

## Röntgenographische Untersuchungen in den Systemen: Zirkonium-Zinn und Zirkonium-Blei.

Von

H. Nowotny und H. Schachner.

Aus dem Institut für Physikalische Chemie der Technischen Hochschule Wien.

(Eingelangt am 30. Dez. 1952. Vorgelegt in der Sitzung am 15. Jan. 1953.)

Die Systeme Zr—Sn und Zr—Pb werden bis zu einem Gehalt von 75 bzw. 80 At-% Zr röntgenographisch untersucht.

Im System Zr—Sn sind die intermediären Kristallarten  $\text{ZrSn}_2$  und  $\text{ZrSn}_{0,55 \pm 0,05}$  festzustellen.  $\text{ZrSn}_2$  kristallisiert im C 54-Typ mit den Gitterkonstanten:  $a = 9,55_4 k X \cdot E$ ;  $b = 5,63_3 k X \cdot E$  und  $c = 9,90_7 k X \cdot E$ . Die Struktur von  $\text{ZrSn}_{0,55 \pm 0,05}$  ist noch nicht aufgeklärt.

Im System Zr—Pb tritt neben den Komponenten als einzige Phase das im D 8<sub>8</sub>-Typ kristallisierende  $\text{Zr}_5\text{Pb}_3$  auf. Die Gitterkonstanten sind:  $a = 8,51_2 k X \cdot E$ ;  $c = 5,85_2 k X \cdot E$  und  $c/a = 0,68_7$ .

In neuerer Zeit gewinnen Legierungen von Titan und Zirkonium für technische Zwecke immer mehr Interesse und zahlreiche Arbeiten sind der Frage nach dem Aufbau von Ti- bzw. Zr-Systemen gewidmet. So liegen auch über Legierungen des Titans mit B-Partnern der 4. Gruppe des Periodensystems (Si, Ge, Sn, Pb) Untersuchungen vor. Der Aufbau des Paares: Titan—Silizium wurde kürzlich von *M. Hansen* und Mitarbeitern ermittelt<sup>1</sup>. Neben  $\text{TiSi}_2$  fanden diese Autoren noch die beiden intermediären Kristallarten  $\text{TiSi}$  und  $\text{Ti}_5\text{Si}_3$ .  $\text{TiSi}_2$  war bereits vorher von *F. Laves* und *H. J. Wallbaum*<sup>2</sup> strukturell aufgeklärt worden. Das Disilizid gehört zur Strukturfamilie der Disilizide von Übergangsmetallen der 4. bis 6. Gruppe des Periodensystems, die als gemeinsames Bauelement hexagonale, dichte  $\text{MSi}_2$ -Schichten besitzen. Von *P. Pietro-*

<sup>1</sup> *M. Hansen, H. D. Kessler und D. J. McPherson, Trans. Amer. Soc. Metals 44, 518 (1951).*

<sup>2</sup> *F. Laves und H. J. Wallbaum, Z. Kristallogr., Abt. A 101, 78 (1939).*

*kowsky* und *P. Duwez*<sup>3</sup> konnte in jüngster Zeit gezeigt werden, daß die homologen Phasen:  $Ti_5Si_3$ ,  $Ti_5Ge_3$  und  $Ti_5Sn_3$  isotyp sind und in der hexagonalen  $D_{8h}$ -Struktur kristallisieren. Das System Titan-Blei wurde von *H. Nowotny* und *J. Pesl*<sup>4</sup> untersucht. Als einzige intermediäre Kristallart wurde  $Ti_4Pb$  gefunden. Diese Phase kristallisiert im  $DO_{19}$ -Typ, einer Überstruktur der hexagonal dichten Kugelpackung (A 3-Typ).

