



УДК 547.268'295.92

## ЭЛЕКТРОНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ЦЕТИЛПАЛЬМИТАТА

*Дуглас Л. Дорсет\***Отделение молекулярной биофизики Медикал Фаундейшен оф Буффало,  
Буффало, Нью-Йорк 14 203*

Определение кристаллической структуры цетилпальмитата выполнено в результате анализа электронограмм микрокристаллов. Как было предсказано Кольхасом в 1936 г., цетилпальмитат, подобно *n*-парафинам с четным числом атомов углерода, предпочтительно кристаллизуется в моноклинной форме как из полярных, так и неполярных растворителей. Менее предпочтительная ромбическая модификация, которую можно было бы ожидать как главную форму по аналогии с *n*-парафинами с нечетным числом атомов углерода, образуется только из неполярных растворителей в смеси с моноклинными кристаллами.

## Введение

Вследствие малых значений атомного номера наиболее сильно рассеивающих атомов ( $z=6$ ) количественные данные о кристаллической структуре длинноцепочечных алифатических соединений могут быть получены в результате анализа интенсивностей дифракции электронов от тонких микрокристаллов с использованием кинематической теории рассеяния [1—6]. Последние работы показали, что для выяснения структуры ромбических модификаций нормальных алканов с четным числом атомов углерода можно применять не только интенсивности рассеяния от поликристаллических текстур [1], но и дифракционные картины тонких микрокристаллов [6]. По их интенсивностям можно осуществить Фурье-уточнения структур и получить приемлемые молекулярные параметры, однако для лучшего согласования экспериментальных и расчетных структурных факторов необходимо введение динамической *n*-волновой поправки [7].

В продолжение наших работ по структурному исследованию длинноцепочечных соединений методом электронной дифракции удобны были бы соединения, которые, подобно ранее исследованным веществам [1—6], кристаллизовались бы так, чтобы ось алифатической цепи была наклонна к основной плоскости кристалла, а не перпендикулярна ей (и не параллельна падающему лучу). Поэтому как объект исследования выбран был цетилпальмитат, который представлял интерес как с точки зрения изучения природы дифракции электронов на микрокристаллах, так и в том смысле, что он являлся представителем длинноцепочечных структур, уже исследованных рентгенографически [8, 9] и методом электронной дифракции [10, 11]. Количественного же анализа кристаллической структуры цетилпальмитата до сих пор сделано не было.

\* Перевод Е. Б. Жигулиной.

## Экспериментальная часть

### а. Дифракция электронов

В работе использовались электронные микроскопы нескольких марок. Два электронных микроскопа фирмы «Philips EM-300» были снабжены гониометрами с наклонами  $\pm 60^\circ$  и полным вращением. Использовалось ускоряющее напряжение 80 кВ. Ток пучка ослабляли за счет прохождения пучка через 50-мкм апертуру в конденсорной линзе 1 и 20-мкм апертуру в конденсорной линзе 2. Дифрагирующую область пучка выделяли фокусировкой пучка конденсорной линзой 2. Дифракционную картину получали путем совмещения фокальной плоскости дифракционной линзы с обратной фокальной плоскостью объектива. Электронный микроскоп JEOL JEM-100U был снабжен гониометром с 30-градусным наклоном (ускоряющее напряжение 100 кВ). Падающий пучок ослабляли путем расширения его конденсорной линзой 1 и пропускания через 20-мкм апертуру в конденсорной линзе 2. Электронограммы получали в режиме микродифракции. Высоковольтный электронный микроскоп АБЭ-ЕМ7 был снабжен 60-градусным гониометром. Ускоряющее напряжение меняли от 200 до 900 кВ. Интенсивность пучка ослабляли благодаря максимальному смещению пучка, разведению пучка конденсорной линзой 1 и пропусканию его через 35-мкм апертуру в конденсорной линзе 2. Условия съемки дифракционной картины на микроскопе АБЭ-ЕМ7 были аналогичны условиям съемки на микроскопе «Philips EM-300».

Во всех экспериментах для регистрации результатов были использованы не обычные [12] пластины, а эмульсия, применяемая фирмой «Kodak» для безкрайних медицинских рентгеновских пленок, обладающая более высокой чувствительностью к быстрым электронам. Обычно применялись экспозиции  $1 \rightarrow 2$  с. Было показано, что такие экспозиции достаточны для получения удовлетворительных дифракционных картин, образец же при этом не претерпевает заметных радиационных разрушений [13].

После начальной фокусировки выбранного изображения кристалла все остальные дифракционные картины получали при разных углах наклона кристалла без регистрации электронно-микроскопического изображения. Определение ориентации оси наклона гониометра в дифракционной плоскости производили по дифракционному стандарту, согласно [14].

