

Fig. 2. Projection of the structure along [001]. The *a* axis runs horizontally.

average of the three others, which are not significantly different. (Accepted values are 1.38 Å for C–mono F and 1.33 Å for C–poly F bond lengths.) It is tempting to link this lengthening with the short intermolecular distance between the methyl carbon C(21) and F(27) which is 3.12 Å, and thus 0.23 Å shorter than the sum of van der Waals radii (CH₃, 2.0 Å and F 1.35 Å. All other intermolecular distances are normal.

The packing is illustrated in Fig. 2.

The authors wish to thank Dr P. Nelson, Syntex Research, Institute of Organic Chemistry for helpful discussions on the chemical aspects of the molecule.

References

- BRUTCHER, F. V. & LEOPOLD, E. J. (1966). *J. Amer. Chem. Soc.* **88**, 3165.
- CHRISTENSEN, A. T. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 1519.
- DAVIS, M. & HASSEL, O. (1963). *Acta Chem. Scand.* **17**, 1181.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040.
- HIGH, D. F. & KRAUT, J. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 88.
- HUGHES, E. W. (1941). *J. Amer. Chem. Soc.* **63**, 1737.
- NORTON, D. A. (1965). *Biophys. J.* **5**, 425.
- NORTON, D. A., KARTHA, G. & LU CHIA TANG. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 89.
- SIM, G. A. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 511.
- SIM, G. A. (1965). *J. Chem. Soc.* p. 5974.
- SPARKS, R. A. (1961). In *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, p. 170, paper 17. London: Pergamon Press.
- SUNDER-PLOSSMAN, P., NELSON, P. H., BOYLE, P. H., CRUZ, A., IRIARTE, J., CRABBÉ, P., ZDERIC, J. A., EDWARDS, J. A. & FRIED, J. H. (1969). *J. org. Chem.* **34**, 3779.
- THOM, E. & CHRISTENSEN, A. T. (1970). *Acta Cryst.* In the press.

Acta Cryst. (1971). **B27**, 799

Structure Cristalline et Moléculaire de l' α -*p*-Chlorophenyl- α -methyl- α' -cyanosuccinimide

PAR J. L. BAUDOUR ET J. C. MESSEGER

Groupe de Recherches de Physicochimie Structurale,
Equipe Associée au C.N.R.S. n° 15, Faculté des Sciences de Rennes, France

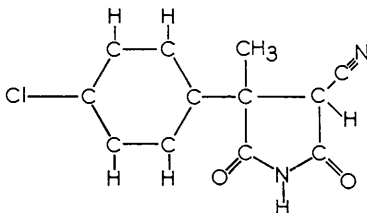
(Reçu le 20 mai 1970, revu le 31 août 1970)

Crystals of α -*p*-chlorophenyl- α -methyl- α' -cyanosuccinimide are monoclinic, space group $P2_1/c$ with $a = 15.53$, $b = 8.59$, $c = 8.86$ Å, $\beta = 111.25^\circ$, $Z = 4$, formula $C_{12}H_9O_2N_2Cl$. The structure has been determined from three-dimensional X-ray diffraction data and refined by the least-squares method to $R = 0.066$. The phenyl group is planar but the two *para* substituents (chlorine and carbon) seem significantly displaced from the ring plane. In the five-membered ring considerable distortion occurs as a result of steric hindrance between the methyl group and the neighbouring cyano group.

Introduction

L'étude de cette succinimide a été entreprise afin de définir à quel isomère géométrique aboutissait la synthèse chimique, les substituants méthyl et nitrile de

l'hétérocycle pouvant se placer en position *cis* ou *trans*. Cette détermination de la configuration moléculaire du groupement succinimide doit permettre une étude quantitative du couplage des vibrations des deux carbonyles en infrarouge (Fayat, 1969).



Données expérimentales

Le produit a été cristallisé par évaporation lente d'une solution dans l'éthanol à 95°. Les cristaux obtenus sont prismatiques, transparents, de forme allongée suivant c.

Point de fusion $F = 186^\circ\text{C}$

Données cristallographiques:

système monoclinique:

Tableau 1. Facteurs de structure observés et calculés

h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c	h	k	l	F _o	F _c
-1	0	2	17.6	20.5	0	1	2	10.3	9.2	7	1	2	25.4	24.6
-1	0	2	97.1	93.0	1	1	2	24.6	24.2	8	1	2	30.9	31.4
-1	0	2	161.9	169.6	-1	1	2	71.1	67.8	9	1	2	30.9	31.4
-1	0	2	131.5	131.8	-1	1	2	22.4	22.8	10	1	2	0.0	0.1
-1	0	2	35.7	37.7	-1	1	2	137.9	138.5	11	1	2	26.7	22.1
-1	0	2	39.9	36.2	-1	1	2	13.9	15.0	12	1	2	0.0	0.2
-1	0	2	61.2	56.8	-1	1	2	48.4	72.0	13	1	2	19.2	19.5
-1	0	2	99.7	93.6	-1	1	2	11.8	10.6	14	1	2	13.8	12.9
-1	0	2	29.8	27.8	-1	1	2	52.3	52.9	15	1	2	4.6	5.9
-1	0	2	94.2	93.7	-1	1	2	30.0	18.0	16	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	32.4	31.7	-1	1	2	48.8	48.0	17	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	71.0	71.0	-1	1	2	30.9	30.9	18	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	11.4	11.7	-1	1	2	36.2	36.6	19	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	53.5	53.5	-1	1	2	9.8	11.4	20	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	65.9	62.9	-1	1	2	3.9	4.9	21	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	71.8	74.1	-1	1	2	19.3	19.7	22	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	43.7	44.5	-1	1	2	30.6	33.5	23	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	1.7	-1	1	2	17.5	13.4	24	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	14.8	14.8	-1	1	2	138.7	139.3	25	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	8.1	11.3	-1	1	2	81.0	80.5	26	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	12.4	12.1	-1	1	2	17.9	17.5	27	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	33.2	33.9	-1	1	2	11.7	12.2	28	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	32.3	34.9	-1	1	2	28.3	28.2	29	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	5.9	7.7	-1	1	2	26.2	25.8	30	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	5.8	5.5	-1	1	2	20.3	20.2	31	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	31.8	34.0	-1	1	2	27.1	30.2	32	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	48.6	41.3	-1	1	2	45.8	48.9	33	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	21.0	21.8	-1	1	2	36.2	36.2	34	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	57.2	52.2	-1	1	2	28.1	28.9	35	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	8.9	11.8	-1	1	2	36.2	35.7	36	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	55.7	54.0	-1	1	2	80.5	81.7	37	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	11.2	9.4	-1	1	2	9.9	9.9	38	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	67.9	67.7	-1	1	2	47.9	47.5	39	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	62.9	66.3	-1	1	2	52.9	54.0	40	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	70.9	69.9	-1	1	2	8.0	8.0	41	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	70.9	71.2	-1	1	2	72.9	74.6	42	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	70.9	71.2	-1	1	2	39.2	39.6	43	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	33.1	34.6	44	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	16.4	16.2	45	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	22.0	21.0	-1	1	2	24.0	23.5	46	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	37.4	36.7	-1	1	2	35.7	36.6	47	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	41.4	39.2	-1	1	2	12.6	12.6	48	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	29.3	22.2	-1	1	2	17.7	16.2	49	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	12.9	10.2	-1	1	2	9.0	12.5	50	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	13.2	10.8	-1	1	2	3.9	3.9	51	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	12.9	10.5	-1	1	2	89.3	80.9	52	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	4.6	6.2	53	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	88.4	88.8	54	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	34.2	35.5	55	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	41.1	41.7	-1	1	2	23.1	30.7	56	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	11.2	11.6	-1	1	2	55.2	52.5	57	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	18.2	18.1	58	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	35.9	35.3	-1	1	2	40.2	40.7	59	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	13.2	12.6	-1	1	2	25.5	26.9	60	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	15.9	16.7	-1	1	2	25.5	26.9	61	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	12.2	10.9	-1	1	2	17.1	17.1	62	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	18.0	19.4	63	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	3.0	1.2	-1	1	2	25.0	25.0	64	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	0.0	0.0	65	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	11.4	8.1	66	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	10.0	-1	1	2	3.8	3.8	67	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	37.1	37.7	-1	1	2	11.4	8.1	68	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	12.2	10.7	-1	1	2	35.8	35.8	69	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	7.0	-1	1	2	11.4	8.1	70	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	0.0	0.0	-1	1	2	0.0	0.0	71	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	72	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	73	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	74	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	75	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	76	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	77	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	78	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	79	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	80	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	81	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	82	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	83	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	84	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	85	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	86	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	87	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	88	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	89	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	90	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	91	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	92	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	93	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	94	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	95	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	96	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	97	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	98	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	99	1	2	0.0	0.0
-1	0	2	10.0	8.9	-1	1	2	0.0	0.0	100	1	2	0.0	0.0

Tableau 1 (suite)

