

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. (1967). **23**, 330

Crystallographic and optical data for *N*-methyl-2,4,6-trinitroacetanilide.* By ELIZABETH GEBERT, LOUIS FUCHS and GARY CHRISTOPH†, *Chemistry Division, Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois, U.S.A.*

(Received 25 August 1966 and in revised form 10 March 1967)

Crystallographic and optical data are recorded.

In connection with n.m.r. work conducted in this laboratory, Weissenberg and precession photographs with Cu $K\alpha$ radiation were taken of *N*-methyl-2,4,6-trinitroacetanilide, recrystallized from ethanol, to determine the symmetry and unit-cell size. The crystals were thin, colorless, transparent square plates laying on the (001) face. Cleavage was parallel to the plate. These plates yielded an almost centered Bx_0 figure. A second recrystallization from ethanol yielded large polyhedra. Both morphological forms gave the same crystallographic cells. The cell parameters were determined by least-squaring 19 high angle reflections obtained from a precision Weissenberg camera. The density was determined by flotation methods. Although agreement between calculated and observed density indicated that the unit cell contained no solvent molecules, microscopic examination indicated that the polyhedral form had inclusions of solvent. The systematic absences observed were $0k0$, $k = 2n + 1$ and $00l$, $l = 2n + 1$.

* Based on work performed under the auspices of the U.S. Atomic Energy Commission.

† Student aide.

Table 1. *Crystallographic data*

a	$= 7.813 \pm 0.002$
b	$= 8.666 \pm 0.002$
c	$= 17.990 \pm 0.001$
β	$= 100.521 \pm 0.006^\circ$
U	$= 1197.71 \text{ \AA}^3$
D_m	$= 1.56 \text{ g.cm}^{-3}$
D	$= 1.60 \text{ g.cm}^{-3}$
Z	$= 4$

Space group $P2_1/m$ or $P2_1$

Table 2. *Optical data*

Biaxial(-)	
α	$= 1.528 \pm 0.003$
β	$= 1.645 \pm 0.003$
γ	$= 1.718 \pm 0.003$
x	$= 1.718 \pm 0.003$
$x = b$	
$Z \wedge [001]$	$= 74^\circ$
$2V_\alpha$	$= 67.2^\circ$

We wish to thank John Weil for supplying the crystals.

Acta Cryst. (1967). **23**, 330

Sur deux déterminations indépendantes de la structure cristalline de la 1,5-dihydroxyanthraquinone.

Par JEAN GUILHEM, *Laboratoire de Cristallographie, 1 rue Victor-Cousin, Paris 5e, France*

(Reçu le 24 février 1967)

Two independent determinations by X-ray diffraction of the crystal structure of anthrarufin are compared. The discrepancies between the results are given with the r.m.s. from the two refinement methods. The latter are underestimated, as seems to be most frequently the case in structure refinements.

La structure cristalline de l'anthrarufine a fait l'objet d'une note aux *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* (Guilhem, 1964) (Deux projections), et d'une communication aux *Journées de Chimie Organique de la Société Chimique de France*, le 24 septembre 1965 (Structure tridimensionnelle affinée). La publication de la structure complète, faisant partie d'un travail de thèse, a été différée (Guilhem, 1967).

Hall & Nobbs (1966) ont publié une étude analogue. Il semble intéressant de comparer des résultats obtenus de manière entièrement indépendante.

Pour simplifier, nous désignerons par HN le travail de Hall & Nobbs, et par JG celui de l'auteur. Nous adopterons la convention généralement admise $a < c$ (JG). Par contre, la numérotation atomique sera celle de HN.

Nous donnerons dans chaque cas les résultats avec leurs écarts-types, la différence entre les deux résultats, et l'écart-type, calculé à partir de la moyenne des variances.

Maille élémentaire

	HN	JG	δ	σ
a	6,003 (0,005)	6,02 (0,01)	0,017	0,008
b	5,308 (0,005)	5,31 (0,01)	0,002	0,008
c	15,755 (0,010)	15,74 (0,01)	0,015	0,010
V	93,62 (0,08)	94,0 (0,1)	0,38	0,09
D_m	501,0	502 (2)		
D_c	1,570	1,592		
	1,595	1,589 (0,007)		