### б. Подготовка образца и калибровка

Микрокристаллы цетилпальмитата (99% чистоты, фирмы «Sigma Chemical Co., St. Louis, Mo.») выращивали на формваруглеродных подложках, помещенных на медные электронно-микроскопические сеточки. На подложку наносили каплю разбавленного раствора пальмитата в этаноле или легкой фракции нефти и быстро испаряли. Микрокристаллы моноклинного *n*-гексакозана (Aldrich Chemical Co., Milwaukee, Wisc.) и ромбического *n*-гексатриаконтана (Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y.) выращивали путем быстрого испарения разбавленных растворов в толуоле и легких фракциях нефти соответственно. Электронные микрофотографии образцов, отененных золотом, снятые на микроскопе «Siemens Ia», показали, что кристаллы парафинов растут террасными слоями вокруг винтовых дислокаций, как это и было описано ранее [15—17]. Кристаллы же цетилпальмитата из этанола имели форму ромбовидных пластинок толщиной  $\leq 1000$  Å без всяких признаков террасной структуры. Измерения углов между плоскостями  $\{110\}$  указывали на то, что кристаллы имеют моноклинную форму, как было описано Кольхасом [8].

Из легких фракций нефти образовывались микрокристаллы двух габитусов. Чаще встречалась вышеупомянутая моноклинная форма, дающая более толстые кристаллы. Иногда эти кристаллы не полностью ор-

ранены; например, в некоторых четко виден только тупой угол между плоскостями {110}. В кристаллах же другой модификации углы между плоскостями {110} соответствуют углам, описанным для ромбических модификаций парафинов [15, 16]. Кристаллизация из очень разбавленных растворов легких фракций нефти приводит иногда к дендритным структурам. Для определения межплоскостных расстояний в качестве стандарта использовалась дифракционная картина от поликристаллов золота, нанесенных на часть той же подложки.

### в. Денситометрия

Интегральные интенсивности пиков измерялись на микроденситометре «Joyce-Loebl Mk ПИС-S». Ширина щели при сканировании была 25 мкм, а длина ее соответствовала ширине самого темного дифракционного пятна. Максимальная ошибка по Вустеру [18] для самых темных пятен составляла примерно 10%.

## Определение параметров элементарной ячейки и пространственной группы

### а. Моноклинная модификация

Приравняв, что преобразованная величина  $\beta$  равна  $91,56^\circ$  (Crystal Data Determinative Tables [19]), мы получили из пяти электронограмм с рефлексами  $hk0$  следующие параметры элементарной ячейки:  $a = 5,59 \pm 0,08 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,46 \pm 0,03 \text{ \AA}$ , что находится в хорошем согласии с данными Кольхаса [8]. Кривая  $I_{11l}$ , построенная по серии электронограмм разного наклона, дает  $c^* = 0,0126 \text{ \AA}^{-1}$  или  $c = 79,4 \text{ \AA}$ , что с учетом ошибок измерения сопоставимо с величиной  $c = 77,9 \text{ \AA}$ , полученной Кольхасом.

Существуют некоторые сомнения относительно пространственной группы моноклинного цетилпальмитата. Данные рентгеноструктурного анализа [8] указывают на систематические погасания, согласующиеся с пространственной группой  $P2_1/c$ ; однако известно, что простой дицилиловый эфир [9] и другие алифатические соединения с подобной же упаковкой длинных цепей [20—22] относятся к пространственной группе  $P2_1/a$ . Систематические погасания, наблюдаемые при электронной дифракции вдоль обратных осей в плоскости  $hk0$  (рис. 1) и согласующиеся с плоской группой  $pgg$ , заставляют отдать предпочтение пространственной группе  $P2_1/a$ .

### б. Ромбическая модификация

Параметры элементарной ячейки определены по четырем электронограммам  $hk0$  с золотом в качестве внутреннего стандарта. Их значения ( $a = 7,45 \pm 0,16 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,97 \pm 0,01 \text{ \AA}$ ) хорошо согласуются с проекцией (001) субъячейки  $O_\perp$  — метилен [1]. Систематические погасания вдоль осей обратного пространства в плоскости  $hk0$  с симметрией  $mm$  распределения взвешенных интенсивностей указывают на плоскую группу  $pgg$ , что также находится в согласии с проекцией субъячейки.