Die Legierungen des Zirkoniums mit den B-Partnern der 4. Gruppe Si, Ge, Sn und Pb sind ebenfalls zum Teil erforscht. Von *C. E. Lundin*, *D. J. McPherson* und *M. Hansen* wurde vor kurzem über das System Zr-Si<sup>5</sup> berichtet. Neben dem bereits strukturell untersuchten Disilizid  $ZrSi_2$ <sup>6</sup> werden noch die Verbindungen  $ZrSi$ ,  $Zr_6Si_5$ ,  $Zr_4Si_3$ ,  $Zr_3Si_2$ ,  $Zr_2Si$  und  $Zr_4Si$  angegeben. Eine ebenfalls ganz neue Arbeit von *D. J. McPherson* und *M. Hansen* über das System Zr-Sn<sup>7</sup> war uns bisher nicht zugänglich.

Im Rahmen von Untersuchungen an Ti- und Zr-Legierungen mit B-Partnern der 4. und 5. Gruppe sollen nachstehende röntgenographische Ergebnisse an Zr-Sn- und Zr-Pb-Phasen mitgeteilt werden.

#### Herstellung der Legierungen.

Die Herstellung der Proben erfolgte ähnlich wie bei den Arbeiten an den Systemen Ti—Pb<sup>4</sup>, Ti—Sb<sup>8</sup> und V—Sb<sup>9</sup>. Sehr reines Zirkonium (Degussa; 94,7% Zr, 0,53% Fe, 1,5% Si, 0,42% N, 0,25% C, Rest Sauerstoff) in mittelgrober Form wurde mit reinstem Blei (Mallinckrodt, USA, analysenrein) bzw. Zinn (Mallinckrodt, USA, analysenrein) als feine Granalien im entsprechenden Verhältnis vermischt und in Röhrcchen aus Pythagorasmasse (Durchmesser 6,5 mm) eingepreßt. Die Röhrcchen wurden dann am Acetylen-Sauerstoff-Gebläse vorsichtig zugeschmolzen. Die so vorbereiteten Ansätze konnten in einem *Tamman*-Ofen bis auf maximal 1600° C erhitzt werden. Die Pythagorasmasse der Röhrcchen wies ausgezeichnete Eigenschaften auf; es war dadurch möglich, sie bei diesen hohen Temperaturen aus dem Ofen herauszunehmen und kräftig zu schütteln. Auf diese Weise konnte eine innige Durchmischung der Schmelze erreicht werden. Wir ließen anschließend die Schmelze etwa 15 Min. auf Maximaltemperatur und schreckten dann die meisten der Proben in Wasser ab. Einige Proben wurden, ebenfalls nach Einschluß in Pythagorasröhrcchen, bis zu 40 Stdn. bei 900° C getempert.

<sup>3</sup> *P. Pietrokowky* und *P. Duwez*, *J. Metals* **3**, 772 (1951).

<sup>4</sup> *H. Nowotny* und *J. Pesl*, *Mh. Chem.* **82**, 344 (1951).

<sup>5</sup> *C. E. Lundin*, *D. J. McPherson* und *M. Hansen*, Preprint No 41, Amer. Soc. Metals, Los Angeles, Convention 1952.

<sup>6</sup> *H. Seyfarth*, *Z. Kristallogr.* **67**, 295 (1928). — *St. Naray-Szabo*, *Z. Kristallogr.*, Abt. A **97**, 223 (1937). — Vgl. ferner *G. Brauer* und *A. Mitius*, *Z. anorg. Chem.* **249**, 325 (1942).

<sup>7</sup> *D. J. McPherson* und *M. Hansen*, Preprint No 34, Amer. Soc. Metals, Philadelphia, Convention 1952.

<sup>8</sup> *H. Nowotny* und *J. Pesl*, *Mh. Chem.* **82**, 336 (1951).

<sup>9</sup> *H. Nowotny*, *R. Funk* und *J. Pesl*, *Mh. Chem.* **82**, 519 (1951).

## Das System Zr—Sn.

Dieses System wurde in dem Bereich von 0 bis 75 At-% Zr röntgenographisch untersucht. Bis 50 At-% Zr waren die Proben sehr schön geschmolzen, darüber jedoch nur mehr gesintert. In Tabelle 1 sind die dargestellten Legierungen mit ihren maximalen Herstellungstemperaturen angegeben.

