

## NOTIZEN

## Zur Struktur von Bleiazid

Von Gerhard Pfefferkorn\*

(Z. Naturforschg. 3a, 364 [1948]; eingeg. am 23. Juni 1948)

Die Bleihalogenide  $\text{PbCl}_2$ ,  $\text{PbBr}_2$  und die Tieftemperaturform von  $\text{PbF}_2$  gehören der Raumgruppe  $D_{2h}^{16}$  an<sup>1</sup>. Den Halogeniden sind die Azide verwandt. Von Bleiazid  $\text{Pb}(\text{N}_3)_2$  sind zwei wasserfreie, eine rhombische  $\alpha$ - und eine monokline  $\beta$ -Modifikation bekannt. Nach Miles<sup>2</sup> betragen die Dimensionen der Einheitszelle von  $\alpha$ -Bleiazid:  $a = 6,64$ ,  $b = 11,34$  und  $c = 16,24$  Å. Eine Raumgruppe wird nicht angegeben. Dagegen findet Sutton<sup>3</sup> den doppelten  $c$ -Wert und die Raumgruppe  $D_{2h}^{13}$ . Während also die Struktur der Bleihalogenide eindeutig feststeht, ist dies bei den Aziden noch nicht der Fall.

Aus verdünnter Stickstoffwasserstoffsäure wurden  $\alpha$ -Bleiazidnadeln auskristallisiert<sup>4</sup>. Zur röntgenographischen Gitterkonstantenbestimmung konnten Pulveraufnahmen nicht herangezogen werden, da die hochindizierten Interferenzen keine Trennung in  $\alpha_1$ - und  $\alpha_2$ -Linien zeigten. Dagegen ergaben Drehkristallaufnahmen scharfe höchste Interferenzen. Eine Vermessung der asymmetrischen Filme (nach Straumanis) ergab:  $a = 6,628$ ,  $b = 11,312$  und  $c = 16,246 \pm 0,002$  Å, entspr. den Angaben von Miles. Eine Verdopplung des  $c$ -Wertes ist nicht nötig, da alle Interferenzen mit diesen Gitterkonstanten eindeutig indiziert werden konnten.

Zur Raumgruppenbestimmung wurde aus Drehkristall- und Weissenberg-Goniometer-Aufnahmen eine Flächenstatistik aufgestellt. Es ergaben sich folgende Auslöschungsgesetze. Vorhanden sind  $g00$ ,  $0g0$ ,  $0gg$ ,  $g0l$ ,  $hk0$  und  $hkl$ , wobei  $g$  eine gerade und  $u$  eine ungerade Zahl bedeuten. Die gefundenen Auslöschungen werden von den Raumgruppen  $D_{2h}^{16}$  und  $C_{2v}^9$  als allgemeine Auslöschungen gefordert. Für das  $\alpha$ -Bleiazid kommen, da es holoeidrisch kristallisiert<sup>2</sup>, die Raumgruppen  $D_{2h}^{16}$  (1, 5, 13, 16) in Frage, und es ist möglich, daß es zur Raumgruppe  $D_{2h}^{16}$  der oben angeführten Bleihalogenide gehört.

Die  $\beta$ -Modifikation kristallisiert nach Miles<sup>2</sup> monoklin-holoedrisch mit den Gitterkonstanten:  $a = 5,10$ ,  $b = 8,83$  und  $c = 17,60$  Å,  $\beta = 90^\circ 49'$ . Zur Nachprüfung dieser Angaben und zur Raumgruppenbestimmung wurden  $\beta$ -Azidkristalle mittels einer Diffusions-

\* Hygienisches Institut der Universität Münster (Westf.), Habichtshöhe 12. Die Untersuchungen wurden 1938–1942 im II. Physikal. Inst. d. Universität Berlin durchgeführt.

<sup>1</sup> Z. Kristallogr., Mineral. Petrogr., Abt. A, Strukturber.

