

Tableau 5. Principaux contacts intermoléculaires

N(1)-N(2, III)	3,03 Å	N(2)-N(1, III)	3,03 Å
H(2)-C(1, III)	3,25	C(1)-H(2, III-a)	3,25
H(2)-C(2, III)	3,07	C(2)-H(2, III-a)	3,07
H(2)-C(3, III)	2,96	C(3)-H(2, III-a)	2,96
H(2)-C(4, III)	3,07	C(4)-H(2, III-a)	3,07
H(2)-C(5, III)	3,21	C(5)-H(2, III-a)	3,21
H(2)-C(6, III)	3,32	C(6)-H(2, III-a)	3,32
H(3)-C(4, III)	2,88	C(4)-H(3, III-a)	2,88
O(2)-C(6, I+a)	3,42	C(6)-O(2, I-a)	3,42
O(2)-H(6, I+a)	2,56	H(6)-O(2, I-a)	2,56
C(2)-C(5, I+a)	3,77	C(5)-C(2, I-a)	3,77
C(2)-H(5, I+a)	3,13	H(5)-C(2, I-a)	3,13
H(2)-C(5, I+a)	3,14	C(5)-H(2, I-a)	3,14
O(1)-N(2, II+a)	3,59	N(2)-O(1, II+a-c)	3,59
N(1)-N(2, II+a)	3,76	N(2)-N(1, II+a-c)	3,36
O(1)-N(2, IV+a)	3,58	N(2)-O(1, IV+a-b)	3,58
O(1)-H(5, III-b)	2,95	H(5)-O(1, III-a-b)	2,95
C(1)-C(5, III-b)	3,59	C(5)-C(1, III-a-b)	3,59
C(1)-H(5, III-b)	2,89	H(5)-C(1, III-a-b)	2,89
C(6)-H(5, III-b)	2,92	H(5)-C(6, III-a-b)	2,92

La valeur moyenne du volume moléculaire de l'eau dans ces composés est de 23,5 Å³. Elle est comparable à la valeur trouvée (22 Å³) pour le sulfanilamide. Ce résultat suggère un effet quasiment additif des volumes moléculaires de l'eau et de la molécule organique.

Références

ALLÉAUME, M. & DECAP, J. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 731.
 ALLÉAUME, M. & DECAP, J. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 934.
 BRUSENTSEV, F. A. (1963). *Soviet Phys. Cryst.* **8**, 263.

CRUICKSHANK, D. W. J. (1959). In *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. II, p. 84. Birmingham: Kynoch Press.

NOVAK, A., LASCOMBE, J. & JOSIEN, M. L. (1966). *J. Physique*, **27**, C-2.

O'CONNELL, A. M. & MASLEN, E. N. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 134.

O'CONNOR, B. H. & MASLEN, E. N. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 363.

RAE, A. I. M. & MASLEN, E. N. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 1285.

WATANABE, A. (1941). *Naturwissenschaften*, **29**, 116.

Acta Cryst. (1968). B **24**, 222

Die Kristallstruktur von α -p-Aminobenzoesäure

VON O. JARCHOW

Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Hamburg, Deutschland

UND L. KÜHN

Institut für Mineralogie und Petrologie der Universität Münster|Westf., Deutschland

(Eingegangen am 20. Februar 1967 und wiedereingereicht am 2. Juni 1967)

The structure of α -p-aminobenzoic acid has been determined and refined to $R=10\%$. This structure determination agrees closely with that of Lai and Marsh, which appeared a few weeks after this paper had been submitted.

Im Zusammenhang mit Untersuchungen über Chemisorptionen biologischer Stoffe an Quarzoberflächen (Seifert & Kühn, 1962; Kühn, 1966) wurde für eine genaue Interpretation der experimentellen Ergebnisse die Strukturbestimmung von α -p-Aminobenzoesäure (kurz als α -PABS bezeichnet) notwendig. Während unserer Untersuchungen wurde uns eine erste Strukturbestimmung der α -PABS von Killean, Tollin, Watson

& Young (1965) bekannt. Die Mitteilung der genannten Autoren beschränkte sich jedoch auf eine Projektion in Richtung c . Erst nach Abschluss der Verfeinerungsarbeit erhielten wir Kenntnis von einer anderen Arbeit zum gleichen Thema (Lai & Marsh, 1967), die etwa zur gleichen Zeit durchgeführt wurde. Da beide Arbeiten zu angenähert gleichen Ergebnissen kommen, beschränken wir uns auf die Wiedergabe unserer Ergeb-

nisse und verweisen für die ausführliche Strukturbeschreibung auf die Arbeit von Lai & Marsh.

Hiervon ausgehend wurden die Abweichungen der Atome von der Ebene berechnet, die Tabelle 3 wiedergibt.

Experimentelles

α -PABS kristallisiert im Normalfall stark verzwilligt. Aus einer bei Zimmertemperatur gesättigten Lösung von 50 Vol% Wasser zu 50 Vol% Äthanol gelang es Kristalle zu züchten, die praktisch unverzwilligt waren. Diese wurden für die vorliegende Untersuchung verwandt.