Von den Proben wurden Pulveraufnahmen mit CuK-Strahlung hergestellt. Die damit erhaltene Phasenverteilung ist ebenfalls in Tabelle 1 angeführt.

Tabelle 1. Phasenverteilung im System Zr—Sn.

At % Zr	Maximale Herstellungstemperatur °C	Gefundene Phasen
20	1000	Sn + ZrSn <sub>2</sub>
33	1200	ZrSn <sub>2</sub> + etwas Sn
40	1200	ZrSn <sub>2</sub> + sehr wenig Sn
45	1400	ZrSn <sub>2</sub> + sehr wenig Sn + sehr wenig ZrSn <sub>0,55 ± 0,05</sub>
50	1400	ZrSn <sub>2</sub> + sehr wenig Sn + etwas ZrSn <sub>0,55 ± 0,05</sub>
60	1400	ZrSn <sub>0,55 ± 0,05</sub> + etwas ZrSn <sub>2</sub> + sehr wenig Zr
66	1500—1600	ZrSn <sub>0,55 ± 0,05</sub> + etwas Zr + wenig ZrSn <sub>2</sub>
75	1500—1600	ZrSn <sub>0,55 ± 0,05</sub> + Zr

Demnach bestehen in dem erwähnten Konzentrationsbereich zwei intermediäre Kristallarten. Das gleichzeitige Auftreten von drei Phasen deutet entweder auf peritektische Umsetzungen, die nicht vollständig abgelaufen sind, oder auf andere Nichtgleichgewichtszustände<sup>10</sup>.

Die Phase ZrSn<sub>2</sub> konnte strukturell weitgehend aufgeklärt werden. Die Formel dieser Verbindung und die Stellung des Zinns im Periodensystem ließen u. a. eine strukturelle Verwandtschaft mit den Disiliziden vermuten. Beim Vergleich einer Pulveraufnahme von ZrSn<sub>2</sub> mit den Aufnahmen von MoSi<sub>2</sub>, CrSi<sub>2</sub> und TiSi<sub>2</sub> fiel sofort die Ähnlichkeit mit der von TiSi<sub>2</sub> auf. Allerdings war es nicht möglich, die Probe mit 33 At-% Zr frei von elementarem Zinn zu erhalten. Bei Glühversuchen ließ sich ein teilweises Ausseigern von Zinn nicht vermeiden. Die Zinnlinien konnten jedoch in den *Debye*-Aufnahmen einwandfrei erkannt und ausgeschieden werden. Die Indizierung der Interferenzen der Phase ZrSn<sub>2</sub> gelingt in Anlehnung an den TiSi<sub>2</sub>-Typ einwandfrei orthorhombisch mit den Gitterkonstanten:  $a = 9,55_4$ ;  $b = 5,63_3$  und  $c = 9,90_7$   $k X \cdot E$ .

<sup>10</sup> Bei Sn bzw. Zr kann es sich auch um nicht völlig abreagiertes Metall handeln.

Tabelle 2. Röntgenographische Auswertung und Intensitätsberechnung der Phase  $ZrSn_2$  ( $CuK_\alpha$ -Strahlung).

