

Table 1. Final atomic parameters ($\times 10^4$) and thermal parameters ($\times 10^2$) with their estimated standard deviations

The thermal parameters are of the form $\exp [(-\frac{1}{4} \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 B_{ij} h_i h_j a_i^* a_j^*)]$

Cell parameters: $a = 13.83$, $b = 4.88$, $c = 10.20$ Å, $\beta = 110^\circ 26'$
 Spacegroup: $P2_1/n$
 Number of molecules per cell: 2

	x/a	y/b	z/c	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
Ni	0	0	0	305 (9)	292 (11)	289 (10)	002 (4)	104 (7)	-003 (4)
O(2)	-0932 (4)	2698 (10)	0002 (5)	308 (19)	264 (21)	231 (19)	006 (16)	076 (15)	-018 (16)
C(3)	-0926 (6)	4386 (16)	1024 (8)	347 (20)	159 (21)	325 (29)	-029 (23)	149 (24)	-059 (25)
C(4)	-1762 (6)	6165 (17)	0815 (8)	276 (26)	330 (34)	323 (30)	-014 (24)	134 (24)	-007 (20)
C(5)	-1785 (7)	7969 (16)	1839 (10)	441 (35)	228 (31)	422 (35)	086 (26)	248 (30)	054 (26)
C(6)	-0980 (6)	8112 (14)	3106 (8)	393 (29)	226 (26)	391 (30)	-035 (20)	241 (26)	-075 (23)
C(7)	-0148 (6)	6394 (17)	3335 (8)	407 (32)	316 (31)	251 (27)	-072 (25)	173 (26)	-071 (26)
C(8)	-0105 (6)	4512 (19)	2332 (11)	259 (26)	330 (28)	419 (37)	-032 (24)	196 (26)	016 (29)
C(9)	0791 (6)	2870 (16)	2615 (7)	332 (28)	293 (31)	267 (26)	044 (23)	115 (22)	-014 (23)
N(10)	0909 (4)	0887 (14)	1770 (5)	240 (20)	288 (25)	204 (19)	-025 (19)	086 (16)	-019 (20)
O(11)	1818 (5)	-0485 (15)	2345 (7)	319 (24)	323 (23)	323 (26)	037 (19)	029 (20)	-076 (20)

Table 2. Interatomic distances (Å)

	MGL	LB	SLJ
Ni-O(2)	1.83		1.843 (5)
O(2)-C(3)	1.40	1.313	1.326 (11)
C(3)-C(4)	1.39	1.416	1.401 (11)
C(4)-C(5)	1.41	1.387	1.375 (13)
C(5)-C(6)	1.37	1.382	1.382 (10)
C(6)-C(7)	1.40	1.367	1.376 (11)
C(7)-C(8)	1.42	1.423	1.391 (13)
C(8)-C(3)	1.36	1.415	1.420 (11)
C(8)-C(9)	1.41	1.431	1.418 (11)
C(9)-N(10)	1.40	1.294	1.351 (10)
N(10)-Ni	1.86		1.855 (5)
N(10)-O(11)	1.34		1.363 (9)

MGL Values of Merritt, Guare & Lessor (1956)

SLJ Values from present refinement

LB Mean values from 3-D determinations of salicylaldiminate structures (Lingafelter & Braun, 1966)

than one standard deviation). However, the oxime nitrogen

and oxygen atoms lie 0.06 and 0.08 Å, respectively, out of this plane, and the nickel atom is 0.12 Å out of the plane.

This investigation was supported in part by the National Science Foundation.

References

- BERGHUIS, J., HAANAPPEL, IJ. M., POTTERS, M., LOOPSTRA, B. O., MACGILLAVRY, C. H. & VEENENDAAL, A. L. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 478.
- BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1959). Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, 59-4-37.
- HUGHES, E. W. (1941). *J. Amer. Chem. Soc.* **63**, 1737.
- LINGAFELTER, E. C. & BRAUN, R. L. (1966). *J. Amer. Chem. Soc.* **88**, 2951.
- MCWEENY, R. (1951). *Acta Cryst.* **4**, 513.
- MERRITT, L. L., GUARE, C. & LESSOR, A. E. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 253.
- VIERVOLL, H. & ØGRIM, O. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 277.

