

CALLERI M., FERRARIS G. e VITERBO D.: *Notizie preliminari sulla struttura della Ni-gliossima e della anidride dell'acido p-clorobenzoico* (*).

La Ni-gliossima $(\text{H}_2\text{C}_2\text{N}_2\text{O}_2\text{H})_2\text{Ni}$ cristallizza nel sistema monoclinico, classe monoclinico prismatica, con due molecole per cella elementare ed appartiene al gruppo spaziale $P2_1/c$. Le costanti reticolari, ottenute da misure al diffrattometro, sono:

$$a_0 = 4,1961 \pm 0,0008 \text{ \AA}; \quad b_0 = 7,2005 \pm 0,0013 \text{ \AA}; \quad c_0 = 12,4039 \pm 0,0020 \text{ \AA}; \\ \beta = 91^\circ 4' \pm 1'.$$

Le intensità sono state raccolte al diffrattometro con un cristallo singolo, misurando circa il 96% dei riflessi accessibili con la radiazione $\text{CuK}\alpha$; i riflessi indipendenti « osservati » sono oltre 600. La struttura è stata risolta mediante lo studio di funzioni di Patterson bi- e tridimensionali. Dopo alcune proiezioni di densità elettronica e sintesi differenza si è passati all'affinamento dei parametri termici e di posizione mediante il metodo dei minimi quadrati ed attualmente per tutti i riflessi osservati si ha $R = 0,05$. La molecola si presenta piana e il Ni coordina planarmente quattro atomi di azoto.

L'anidride dell'acido p-clorobenzoico, $(\text{ClC}_6\text{H}_4\text{CO})_2\text{O}$, cristallizza nel sistema monoclinico, classe prismatica, con due molecole per cella elementare ed è stata assegnata al gruppo spaziale $P2/c$ in base alle estinzioni sistematiche ed alla assenza dell'effetto piezoelettrico.

I parametri della cella elementare sono:

$$a_0 = 3,885 \pm 0,003 \text{ \AA}; \quad b_0 = 5,945 \pm 0,002 \text{ \AA}; \quad c_0 = 27,245 \pm 0,006 \text{ \AA}; \\ \beta = 94^\circ 5' \pm 10'.$$

Proprietà ottiche:

$$\alpha = 1,509; \quad \beta = 1,702; \quad \gamma = 1,844; \quad \text{il P.A.O. è parallelo a } (010); \\ 2V_X = 72^\circ 48'; \quad \widehat{xX} = 16^\circ 35'.$$

La struttura è stata risolta ricorrendo a proiezioni della funzione di Patterson lungo $[100]$ e $[010]$; i parametri termici e posizionali finali sono stati ottenuti trattando con il metodo dei minimi quadrati i riflessi tridimensionali misurabili con la rad. $\text{CuK}\alpha$ ($R = 0,070$).

Le molecole, con simmetria C_2 non sono planari; è invece piana, in prima approssimazione, mezza molecola. Lungo l'asse delle z esistono delle catene elicoidali di molecole; lungo l'asse delle x si succedono strati di molecole composti dalle suddette catene. Tra strato e strato e tra catena e catena si verificano deboli contatti intermolecolari.

(*) Struttura cristallina e molecolare dell'anidride dell'acido p-clorobenzoico. « Atti Acc. delle Scienze di Torino », 100, 145 (1965). The Crystal and Molecular Structure of Ni-Glyoxime, « Acta Gryst. », in corso di stampa.