

$$\Delta\omega = \text{grad}_{\mathbf{q}}\omega \cdot (\Delta\mathbf{Q} - \Delta\mathbf{Q}_0) + \Delta\omega_0 \quad (61)$$

for any point on this surface, and

$$\mathbf{c} = -\text{grad}_{\mathbf{q}}\omega \quad (62)$$

is the group velocity of the phonon.

If c_1 , c_2 and c_3 are the components of \mathbf{c} along ΔQ_x , ΔQ_y and ΔQ_z respectively and we consider only the case of a symmetry plane such that $c_3=0$, then using the same notation as before we can write equation (61) as

$$X_4 = -c_1X_1 - c_2X_2 + W, \quad (63)$$

where

$$W = \Delta\omega_0 + \mathbf{c} \cdot \Delta\mathbf{Q}_0 = (\mathbf{s} + \mathbf{c}) \cdot \Delta\mathbf{Q}_0 \quad (64)$$

The observed intensity is then obtained by integrating the resolution function over the plane defined by equation (63). Substituting the relation in this equation into the exponent of the resolution function [equation (59)] we have:

$$\begin{aligned} \sum_{k=1}^4 \sum_{l=1}^4 M_{kl} X_k X_l &= M_{11} X_1^2 + M_{22} X_2^2 + M_{33} X_3^2 \\ &+ M_{44} (-c_1 X_1 - c_2 X_2 + W)^2 + 2M_{12} X_1 X_2 \\ &+ 2(M_{14} X_1 + M_{24} X_2) (-c_1 X_1 - c_2 X_2 + W) \end{aligned} \quad (65)$$

and on integration over X_1, X_2 and X_3 we obtain

$$I_W = 2\pi R_{33} G_1 G_2 \exp\{-\frac{1}{2} G_3^2 W^2\}, \quad (66)$$

where

$$R_{33} = \int_{-\infty}^{\infty} \exp\{-\frac{1}{2} M_{33} X_3^2\} dX_3 \quad (67a)$$

$$G_1 = 1/(M_{11} + c_1^2 M_{44} - 2c_1 M_{14}) \quad (67b)$$

$$G_2 = 1/[M_{22} + c_2^2 M_{44} - 2c_2 M_{24} - G_1 \{M_{12} - c_1 M_{24} - c_2 (M_{14} - c_1 M_{44})\}^2] \quad (67c)$$

$$\begin{aligned} G_3^2 &= M_{44} + G_1 c_1 (M_{14} - c_1 M_{44})^2 \\ &- G_2 [-c_2 M_{44} + M_{24} - G_1 (M_{14} - c_1 M_{44}) \\ &\{M_{12} - c_1 M_{24} - c_2 (M_{14} - c_1 M_{44})\}]^2. \end{aligned} \quad (67d)$$

Comparing equation (66) with equation (12) we see that the peak intensity is simply

$$I_0 = 2\pi R_{33} G_1 G_2 \quad (68)$$

and

$$H_S = G_3 W. \quad (69)$$

The characteristic width of a linear scan in $\Delta\omega, \Delta\mathbf{Q}$ space in terms of W is thus $1/G_3$.

We note that in this derivation we have assumed that over the range of the scan, *i.e.* the range of $\Delta\omega_0$ and $\Delta\mathbf{Q}_0$ values, that the resolution function itself does not change [see equation (11)]. This is valid only if the range of $\Delta\omega_0$ and $\Delta\mathbf{Q}_0$ is small compared with ω_0 and \mathbf{Q}_0 , the positions corresponding to the intensity maximum in the scan.

References

- BARRETT, C. S., MUELLER, M. H. & HEATON, L. (1963). *Rev. Sci. Instrum.* **34**, 347.
 CAGLIOTI, G. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1202.
 CAGLIOTI, G., PAOLETTI, A. & RICCI, F. P. (1958). *Nucl. Instr. Methods*, **3**, 223.
 CAGLIOTI, G., PAOLETTI, A. & RICCI, F. P. (1960). *Nucl. Instr. Methods*, **9**, 195.
 CAGLIOTI, G. & RICCI, F. P. (1962). *Nucl. Instr. Methods*, **15**, 155.
 CAGLIOTI, G. & TOCCHETTI, D. (1964). I.A.E.A. International Symposium on the Inelastic Scattering of Neutrons, Bombay.
 CAGLIOTI, G. & TOCCHETTI, D. (1965). *Nucl. Instr. Methods*, **32**, 181.
 COLLINS, M. F. (1963). *Brit. J. Appl. Phys.* **14**, 805.
 SAILOR, V. L., FOOTE, H. L., JR., LANDON, H. H. & WOOD, R. E. (1956). *Rev. Sci. Instrum.* **27**, 26.
 SHULL, C. G. (1960). M.I.T. Technical Report AFOSR-TR-60-111.
 WILLIS, B. T. M. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 763.

