

- DICKERSON, R. E. (1964). *The Proteins*. Ed. NEURATH, H. E. Vol. II. New York: Academic Press.
- HARKER, D. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 1.
- KARTHA, G. (1962). Unpublished.
- KARTHA, G., BELLO, J., HARKER, D. & DEJARNETTE, F. E. (1963). *Aspects of Protein Structure*. Ed. RAMACHANDRAN, G. N. New York: Academic Press.
- KARTHA, G. & PARTHASARATHY, R. (1964). *Acta Cryst.* **18**, 000.
- PEERDEMAN, A. F. & BIJVOET, J. M. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 1012.
- PERUTZ, M. F. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 867.
- RAMACHANDRAN, G. N. & PARTHASARATHY, R. (1963*a*). *Indian J. Appl. Phys.* **1**, 1.
- RAMACHANDRAN, G. N. & PARTHASARATHY, R. (1963*b*). *Nature, Lond.* **196**, 70.
- ROSSMANN, M. G. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 221.
- STEINRAUF, J. L. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 317.

Acta Cryst. (1965). **18**, 753

Localisation des Atomes d'Hydrogène dans l'Acide Subérique $\text{COOH}(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$

PAR JACQUES HOUSTY ET MICHEL HOSPITAL

Laboratoire de Cristallographie Physique, Faculté des Sciences de Bordeaux, France

(Reçu le 15 juin 1964)

The crystal structure of suberic acid has been determined, by three-dimensional X-ray crystallographic methods, to determine the positions of hydrogen atoms. Bond lengths and angles have been calculated and are consistent with the currently accepted values for aliphatic compounds. Suberic acid is monoclinic with space group $P2_1/c$ and cell dimensions $a=8.98$, $b=5.06$, $c=10.12$ Å; $\beta=97^\circ 50'$.

Introduction

Nous avons déjà déterminé la structure de l'acide subérique à l'aide de deux projections sur les plans (001) et (010) (Housty & Hospital, 1964). Il nous a paru souhaitable de reprendre ce travail, dans tout l'espace, pour en améliorer la précision et déterminer la position des atomes d'hydrogène.

Les paramètres de la maille sont: $a=8,98$, $b=5,06$, $c=10,12$ Å, $\beta=97^\circ 50'$. Le groupe spatial est $P2_1/c$ avec $Z=2$.

Affinement de la structure

Nous avons commencé cet affinement en partant des positions atomiques déjà déterminées (Housty & Hospital, 1964).

Les premiers cycles d'affinement portant sur 435 réflexions ont permis de préciser les positions des atomes de carbone et d'oxygène, sans tenir compte des atomes d'hydrogène. On peut remarquer que les positions atomiques varient peu par rapport à celles trouvées à deux dimensions. Nous avons terminé

cette première partie du calcul en appliquant à chaque atome un facteur d'agitation thermique isotrope; le facteur de reliabilité en fin d'affinement est $R=0,16$.

Localisation des atomes d'hydrogène

A partir de ce stade de l'affinement nous avons introduit dans le calcul les contributions des atomes d'hydrogène. Les positions de départ ont été déterminées en respectant les angles de valences tétraédriques du carbone.

Après quelques cycles d'affinement les positions des atomes d'hydrogène se stabilisent, nous obtenons alors $R=0,13$ (Tableau 1).

Tableau 1. Paramètres des atomes

	x/a	y/b	z/c
C(1)	0,0622	0,0917	0,0282
C(2)	0,1487	0,0035	0,1612
C(3)	0,2760	0,1879	0,2122
C(4)	0,3701	0,1009	0,3384
O(1)	0,3414	-0,0953	0,4016
O(2)	0,4840	0,2550	0,3801

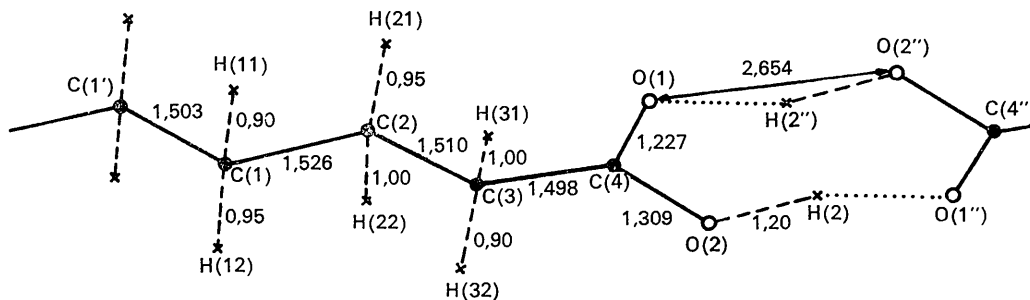


Fig. 1. Schéma de la molécule.

