

avec une solution aqueuse de SO_2 à 1%. La fraction principale, à faible fluorescence jaune, est recueillie, puis évaporée sous vide. Le résidu représente la ptérine XVI déjà pure.

$\text{C}_7\text{H}_9\text{ON}_5$ (179,16) Calc. C 46,92 N 5,06% Tr. C 46,74 N 5,30%

RÉSUMÉ

Nous décrivons la synthèse des ptérines méthylées, dont les dérivés tétrahydrogénés nous ont servi à établir le mécanisme probable de réoxydation des tétrahydroptérines en dihydro-7,8-ptérines, en passant par l'intermédiaire d'une dihydroptérine quinoïdique instable.

Zurich, Institut de Chimie organique
de l'Université

BIBLIOGRAPHIE

- [1] 15^e communication: A. BOBST & M. VISCONTINI, *Helv.* 49, 884 (1966).
- [2] M. VISCONTINI & A. BOBST, *Helv.* 47, 2087 (1964); 48, 816 (1965).
- [3] W. PFLEIDERER, E. LIEDEK, R. LOHRMANN & M. RUKWIED, *Chem. Ber.* 93, 2015 (1960).
- [4] W. V. CURRAN & R. B. ANGIER, *J. Amer. chem. Soc.* 80, 6095 (1958).
- [5] A. BOBST & M. VISCONTINI, *Helv.* 49, 875 (1966).
- [6] W. PFLEIDERER & M. RUKWIED, *Chem. Ber.* 94, 1 (1961).
- [7] J. H. BOOTHE *et al.*, *J. Amer. chem. Soc.* 70, 27 (1948).
- [8] H. WIELAND, A. TRATTER & R. PURRMANN, *Liebigs Ann. Chem.* 545, 209 (1940).
- [9] W. TRAUBE & H. W. DUDLEY, *Ber. deutsch. chem. Ges.* 46, 3839 (1913).

216. Die Strukturen der mittleren Ringverbindungen

X. 1,6-*trans*-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid, monokline Modifikation

von Effi Huber-Buser und J. D. Dunitz

(23. VI. 66)

1,6-*trans*-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid kristallisiert in einer triklinen und einer monoklinen Modifikation. Die Struktur der triklinen Modifikation ist schon früher bestimmt und, unter Anwendung der Methode der kleinsten Quadrate auf die dreidimensionalen Strukturfaktorwerte, verfeinert worden [1] [2]. In der vorliegenden Arbeit wird über die Strukturaufklärung des monoklinen Kristalls berichtet. Die beiden Modifikationen differieren nicht nur durch die Packung der Molekeln im Kristallgitter, sondern enthalten zudem zwei verschiedene Konformere, die sich, bei gleichbleibendem Ringgerüst, durch die Lage der Substituenten unterscheiden.

Im Cyclodecanring treten Kohlenstoffatome von drei Typen¹⁾ – I, II, III – auf (vgl. Fig. 1). Setzt man voraus, dass die *endo*-Wasserstoffatome nicht durch grössere Substituenten ersetzt werden können, so sind für diese vier Stellungen möglich: je eine an Ringgliedern vom Typus I und III und je zwei an denen vom Typus II, die mit IIe (pseudoäquatorial) und IIa (pseudoaxial) bezeichnet werden. Für die 1,6-

¹⁾ Der Typus eines tetraedrischen Ringgliedes wird durch eine der vier energetisch günstigen partiellen Konformationen, welche die relativen Lagen von fünf Ringgliedern umfassen, beschrieben: I (+sc, -sc), II(-sc, -sc oder +sc, +sc), III(ap, sc) und IV(ap, ap). [3].

trans-Substitution sind also vier Konformere zu erwarten, davon enthalten die Kristalle der triklinen Modifikation das (III, III)-, diejenigen der monoklinen das (IIa, IIa)-Konformere. Das (IIe, IIe)-Konformere wurde in Kristallen von 1,6-*trans*-Dibromocyclodecan beobachtet [4] und somit fehlt nur noch ein Beispiel für die (I, I)-Substitution.