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ gef.	Int. ber.	Int. geschätzt
(001)	6,035	—	—	—
(100)	6,489	—	—	—
(010)	18,67	—	—	—
(111)	31,20	—	6,5	—
(202)	50,10	49,8	8,1	äußerst schwach
(113)	79,48	—	5,0	—
(311)	83,11	83,5	644,0	sehr stark
(004)	96,56	96,5	266,0	stark
(022)	98,82	99,2	510,0	sehr stark
(220)	100,6	—	3,0	—
(400)	103,8	—	1,5	—
(313)	131,4	131,4	342,0	stark
(115)	176,1	—	1,4	—
(131)	180,5	—	1,4	—
(511)	186,9	—	1,3	—
(224)	197,2	—	2,4	—
(404)	200,4	—	1,2	—
(422)	202,6	—	2,3	—
(315)	228,0	228,4	139,0	mittel
(133)	228,8	—	0,9	—
(331)	232,4	232,9	132,0	mittel
(513)	235,2	—	0,8	—
(206)	243,3	—	1,6	—
(602)	257,7	257,6	115,0	mittel
(333)	280,7	281,6	97,0	mittel
(026)	292,0	292,2	88,0	schwach bis mittel
(040)	298,7	298,2	42,0	schwach
(620)	308,3	309,5	81,0	schwach bis mittel
(117)	320,9	—	0,5	—
(135)	325,4	—	0,5	—
(515)	331,8	—	0,5	—
(531)	336,2	—	0,5	—
(711)	342,7	—	0,4	—
(242)	347,8	—	0,9	—
(317)	372,8	372,3	60,0	schwach bis mittel
(335)	377,3	377,3	60,0	schwach bis mittel
(533)	384,5	—	0,4	—
(008)	386,2	385,8	30,0	schwach
(713)	391,0	—	0,4	—
(044)	395,3	396,0	57,0	schwach bis mittel
(426)	395,8	—	0,8	—
(440)	402,5	—	0,4	—
(624)	404,9	405,5	109,0	mittel
(800)	415,3	—	0,2	—
(606)	450,9	451,2	46,0	schwach bis mittel
(137)	470,2	—	0,3	—
(517)	476,6	—	0,3	—

(Fortsetzung der Tabelle 2.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(151)	479,3	—	0,3	—
(535)	481,1	—	0,3	—
(228)	486,6	—	0,6	—
(715)	487,6	—	0,3	—
(408)	490,0	—	0,3	—
(731)	492,0	—	0,3	—
(444)	499,1	—	0,6	—
(804)	511,9	—	0,3	—
(119)	514,0	—	0,3	—
(822)	514,1	—	0,3	—
(337)	522,1	520,9	39,0	schwach
(153)	527,6	—	0,3	—
(351)	531,2	531,4	39,0	schwach
(733)	540,3	—	0,2	—
(246)	541,0	—	0,5	—
(911)	550,3	550,5	36,0	schwach
(642)	556,4	555,7	72,0	schwach bis mittel
(319)	565,9	566,1	35,0	schwach
(353)	579,5	579,9	35,0	schwach
(913)	598,6	597,9	34,0	schwach
(155)	624,2	—	0,2	—
(537)	625,9	—	0,2	—
(2 0 10)	629,5	—	0,2	—
(717)	632,4	—	0,2	—
(551)	635,0	—	0,2	—
(735)	636,9	—	0,2	—
(139)	663,3	—	0,2	—
(519)	669,7	—	0,2	—
(10 0 2)	673,0	—	0,2	—
(355)	676,1	676,8	34,0	schwach bis mittel diffus
(0 2 10)	678,2		34,0	
(553)	683,3	—	0,2	—
(048)	684,9	684,1	35,0	schwach
(628)	694,5	697,9	70,0	mittel diffus
(915)	695,2		35,0	
(062)	696,2		35,0	
(260)	698,1		0,2	
(931)	699,6	—	35,0	—
(826)	707,3	—	0,5	—
(840)	714,0	—	0,3	—
(339)	715,2	714,5	36,0	schwach
(10 2 0)	723,6	—	0,3	—
(933)	747,9	748,5	36,0	mittel diffus
(646)	749,6		72,0	
(1 1 11)	755,4	—	0,3	—
(157)	769,0	—	0,3	—
(555)	779,9	—	0,3	—
(737)	781,7	—	0,3	—
(4 2 10)	782,0	—	0,5	—