Table 1 (cont.)

	<i>x/a</i>	<i>y/b</i>	<i>z/c</i>
H(11)	0,1250	0,0700	-0,0310
H(12)	0,0120	0,2280	0,0700
H(21)	0,0880	0,0040	0,2290
H(22)	0,1970	-0,1480	0,1200
H(31)	0,2450	0,3550	0,2430
H(32)	0,3350	0,2040	0,1460
H(2)	0,5470	0,1800	0,4845

Agitation thermique

L'agitation thermique isotrope a été déterminée pour chaque atome de carbone:

	<i>B</i>
C(1)	3,9 Å ⁻²
C(2)	3,4
C(3)	3,5
C(4)	3,2

Quand tous les atomes ont été placés correctement, nous avons fait une fonction différence (*F_o-F_c*) sur le photosommateur de Von Eller. Sur cette fonction on voit apparaître un défaut anisotrope autour des deux oxygènes. Nous avons déterminé pour ces deux atomes un tenseur d'agitation thermique anisotrope que nous avons introduit dans les cycles d'affinement:

	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{13}
O(1)	0,0123	0,0442	0,0102	-0,0076
O(2)	0,0143	0,0404	0,0109	-0,0100

Nous avons adopté pour tous les atomes d'hydrogène un facteur d'agitation thermique isotrope moyen *B*=4,5 Å⁻². La valeur finale du coefficient de reliabilité est *R*=0,10.

Resultats et discussion

Le Tableau 2 présente les longueurs et les angles de liaison, tandis que la Fig. 1 montre la configuration de la molécule.

Tableau 2. Liaisons et angles

Liaisons		Angles	
C(1')-C(1) = 1,503 ± 0,005 Å	C(1')-C(1)-C(2) = 114° 30'		
C(1)-C(2) = 1,526 ± 0,005	C(1)-C(2)-C(3) = 113°		
C(2)-C(3) = 1,510 ± 0,005	C(2)-C(3)-C(4) = 115°		
C(3)-C(4) = 1,498 ± 0,005	C(3)-C(4)-O(1) = 123° 15'		
C(4)-O(1) = 1,227 ± 0,005	C(3)-C(4)-O(2) = 115°		
C(4)-O(2) = 1,309 ± 0,005	O(1)-C(4)-O(2) = 121° 30'		
C(1)-H(11) = 0,90 Å	H(11)-C(1)-C(1') = 100°		
C(1)-H(12) = 0,95 Å	H(11)-C(1)-C(2) = 105°		
C(2)-H(21) = 0,95 Å	H(12)-C(1)-C(1') = 104°		
C(2)-H(22) = 1,00 Å	H(12)-C(1)-C(2) = 92°		
C(3)-H(31) = 1,00 Å	H(21)-C(2)-C(1) = 112°		
C(3)-H(32) = 0,90 Å	H(21)-C(2)-C(3) = 104°		
O(2)-H(2) = 1,20 Å	H(22)-C(2)-C(1) = 94°		
	H(22)-C(2)-C(3) = 105°		
	H(31)-C(3)-C(2) = 115°		
	H(31)-C(3)-C(4) = 98°		
	H(32)-C(3)-C(2) = 107°		
	H(32)-C(3)-C(4) = 110°		
O(2)-O(1'') = 2,654 ± 0,005 Å			
O(2)-H(2)-O(1'') = 166°			