4	4	0	465	484	-5	5	1	0	0	4	3	10	5	0	8	6	7	2	-3	6	3	4	9	7	2	13	6	1	8	6	8	4
-5	1	0	602	633	-6	5	1	0	0	0	0	11	5	0	25	2	1	0	-10	6	3	21	2	3	1	-8	7	3	25	2	0	4
-7	1	0	725	762	-8	5	1	0	0	0	0	13	5	0	35	2	1	0	-12	6	3	29	2	3	1	-10	7	3	29	2	0	4
-9	1	0	848	896	-9	5	1	0	0	0	0	15	5	0	45	2	1	0	-14	6	3	33	2	3	1	-12	7	3	33	2	0	4
-10	1	0	971	1029	-10	5	1	0	0	0	0	17	5	0	55	2	1	0	-16	6	3	37	2	3	1	-14	7	3	37	2	0	4
-11	1	0	1094	1162	-11	5	1	0	0	0	0	19	5	0	65	2	1	0	-18	6	3	41	2	3	1	-16	7	3	41	2	0	4
-12	1	0	1217	1295	-12	5	1	0	0	0	0	21	5	0	75	2	1	0	-20	6	3	45	2	3	1	-18	7	3	45	2	0	4
-13	1	0	1340	1428	-13	5	1	0	0	0	0	23	5	0	85	2	1	0	-22	6	3	49	2	3	1	-20	7	3	49	2	0	4
-14	1	0	1463	1559	-14	5	1	0	0	0	0	25	5	0	95	2	1	0	-24	6	3	53	2	3	1	-22	7	3	53	2	0	4
-15	1	0	1586	1690	-15	5	1	0	0	0	0	27	5	0	105	2	1	0	-26	6	3	57	2	3	1	-24	7	3	57	2	0	4
-16	1	0	1709	1831	-16	5	1	0	0	0	0	29	5	0	115	2	1	0	-28	6	3	61	2	3	1	-26	7	3	61	2	0	4
-17	1	0	1832	1982	-17	5	1	0	0	0	0	31	5	0	125	2	1	0	-30	6	3	65	2	3	1	-28	7	3	65	2	0	4
-18	1	0	1955	2143	-18	5	1	0	0	0	0	33	5	0	135	2	1	0	-32	6	3	69	2	3	1	-30	7	3	69	2	0	4
-19	1	0	2078	2314	-19	5	1	0	0	0	0	35	5	0	145	2	1	0	-34	6	3	73	2	3	1	-32	7	3	73	2	0	4
-20	1	0	2201	2495	-20	5	1	0	0	0	0	37	5	0	155	2	1	0	-36	6	3	77	2	3	1	-34	7	3	77	2	0	4
-21	1	0	2324	2686	-21	5	1	0	0	0	0	39	5	0	165	2	1	0	-38	6	3	81	2	3	1	-36	7	3	81	2	0	4
-22	1	0	2447	2887	-22	5	1	0	0	0	0	41	5	0	175	2	1	0	-40	6	3	85	2	3	1	-38	7	3	85	2	0	4
-23	1	0	2570	3098	-23	5	1	0	0	0	0	43	5	0	185	2	1	0	-42	6	3	89	2	3	1	-40	7	3	89	2	0	4
-24	1	0	2693	3319	-24	5	1	0	0	0	0	45	5	0	195	2	1	0	-44	6	3	93	2	3	1	-42	7	3	93	2	0	4
-25	1	0	2816	3550	-25	5	1	0	0	0	0	47	5	0	205	2	1	0	-46	6	3	97	2	3	1	-44	7	3	97	2	0	4
-26	1	0	2939	3791	-26	5	1	0	0	0	0	49	5	0	215	2	1	0	-48	6	3	101	2	3	1	-46	7	3	101	2	0	4
-27	1	0	3062	4042	-27	5	1	0	0	0	0	51	5	0	225	2	1	0	-50	6	3	105	2	3	1	-48	7	3	105	2	0	4
-28	1	0	3185	4303	-28	5	1	0	0	0	0	53	5	0	235	2	1	0	-52	6	3	109	2	3	1	-50	7	3	109	2	0	4
-29	1	0	3308	4574	-29	5	1	0	0	0	0	55	5	0	245	2	1	0	-54	6	3	113	2	3	1	-52	7	3	113	2	0	4
-30	1	0	3431	4855	-30	5	1	0	0	0	0	57	5	0	255	2	1	0	-56	6	3	117	2	3	1	-54	7	3	117	2	0	4
-31	1	0	3554	5146	-31	5	1	0	0	0	0	59	5	0	265	2	1	0	-58	6	3	121	2	3	1	-56	7	3	121	2	0	4
-32	1	0	3677	5447	-32	5	1	0	0	0	0	61	5	0	275	2	1	0	-60	6	3	125	2	3	1	-58	7	3	125	2	0	4
-33	1	0	3800	5758	-33	5	1	0	0	0	0	63	5	0	285	2	1	0	-62	6	3	129	2	3	1	-60	7	3	129	2	0	4
-34	1	0	3923	6079	-34	5	1	0	0	0	0	65	5	0	295	2	1	0	-64	6	3	133	2	3	1	-62	7	3	133	2	0	4
-35	1	0	4046	6410	-35	5	1	0	0	0	0	67	5	0	305	2	1	0	-66	6	3	137	2	3	1	-64	7	3	137	2	0	4
-36	1	0	4169	6751	-36	5	1	0	0	0	0	69	5	0	315	2	1	0	-68	6	3	141	2	3	1	-66	7	3	141	2	0	4
-37	1	0	4292	7102	-37	5	1	0	0	0	0	71	5	0	325	2	1	0	-70	6	3	145	2	3	1	-68	7	3	145	2	0	4
-38	1	0	4415	7463	-38	5	1	0	0	0	0	73	5	0	335	2	1	0	-72	6	3	149	2	3	1	-70	7	3	149	2	0	4
-39	1	0	4538	7834	-39	5	1	0	0	0	0	75	5	0	345	2	1	0	-74	6	3	153	2	3	1	-72	7	3	153	2	0	4
-40	1	0	4661	8215	-40	5	1	0	0	0	0	77	5	0	355	2	1	0	-76	6	3	157	2	3	1	-74	7	3	157	2	0	4
-41	1	0	4784	8606	-41	5	1	0	0	0	0	79	5	0	365	2	1	0	-78	6	3	161	2	3	1	-76	7	3	161	2	0	4
-42	1	0	4907	9007	-42	5	1	0	0	0	0	81	5	0	375	2	1	0	-80	6	3	165	2	3	1	-78	7	3	165	2	0	4
-43	1	0	5030	9418	-43	5	1	0	0	0	0	83	5	0	385	2	1	0	-82	6	3	169	2	3	1	-80	7	3	169	2	0	4
-44	1	0	5153	9839	-44	5	1	0	0	0	0	85	5	0	395	2	1	0	-84	6	3	173	2	3	1	-82	7	3	173	2	0	4
-45	1	0	5276	10270	-45	5	1	0	0	0	0	87	5	0	405	2	1	0	-86	6	3	177	2	3	1	-84	7	3	177	2	0	4
-46	1	0	5399	10711	-46	5	1	0	0	0	0	89	5	0	415	2	1	0	-88	6	3	181	2	3	1	-86	7	3	181	2	0	4
-47	1	0	5522	11162	-47	5	1	0	0	0	0	91	5	0	425	2	1	0	-90	6	3	185	2	3	1	-88	7	3	185	2	0	4
-48	1	0	5645	11623	-48	5	1	0	0	0	0	93	5	0	435	2	1	0	-92	6	3	189	2	3	1	-90	7	3	189	2	0	4
-49	1	0	5768	12094	-49	5	1	0	0	0	0	95	5	0	445	2	1	0	-94	6	3	193	2	3	1	-92	7	3	193	2	0	4
-50	1	0	5891	12575	-50	5	1	0	0	0	0	97	5	0	455	2	1	0	-96	6	3	197	2	3	1	-94	7	3	197	2	0	4
-51	1	0	6014	13066	-51	5	1	0	0	0	0	99	5	0	465	2	1	0	-98	6	3	201	2	3	1	-96	7	3	201	2	0	4
-52	1	0	6137	13567	-52	5	1	0	0	0	0	101	5	0	475	2	1	0	-100	6	3	205	2	3	1	-98	7	3	205	2	0	4
-53	1	0	6260	14078	-53	5	1	0	0	0	0	103	5	0	485	2	1	0	-102	6	3	209	2	3	1	-100	7	3	209	2	0	4
-54	1	0	6383	14599	-54	5	1	0	0	0	0	105	5	0	495	2	1	0	-104	6	3	213	2	3	1	-102	7	3	213	2	0	4
-55	1	0	6506	15130	-55	5	1	0	0	0	0	107	5	0	505	2	1	0	-106	6	3	217	2	3	1	-104	7	3	217	2	0	4
-56	1	0	6629	15671	-56	5	1	0	0	0	0	109	5	0	515	2	1	0	-108	6	3	221	2	3	1	-106	7	3	221	2	0	4
-57	1	0	6752	16222	-57	5	1	0	0	0	0	111	5	0	525	2	1	0	-110	6	3	225	2	3	1	-108	7	3	225	2	0	4
-58	1	0	6875	16783	-58	5	1	0	0	0	0	113	5	0	535	2	1	0	-112	6	3	229	2	3	1	-110	7	3	229	2	0	4
-59	1	0	6998	17354	-59	5	1	0	0	0	0	115	5	0	545	2	1	0	-114	6	3	233	2	3	1	-112	7	3	233	2	0	4
-60	1	0	7121	17935	-60	5	1	0	0	0	0	117	5	0	555	2	1	0	-116	6	3	237	2	3	1	-114	7	3	237			

dération unitaires, permettait d'obtenir un index d'accord $R=0,13$ et, avec des facteurs d'agitation thermique anisotrope, $R=0,084$.