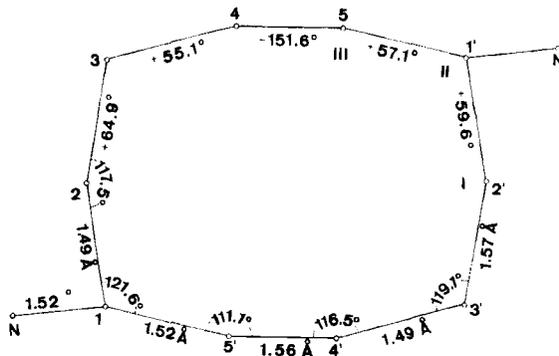


Fig. 1. Schematischer Grundriss der Molekel mit eingezeichneten Bindungslängen, Bindungs- und Torsionswinkeln

Kristalldaten. 1,6-*trans*-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid, $C_{10}H_{24}N_2Cl_2$. Monoklin, $a = 8,780 \text{ \AA}$, $b = 11,350 \text{ \AA}$, $c = 6,507 \text{ \AA}$, $\beta = 93^\circ 30'$, $V = 647 \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $D_m = 1,242 \text{ g/cm}^3$, $D_x = 1,247 \text{ g/cm}^3$. Raumgruppe $P2_1/c$ (C_{2h}^2). Molekularsymmetrie: Zentrum ($\bar{1}$).

Die obigen Gitterkonstanten sind etwas genauer als die früher veröffentlichten [1]. Sie wurden aus Messungen auf 30° -Präzessions-Aufnahmen CuK_α ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$), MoK_α ($\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$) bestimmt und sind mit einem Fehler von ca. $\pm 0,2\%$ behaftet, der hauptsächlich durch die Ungenauigkeit der Kameradistanz bedingt ist.

Intensitätsmessungen. Die Intensitäten der folgenden Netzebenen (30° -Präzessions-Aufnahmen, MoK_α -Strahlung) wurden ausgemessen: $hk0 - hk3$, $h0l - h3l$, $0kl - 3kl$. Die Aufarbeitung der Daten erfolgte analog zum triklinen Kristall [5]. Von den total 731 Reflexionen wurden deren 319 zweifach beobachtet.

Strukturanalyse. Die PATTERSON-Projektionen entlang den Kristallachsen waren mit zwei Sätzen von Chlorkoordinaten verträglich, von denen der eine durch die Packungsmöglichkeiten der Molekeln im Kristall ausgeschlossen werden konnte. Eine mit den Chlor-Vorzeichen berechnete FOURIER-Projektion (001) ergab eine ähnliche Elektronendichteverteilung, wie die entsprechende Verteilung für die triklinen Modifikation. Dies verleitete zur Annahme, die beiden Modifikationen seien nur verschiedene Packungen derselben Molekel [3]. Der Versuch, das (III, III)-Molekelmodell in die FOURIER-Projektionen (100, 010, 001) einzupassen und zweidimensional zu verfeinern, schlug jedoch fehl: einige Reflexionen niederer Ordnung zeigten starke Abweichungen zwischen dem beobachteten und dem berechneten Strukturfaktorwert, und der R -Faktor betrug im besten Fall 0,22. Dies führte schliesslich zur Verwerfung dieses Modells. Eine anschließende dreidimensionale Fouriersynthese zeigte sofort die richtigen Lagen der N- und C-Atome. Sie ergaben ein gleiches Ringmodell wie im triklinen Kristall, jedoch mit Substituenten in Stellung (IIa, IIa). Eine zweite FOURIER-Synthese führte zu einem verbesserten Koordinatensatz und einem R -Faktor von 0,15.

Zur Strukturverfeinerung wurde die Methode der kleinsten Quadrate benützt²⁾. Als Anfangswerte dienten der verbesserte Koordinatensatz der FOURIER-Synthese und willkürlich gewählte isotrope Temperaturschwingungsparameter $B_{Cl} = 2,2 \text{ \AA}^2$, $B_N = 2,4 \text{ \AA}^2$ und $B_C = 2,6 \text{ \AA}^2$. Allen 731 beobachteten Reflexionen wurde einheitlich das Gewicht 1 zugeteilt, den unter der Beobach-

²⁾ Es wurde eine Version des Vollmatrixprogramms von SPARKS, GANTZEL & TRUEBLOOD [6] verwendet.

