Structure Cristalline du Glutaramide

PAR MICHEL HOSPITAL ET JACQUES HOUSTY

Laboratoire de Cristallographie, Faculté des Sciences de Bordeaux, France

(Recu le 30 novembre 1965)

The crystal structure of glutaramide has been determined and refined by three-dimensional X-ray crystallographic methods. The crystals are monoclinic with unit-cell dimensions $a=6\cdot19$, $b=8\cdot26$, $c=17\cdot46$ Å, $\beta=130^{\circ}50^{\circ}$. The space group is C2/c with 4 molecules in the unit cell. Least-squares refinement on 452 observed intensities was used to obtain the best value of positional and thermal parameters. The final value of R is 0.100.

Les structures cristallines des diamides à nombre pair d'atomes de carbone sont connues (Ayerst & Duke, 1954; Davies & Pasternak, 1956; Hospital & Housty, 1965, 1966). Le présent travail a pour but de déterminer la structure cristalline d'un diamide à nombre impair de carbone: le glutaramide, CONH₂-[CH₂]₃-CONH₂ (p.f. 175°C). On sait que les diacides impairs ont une structure très différente des diacides pairs. Il en est de même pour les diamides impairs et les diamides pairs.

Par lente évaporation de sa solution aqueuse, le glutaramide cristallise en plaquettes monocliniques aplaties suivant le plan (001), facilement clivable suivant (110) (1 $\overline{10}$).

Les paramètres de la maille sont mesurés dans une chambre de Bragg (cristal oscillant).

> $a = 6,19 \pm 0,01 \text{ Å}$ $b = 8,26 \pm 0,01$ $c = 17,46 \pm 0,02$ $\beta = 130^{\circ}50'$

Le groupe spatial est C2/c avec 4 molécules par maille. Densité calculée: 1,280. Densité mesurée: 1,280.

Tous les clichés de diffraction ont été obtenus avec le rayonnement $K\alpha$ du cuivre.

Nous avons obtenu facilement un premier cristal de dimensions $(0,2 \times 0,2 \text{ mm})$ allongé suivant [110] en clivant une plaquette. Le rétigraphe permet de photographier les taches dans l'espace réciproque plan par plan. L'ajustement, à la même échelle d'intensité, des plans successifs *hhl*, $h(h+1)l \dots h(h+4)l$, présentant quelques difficultés, les facteurs de structure tirés de cet ensemble de rétigrammes ne nous ont pas permis d'aller jusqu'au bout de l'affinement de la structure; en particulier nous n'avons pas pu déterminer les positions des atomes d'hydrogène. Aussi nous nous sommes efforcé d'obtenir une baguette cristalline, allongée suivant [001], taillée dans l'épaisseur d'une plaquette en utilisant les clivages (110) (110). Ce cristal de dimensions $0,25 \times 0,20$ mm, nous a donné au rétigraphe de De Jong 18 plans réciproques: hk0 jusqu'à h_1k_1 7. La mise à l'échelle des intensités mesurées sur ces 18 plans a été faite par recoupement avec le cliché des taches *hhl* du premier cristal. Les facteurs obtenus grâce à ce deuxième cristal nous ont permis de conduire l'affinement de la structure plus loin et de déterminer les positions des atomes d'hydrogène.

Détermination de la structure

Nous nous sommes d'abord servi des données obtenues avec le premier cristal.

Projection [010] *et* [100]

La structure a été résolue par l'étude de la fonction de Patterson.

La projection de cette fonction suivant Oy permet de prévoir que la direction Oz sera la direction d'allongement de la molécule. D'autre part le nombre Z=4de molécules par maille et la symétrie du cristal C2/cobligent à placer l'atome médian C(1) de la molécule sur l'axe binaire.

Un premier modèle de structure a été construit; en affectant tous les atomes d'une agitation thermique équivalente à la valeur $B_m = 4$ Å², le facteur de reliabilité était R = 0,33. Un premier affinement a porté successivement sur les positions atomiques et sur le coefficient B_m d'agitation thermique moyen. A ce moment le facteur de reliabilité a atteint la valeur de 0,17 sur la projection (010).

La projection suivant [100] a été résolue en tenant compte des résultats précédents et de la projection de la fonction de Patterson suivant cette direction.

La structure a été affinée automatiquement par une méthode des moindres carrés en prenant comme coordonnées atomiques de départ les valeurs données par l'étude des deux projections.