Cette structure présentait deux longueurs de liaison anormalement grandes: C(12)–C(15) (1,59, $\sigma=0,02$ Å) et C(12)–C(17) (1,59, $\sigma=0,02$ Å).

Ceci résultait probablement d'erreurs systématiques dues à l'absorption des rayons X par l'échantillon et peut-être au nombre insuffisant de données (1003 réflexions) pour le nombre de paramètres à calculer.

Les structures des dérivés bromé et chloré se révélant isomorphes, les mesures ont été reprises sur ce dernier dans les conditions expérimentales déjà décrites, qui éliminaient pratiquement l'absorption (raie $K\alpha$ du Mo) et augmentaient le nombre de données (1863 réflexions au lieu de 1003). L'affinement conduit à partir des coordonnées du dérivé bromé a ramené dès le premier cycle, les longueurs de liaison aux valeurs suivantes:

$$C(12)–C(17)=1,55 \text{ \AA} \text{ et } C(12)–C(15)=1,56 \text{ \AA}.$$

L'affinement utilisant les facteurs d'agitation thermique individuels et isotropes a permis d'obtenir une valeur $R=0,15$ pour les réflexions observées. Les calculs ont été poursuivis avec des facteurs d'agitation thermique

anisotrope et avec le schéma de pondération suivant:

$$w = F_o/10 \text{ pour } F_o < 10; w = 1 \text{ pour } 10 < F_o < 30; \\ w = 30/F_o \text{ pour } F_o > 30.$$

Après 4 cycles, la valeur de l'index de reliabilité est $R=0,086$ (pour les taches observées). Une fonction différence tridimensionnelle a alors permis de localiser les neuf atomes d'hydrogène de la molécule. En affectant à ceux-ci les coordonnées trouvées sur cette fonction et un facteur d'agitation thermique isotrope $B=5 \text{ \AA}^2$ dans le cycle benzénique et $B=4 \text{ \AA}^2$ dans l'hétérocycle, l'index de reliabilité prend la valeur $R=0,071$.

L'affinement, poursuivi par la méthode des moindres carrés, alternativement sur les atomes d'hydrogène et sur les autres atomes, donne une valeur finale $R=0,066$. Dans le dernier cycle, les variations des coordonnées des atomes autres que les atomes d'hydrogène n'excèdent pas 0,3 fois la déviation standard. L'affinement des facteurs d'agitation thermique des atomes d'hydrogène n'influe quasiment pas sur la valeur de R . Pour H(1), H(5) et H(7), ce facteur devient inférieur à celui de l'atome auquel ils sont liés. Ceci résulte probablement de l'utilisation d'un facteur de diffusion incorrect pour les atomes d'hydrogène liés.

Tableau 2. Coordonnées atomiques et paramètres d'agitation thermique, avec les déviations standards

B facteur d'agitation thermique isotrope.

Le facteur d'agitation thermique est égal à

$$\exp [-(b_{11}h^2 + b_{22}k^2 + b_{33}l^2 + 2b_{12}hk + 2b_{13}hl + 2b_{23}kl)].$$

	x ($\times 10^5$)	y ($\times 10^5$)	z ($\times 10^5$)	B	b_{11} ($\times 10^5$)	b_{12} ($\times 10^5$)	b_{13} ($\times 10^5$)	b_{22} ($\times 10^5$)	b_{23} ($\times 10^5$)	b_{33} ($\times 10^5$)
Cl(1)	–8405 7	62123 18	–33328 14	4,50 Å ² 0,06	342 8	113 13	118 10	2481 41	–17 25	1394 27
O(2)	38087 20	47800 41	–7495 34	3,59 0,12	361 21	–8 32	341 28	1920 86	–190 58	1188 62
O(3)	50694 21	68302 43	42938 39	4,29 0,14	419 24	–134 36	232 33	1969 92	–549 67	1571 77
N(4)	46321 23	57757 43	17442 40	3,10 0,13	347 24	3 34	310 32	1361 85	–127 60	1155 70
N(5)	30806 31	56683 56	52760 49	4,70 0,19	732 40	25 52	441 47	1862 116	–174 78	1281 87
C(6)	3062 28	60096 55	–20334 50	3,51 0,17	346 28	60 42	163 37	1433 106	8 76	1195 85
C(7)	9151 31	52909 65	–25984 53	3,89 0,19	373 31	29 50	225 40	2094 133	–273 90	1192 88
C(8)	18230 30	50596 58	–15495 52	3,56 0,17	357 29	17 44	214 39	1632 116	–247 82	1255 87
C(9)	21149 27	55525 49	498 45	2,67 0,14	347 26	28 37	250 34	1041 89	9 62	958 73
C(10)	14799 30	62862 66	5607 50	3,63 0,18	398 31	183 51	250 40	2050 132	–98 86	1114 86
C(11)	5715 31	65224 67	–4837 50	4,21 0,20	382 31	236 54	195 42	2361 152	–355 96	1247 92
C(12)	30700 26	51346 46	12565 43	2,36 0,13	347 26	23 36	207 32	938 84	–52 60	826 65
C(13)	38425 27	52122 50	5622 48	2,94 0,15	342 27	70 38	262 35	1147 92	–53 69	1060 77
C(14)	44881 28	63332 54	30888 49	3,06 0,16	344 27	–22 40	232 38	1236 98	–52 72	1193 84
C(15)	34488 26	62814 52	27038 41	2,65 0,14	337 26	18 39	187 32	1306 95	–13 63	736 66
C(16)	32390 28	59066 51	41476 47	3,06 0,15	411 29	115 41	190 36	1214 97	–26 68	905 77
C(17)	30662 31	34464 50	18397 53	3,26 0,16	505 34	–49 40	362 44	843 90	127 70	1379 93

Les facteurs de diffusion utilisés sont ceux des *International Tables for X-ray Crystallography* (1962).