tungsgrenze liegenden das Gewicht 0, d. h. für diese wurden nur die Struktur­faktoren gerechnet. Diese Werte sind am Ende der Verfeinerung kontrolliert worden und lagen ausnahmslos unterhalb der Beobachtungsgrenze. Im Verlauf von einem Zyklus isotroper und anschliessend drei Zyklen anisotroper Verfeinerung fiel die zu minimalisierende Quadratsumme $Q = \sum_{hkl} w (|F_o| - |kF_c|)^2$

von 5220 auf 2810. Mit Hilfe einer Differenz-FOURIER-Sythese³⁾ wurden darauf die Wasserstoffatomlagen bestimmt. Ihre Koordinaten konnten direkt aus den obersten Rängen der in absteigender Ordnung geordneten Elektronendichtemaxima entnommen werden. Sie wurden anschliessend drei Zyklen isotroper Verfeinerung unterworfen mit einem Grenzwert für $\sin \theta/\lambda$ von

Tabelle 1. 1,6-trans-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid (monoklin), Lage-Koordinaten und dazugehörige Streuungen (e. s. d.) · 10⁴

Atom	x	y	z
Cl	0,1027 (3)	0,1173 (2)	0,2817 (4)
N	0,1466 (9)	0,0988 (7)	0,8043 (15)
C(1)	0,3056 (11)	0,0555 (9)	0,7592 (15)
C(2)	0,3097 (12)	-0,0748 (9)	0,7830 (19)
C(3)	0,2922 (11)	-0,1261 (9)	1,0037 (18)
C(4)	0,4126 (11)	-0,1008 (9)	1,1695 (17)
C(5)	0,5794 (11)	-0,1347 (8)	1,1236 (16)
H(1)	0,3136 (142)	0,0654 (103)	0,6100 (191)
H(2,1)	0,3815 (159)	-0,0970 (116)	0,7663 (211)
H(2,2)	0,2313 (140)	-0,1123 (112)	0,6969 (181)
H(3,1)	0,1995 (141)	-0,0914 (105)	1,0576 (181)
H(3,2)	0,2856 (133)	-0,2182 (104)	1,0044 (181)
H(4,1)	0,3939 (145)	-0,0131 (107)	1,2215 (194)
H(4,2)	0,3988 (138)	-0,1536 (105)	1,3042 (186)
H(5,1)	0,6009 (132)	-0,2342 (108)	1,1374 (179)
H(5,2)	0,6014 (133)	-0,1355 (110)	0,9829 (184)
H(N,1)	0,1106 (141)	0,1904 (106)	0,7874 (193)
H(N,2)	0,1062 (168)	0,0562 (117)	0,7656 (229)
H(N,3)	0,1235 (129)	0,1060 (108)	0,9665 (184)
$\sigma(\text{Cl}) = 0,002\text{--}0,003 \text{ \AA}$			
$\sigma(\text{N}) = 0,008\text{--}0,010 \text{ \AA}$			
$\sigma(\text{C}) = 0,010\text{--}0,011 \text{ \AA}$			
$\sigma(\text{H}) = 0,110\text{--}0,150 \text{ \AA}$			

Tabelle 2. 1,6-trans-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid (monoklin), Anisotrope Temperatur­schwingungsparameter und deren Streuungen (e. s. d.'s)

$$T = \exp (-10^{-5}(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + \beta_{12}hk + \beta_{13}hl + \beta_{23}kl))$$

Atom	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
Cl	815 (28)	372 (14)	917 (46)	-196 (45)	-241 (60)	-102 (68)
N	573 (99)	309 (60)	1856 (249)	183 (118)	-258 (271)	47 (215)
C(1)	610 (123)	566 (78)	977 (224)	479 (166)	230 (286)	473 (254)
C(2)	656 (137)	327 (62)	2103 (306)	375 (159)	206 (367)	-459 (254)
C(3)	630 (113)	334 (66)	2706 (329)	133 (159)	358 (335)	174 (297)
C(4)	601 (117)	498 (79)	1934 (299)	51 (171)	638 (315)	662 (273)
C(5)	671 (111)	296 (66)	1727 (255)	150 (145)	55 (311)	207 (251)

³⁾ FOURIER-Programm für IBM 7094 von Dr. ALLEN ZALKIN, Chemistry Division, Lawrence Radiation Laboratory, Berkeley, California, USA.