Acta Cryst. (1967). **23**, 367

Application de la Méthode d'Addition Symbolique: Structure Cristalline de l'Acide *N*- α -Naphtyltetrahydro-1,2,3,6-phtalamique

PAR J. P. MORNON

Laboratoire des Rayons X, IRCHA, 12 Quai Henri IV, Paris 4^e

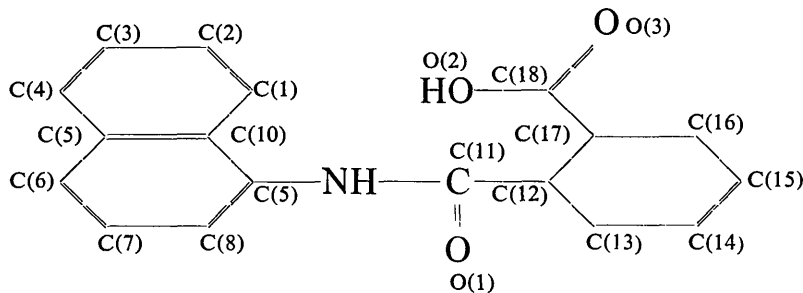
(Reçu le 23 février 1967)

The symbolic addition method has been used to determine the crystal structure of *N*- α -naphthyl-1,2,3,6-tetrahydrophthalamic acid. The material crystallizes in the space group $P2_1/c$ with cell dimensions $a = 17.43$, $b = 4.97$, $c = 22.90$ Å, $\beta = 132^\circ$. A comparison on structural aspects is made with *N*- α -naphthyl-4-chlorophthalamic acid.

Introduction

La détermination des structures cristallines de plusieurs acides arylphtalamiques a été entreprise pour contribuer à l'explication de leur mode d'action sur les végétaux. En effet certains de ces composés inversent

le sens du géotropisme de racines végétales (Mentzer, Molho & Pacheco, 1950). Cette résolution de structure par application de la méthode d'addition symbolique fait suite à celle de l'acide *N*- α -naphtylchloro-4-phtalamique (Mornon, 1966). L'acide *N*- α -naphtyl-tetrahydro-1,2,3,6-phtalamique a pour formule:



Ce travail a déjà fait l'objet d'une courte note (Moron, 1967).

Partie expérimentale

L'acide *N*- α -naphthyl-tétrahydro-1,2,3,6-phthalamique cristallise dans le système monoclinique en plaquettes incolores. Les paramètres de la maille déterminés sur chambre de Weissenberg ont pour valeurs :

$$a = 17,43 \pm 0,03, \quad b = 4,97 \pm 0,015, \quad c = 22,90 \pm 0,04 \text{ \AA}$$

$$\beta = 132 \pm 0,3^\circ; \quad (V = 1475 \text{ \AA}^3).$$

Le groupe spatial est $P2_1/c$ avec $Z=4$; la densité calculée possède la valeur $D_c = 1,31 \text{ g.cm}^{-3}$. Les intensités diffractées ont été recueillies par la technique habituelle des films multiples sur chambre de Weissenberg intégrante et non intégrante avec la radiation $\text{Cu K}\alpha$. Les intensités indépendantes, au nombre de 2850, ont été lues au moyen d'un densitomètre et d'une échelle étalonnée.

Après corrections par les facteurs de Lorentz et de polarisation les intensités observées ont été placées à l'échelle absolue par la méthode de Wilson et les facteurs de structure normalisés $|E_H|$ ont été calculés.

Pour le groupe $P2_1/c$ $|E_H|^2 = |F_H|^2 / \sum_{j=1}^N ef_j^2$ avec $\varepsilon = 1$ sauf pour les réflexions $h0l$ et $0k0$ pour lesquelles sa valeur est 2.

Cette structure donne la distribution suivante : 0,7% $|E| > 3$; 4,5% $|E| > 2$; 31,5% $|E| > 1$; contre théoriquement 0,3%, 5%, 32% pour une distribution atomique uniforme dans un cristal centrosymétrique.

Détermination des phases des facteurs de structure

La structure a été résolue comme celle de l'acide *N*- α -naphthylchloro-4-phthalamique par application de la méthode d'addition symbolique (Karle & Karle, 1966). L'origine a été fixée par le choix des signes de trois réflexions linéairement indépendantes et il a été attribué les signes symboliques a, b, c, d à quatre réflexions dans les premières étapes de l'application de la formule Σ_2 : $sE_H \approx s \sum_K E_K E_{H-K}$, H et K tridimensionnels. Il est

nécessaire que les réflexions composant la séquence de départ (Tableau 1) aient des modules $|E|$ élevés pour assurer des probabilités acceptables au cours des étapes initiales. Elles doivent également posséder un grand nombre d'interactions $H, K, H-K$ intervenant dans

Σ_2 . La détermination des signes est contrôlée par la formule de probabilité

$$P_+(E_H) = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} th \frac{\sigma_3}{\sigma_2^{3/2}} |E_H| \sum_K E_K E_{H-K} \text{ avec } \sigma_n = \sum_{j=1}^N Z_j^n,$$

Z étant le numéro atomique de l'atome j , la maille contenant N atomes.

