

SHORT COMMUNICATIONS

Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 1000 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible. Publication will be quicker if the contributions are without illustrations.

Acta Cryst. (1974). B30, 1647

Structure cristalline du benzimidazole, $C_7N_2H_6$: comparaison des résultats de deux études indépendantes.

Par A. ESCANDE et J. L. GALIGNÉ, *Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, U.S.T.L., Place Eugène Bataillon, 34060-Montpellier Cedex, France*

(Reçu le 3 janvier 1974, accepté 15 janvier 1974)

Two independent determinations of the benzimidazole crystal structure are compared by half-normal probability plot analysis. This study shows good agreement between the refined parameters (except for one of the cell parameters) and no systematic errors.

Dans le cadre d'une étude d'hétérocycles azotés, nous avons entrepris l'étude de la détermination de la structure cristalline du benzimidazole $C_7N_2H_6$. Alors que ce travail était terminé, la même étude a été publiée par Dik-Edixhoven, Schenk & van der Meer (1973) (notée D.S.V. dans ce qui suit).

Il nous a paru intéressant de comparer les résultats de ces 2 études indépendantes et ce d'autant plus que les mesures ont été effectuées sur 2 appareils identiques (diffractomètre CAD 3 Enraf-Nonius) avec la méthode de balayage $\theta/2\theta$ et la radiation $Cu K\alpha$ monochromatisée dans notre cas, filtrée pour l'étude de D.S.V.

Les résultats de D.S.V. sont donnés dans le groupe $P2_1nb$; nous les avons ramenés au groupe standard $Pna2_1$. Il apparaît une différence importante et inexplicable dans la valeur d'un des paramètres. De plus, un des écarts types de D.S.V. est certainement erroné.

Notre travail	D.S.V.	Différence
$a = 13,507 (10) \text{ \AA}$	$13,498 (1) \text{ \AA}$	$0,009 \text{ \AA}$
$b = 6,789 (5)$	$6,808 (1)$	$0,015$
$c = 6,940 (5)$	$6,938 (1)$	$0,002$

Le facteur R final est de 0,040 pour D.S.V. et 0,045 pour nous. La différence est probablement due au fait que nous n'avons pas affiné les paramètres des atomes d'hydrogène, ceux-ci étant calculés avant chaque cycle d'affinement. Le Tableau 1 reporte les résultats des 2 travaux pour les 27 paramètres de position des atomes de carbone et d'azote. Les paramètres d'agitation thermique n'ont pu être comparés, ceux de D.S.V. n'ayant pas été publiés.

Le Tableau 1 contient également pour chaque paramètre Δ_i/σ_i avec $\Delta = p(1) - p(2)$ et $\sigma = \sqrt{\sigma(1)^2 + \sigma(2)^2}$. On

peut remarquer que un seul des Δ_i est supérieur à la valeur 1,96 correspondant à une possibilité de signification. Pour une comparaison plus rigoureuse de l'ensemble des paramètres, nous avons utilisé la méthode de Abrahams &

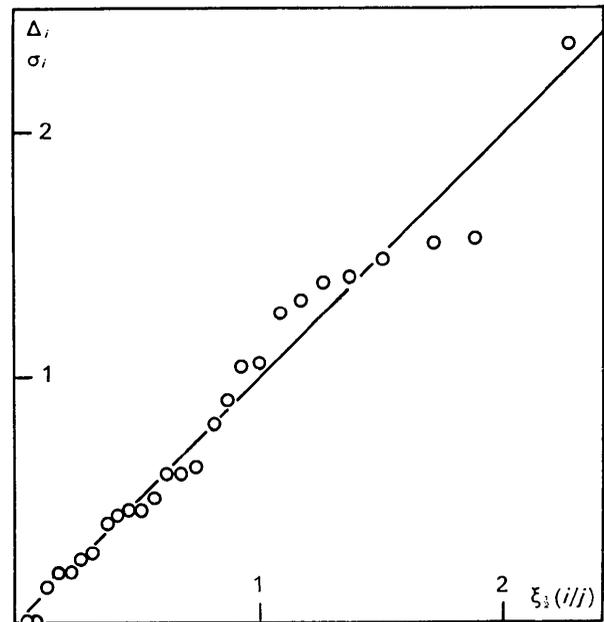


Fig. 1. Δ_i/σ_i reporté en fonction de $\xi_{1/2}(i/j)$ pour les 27 paramètres de positions.

