

Acta Cryst. (1957). **10**, 240

Note sur la structure cristalline de la chloroacétamide. Par J. DEJACE, *Laboratoire de Cristallographie, Université de Liège, Belgique*

(Reçu le 15 décembre 1956)

Nous avons récemment publié une note sur la structure cristalline de la chloroacétamide (Dejace, 1955). Reprenant l'étude du même composé, Penfold & Simpson (1956) signalent quelques divergences entre les deux structures obtenues. Ces divergences proviennent, en majeure partie, du fait que la maille choisie par ces auteurs n'est pas une maille réticulaire. En effet, la maille qu'ils déduisent de la strate équatoriale ($h0l$) ne permet pas d'interpréter la strate supérieure ($h1l$), l'axe A n'étant pas une translation du réseau. A cause de ce choix défectueux, certains centres de symétrie de la projection suivant $[010]$ sont en réalité des axes binaires hélicoïdaux vus par le bout et vice-versa.

Les axes de Penfold & Simpson (A, B, C) sont liés aux axes réels (a, b, c) par les relations vectorielles

$$A = a + \frac{1}{2}c, \quad B = -b, \quad C = -c.$$

Leurs valeurs numériques calculées à partir de a, b, c sont:

$$A = 10,36, \quad B = 5,13, \quad C = 7,41 \text{ Å}, \quad \beta' = 101^\circ 52' \pm 5'.$$

La valeur de β' concorde bien avec celle de Penfold & Simpson ($102 \pm 0,5^\circ$).

Les indices hkl se transforment par les formules

$$H = h + \frac{1}{2}l, \quad K = -k, \quad L = -l,$$

où HKL se rapportent aux axes choisis par Penfold & Simpson. L'indice H sera donc fractionnaire quand l est impair.

Les coordonnées atomiques sont liées par les relations

$$\begin{aligned} x/a &= X/a, \\ y/b &= 0,50 - Y/b, \\ z/c &= 0,25 + \frac{1}{2}X/A - Z/C, \end{aligned}$$

où X, Y, Z sont les coordonnées de Penfold & Simpson.

Le fait signalé par Penfold & Simpson que les coordonnées Z/C de notre publication doivent être divisées par 2 pour concorder avec les leurs est fortuit et provient de ce que vue dans la direction $[010]$, la molécule est presque linéaire.

Les distances entre atomes d'une même molécule et entre deux molécules symétriques par rapport à un centre (liaisons hydrogènes) ne sont pas affectées par le choix défectueux des axes. Par contre, l'arrangement des chaînes l'une par rapport à l'autre est sensiblement modifié. Penfold & Simpson ne mentionnent pas que, dans la structure telle qu'ils la décrivent, la distance entre l'atome de chlore voisin de l'origine ($X/A = 0,115$, $Y/B = 0,181$, $Z/C = 0,130$) et l'atome symétrique par rapport à l'origine est seulement de 3,30 Å; ce qui est trop court pour une liaison de van der Waals. En réalité, le centre de symétrie est remplacé par un axe binaire hélicoïdal et la distance est 3,74 Å.

Deux remarques s'imposent à propos de notre propre publication:

1°. Une erreur d'impression s'est glissée dans le tableau des coordonnées. Il faut lire pour l'atome d'oxygène O_1 ,

$$Y/b = -0,201 \text{ au lieu de } Y/b = 0,201.$$

2°. La légende trop peu explicite de la Fig. 1 peut prêter à confusion. Les deux chaînes moléculaires parallèles à l'axe b qui y sont représentées ne sont pas dans le même plan (102) mais dans deux plans parallèles décalés de la distance $\frac{1}{2}c$.

Bibliographie

- DEJACE, J. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 851.
PENFOLD, B. R. & SIMPSON, W. S. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 831.

Acta Cryst. (1957). **10**, 240

An X-ray investigation of the reported high-temperature allotropy of ruthenium. By E. O. HALL and J. CRANGLE, *Department of Physics, The University, Sheffield 10, England*

(Received 26 November 1956)

The crystal structure of ruthenium at room temperature has been known for many years to be close-packed hexagonal, but periodically the question of possible allotropy at higher temperatures has been raised.

As a result of measurements on the specific heat of the metal, Jaeger & Rosenbohm (1931) stated that transition points occurred at 1035, 1190 and 1500° C. The same authors later examined the electrical resistivity of ruthenium, and also its thermoelectric behaviour with respect to platinum, and again found these same transition temperatures (Jaeger & Rosenbohm, 1941). The

results were explained in terms of allotropic changes between phases which were designated α , β , γ and δ in order of increasing temperature. No other independent work has confirmed this alleged allotropy. The only X-ray diffraction examination at temperatures other than room temperature was by Owen & Roberts (1937), and this was taken to only 600° C. It is of obvious interest to settle the question of the allotropy by making observations at higher temperatures.

Specimens of high purity ruthenium powder, kindly supplied by Mond Nickel Company Limited, were

mounted in thin silica capillaries, and examined *in vacuo* in a Unicam S.150 high-temperature powder camera. Since this camera has a maximum working temperature

of 1400° C. it was not possible to examine the existence of the alleged allotropic transformation at 1500° C., but temperatures could be chosen to span the two other temperatures of interest. Trial experiments showed that there was no reaction between the silica and ruthenium up to 1300° C.