Les facteurs de structure observés et calculés sont donnés dans le Tableau 1.

Description de la structure et discussion

Les distances interatomiques et les angles de valence calculés à partir des coordonnées des Tableaux 2 et 3 sont donnés avec leurs déviations standards (Tableaux 4 et 5, Fig. 1).

Tableau 3. *Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique des atomes d'hydrogène, avec les déviations standards*

	<i>x</i> (× 10 ⁴)	<i>y</i> (× 10 ⁴)	<i>z</i> (× 10 ⁴)	<i>B</i> (Å ²)
H(1)	720	4928	-3719	1,99
	42	70	69	1,47
H(2)	2301	4708	-1985	5,68
	43	73	73	1,46
H(3)	1669	6600	1753	5,19
	40	75	72	1,46
H(4)	123	6927	-70	4,19
	39	74	71	1,45
H(5)	5255	5678	1645	2,13
	38	65	66	1,25
H(6)	3236	7300	2284	3,60
	36	63	62	1,27
H(7)	2548	3373	2243	2,50
	37	67	64	1,28
H(8)	2946	2752	894	3,07
	38	67	64	1,25
H(9)	3715	3143	2683	3,49
	37	67	65	1,26

Tableau 4. *Longueurs des liaisons et déviations standards*

Entre parenthèses les longueurs des liaisons corrigées en fonction de l'agitation thermique.

	<i>l</i>	$\sigma(l)$
Cl(1)-C(6)	1,743 Å (1,744) Å	0,003 Å
C(6)-C(7)	1,367 (1,378)	0,005
C(7)-C(8)	1,393 (1,394)	0,005
C(8)-C(9)	1,388 (1,398)	0,006
C(9)-C(10)	1,377 (1,387)	0,005
C(10)-C(11)	1,393 (1,394)	0,005
C(11)-C(6)	1,356 (1,364)	0,006
C(9)-C(12)	1,523	0,005
C(12)-C(13)	1,535	0,004
C(14)-C(15)	1,524	0,004
C(15)-C(12)	1,553	0,005
C(12)-C(17)	1,540	0,006
C(15)-C(16)	1,465	0,005
C(13)-N(4)	1,379	0,005
C(14)-N(4)	1,375	0,005
C(16)-N(5)	1,131	0,005
C(13)-O(2)	1,202	0,005
C(14)-O(3)	1,199	0,005
C(7)-H(1)	0,98	0,06
C(8)-H(2)	1,00	0,05
C(10)-H(3)	1,02	0,06
C(11)-H(4)	0,96	0,05
N(4)-H(5)	1,01	0,04
C(15)-H(6)	0,96	0,06
C(17)-H(7)	0,99	0,04
C(17)-H(8)	0,99	0,06
C(17)-H(9)	1,05	0,05

Tableau 5. *Angles des liaisons et déviations standards*

	θ	$\sigma(\theta)$
Cl(1)-C(6)-C(7)	118,7°	0,3°
Cl(1)-C(6)-C(11)	119,9	0,2
C(11)-C(6)-C(7)	121,4	0,3
C(6)-C(7)-C(8)	119,1	0,4
C(7)-C(8)-C(9)	120,9	0,3
C(8)-C(9)-C(10)	117,8	0,3
C(9)-C(10)-C(11)	121,4	0,4
C(10)-C(11)-C(6)	119,2	0,3
C(9)-C(12)-C(17)	109,6	0,3
C(17)-C(12)-C(13)	105,9	0,3
C(17)-C(12)-C(15)	111,5	0,3
C(9)-C(12)-C(15)	114,2	0,3
C(9)-C(12)-C(13)	114,3	0,3
C(15)-C(12)-C(13)	100,7	0,3
C(12)-C(13)-N(4)	108,6	0,3
C(13)-N(4)-C(14)	113,6	0,2
N(4)-C(14)-C(15)	106,7	0,3
C(14)-C(15)-C(12)	104,9	0,3
C(12)-C(13)-O(2)	127,4	0,2
N(4)-C(13)-O(2)	123,8	0,3
N(4)-C(14)-O(3)	126,1	0,3
C(15)-C(14)-O(3)	127,1	0,3
C(14)-C(15)-C(16)	111,3	0,3
C(12)-C(15)-C(16)	116,3	0,3
C(6)-C(7)-H(1)	120,9	2,8
C(8)-C(7)-H(1)	119,9	2,9
C(7)-C(8)-H(2)	119,9	3,0
C(9)-C(8)-H(2)	118,2	3,5
C(9)-C(10)-H(3)	119,1	2,5
C(11)-C(10)-H(3)	119,3	2,6
C(10)-C(11)-H(4)	119,9	2,9
C(6)-C(11)-H(4)	120,4	3,6
C(13)-N(4)-H(5)	121,5	2,9
C(14)-N(4)-H(5)	124,6	3,0
C(16)-C(15)-H(6)	112,6	2,8
H(7)-C(17)-H(8)	109,8	4,0
H(7)-C(17)-H(9)	114,9	3,8
H(8)-C(17)-H(9)	107,0	4,0
C(12)-C(17)-H(7)	106,4	3,3
C(12)-C(17)-H(8)	107,8	3,3
C(12)-C(17)-H(9)	110,7	3,1

