

metal atoms is in accordance with findings for aluminium rich alloys of transition metals (Brown, 1959).

Examination of Table 4 shows that in very few cases are the differences in interatomic distances between the three structures large enough to be significant. However a significant trend can be deduced from the list of mean distances (Table 3), which shows that as the atomic number of the transition metal atom is reduced on passing from ζ -CoZn to ζ -MnZn, the mean radii of all the atoms in the structure increase. It is of interest that this effect is exhibited to much the same extent by all the atoms in the structure and not principally by the transition metal atoms. It may be taken as evidence that *d*-electrons from the transition metal atoms participate not only in bonds with their immediate neighbours but contribute to the bonding of the structure as a whole.

I wish to thank Prof. N. F. Mott and Dr W. H. Taylor for provision of facilities and for their interest and encouragement. I am most grateful to Dr Wilkes

of the Mathematical laboratory for provision of time on the EDSAC. I also acknowledge my indebtedness to the Department of Scientific and Industrial Research for the award of a research fellowship during the tenure of which this work was done.

References

- BROWN, P. J. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 995.
 FARQUHAR, M. C. M. & LIPSON, H. (1946). *Proc. Phys. Soc. A*, **197**, 301.
 GÖTZL, F., HALLA F. & SCHRAMM, J. (1941). *Z. Metallk.* **33**, 375.
 HARTMANN, H., HOFFMANN, W. & MÜLLER, D. (1955). *Abh. braunsch. wiss. Ges.* **7**, 100.
 SCHRAMM, J. (1937). *Z. Metallk.* **29**, 222.
 SCHRAMM, J. (1938). *Z. Metallk.* **30**, 10.
 SCHRAMM, J. (1940). *Z. Metallk.* **32**, 399.
 WEISZ, O., COCHRAN, W. & COLE, W. F. (1948). *Acta Cryst.* **1**, 83.
 WELLS, M. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 722.

Short Communications

Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 1000 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible. Publication will be quicker if the contributions are without illustrations.

Acta Cryst. (1962). **15**, 612

Zur Bestimmung der Betragsquadrate von Strukturfaktoren aus Texturaufnahmen. Von HANS-JOACHIM BUNGE, *Institut für Strukturforschung der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin, Deutschland*

(Eingegangen am 18. Juli 1961, wiedereingereicht am 8. November 1961)

Die zur Strukturbestimmung benötigten Betragsquadrate der Strukturfaktoren werden im allgemeinen aus Messungen an Einkristallen gewonnen. In manchen Fällen stehen jedoch keine Einkristalle zur Verfügung. Man muss dann polykristallines Material verwenden. Da hierbei die Kristallite gewisse Vorzugsorientierungen besitzen können, hängt die in einer bestimmten Richtung reflektierte Intensität ausser von der Kristallstruktur auch von der als Textur bezeichneten Orientierungsverteilung der Kristallite ab. Darüber hinaus treten 'Koinzidenzen' symmetrisch ungleichwertiger Reflexe auf, so dass die entsprechenden Strukturfaktoren nicht einzeln erhalten werden können. Die dadurch bedingten Schwierigkeiten können jedoch durch quantitative Berücksichtigung der Orientierungsverteilung der Kristallite überwunden werden. Je nach der Art der speziellen Textur treten verschiedene Probleme in den Vordergrund. Die verhältnismässig scharfen Texturen liefern Reflexe, die denen der Einkristalle ähnlich sind, nur sind sie durch die Textur verbreitert. Um an solchen 'Kristallen' Strukturfaktoren bestimmen zu können, ist es günstig, den Zusammenhang zwischen den texturbedingten Verbreiterungsfunktionen der einzelnen Reflexe quantitativ zu beherrschen. Bei den verhältnismässig schwachen Texturen dagegen sind die Reflexe so stark verbreitert, dass sie vielfach ineinander übergehen. Hier

wird also das genannte Problem der Koinzidenzen wichtig. Wir wollen im folgenden eine Methode zur rechnerischen Behandlung dieser Probleme andeuten.