Nous avons successivement affiné les positions atomiques et le coefficient d'agitation thermique isotrope de chaque atome. A ce stade, le facteur de reliabilité était de 0,175 pour toutes les taches de l'espace réciproque.

Nous avons alors placé les atomes d'hydrogène en tenant compte des liaisons tétraédriques du carbone et de la longueur de liaison C-H voisine de 1 Å. Il n'a pas été possible au cours de l'affinement de stabiliser les positions atomiques des hydrogènes.

Affinement tridimensionnel

Nous nous sommes alors servi des facteurs de structure obtenus à l'aide du deuxième cristal, d'allongement [001], pour pouvoir poursuivre l'affinement tridimensionnel. Les positions des atomes de carbone, d'azote et d'oxygène n'ont été que légèrement modifiées. Les positions des atomes d'hydrogène se sont stabilisées en cours d'affinement. Les longueurs C-H ont gardé des valeurs correctes en même temps que nous observions une diminution sensible de R qui atteignait la valeur 0,142.

Nous avons terminé l'affinement de cette structure en appliquant à chaque atome de carbone, d'oxygène et d'azote un coefficient thermique anisotrope. Cette anisotropie a pu être constatée sur fonction différence $(F_o - F_c)$, obtenue à l'aide du photosommateur de Von Eller. Le calcul à l'aide d'un programme mis au point au laboratoire (Bouzon, Hauw, Gaultier & Clastre, 1965) a confirmé cette observation. Le facteur de reliabilité final pour les 452 taches observées sur les rétigrammes de De Jong est de 0,100.

> C(2 C(3 N O

Résultats et discussions

Les paramètres et les valeurs des coefficients b_{ij} d'agitation thermique sont contenus dans les Tableaux 1 et 2. Les atomes d'hydrogène ont été affectés d'un coefficient d'agitation thermique isotrope $B = 3 Å^2$.

Les Figs.1, 2 et 3 représentent la disposition des molécules sur les projections suivant Ox, Oy et Oz. La Fig.4 montre les longueurs et les angles de liaison donnés dans le Tableau 3. Ceux-ci sont conformes à ce qui a déjà été trouvé pour les autres diamides aliphatiques (Ayerst & Duke, 1954; Davies & Pasternak, 1956; Hospital & Housty, 1965, 1966) à l'exception toutefois des angles formés par les liaisons C(1)-H(10).

Le groupement amide présente les mêmes longueurs de liaison que dans les diamides à nombre pair de carbones: C=O 1,22 Å et C-N 1,33 Å.

Le plan moyen de la chaine de carbone est parallèle à y et a pour équation:

0,7180x + 0,6961z' - 0,2490 = 0.

Le plus éloigné des atomes C(2) n'est situé qu'à 0,04 Å de ce plan.

Tableau 1.	Coordonnées	atomiques finales
------------	-------------	-------------------

