

Acta Cryst. (1967). **22**, 441

The crystal structure of γ -Cd(OH)₂. Corrigenda. By P. M. DE WOLFF, *Laboratorium voor Technische Natuurkunde, Technische Hogeschool, Delft, The Netherlands*

(Received 6 October 1966)

Corrections to *Acta Cryst.* **21**, 432 (1966).

The coordinates of two atoms in Table 2 of a recent paper (de Wolff, 1966) suffer from typographical and transcription errors. The correct values are:

2OH(2): 0.714; 0; 0.083.

4OH(3): 0.879; ± 0.269 ; 0.506.

Moreover, the indices 010 in line 2 of Table 1 should

read 110, and the bracket in $1 + [0.8 \text{ sec.} \dots]$, 3 lines above Table 2, should be moved so that the expression reads $1 + 0.8[\text{sec.} \dots]$

Reference

WOLFF, P. M. DE (1966). *Acta Cryst.* **21**, 432.

Acta Cryst. (1967). **22**, 441

The crystal structure of tetraethylamineplatinum(II) dibromotetraethylamineplatinum(IV) tetrabromide.

A correction. By B. M. CRAVEN and D. HALL*, *Crystallographic Laboratory, University of Pittsburgh, Pennsylvania, U.S.A.*

(Received 17 October 1966)

A correction to *Acta Cryst.* **21**, 177 (1966).

In a recent Short Communication (Craven & Hall, 1966) there is an error in line 8, column 2 of page 179. The phrase following the comma should read: 'and mean $\sigma(x) [= \sigma(y) \neq \sigma(z)]$ for the light atoms, 0.06 Å'.

* Present address: Department of Chemistry, Edmonton, Alberta, Canada.

The authors also acknowledge valuable discussions held with Professor D. P. Shoemaker, particularly in connection with choice of space group.

Reference

CRAVEN, B. M. & HALL, D. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 177.

Acta Cryst. (1967). **22**, 441

Données cristallographiques sur la préalbumine du plasma sanguin. Par C. RÉRAT, *Laboratoire de Cristallographie, C.N.R.S., 92-Bellevue, France* et H. G. SCHWICK, *Behringwerke A.G., Marburg/Lahn, Allemagne.*

(Reçu le 2 novembre 1966)

Crystals of human plasma prealbumin have the shape of flattened prisms, with rhombic base, belonging to space group $P2_12_12_1$ (no. 19). The cell has the following dimensions: $a = 65.3 \pm 0.5$, $b = 85.3 \pm 0.5$, $c = 43.2 \pm 0.3$ Å. Assuming that it contains four molecular units, the molecular weight is about 18000 g. On precession diagrams diffraction spots can be observed up to 2.3 Å.

Dans le plasma sanguin humain, la thyroxine est transportée par l'intermédiaire de plusieurs protéines parmi lesquelles les deux plus importantes sont une α -globuline et une préalbumine. Ces deux protéines se distinguent l'une de l'autre par leurs mobilités électrophorétiques différentes.

La séparation et la purification de la préalbumine ont été réalisées pour la première fois par Schöenberger, Schultze & Schwick (1956). Ces travaux ont été récemment repris et perfectionnés par Oppenheimer, Smith, Squief & Surks (1965), puis par Holloway, Ingbar, Purdy & Woerber (1965), qui sont parvenus à obtenir des cristaux de préalbumine bien formés et relativement volumineux.

Etant donné le rôle important joué par cette protéine dans le plasma sanguin, il a paru intéressant d'entreprendre son étude par diffraction des rayons X.

La préparation des cristaux de préalbumine a été effectuée sous la direction de H. G. Schwick dans les laboratoires de la Behringwerke A.G. Ces cristaux ont le plus souvent la forme de prismes droits à base losange. Examinés en lumière polarisée, ils présentent deux directions d'extinction, parallèles aux diagonales du losange.

Le laboratoire de Cristallographie de Bellevue s'est chargé de leur analyse par diffraction des rayons X. Cette étude a été effectuée au moyen d'une chambre à précession

fonctionnant sous un angle de 20° , avec le rayonnement $K\alpha$ du cuivre ($\lambda K\alpha_1 = 1,5405 \text{ \AA}$). Les taches de diffraction peuvent être observées jusqu'à une distance réticulaire de $2,3 \text{ \AA}$.