Eine ausführlichere Darstellung ist an anderer Stelle gegeben worden (Bunge, 1961b).

Wie früher gezeigt wurde, lässt sich die Orientierungsverteilung durch eine Verteilungsfunktion $C(\mathfrak{h}, \mathfrak{t})$ beschreiben, die angibt, für welchen Bruchteil des Gesamtvolumens der Probe die Kristallrichtung \mathfrak{h} mit der Richtung \mathfrak{t} der Probe zusammenfällt. Die Richtung \mathfrak{h} ist also bezüglich der kristallographischen Achsen festgelegt, die Richtung \mathfrak{t} dagegen bezieht sich auf ein mit der Probe fest verbundenes Koordinatensystem. Es ist klar, dass diese Verteilungsfunktion bezüglich der Kristallrichtung \mathfrak{h} der Symmetrie der betreffenden Kristallite genügen muss. Die Texturverteilung kann aber auch bezüglich der Probe und damit also der Variablen \mathfrak{t} eine bestimmte Symmetrie besitzen. Diese kann beispielsweise bei Fasertexturen die Rotationssymmetrie sein. Eine Funktion einer Richtung im Raum, die der Symmetrie einer bestimmten Punktsymmetriegruppe genügt, kann in eine Reihe nach Kugelflächenfunktionen entwickelt werden, die selbst die betreffende Symmetrie besitzen (Meyer, 1954; Laporte, 1948). Eine Funktion von zwei solchen Variablen \mathfrak{h} und \mathfrak{t} kann in eine zweifache Reihe solcher Kugelfunktionen entwickelt werden. Im Falle einer

Texturverteilung treten, wie sich zeigen lässt (Bunge, 1961a), nur Produkte von Kugelfunktionen mit gleichem unteren Index auf. Die Texturverteilungsfunktion kann also geschrieben werden

$$C(\eta, \eta) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=1}^M \sum_{r=1}^R C_l^{mr} k_l^m(\eta) k_l^r(\eta). \quad (1)$$

Die $k_l^m(\eta)$ und $k_l^r(\eta)$ sind Kugelflächenfunktionen der beiden Symmetrien.

Die symmetriemässig gleichwertigen Reflexe $\{h_1 h_2 h_3\}$ eines Kristalls liegen auf einer Kugel um den Ursprung des reziproken Raumes. Handelt es sich um ein polykristallines Material, ist die Belegungsichte auf dieser Kugel durch eine kontinuierliche Verteilungsfunktion gegeben. Sie lässt sich zerlegen in einen von der Kristallstruktur abhängigen Faktor $A(h_1 h_2 h_3)$ (proportional der Intensität I des Einkristalls) und eine von der Textur abhängige Funktion, die man aus der Funktion Gl. (1) erhält, wenn man darin die kontinuierlich variable Kristallrichtung η speziell als $\eta = \{h_1 h_2 h_3\}$ wählt. Die von den $\{h_1 h_2 h_3\}$ -Reflexen herrührende Intensitätsverteilung im reziproken Raum einer polykristallinen Probe \bar{I} , kann somit, im Gegensatz zur Intensität I des Einkristalls, geschrieben werden

$$\bar{I}_{\{h_1 h_2 h_3\}}(\eta) = A(h_1 h_2 h_3) C(h_1 h_2 h_3, \eta). \quad (2)$$

Einsetzen von Gl. (1) in (2) ergibt

$$\bar{I}_{\{h_1 h_2 h_3\}}(\eta) = A(h_1 h_2 h_3) \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{r=1}^R F_l^r(h_1 h_2 h_3) k_l^r(\eta) \quad (3)$$

mit

$$F_l^r = \sum_{m=1}^M C_l^{mr} k_l^m(h_1 h_2 h_3). \quad (4)$$

Die F_l^r können aus der gemessenen Funktion \bar{I} berechnet werden. Kennt man sie für eine hinreichende Anzahl verschiedener $\{h_1 h_2 h_3\}$ -Tripel, so kann man durch Auflösung der Gl. (4) die Koeffizienten C_l^{mr} berechnen. Damit ergeben sich dann ebenfalls nach Gl. (4) die F_l^r für andere Werte $\{h_1 h_2 h_3\}$, und nach Gl. (3) hat man damit die texturabhängige Verbreiterung für andere Reflexe. Durch den Reihenansatz Gl. (3) und die Beziehung zwischen den Koeffizienten Gl. (4) ist also der Zusammenhang zwischen der texturabhängigen Verbreiterung verschiedener Reflexe gegeben.