The parameters derived from the film measurements were corrected for eccentricity and absorption by a slight modification to the method of Taylor & Floyd (1950), while the temperature of the specimen was checked using the lattice parameter of platinum as a standard. The results are summarized in Fig. 1. The parameters at room temperature ($a = 2.7056$ Å, $c/a = 1.5820$) agree well with those of Hellawell & Hume-Rothery (1954) ($a = 2.7057$ Å, $c/a = 1.5823$) and increase in a regular manner with rising temperature, showing no significant anomaly at either 1035° C. or 1190° C. It is therefore concluded that the β and γ phases postulated by Jaeger & Rosenbohm have no structural significance. The possible existence of δ ruthenium is still in doubt.

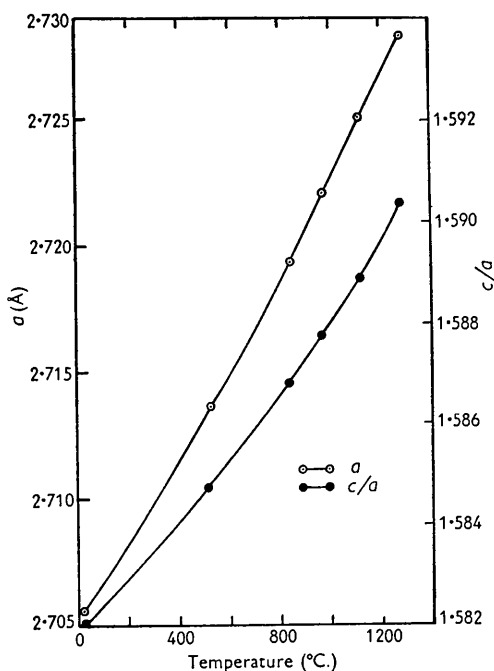


Fig. 1. Lattice parameters of ruthenium.

References

- HELLAWELL, A. & HUME-ROTHERY, W. (1954). *Phil. Mag.* (7), **45**, 797.
 JAEGER, F. M. & ROSENBOHM, E. (1931). *Proc. Acad. Sci. Amst.* **34**, 808.
 JAEGER, F. M. & ROSENBOHM, E. (1941). *Proc. Acad. Sci. Amst.* **44**, 144.
 OWEN, E. A. & ROBERTS, E. W. (1937). *Z. Kristallogr.* **96**, 497.
 TAYLOR, A. & FLOYD, R. W. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 285.

Notes and News

Announcements and other items of crystallographic interest will be published under this heading at the discretion of the Editorial Board. Copy should be sent direct to the British Co-editor (R. C. Evans, Crystallographic Laboratory, Cavendish Laboratory, Cambridge, England).

Kristallografiya

Volume 1, Part 5 (1956)

Articles

- V. V. BAKAKIN and N. V. BELOV. A rational method of counting the different closest packings of spheres.
 B. K. VAINSHTEIN. The accuracy of the Fourier series for the potential in electronography.
 N. L. SMIRNOVA. Structure types with closest packed atoms. Possible structure types with composition AB_4 .
 N. N. ZHURAVLEV. Microscopic and X-ray studies of alloys of cobalt and antimony.
 N. N. ZHURAVLEV and G. S. ZHDANOV. X-ray determination of the structures of $CoSb_3$, $RhSb_3$ and $IrSb_3$.
 G. S. ZHDANOV, Z. V. ZVONKOVA and N. V. RANNEV. An X-ray structural investigation of lead diethyldithiocarbamate.
 E. G. FESENKO and O. I. PROKOPALO. Isomorphism of the titanates and ferrates of strontium, barium and lead.
 T. L. KHOTSYANOVA. The structures of the chloride and iodide of diphenyliodonium.
 N. A. SHAL'NIKOVA and I. A. YAKOVLEV. X-ray determination of the lattice constants and the coefficients of thermal expansion of leucosapphire and ruby.

- L. I. TATARINOVA. Electronographic investigation of amorphous GaSe.
 L. I. TATARINOVA, YU. K. AULEITNER and Z. G. PINSKER. Electronographic investigation of GaSe.
 S. A. SEMILETOV. Electronographic investigation of the structure of films of germanium obtained by vacuum deposition.
 V. G. ZUBOV and M. M. FIRSOVA. The measurement and the re-calculation of the dynamic elastic constants of quartz.
 V. G. ZUBOV and M. M. FIRSOVA. On certain peculiarities in the diffraction of light by ultrasonic waves in quartz.
 V. M. FRIDKIN. Certain results of the investigation of the photo-electret state of monocrystals of sulphur.
 M. V. KLASSEN-NEKLYUDOVA and A. A. URUSOVSKAYA. Investigation of the structure of the slip bands in crystals of the halides of thallium.
 V. P. BUTUZOV and E. G. PONYATOVSKII. Investigation of the polymorphic transformations of bismuth under super-high pressures.
 M. O. KLIYA. On the re-formation of dendritic crystals.
 A. A. CHERNOV. Estimation of the time of re-formation of inclusions in dendritic crystals.
 P. G. POZDNYAKOV. The growth of crystals of potassium tartrate.