Tableau 1. Paramètres de positions et écarts types ($\times 10^4$) obtenus au cours des deux études et valeurs correspondantes de Δ/σ

Notre étude			D.S.V.			$\Delta x/\sigma x$	$\Delta y/\sigma y$	$\Delta z/\sigma z$
x	y	z	x	y	z			
N(1)	7570 (2,5)	4180 (4,6)	4957 (0)	7575 (2)	4189 (4)	1,56	1,47	1,05
N(2)	8039 (2,5)	6534 (4,6)	2905 (7)	8041 (2)	6542 (4)	0,62	1,31	0,21
C(3)	7422 (3,2)	6041 (6)	4288 (8)	7428 (2)	6023 (4)	1,55	2,35	0,6
C(4)	8649 (3,0)	4905 (5,2)	2646 (8)	8644 (2)	4899 (4)	1,38	0,9	0,5
C(5)	9441 (3,2)	4626 (6,4)	1400 (8)	9440 (2)	4615 (5)	0,26	1,26	1,4
C(6)	9923 (3,4)	2823 (7,2)	1474 (8)	9921 (3)	2816 (5)	0,45	0,80	0,2
C(7)	9610 (3,4)	1344 (6,1)	2757 (8)	9612 (3)	1343 (4)	0,45	0,14	0,6
C(8)	8829 (3,4)	1597 (5,7)	3990 (8)	8825 (2)	1594 (4)	1,04	0,43	0
C(9)	8355 (2,8)	3429 (5,6)	3928 (8)	8355 (2)	3427 (4)	0	0,29	0,4

Les numéros des atomes sont indiqués sur la Fig. 2.

Keve (1971), appliquée par Abrahams (1972). Sur la Fig. 1 sont reportées les valeurs de Δ_i/σ_i en fonction de $\xi_{1/2}(i/j)$, j étant le nombre de paramètres comparés (27 dans ce cas), i le numéro du paramètre après classement des Δ_i/σ_i par valeurs décroissantes; les valeurs de $\xi(i/j)$ ont été tabulées par Hamilton & Abrahams (1972). Théoriquement, les points doivent se placer autour de la droite de pente 1; nous voyons qu'effectivement les points se répartissent autour de cette droite ce qui dénote l'absence d'erreur systématique, ce qui n'est pas toujours le cas (Abrahams, 1972). Il est à remarquer le calcul de Δ/σ effectué à partir de résultats publiés est souvent imprécis; en effet, ces résultats sont généralement communiqués avec un chiffre pour l'écart type σ . Il en résulte des erreurs d'arrondis sans importance pour le paramètre mais parfois très importantes pour Δ ou pour σ . Par exemple, si Δ et σ sont très voisins de 1,50, Δ/σ peut selon le sens de l'arrondi prendre

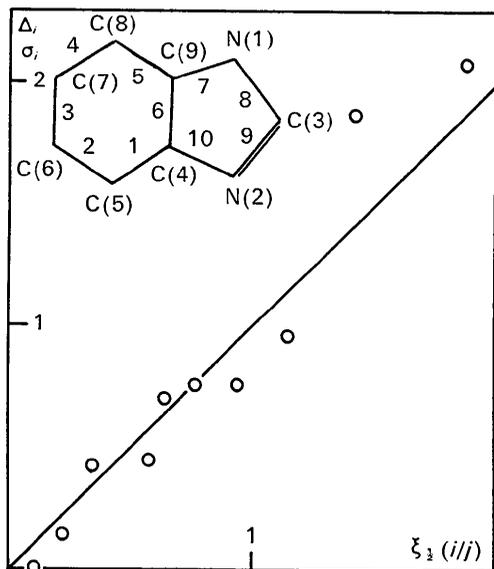


Fig. 2. Δ_i/σ_i en fonction de $\xi_{1/2}(i/j)$ pour les 10 longueurs de liaisons comparées. Les numéros des liaisons sont indiqués sur le dessin de la molécule.

les valeurs 0,5 1 ou 2. Il serait donc souhaitable de communiquer deux chiffres pour σ .