0,4 (341 Reflexionen) und einem Anfangswert für B_H von $2,0 \text{ \AA}^2$. Die B_H -Werte zeigten grosse ungeordnete Verschiebungen, und eine Analyse der Grössen der betreffenden Diagonalelemente der Normalgleichungsmatrix [7] weist darauf hin, dass sie im Gegensatz zu den Lageparametern nicht verfeinert werden konnten.

In drei weiteren Zyklen wurden nochmals die Koordinaten und anisotropen Schwingungsparameter der schwereren Atome unter Einschluss der Wasserstoffbeiträge bei der Strukturfaktorrechnung verfeinert. Abschliessend folgten drei Zyklen, bei denen ausser dem konstant gehaltenen $B_H (=2,0 \text{ \AA}^2)$ sämtliche Atomparameter variiert wurden. Q betrug am Ende der Rechnung 1785 und der R -Faktor 0,094. Die invertierte Matrix des letzten Zyklus lieferte die Streuungen für sämtliche Parameter. Tabellen 1 und 2 geben die gefundenen Resultate wieder. Die Korrelationsmatrix und Streuungen dienten als Input für das «Function and Error Program» von BUSING, MARTIN & LEVY [8]⁴), mit dem anschliessend die in Tabellen 3 und 4 aufgeführten Temperatur-Hauptschwingungsrichtungen, resp. Distanzen, Winkel und Torsionswinkel und deren Streuungen berechnet worden waren. Tabelle 4 gibt unter anderem die C-H-Distanzen und ihre aus der

Tabelle 3. *1,6-trans-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid* (monoklin), Länge und Richtungscosinusse der Hauptachsen der anisotropen Temperaturschwingungen
Koordinatenachsen in Richtung: a , b und c^*

Atom	$B(\text{Å}^2)$			
Cl	1,30	+0,375	0,438	0,819
	1,92	-0,191	-0,829	0,530
	2,78	0,906	-0,358	-0,225
N	1,25	-0,643	0,731	-0,191
	1,98	-0,695	-0,682	-0,259
	3,28	-0,326	-0,035	0,945
C(1)	1,17	-0,588*	0,545	-0,602*
	1,57	-0,669*	0,070*	0,731*
	3,67	0,454	0,839	0,326
C(2)	0,93	-0,574	0,788	0,208
	2,51	-0,799	-0,500	-0,309
	3,77	-0,139	-0,342	0,927
C(3)	1,55	-0,545*	0,829*	-0,052
	2,05	-0,829*	-0,545*	0,104
	4,58	0,052	0,087	0,994
C(4)	1,50	0,809*	0,375*	-0,454
	2,06	0,559*	-0,743*	0,358
	4,04	0,208	0,545	0,819
C(5)	1,34	-0,375	0,906	-0,208
	2,18	-0,920	-0,391	0,017*
	2,97	-0,070*	0,191	0,978

Bei den mit * bezeichneten Richtungscosinussen weisen die entsprechenden Winkel eine Streuung (e. s. d.) von $\sigma \geq 20^\circ$ auf («Error Program» von BUSING, MARTIN & LEVY [8]).

⁴) Da dieses Programm auf nur entweder anisotrope oder isotrope Verfeinerung abgestimmt war, musste es zuerst mit dem verwendeten (SPARKS *et al.*) Programm verträglich gemacht werden. Es sei an dieser Stelle Dr. C. K. JOHNSON, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tenn., USA, gedankt, der uns das noch nicht zur allgemeinen Verteilung bestimmte Programm überliess, sowie dem Personal des Computing Centers des Lawrence Radiation Laboratory in Berkeley, California, das durch Einräumung von Priorität die Ausführung dieser Rechnungen überhaupt ermöglichte.