## Анализ кристаллической структуры

### а. Моноклинная модификация

Наиболее ясные указания о характере упаковки алифатической цепи в моноклинном цетилпальмитате содержатся в электронограммах на отражение, опубликованных Тиссенем и Шоном [10], в которых штрихи интенсивностей, вызванные рассеянием на метиленовой субъячейке в

Дифракция от проекции (001) субъядейки кристалла моноклинного  
пятипальмитата, наклоненного на  $30^\circ$  относительно оси  $b$

Миллеровские индексы относятся к осям субъядейки, где  $a_s$  совпадает с осью  $b$  элементарной ячейки.  $R = \sum |F_o| - k |X| / \sum |F_o|$  вычислено на основании измерения  $\sum |F_o| = \sum |X|$ , где  $X = F_c$  для кинематических структурных факторов и  $X = \Phi_c$  для динамических факторов (приведенные величины структурных факторов не абсолютны)

$hk$	$ F_o $	$ F_c $ ( $B = 3,0 \text{ \AA}^2$ )	$ \Phi_c $		$hk$	$ F_o $	$ F_c $ ( $B = 3,0 \text{ \AA}^2$ )	$ \Phi_c $	
			число субъядеек					число субъядеек	
			16	31				16	31
20	4,07	5,44	5,05	5,37	22	1,91	0,98	1,49	2,09
40	2,26	2,12	1,89	1,57	32	1,08	1,11	1,05	1,13
60	0,99	0,46	0,37	0,24	42	1,13	0,37	0,71	0,86
11	4,50	5,77	5,29	5,72	52	0,66	0,80	0,84	0,54
21	1,06	1,15	1,08	1,23	62	0,50	0,04	0,19	0,49
31	2,10	1,58	1,91	2,34	72	0,42	0,45	0,49	0,11
41	0,80	0,79	0,76	0,77	13	1,15	1,36	1,23	0,70
51	1,17	0,71	0,67	0,48	23	0,73	1,00	0,95	0,90
61	0,47	0,52	0,51	0,32	33	0,76	0,44	0,56	0,43
71	0,59	0,27	0,35	0,58	43	0,84	0,50	0,85	0,52
02	2,08	3,11	2,89	2,82	53	0,50	0,39	0,29	0,11
12	0,57	1,00	0,93	1,03	$R$ -фактор		0,32	0,24	0,30

проекции (010), отклонены на азимут примерно в  $60^\circ$ . В своих исследованиях, проведенных методом дифракции на прохождении, мы перемещали наклоненные на  $30^\circ$  сетки с образцами, пока не находили должным образом ориентированные кристаллы, дающие дифракционные картины, отвечающие проекции (001) метиленовой субъядейки. Эти дифракционные картины характеризуются  $tm$ -симметрией и систематическими погасаниями вдоль обратных осей, что соответствует плоской группе  $pgg$ .

Межплоскостные расстояния при  $30^\circ$ , измеренные по серии электронограмм разного наклона, равны:  $d_{100} = 4,94 \text{ \AA}$ ,  $d_{010} = 7,54 \text{ \AA}$ , что хорошо согласуется с ранее определенными межплоскостными расстояниями субъядейки  $O_\perp$  [1,20].

Проверка предложенной дифракции субъядейки  $O_\perp$  — метилен проводится путем сравнения экспериментально найденных и рассчитанных величин структурных факторов. Расчет структурных факторов осуществляется на основе кинематической теории с учетом известных атомных координат субъядейки [1, 6, 23], причем изотропный температурный фактор  $B$  принимается равным  $3,0 \text{ \AA}^2$  [2]. (Для вычисления были использованы упоминавшиеся ранее программы для ЭВМ и таблицы структурных факторов [6].) Все данные приведены в табл. 1. При ускорении напряжения до  $900 \text{ кВ}$  (когда сфера Эвальда становится более плоской) не наблюдалось практически никаких изменений ни в распределении сравнительных интенсивностей в дифракционной картине субъядейки в плоскости  $hk0$ , ни в разрешении дифракции. Поэтому при определении структурных факторов на основании экспериментально найденных интенсивностей мы сочли возможным не пользоваться «фактором Лоренца», предложенным Вайнштейном [23] для мозаичных кристаллов. Как мы уже видели при структурном анализе  $n$ -гексатриаконтана, для того чтобы добиться лучшего соответствия с экспериментально полученными данными, необходимо провести расчеты в  $n$ -волновом динамическом приближении.

Применение приближения фазовой решетки [7], как и ранее [6], при рассмотрении стопки наложенных друг на друга 31 субъядейки толщиной  $\Delta z = 2,54 \text{ \AA}$  улучшает согласие между данными, приведенными в табл. 1. Рассмотрение стопки из 16 субъядеек приводит к еще лучшему согласию