(Fortsetzung der Tabelle 2.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(448)	788,7	—	0,5	—
(751)	790,8	—	0,3	—
(264)	794,7	—	0,5	—
(462)	800,0	—	0,5	—
(808)	801,5	—	0,3	—
(3 1 11)	807,3	806,5	42,0	schwach
(11 1 1)	809,9	—	0,3	—
(844)	810,6	—	0,6	—
(539)	819,0	—	0,3	—
(10 2 4)	820,2	—	0,6	—
(357)	820,9	821,4	43,0	schwach
(719)	825,5	—	0,3	—
(6 0 10)	837,1	839,7	45,0	schwach bis mittel diffus
(753)	839,1		0,3	
(917)	840,0		45,0	
(935)	844,5		45,0	
(11 1 3)	858,2	—	0,3	—
(10 0 6)	866,2	—	0,4	—
(0 0 12)	$\alpha_1$ 866,9	866,9	26,0	sehr schwach
	$\alpha_2$ 871,2	871,6		
(066)	$\alpha_1$ 887,2	887,5	56,0	schwach
	$\alpha_2$ 891,6	890,6		
(1 3 11)	904,7	—	0,4	—
(660)	$\alpha_1$ 903,5	903,5	59,0	schwach
	$\alpha_2$ 908,0	908,6		
(5 1 11)	911,1	—	0,4	—
(557)	924,7	—	0,5	—
(2 4 10)	927,2	—	1,1	—
(171)	927,3	—	0,5	—
(12 0 0)	$\alpha_1$ 932,1	932,1	37,0	sehr schwach
	$\alpha_2$ 936,7	935,6		
(755)	935,7	—	0,6	—
(11 1 5)	954,8	—	0,7	—
(3 3 11)	$\alpha_1$ 954,3	953,9	91,0	schwach bis mittel
	$\alpha_2$ 959,1	958,9		
(11 3 1)	959,2	—	0,7	—
(159)	962,1	—	0,7	—

Die Intensitätsrechnung unter Zugrundelegung der Raumgruppe  $D_{2h}^{24}$  mit den Punktlagen 8 Zr in 8a) und 16 Sn in 16e) ergibt für einen Parameter  $x = \frac{1}{3}$  eine sehr gute Übereinstimmung mit der Beobachtung (Tabelle 2). Wegen des geringen Unterschiedes der Atomformfaktoren von Zr und Sn tritt nur eine einzige Überstrukturlinie, nämlich (202) auf. Die Überstruktur besteht in einer Verdreifachung der  $a$ -Achse eines entsprechend orthorhombisch verzerrten Diamantgitters ( $a' = \frac{a}{3} = 3,18_s$ ;

$b = 5,63_3; c = 9,90_7, k X \cdot E$ ). In der Auffassung nach *H. J. Wallbaum*<sup>11</sup> bauen sich die Disilizidgitter einheitlich auf; es bilden sich dabei hexagonale Bauelemente, in welchen die aus Sn-Atomen gebildeten Waben durch Zr-Atome zentriert sind. Ein Fallenlassen der erwähnten Überstruktur würde eine statistische Verteilung der Zr- und Sn-Atome in den hexagonalen Schichten bedeuten.

Die Atomabstände in der hexagonalen Schicht betragen 3,24 Å. Zwischen den Atomen benachbarter Schichten beträgt der Abstand 2,96 Å für Sn-Sn und Zr-Sn bzw. 3,72 Å für Zr-Zr. Als Radienverhältnis kann für die Stabilisierung dieser Phase etwa 1 gelten.

Die Struktur der Phase  $ZrSn_{0,55 \pm 0,5}$  wurde noch nicht ermittelt. Auf eine genaue Formelangabe wird daher verzichtet. Möglicherweise ist diese Phase strukturell mit dem  $D8_8$ -Typ ( $Ti_5Sn_3$  oder  $Zr_5Pb_3$ ) verwandt.

#### Das System Zr—Pb.

Die in diesem System hergestellten Proben sind in Tabelle 3 zusammengefaßt.

Tabelle 3. Phasenverteilung im System Zr—Pb.