Tableau 1. Séquence de départ

H	s	$ E_H $
$\bar{2}$ 1 7	+	2,68
$\bar{3}$ 2 8	+	3,00
$\bar{5}$ 3 12	+	2,95
$\bar{2}$ 1 4	a	2,40
6 3 3	b	3,28
$\bar{1}\bar{4}$ 0 6	c	3,25
$\bar{1}\bar{7}$ 2 16	d	2,90

De nombreuses relations intervenant entre symboles firent admettre comme très probables les égalités $a = -c = +1$. Quatre séquences de signes restaient alors possibles. La faible valeur du paramètre b a permis d'effectuer un choix par exploitation des termes $h0l$. La séquence $a = b = d = -c = +1$ apparut être la bonne solution. Elle satisfait de façon importante la cohérence interne par rapport à Σ_2 .

Les sections de Fourier normales à \mathbf{b} ont alors été effectuées sur photosommateur avec 367 facteurs de structure normalisés dont les signes venaient ainsi d'être déterminés. La quasi-totalité d'entre eux possède des modules supérieurs à 1,5. Les photosommes

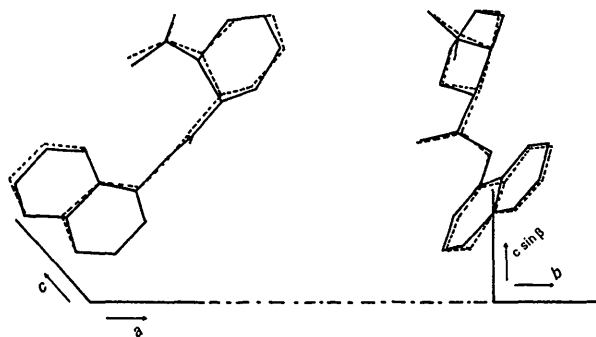


Fig. 3. Projections selon les axes b et a de l'unité asymétrique. Le contour en pointillé indique le résultat des sections photosommées calculées à partir des 367 E dont les signes ont été obtenus par la méthode d'addition symbolique. Le contour en traits pleins correspond à la molécule après affinement.

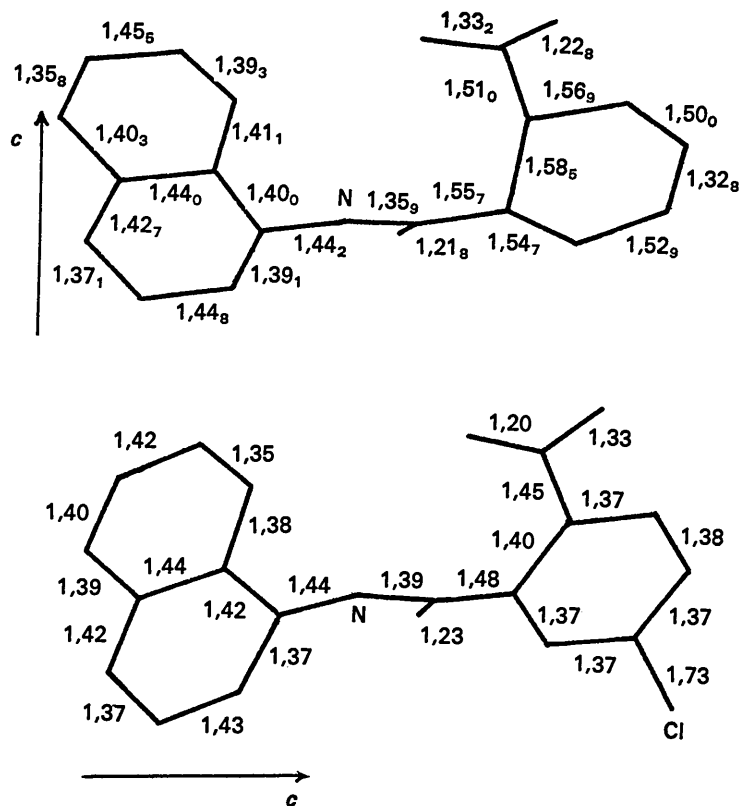


Fig. 4. Longueur en Å des liaisons pour l'acide *N*- α -naphtyl-tétrahydro-1,2,3,6-phthalamique (haut) et pour l'acide *N*- α -naphtyl-chloro-4-phthalamique (bas).