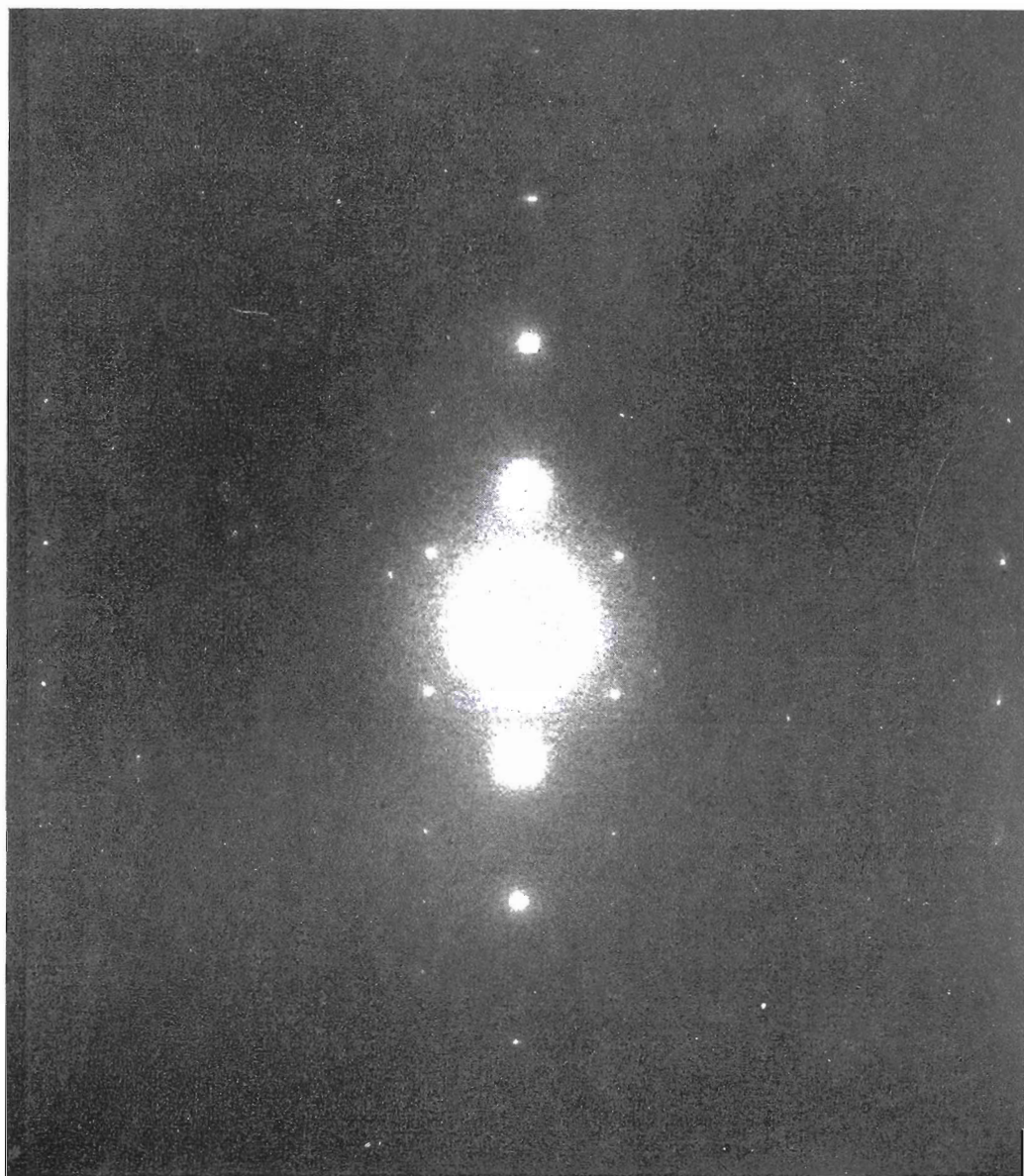


Рис. 1. Картина электронной дифракции от моноклинного цетилпальмитата в области  $hk0$ .  
Ускоряющее напряжение 80 кВ

