

- HALL, D., RAE, A. D. & WATERS, T. N. (1967). *Acta Cryst.* **22**, 258–268.
- HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
- HARDGROVE, G. L. JR, EINSTEIN, J. R. & WEI, C. H. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 616–620.
- HIRSCHBERG, E. (1975). *Antibiotics*. Vol. 3. *Mechanism of Action of Antimicrobial and Antitumor Agents*, edited by J. W. CORCORAN & F. E. HAHN, pp. 274–303. Berlin: Springer.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP II*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- JOHNSON, J. F. & SCHEIDT, W. R. (1978). *Inorg. Chem.* **17**, 1280–1287.
- KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, **16**, 521–523.
- LAUHER, J. W. & IBERS, J. A. (1974). *J. Am. Chem. Soc.* **96**, 4447–4452.
- MASON, R. & TOWL, A. D. C. (1970). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 1601–1613.
- PARK, J. J., COLLINS, D. M. & HOARD, J. L. (1970). *J. Am. Chem. Soc.* **92**, 3636–3644.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, 3rd ed., p. 260. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- PETTERSON, R. C., BIRNBAUM, G. I., FERGUSON, G., ISLAM, K. M. S. & SIME, J. G. (1968). *J. Chem. Soc. (B)*, pp. 980–984.
- PRESTON, H. S. & KENNARD, C. H. L. (1969). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 2682–2685.
- SCHAEFER, W. P. & MARSH, R. E. (1969). *Acta Cryst.* **B35**, 1675–1682.
- SHIONO, R. (1971). *Crystallographic Computing Program for IBM 1130*. Tech. Rep. No. 49. Department of Crystallography, Univ. of Pittsburgh, Pennsylvania.
- SOEST, T. C. VAN & PEERDEMAN, A. F. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1940–1947.
- SUMMERVILLE, D. A., COHEN, I. A., HATANO, K. & SCHEIDT, W. P. (1978). *Inorg. Chem.* **17**, 2906–2910.
- SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. Spec. Publ. No. 18, edited by L. E. SUTTON, p. S 20s. London: The Chemical Society.
- TITUS, D. D., LEE, J.-S. & ZIOLO, R. F. (1976). *J. Organomet. Chem.* **120**, 381–388.
- WANG, B.-C., HUIE, B. T. & SCHAEFER, W. P. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1232–1234.
- WATENPAUGH, K. & CAUGHLAN, C. N. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 963–967.
- WEI, C. H. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 844–849.
- WEI, C. H. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 548–553.
- WEI, C. H. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1079–1082.
- WEI, C. H. & EINSTEIN, J. R. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 205–212.
- WEINSTEIN, I. B. & HIRSCHBERG, E. (1971). *Progress in Molecular and Subcellular Biology*, Vol. 2, edited by F. E. HAHN, pp. 232–246. Berlin: Springer.
- WILFORD, J. B., SMITH, N. O. & POWELL, H. M. (1968). *J. Chem. Soc. (A)*, pp. 1544–1549.
- WOLFE, P. N. (1956). *J. Chem. Phys.* **25**, 976–981.

Acta Cryst. (1983). **C39**, 1382–1383

Désoxy-1 Méthyl-1 α -D-Glucopyranose, C₇H₁₄O₅

PAR A. NEUMAN ET H. GILLIER

UER Biomédicale, 74 rue Marcel Cachin, 93012 Bobigny CEDEX, France

(Reçu le 3 mars 1982, accepté le 12 mai 1983)

Abstract. $M_r = 178.2$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 15.053$ (8), $b = 10.758$ (5), $c = 5.102$ (2) Å, $V = 827.63$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.43$ Mg m⁻³, Mo K α , $\lambda = 0.71069$ Å, $T = 298$ K, $F(000) = 384$, $R = 3\%$ for 1421 reflexions. The pyranose ring has the ⁴C₁ conformation. The effect of the 1-methyl group on the intermolecular interactions is discussed.