At% Zr	Maximale Herstellungstemperatur in °C	Gefundene Phasen
20	1000	Pb
40	1300	Pb + $Zr_5Pb_3$
50	1500—1600	$Zr_5Pb_3$ + Pb
60	1500—1600	$Zr_5Pb_3$
70	1500—1600	$Zr_5Pb_3$ + sehr wenig Zr
75	1500—1600	$Zr_5Pb_3$ + sehr wenig Zr
80	1500—1600	$Zr_5Pb_3$ + wenig Zr

Von den Legierungen wurden wieder *Debye*-Aufnahmen gemacht. Von reinem Blei ausgehend, tritt als erste intermediäre Kristallart  $Zr_5Pb_3$  auf. Bei Gehalten über 40 At-% Zr sieht man in den Pulveraufnahmen bereits Linien von Zirkonium. Allerdings ist zu erwähnen, daß die Proben mit 60, 70, 75 und 80 At-% Zr den Eindruck machten, als wären sie nur gesintert, da eine Höchsttemperatur von 1500 bis 1600° wegen des Tiegelmaterials nicht überschritten werden konnte. Ob eine zu dem  $Ti_4Pb$  analoge Überstrukturphase des A 3-Typs besteht, kann noch nicht entschieden werden.

<sup>11</sup> *H. J. Wallbaum*, Z. Metallkunde **33**, 378 (1941).

Tabelle 4. Röntgenographische Auswertung und Intensitätsberechnung der Phase  $Zr_5Pb_3$  ( $CuK_\alpha$ -Strahlung).

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(10 $\bar{1}$ 0)	10,90	11,3	150,0	schwach
(0001)	17,30	—	0,0	—
(11 $\bar{2}$ 0)	32,70	32,9	60,0	schwach
(20 $\bar{2}$ 0)	43,60	44,3	10,0	sehr schwach
(11 $\bar{2}$ 1)	50,0	50,2	150,0	mittelstark
(0002)	69,20	69,6	120,0	mittel
(21 $\bar{3}$ 0)	76,30	76,9	53,0	schwach bis mittel
(10 $\bar{1}$ 2)	80,10	—	7,0	—
(21 $\bar{3}$ 1)	93,60	93,4	360,0	sehr stark
(30 $\bar{3}$ 0)	98,10	98,1	210,0	mittelstark
(11 $\bar{2}$ 2)	101,9	102,8	260,0	stark
(20 $\bar{2}$ 2)	112,8	112,8	58,0	schwach bis mittel
(2240)	130,8	—	0,1	—
(3140)	141,7	141,5	33,0	schwach
(21 $\bar{3}$ 2)	145,5	—	0,4	—
(2241)	148,1	148,9	53,0	schwach bis mittel
(3141)	159,0	159,6	130,0	mittelstark
(30 $\bar{3}$ 2)	167,6	167,3	42,0	schwach
(4040)	174,4	—	0,0	—
(11 $\bar{2}$ 3)	188,4	188,1	28,0	schwach
(2242)	200,0	200,5	47,0	schwach bis mittel
(32 $\bar{5}$ 0)	207,1	208,9	7,0	äußerst schwach
(3142)	210,9	—	2,9	—
(32 $\bar{5}$ 1)	224,4	224,0	26,0	schwach
(41 $\bar{5}$ 0)	228,9	—	3,3	—
(21 $\bar{3}$ 3)	232,0	232,1	91,0	mittel
(4042)	243,6	244,0	7,5	sehr schwach diffus
(41 $\bar{5}$ 1)	246,2		6,2	
(50 $\bar{5}$ 0)	272,5	272,3	33,0	schwach
(32 $\bar{5}$ 2)	276,3	276,9	39,0	schwach bis mittel
(0004)	276,8		33,0	
(2243)	286,5	287,1	19,0	schwach
(1014)	287,7		2,1	
(3360)	294,3	—	2,6	—
(3143)	297,4	298,2	49,0	schwach bis mittel
(41 $\bar{5}$ 2)	298,1		19,0	
(4260)	305,2	307,9	30,0	schwach
(1124)	309,5		5,6	
(3361)	311,6	311,1	20,0	schwach