Acta Cryst. (1967). **22**, 923

Gitterkonstanten und Raumgruppe einiger Lanthaniden(III)-oxalat-Dekahydrate. Von F. WEIGEL und W. OLLENDORFF, *Radiochemische Abteilung des Instituts für Anorganische Chemie der Universität München, D-8 München 2, Meiserstrasse 1, Deutschland*

(Eingegangen am 26. Oktober 1966 und wiedereingereicht am 7. Dezember 1966)

Unit-cell dimensions, lattice constants and space group $P2_1/c$ have been determined on the basis of Buerger, Weissenberg & Guinier photographs. The complete reduction of the unit cells according to Delaunay leads to a new setting.

Einleitung

In einer Reihe von Untersuchungen seit 1952 wurden die Elementarzellen einer Anzahl von Lanthaniden- und Actiniden(III)-oxalat-Dekahydraten des Typs $M_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$ bestimmt, [wobei $M = La$ von Gilpin & McCrone (1952) und Jenkins, Moore & Waterman (1965), Nd von Jenkins, Moore & Waterman (1965) und Weigel, Ollendorff, Scherer & Hagenbruch (1966), Sm von Weigel, Ollendorff, Scherer & Hagenbruch (1966), Gd von Jenkins, Moore & Waterman (1965) und Pu von Chackraburty (1963) und Jenkins, Moore & Waterman (1966) bearbeitet wurde.

Ausgedehntere Untersuchungen an dieser Verbindungsreihe unter Heranziehung von Buerger-, Weissenberg- und Guinieraufnahmen erbrachten, dass die drei Verbindungen $Nd_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$, $Pm_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$ und $Sm_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$ durch zwei verschiedene, aber gleichwertige primitive monokline Elementarzellen beschrieben werden können.

Morphologie

Die Lanthaniden(III)-oxalat-Dekahydrate bilden stäbchenförmige monokline Kristalle nach den Pinakoiden $\{100\}$, $\{010\}$, abgeschnitten durch das überwiegende Prisma $\{111\}$. Untergeordnet tritt auch noch das Prisma $\{011\}$ auf. Alle

Tabelle 1. Gitterkonstanten von Verbindungen der Reihe $M_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$ mit $M = Nd, Pm, Sm$ Angabe des Winkels β in der zweiten Zeile gibt die verschiedenen Aufstellungen an:

92,8° = zentrierte Aufstellung
 119° = alte primitive Aufstellung
 114,4° = neue reduzierte primitive Aufstellung

	$Nd_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$			$Pm_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$		$Sm_2(C_2O_4)_3 \cdot 10H_2O$		
	92,8°	119°	114,4°	119°	114,4°	92,8°	119°	114,4°
a [Å]	$20,36 \pm 0,02$	$11,64 \pm 0,01$	$11,19 \pm 0,01$	$11,59 \pm 0,02$	$11,14 \pm 0,02$	$20,22 \pm 0,02$	$11,56 \pm 0,01$	$11,12 \pm 0,01$
b [Å]	$9,62 \pm 0,01$	$9,63 \pm 0,01$	$9,63 \pm 0,01$	$9,64 \pm 0,02$	$9,64 \pm 0,02$	$9,62 \pm 0,01$	$9,63 \pm 0,01$	$9,63 \pm 0,01$
c [Å]	$10,24 \pm 0,01$	$10,24 \pm 0,01$	$10,24 \pm 0,01$	$10,20 \pm 0,02$	$10,19 \pm 0,02$	$10,15 \pm 0,01$	$10,17 \pm 0,01$	$10,17 \pm 0,01$
β [°]	$92,8 \pm 0,2$	$118,9 \pm 0,2$	$114,4 \pm 0,2$	$118,9 \pm 0,2$	$114,4 \pm 0,2$	$92,8 \pm 0,2$	$118,9 \pm 0,2$	$114,4 \pm 0,2$
V [Å ³]	2003,2	1004,9	1004,5	997,7	996,5	1972,0	991,2	991,8
d [g.cm ⁻³]	2,43	2,42	2,42	2,46	2,46	2,51	2,50	2,49
berechnet d [g.cm ⁻³]	$2,42 \pm 0,02$	$2,42 \pm 0,02$	$2,42 \pm 0,02$	—	—	$2,51 \pm 0,02$	$2,51 \pm 0,02$	$2,51 \pm 0,02$
gemessen Z	4	2	2	2	2	4	2	2

Indizes beziehen sich auf die völlig reduzierte Zelle mit $\beta = 114,4^\circ$. Die Y -Achse liegt parallel zur zweizähligen Drehachse und senkrecht zur Spiegelebene.