Tabelle 4. 1,6-trans-Diaminocyclodecan-dihydrochlorid (monoklin), Molekulare Geometrie
 Die in Klammern beigefügten Streuungen (e. s. d.'s) wurden mit dem «Function and Error Program»
 von BUSING, MARTIN & LEVY [8] berechnet

Abstände (Å)			
C(5')—C(1)	1,522 (0,014)	H —C(1)	0,98 (0,12)
C(1) —C(2)	1,487 (0,014)	H(1)—C(2)	0,69 (0,13)
C(2) —C(3)	1,566 (0,016)	H(2)—C(2)	0,96 (0,13)
C(3) —C(4)	1,492 (0,015)	H(1)—C(3)	0,99 (0,12)
C(4) —C(5)	1,560 (0,013)	H(2)—C(3)	1,05 (0,12)
C(1) —N	1,525 (0,012)	H(1)—C(4)	1,07 (0,12)
C(1) ...C(3)	2,610 (0,014)	H(2)—C(4)	1,07 (0,12)
C(4) ...C(5')	3,288 (0,013)	H(1)—C(5)	1,15 (0,12)
H(1)—N	1,09 (0,12)	H(2)—C(5)	0,95 (0,12)
H(2)—N	0,64 (0,14)		
H(3)—N	1,09 (0,12)		
Kürzeste Abstände zwischen N- und Cl-Atomen (Å)			
N...Cl (x, y, z)	3,406 (0,010)	N...Cl ($\bar{x}, \bar{y}, 1-z$)	3,313 (0,008)
N...Cl (x, $1/2-y$, $1/2+z$)	3,247 (0,008)	N...Cl (x, y, $1+z$)	3,160 (0,010)
Winkel		Torsionswinkel	
C(5')—C(1) —C(2)	121,6°(0,8)	C(4')—C(5')—C(1)—C(2)	— 57,1°(1,3)
C(1) —C(2) —C(3)	117,5 (0,9)	C(5) —C(1) —C(2)—C(3)	— 59,6 (1,3)
C(2) —C(3) —C(4)	119,1 (0,8)	C(1) —C(2) —C(3)—C(4)	64,9 (1,2)
C(3) —C(4) —C(5)	116,5 (0,9)	C(2) —C(3) —C(4)—C(5)	55,1 (1,2)
C(4) —C(5) —C(1')	111,1 (0,8)	C(3) —C(4) —C(5)—C(1')	— 151,6 (0,9)
C(5) —C(1') —N	107,5 (0,8)	C(4')—C(5')—C(1)—N	177,1 (0,7)
N —C(1) —C(2)	108,5 (0,8)	C(3) —C(2) —C(1)—N	— 65,7 (1,1)

Inversen der Normalgleichungsmatrix berechneten Streuungen, die 0,12 bis 0,13 Å betragen. Diese Streuungen stimmen erstaunlich gut mit der empirischen Streuung (e. s. d.)

$$\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (d_i - \bar{d})^2} = 0,13 \text{ Å}$$

überein, mit der die neun Abstände um ihren Mittelwert von $\bar{d} = 0,99 \text{ Å}$ schwanken. Ein ganz ähnliches Verhalten wurde bei den beiden andern untersuchten Zehnringsstrukturen (trikline Modifikation des 1,6-trans-Diaminocyclodecan-dihydrochlorids und des 1,6-cis-Diaminocyclodecan-dihydrochlorids) festgestellt⁵⁾. Man kann daraus schliessen, dass die mit der Methode der kleinsten Quadrate erhaltenen Streuungen der Wasserstoff-Koordinaten viel zuverlässiger sind als dies üblicherweise angenommen wird.

Diskussion. — Die Konformation des hier gefundenen Ringgerüsts ist im wesentlichen gleich derjenigen der triklinen Modifikation. Ein bedeutender Unterschied besteht lediglich in der Lage der Substituenten, die hier an Ringgliedern vom Typus (IIa, IIa) anstatt (III, III) auftreten (siehe Fig. 1). Die C—C- und C—N-Distanzen weichen nicht signifikant vom Normalwert ab, einzig die C—C—C-Winkel zeigen die für die mittleren Ringverbindungen charakteristische Ausspreizung (Mittelwert $116,5^\circ \pm 0,22^\circ$). Die Wasserstoffatomlagen sind ziemlich gut mit einer lokalen C_{2v} ($mm2$)-Symmetrie der Kohlenstoffatome vereinbar. Die Richtungen der N—H-Bindungen fallen mit denen der kürzesten Chlor-Stickstoff-Abstände zusammen

⁵⁾ EFFI HUBER-BUSER, Unveröffentlichte Arbeit.

und bilden so eine gestaffelte Lage um C(1)-N. Die Abstände sämtlicher Wasserstoffatome zeigen die bei RÖNTGEN-Strukturuntersuchungen charakteristische Verkürzung, mit einem Mittelwert für C-H von 0,99 Å und für N-H von 0,94 Å.