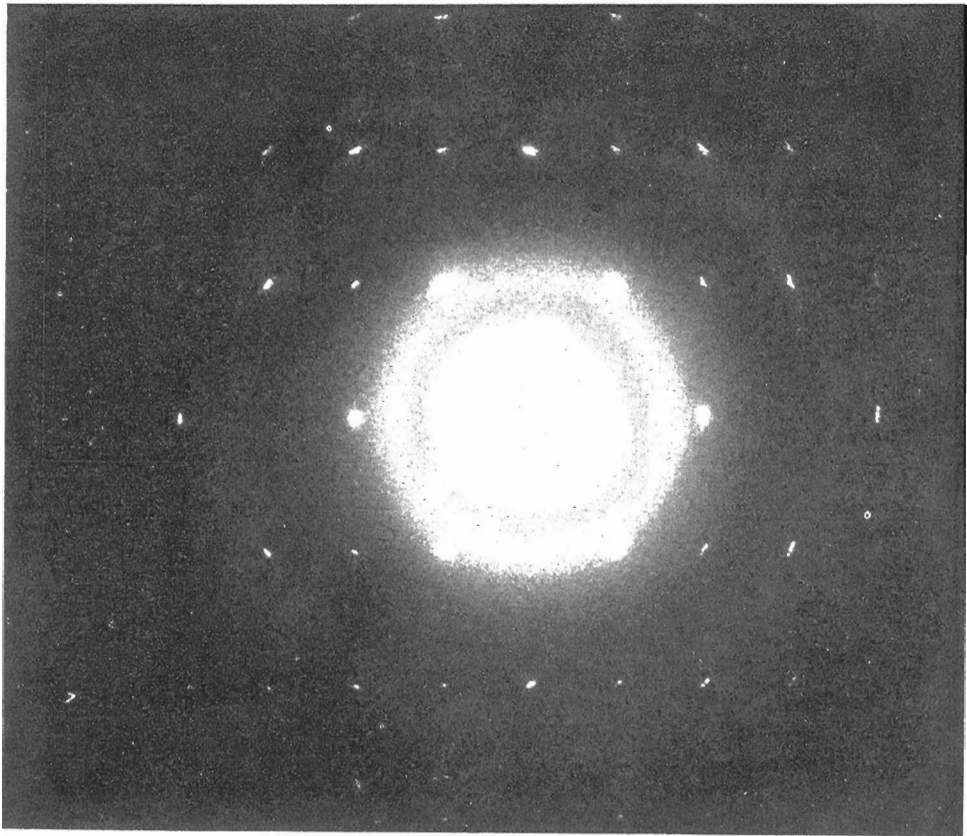


Рис. 2. Электронная дифракционная картина от кристалла циклогексана, снятая при наклоне в  $30^\circ$  относительно монокристаллической оси  $b$ . Ускоряющее напряжение 10 кВ. Заметно несколько слабых запрещенных рефлексов, вызванных многократным рассеянием (ср. с рис. 3)

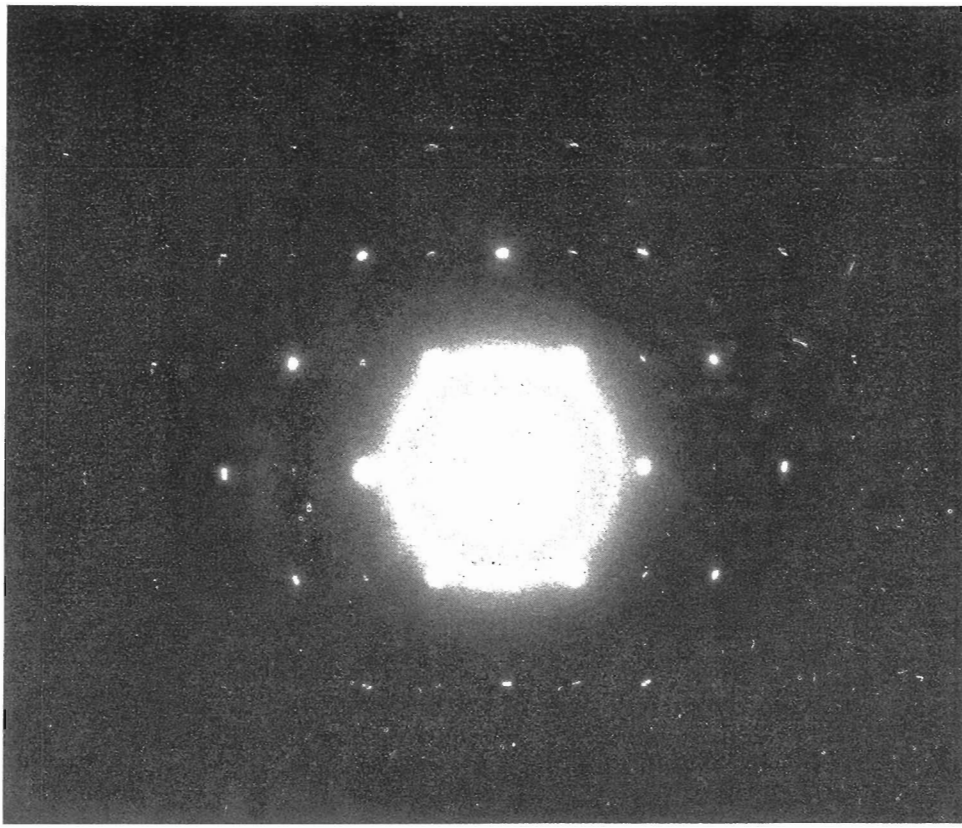


Рис. 3. Электронная дифракционная картина от ромбического циклогексана в области  $hk0$ . Ускоряющее напряжение 100 кВ

## Моноклинный цетилпальмитат

Дифракция элементарных ячеек, данные  $hk0$ .  $R$  вычислено только для 020, 040, 060, 110, 120, 130, 140, 150, 510, 530 и 550, так как остальные интенсивности очень слабы