(a) *Le noyau benzénique*

Le plan moyen des 6 atomes du noyau benzénique a pour équation dans le système orthonormé *abc**, les coordonnées étant exprimées en Å :

$$0,3808X + 0,8841Y - 0,2705Z - 5,4547 = 0.$$

Les écarts à ce plan sont présentés dans le Tableau 6. Le noyau benzénique doit être considéré comme plan (l'écart maximum étant de 0,006 Å). Par contre, les atomes Cl et surtout C(12) s'écartent significativement de ce plan. De telles déviations ont déjà été signalées (Sass & Bugg, 1967; Chawdhury, Hargreaves & Hasan Rizir, 1968; Breton-Lacombe, 1967)). Nous verrons que le déplacement de C(12) est lié à la déformation globale de l'hétérocycle. Le raccourcissement apparent des liaisons C(6)-C(7) (1,367 Å) et C(6)-C(11) (1,356 Å) résulte principalement de l'agitation thermique du cycle benzénique analysée plus loin et particulièrement importante au voisinage de C(6), C(7) et C(11). Les atomes d'hydrogène se placent approximativement dans le plan moyen du cycle benzénique (Tableau 6).

Tableau 6. *Ecart des atomes au plan moyen du cycle benzénique*

Seuls les atomes marqués d'un astérisque entrent dans le calcul du plan moyen.

C(6)*	-0,006	Cl(1)	-0,081
C(7)*	0,003	C(12)	-0,173
C(8)*	0,002	H(1)	0,00
C(9)*	-0,004	H(2)	0,17
C(10)*	0,001	H(3)	-0,06
C(11)*	0,004	H(4)	-0,10

(b) *L'hétérocycle*

L'équation du plan moyen des cinq atomes de l'hétérocycle est:

$$-0,0454X + 0,8815Y - 0,4698Z - 3,3822 = 0.$$

Les écarts à ce plan (Tableau 7) sont très importants. L'hétérocycle n'est donc pas plan (Fig. 2). Cette déformation, beaucoup plus importante que dans la succinimide (Mason, 1961), s'explique par l'encombrement stérique entre le groupement méthyl C(17) et C(16) distants de 2,87 Å. Cet encombrement explique également la position des atomes d'hydrogène du groupement méthyl. H(7) et H(9) sont en effet situés de part et d'autre de la droite passant par C(16) et C(17), (Figs. 1 et 2). Il justifie enfin dans une certaine mesure le fait que l'agitation thermique de H(7), H(8) et H(9) soit du même ordre de grandeur que celle de l'atome de carbone auquel ils sont liés (Tableau 3).

Tableau 7. *Ecart des atomes au plan moyen de l'hétérocycle*

C(12)*	-0,179	C(16)	-0,686
C(13)*	0,084	C(17)	-1,675
N(4)*	0,013	O(2)	0,248
C(14)*	-0,056	O(3)	-0,171
C(15)*	0,121	H(5)	-0,067

Les contraintes imposées aux angles de valence de C(12) et C(15) s'accompagnent d'un affaiblissement et donc d'un allongement des liaisons par rapport à celles trouvées dans la succinimide: C(12)-C(15) (1,553 au lieu de 1,505 Å); C(15)-C(14) (1,524 au lieu de 1,498 Å); C(12)-C(13) (1,535 au lieu de 1,515 Å). Ces valeurs, plus encore que celles de la succinimide, sont incompatibles avec un effet de conjugaison dans l'hétérocycle.

Les atomes O(2), C(13), N(4), C(14) et O(3) se placent approximativement (Tableau 8) dans un plan moyen d'équation:

$$-0,0427X + 0,9189Y - 0,3921Z - 3,7246 = 0.$$

Tableau 8. *Ecart des atomes au plan moyen des carbonyles et de l'azote de l'hétérocycle*

C(13)*	-0,040	O(3)*	-0,002
C(14)*	0,018	C(12)	-0,265
N(4)*	-0,014	C(15)	0,166
O(2)*	0,027	H(5)	-0,101

Cette partie de la molécule est beaucoup moins déformée et les longueurs de liaison ainsi que les angles de valence n'ont pas des valeurs significativement différentes de celles trouvées par Mason.

Notons que la différence entre les deux liaisons C=O de la succinimide (1,211 et 1,243, moyenne 1,227 Å) ne se retrouve pas ici (1,202 et 1,199, moyenne 1,200 Å).

Mouvement thermique et correction des longueurs de liaison dans le cycle benzénique

L'amplitude et l'orientation des ellipsoïdes de vibration ont été calculées pour chaque atome à partir des paramètres d'agitation thermique anisotrope (Tableau 9). L'anisotropie est très marquée pour Cl(1) et dans le cycle benzénique pour C(7), C(8), C(10) et C(11), marquée pour C(6), faible pour C(9) et C(12).

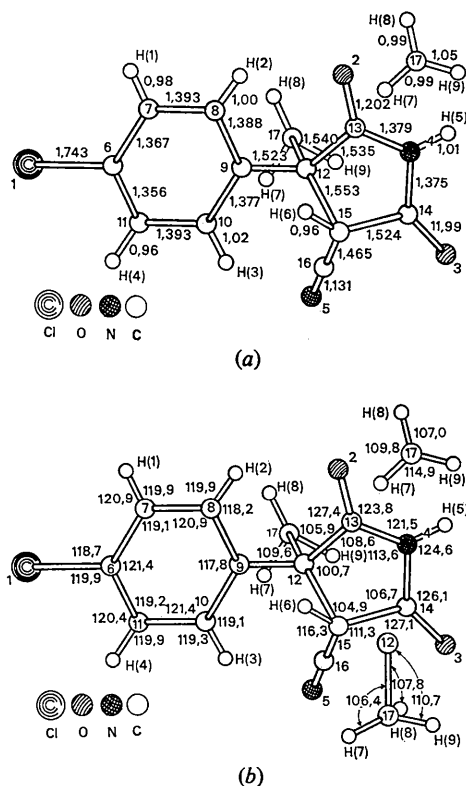


Fig. 1. (a) Longueurs des liaisons (Å), (b) angles des liaisons (°).