Tableau 3. Facteurs de structure observés et calculés

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>F_o</i>	<i>F_c</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>F_o</i>	<i>F_c</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>F_o</i>	<i>F_c</i>
1	0	0	27,04	-26,36	-7	1	4	4,05	5,11	-7	2	4	6,63	-6,92
2	0	0	4,56	4,19	-5	1	4	4,81	-5,17	-7	2	4	2,95	-1,10
3	0	0	10,46	10,17	-3	1	4	19,62	21,58	-4	2	4	10,31	13,13
4	0	0	8,65	-7,52	-3	1	4	13,21	-15,07	-4	2	4	17,25	-17,77
5	0	0	20,17	-18,78	-3	1	4	8,15	9,01	-2	2	4	11,25	-11,77
6	0	0	15,20	14,45	0	1	4	3,41	-4,05	-1	2	4	2,85	-2,27
7	0	0	9,89	-9,20	1	1	4	16,19	-17,39	1	2	4	11,29	-12,39
8	0	0	4,91	5,25	1	1	4	10,19	-9,65	1	2	4	7,75	-7,71
9	0	0	5,89	-6,08	1	1	4	2,21	-1,87	2	2	4	23,04	23,70
10	0	0	3,81	-5,03	1	1	4	1,77	-1,97	2	2	4	6,24	-7,15
-8	0	2	4,96	-5,10	7	1	4	5,22	-5,87	7	2	4	12,47	-12,57
-7	0	2	10,57	-11,71	7	1	4	7,27	-7,21	7	2	4	3,77	-3,89
-6	0	2	6,08	-6,88	-1	1	4	2,08	-2,15	7	2	4		
-5	0	2	7,82	8,09	-1	1	4	2,45	-4,62	-1	2	4	6,51	7,64
-4	0	2	6,82	-6,11	-1	1	4	2,74	-1,27	-1	2	4	2,73	-2,49
-3	0	2	8,22	-6,91	-1	1	4	2,15	2,51	-1	2	4	10,13	13,58
-2	0	2	5,34	7,96	-1	1	4	5,07	6,37	-1	2	4	5,27	-6,68
-1	0	2	4,59	-4,76	-1	1	4	3,92	-4,23	-1	2	4	3,23	-6,05
0	0	2	17,64	17,98	-3	1	4	4,79	-4,33	-1	2	4	11,57	-10,97
1	0	2	25,48	-24,32	-2	1	4	7,92	-2,47	-1	2	4	4,41	-4,35
2	0	2	19,59	17,70	-2	1	4	5,15	-5,95	2	2	4	15,00	-14,30
3	0	2	2,03	3,11	-1	1	5	18,37	14,50	2	2	4	6,22	-6,37
4	0	2	9,15	-9,26	1	1	5	10,65	10,73	4	2	4	5,72	-4,26
5	0	2	18,57	-17,93	1	1	5	5,29	-5,96	4	2	4	11,44	-10,48
6	0	2	5,75	6,34	1	1	5	9,40	3,41	4	2	4	6,85	-6,48
7	0	2	1,75	-2,22	4	1	5	11,25	-11,09	4	2	4		
-8	0	4	6,90	-8,65	1	1	5	16,71	-15,91	-6	2	4	1,13	4,48
-7	0	4	2,52	-2,10	1	1	5	2,06	-2,35	-6	2	4	2,45	-3,41
-6	0	4	9,33	-9,33	7	1	5	2,87	-2,99	-6	2	4	6,75	-7,71
-5	0	4	7,03	6,25	7	1	5	3,42	3,86	-6	2	4	7,29	5,74
-4	0	4	10,31	10,41	-9	1	6	5,20	4,89	2	2	6	2,00	-7,79
-3	0	4	20,01	19,70	-9	1	6	2,24	-2,24	4	2	6	11,57	-10,48
-2	0	4	7,22	-6,84	-6	1	6	4,06	5,82	4	2	6	7,61	3,59
-1	0	4	15,51	-14,83	-4	1	6	5,67	-5,37	6	2	6	5,09	-4,25
0	0	4	29,80	-29,46	-2	1	6	9,82	9,12	6	2	6		
1	0	4	50,26	53,84	-2	1	6	11,01	-11,25	-7	2	6	3,47	5,82
2	0	4	6,39	-8,31	-1	1	6	10,81	11,27	-4	2	6	2,95	2,34
3	0	4	13,93	-13,52	-1	1	6	16,68	-17,09	-4	2	6	5,38	-5,59