La même étude a été effectuée pour les 10 distances interatomiques faisant intervenir les atomes de C et N (Tableau 2 et Fig. 2). L'accord est bon, sauf pour les liaisons 1 et 8; de plus l'ensemble des points sauf les 2 représentant ces liaisons se répartit autour de la droite de pente 1. Il semble donc qu'il y ait erreur systématique pour ces 2 longueurs de liaisons: cela est normal car ces 2 liaisons sont presque parallèles au paramètre b de la maille pour lequel nous avons noté une différence impor-

Tableau 2. Comparaison des longueurs de liaisons obtenues (en Å)

Pour le numéro des liaisons voir Fig. 2.				
N°	Notre étude	D.S.V.	$\Delta l \times 10^3$	Δ/σ
1	1,389 (8)	1,389 (4)	0	0
2	1,401 (8)	1,386 (4)	15	2,08
3	1,407 (7)	1,401 (5)	6	0,70
4	1,369 (8)	1,378 (5)	9	0,96
5	1,400 (7)	1,401 (4)	1	0,14
6	1,398 (7)	1,392 (4)	6	0,75
7	1,376 (8)	1,372 (4)	4	0,44
8	1,361 (7)	1,346 (4)	15	1,87
9	1,315 (8)	1,311 (5)	4	0,42
10	1,390 (7)	1,395 (3)	5	0,75

Nous pouvons conclure de cette comparaison de résultats que les 2 études sont exemptes d'erreurs systématiques sur les mesures d'intensités et au cours des affinements. Par contre, la mesure d'un des paramètres paraît imprécise dans une ou l'autre étude (ou dans les 2). Il semble d'ailleurs que dans bien des cas les erreurs de mesure de paramètres de maille soient sous-estimées.

Références

- ABRAHAMS, S. C. (1972). *Acta Cryst.* B28, 2886-2887.
 ABRAHAMS, S. C. & KEVE, E. T. (1971). *Acta Cryst.* A27, 157-165.
 DIK-EDIXHOVEN, C. J., SCHENK, H. & VAN DER MEER, H. (1973). *Cryst. Struct. Commun.* 2, 23-24.
 HAMILTON, W. C. & ABRAHAMS, S. C., (1972). *Acta Cryst.* A28, 215-218.

Acta Cryst. (1974). B30, 1648

The crystal and molecular structure of (\pm)-14- β -androsta-4,8-diene-3,17-dione. Errata. By M. SAX, E. ABOLA, C. S. YOO and J. PLETCHER, *Biocrystallography Laboratory, VA Hospital, Pittsburgh, Pa. 15240, U.S.A. and Department of Crystallography, University of Pittsburgh, Pittsburgh, Pa. 15260, U.S.A.*

(Received 21 February 1974; accepted 21 February 1974)

Errors in the atomic parameters in Table 3 of Sax, Abola, Yoo & Pletcher [*Acta Cryst.* (1973). B29, 2247-2252] are corrected.

The following changes should be made in the parameters as listed in Table 3 of Sax, Abola, Yoo & Pletcher, (1973). C(2), $\beta_{11}=280$; C(12), $D1=1745$; C(13), $z=800$; C(15), $x=10121$, $y=2139$, $z=1748$; C(16), $\beta_{33}=89$; C(17), $D3=2689$; C(19), $D1=1800$; O(17), $x=6417$, $y=3130$, $z=2228$; H'(C2), $z=509$; H'(C12), $x=396$; H(C14), $y=165$, $z=16$.

We are grateful to Dr W. Duax for bringing to our attention the errors in C(15) and O(17).

Reference

- SAX, M., ABOLA, E., YOO, C. S. & PLETCHER, J. (1973). *Acta Cryst.* B29, 2247-2252.