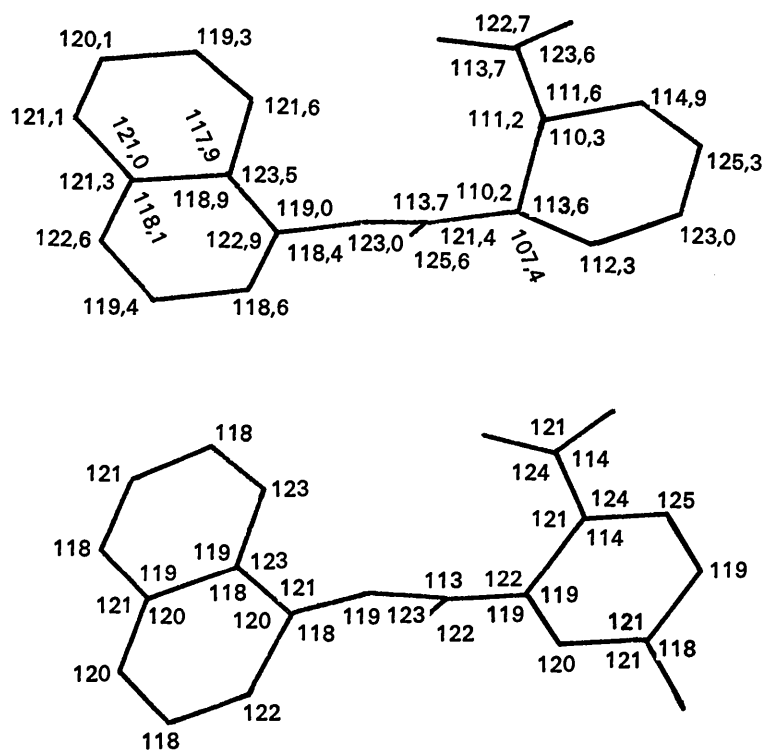


Fig. 5. Angles en degrés des liaisons pour l'acide *N*- α -naphtyl-tétrahydro-1,2,3,6-phthalamique (haut) et pour l'acide *N*- α -naphtyl-chloro-4-phthalamique (bas).

(a) et (b) (Fig. 1) illustrent cette étape du travail. Les 22 atomes de la molécule étaient ainsi très bien résolus.

La séquence $a=b=-c=-b=+1$ donne une structure voisine mais dont l'unité asymétrique est décalée par rapport aux centres de symétrie. La séquence $a=-b=-c=-d=+1$ conduit à l'obtention d'une unité asymétrique partielle.

Après affinement il a été constaté qu'un seul signe avait été mal déterminé (20 0 18, $|E|=1,70$).

Affinement

Les coordonnées atomiques déduites des sections de Fourier à base E ont été affinées au moyen du programme ORXLS de Busing et Lévy sur machine IBM 704. Après sept cycles d'affinement avec des facteurs d'agitation thermique isotropes le coefficient d'accord a pour valeur $R=0,150$ pour les réflexions mesurées non nulles. Les séries différences ne présentent pas de traits remarquables. Les erreurs standard moyennes sont respectivement pour C, N, O de: 0,011 Å; 0,008 Å; 0,007 Å.

Les 15 atomes d'hydrogène ont alors reçu un début d'affinement. La Table 3 donne les facteurs de structure ayant servi à l'affinement. Ceux-ci représentent la presque totalité des intensités recueillies. Un changement de repère ayant été effectué, les réflexions telles que $k+l=2n+1$ ont leur signe inversé par rapport aux résultats de la méthode d'addition symbolique.

Description de la structure

La Fig. 3 indique les projections de l'unité asymétrique selon les axes b et a . La densité électronique finale projetée selon b est illustrée par la photosomme Fig. 2. La Tableau 2 donne la liste des coordonnées atomiques.

Tableau 2. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotropes

	x	y	z	B
C(1)	0.2325	-0.2327	0.2773	3.4
C(2)	0.1631	-0.3525	0.2809	4.5
C(3)	0.0527	-0.2994	0.2181	4.9
C(4)	0.0193	-0.1228	0.1597	4.1
C(5)	0.0892	-0.0007	0.1564	3.1
C(6)	0.0545	0.1838	0.0952	4.0
C(7)	0.1208	0.3083	0.0907	4.4
C(8)	0.2305	0.2514	0.1500	3.2
C(9)	0.2652	0.0738	0.2105	2.3
C(10)	0.1985	-0.0529	0.2162	2.5
C(11)	0.4482	0.2090	0.3063	2.2
C(12)	0.5601	0.0968	0.3697	2.1
C(13)	0.6359	0.3158	0.3864	2.8
C(14)	0.7473	0.2594	0.4617	3.3
C(15)	0.7718	0.0916	0.5172	3.1
C(16)	0.6961	-0.0720	0.5134	2.6
C(17)	0.5799	0.0087	0.4455	2.0
C(18)	0.5478	0.2275	0.4712	2.2
O(1)	0.4322	0.4502	0.2953	3.6
O(2)	0.4472	0.2258	0.4325	2.8
O(3)	0.6075	0.3919	0.5235	3.0
N	0.3743	0.0143	0.2686	2.3

La structure cristalline de l'acide N - α -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phthalamique possède une analogie importante avec celle de l'acide N - α -naphtylchloro-4-phthalamique. Les données concernant ce dernier composé indiquées dans la comparaison suivante peuvent