Die Packung der Molekeln ist im allgemeinen bei der monoklinen und der triklinen Modifikation sehr ähnlich, differiert aber in einigen Punkten. Zuerst soll auf die gemeinsamen Merkmale hingewiesen werden. In beiden Kristallen sind die Molekeln in Schichten angeordnet, bei denen jeweils beidseitig die polaren Ammoniumgruppen herausragen (vgl. Fig. 2 und Fig. 3 in Helv. 43, 764 (1960), Teil IV). Diese Ammonium-

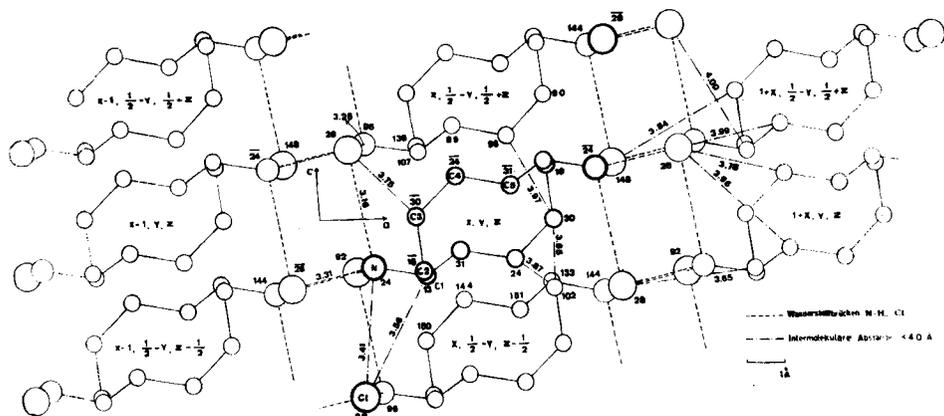


Fig. 2. Packung der Molekeln im Kristall

Die Zahlen geben die y -Koordinaten der Atome an, in Einheiten von $b/240$

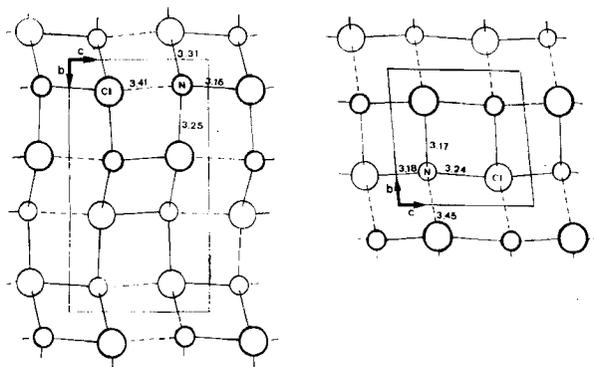


Fig. 3. Vergleich der Doppelschichten von Cl-Anionen und NH_3^+ -Kationen in den triklinen (rechts) und monoklinen (links) Kristallstrukturen

gruppen treten in die Lücken zweier ungefähr parallel verlaufender Chlor-Ionen-Netze und formen eine Doppelschichtstruktur, wie sie in Fig. 3 dargestellt wird. Dabei hat jede NH_3 -Gruppe vier benachbarte Chlor-Ionen im Abstand von 3,16, 3,25, 3,31 und 3,41 Å beim monoklinen und von 3,17, 3,18, 3,24 und 3,43 Å beim triklinen Kristall. Da bei beiden Modifikationen die Wasserstoffatome in Richtung der kürzesten Chlor-Stickstoff-Abstände liegen, variieren die $\text{H}\cdots\text{Cl}$ Distanzen zwischen 2,2 und 2,4 Å und sind somit bedeutend kürzer, als die Summe der VAN DER WAALS'schen

