

ACTA CRYSTALLOGRAPHICA

	PAGE
EDITORIAL PREFACE	1
JULIO GARRIDO. Observations sur la Diffusion des Rayons X par les Cristaux de ClO^3Na	3
C. J. B. CLEWS and W. COCHRAN. The Structures of Pyrimidines and Purines. I. A Determination of the Structures of 2-amino-4-methyl-6-chloropyrimidine and 2-amino-4, 6-dichloropyrimidine by X-ray Methods	4
KATHLEEN LONSDALE. Geiger Counter Measurements of Bragg and Diffuse Scattering of X-Rays by Single Crystals	12
BODIL JERSLEV. The Structure of Hydroxylammonium Chloride, NH_3OHCl , and Hydroxylammonium Bromide, NH_3OHBr	21
HELMUT G. F. WINKLER. Synthese und Kristallstruktur des Eukryptits, LiAlSiO_4	27
WALTER L. ROTH and DAVID HARKER. The Crystal Structure of Octamethylspiro [5·5] Pentasiloxane: Rotation about the Ionic Silicon-Oxygen Bond	34
SHORT COMMUNICATIONS	42
NOTES AND NEWS	45
BOOK REVIEWS	46

PUBLISHED FOR THE
INTERNATIONAL UNION OF CRYSTALLOGRAPHY
BY THE
CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS

AGENTS FOR U.S.A: AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS

Observations sur la Diffusion des Rayons X par les Cristaux de ClO_3Na

PAR JULIO GARRIDO

Instituto Nacional de Física y Química, Serrano 119, Madrid, Espagne

(Reçu le 7 juillet 1947)

The diffuse scattering of X-rays by crystals of NaClO_3 has been studied and the form of the isodiffusion surfaces associated with the reciprocal lattice points $\{200\}$ and $\{120\}$ has been determined. The study is of special interest in the case of NaClO_3 on account of the symmetry and structure of this substance (Zachariassen, 1929).

Méthode expérimentale

L'étude de la diffusion a été faite au moyen de la radiation complexe d'un tube à anticathode de Mo qui contenait une forte proportion de rayonnement monochromatique ($\lambda=0,71 \text{ \AA}$). Le tube fonctionnait avec une installation du type 'stabilivolt' sous 37 kV. et 14 mA. La divergence du faisceau de rayons X était de $34'$ dans le plan horizontal et de $50'$ dans le plan

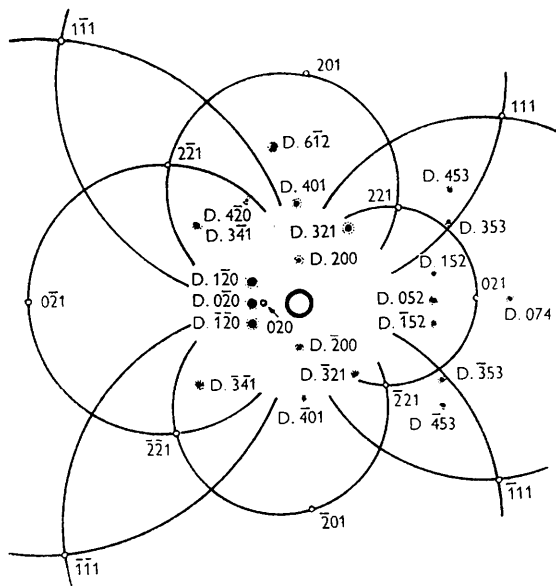


Fig. 1. Projection stéréographique du diagramme de la Pl. 1. D=réflexion diffuse

vertical. Un petit cristal monté sur un goniomètre était placé sur le trajet d'un faisceau de rayons X (dimensions du cristal: 3,5 mm. direction $[100]$; 0,7 mm. direction $[010]$; 0,7 mm. direction $[001]$). Les rayons issus du cristal immobile étaient enregistrés sur une plaque photographique (distance cristal-plaque = 33 mm.) ou sur un film cylindrique (rayon 29 mm.) (Kodak X-ray film, ultra-speed).