Röntgenbeugung

Auf Grund der einfacheren Justierung der Einkristalle bei Verwendung der Z -Achse als Rotationsachse ergab sich röntgenographisch primär eine B -flächenzentrierte eben-

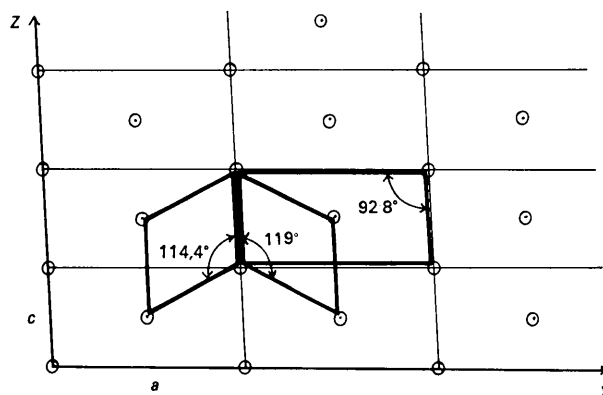


Fig. 1. Geometrische Zusammenhänge zwischen den Elementarzellen, die das Gitter der Lanthaniden(III)-oxalat-Dekahydrate beschreiben.

falls monokline Zelle mit einem Winkel von $\beta = 92,8 \pm 0,2^\circ$, die durch einfache Reduktion die bisher in der Literatur angenommene Zelle mit $\beta = 119^\circ$ und durch völlige Reduktion nach Delaunay eine neue primitive monokline Zelle mit $\beta = 114,4^\circ$ ergab (vergl. Fig. 1).

Die röntgenographisch ermittelten Daten sind in Tabelle 1 wiedergegeben. Die Gitterkonstanten der Promethiumverbindung erhielten wir durch Interpolation zwischen den Einkristall- bzw. Guinierdaten der Neodym- und Samariumverbindung. Diese interpolierten Gitterparameter konnten durch die Indizierung der in unserem Labor gemachten Pulveraufnahme des Promethiumsalzes bestätigt werden.

Aus den systematischen Auslöschungen auf den Buerger- bzw. Weissenbergaufnahmen ergibt sich nach der Reduktion auf die beiden primitiven Zellen keine integrale Bedingung, für alle $(h0l)$ $l = 2n$ und für alle $(0k0)$ $k = 2n$. Somit ist für das Neodym(III)-, Promethium(III)- und Samarium(III)-oxalat-Dekahydrat die Raumgruppe mit $P2_1/c$ (Nr. 14) eindeutig bestimmt.

Eine Strukturbestimmung dieser Verbindungen ist nicht geplant.

Literatur

- CHACKRABURTTY, D. M. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 834.
 GILPIN, W. & McCRONE, W. G. (1952). *Anal. Chem.* **24**, 225.
 JENKINS, I. L., MOORE, F. H. & WATERMAN, M. J. (1965).
J. Inorg. Nucl. Chem. **27**, 77.
 WEIGEL, F., OLLENDORFF, W., SCHERER, V. & HAGENBRUCH, R. (1966). *Z. anorg. allg. Chem.* **345**, 119.

Acta Cryst. (1967). **22**, 924

The refinement of the structures of the intermetallic phases $ReAl_6$ and $TcAl_6$. By C. WILKINSON, *Crystallographic Laboratory, Cavendish Laboratory, Cambridge, England*

(Received 2 November 1966)

The structures of the intermetallic phases $ReAl_6$ and $TcAl_6$ have been refined using as starting point the coordinates given by Nicol (1953) for the atoms in the isomorphous structure $MnAl_6$. No evidence has been found in the present refinements of a non-centrosymmetric arrangement of aluminum atoms which Forsyth, Black & Edwards [*Acta Cryst.* **14**, 993 (1961)] and Walford [*Acta Cryst.* **18**, 287 (1965)] have suggested might occur in the isostructural group to which these phases belong.

Introduction

In an investigation of the rhenium-aluminum and technetium-aluminum phase diagrams d'Alte da Veiga (1962)

reported the existence of the phases $ReAl_6$ and $TcAl_6$. These phases appeared to be isomorphous with $MnAl_6$ (Nicol, 1953) and with α - $CuFeAl_6$ (Forsyth, Black & Edwards, 1961). The present note describes the refinement of