Introduction. La molécule de C₇H₁₄O₅ (Fig. 1) a été synthétisée au Laboratoire du Professeur Sinay à Orléans (Poungny, Mahmoud Nassr & Sinay, 1981). Il s'agissait pour ces auteurs de déterminer sans ambiguïté si le méthyle substitué directement sur le carbone anomérique C(1) du cycle était en position axiale ou équatoriale, ce que les études par RMN n'avaient pu déterminer. Il était d'autre part intéressant d'étudier les modifications éventuelles d'un cycle pyranique quand l'oxygène est remplacé par un carbone.

Partie expérimentale. Cristal 1,50 × 0,50 × 0,1 mm, 25 réflexions trouvées pour la recherche automatique de la maille; 1421 réflexions indépendantes mesurées sur diffractomètre Philips PW1100 {75 considérées comme

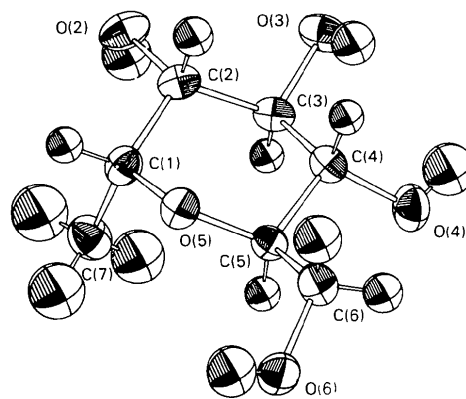


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule.

inobservées [$3\sigma(I) \geq I$], avec $2\theta_{\max} = 60^\circ$, $h_{\max} = 22$, $k_{\max} = 16$, $l_{\max} = 8$; trois réflexions standards mesurées toutes les deux heures (variation négligeable). L'instabilité: 0,004. 1226 réflexions mesurées deux fois avec $R_{\text{int}} = 0,021$; pas de correction pour extinction secondaire. L'absorption ayant été négligée, les phases de 106 facteurs normalisés E , tels que $|E| \geq 1,72$, ont

été déterminées à l'aide du programme *MULTAN* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). Affinement basé sur les F (XRAY72: Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972), tous les atomes d'hydrogène trouvés sur une série différence; 165 paramètres affinés, $w = 1$. Série différence finale: $\Delta\rho \leq 0,3 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$; $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,1358$. Les facteurs de diffusion étaient ceux de Cromer & Mann (1968).

Discussion. En raison de la bonne précision obtenue, les résultats concernant les paramètres structuraux peuvent être considérés comme particulièrement significatifs (Tableau 1).* La liaison C(1)–C(7) adopte la position axiale. Les moyennes de 1,523 (7) Å des distances C–C, de 1,428 (8) Å des distances C–O intra- et extracycliques, de 110 (2)° des angles de sommet C (Tableau 2) sont identiques à celles observées pour 57 composés de la littérature (Neuman, 1980). La distance C(1)–O(5): 1,444 (2) Å est trouvée plus grande que les autres, alors que comme conséquence de l'effet anomérique, elle est significativement raccourcie pour la position axiale de l'atome O(1) des pyranoses.

La conformation du cycle pyranique est 4C_1 avec une moyenne d'angles dièdres intracycliques de 57 (2)°. La conformation autour de C(5)–C(6) est *trans* par rapport à C(4)–C(5), *gauche* par rapport à O(5)–C(5).

La présence d'un groupe méthyle sur C(1) crée autour d'axes binaires hélicoïdaux parallèles à **b** des zones hydrophobes cylindriques où se développent des interactions de van der Waals incluses dans une zone hydrophile continue (Fig. 2). Cette organisation des liaisons hydrogène a été décrite récemment: Avenel, Ohanessian & Gillier-Pandraud (1981, 1982).

* Les listes des facteurs de structure, des paramètres thermiques anisotropes, des paramètres des atomes d'hydrogène, des angles dièdres de conformation et des liaisons hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38582: 17 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents pour les C et les O

Les écarts types sont donnés entre parenthèses.

