, c_0 = 7.48 \text{ \AA}.$$

Space group: $P2_122_1$.

D_0 : 1.870 g.cm.⁻³; D_c : 1.869 g.cm.⁻³.

Z : 2.

The space group we find for L-cystine is the same as that reported by Bernal (1931), and his a_0 , after converting to the same units, agrees very well with ours. On the other hand his c_0 is 3.1% greater than ours.

For L-cystine hydrochloride the X-ray extinctions indicate $C2/m$, $C2$ or Cm . Since the general positions in these space groups are at least fourfold, the molecules must lie in special positions. It seems unlikely that the molecules can have symmetry m or $2/m$ but may have 2. It has, therefore, been assumed that the space group is $C2$. This is the same as that found for $\text{N,N}'$ -diglycyl-L-cystine dihydrate (Yakel & Hughes, 1952).

Integrated intensity data for two-dimensional projections have been collected and work is in progress on these structures.

References

- BERNAL, J. D. (1931). *Z. Kristallogr.* **78**, 363.
 TOENNIES, G., LAVINE, T. F. & BENNETT, M. A. (1936). *J. Biol. Chem.* **112**, 493.
 YAKEL, H. L., JR. & HUGHES, E. W. (1952). *J. Amer. Chem. Soc.* **74**, 6302.

* Jetzt an 2870 Blue Rock Road, Cincinnati 24, Ohio, U.S.A.