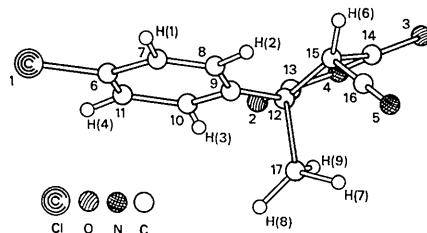


Fig. 2. Déformation de l'hétérocycle.

Tableau 9. Amplitude et orientation des axes principaux des ellipsoïdes de vibration

$\theta_{ix}\theta_{iy}\theta_{iz}$ sont les cosinus directeurs de l'axe principal i dans le système d'axes cristallographiques a, b, c^* .

	i	B_i	θ_{ix}	θ_{iy}	θ_{iz}
Cl(1)	1	0,0337	0,7920	-0,0994	0,6022
	2	0,0940	0,1635	0,9851	-0,0524
	3	0,0562	-0,5880	0,1400	0,7965
O(2)	1	0,0290	0,8508	-0,1237	-0,5105
	2	0,0732	0,0201	0,9788	-0,2036
	3	0,0435	0,5249	0,1630	0,8353
O(3)	1	0,0382	0,5321	0,4287	0,7300
	2	0,0860	0,0536	0,8435	-0,5344
	3	0,0512	0,8449	-0,3235	-0,4258
N(4)	1	0,0297	0,8600	-0,1836	-0,4760
	2	0,0525	0,0159	0,9422	-0,3345
	3	0,0412	0,5100	0,2801	0,8132
N(5)	1	0,0386	-0,3250	0,2285	0,9176
	2	0,0782	0,9305	0,2505	0,2671
	3	0,0708	-0,1688	0,9407	-0,2941
C(6)	1	0,0347	0,7516	-0,1674	0,6379
	2	0,0547	0,2962	0,9499	-0,0997
	3	0,0455	-0,5892	0,2639	0,7636
C(7)	1	0,0387	-0,0431	0,2465	0,9681
	2	0,0815	0,1429	0,9606	-0,2382
	3	0,0395	0,9887	-0,1281	0,0766
C(8)	1	0,0377	0,8754	0,0112	0,4831
	2	0,0657	0,1998	0,9018	-0,3830
	3	0,0401	-0,4400	0,4318	0,7873
C(9)	1	0,0303	-0,6306	0,1012	0,7694
	2	0,0399	0,4596	0,8475	0,2651
	3	0,0364	0,6253	-0,5208	0,5810
C(10)	1	0,0352	0,7355	-0,2958	-0,6094
	2	0,0815	0,3237	0,9437	-0,0674
	3	0,0401	0,5951	-0,1476	0,7899
C(11)	1	0,0349	0,9041	-0,3941	-0,1647
	2	0,0996	0,3534	0,9067	-0,2300
	3	0,0400	0,2400	0,1497	0,9591
C(12)	1	0,0271	-0,3072	0,3003	0,9029
	2	0,0380	0,8209	0,5634	0,0919
	3	0,0346	-0,4811	0,7696	-0,4197
C(13)	1	0,0298	0,8028	-0,4009	-0,4412
	2	0,0455	0,4178	0,9063	-0,0632
	3	0,0382	0,4252	-0,1336	0,8951
C(14)	1	0,0362	0,9665	0,1163	0,2284
	2	0,0468	-0,0415	0,9503	-0,3083
	3	0,0408	-0,2530	0,2884	0,9234
C(15)	1	0,0249	-0,2115	0,0314	0,9768
	2	0,0489	0,1021	0,9947	-0,0099
	3	0,0359	0,9720	-0,0976	0,2136
C(16)	1	0,0311	-0,0747	0,1078	0,9913
	2	0,0535	0,7052	-0,7085	-0,0238
	3	0,0373	0,7049	-0,6974	0,1290
C(17)	1	0,0285	0,2766	0,9158	-0,2909
	2	0,0544	0,8263	-0,0721	0,5585
	3	0,0468	-0,4905	0,3949	0,7767

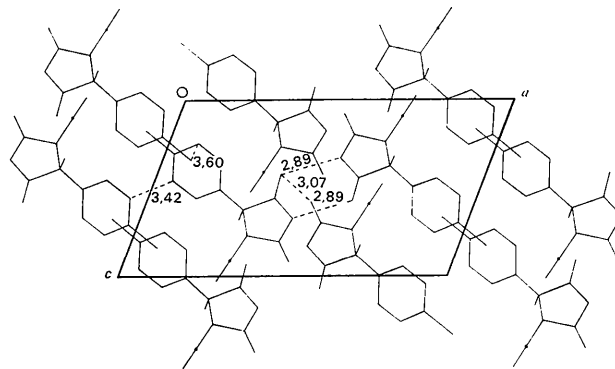


Fig. 4. Projection (010) de la structure.

Les directions de vibration maximale pour les atomes fortement anisotropes font avec la normale au cycle un angle inférieur à 15°. Une analyse des vibrations de l'ensemble du cycle et de l'atome de chlore, considéré comme rigide, a été entreprise suivant la méthode de Cruickshank (1956), le centre de libration devant être recherché au voisinage des atomes les moins agités C(9) et C(12). L'axe Ox est pris perpendiculaire au plan du cycle, Oy suivant C(6)-C(9). Le déplacement du centre de libration entre C(9) et C(12) fait très peu varier la déviation standard $\sigma(U)$ sur les différences (U_{ij} observé - U_{ij} calculé), le terme prépondérant ω_{22} ne dépendant pas de la position de ce centre. Ce dernier étant situé à 0,8 Å de C(9), $\sigma(U)$ prend la valeur minimale 0,0030 Å². Les tenseurs de translation et de libration correspondants sont donnés dans le Tableau 10. Les corrections de longueurs de liaison ayant été effectuées (Cruickshank 1961), les nouvelles distances interatomiques sont indiqués dans le Tableau 4. Seul le raccourcissement de la liaison C(6)-C(11) (1,364 Å) reste assez considérable, ce qui est sans doute en rapport avec le fait que C(11) a le facteur d'agitation thermique le plus élevé du cycle benzénique et que l'analyse effectuée ne constitue qu'une approximation du mouvement réel.