Sur les diagrammes (Pl. 1) on obtient les taches de Laue, et si le temps de pose est suffisant (plus de 6 heures) un certain nombre de taches diffuses dues à la réflexion des rayons X en dehors des conditions de Bragg. Les taches de Laue ne gênent pas en général l'étude des

radiations diffuses et ont l'avantage de servir à contrôler la position du cristal par rapport au faisceau incident. Les radiations diffuses dues au fond continu ont l'aspect de traînées dirigées vers le centre du diagramme et les radiations diffuses dues au rayonnement $K\beta$ peuvent être reconnues car elles correspondent aux mêmes pôles de diffusion que d'autres taches plus intenses dues au rayonnement $K\alpha$. Nous avons obtenu une cinquantaine de diagrammes avec des diverses orientations du cristal. Chacun de ces diagrammes a été représenté sur une projection stéréographique où nous avons signalé la position de quelques réflexions de Laue et des rayons diffusés (Fig. 1).

Nous obtenons de la sorte une projection stéréographique de la distribution des masses réciproques sur la surface de la sphère de réflexion. Chaque diagramme permet donc d'explorer une coupe (par une surface sphérique) de l'espace réciproque.

Le passage de la projection stéréographique à l'espace réciproque peut être fait au moyen d'une méthode analytique ou d'une méthode graphique. On obtient une précision suffisante par un procédé graphique si l'on fait un dessin à grande échelle (rayon de la sphère de réflexion = 18,6 cm.; arête du cube élémentaire du réseau polaire $B_0 = 2 \text{ cm.}$).

Résultats

Les taches diffuses produites par les cristaux de ClO_3Na sont plus larges que les taches de Laue et d'intensité notablement moindre. Des petites déviations de la position du cristal produisent un changement appréciable du diagramme de Laue mais en général font varier très peu les réflexions diffuses. Nous reproduisons ici les observations sur le domaine de diffusion (020). θ_0 est l'angle de Bragg, θ_i l'angle d'incidence et ϕ l'angle du rayon diffus avec le rayon incident.

La diffusion peut être représentée dans l'espace réciproque en moyen de surfaces d'isodiffusion qui entourent les nœuds du réseau polaire. Nous avons employé comme surface d'isodiffusion celle qui correspond à un pouvoir diffusant qui donne sur les diagrammes obtenus sous les conditions indiquées et avec 7 heures de pose le plus petit noircissement visible à l'œil nu. La forme des surfaces d'isodiffusion pour les domaines (020) et (120) est représentée sur Fig. 2.

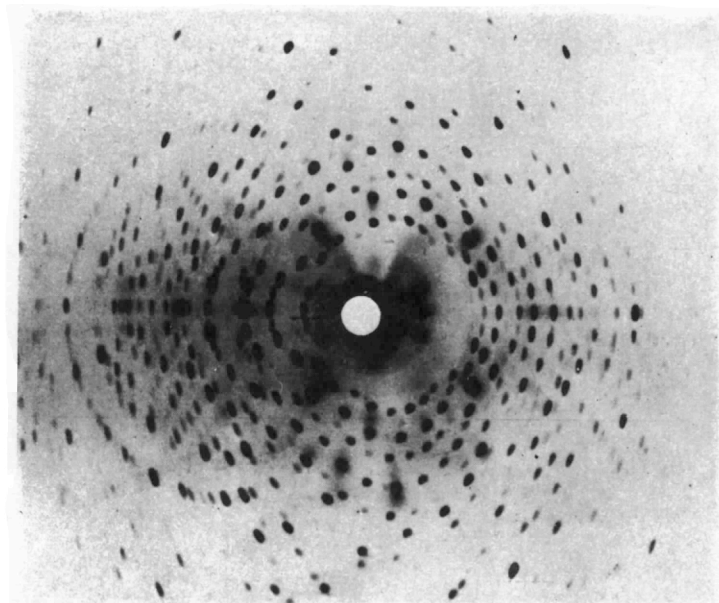


Diagramme de Laue de ClO_3Na montrant les réflexions diffuses. Anticathode de Mo—37 kV.; 14 mA.—7 heures de pose.—Film cylindrique $R=29$ mm.—Angle du rayon incident avec $[010]=4,4^\circ$; avec $[100]=90,5^\circ$.