$hk$	$ F_0 $	$ F_c $	$ \Phi_c $			$hk$	$ F_0 $	$ F_c $	$ \Phi_c $		
			число ячеек						число ячеек		
			1	2	3				1	2	3
02	4,20	6,20	5,90	5,40	4,12	35	0	0,0	0,02	0,01	0,04
04	1,98	1,99	1,98	2,06	1,80	40	0	0,08	0,08	0,18	0,17
06	0,73	0,21	0,46	0,77	1,03	41	0	0,01	0,01	0,01	0,01
11	0,71	0,58	0,55	0,52	0,36	42	0	0,06	0,07	0,10	0,17
12	0	0,13	0,11	0,10	0,07	43	0	0,02	0,02	0,02	0,03
13	0,46	0,23	0,29	0,30	0,33	45	0	0,03	0,04	0,07	0,07
14	0,41	0,12	0,12	0,10	0,10	51	1,70	1,01	0,95	0,94	0,71
15	0,33	0,07	0,11	0,18	0,28	52	0	0,02	0,02	0,01	0,01
16	0	0,07	0,07	0,09	0,10	53	0,91	0,60	0,59	0,64	0,59
20	0	0,04	0,04	0,04	0,05	54	0	0,02	0,02	0,02	0,03
21	0	0,04	0,04	0,03	0,02	55	0,68	0,20	0,24	0,35	0,46
22	0	0,03	0,04	0,03	0,03	60	0	0,05	0,08	0,10	0,20
23	0	0,07	0,04	0,06	0,05	61	0	0,01	0,01	0,01	0
24	0	0,01	0,03	0,02	0,06	62	0	0,04	0,06	0,10	0,20
25	0	0,04	0,04	0,04	0,05	63	0	0,02	0,02	0,02	0,04
31	0	0,05	0,04	0,04	0,03	64	0	0,02	0,04	0,06	0,17
32	0	0,07	0,06	0,06	0,04	65	0	0,02	0,02	0,03	0,04
33	0	0,03	0,03	0,03	0,04	$R$ -фактор		0,44	0,37	0,30	0,29
34	0	0,07	0,07	0,08	0,05						

Примечание.  $F_c$  — кинематический структурный фактор;  $|\Phi_c|$  —  $n$ -волновой динамический структурный фактор.

между экспериментальными и вычисленными факторами. В этой проекции мы видим хорошую аналогию между нашими данными и данными, полученными для моноклинного кристалла парафина [20].

Аналогия с моноклинными парафинами распространяется и на элементарную ячейку с дифракционной картиной  $hk0$ . Сравнение наблюдаемых структурных факторов  $hk0$  для кристаллов цетилпальмитата и моноклинного  $n$ -гексакозана дает  $R$ -фактор 0,18. Аналогичное сравнение данных для кристалла ромбического  $n$ -гексатриаконтана, повернутого на  $30^\circ$  вокруг оси с периодом  $a = 7,37 \text{ \AA}$  [6], дает  $R$ -фактор 0,14.

В табл. 2 сравниваются экспериментальные  $hk0$  данные для цетилпальмитата с рассчитанными структурными факторами как по кинематическим формулам, так и с динамической  $n$ -лучевой поправкой, вычисленными для одной и двух элементарных ячеек. (В этом расчете для модели упаковок метиленовых звеньев в проекции (001) были взяты преобразованные координаты моноклинного  $n$ -гексатриаконтана [19, 20] ( $\beta = 91,67^\circ$ ), поскольку было найдено, что наклон цепи цетилпальмитата близок наклону цепи  $n$ -парафинов, определенному по методу электронной дифракции на отражение [10].) Хотя рассматриваемые толщины выходят за пределы, допустимые для вычислений фазовых решеток для идеальных кристаллов [24], из-за мозаичности кристаллов смазывание точек обратной решетки вдоль  $c^*$  несколько снимает возражения против применения этого приближения. Интересно отметить, что эвристическое применение расчета фазовой решетки правильно предсказывает появление слаборазличимых рефлексов  $4k0$  и  $6k0$  от кристаллов, толщина которых больше двух элементарных ячеек. Улучшение совпадения экспериментальных данных с динамическими структурными факторами  $hk0$ , вычисленными для двух элементарных ячеек (табл. 2), позволяет предположить, что кристаллы цетилпальмитата, выращенные из спирта, состоят из мозаичных блоков, толщина которых не меньше двух элементарных ячеек.

**Дифракция субъячейки ромбического цетилпальмитата в проекции (001)**  
 Миллеровские индексы относятся к осям субъячейки.  $R = \sum \|F_0\| - k \|X_{\parallel}\| / \sum \|F_0\|$   
 вычислено на основании измерения  $\sum \|F_0\| = \sum \|X\|$ , где  $X = F_c$  для кинематических  
 структурных факторов и  $X = \Phi_c$  для динамических структурных факторов.  
 (Величины структурных факторов не абсолютны.)