		x/a $\sigma_{x/a}$	y/b	$\sigma_{y/b}$	z/c $\sigma_{z/c}$	
	C(1)	0,0000	0,1262	$\pm 0,0014$	0,2500 —	
	C(2)	$0,0256 \pm 0,0010$	0,2264	$\pm 0,0008$	$0,1834 \pm 0,0003$	
	N	0.1442 ± 0.0009	0,1237	$\pm 0,0009$ + 0.0007	$0,1112 \pm 0,0003$ 0,0758 $\pm 0,0002$	
	0 -	$0,0787 \pm 0,0006$	-0,0119	± 0,0006	$0,0862 \pm 0,0002$	
	H(10) –	0,2130	0,1103		0,1939	
	H(20)	0,2072	0,2816		0,2232	
	H(21) - H(21	0,1350	0,3060		0,1468	
	H(40)	0,1517	0,1562		0,0268	
		0,2101	0,2714		0,0909	
		Tableau 2.	Valeurs find	ales des b _{ij}		
	b_{11}	b22	b33	b_{12}	b23	b_{13}
)	0,0888	0,0142	0,0093	-0,0365	0,0032	0,0451
!) 	0,0620	0,0098	0,0059	-0,0362	-0,0118	0,0303
9	0,0503	0,0117	0,0049	0,0306	0,0096	0,0233
	0.0795	0,0128	0,0074	0,0364	0,0085	0,0350
	0,0770	0,0070	0,0077	0,0207	0,0051	0,0398
	Tal	oleau 3. <i>Distai</i>	nces et angle	es interatomi	ques	
	C(1)-C(2)	1,52±0,01 Å	C(2	-C(1)-H(10))) 93°	
	C(2) - C(3)	$1,52 \pm 0,01$	C'(2	2) - C(1) - H(10)) 95	
	C(3)-N	1.34 ± 0.01	H'(10)-C(1)-H(10))) 165	
	C(3)=0	$1,22 \pm 0,01$	C(1) -C(2) -H(20)		
	C(1) = II(10)	$1,00 \pm 0,03$		-C(2)-H(2)	1) 103	
	C(2) - H(20)	$0,90 \pm 0,05$	C(1) -C(2) -H(2)	1) 107	
	U(2) - H(21) N - H(40)	$1,00 \pm 0,05$		C(2) - H(2)	1) 112 110 20	
	N = H(41)	$0,93 \pm 0,03$		(21) - C(2) - H(2)	$110^{-}30$	
	11 11(41)	0,70 <u>-</u> 0,05	N_	H(40) =	158 30	
	NHO''	2.97 ± 0.03	N-	H(41) O'''	143	
	NHO‴	$2,94 \pm 0,03$			145	
			0″	NO‴	101 30	
	C'(2)-C(1)-C(2)	114°	0″	NC(3)	117 30	
	C(1) - C(2) - C(3)	113	0‴	′NC(3)	141 30	
	C(2) = C(3) = N	117	× *17		1.60	
	C(2) = C(3) = 0	121	NV		160	
	N =C(3) = 0	122	N V	UN"	79 30	
			N.	UU(3)	120-30	



Fig. 1. Projection de la structure suivant l'axe Ox.



Fig. 2. Projection de la structure suivant l'axe Oy.

Tableau 4. Axes des ellipsoïdes d'agitation thermique: amplitudes et cosinus directeurs par rapport aux axes x'vz

C(1)*	9,5	0,782	-0,557	-0,278
	0	0,321	0,744	-0,585
	6,7	0,533	0,367	0,761
C(2)	7,3	0,826	-0,538	0,167
	0,3	0,460	0,815	0,349
	2,8	0,324	0,211	-0,922
C(3)	6,3	0,773	0,621	0,127
	1,2	0,549	-0,756	0,354
	2,8	0,315	-0,203	-0,926
N	7,8	0,834	0,539	0,114
	1,6	0,551	-0,821	-0,146
	3,6	0,015	0,193	-0,980
0	7,5	0,948	0,306	0,077
	1,9	0,311	-0,865	-0,391
	3,6	0,052	-0,393	0,917

 \ast L'amplitude de l'agitation thermique de cet atome est inattendue.



Fig. 3. Projection de la structure suivant l'axe Oz.

Les atomes d'azote et d'oxygène en sont respectivement distants de: +0,47 Å et -0,51 Å.

Le plan du groupement amide NC(3)O a pour équation:

$$0,5051x - 0,3906y + 0,7707z' - 0,1726 = 0$$

Le plan de la chaine et le plan du groupement amide font un angle de $+26^{\circ}$ et l'arête d'intersection de ces deux plans est confondue avec C(2)-C(3).

Les molécules sont liées bout à bout par des ponts hydrogène centrosymétriques N-H---O'' (2,97 Å).

Le plan de ce pont hydrogène O''NON'' liant les molécules a pour équation:

$$0,5653x - 0,4513y + 0,6916z' = 0$$



Fig.4. Distances interatomiques et angles de liaison.



Fig. 5. Projection des ellipsoïdes d'agitation thermique sur le plan xOz.