Acta Cryst. (1962). **15**, 613

The crystal structure of calcium thymidylate. A correction. By K. N. TRUEBLOOD, *University of California, Los Angeles 24, California. U.S.A.* and P. HORN and V. LUZZATI, *Centre de Recherches sur les Macromolécules, Strasbourg, France*

(Received 15 January 1962)

In the paper of the above title (Trueblood, Horn & Luzzati, 1961) a line has been omitted on p. 976, twelve lines up from the bottom of column 1. It should read:

'... a torsion angle, φ_{CN} , as the angle formed by the trace of the plane of the base with the projection of the $Cl'-O1'$ bond of the furanose ring when viewed along

Die obigen Beziehungen sind nicht mehr anwendbar, wenn symmetriemässig ungleichwertige Reflexe koinzidieren. In diesem Fall gilt

$$I_{\theta}(\eta) = \sum_i I_{\{h_1 h_2 h_3\}_i}(\eta) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{r=1}^R F_l^r(\theta) k_l^r(\eta) \quad (5)$$

mit

$$F_l^r = \sum_i A(h_1 h_2 h_3)_i F_l^r(h_1 h_2 h_3)_i. \quad (6)$$

Die $F_l^r(h_1 h_2 h_3)_i$ müssen für eine hinreichende Zahl von Wertepaaren l, r mit Hilfe von koinzidenzfreien Reflexen gemäss Gl. (4) berechnet werden.

Da man nur F_l^r -Werte für kleine l benötigt, braucht man zur Auftrennung von Koinzidenzen die Textur nicht vollständig zu kennen; es genügt, wenn man eine gewisse Anzahl ihrer Koeffizienten ermittelt. Bei völlig regelloser Kristallverteilung sind für $l > 0$ alle $C_l^{mr} = 0$. Das gleiche gilt nach Gl. (4) auch für die F_l^r . Dadurch sind für regellose Verteilung die Gl. (6) nicht auflösbar, die Koinzidenzen können also auf diese Weise nicht getrennt werden.

Durch Rotation um eine Achse während der Messung geht jede Textur in eine rotationssymmetrische Textur über. Da dann alle zu messenden und zu berechnenden Funktionen von einer Drehung um diese Achse herum unabhängig sind, reduziert sich dadurch sowohl der Mess- als auch der Rechenaufwand und beides kommt in eine auch sonst in der Kristallstrukturbestimmung übliche Grössenordnung. Allerdings wird durch eine solche Drehung die Intensität der Reflexe gegenüber dem Untergrund herabgedrückt, was eine Reduzierung der möglichen Information bedingt.

Wir sehen in der hier geschilderten Methode eine Möglichkeit, Strukturbestimmungen auch an »schlechten Kristallen« oder texturierten Pulverpräparaten durchzuführen.

Frau Prof. Dr. Boll-Dornberger bin ich für zahlreiche wertvolle Diskussionen sehr zu Dank verpflichtet.

Literatur

- BUNGE, H. J. (1961a). *Mber. dtsh. Akad. Wiss.* **3**, 97.
 BUNGE, H. J. (1961b). *Mber. dtsh. Akad. Wiss.* **3**, 285.
 LAPORTE, O. (1948). *Z. Naturforsch.* **3a**, 447.
 MEYER, B. (1954). *Canad. J. Math.* **6**, 135.

the $Cl'-N$ bond. This angle ...'. The italicized phrase was omitted in the original.

Reference

- TRUEBLOOD, K. N., HORN, P. & LUZZATI, V. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 965.