Gitterkonstanten

$$a = 25,50 \mp 0,02, \quad b = 27,16 \mp 0,02, \quad c = 3,85 \mp 0,01 \text{ \AA}$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

$$D_{\text{rtg}} = 1,38_2 \text{ g.cm}^{-3}; \quad D_{\text{exp}} = 1,38 \text{ g.cm}^{-3}; \quad Z = 16.$$

Unter Verwendung von Cu $K\alpha$ -Strahlung und Anwendung der multiplen Filmmethode wurden Intensitäten der 0.-3.ten Schicht von Weissenbergaufnahmen um [001] ausgewertet. Die Schwärzungsdaten wurden in Intensitäten umgewandelt und nach dem Datenreduktionsprogramm im *X-ray System* (1963) weiter korrigiert. Insgesamt wurden 1005 gut beobachtbare Reflexe ermittelt und für die Strukturuntersuchung herangezogen. Aus den Auslöschungen ergibt sich $C112_1/b$ als eindeutige Raumgruppe. Diese unkonventionelle Aufstellung ergibt sich durch die Wahl eines rhombischen Gitters, das für eine spätere Diskussion der Polytypie und Fehlordnung im PABS geeigneter ist, als das von Lai & Marsh gewählte monokline Gitter.

Strukturbestimmung und Ergebnisse

Ausgangspunkt der Strukturverfeinerung waren die x, y -Koordinaten aus der Arbeit von Killean *et al.* Ein erster Anhalt für die z -Koordinaten eines Moleküls wurde aus Abstandsrechnungen gewonnen. Eine weitere Verfeinerung dieses Modells wurde nach der Gausschen Ausgleichsmethode mit dem Programm ORFLS von Busing, Martin & Levy (1962) vorgenommen. Der R -Faktor liegt nach Abschluss der isotropen Verfeinerung für alle beobachteten Werte bei 11% und für den anisotropen Fall bei 10%. In Tabelle 1 sind unsere abschließenden Koordinaten denen von Lai & Marsh gegenübergestellt, nachdem diese ebenfalls auf die rhombische Aufstellung transformiert wurden. Die auf Grund der Koordinaten Tabelle 1 berechneten Abstände zeigt die Tabelle 2. Beide symmetrisch unabhängigen Moleküle zeigen geringe Unterschiede in Abständen und Winkel sowie eine nur angenäherte Planarität der dimeren Einheiten. Aus den Atomlagen des Benzolringes wurden die jeweiligen Ebenengleichungen nach dem Ausgleichsverfahren ermittelt, diese lauten:

$$\text{Molekül I: } 8,540_5 X + 8,821_2 Y + 3,405_3 Z = 0,299_7$$

$$\text{Molekül II: } 8,269_4 X + 9,273_5 Y + 3,396_4 Z = -4,1355.$$

Tabelle 1. *Atomparameter*

	x	y	z
(a) Jarchow-Kuehn			
C(1)	0,0743	-0,2092	0,4365
C(2)	0,1102	-0,1761	0,2738
C(3)	0,0934	-0,1291	0,1856
C(4)	0,0412	-0,1124	0,2761
C(5)	0,0071	-0,1455	0,4459
C(6)	0,0247	-0,1924	0,5291
C(7)	0,0239	-0,0649	0,173
N(1)	0,0902	-0,2571	0,5125
O(1)	0,0529	-0,0341	0,0101
O(2)	-0,0237	-0,0509	0,2602
C(11)	0,1787	-0,4574	0,4569
C(12)	0,1424	-0,4256	0,3021
C(13)	0,1592	-0,3787	0,1957
C(14)	0,2100	-0,3615	0,285
C(15)	0,2456	-0,3940	0,4534
C(16)	0,2303	-0,4397	0,5494
C(17)	0,2260	-0,3130	0,1714
N(11)	0,1646	-0,5052	0,5493
O(11)	0,1946	-0,2835	0,0247
O(12)	0,2748	-0,3000	0,2358
(b) Lai-Marsh			
C(1)	0,0743	-0,2086	0,4379
C(2)	0,1084	-0,1759	0,2738
C(3)	0,0921	-0,1293	0,1898
C(4)	0,0416	-0,1127	0,2733
C(5)	0,0079	-0,1453	0,4422
C(6)	0,0237	-0,1923	0,5258
C(7)	0,0243	-0,0637	0,1681
N(1)	0,0898	-0,2563	0,5079
O(1)	0,0523	-0,0343	0,0089
O(2)	-0,0239	-0,0515	0,2586
C(11)	0,1787	-0,4570	0,4648
C(12)	0,1437	-0,4254	0,2967
C(13)	0,1591	-0,3785	0,2073
C(14)	0,2097	-0,3616	0,2821
C(15)	0,2444	-0,3933	0,4530
C(16)	0,2294	-0,4405	0,5452
C(17)	0,2261	-0,3123	0,1727
N(11)	0,1648	-0,5048	0,5445
O(11)	0,1952	-0,2835	0,0236
O(12)	0,2745	-0,3007	0,2343

Für (a) sind die Standardabweichungen der Koordinaten einer Atomsorte annähernd gleich.