<sup>2</sup> F. D. Miles, J. chem. Soc. [London] 1931, II, 2532–2542.

<sup>3</sup> T. C. Sutton, Nature [London] 133, 463 [1934].

<sup>4</sup> G. Pfefferkorn, Diss. Berlin 1938.

methode gezüchtet. Präzisionsgitterkonstantenbestimmung aus Drehkristallaufnahmen ergab:  $a = 5,090$ ,  $b = 8,844$ ,  $c = 17,508 \pm 0,002$  Å. Aus der Aufspaltung der  $h0l$ -Interferenzen ergab sich der Winkel  $\beta$  zu  $90^\circ 10 \pm 2'$ . Um die geringe Aufspaltung besser erkennen und messen zu können, wurde der Kristall leicht dejustiert (etwa  $40'$ ), so daß man die betreffenden Interferenzen, zu Paaren aufgespalten, übereinander liegend erhielt.

Nach der aus Goniometeraufnahmen aufgestellten Flächenstatistik sind vorhanden:  $g00$ ,  $0g0$ ,  $00g$ ,  $0uu$ ,  $u0u$ ,  $uu0$  und  $hkl$  für  $h+k+l = g$ . Danach kommen bei Vorliegen von Holoedrie<sup>2</sup> die Raumgruppen  $C_{2h}^{16}$  (1–5) in Frage.

## Messung der Intensität der an Kristallen diffus gestreuten Röntgenstrahlung mit dem Interferenzzählrohr bei Einzelimpulzzählung

Von Gustav Wagner und Albert Kochendörfer

Institut für theoretische und angewandte Physik der Technischen Hochschule Stuttgart

(Z. Naturforschg. 3a, 364–365 [1948]; eingeg. am 15. Sept. 1948)

Der Einfluß der Temperatur auf die Intensität der an Kristallen abgelenkten Röntgenstrahlung wurde zuerst von Debye<sup>1</sup> theoretisch untersucht. Durch die Wärmeschwingungen der Atome wird demnach die Intensität der Interferenzlinien vermindert und gleichzeitig ein kontinuierlicher Schleieruntergrund erzeugt, dessen Stärke mit dem Abbeugungswinkel monoton zunimmt. Die Weiterführung der Theorie<sup>2</sup> unter Berücksichtigung der Kopplung der Gitterschwingungen ergab, daß die Schleierintensität keine monotone Funktion des Abbeugungswinkels ist, sondern eine durch diffuse Maxima gekennzeichnete Struktur aufweist. Diese konnte experimentell in Übereinstimmung mit der Theorie mit dem Ionisationsspektrometer<sup>3</sup> und auf stark überlichteten Laue-Aufnahmen unter Verwendung einer starken monochromatischen Primärstrahlkomponente<sup>4</sup> nachgewiesen werden.

<sup>1</sup> P. Debye, Ann. Physik 43, 49 [1914].

<sup>2</sup> L. Brillouin, Ann. Physique 17, 88 [1922]; H. Faxen, Z. Physik 17, 266 [1923]; I. Waller, Z. Physik 17, 398 [1923]; 51, 213 [1928]; W. H. Zachariasen, Physic. Rev. 57, 597 [1940]; 59, 860 [1941]; M. Born u. K. Sarginson, Proc. Roy. Soc. [London] Ser. A 179, 69 [1941]; 180, 305, 397 [1942]; W. L. Bragg, Proc. Roy. Soc. [London] Ser. A 179, 61 [1941].

<sup>3</sup> J. Laval, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 207, 169 [1938]; 208, 1512 [1939].

<sup>4</sup> A. F. R. Wadlund, Physic. Rev. 53, 843 [1938]; G. D. Preston, Proc. Roy. Soc. [London] Ser. A 167, 526 [1938]; 172, 116 [1939]; K. Lonsdale u. H. Smith, Proc. Roy. Soc. [London] Ser. A 179, 8 [1941]; Rep. Progr. Physics 9, 256 [1943].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.