(Fortsetzung der Tabelle 4.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(2024)	320,4	—	1,6	—
(4261)	322,5	322,4	58,0	schwach bis mittel
(5160)	337,9	—	8,3	—
(5052)	341,7	343,0	78,0	mittel
(2134)	353,1	353,8	9,8	schwach diffus
(5161)	355,2		19,0	
(3253)	362,8	363,0	11,0	schwach diffus
(3362)	363,5		3,7	
(4262)	374,4	374,8	16,0	schwach bis mittel
(3034)	374,9		50,0	
(4153)	384,6	—	2,9	—
(6060)	392,4	—	0,3	—
(4370)	403,3	—	1,3	—
(5162)	407,1	—	1,0	—
(2244)	407,6	—	0,1	—
(3144)	418,5	420,1	12,0	schwach diffus
(4371)	420,6		17,0	
(5270)	425,1	424,3	7,9	sehr schwach
(5271)	442,4	441,7	9,6	sehr schwach
(3363)	450,0	449,5	11,0	schwach
(4044)	451,2	—	0,0	—
(4263)	460,9	461,6	33,0	schwach bis mittel
(6062)	461,6		6,3	
(1125)	465,2	468,6	6,6	schwach diffus
(6170)	468,7		18,0	
(4372)	472,5	—	0,5	—
(3254)	483,9	485,2	3,9	schwach diffus
(6171)	486,0		18,0	
(5163)	493,6	494,8	13,0	sehr schwach
(5272)	494,3	—	0,5	—
(4154)	505,7	—	1,8	—
(2135)	508,8	508,7	27,0	schwach
(4480)	523,2	—	1,6	—
(7070)	534,1	—	0,8	—
(5380)	534,1	536,6	14,0	schwach diffus
(6172)	537,9		12,0	
(4481)	540,5		6,0	
(5054)	549,3	548,4	24,0	schwach
(5381)	551,4	—	0,1	—

(Fortsetzung der Tabelle 4.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(4373)	559,0	560,9	13,0	schwach diffus
(2245)	563,3		7,1	
(6280)	566,8		0,6	
(3364)	571,1	—	2,0	—
(3145)	574,2	573,9	19,0	schwach
(5273)	580,8	583,4	7,4	schwach bis mittel diffus
(4264)	582,0		25,0	
(6281)	584,1		3,7	
(4482)	592,4	—	1,3	—
(7072)	603,3	604,0	7,0	mittel
(5382)	603,3		49,0	
(5164)	614,7	—	7,8	—
(7180)	621,3	622,7	3,3	schwach diffus
(0006)	622,8		5,2	
(6173)	624,4		14,0	
(1016)	633,7	—	0,3	—
(6282)	636,0	—	0,8	—
(7181)	638,6	639,5	5,7	schwach diffus
(3255)	639,6		5,9	
(1126)	655,5	655,3	19,0	schwach
(4155)	661,4	—	1,8	—
(5490)	664,9	666,1	2,5	sehr schwach diffus
(2026)	666,4		5,0	
(6064)	669,2	—	0,3	—
(4483)	678,9	680,8	5,5	sehr schwach diffus
(4374)	680,1		1,8	
(5491)	682,2		2,1	
(6390)	686,7	—	1,2	—
(5383)	689,8	—	0,1	—
(7182)	690,5	—	1,9	—
(8080)	697,6	703,4	15,0	schwach bis mittel diffus
(2136)	699,1		0,1	
(5274)	701,9		11,0	
(6391)	704,0	—	38,0	—
(3036)	720,9	727,0	6,7	sehr schwach diffus
(6283)	722,5		3,8	
(3365)	726,8		8,9	
(7290)	730,3	—	9,2	—
(5492)	734,1	—	0,1	—
(4265)	737,7	738,6	27,0	schwach