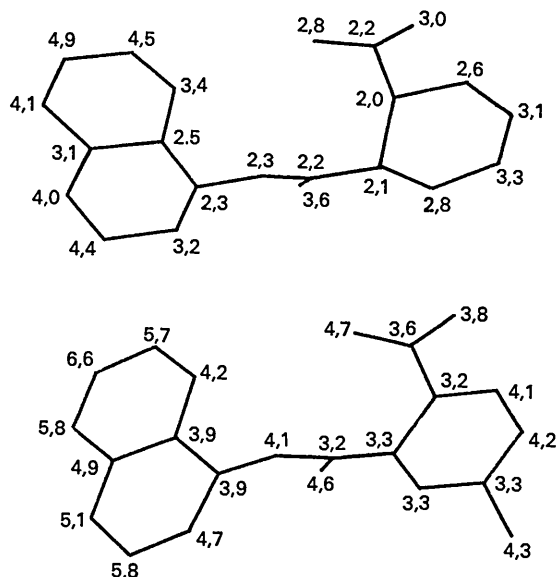


Fig. 6. Coefficients B d'agitation thermique isotrope pour l'acide N - α -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phthalamique (haut) et pour l'acide N - α -naphtylchloro-4-phthalamique (bas).

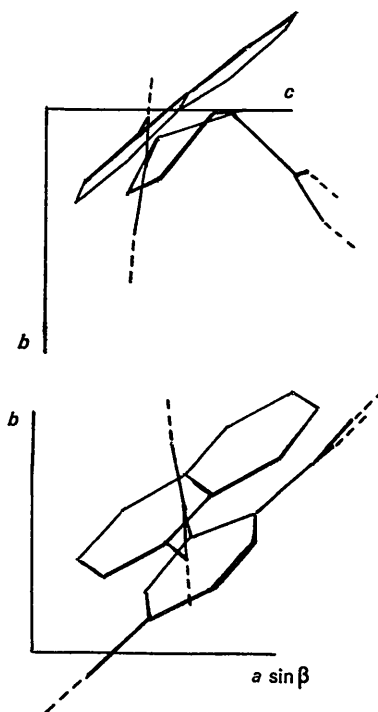


Fig. 7. Projection de la molécule d'acide N - α -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phthalamique selon la normale au plan b,c (haut), projection de la molécule d'acide N - α -naphtylchloro-4-phthalamique selon l'axe c (bas).

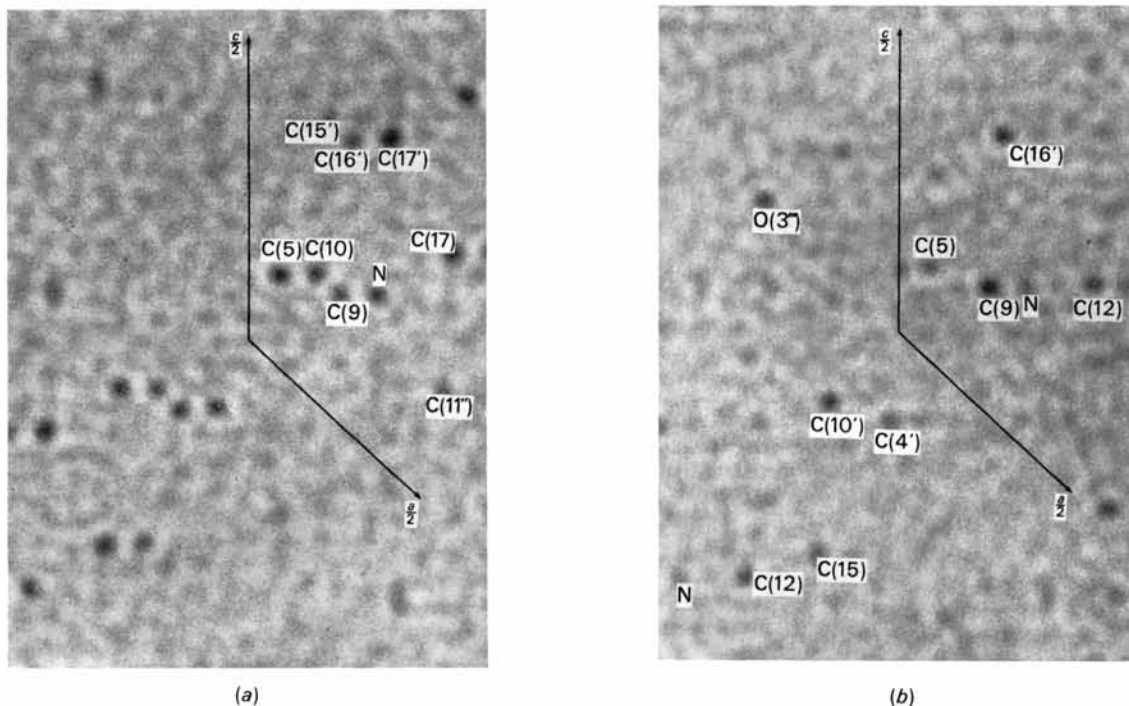


Fig. 1. Exemples de sections de Fourier photosommées. Ces sections sont normales à l'axe *b* et obtenues à partir de 367 *E* dont les signes ont été obtenus par application de la méthode d'addition symbolique. (a) Section $y=0$. (b) Section $y=0,100$.

