

Acta Cryst. (1962). **15**, 421

Elementarzellen und Raumgruppen der Peptidderivate Carbobenzoxy-L-leucyl-L-tyrosyl-L-leucinmethylester und Carbobenzoxyglycyl-L-alaninäthylester.* Von W. L. HAAS†, *Deutsches Wollforschungsinstitut an der Technischen Hochschule, Aachen, Germany*

(Eingegangen am 22. November 1961)

Gillesen (1961) synthetisierte das Peptid L-Leucyl-L-tyrosyl-L-leucin, dessen Derivat Carbobenzoxy-L-leucyl-L-tyrosyl-L-leucinmethylester aus Essigester in verhältnismässig gut ausgebildeten gedrunenen hexagonalen Pyramiden kristallisierte. Ausgebildet waren ausschliesslich (001)- und (10 $\bar{1}$ 0)-Flächen. Eine Drehkristallaufnahme um die *c*-Achse mit vanadiumgefilterter Chromstrahlung und Präzessionsaufnahmen nach Buerger mit den Einstrahlungsrichtungen parallel zur *a*-Achse sowie parallel zur Winkelhalbierenden zweier Nebenachsen mit nickelgefilterter Kupferstrahlung ergaben eine hexagonale Elementarzelle mit den Translationsperioden

$$a_0 = b_0 = 7,22 \pm 0,02; c_0 = 36,31 \pm 0,1 \text{ \AA}$$

und den Winkeln $\alpha = \beta = 90^\circ$; $\gamma = 120^\circ$.

Daraus wird unter Annahme von 6 Molekülen in der Elementarzelle die Dichte zu 1,12 g.cm.⁻³ berechnet. Gefunden wurde nach der Verdrängungsmethode 1,11 g.cm.⁻³. Die Laue-Symmetriegruppe $\bar{6}/mm$ und die ausschliesslich beobachteten 00*l*-Reflexe mit $l = 3n$ lassen die Wahl zwischen den Raumgruppen $P6_22$ und $P6_422$. Im reziproken Gitter treten parallel zur *c*-Achse zwischen den Schichtlinien schwache und diffuse Reflexserien auf, deren Bedeutung und Herkunft unklar ist.

* 25. Mitt. über Peptide; 24. Mitt., vgl. H. Zahn & M. Heinz, *Liebigs Annalen*, im Druck.

† W. L. Haas, University of Pittsburgh, School of Medicine Biochemistry Department, Pittsburgh 13, Pa., U.S.A.

Im Zusammenhang mit Arbeiten zur Synthese von Peptiden mit Sequenzen des Seidenfibroins fiel das Peptidderivat Carbobenzoxyglycyl-L-alaninäthylester in Form nadeliger Einkristalle an. Eine Drehkristallaufnahme sowie Weissenbergaufnahmen um die Nadelachse (*c*-Achse) der rhombischen Prismen und Präzessionsaufnahmen nach Buerger mit der Einstrahlungsrichtung parallel zu den Flächendiagonalen der Prismenendfläche (*a*- und *b*-Achse) ergaben eine orthorhombische Elementarzelle mit folgenden Dimensionen:

$$a_0 = 21,17 \pm 0,05; b_0 = 9,78 \pm 0,03; c_0 = 16,10 \pm 0,04 \text{ \AA}$$

und den Winkeln $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.

Es waren praktisch ausschliesslich (001)- und (110)-Flächen ausgebildet. Allgemeine systematische Auslöschungen traten nicht auf. Die fehlenden Reflexe $h00$ mit $h = 2n + 1$, $0k0$ mit $k = 2n + 1$ und $00l$ mit $l = 2n + 1$ lassen auf die Raumgruppe $P2_12_12_1$ schliessen.

Wir danken dem Bundeswirtschaftsministerium (Forschungsvorhaben J 399), dem Internationalen Wollsekretariat, der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung der vorliegenden Arbeit.

Literatur

GILLESSEN, DIETER (1961). Diplom-Arbeit Abteilung Chemie der TH Aachen.

Acta Cryst. (1962). **15**, 421

The atomic position parameter in alpha uranium-room temperature and above. By MELVIN H. MUELLER, RICHARD L. HITTERMAN, and HAROLD W. KNOTT, *Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois, U.S.A.*

(Received 25 September 1961)

Alpha uranium, which is orthorhombic, space group D_{2h}^{17} - $Cmcm$, with 4 U per unit cell at $0, y, \frac{1}{4}$; $0, \bar{y}, \frac{3}{4}$; $\frac{1}{2}, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{4}$; $\frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, \frac{3}{4}$; can be described in terms of corrugated sheets parallel to the *b* face in which the *y* parameter is a measure of the degree of corrugation—the larger the value of *y* the greater the degree of corrugation. It becomes of interest to determine the change in *y* with temperature since an increase in *y* makes the orthorhombic uranium lattice more nearly hexagonal.

Previously reported and presently determined values of *y* are shown in Table 1. Most of the results are in fairly good agreement near room temperature, however, the value of *y* at elevated temperatures has not been very thoroughly investigated. Therefore this investigation was undertaken to determine especially values at the elevated temperatures.

For the space group concerned the structure factor, *F*, can be stated as $F = 4(f_U \text{ or } b_U) \cos 2\pi hx \cos 2\pi ky \cos 2\pi lz$, where f_U is the X-ray and b_U the neutron scattering

factors for uranium. Since there is only one positional parameter, *y*, $F = 4(f_U \text{ or } b_U) \cos 2\pi ky$, therefore the (0*k*0) reflections are particularly suitable for its determination. This technique was used recently by Sturcken & Post (1960) in their determination of the *y* positional parameter at 25 °C. Since their technique involved the determination of a minimum value for the agreement factor, *R*, for selecting the best value of *y* using a predetermined value of the temperature factor, *B*, it was decided at first to recheck the room temperature values of *y* and *B* using the Busing-Levy (1959) least-squares program.

X-ray data were first obtained at room temperature in a manner similar to that used by Sturcken & Post (1960) using a small single crystal approximately 3 mm. on an edge with a polished (0*k*0) face. These results together with a redetermination of *y* from the Sturcken & Post data using the Busing-Levy program are shown in Table 1.

The uranium crystal was then mounted in a high