(Fortsetzung der Tabelle 4.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
(6174)	745,5	747,0	29,0	schwach diffus
(7291)	747,6		6,5	
(2246)	753,6	756,7	9,7	schwach diffus
(6392)	755,9		32,0	
(3146)	764,5	—	0,8	—
(8082)	766,8	769,4	51,0	schwach bis mittel diffus
(5165)	770,4		11,0	
(7183)	777,0	778,1	6,6	sehr schwach
(8190)	795,7	798,1	3,5	sehr schwach diffus
(4046)	797,2		2,2	
(7292)	799,5		5,7	
(4484)	800,0		3,2	
(7074)	810,9	814,6	1,8	schwach bis mittel diffus
(5384)	810,9		31,0	
(8191)	813,0		13,0	
(55100)	817,5		17,0	
(5493)	820,6	—	2,6	—
(64100)	828,4	829,3	8,1	schwach diffus
(3256)	829,9		18,0	
(55101)	834,8	834,6	2,8	schwach diffus
(4375)	835,8		16,0	
(6393)	842,4	844,2	50,0	schwach bis mittel diffus
(6284)	843,6		0,0	
(64101)	845,7		8,4	
(4156)	851,7		10,0	
(5275)	857,6	859,0	10,0	sehr schwach
(73100)	861,1	—	0,4	—
(8192)	864,9	—	0,3	—
(73101)	878,4	876,2	15,0	schwach diffus
(1127)	880,4		8,0	
(9090)	882,9	—	0,2	—
(7293)	886,0	886,4	10,0	schwach diffus
(55102)	886,7		9,0	
(5056)	895,3	899,3	64,0	mittel diffus
(64102)	897,6		3,9	
(7184)	898,1		10,0	
(6175)	901,2		26,0	
(82100)	915,6	915,5	24,0	schwach
(3366)	917,1	—	3,7	—
(2187)	924,0	922,2	49,0	schwach bis mittel

(Fortsetzung der Tabelle 4.)

(hkl)	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ ber.	$10^3 \cdot \sin^2 \theta$ beob.	Int. ber.	Int. geschätzt
( $\overline{4266}$ )	928,0	931,6	20,0	schwach bis mittel diffus
( $\overline{73102}$ )	930,3		17,0	
( $\overline{82101}$ )	932,9	—	1,1	—
( $\overline{5494}$ )	941,7	941,5	13,0	sehr schwach
( $\overline{8193}$ )	951,4	953,9	27,0	schwach bis mittel diffus
( $\overline{9092}$ )	952,1		15,0	
( $\overline{4485}$ )	955,7		16,0	

Wie eingangs erwähnt, kristallisieren die isotypen Phasen  $Ti_5Si_3$ ,  $Ti_5Ge_3$  und  $Ti_5Sn_3$  im hexagonalen  $D_{8g}$ -Gitter<sup>3</sup>. Es war daher die Vermutung naheliegend, daß auch  $Zr_5Pb_3$  diesem Typ angehört. Es gelang auch tatsächlich eine Pulveraufnahme mit den Gitterkonstanten:

$$a = 8,51_2 \text{ k X} \cdot E; c = 5,85_2 \text{ k X} \cdot E \text{ und } c/a = 0,68_7$$

hexagonal zu indizieren. Die Auslöschungen sind mit dem charakteristischen Raumsystem  $D_{6h}^3$  verträglich. Für die Punktlagen 4 Zr in 4 d), 6 Zr in 6 g) und 6 Pb in 6 g) und die Parameter  $x = 0,25$ ,  $y = 0,61$  ist die Übereinstimmung zwischen berechneten und geschätzten Intensitäten vorzüglich, wodurch die Isotypie zwischen  $Ti_5Sn_3$  und  $Zr_5Pb_3$  bewiesen ist.

Den *Treibacher Chemischen Werken A.G.* sind wir für die Unterstützung, die sie der Arbeit angedeihen ließen, zu besonderem Dank verpflichtet.