

Acta Cryst. (1958). **11**, 564

The crystal structures of some anthracene derivatives. I. Crystal data. By JAMES TROTTER,*
Division of Pure Physics, National Research Council, Ottawa, Canada

(Received 16 May 1958)

In investigating photoconduction effects in anthracene and some of its derivatives, more detailed information can be obtained if polarized light is used, and the magnitudes of the photocurrents are examined in various directions in the crystals. Knowledge of the orientation of the unit cell axes with respect to the external crystal form, and of the molecules in the unit cell, is required, and since this information can be obtained generally only by complete structure analyses, the structures of some anthracene derivatives are being fully investigated by X-ray diffraction methods.

Some anthracene derivatives with substituents in the 9 and 10 positions have photocurrents which are 10^2 to 10^3 times as great as those in anthracene itself, although since all of these substances are insulators, the currents are always extremely small (of the order of 10^{-7} – 10^{-11} amps.). The present series of X-ray investigations has been confined to these derivatives. Full details of the analyses will be given in subsequent communications, but the crystal data are outlined here.

Crystal data

9:10-Dibromoanthracene, $C_{14}H_8Br_2$.

Triclinic, $a = 4.06$, $b = 8.88$, $c = 16.15$ Å,
 $\alpha = 98^\circ 50'$, $\beta = 97^\circ 05'$, $\gamma = 100^\circ 21'$.

$U = 559.3$ Å³, D_m (measured density) = 1.981 g.cm.⁻³,
 $Z = 2$, D_x (observed density) = 1.983 g.cm.⁻³.

Space group $P\bar{1}-C_i$.

9:10-Dichloroanthracene, $C_{14}H_8Cl_2$.

Monoclinic, $a = 7.04$, $b = 17.93$, $c = 8.63$ Å,
 $\beta = 102^\circ 56'$.

* National Research Laboratories Postdoctorate Fellow.

$U = 1062.3$ Å³, $D_m = 1.525$ g.cm.⁻³,

$Z = 4$, $D_x = 1.535$ g.cm.⁻³.

Space group $P2_1/a-C_{2h}^5$.

9:10-Dinitroanthracene, $C_{14}H_8N_2O_4$.

Triclinic, $a = 3.95$, $b = 8.68$, $c = 8.76$ Å,
 $\alpha = 106^\circ 46'$, $\beta = 98^\circ 59'$, $\gamma = 98^\circ 01'$.

$U = 278.6$ Å³, $D_m = 1.591$ g.cm.⁻³,

$Z = 1$, $D_x = 1.589$ g.cm.⁻³.

Space group $P\bar{1}-C_i$.

9-Nitroanthracene, $C_{14}H_9NO_2$.

Monoclinic, $a = 7.49$, $b = 13.77$, $c = 11.44$ Å,
 $\beta = 115^\circ 11'$.

$U = 1068.5$ Å³, $D_m = 1.375$ g.cm.⁻³,

$Z = 4$, $D_x = 1.379$ g.cm.⁻³.

Space group $P2_1/a-C_{2h}^5$.

Structure analyses of all of these crystals are in progress; since the dibromo and dichloro derivatives are not isomorphous, they are being investigated independently.

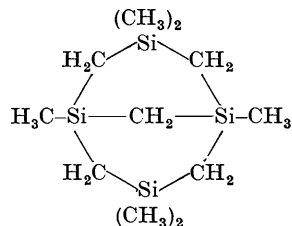
In order to study photoconduction in these crystals the atomic positions need be determined only approximately, but since relatively little more labour is required to refine the approximate structures, full structure analyses are being carried out, and reasonably accurate atomic parameters and molecular dimensions obtained. It will also be of interest to compare the dimensions of these molecules with those of the parent compound, and to examine any effects of the substituents on the bond lengths in the anthracene nucleus.

Acta Cryst. (1958). **11**, 564

Kristallgitter zyklischer Silicium-Kohlenwasserstoffe. Von M. RENNINGER und W. RENNINGER, *Kristallographisches Institut der Universität, Marburg-Lahn, Gutenbergstrasse 18, Deutschland*

(Eingegangen am 28. April 1958)

Bei Untersuchungen über die thermische Zersetzung von Tetramethyl- und Tetraäthyl-Silan fanden G. Fritz & B. Raabe (1956) unter verschiedenen teils dampfförmigen und flüssigen, teils wachsartigen und festen Zersetzungsprodukten auch ein sehr schön in langen Nadeln kristallisierendes von der Bruttoformel $Si_4C_{11}H_{28}$. Chemische und sterische Indizien führten die Autoren auf die nachstehende Strukturformel, deren Richtigkeit wenn auch nicht völlige Sicherheit, so doch grosse Wahrscheinlichkeit für sich hat:



Das Verlangen nach Klärung der Molekülstruktur liess

die an sich schon gegebene Frage nach der Kristallstruktur des Produkts noch dringlicher erscheinen. Obwohl uns z. Zt. die personellen Voraussetzungen für eine eingehende Strukturaufklärung fehlen, übernahmen wir es auf eine Anfrage von Herrn Dr. Fritz hin, an einigen von ihm zur Verfügung gestellten Proben wenigstens die ersten Schritte nach diesem Ziel zu tun.