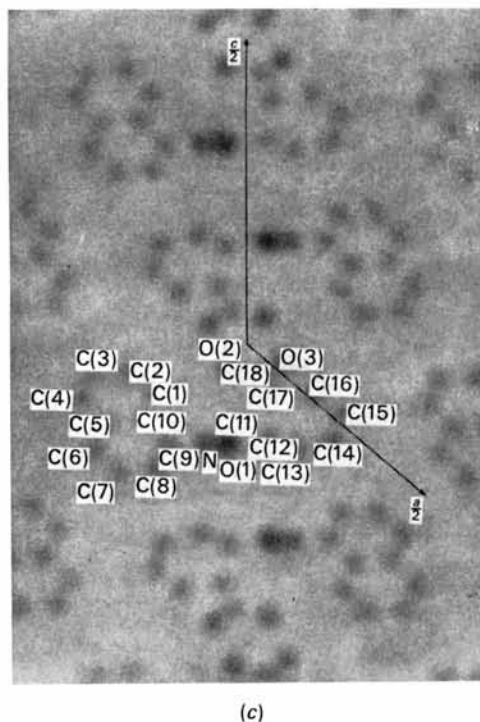


Fig. 2. Projection selon l'axe *b* de la densité électronique obtenue au photosommateur après affinement. (Un changement d'origine $0+\frac{1}{2}, 0, 0+\frac{1}{2}$ est effectué par rapport aux photosommes (a) et (b) (Fig. 1).

Tableau 3. Liste des facteurs de structure ayant permis l'affinement

Les strates h0l, h1l, h2l, h3l, h4l, ne sont pas placées à l'échelle absolue. Les facteurs d'échelle indiqués multiplient l'échelle absolue. Le signe # doit être lu -.

Table with columns H, K, L, Fobs, Fcalc, and multiple columns of factor values. Includes sub-headers like 'k=1, facteur d'échelle=0.048' and 'k=C, facteur d'échelle=0.330'.

Table 3 (suite)

#11	4	12	6,7	7,0
#11	4	13	1,0	1,2
#11	4	14	6,6	6,9
#11	4	15	6,4	6,7
#11	4	16	6,1	6,0
#11	4	17	3,9	4,1
#11	4	18	2,5	2,4
#11	4	19	2,2	2,1
#11	4	20	2,0	2,2
#11	4	21	1,8	1,9
#11	4	22	6,3	6,4
#12	4	1	3,7	3,0
#12	4	2	1,6	1,5
#12	4	3	3,6	3,3
#12	4	4	2,4	2,1
#12	4	5	2,0	1,9
#12	4	6	2,3	2,2
#12	4	7	8,0	8,8
#12	4	8	4,4	4,4
#12	4	9	6,8	6,6
#12	4	10	6,5	6,9
#12	4	11	1,0	1,4
#12	4	12	2,5	2,5
#12	4	13	1,0	1,8
#12	4	14	2,3	2,4
#12	4	15	6,3	6,4
#12	4	16	4,6	4,5
#12	4	17	1,0	1,4
#12	4	18	1,0	1,3
#12	4	19	3,2	2,6
#12	4	20	4,5	4,5
#12	4	21	1,0	1,1
#12	4	22	1,1	1,3
#13	4	1	1,7	1,4
#13	4	2	1,0	1,5
#13	4	3	5,0	4,5
#13	4	4	2,4	2,2
#13	4	5	2,7	1,8
#13	4	6	3,3	1,9
#13	4	7	1,0	1,6
#13	4	8	1,0	1,8
#13	4	9	1,0	1,0
#13	4	10	1,0	1,2
#13	4	11	3,9	3,7
#13	4	12	1,0	1,7
#13	4	13	4,9	4,0
#13	4	14	1,0	1,2
#13	4	15	8,6	8,3
#13	4	16	1,6	1,6
#13	4	17	2,3	2,0
#13	4	18	1,3	1,7
#13	4	19	2,1	1,4
#13	4	20	2,4	2,1
#13	4	21	1,0	1,1
#13	4	22	1,8	1,4
#14	4	3	5,0	4,9
#14	4	4	1,0	1,7
#14	4	5	1,0	1,0
#14	4	6	2,9	2,7
#14	4	7	1,0	1,0
#14	4	8	5,1	4,1
#14	4	9	1,0	1,6
#14	4	10	1,0	1,9
#14	4	11	2,1	1,3
#14	4	12	6,7	6,0
#14	4	13	2,8	1,7
#14	4	14	5,9	5,0
#14	4	15	4,2	2,0
#14	4	16	4,2	3,9
#14	4	17	2,2	2,8
#14	4	18	3,0	2,8
#14	4	19	1,0	1,3
#14	4	20	2,6	2,3
#14	4	21	1,0	1,0
#14	4	22	1,5	1,5
#15	4	6	1,0	1,5
#15	4	7	3,1	3,9
#15	4	8	2,0	1,4
#15	4	9	6,8	6,4
#15	4	10	2,2	1,0
#15	4	11	7,1	6,2
#15	4	12	6,7	6,8
#15	4	13	3,5	1,6
#15	4	14	6,1	6,7
#15	4	15	5,3	5,6
#15	4	16	2,5	1,9
#15	4	17	2,4	1,6
#15	4	18	2,4	1,8
#15	4	19	5,2	4,4
#15	4	20	1,0	1,1
#15	4	21	3,4	3,6
#16	4	9	4,4	4,1
#16	4	10	5,2	4,0
#16	4	11	1,0	1,0
#16	4	12	4,3	3,2
#16	4	13	2,1	2,5
#16	4	14	2,2	2,6
#16	4	15	3,8	3,3
#16	4	16	2,4	2,4
#16	4	17	1,2	1,9
#16	4	18	1,0	1,1
#16	4	19	1,9	1,8
#16	4	20	4,3	4,3
#17	4	11	2,2	1,2
#17	4	12	2,2	1,2
#17	4	13	4,6	3,2
#17	4	14	1,0	1,4
#17	4	15	1,0	1,3
#17	4	16	1,0	1,0
#17	4	17	1,5	1,7