4	0	4	7,61	6,93	4	1	6	16,67	-16,41	-2	2	6	5,47	6,08
5	0	4	4,01	-2,78	5	1	6	12,45	13,16	-1	2	6	3,37	-4,50
6	0	4	8,68	10,38	5	1	6	3,35	-4,68	1	2	6	14,29	-12,52
7	0	4	3,77	-4,94	-10	1	7	1,86	-3,18	2	2	7	6,92	-8,85
-10	0	6	2,64	-5,54	-6	1	7	2,72	4,36	4	2	7	6,20	6,59
-9	0	6	10,11	11,46	-4	1	7	3,13	-2,88	6	2	7		
-8	0	6	2,68	-2,85	-2	1	7	7,70	7,01	-3	2	7	2,17	3,33
-7	0	6	4,53	-4,77	-1	1	7	5,95	6,99	-1	2	7	11,15	9,61
-6	0	6	24,91	23,41	-1	1	7	2,34	2,60	0	2	7	4,70	-4,20
-5	0	6	5,93	5,80	1	1	7	2,24	2,24	2	2	7	7,72	-7,49
-4	0	6	6,16	-5,40	2	1	7	8,15	-7,31	2	2	7	6,14	6,35
-3	0	6	10,31	10,31	3	1	7	8,73	-6,67	4	2	7	4,20	-4,60
-2	0	6	11,08	-10,66	3	1	7	1,15	-1,40	5	2	7	3,42	-4,31
-1	0	6	17,57	-17,72	6	1	7	2,08	2,20	2	2	7	3,90	4,78
0	0	6	11,08	11,08	6	1	7	1,77	1,84	-4	2	7	8,29	-7,65
1	0	6	4,24	-4,52	8	1	7	4,81	-4,34	-1	2	7	5,91	5,04
-5	0	8	4,12	-4,40	-4	1	8	3,05	-3,09	0	2	8	4,40	-4,11
-4	0	8	3,93	3,74	-4	1	8	6,25	6,25	1	2	8	6,46	6,46
-3	0	8	1,98	2,77	-1	1	8	5,90	-6,42	2	2	8	2,61	3,91
-2	0	8	11,89	11,56	-1	1	8	6,73	-6,89	2	2	8	3,77	-4,00
-1	0	8	2,82	-2,77	0	1	8	5,89	-6,89	-3	2	10	3,57	1,97
0	0	8	5,14	-4,75	1	1	8	2,80	-2,73					
1	0	8	10,21	10,30	2	1	8	9,36	-7,81					
2	0	8	11,47	-10,82	2	1	8	3,31	4,34					
3	0	8	2,88	3,60	5	1	8	2,96	-2,23					
4	0	8	10,19	-9,64	6	1	8	2,34	2,94					
-4	0	10	8,13	9,32	-3	1	9	5,53	6,74					
-3	0	10	3,13	3,13	-2	1	9	5,15	5,15					
-2	0	10	4,14	-4,17	-1	1	9	2,85	-2,85					
-1	0	10	6,28	-6,56	1	1	9	2,26	-1,80					
0	0	10	10,19	10,19	2	1	9	2,88	-3,08					
1	0	10	2,32	-2,04	4	1	9	4,54	-4,54					
2	0	10			6	1	9	5,36	-3,90					
-3	0	12	1,86	1,63										
-2	1	10			-3	1	10	6,01	-6,40					
-1	1	10			-2	1	10	5,42	4,78					
0	1	10			-1	1	10	3,29	-3,41					
1	1	10			1	1	10	1,22	1,16					
2	1	10			2	1	10	1,94	1,68					
3	1	10			3	1	10	2,47	-2,49					
4	1	10			4	1	10	1,20	1,73					
5	1	10			5	1	10	4,65	-5,06					
-5	1	11			-5	1	11	2,78	4,85					
-4	1	11			-4	1	11	2,75	3,47					
-3	1	11			-3	1	11	2,26	-2,83					
-2	1	11			-2	1	11	4,93	2,95					
-1	1	11			-1	1	11	1,87	1,87					
0	1	11			0	1	11	1,59	-1,52					
1	1	11			1	1	11	1,40	-1,70					
1	1	0	22,10	22,33	1	2	0			1	3	0	3,72	4,61
2	1	0	5,09	4,17	1	2	0			1	3	0	10,55	-10,74
3	1	0	2,44	2,71	1	2	0			1	3	0	7,02	-7,62
4	1	0	16,11	-15,75	1	2	0			1	3	0	7,43	