La maille cristalline appartient au système orthorhombique et a pour dimensions:

$$a = 65,3 \pm 0,5; b = 85,3 \pm 0,5; c = 43,2 \pm 0,3 \text{ \AA}; \\ V = 241000 \pm 5000 \text{ \AA}^3,$$

les axes b et c étant orientés respectivement suivant la grande et la petite diagonale des faces en losange du cristal. On en déduit que les faces latérales du prisme, qui font entre elles un angle de 53° environ, sont parallèles aux plans (011).

Le groupe spatial est $P2_12_12_1$; la maille cristalline contient donc quatre groupements d'atomes identiques reliés géométriquement entre eux par des axes binaires hélicoïdaux.

Dans le cristal, on sait qu'une fraction, inconnue *a priori*, du volume total est occupée par la solution-mère (sulfate d'ammonium à 55% de la saturation). La plupart des déterminations de structures cristallines effectuées jusqu'à présent, sur diverses protéines, ont montré que la quantité de protéine contenue par angström cube dans le cristal en équilibre avec sa solution-mère varie entre des limites relativement rapprochées. Ces limites sont telles que

la masse moléculaire M peut être calculée au moyen de la formule suivante: $M = C.V/Z$, où Z étant le nombre de molécules par maille le coefficient C est compris entre 0,3 et $0,5 \text{ g. \AA}^{-3}$.

La préalbumine aurait donc une masse moléculaire comprise entre 18000 et 30000 g.

Or la mesure de la masse moléculaire de cette protéine, par sédimentation, a donné une valeur de $73000 \pm 2000 \text{ g}$ (Oppenheimer *et al.*, 1965). Il faut supposer par conséquent qu'elle doit se trouver en solution sous forme d'un tétramère composé de molécules de masse $18250 \pm 500 \text{ g}$.

Nous remercions le Dr P. Burtin, de l'Institut des Recherches Scientifiques sur le Cancer (Villejuif), pour les conseils et avis dont il a fait bénéficier ce travail.

References

- HOLLOWAY, M. T., INGBAR, S. H., PURDY, R. H. & WOEBER, K. A. (1965). *Biochemistry*, **4**, 1888.
 OPPENHEIMER, J. H., SMITH, J. C., SQUEF, R. & SURKS, M. I. (1965). *J. Biol. Chem.* **240**, 173.
 SCHÖNENBERGER, M., SCHULTZE, H. E. & SCHWICK, H. G. (1956). *Biochem. Z.* **328**, 267.

Acta Cryst. (1967). **22**, 442

The use of an off-centred crystal in double oscillation photographs. By R. J. DAVIS, *Mineralogy Department, British Museum (Natural History), Cromwell Road, London S.W.7, England*

(Received 13 October 1966)

Off-centring the crystal by *ca* $\frac{1}{2}$ mm along the X-ray beam in double-oscillation setting photographs offers certain advantages which are described.

I have found it convenient, in setting crystals to axes using double oscillation photographs, deliberately to set the crystal about $\frac{1}{2}$ –1 mm off centre along the line of the X-ray beam. This is easy using arcs set parallel and perpendicular to the beam, by adjusting one slide on the goniometer head. By making equal displacements on two slides the method is readily adapted to the 45° setting of the arcs. In double oscillation photographs, for one portion of the exposure the crystal is nearer the collimator and the reflexions are displaced outwards from the centre of the film, relative to their usual position; they are displaced inwards during the other portion. Near the equator the displacements are parallel to it and greatest near $\theta = 45^\circ$. One measures vertical displacements as usual, measuring the outer spots relative to the inner, rather than the stronger relative to the weaker as normally. The position of the crystal when it gave rise to the outer spots can be decided without reference to exposure time, *e.g.* by inspection through the camera microscope after turning the goniometer through 90° (beware inverted images).

1. This method was first used for setting orthopyroxenes to their a axes, which are much longer than b or c , giving

prominent row lines and poorly marked layer lines. The symmetry plane in the row lines was more readily picked out when the two images of the row line were displayed side by side rather than superposed.

2. The method has proved useful for setting oriented aggregates, where the accuracy of the usual method is limited by reflexion size and the difficulty of measuring accurately the relative displacement of a partly overlapping pair. It might be useful in any case where unusual accuracy of setting is required [beware Renninger effects; *cf.* Jeffery & Whitaker (1965)].

3. I have come to prefer the method for most purposes. I find it necessary to use an exposure ratio as high as 3:1 for the usual method to distinguish the two portions of the exposure reliably. Using an offset crystal both portions can be exposed for the shorter time thus halving the overall exposure.

Reference

- JEFFERY, J. W. & WHITAKER, A. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 966.