MICHEL HOSPITAL ET JACQUES HOUSTY

Tableau 5. Facteurs de structure observés et calculés

Fc -23.13 -15.05 -12.300 -17.225 -3.51 2.45 2.45 2.45 2.45 2.45 2.45 2.45 2.45	-11.000 -15.000 -15.000 -15.000 -125.0000 -125.00000 -125.0000 -125.0000 -125.00000 -125.00000 -125.00000 -125.00000 -125.000000 -125.00000 -125.000000000000000000000000000000000000	-0.277 5.5.255 -0.073 5.5.255 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0.0000 -0000 -0.0000 -0000 -0000 -0000 -0000 -0000 -0000	5.07 21.07 -1.35 -1.35 -1.25 -1.25 -1.15 -5.11	-0.52 -0.52 -0.52	3.10 -2.533 -1.532 -1.533 -1.5533 -1.55533 -1	4.73 -0.21 -1.71 -2.14 -1.31 -4,80
Fo 23.554 13.030 10.955 1.500 2.355 1.500 2.355 1.459 2.126 2.100 2.400	13.30 hh.h1 20.10 h.55 10.25 24.70 6.31 1.50 3.15	1.15 5.15 5.50 1.00 1.00 1.00 1.00 0.00 0	3.02 21.65 7.05 1.07 5.36 11.75 1.05 1.05	- 1.05 4.50	5.00 1.32 5.52 5.52 3.552 5.37 4.552 7.51	1.056 1.622 1.055 1.057
h k / -05 001 13 -06 022 13 -06 022 13 -06 022 13 -06 022 13 -06 02 02 13 -06 02 02 13 -07 00 03 13 -06 02 05 13 -06 02 05 13 -06 02 05 13 -06 00 03 13 -06 05 05 13 -06 05 13 -06 05 13 -06 05 13 -06 05 13 -06 05 13 -06 13 -06 05 13 -06 13 -06 13 -07 05 15 -07 05 15	-06 00 1 ¹ ; -02; 00 16 -02 00 16 -03 00 16 -03 01 16 -03 01 16 -01 01 16 -00 02 16	-02 02 14 00 02 14 -05 03 14 -03 03 14 -01 03 14 -01 03 14 -02 04 14 -02 04 14 -03 05 14 -03 05 14	-05 01 15 -03 01 15 -06 02 15 -04 02 15 -05 03 15 -05 03 15 -01 03	-04, 04, 15 -02, 04, 15 -03, 05, 15 -03, 05, 15	-02 00 16 -05 01 16 -03 01 16 -04 02 16 -04 02 16 -02 02 16 -05 03 16 -03 03 16 -03 03 16	-06 04 10 -04 04 16 -02 06 04 16 -05 05 16 -05 05 16 -03 05 16 -04 07 16
F _c 9.499 -1.488 14.85 6.19 9.00 6.01 -12.00 -12.00	-0.20 -11.10 2.30 -16.55 -10.13 2.60 2.60 2.63	21.21 17.71 10.15 2.37 20.10 5.07 4.5 32.45	2,000 -C-531 17-31 15-32 11:77	-1.13 -3.057 -5.057 -1.16 -2.00 -0.01 -1.00 -1.00 -1.022	2.03 -1.61 7.30	-4.4:0 -2.35 0.23 -12.61 4.00 1.12 -17.44 1.62 5.05 -6.31 6.22 -7.71 0.32
Fo 8.16 2.33 15.69 14.40 5.01 5.01 7.1h 16.02 12.50	10.00 2.52 2.03 15.51 12.00 4.53 15.07 4.03 2.00	21.03 21.02 17.70 6.73 20.43 10.00 5.45 56.45	1.55	1.65 5.50 5.707 2.75 2.77 5.007 7.007 10 5.72	0.65 1.10 7.03	1.05 3.07 10.034 11.310 12.07 4.01 5.00 12.07 4.01 5.01 7.21
h k l -02 066 08 -03 07 08 -01 07 08 -02 066 08 -03 07 08 -03 08 -03 07 08 -03 08 -03 00 -03 07 08 -03 00 -03 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00 -00 00	-01, 01, 02, 02, -02, 02, 03, 00, -03, 03, 00, -01, 03, 00, -04, 04, 05, -02, 04, 05, -02, 04, 05, -02, 04, 05, -03, 05, 05, -01, 05, 05,	-04: 00 10 -02 00 10 -05 01 10 -03 01 10 -03 01 10 -01 01 10 -01 01 10 -02: 02 10	00 00 10 -05 03 10 -03 03 10 -01 03 10 -04 03 10 -06 05 10	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-01 05 11 -06 00 12 -06 00 12 -02 00 12	000 00 12 -05 01 12 -01 01 12 -01 02 12 -00 02 12 -05 03 12 -05 03 12 -01 03 12 -04 12 -04 12 -03 05 12 -01 05 12
Fc -1.17 9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.277 -9.2000 -1.1.1.976 -1.2.1.77 -1.2.1.976 -1.2.1.77 -2.2.1.77 -2.3.365 -1.2.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1	-0.05 -20.05 -5.02 -15.02 -15.02 -12.16 -9.04 -5.75 -11.50 -3.41 -1.00	7.70 -12.53 -23.50 10.70 11.10 0.10 13.55 0.00 11.55 0.00 11.55 0.00	27.05 36.21 10.20 0.55 21.76 2.22 -0.93 -9.62 -20.30 -23.15 -13.21	-13.51 -12.05 -11.16 -12.05 -11.16 1.55 1.10	35.02 0.05 -16.59 1.31 11.82 3C.44 0.95 -2.62 12.90	44,16 11.95 -2.60 2.000 2.200 2.22 -8.397 -13.91 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -23.89 -15.23