Der Mittelwert für die Standardabweichung aller C-Atome beträgt: $\sigma(x) = \sigma(y) = \sigma(z) = 0,009 \text{ \AA}$.

Für N und O:

$$\sigma(x) = \sigma(y) = \sigma(z) = 0,007 \text{ \AA}.$$

Bei einem Vergleich unserer Ergebnisse mit denen von Lai & Marsh ergeben sich in folgenden Punkten kleine Abweichungen:

1. Durch Transformation der orthogonalen Zelle auf die monokline ergibt sich, für unsere Kristalle dass $a' = c'$ ist und nicht $a' \neq c'$, wie bei Lai & Marsh.

2. Die beobachtete eindimensionale Fehlordnung lässt sich besser durch die statistische Verteilung ganzer periodischer Schichten in zwei energetisch gleichwertige Anordnungen erklären als durch die statistische Verteilung einzelner Moleküle auf zwei Lagen, wie dies Lai & Marsh tun.

Tabelle 2. *Abstände und Standardabweichungen für α -PABS*

Molekül 1	Abstand	$\sigma \times 10^2$
C(1)—C(2)	1,428 Å	1,4
C(2)—C(3)	1,388	1,4
C(3)—C(4)	1,452	1,3
C(4)—C(5)	1,411	1,4
C(5)—C(6)	1,390	1,3
C(6)—C(1)	1,391	1,3
C(1)—N(1)	1,393	1,4
C(4)—C(7)	1,417	1,3
C(7)—O(1)	1,281	1,1
C(7)—O(2)	1,317	1,1
Mittelwert:	1,3868 Å	
Molekül 2	Abstand	$\sigma \times 10^2$
C(11)—C(12)	1,400 Å	1,3
C(12)—C(13)	1,406	1,2
C(13)—C(14)	1,420	1,2
C(14)—C(15)	1,422	1,3
C(15)—C(16)	1,351	1,2
C(16)—C(11)	1,447	1,2
C(11)—N(11)	1,392	1,2
C(14)—C(17)	1,447	1,2
C(17)—O(11)	1,266	1,2
C(17)—O(12)	1,316	1,0
Mittelwert:	1,3867 Å	
O—H—O Brückenbindung innerhalb einer dimeren Einheit:		
O(1)—O(2')	2,640	1,0
O(11)—O(12')	2,60	1,0

Diese Arbeit ging aus einer Themenstellung von Herrn Prof. Seifert (Mineralog. Inst. Münster) über Epitaxiuntersuchungen von PABS auf Quarz hervor. Für die Anregungen und das ständige Interesse danken wir an dieser Stelle Herrn Prof. Bambauer (Mineralog. Inst. Münster) und Herrn Prof. Saalfeld (Mineralog. Inst. Hamburg) danken wir für die Förderung der Ar-

Tabelle 3. *Abstand der Atome von der Ebene*

Molekül I	Abstand	Molekül II	Abstand
C(1)	0,0240 Å	C(11)	0,0322 Å
C(2)	-0,0205	C(12)	-0,0368
C(3)	0,0091	C(13)	0,0275
C(4)	-0,0006	C(14)	-0,0138
C(5)	0,0041	C(15)	0,0097
C(6)	-0,0161	C(16)	-0,0187
C(7)	0,0787	C(17)	0,0542
N(1)	0,0522	N(11)	0,0444
O(1)	0,1143	O(11)	0,0191
O(2)	0,0653	O(12)	0,1175
Mittelwert:	0,0385 Å	Mittelwert:	0,0374 Å

Die Standardabweichungen der Atome, die die Ebenengleichungen bestimmen, lauten:

Molekül I	Molekül II
$\sigma = 0,01644$ Å	$\sigma = 0,02749$ Å

beit. Herrn Prof. Marsh (California Institute of Technology, Pasadena) gilt unser Dank für die Übersendung eines Manuskriptes seiner Arbeit zu diesem Thema.

Für die zur Verfügung gestellte Rechenkapazität am DRZ-Darmstadt danken wir der Deutschen Forschungsgemeinschaft.

Literatur

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS, A Fortran Least-squares Program*. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, U.S.A.
- KILLEAN, R. C. G., TOLLIN, P., WATSON, D. G. & YOUNG, D. W. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 482.
- KÜHN, L. (1966). Dissertation Münster/Westfalen.
- LAI, T. F. & MARSH, R. E. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 885.
- SEIFERT, H. & KÜHN, L. (1962). *Naturwiss.* **49**, 537.
- X-ray System* (1963). Univ. of Washington, Seattle & Univ. of Maryland, College Park.