Table 3 (cont.)

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>F_o</i>	<i>F_c</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>F_o</i>	<i>F_c</i>
2	4	0	5.11	4.91	-5	4	4	3.53	4.52
3	4	0	15.51	-15.02	-4	4	4	3.49	-2.87
4	4	0	6.22	6.01	-3	4	4	4.61	4.22
5	4	0	3.65	-3.63	-2	4	4	7.21	-8.25
6	4	0	2.49	2.99	-1	4	4	4.42	-4.19
-5	4	1	3.89	-3.25	0	4	4	2.29	-4.05
-4	4	1	7.73	6.50	1	4	4	1.50	2.36
-3	4	1	4.41	5.48	2	4	4	3.05	-3.17
-2	4	1	1.94	-2.94	3	4	4	12.84	11.86
-1	4	1	.83	1.16	4	4	4	4.78	-6.20
0	4	1	2.60	2.87	-5	4	5	1.46	1.78
1	4	1	3.37	-2.63	1	4	4	3.70	-2.61
2	4	1	7.33	-6.74	-2	4	5	1.41	3.81
5	4	1	2.67	-2.80	-3	4	5	1.68	3.02
-6	4	2	2.07	1.91	-4	4	5	1.13	-7.93
-5	4	2	7.26	-6.89	-1	4	5	2.24	2.14
-4	4	2	1.86	2.90	2	4	5	8.11	-6.77
-3	4	2	2.90	2.35	3	4	5	1.73	-1.88
-2	4	2	4.02	-2.98	-4	4	6	3.56	-3.43
-1	4	2	3.44	3.34	-3	4	6	1.17	3.73
0	4	2	3.73	-3.96	-2	4	6	1.94	3.84
1	4	2	11.83	-11.75	1	4	6	1.58	-2.50
2	4	2	5.37	2.00	-2	4	7	2.05	1.17
5	4	2	10.09	10.45	0	4	7	4.27	-3.67
-6	4	3	3.49	3.82					
-5	4	3	3.13	3.32					
-3	4	3	3.52	2.37					
-2	4	3	1.79	.90					
-1	4	3	3.13	2.65					
0	4	3	1.75	-1.16					
1	4	3	6.09	-6.15					
2	4	3	1.45	1.13					
4	4	3	6.63	-6.42					

Le plan moyen, (déterminé par la méthode des moindres carrés) des deux groupes carboxyles de deux molécules voisines a pour équation:

$$x - 84,3y - 86,8z + 55 = 0.$$

Les distances à ce plan des atomes C, O(1) et O(2) n'excède jamais 0,020 Å. Nous pouvons en conclure que l'ensemble des deux groupements est pratiquement plan. On notera que l'atome d'hydrogène H(2) de la liaison hydrogène est situé à 0,12 Å de ce plan.

L'atome d'hydrogène H(2) n'est pas sur la liaison O(2)-O(1'') [l'angle O(2)-H(2)-O(1'')=166°], la distance O(2)-H(2)=1,19 Å semble un peu longue. Mais ce résultat est en bon accord avec ce que nous avons déjà trouvé dans l'acide adipique. (Housty & Hospital, 1965).

Références

HOUSTY, J. & HOSPITAL, M. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1387.
 HOUSTY, J. & HOSPITAL, M. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 693.

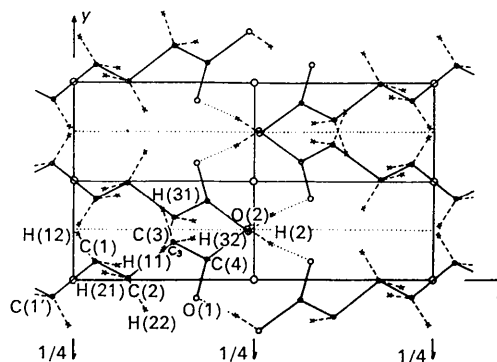
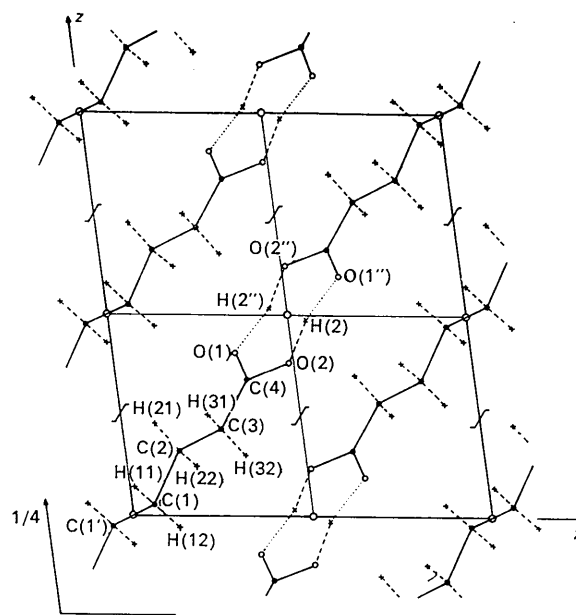


Fig. 2. Projections de la structure suivant [010] et [001].