$$B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j B_{ij} a_i \cdot a_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}(\text{\AA}^2)$
C(1)	–1132 (1)	1810 (1)	–1777 (3)	2,57 (3)
C(2)	–1563 (1)	3049 (2)	–996 (3)	2,25 (3)
C(3)	–1481 (1)	3995 (1)	–3177 (3)	2,09 (3)
C(4)	–504 (1)	4157 (1)	–3901 (3)	2,09 (3)
C(5)	–79.0 (9)	2897 (1)	–4503 (3)	2,02 (3)
C(6)	916 (1)	3027 (2)	–4884 (4)	2,86 (3)
C(7)	–1615 (1)	1101 (2)	–3921 (2)	2,92 (3)
O(2)	–2454.5 (8)	2880 (1)	–123 (3)	3,13 (3)
O(3)	–1843.9 (9)	5146 (1)	–2273 (3)	2,40 (3)
O(4)	–403.1 (9)	4891 (1)	–6192 (3)	3,55 (4)
O(5)	–210.8 (7)	2043 (1)	–2400 (2)	2,70 (3)
O(6)	1292.0 (8)	1963 (1)	–6119 (3)	3,31 (4)

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°)

C(1)–C(7)	1,519 (3)	O(2)–C(2)	1,425 (2)
C(1)–C(2)	1,535 (3)	O(3)–C(3)	1,430 (2)
C(2)–C(3)	1,514 (2)	O(4)–C(4)	1,419 (2)
C(3)–C(4)	1,524 (2)	O(5)–C(1)	1,444 (2)
C(4)–C(5)	1,530 (2)	O(5)–C(5)	1,426 (2)
C(5)–C(6)	1,516 (2)	O(6)–C(6)	1,423 (2)
C(2)–C(1)–C(7)	114,9 (1)	C(3)–C(4)–C(5)	110,5 (1)
O(5)–C(1)–C(7)	112,8 (1)	C(3)–C(4)–O(4)	111,5 (1)
O(5)–C(1)–C(2)	108,1 (1)	O(4)–C(4)–C(5)	106,4 (1)
C(1)–C(2)–C(3)	110,0 (1)	C(4)–C(5)–O(5)	112,2 (1)
C(1)–C(2)–O(2)	111,6 (1)	C(4)–C(5)–C(6)	110,9 (1)
O(2)–C(2)–C(3)	113,1 (1)	C(6)–C(5)–O(5)	107,0 (1)
C(2)–C(3)–C(4)	109,5 (1)	C(5)–C(6)–O(6)	112,0 (1)
C(2)–C(3)–O(3)	108,3 (1)	C(5)–O(5)–C(1)	114,3 (1)
O(3)–C(3)–C(4)	110,3 (1)		

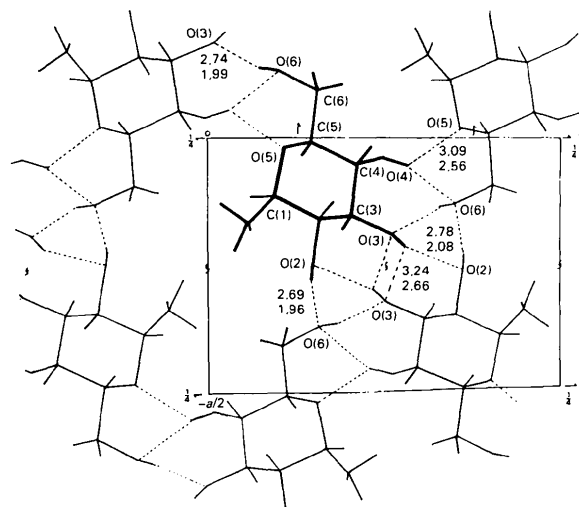


Fig. 2. Structure de $C_7H_{14}O_5$, vue parallèlement à l'axe **c**. Les nombres indiquent les distances $O \cdots O$ et $H \cdots O$ relatives aux liaisons hydrogène. (Distances en Å.)

Références

- AVENEL, D., OHANESSIAN, J. & GILLIER-PANDRAUD, H. (1981). *Fifth European Hydrogen-Bonding Workshop*. Montpellier.
- AVENEL, D., OHANESSIAN, J. & GILLIER-PANDRAUD, H. (1982). *Acta Cryst. B* **38**, 225–231.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst. A* **24**, 321–324.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- NEUMAN, A. (1980). Thèse de Doctorat ès Sciences, Univ. Paris-Nord, Villetaneuse, 93.
- POUGNY, J. R., MAHMOUD NASSR, M. & SINAÏ, P. (1981). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 375–376.
- STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. W. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system—version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.