

Die Kristallstruktur von Natrium- und Silberpertechnetat

Von K. SCHWOCHAU

Arbeitsgruppe „Institut für Radiochemie“
der Kernforschungsanlage Jülich

(Z. Naturforsch. **17 a**, 630 [1962]; eingegangen am 13. Juni 1962)

Für Ammonium-, Kalium- und Cäsiumpertechnetat bestätigten kürzlich McDONALD und TYSON¹ die von BOYD² berichtete Isomorphie der Salze mit den analogen Perrhenaten und berechneten ihre Gitterkonstanten. NH_4TcO_4 und KTcO_4 haben Scheelit-Struktur, CsTcO_4 kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe *Pnma*.

Den CaWO_4 -Strukturtypus sollte man auch für Natrium- und Silberpertechnetat erwarten. Aus Pulver-Aufnahmen nach der asymmetrischen Methode von STRAUMANIS wurden Kristallstruktur und Gitterkonstanten bestimmt.

$\text{NH}_4^{99}\text{TcO}_4$ * wurde mit der äquivalenten Menge $n/10$ -Natronlauge zu farblosem NaTcO_4 umgesetzt, das sich durch Umkristallisieren reinigen ließ. AgTcO_4 konnte aus einer wäßrigen NH_4TcO_4 -Lösung mit Ag^+ -Ionen in grüngelben Kristallen abgeschieden werden. Beide Salze zeigten bipyramidale Kristallformen.

Die pulverisierten Proben wurden in Markröhrchen von 0,30 mm Durchmesser abgefüllt und in einer Zylinderkammer von 114,6 mm Durchmesser jeweils 30 h mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung (35 kV, 20 mA) belichtet. Als RÖNTGEN-Film diente Mikrotest-Film von A d o x.

Die RÖNTGEN-Diagramme der untersuchten Pertechnete stimmten mit denen von NaReO_4 und AgReO_4 in Anordnung und Intensität der Interferenzlinien so weit-

gehend überein, daß für Natrium- und Silberpertechnetat die den Perrhenaten zugehörige Scheelit-Struktur^{3, 4} mit der Raumgruppe *I* $4_1/a$ angenommen werden darf. Die Gitterkonstanten ergaben sich durch Extrapolation nach $\Theta = 90^\circ$

für NaTcO_4 zu

$$a_0 = (5,339 \pm 0,001) \text{ \AA}, \quad c_0 = (11,869 \pm 0,005) \text{ \AA},$$

für AgTcO_4 zu

$$a_0 = (5,319 \pm 0,001) \text{ \AA}, \quad c_0 = (11,875 \pm 0,005) \text{ \AA}.$$

Zur Bestätigung der Ergebnisse wurde an den relativ geringen Substanzmengen von weniger als 10 mg annähernd die Dichte bestimmt. Die Proben wurden mit etwa 20 Gew.-Proz. Stärke ($\rho = 1,50 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$) als Bindemittel innig gemischt und die Mischung bei einem Druck von $\approx 6000 \text{ kp} \cdot \text{cm}^{-2}$ zu Preßlingen von 1,6 mm Durchmesser und 0,6 bis 0,8 mm Dicke gepreßt. Durchmesser und Dicke der Preßlinge ließen sich mikroskopisch ausmessen und ihre Massen durch Auswägen feststellen. Unter Berücksichtigung des Stärkegehaltes konnte die Dichte für Zimmertemperatur zu

$$\rho_{\text{NaTcO}_4} = (3,4 \pm 0,2) \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

und

$$\rho_{\text{AgTcO}_4} = (5,1 \pm 0,2) \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

berechnet werden. Daraus folgt, daß in Übereinstimmung mit der oben angegebenen Kristallstruktur in den Elementarzellen ≈ 4 Formeleinheiten enthalten sind.

Herrn Prof. Dr. W. HERR möchte ich für sein förderndes Interesse an der Arbeit und für die Bereitstellung von Geräten herzlich danken. — Frl. A. SIEBURG danke ich für ihre experimentelle Hilfe.

¹ B. J. McDONALD u. G. J. TYSON, *Acta Cryst.* **15**, 87 [1962].

² G. E. BOYD, *J. chem. Educat.* **36**, 3 [1959].

* Bezogen vom National Laboratory Oak Ridge/Tennessee.

³ J. BEINTEMA, *Z. Kristallogr.* **97**, 300 [1937].

⁴ F. BUSCHENDORF, *Z. phys. Chem.* **B 20**, 237 [1933].

Nachdruck — auch auszugsweise — nur mit schriftlicher Genehmigung des Verlags gestattet

Verantwortlich für den Inhalt: A. KLEMM

Gesamtherstellung: Konrad Tritsch, Würzburg



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.