

Table 3. *Interatomic distances in Pu₃Co.*
The standard deviation of Pu-Pu distances is 0.02 Å
and for Pu-Co distances 0.06 Å

Pu(1)-2 Pu(1)	3.48 Å	Pu(2)-2 Pu(1)	3.36 Å
Pu(1)-4 Pu(2)	3.36	Pu(2)-2 Pu(1)	3.40
Pu(1)-4 Pu(2)	3.40	Pu(2)-1 Pu(1)	3.65
Pu(1)-2 Pu(2)	3.65	Pu(2)-1 Pu(2)	3.08
Pu(1)-2 Co	2.80	Pu(2)-2 Pu(2)	3.28
Pu(1)-1 Co	3.29	Pu(2)-2 Pu(2)	3.48
		Pu(2)-1 Pu(2)	3.59
		Pu(2)-2 Co	2.69
		Pu(2)-1 Co	3.24
Co-2 Pu(1)	2.80		
Co-1 Pu(1)	3.29		
Co-4 Pu(2)	2.69		
Co-2 Pu(2)	3.24		
Co-2 Co	3.475		

and two four-sided faces. Pu₂ has three Co and eleven Pu neighbors that form a convex polyhedron with 16 three-sided faces and 4 four-sided faces. The Co atom has nine Pu neighbors, six of which form a trigonal prism and three of which are displaced outward from the four-sided faces of this prism. This is a common coordination for a relatively small atom surrounded by large atoms. In

Acta Cryst. (1963). **16**, 836

Einige Strukturdaten zum Spinell 7ZnO.Sb₂O₅. Von H. SAALFELD, *Lehrstuhl für Strukturforschung, Universität des Saarlandes, Deutschland*

(Eingegangen am 29. Januar 1963)

Beim Erhitzen von ZnO und Sb₂O₃ auf 1300 °C beobachtete Bayer (1961) die Bildung eines Spinells der Zusammensetzung 7ZnO.Sb₂O₅ mit der Gitterkonstanten $a = 8,585 \text{ \AA}$. Für diesen Spinell schlug er die inverse Kationenverteilung Zn(Sb_{0,67}Zn_{2,33})O₄ vor, ohne sie jedoch unter Beweis zu stellen. Kürzlich haben Linares & Mills (1962) Darstellungsmethoden zur Züchtung grosser ZnSb-Spinelle veröffentlicht. Aus Pulveraufnahmen ermittelten sie die Gitterkonstante $a = 8,594 \pm 0,003 \text{ \AA}$.

Die Beschäftigung mit Zn-Spinellen veranlasste den Verfasser, die Kationenverteilung des ZnSb-Spinells experimentell zu überprüfen. Durch 15-stündiges Erhitzen von ZnO und Sb₂O₃ bei 1350 °C wurden genügend grosse Einkristalle erhalten. Guinier-Rückstrahlufnahmen einer Pulverprobe ergaben eine Gitterkonstante von $a = 8,594 \pm 0,001 \text{ \AA}$ in sehr guter Übereinstimmung mit den bisher ermittelten Werten.

Es wurden mit streng monochromatischer Mo-Strahlung Weissenbergaufnahmen der Zone [110] hergestellt und die Reflexe einzeln fotometriert und korrigiert (PL-Faktor, Absorption). Die erste Fouriersynthese lieferte neben der Kationenverteilung den Sauerstoffparameter. Mit weiteren Verfeinerungsrechnungen wurde ein R-Faktor von 0,10 erreicht. Hierbei ist ein isotroper Temperaturfaktor von 0,3 berücksichtigt worden. Es zeigte sich ferner, dass die starken Reflexe durch Primärestinktion geschwächt waren. Ein Vergleich mit Pulverauf-

nahmen ergab eine Schwächung der betroffenen F_o -Werte um etwa 15–20%.

Die Integration der Elektronendichten bestätigte die von Bayer vorgeschlagene Kationenverteilung. Die Tetraederlücken sind ausnahmslos durch Zn besetzt, während sich die restlichen Zn- sowie die Sb-Atome statistisch auf die Oktaederlücken verteilen.

We wish to thank V. Struebing for preparing and heat treating the alloy.

References

- ARONSSON, R. BÄCKMAN M. & RUNDQVIST, S. (1960). *Acta Chem. Scand.* **14**, 1001.
 ELLIOT, R. O. & LARSON, A. C. (1957). Unpublished work.
 FORSYTH, J. B. & WELLS, M. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 412.
 FRANK, F. C. & KASPER, J. S. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 184.
 IBERS, J. A. (1960). Private Communication.
 PERLITZ, H. & WESTGREN, A. (1943). *Ark. Kemi Min. Geol.* **16B**, No. 13.
 ROOF, R. B., Jr. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 934.

nahmen ergab eine Schwächung der betroffenen F_o -Werte um etwa 15–20%.

Die Integration der Elektronendichten bestätigte die von Bayer vorgeschlagene Kationenverteilung. Die Tetraederlücken sind ausnahmslos durch Zn besetzt, während sich die restlichen Zn- sowie die Sb-Atome statistisch auf die Oktaederlücken verteilen.

Abstandsverhältnisse:

Sauerstoffparameter $x_0 = 0,239 \pm 0,001$	(Nullpunkt des Gitters im Zentrum)
	$0,386 \pm 0,001$ (Nullpunkt in $\frac{4}{3}m$)
Zn-O :	2,02 Å (4-Koordination)
Zn-O }:	2,06 Å (6-Koordination)
Sb-O }	

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft bin ich für die Bereitstellung von Röntgeneräten sehr zu Dank verpflichtet.

Literatur

- BAYER, G. (1961). *Naturwissenschaften*, **48**, 46.
 LINARES, R. C. & MILLS, A. D. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 1048.