donner lieu à de faibles modifications, sa structure fine (très voisine de la symétrie $P2_1/c$) n'ayant pu encore être complètement élucidée.

Ces deux molécules cristallisent dans le groupe $P2_1/c$ avec des paramètres b voisins: 4,81 et 4,97 Å. La molécule d'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtylchloro-4-phtalamique est allongée dans la direction de l'axe c , celle du second composé l'est suivant une normale à cette direction. Elles ont sensiblement la même forme. Les distances et angles de liaisons apparaissent normaux pour les différentes parties de ces molécules (Figs. 4, 5, 6). Les groupements α -naphtyl sont comparables à ceux déjà décrits (Okaya & Ashida, 1966). Les deux groupements cycliques intervenant dans ces composés sont en pre-

mière approximation parallèles entre eux et inclinés d'un angle de l'ordre de 40° sur la direction de l'axe b dans l'une et dans l'autre structure (Fig. 7). Les enchaînements intermoléculaires assurant la stabilité des deux cristaux sont du même type.

Pour l'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtylchloro-4-phtalamique une chaîne d'interaction chlore-chlore, acide-acide est renforcée par une chaîne de liaisons hydrogène $N\text{-H}\cdots O$ entre molécules de deux mailles voisines dans la direction de l'axe b . Cette disposition se retrouve dans la structure de l'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phtalamique, l'interaction chlore-chlore étant omise.

La principale différence entre ces deux composés réside au niveau des groupements acides. Pour l'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtylchloro-4-phtalamique le groupement acide fait un angle faible et voisin de 10° avec le cycle phényle et donne lieu à une liaison classique $C=O\cdots H-O-C$ de force modérée, l'interaction chlore-chlore tendant à l'affaiblir. Les liaisons carbone-oxygène sont nettement différenciées, localisant ainsi l'hydrogène en la position indiquée sur la Fig. 8. Le groupe acide du composé hydrogéné est quant à lui proche d'être normal au 'plan' du cycle tétrahydrogéné, donc du plan moléculaire moyen. La force de la liaison hydrogène associée est normale; les deux liaisons carbone-oxygène sont également proches des valeurs attendues

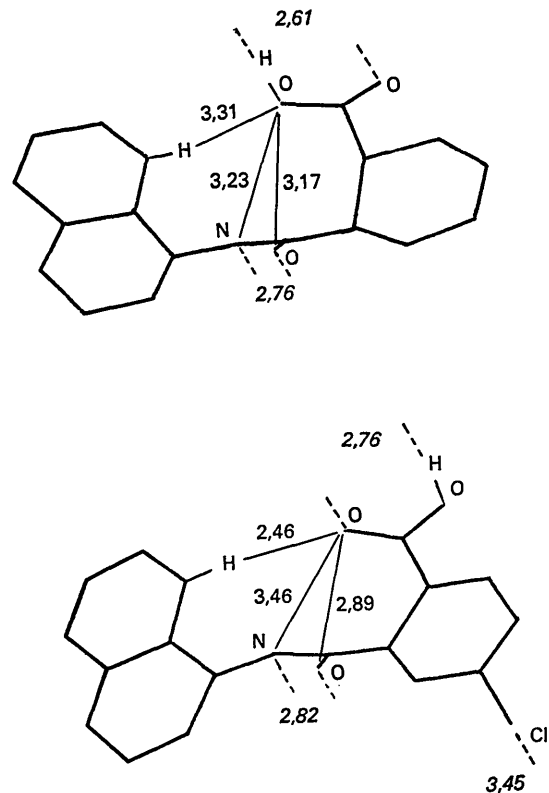


Fig. 8. Configuration du groupement acide pour l'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phtalamique (haut) et pour l'acide $N\text{-}\alpha$ -naphtylchloro-4-phtalamique (bas). Les valeurs des longueurs des liaisons intermoléculaires fortes sont imprimées en italiques.