Organisation de la structure

Les Fig. 3 et 4 représentent les projections (001) et (010) de la structure. Les molécules s'associent deux par deux, de part et d'autre d'un centre de symétrie, en échangeant deux liaisons hydrogène N-H...O, la distance N...O valant 2,89 Å et l'angle N-H...O 160° ($\sigma=9^\circ$) (Tableau 11). Aucune autre distance intermoléculaire n'est significativement inférieure à la somme des rayons de van der Waals, les valeurs minimales étant:

O...O, 3,07; C...C, 3,42; N...O, 3,24; Cl...C, 3,60 Å.

Les auteurs remercient Monsieur Delugeard pour sa participation à l'exploitation des programmes, Monsieur le Professeur Foucaud, qui a fourni les échantil-

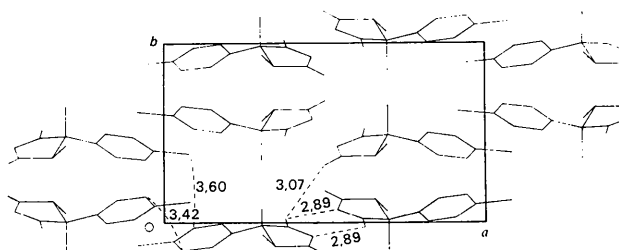


Fig. 3. Projection (001) de la structure.

Tableau 10. Paramètres d'agitation thermique du cycle benzénique supposé rigide

Coordonnées du centre de libration dans a, b, c^* : 3,886, 4,656, 0,537.

$$T = \begin{pmatrix} 3,34 & 0,17 & -0,27 \\ & 3,69 & 0,04 \\ & & 3,36 \end{pmatrix} 10^{-2} \text{ \AA}^2$$

$$L = \begin{pmatrix} 2,95 & -0,18 & 0,88 \\ & 85,26 & 5,71 \\ & & 6,55 \end{pmatrix} (^{\circ})^2$$

$$\sigma(T) = \begin{pmatrix} 0,26 & 0,12 & 0,16 \\ & 0,11 & 0,11 \\ & & 0,16 \end{pmatrix} 10^{-2} \text{ \AA}^2$$

$$\sigma(L) = \begin{pmatrix} 0,41 & 1,70 & 0,41 \\ & 6,14 & 0,90 \\ & & 0,48 \end{pmatrix} (^{\circ})^2$$

Tableau 11. Liaisons hydrogènes et plus courtes distances intermoléculaires

O(2, I)—N(4, V)	2,89 \AA	O(2, I)—O(2, V)	3,47 \AA
N(4, I)—O(2, V)	2,89	O(2, I)—O(3, IV)	3,50
O(2, I)—O(3, VI)	3,07	N(4, I)—O(3, VI)	3,57
O(3, I)—O(2, VII)	3,07	O(2, I)—C(13, V)	3,59
N(4, I)—O(3, IV)	3,24	C(7, I)—Cl(1, VIII)	3,60
C(11, I)—C(11, IX)	3,42		
I	x	$\frac{1}{2}-y$	$\frac{1}{2}+z$
II	x	y	z
III	x	$1+y$	z
IV	x	$y-1$	z
V	$1-x$	$y-\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}-z$
VI	$1-x$	$1-y$	$1-z$
VII	$1-x$	$-y$	$1-z$
VIII	$-x$	$1-y$	$-z$
IX	$-x$	$y-\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}-z$

lons cristallins et Monsieur le Professeur Meinel qui a suscité et dirigé ce travail.

Références

- BRETON-LACOMBE, M. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 1024.
 CRUICKSHANK, D. W. J. (1956). *Acta Cryst.* **9**, 754.
 CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 896.
 CHAWDHURY, S. A., HARGREAVES, A. & HASAN RIZIR, S. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 1633.
 FAYAT, C. (1969). Thèse d'Etat, Rennes.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
 MASON, R. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 720.
 SASS, R. L. & BUGG, C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 282.

Acta Cryst. (1971). B27, 806

The Crystal and Molecular Structure of Dibromodulcitol $C_6H_{12}O_4Br_2$ and Dichlorodulcitol $C_6H_{12}O_4Cl_2$

BY K. SIMON

Chinoïn Factory for Pharmaceutical and Chemical Products, Budapest, Hungary

AND K. SASVÁRI

Central Research Institute for Chemistry of the Hungarian Academy of Sciences, Budapest, Hungary

(Received 10 August 1970)

Dibromodulcitol (DBD) and dichlorodulcitol (DCD) are isomorphous and crystallize in the monoclinic space group $P2_1/c$ with 2 molecules in unit cells of dimensions $a=4.874$, $b=5.269$, $c=19.812$ \AA and $\beta=98.05^\circ$ for DBD and $a=4.889$, $b=5.119$, $c=19.043$ \AA and $\beta=96.8^\circ$ for DCD. Both molecules have $\bar{1}$ symmetry and form planar zigzag carbon chains. The halogen atoms at the end of the chain are outside of the carbon plane in an almost equi-distant position to the two nearest oxygen atoms of the molecule. The molecules form two-dimensional molecular networks parallel to the (001) plane. In the networks each molecule is linked to four neighbouring molecules by two hydrogen bonds, respectively, forming in this way closed circuits with hydrogen bonds. The networks are held together by van der Waals forces. All hydroxyl oxygens act both as donors and acceptors and in the closed circuits the proton positions could be determined. The mean lengths of C—C, C—O and halogen—C bonds are 1.540, 1.413 and 1.975 \AA in DBD and 1.534, 1.432 and 1.820 \AA in DCD. The C—C—C bond angles are on average 111.0 and 111.5° for DBD and DCD, respectively.

Introduction

Dibromodulcitol (1,6-dibromo-1,6-dideoxy-D-galactitol) and dichlorodulcitol (1,6-dichloro-1,6-dideoxy-D-

galactitol) were produced for pharmacological purposes (Institoris, 1967; Institoris, Horváth & Csányi, 1967) by substituting OH at the two ends of the galactitol molecule by halogen atoms. The Fischer formula