hk	$\ F_0\ $	$\ \Phi_c\ $   $\ F_c\ $		hk	$\ F_0\ $	$\ \Phi_c\ $   $\ F_c\ $		hk	$\ F_0\ $	$\ \Phi_c\ $   $\ F_c\ $	
		(B = 3,0 Å <sup>2</sup> )				(B = 3,0 Å <sup>2</sup> )				(B = 3,0 Å <sup>2</sup> )	
20	4,58	4,76	5,07	51	0,72	0,63	0,66	52	0,41	0,79	0,75
40	1,61	1,78	1,98	02	2,58	2,73	2,90	13	1,07	1,16	1,27
11	5,34	4,98	5,38	12	0,81	0,88	0,93	23	0,55	0,90	0,93
21	1,17	1,02	1,07	22	1,72	1,40	0,91	33	0,52	0,53	0,41
31	2,31	1,80	1,47	32	0,90	0,99	1,03	43	0,52	0,80	0,70
41	0,86	0,72	0,73	42	0,90	0,67	0,35	R-фактор		0,14	0,19

### б. Ромбическая модификация

Дифракционные картины от кристалла ромбической модификации цетилпальмитата характерны для проекции (001) субъячейки  $O_{\perp}$  — метилен (рис. 3). Поскольку ромбические кристаллы гораздо тоньше моноклинных, они часто претерпевают эластический изгиб, вследствие чего когерентную дифракцию можно получить только от однослойного участка кристалла или даже только от части такого участка. Это мы наблюдаем в случае ромбического *n*-гексаэтриаконтана [6]. Поэтому дифракционная картина может отразить строение субъячейки; строения же истинной (реальной) элементарной ячейки, предсказанной на основании минимизации энергии упаковки в плоскостях концевых метильных групп [26], дифракционная картина показать не может. Это хорошо видно из табл. 3, где приведено сравнение экспериментальных структурных факторов со структурными факторами, рассчитанными на основе кинематических предположений и с учетом модели фазовой решетки для монослоя.

### Выводы

Показано, что структура моноклинных кристаллов, предложенная Кольхасом для цетилпальмитата [8, 9], правильна. Алифатические цепи наклонены к плоскости концевых метильных групп на 60° и упакованы в субъячейку  $O_{\perp}$  — метилен. (Истинный наклон алифатической цепи, вероятно, немного больше [10], но вследствие несовершенства полимерной пленки-подложки и мозаичности кристалла цетилпальмитата такие дифракционные картины обычно получаются при наклоне сеточки в микроскопе на 30°.) Сходство между упаковками цетилпальмитата и моноклинных модификаций *n*-парафинов с четным числом атомов углерода в цепи представляется довольно удивительным, так как трудно было предполагать, что поведение эфирного кислорода будет сильно отличаться от поведения атома углерода цепи. Нормальные углеводороды с нечетным числом атомов углерода в цепи обычно не дают моноклинных кристаллов [25], так как им при упаковке энергетически более выгодно сохранять зеркальную симметрию перпендикулярно к оси цепи [26]. (Известно, однако, одно исключение из этого правила [27].) Ромбическую упаковку сохраняет симметричный длинноцепочечный кетон с нечетным числом углеродов [28] и асимметричный кетон 15-кетотетраэтриаконтан-13-кетотриаконтаноат [4], выделенный из воска насекомых.

Микрористаллы менее предпочтительной ромбической формы, описанные также в ранних работах итальянских авторов [29], можно получить



из неполярных растворителей. У них оси щелей перпендикулярны плоскости {001} и упакованы в  $O_{\perp}$ -метиленовую субъячейку аналогично ромбическим парафинам.

Было бы интересно методом рентгеноструктурного анализа легкодоступных моноклинных макрокристаллов проследить влияние возмущения, оказываемое эфирным участком на упаковку кристалла. Эластичная деформация ограничивает предельную толщину когерентно рассеивающих участков кристалла [30], что ясно заметно на ромбических кристаллах. С другой стороны, динамические расчеты для  $hk0$ -данных от моноклинных кристаллов подразумевают, что когерентно рассеивающий участок имеет толщину не менее двух элементарных ячеек (табл. 2). При этом подразумевается непрерывность направления молекулярной цепи в кристалле, вследствие чего в проекции (001) субъячейка никак не проявляется. Хотя такое же представление дает модель Кольхаса для цетилпальмитата [9] и модель аналогичного соединения с той же моноклинной решеткой [22], однако оно никак не вытекает из самого принципа упаковки [20]. Другая динамическая модель, которая учитывает ограниченную толщину областей когерентного рассеяния, рассматривает стопку параллельных плоскостей совершенного кристалла, для которых высшие члены разложения в экспоненте уравнения фазовой решетки имеют гораздо большее значение, чем для вычислений, сделанных для идеального монокристалла. Это положение мы предполагаем проверить на кристаллах бегеновой кислоты (*B*-форма), у которой отдельные бимолекулярные слои видны на электронных микрофотографиях [32].