Affinement						Longueur des liaisons (Å. 10 ³)				
		HN		JG		HN	JG	δ		
Méthode		Synthèses différentielles (Shiono)		Moindres carrés (Busing et Levy)		C(1)-C(2)	1399 (7)	1398 (6)	1	7
Taches mesurées		865		1053		C(2)-C(3)	1397 (7)	1378 (6)	19	7
R final		0,133		0,099		C(3)-C(4)	1365 (7)	1390 (6)	25	7
						C(4)-C(5)	1379 (6)	1387 (6)	8	6
						C(5)-C(6)	1429 (6)	1411 (5)	18	6
						C(6)-C(1)	1395 (6)	1399 (5)	4	6
						C(5)-C(7')	1495 (6)	1480 (5)	15	6
						C(1)-O(1)	1343 (6)	1346 (5)	3	6
						C(7)-O(2)	1214 (5)	1228 (5)	14	5
Coordonnées (1 = x/a , 2 = y/b , 3 = z/c) (10 ⁻⁴ Å)										
		HN		JG		δ			σ	
C(1)	1	3363 (7)	3348 (4)	15	6					
	2	0267 (9)	0258 (5)	9	7					
	3	1120 (3)	1199 (2)	79*	3					
C(2)	1	3315 (8)	3302 (5)	13	7					
	2	1430 (11)	1452 (6)	22	9					
	3	1880 (3)	1875 (2)	5	3					
* Une erreur de transcription est probable.										
C(3)	1	1621 (8)	1643 (5)	22	7					
	2	3233 (9)	3237 (6)	4	8					
	3	1966 (3)	1968 (2)	2	3					
C(4)	1	0005 (8)	0006 (5)	1	7					
	2	3397 (9)	3384 (6)	13	8					
	3	1396 (3)	1394 (2)	2	3					
C(5)	1	0033 (7)	0025 (4)	8	6					
	2	1728 (8)	1708 (5)	20	7					
	3	0725 (3)	0717 (2)	8	3					
O(6)	1	1612 (7)	1702 (4)	10	6					
	2	0175 (9)	0146 (5)	29	7					
	3	0616 (3)	0615 (2)	1	3					
C(7)	1	1741 (7)	1724 (4)	17	6					
	2	1935 (8)	1915 (5)	20	7					
	3	0103 (3)	0106 (2)	3	3					
O(1)	1	5047 (6)	5032 (3)	15	5					
	2	1937 (8)	1931 (4)	6	6					
	3	1160 (3)	1152 (1)	9	3					
O(2)	1	3161 (6)	3168 (4)	7	5					
	2	3558 (7)	3547 (4)	11	6					
	3	0195 (2)	0193 (1)	2	2					
H(1)	1		4640 (70)							
	2		2910 (100)							
	3		0580 (30)							
H(2)	1	4596	4610 (70)	14						
	2	1309	1240 (90)	69						
	3	2344	2250 (30)	94						
H(3)	1	1578	1600 (70)	22						
	2	4528	4470 (100)	58						
	3	2501	2380 (30)	121						
H(4)	1	1330	1390 (30)	60						
	2	4789	4450 (110)	339						
	3	1474	1390 (30)	84						

On voit que les différences sont très supérieures aux erreurs statistiques données. Il semble que ces dernières soient sous-estimées. Dans le cas JG, l'erreur sur la longueur des liaisons est d'environ 1,5 fois celle déduite des écarts-types sur les coordonnées donnés par l'affinement [pour tenir compte d'un calcul d'erreur basé sur la série-différence: Cruickshank (1949)].

De nombreuses causes d'erreur ont sans doute été négligées. Dans les deux cas, la correction d'absorption n'a pas été effectuée, mais le cristal est peu absorbant. L'extinction secondaire a été corrigée pour les 31 réflexions les plus intenses par HN; JG a affecté un poids nul aux 12 réflexions les plus intenses, et adopté un schéma de pondération en $(a + b \cdot F_o + c \cdot F_o^2)^{-1}$.

La technique photographique des films multiples avec enregistrement de clichés de Weissenberg équii-inclinés, est commune. Mesures visuelles (HN) ou par microdensitométrie (JG). Strates enregistrées: $(hk0)-(hk9)$ et $(h0l)-(h3l)$ (HN), et $(0kl)-(5kl)$ et $(h0l)-(h4l)$ (JG). Dans le cas JG, les deux séries de mesures ont été mises à l'échelle par deux affinements préliminaires.

L'application des critères statistiques de Cruickshank (1949) au rapport δ/σ , conduit à des résultats aberrants avec les écarts-types issus des affinements (δ/σ souvent supérieur à 3). La moyenne des deux déterminations donne pour la longueur des liaisons:

C(1)-C(2)	1,40 Å
C(2)-C(3)	1,39
C(3)-C(4)	1,38
C(4)-C(5)	1,38
C(5)-C(6)	1,42
C(6)-C(1)	1,40
C(5)-C(7')	1,49
C(6)-C(7)	1,47
C(1)-O(1)	1,34
C(7)-O(2)	1,22

avec un écart-type $\sigma = (\sum_n \delta^2 / 2n)^{1/2}$ de l'ordre de 0,01 Å.

En conclusion, il semble raisonnable de multiplier par un facteur proche de deux l'erreur statistique brute obtenue à partir d'un affinement.

Références

- CRUICKSHANK, D. W. J. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 65, 154.
 GUILHEM, J. (1964). *C.r. Acad. Sci. Paris*, **258**, 617.
 GUILHEM, J. (1967). *Bull. Soc. chim. Fr.* p. 1656.
 HALL, D. & NOBBS, C. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 927.