d'une part pour une liaison simple, d'autre part pour une liaison double assignant à l'atome d'hydrogène une position inverse de celle constatée pour l'acide *N*- α -naphtylchloro-4-phtalamique. L'acide *N*- α -naphtylchloro-4-phtalamique est actif en ce sens qu'il inverse le géotropisme naturel alors que l'acide *N*- α -naphtyltétrahydro-1,2,3,6-phtalamique ne l'est pas. Il convient d'attendre la résolution des structures cristallines d'autres acides arylphtalamiques pour envisager une relation structurale entre ces composés et l'hormone dont ils inhibent le transfert, à savoir l'acide β -indolylacétique dont la structure cristalline a été récemment publiée (Karle, Britts & Gum, 1964).

Les corrections préliminaires ont été effectuées sur machine CDC 3600, les autres calculs étant faits à la

main et les séries de Fourier étudiées au photosommateur (von Eller, 1955, 1965.)

Références

- ELLER, G. VON (1955). *Bull. Soc. franç. Minér. Crist.* **78**, 157.
 ELLER, G. VON (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1000.
 KARLE, I. L., BRITTS, K. & GUM, P. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 496.
 KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849.
 MENTZER, C., MOLHO, D. & PACHECO, H. (1950). *Bull. Soc. chim. Biol.* **32**, 572.
 MORNON, J. P. (1966). *C.r. Acad. Sci. Paris*, **263**, 286.
 MORNON, J. P. (1967). *C.r. Acad. Sci. Paris*, **264**, 192.
 OKAYA, Y. & ASHIDA, T. (1966). *Acta Cryst.* **20**, 461.

Acta Cryst. (1967). **23**, 376

The Crystal Structure of 5-Nitouracil Monohydrate

BY B. M. CRAVEN

*School of Chemistry, University of Sydney, N.S.W., Australia
 and The Crystallography Laboratory, University of Pittsburgh, Pittsburgh, Pa. 15213, U.S.A.*

(Received 28 December 1966)

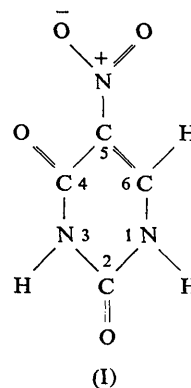
The crystal structure of 5-nitouracil monohydrate is monoclinic with space group $P2_1/c$. The lattice translations are $a=5.137$, $b=21.956$, $c=9.587$ Å, $\beta=143^\circ 30'$ with four formula units per cell. The structure has been determined from three-dimensional X-ray diffraction data measured in part from integrated Weissenberg photographs and, in part, using a diffractometer. The R value is 6% and the e.s.d.'s in positional parameters for the heavier atoms are about 0.0024 Å. Molecules of 5-nitouracil are in the 2,4-dioxo tautomeric form. The dihedral angle between the plane of the pyrimidine ring and the nitro group is 4.7° . Both the water and the 5-nitouracil molecules are linked by hydrogen bonds into sheets, these being separated by 3.05 Å. The water molecule is surrounded by five oxygen atoms and one imine group in an almost coplanar configuration. The water oxygen atom accepts a bent hydrogen bond from the imine group and the two water hydrogen atoms are involved in weak hydrogen bonds with four oxygen acceptor atoms. A hydrogen bond $C(6)H(6)\cdots O$ to a nitro oxygen atom ($H\cdots O$, 2.30 Å) appears to be an important structure-determining factor.

Introduction

Interest in 5-nitouracil (I)* has centered on its action as an analog for the naturally occurring pyrimidine bases uracil and thymine; *e.g.* Agren (1954) and Teramoto, Hashida & Mukai (1958) report it to be a bacterial growth inhibitor while Sormova, Melichar & Sorm (1960) report it to be a plant growth stimulant. Sebesta, Bauerova & Sormova (1961) give evidence that 5-nitouracil is a competitive inhibitor in the enzymatic degradation of uracil by an extract of rat liver.

The crystal structure of 5-nitouracil monohydrate has been undertaken in order to determine the tautomeric form of the molecule and the nature of the hydrogen bonding.

* In this paper, atoms are numbered according to chemical convention, as in (I). Ring substituent atoms take the number of the corresponding ring atom, except for the nitro oxygen atoms, O(7) and O(8). The water molecule atoms are O(W), H(1, W), H(2, W).



Experimental

The crystal data are given in Table 1. Colorless crystals of prismatic habit were readily grown by slow evaporation of the pale yellow aqueous solution. The crystals slowly effloresce at normal room temperature and