Автор приносит благодарность следующим своим коллегам за разрешение пользоваться их оборудованием: д-ру Дональду Ф. Парсонсу из Лаборатории электронной оптики, институт Росвелл Парк Мемориал, Буффало, Нью-Йорк; д-ру С. Рамалингэму из отдела прикладной механики, Государственный университет Нью-Йорка, Буффало, Нью-Йорк; д-ру Дж. Дж. Флинну, Отдел биологических наук, Государственный университет Нью-Йорка, Албани, Нью-Йорк. Работа на высоковольтном микроскопе в Висконсинском университете г. Мэдисон финансировалась отделением биотехнологии Отдела финансирования научных исследований Института народного здравоохранения. Автор благодарит докторов Д. Ф. Джонсона и Д. Ньюбергера за содействие при работе на высоковольтном электронном микроскопе, а также Мишель Рейнагель, Цинтию Строжевскую и Томаса Стюарта за помощь в работе. Работа финансировалась Национальным институтом медицинских наук.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Vainshtein B. K., Lobachev A. N., Stasova M. M. (1958) *Sov. Phys.— Crystallography*, **3**, 452.
2. Dorset D. L. (1974) *Chem. and Phys. Lipids*, **13**, 133.
3. Dorset D. L. (1975) *Biochim. et biophys. acta*, **380**, 257.
4. Dorset D. L. *Chem. and Phys. Lipids* (in press).
5. Dorset D. L. *Naturwissenschaften* (in press).
6. Dorset D. L. (in preparation).
7. Cowley J. M., Moodie A. F. (1959) *Acta crystallogr.*, **12**, 360.
8. Kohlhaas R. (1938) *Z. Kristallogr.*, **98**, 418.
9. Kohlhaas R. (1940) *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, **73B**, 189.
10. Thiessen P. A., Schoon Th. (1937) *Z. phys. Chem.*, **B 36**, 216.
11. Schoon Th. (1938) *Z. phys. Chem.*, **B39**, 385.
12. Matricardi V. R., Wray G. P., Parsons D. F. (1972) *Micron*, **3**, 526.
13. Dorset D. L., Turner J. N., Parsons D. F. (1974) *Proc. 32nd Ann. Electron Microscopy Soc. America Meeting*, p. 108 (Claitors Publishing Baton Rouge).
14. Dorset D. L. (in preparation).
15. Anderson N. G., Dawson I. M. (1953) *Proc. Roy. Soc. (London)*, **A218**, 255.
16. Dawson I. M., Vand V. (1954) *Proc. Roy. Soc. (London)*, **A206**, 555.
17. Keller A. (1961) *Phil. Mag.*, **6**, 329.
18. Wooster W. A. (1964) *Acta crystallogr.*, **17**, 878.

19. Donnay J. D. H., Donnay G. (eds.) (1963) *Crystal Data Determinative Tables*, Second Edition, American Crystallographic Association.
20. Shearer H. M. M., Vand V. (1956) *Acta crystallogr.*, **9**, 379.
21. Larsson K., Sydow E. V. (1966) *Acta chem. scand.*, **20**, 1203.
22. Dorset D. L., Hybl A. (1972) *Science*, **176**, 806.
23. Teare P. W. (1959) *Acta crystallogr.*, **12**, 294.
24. Cowley J. M., Moodie A. F. (1962) *J. Phys. Soc. Japan*, **17** (BII), 86.
25. Piesczek W., Strobl G. R., Mahlzahl K. (1974) *Acta crystallogr.*, **B30**, 1278.
26. Kitaigorodskii A. I. (1961) *Organic Chemical Crystallography*, p. 193 (New York: Consultant's Bureau).
27. Stenhagen E., Tägtström B. (1944) *J. Amer. Chem. Soc.*, **66**, 845.
28. Malta V., Cojazzi G., Zannetti R., Amati L. (1974) *Gazz. chim. ital.*, **104**, 921.
29. Natta G., Baccaredda M., Rigamonti R. (1935) *Gazz. chim. ital.*, **65**, 182.
30. Cowley J. M. (1961) *Acta crystallogr.*, **14**, 920.
31. Cowley J. M., Moodie A. F. (1959) *Acta crystallogr.*, **12**, 423.
32. Amelinckx S. (1956) *Acta crystallogr.*, **9**, 16.

Поступила в редакцию  
20.IX.1975

## ELECTRNOGRAPHIC CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF CETYL PALMITATE

DOUGLAS L. DORSET

*Molecular Biophysics Department Medical Foundation of Buffalo, Buffalo,  
New York 14203*

Single crystal electron diffraction intensity data from cetyl palmitate are used in structure analysis. The predominant monoclinic form, obtained from both polar and non-polar solvents, crystallizes in a fashion predicted by Kohlhaas in 1936 — i. e. like monoclinic even-numbered *n*-paraffins. The less — favored orthorhombic polymorph, which would be expected to be the major form by analogy to odd-numbered *n*-paraffins, is obtained only from non-polar solvents in mixture with the monoclinic crystals.

---