<i>F</i> ₀ 1.40 10.11 11.40 20.43 20.43 20.43 21.05 2.31 20.02 2.02 2.02 2.02 2.02 2.02 2.02 2.	21.128 1.128 1.342 19.17 0.55 1.42 19.17 1.55 1.57 3.33 1.16	6.70 11.45 27.45 1.45 1.45 1.45 1.45 1.45 1.45 1.45 1	37.53 7.00 2.22 14.25 1.52 2.30 10.70 20.50 20.97 14.25	29.41 10.75 10.78 13.00 1.50 2.01	36.55 C.11 14.51 2.33 11.47 39.65 11.63 2.09 11.20	44.57 13.11 2.33 2.31 10.055 8.468 2.889 26.96 14.381 6.47 24.10 15.81
h k l at 22 -053 -053 -053 -053 -053 -054 -053 -054 -053 -054 -053 -054 -053 -054 -054 -054 -055	-0: 03 03 02 06 06 -05 07 06 -03 07 06 -01 07 06 -01 07 05 -04 00 05 -04 00 05 00 00 06	-05 01 07 -03 01 07 -01 01 07 -06 02 07 -04 02 07 -02 02 07 -02 02 07 -03 07 -05 03 07	-01 03 07 -04 04 07 -04 04 07 -02 05 07 -02 05 07 -05 05 07 -03 05 07 -01 05 07 -01 05 07	-07 06 07 00 06 07 -03 07 07 -01 07 07 -01 07 07 -02 00 07	-04 00 0C -02 00 0C -05 01 0C -05 01 0C -03 01 0C -01 01 08 -04 02 00	-02 02 02 08 02 02 08 -05 03 08 -03 03 08 -01 03 08 -01 03 08 -04 08 -04 08 -02 04 08 -02 04 08 -02 04 08 -03 05 08 -01 05 08 -01 05 08 -01 05 08 -01 05 08
Fc 9243 -7.2573 -7.243 -9.200 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -9.4800 -1.142 -9.4300 -9.48000 -9.48000000 -9.480000000000000000000000000000000000	-6.20 -12.05 -1.13 -1.71 -16.46 -7.760 -7.760 -7.760 -1.77 -3.47	5.52 15.53 -23.000 6.022 -2.660 -11.023 -11.023 -1.005 -10.023 -10.025	-22.74 -0.04 0.36 1.01 -16.44 -0.00 12.57 -3.09 3.97 13.37 4.89	-1.56 10.03 1.41 4.33 -2.26 -0.323 -7.63 -7.51 -1.30	-5.53 4.10 2.60 5.10	-1.01 11.37 -2.32 -58.10 -6.08 2.23 0.99 -5.42 -57.06 -24.99 2.04 2.04 2.04 2.04 -54.37 -24.76 -8.32
Fo 24.8 20.248 23.778 23.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 25.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 25.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 24.7.0 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.00 25.7.000 25.7.00000000000000000000000000000000000	6.265 11.255 12.255 12.5	6.20 17.700 11.12 2.10 2.20 10.00 13.20 10.00 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 13.20 14.20 15	23.17 10.03 2.43 10.26 11.500 11.500 11.500 13.70 13.70	2.120 3.140 2.1437 2.437 10.2440 5.24 5.24 5.24 5.24 5.24 5.24 5.24 5.24	55555	2.05 11.31 5.445 2.257 58.504 2.103 55.705 2.103 55.705 2.103 55.705 2.103 55.705 2.103
h k / 444 0134 444 65 5 65 65 65 65 65 65 65 65 65 65 65 6	-03 07 05 -01 07 05 03 07 05 03 07 05 -02 05 05 -02 05 05 -03 07 05	-05 01 05 -03 01 05 01 01 05 03 01 05 -05 02 05 -05 02 05 07 02 05 07 02 05 07 02 05 -05 03 05	-03 05 -01 03 05 -01 03 05 -02 04 -02 04 05 07 -05 05 05 05 05 05 05 05 05 05	03 05 05 -04 06 05 02 06 05 -02 06 05 -03 07 05 -01 07 05 -04 08 05 -05 -04 08 05 -05 -05 -05 -05 -05 -05 -05 -	-03 00 05 -01 00 05 01 00 05 00 10 05	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
Fc 2.08 -7.00 -14.23 13.32 -14.48 -7.45 12.465 -7.455 -7.455 -3.100 -7.455 -7.455 -7.455 -7.55 -1.2.27 -7.55 -1.2.27 -7.55 -1.2.27 -1.2.55 -1.2.	-3.5h 5.10 -5.22 3.00 -5.15 11.07 -15.6t -15.3h	-3.77 -2.501 -1.501 -2.501 -2.501 -2.27 -1.000 -2.27 -1.000 -2.205 -0.02 -0.02 -0.02	26.71 -2.40 -4.732 -0.19 14.55 16.55 2.44 10.35 5.71	643376600 555660 005403675 402034125	5.25 5.79 5.20	-23.12 -55.01 -11.97 -2.92 -24.93 -24.93 -1.20 -24.83 -0.71 -52.60 -19.82 -0.71 -5.67 -24 -29