Les nœuds à facteur de structure nul ne possèdent pas de domaine de diffusion mesurable. La grandeur du domaine de diffusion est en relation avec le facteur de structure, p.ex. le domaine de diffusion 020 est allongé parallèlement à l'axe [100] et atteint dans cette direction une longueur de $0,25 B_0$ ($F_{020} = 65$), le domaine de diffusion 040 possède dans cette direction la longueur $0,14 B_0$ ($F_{040} = 12$).

θ_i	$\theta_0 - \theta_i$	ϕ
- 1,2°	7,4°	12,4°
- 0,8°	7,0°	12,4°
+ 0,8°	5,4°	12,4°
+ 1,2°	5,0°	12,4°
+ 3,2°	3,0°	12,4°
+ 4,2°	2,0°	12,4°
+ 5,2°	1,0°	12,4°
+ 6,6°	-0,4°	12,4°
+ 8,8°	-2,6°	12,4°
+ 10,8°	-4,6°	12,4°
+ 12,8°	-6,6°	12,4°

Nous avons mesuré l'intensité approchée des réflexions diffuses en comparant le temps de pose nécessaire pour obtenir une réflexion de la même intensité quand le cristal est placé dans la position de Bragg. L'ordre de grandeur des intensités diffuses est à peu près le même pour les différents plans. Pour le plan 020 le rapport de l'intensité de la réflexion diffuse pour un angle d'incidence $\theta_i = 2^\circ$, à l'intensité de la réflexion de Bragg $\theta_i = 6^\circ 12'$ est de l'ordre de $1/14\ 000$.

Acta Cryst. (1948). **1**, 4

The Structures of Pyrimidines and Purines. I. A Determination of the Structures of 2-amino-4-methyl-6-chloropyrimidine and 2-amino-4, 6-dichloropyrimidine by X-ray Methods

By C. J. B. CLEWS AND W. COCHRAN

Crystallographic Laboratory, Cavendish Laboratory, Cambridge, England

(Received 10 October 1947)

The structures of two isomorphous pyrimidines 2-amino-4-methyl-6-chloropyrimidine and 2-amino-4,6-dichloropyrimidine have been studied by X-ray methods. The molecules are based on planar six-membered rings with the C-C and C-N bonds in the ring having approximately 50% double-bond character. It is found that for the compound containing the methyl group, the methyl groups and the chlorine atoms are distributed at random throughout the structure in two chemically, but not crystallographically, equivalent positions in the molecules. The structure is held together by the van der Waals forces between the chlorine atoms of adjacent molecules and by a system of hydrogen bonds.

Introduction

The pyrimidines and the purines are of considerable importance in relation to a group of biological substances, the nucleic acids, which are phosphoric esters of glucosides. These glucosides are, in turn, composed of sugars not known to occur in any other biological material and of pyrimidine and purine bases. Pyrimidine is a six-membered heterocyclic ring compound containing two nitrogen atoms, and, as in the case of benzene, resonance can occur between a number of

Le phénomène de la réflexion des rayons X en dehors des directions de Bragg admet pour le chlorate de

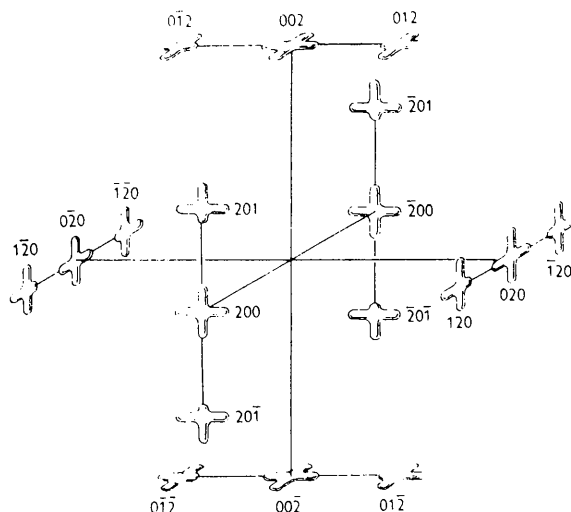


Fig. 2. Forme et position relative des domaines de diffusion des plans (020) et (120)

sodium un centre de symétrie, les phénomènes sont les mêmes sur les deux côtés d'un même plan réticulaire.

Bibliographie

ZACHARIASEN, W. H. (1929). *Z. Kristallogr.* **71**, 517.

structures, including the two Kekulé structures (I and II):