Diese Versuche hatten die nachfolgenden Ergebnisse: Eine Schwierigkeit für die Röntgenaufnahmen bestand darin, dass die Substanzen einen merklichen, wenn auch kleinen, Dampfdruck besitzen, sodass während der Aufnahmen der freien Luft ausgesetzte Kriställchen innerhalb weniger Stunden wegsублиmiert waren. Dem konnte schliesslich durch Einschluss der Kriställchen in enge (0,3 mm.) Mark-Kapillaren begegnet werden, an deren Innenwandung sie allein durch Oberflächenkräfte genügend fest hafteten.

Substanzproben aus verschiedenen Chargen der Untersuchungen Fritz-Raabe lagen vor. In einer grösseren Zahl von Drehkristallaufnahmen wurden drei sehr ähnliche, jedoch eindeutig verschiedene Kristallgitter festgestellt, A, B und C. Diese Typen fanden sich in den Proben einzeln oder gemischt vor. Nach persönlicher Mitteilung durch Herrn Dr. Fritz hat sich inzwischen bei ihm herausgestellt, dass die Ursache der Typenverschiedenheit in geringen Beimengungen eines Derivates der oben angegebenen Verbindung liegt, in welchem eine CH_3 -Gruppe am Silicium durch H ersetzt ist. Nach Überführung des SiH-haltigen Gemischanteils mittels Hydrolyse in ein höhermolekulares Produkt liess sich die der obigen Formel entsprechende SiH-freie Komponente durch Kristallisation und Sublimation abtrennen. Diese Probe ergab dann im Röntgenbild durchweg dieselbe Type A, diejenige, die auch schon vorher am häufigsten festgestellt worden war. Ihre Daten wurden auch eingehender untersucht als die der beiden andern. Tabelle 1 gibt eine Zusammen-

Tabelle 1. Gitterdaten der Typen A, B und C

Type	a	b	c	γ	Zellvolumen
A	9,0 Å	17,2 Å	9,75 Å	90°	1500 Å ³
B	?	?	9,3	?	?
C	9,2	17,3	9,5	86	1500

stellung der Gitterdaten aller drei Typen, soweit sie ermittelt wurden (monokline Achsen, Ortho-Achse ist c).

Alle drei Typen sind als praktisch pseudotetragonal anzusehen, wenigstens in Bezug auf ihre Projektion in die a-b-Ebene ($a \approx b/2$)*. Bei Type A ist das Gitter innerhalb der Messgenauigkeit orthogonal ($a \perp b$), trotzdem

* In der Fig. ist b im Verhältnis zu a und c irrtümlich zu Klein gezeichnet, wodurch der pseudotetragonale Eindruck verlorengeht.

Acta Cryst. (1958). **11**, 565

Revised lattice constants and powder pattern for YFeO_3 . By S. GELLER, *Bell Telephone Laboratories, Incorporated, Murray Hill, New Jersey, U.S.A.*

(Received 5 May 1958)

It has come to our attention that the powder pattern and lattice constants previously given for YFeO_3 (Geller

ist nach Ausweis der Weissenbergaufnahmen höherer Schichtlinien die Symmetrie nicht rhombisch, sondern nur monoklin. Bei Type B ist Abweichung von der Orthogonalität um 4° (Winkel γ) eindeutig sichergestellt. Wahrscheinliche Raumgruppe ist für alle drei Typen $P2/b$ (die b-Gleitebene ist durch die Auslöschungen $hk0$ mit $k = 2n+1$ sichergestellt). Die Zelle enthält zwei Moleküle (Kristalldichte 1,2 g.cm.⁻³), die in zweizähligen Achsen liegen, also auch selbst solche besitzen müssen. Noch freie Parameter für die Moleküle als Ganze sind: Ihre Höhenlage x auf den zweizähligen Achsen und ihre Winkelstellung γ in Bezug auf diese. Fig. 1 gibt eine

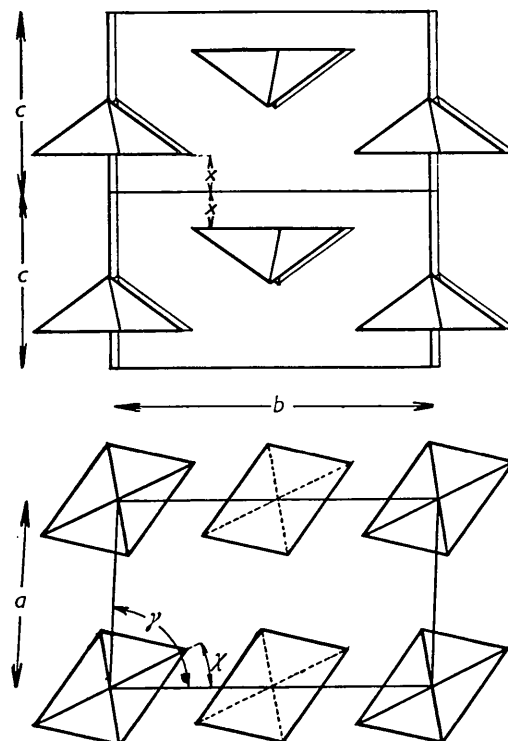


Fig. 1. Wahrscheinliche Molekülanordnung.

Darstellung der hiernach wahrscheinlichen Struktur. Sie wäre mit einer Kettenstruktur des Moleküls kaum vereinbar und bildet sonach eine weitere Stütze für die von Fritz & Raabe angenommene Strukturformel. Die beiden, durch diese nahegelegten Spiegelebenen treten allerdings nicht in Erscheinung.

Literatur

FRITZ, G. & RAABE, B. (1956). *Z. Anorg. Chem.* **286**, 149.

& Wood, 1956) must be revised. Some time ago, a sample of the YFeO_3 which was used in the original work was