<i>F</i> ₀ 1.95 13.366 8.35 2.20 2.17 17.65 2.52 2.52 2.52 2.52 2.52 2.52 2.52 2	2.10 5.00 5.20 3.32 h.72 12.20 10.32 15.55	2.75 1.04 3.04 24.73 3.23 1.03 2.00 0.852 2.50 3.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 4.50 5.50 4.50 4.50 5.50 4.50 5.50 4.50 5.50	26.35 1.26 3.25 1.71 2.00 15.37 14.17 6.45 10.75 10.75	0.05 1.03 1.00	5.25 5.99 4.52 3.39	23.57 58.41 13.07 4.03 243.80 21.34 2.31 57.03 2.1.15 10.24 10.24 10.24 10.24 10.24 10.57 5.65
<i>h k l</i> 22 -055 055 022 -010 057 025 -010 057 005 -010 005 -010 005 -010 005 -010 005 -0	-05 01 03 -01 00 03 -01 00 07 -01 00 07 -01 00 07 -03 01 03 -01 01 03 -01 01 03	-05, 02, 03 -01, 02, 03 -02, 02, 03 00, 02, 03 01, 02, 03 -05, 03, 03 -01, 03, 03 -01, 03, 03 -01, 03, 03 -03, 03, 03 -03, 03, 03 -03, 03, 03 -03, 03, 03 -03, 03, 03 -03, 03, 03, 03 -03, 03, 03, 03, 03, 03, 03, 03, 03, 03,	00 04, 03 02 04, 03 -05 05 03 -01 05 03 01 05 03 01 05 03 -01 05 03 -01 05 03 -01 05 03 -05 05 03 -05 05 -05 05 -03 -05 05 -03 -00 -05 05 -03 -00 -05 05 -03 -00 -05 05 -03 -00 -00 -05 05 -03 -00 -00 -00 -00 -00 -00 -00 -00 -00	02: 0/, 03 -03; 05; 03 -01; 07; 03 -01; 07; 03 03; 07; 03 -04; 06; 03 -04; 06; 03 -02; 03; 03 00; 00; 03 -03; 00; 00; 03 -03; 00; 00; 03 -03; 00; 00; 03; -03; 00; 00; 00; 00; 00; 00; 00; 00; 00;	-01 09 03 01 09 03 00 10 03 -05 00 04 -06 00 04	-02 000 0, -02 000 0, 02 000 0, -03 00 0, -03 01 0, -03 01 0, -03 01 0, -03 01 0, -03 01 0, -04 0, -04 0, -04 0, -04 0, -04 0, -05 0, -
F a 335550300 523-2003007-06460 	-7:0055 -0055 -0055 -0055 2055 20555 105555 105555 105555 105555 1055555 105555 105555 105555 105555 105555	-1.50 -30.50 -102.700 -5.20 -3.01 -5.20 -3.01 -5.20 -3.01 -5.20 -3.01 -5.20 -3.01 -5.20 -3.01 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -102.70 -3.00 -3.00 -102.70 -3.0	0.55 14.5.019 -0.501 -0	11.51 10.72 3.03 0.70 7.03 -5.03	-15.00 -15.00 -15.47 -5.00	-C.76 20.05 -2.16 -21.189 28.63 41.44 -12.37 -21.72 40.89 20.86 -14 -15.41 8.81 11.08
Fo 800.500 500 500 500 500 500 500 500 500 5	21.13 21.13 5.880 1.35 1.40 1.4,05 16.10	1.70,0556020026	1.0007 1.0007 1.01.0007 0.0007 1.01.000 1.0000 1.0000 1.000 1.00000 1.00000 1.00000 1.0000000 1.00000000	13000000000000000000000000000000000000	15.67 6.755 16.51 5.105 16.51 16.51 16.51	2007 24.36 22.17 24.320 22.19 11.60 2.19 11.60 2.19 25.10 2.19 25.10 2.17 24.36 2.19 15.15 2.10 2.17 24.36 2.19 15.10 2.10 15.10 2.10 15.10 2.10 17,24 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 17,55 2.10 14,557 14,5577 14,5577 14,5577 14,5577 14,5577 14,5577 14,5577 14,557
<i>h k</i> 1 00000000000000000000000000000000000	05 05 00 05 05 00 02 05 00 01 07 00 05 04 00 01 07 00 03 07 00 03 07 00 03 07 00 01 00 00 01 00 00	-05 01 01 -03 01 01 01 01 01 03 01 01 05 01 01 -05 02 01 -07 02 01 02 02 01 -05 03 01	-03 03 01 -01 03 01 03 05 01 05 05 01 -05 05 01 -05 05 01 -05 05 01 00 05 01 00 05 01 00 05 01 0	-03 07 01 -01 07 01 01 07 01 02 07 01 -03 07 01 -03 07 01 -03 07 01 -03 07 01 -03 07 01 -03 07 01 -04 01 00 10 01	-0/: 00 02 -02 00 02 00 00 02 01: 00 02 01: 00 02 -03 01 02	-01 01 02 01 01 02 -04 02 02 -04 02 02 -02 02 02 02 02 02 02 02 02 -03 03 02 -01 03 02 -02 04 02

