

Short Communications

Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 500 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible; and proofs will not generally be submitted to authors. Publication will be quicker if the contributions are without illustrations.

Acta Cryst. (1956). **9**, 768

Zur Kristallographie des Lävoglukosans. Von F. HALLA und W. R. RUSTON, *Laboratorium der S.E.R.A.I., 4 rue Montoyer, Brüssel, Belgien*, und R. VAN TASSEL, *Institut royal des Sciences Naturelles de Belgique, Bruxelles, Belgique*

(Eingegangen am 4. Mai 1956, wiedereingereicht am 7. Juni 1956)

Von French (1954) wurde für diese Substanz die Raumgruppe $P2_12_12_1$ und als Abmessungen der Elementarzelle $a = 6,7$; $b = 13,4$; $c = 7,5$ Å angegeben, ohne Beziehung auf das Achsenverhältnis

$$a:b:c = 1,0164:1:0,5674$$

nach Wyruboff (1894).

Wir haben die Substanz durch Destillation von reiner Zellulose im Hochvakuum von etwa 10^{-4} Torr. bei 350°C . hergestellt. Aus dem syrupösen Destillat schieden sich nach einigen Wochen einige feine Nadeln und der in Fig. 1 dargestellte tafelige Kristall von etwa 8 mm. Länge und leicht bräunlichem Farbton ab.

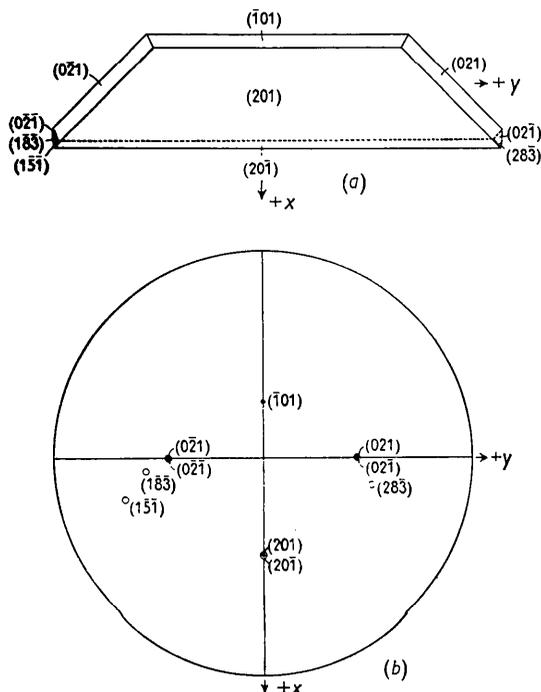


Fig. 1. (a) Kristall von Lävoglukosan. Die x - und die y -Achse liegen in der Zeichenebene.

(b) Stereographische Projektion. ●: Flächenpole über dem Äquator; ○: Flächenpole unter dem Äquator.

Nur die Flächen (201) und $(20\bar{1})$ (in der Wyruboffschen Aufstellung) gaben gute Signale, manche überhaupt keine. Die Kanten waren zum Teil abgerundet. Aus den Flächenwinkeln

$$(\bar{1}01):(0\bar{2}1) = 54^\circ 57' \pm 4'$$

$$(021):(201) = 64^\circ 10' \pm 10'$$

$$(0\bar{2}1):(021) = 97^\circ 11' \pm 13'$$

ergab sich ein Achsenverhältnis $a:b:c = 1,0087:1:0,5671$; wir möchten den Wyruboffschen Werten den Vorzug geben.

Ausser den erwähnten Flächen waren noch $(02\bar{1})$ und $(0\bar{2}1)$ vorhanden, ferner die unsicher indizierbaren Vizinflächen $(28\bar{3})$, $(1\bar{8}\bar{3})$, $(1\bar{5}\bar{1})$.

Eine Drehkristallaufnahme mit $\text{Cu } K\alpha = 1,539$ kX. um $[\bar{2}24]_W$ ergab $24,43 \pm 0,19$ kX., eindeutig identisch mit $\tau_{[122]}$ nach French. Das bedeutet, dass die Transformation der Indizes auf die Elementarzelle nach

$$h_F = 2h_W, k_F = k_W, l_F = 2l_W$$

zu erfolgen hat. Die genaueren Dimensionen der Zelle sind demnach

$$a = 13,59, b = 6,68_6, c = 7,58_6 \text{ kX.}$$

Die optischen Konstanten wurden neu vermessen. Für die D -Linie des Natriums ergaben sich die Brechungsindizes

$$n_\alpha = 1,552, n_\beta = 1,563, n_\gamma = 1,569$$

mit einem Fehler von $\pm 0,001$.

Die Orientierung der Indicatrix ist

$$a = \alpha, b = \beta, c = \gamma.$$

Der optische Achsenwinkel, am Universaldrehtisch vermessen, war $2V_\alpha = 38 \pm 1^\circ$; als Achsenebene ergab sich (010), während Wyruboff (100) angibt.

Literatur

FRENCH, D. (1954). *Acta Cryst.* **7**, 136.

WYRUBOFF, G. (1894). *Bull. soc. chim. Fr.* **11**, 952.

[Referat bei GROTH, P. (1896). *Z. Kristallogr.* **26**, 329.]