Radien von ungefähr 3,0 Å. Dies darf als ein Beweis für eine Wasserstoffbrückenbildung $N-H \cdots Cl$ gewertet werden. In den zwei Modifikationen tritt neben dem Unterschied in der Konformation der Molekeln noch ein weiterer bei der Bildung dieser Chlor-Ammonium-Ionen-Doppelschichtstruktur auf. In beiden Fällen laufen Ketten mit abwechselnden Cl - und N -Atomen parallel den b - und c -Achsenrichtungen und führen zu gefalteten, vierfach koordinierten Netzen. In diesem Geflecht treten aber Unterschiede in der Faltung sowie in der Verwendung des längsten $Cl \cdots N$ Abstandes auf. Bei der triklinen Modifikation wechseln die Ketten in der c -Achsenrichtung mit einer einfachen Faltperiode $U O U O U O \cdots$ (U = unten, O = oben) und die längste, keine Wasserstoffbrücke bildende, $N \cdots Cl$ -Distanz tritt als Verbindung zwischen einer unteren und einer oberen Kette auf. Im monoklinen Kristall hingegen ist die Periodizität der Faltung $UU OO UU OO \cdots$ und der längste Abstand $N \cdots Cl$ tritt innerhalb einer c -Kette auf. Diese kleinen Differenzen im strukturellen Aufbau wirken sich in den b - und c -Achsenlängen des Kristallgitters aus. So beträgt b (monoklin) mit 11,35 Å etwas weniger als die doppelte Länge des senkrechten Abstandes zwischen den aufeinanderfolgenden ac -Ebenen des triklinen Kristalles ($b \sin \alpha \sin \gamma = 5,84$ Å), und c (monoklin) = 6,51 Å ist etwas grösser als c (triklin) mit 6,20 Å. Im nahe verwandten 1,6-*trans*-Diaminocyclohexan-dihydrochlorid [9] sind die Ammonium- und Chlor-Ionen ebenfalls in Doppelschichten angeordnet, das gebildete Netzwerk zeigt aber eine 3fache, anstatt einer 4fachen Koordination.

Diese Arbeit ist teilweise unter den Auspizien der U. S. ATOMIC ENERGY COMMISSION ausgeführt worden. Wir danken Herrn Prof. D. H. TEMPLETON, der E. H. B. die Möglichkeit gegeben hat, die Verfeinerung im Lawrence Radiation Laboratory, Berkeley durchzuführen. Zur Ausführung des experimentellen Teils standen Mittel des SCHWEIZERISCHEN NATIONALFONDS ZUR FÖRDERUNG DER WISSENSCHAFTLICHEN FORSCHUNG zur Verfügung.

SUMMARY

The structure of the monoclinic modification of 1,6-*trans*-diaminocyclodecane-dihydrochloride has been determined, and refined by full-matrix least-squares analysis of three-dimensional X-ray data. The cyclodecane skeleton is very similar to that found previously in the triclinic modification, but the substituents are attached to different types of carbon atoms. The two crystal modifications thus correspond to different conformational isomers.

Organisch-Chemisches Laboratorium
Eidgenössische Technische Hochschule, Zürich

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] EFFI HUBER-BUSER & J. D. DUNITZ, *Helv.* **43**, 760 (1960).
- [2] EFFI HUBER-BUSER & J. D. DUNITZ, *Helv.* **44**, 2027 (1961).
- [3] J. D. DUNITZ & V. PRELOG, *Angew. Chemie* **23**, 896 (1960).
- [4] J. D. DUNITZ & H. P. WEBER, *Helv.* **47**, 951 (1964).
- [5] EFFI HUBER-BUSER, Dissertation ETH, Zürich 1961.
- [6] P. K. GANTZEL, R. A. SPARKS & K. N. TRUEBLOOD, *Amer. Crystallogr. Assoc. Computer Program No. 317* (1962).
- [7] EFFI HUBER-BUSER, *Acta Crystall.*, in Vorbereitung.
- [8] W. R. BUSING, K. O. MARTIN & H. A. LEVY, *Amer. Crystallogr. Assoc. Computer Program No. 363* (1962).
- [9] J. D. DUNITZ & P. STRICKLER, *Helv.* **48**, 1450 (1965).