Le plan des liaisons hydrogène et le plan du groupement amide font un angle de: $+6^{\circ}$. Angles et longueurs de liaison sont comparables à ceux que l'on trouve dans les enchainements des diamides pairs.

Un autre pont, formé de deux liaisons hydrogène NH---O'''(2,94 Å) centrosymétriques, relie quatre molécules appartenant à des enchainements voisins.

Le plan de ce pont hydrogène $(O''NO'''N^{iv})$ a pour équation:

0,5913x - 0,4214y + 0,6685z' - 0,0446 = 0.

L'angle dièdre du plan de ces liaisons hydrogène et du plan du groupement amide est: 7°. Angles et longueurs de liaison sont eux aussi comparables à ceux que l'on trouve entre les enchainements des diamides pairs. Remarquons que les positions des atomes d'hydrogène [H(40) et H(41)] liés à N ne sont pas sur les droites N---O. Les angles NH---O sont très différents de 180° (voir Tableau 3).

Les grandeurs et les cosinus directeurs des axes de l'ellipsoïde d'agitation thermique de chaque atome par rapport au système d'axes rectangulaires x'yz sont don-

nés au Tableau 4 et les projections de ces ellipsoïdes suivant [010] sont représentées sur la Fig. 5.

La cohésion du cristal est assurée pour une part très importante par les ponts hydrogène qui assurent: les uns, les enchainements de molécules mises bout à bout, les autres, les liaisons obliques entre les enchainements.

Le clivage facile (110) rompt uniquement ces liaisons obliques.

Nous remercions la Société Du Pont de Nemours qui nous a fourni le glutaramide de pureté suffisante pour obtenir un cristal utilisable pour la diffraction X.

Références

AYERST, E. M. & DUKE, J. R. C. (1954). Acta Cryst. 7, 588. BOUZON, C., HAUW, C., GAULTIER, J. & CLASTRE, J. (1965). Bull. Soc. franc. Minér. Crist. À paraître.

- DAVIES, D. Ř. & PASTERNAK, R. Á. (1956). Acta Cryst. 9, 334.
- HOSPITAL, M. & HOUSTY, J. (1965). Acta Cryst. 18, 820.

HOSPITAL, M. & HOUSTY, J. (1966). Acta Cryst. 20, 368.