

# La Structure Cristalline et Moléculaire de la Substance 'S' de Reichstein, $C_{21}H_{30}O_4$ (4-Pregnène-17 $\alpha$ ,21-diol-3,20-dione)

PAR L. DUPONT, O. DIDEBERG & H. CAMPSTEYN

*Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique, Université de Liège au Sart Tilman, B 4000 Liège, Belgique.*

(Reçu le 21 septembre 1972, accepté le 10 octobre 1972)

The crystal and molecular structure of Reichstein's 'S' substance,  $C_{21}H_{30}O_4$ , has been determined by single-crystal X-ray diffraction analysis. The crystals are monoclinic, space group  $P2_1$ , with  $a=11.472$ ,  $b=7.536$ ,  $c=10.698$  Å;  $\beta=96.07^\circ$ ,  $Z=2$ . The structure was solved by direct methods. The parameters were refined by a block-diagonal least-squares method. The hydrogen atoms were included in the refinement. The final  $R$  value is 0.061 for the 1453 reflections considered as observed. The different bond distances and angles are in good agreement with the expected values. Torsion angle C(16)–C(17)–C(20)–O(20) is equal to  $-32.4^\circ$ , and O(20)–C(20)–C(21)–O(21),  $-12.1^\circ$ . Cohesion of the crystal is due to the hydrogen bonds O(21)–H $\cdots$ O(3) (2.843 Å), O(17)–H $\cdots$ O(3) (3.074 Å) and to van der Waals interactions.

## Introduction

Nous avons entrepris l'étude structurale du 4-pregnène-17 $\alpha$ ,21-diol-3,20-dione ( $C_{21}H_{30}O_4$ ), également appelé substance S de Reichstein (Fig. 1), dans le cadre de nos recherches en vue de mettre en relation les structures moléculaires des stéroïdes et leur activité minéralocorticoïde.

La substance S a une activité faible, elle diffère de la désoxycorticostérone ( $C_{21}H_{30}O_3$ : Dideberg, Campsteyn & Dupont, 1973) dont l'activité est forte par l'introduction d'un OH en position 17 $\alpha$  et de la 17 $\alpha$ -hydroxyprogéstérone ( $C_{21}H_{30}O_3$ : Declercq, Germain & Van Meerssche, 1972), dont l'activité est nulle, par le OH en position 21.

## Données expérimentales

Les cristaux de substance S ont été obtenus par évaporation lente d'une solution du produit dans l'acétone; ils sont incolores et ont la forme de plaquettes allongées suivant l'axe  $b$  de la maille, et perpendiculaires à l'axe  $c$ . Les données cristallographiques et physiques sont indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1. *Données physiques et cristallographiques*

$C_{21}H_{30}O_4$
Monoclinique
$P2_1$
$a = 11.472$ (2) Å
$b = 7.536$ (2)
$c = 10.698$ (2)
$\beta = 96.07^\circ$
$Z = 2$
$V = 919.7$ Å <sup>3</sup>
$\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$ Å
$D_m = 1.267$ g. cm <sup>-3</sup> (flottaison)
$D_x = 1.243$ g. cm <sup>-3</sup>
$F(000) = 376$
$\mu = 7.00$ cm <sup>-1</sup>
Masse moléculaire: 346,45

Les intensités de 1594 réflexions indépendantes ont été mesurées au moyen d'un diffractomètre automatique Hilger et Watts à quatre cercles; parmi celles-ci, 1453 ont été considérées comme observées ( $I > 2\sigma$ ). Les principales caractéristiques des mesures sont données dans le Tableau 2. Les valeurs des intensités des différents blocs de mesures ont été corrélées et remises à échelle, puis corrigées des facteurs de polarisation et de Lorentz; elles n'ont pas été corrigées de l'absorption.

Tableau 2. *Caractéristiques des mesures*

Diffractomètre à 4 cercles Hilger et Watts.

Compteur à scintillation.

Rayonnement: Cu  $K\alpha$ :  $\lambda = 1.5418$  Å

Balayage  $\omega/2\theta$ :

$\theta \leq 35^\circ$	60 pas;	temps de mesure du fond continu: 12 sec
$35^\circ < \theta \leq 55^\circ$	70 pas	14
$55^\circ < \theta \leq 70^\circ$	100 pas	10

Temps de mesure d'un pas: 1 sec.

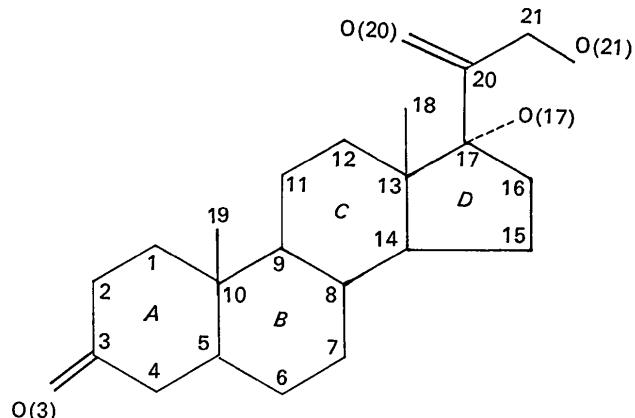


Fig. 1. La substance S de Reichstein,  $C_{21}H_{30}O_4$ .

Tableau 3. Facteurs de structure observés et calculés ( $\times 10^3$ ) avec leurs phases

Les réflexions marquées d'une astérisque sont considérées comme inobservées ( $I > 2\sigma$ ).

Tableau 3 (suite)

L	F<sub>1</sub>	F<sub>2</sub>	F<sub>3</sub>	F<sub>4</sub>	F<sub>5</sub>	F<sub>6</sub>	F<sub>7</sub>	F<sub>8</sub>	F<sub>9</sub>	F<sub>10</sub>	F<sub>11</sub>	F<sub>12</sub>	F<sub>13</sub>	F<sub>14</sub>	F<sub>15</sub>	F<sub>16</sub>	F<sub>17</sub>	F<sub>18</sub>	F<sub>19</sub>	F<sub>20</sub>	F<sub>21</sub>	F<sub>22</sub>	F<sub>23</sub>	F<sub>24</sub>	F<sub>25</sub>	F<sub>26</sub>	F<sub>27</sub>	F<sub>28</sub>	F<sub>29</sub>	F<sub>30</sub>	F<sub>31</sub>	F<sub>32</sub>	F<sub>33</sub>	F<sub>34</sub>	F<sub>35</sub>	F<sub>36</sub>	F<sub>37</sub>	F<sub>38</sub>	F<sub>39</sub>	F<sub>40</sub>	F<sub>41</sub>	F<sub>42</sub>	F<sub>43</sub>	F<sub>44</sub>	F<sub>45</sub>	F<sub>46</sub>	F<sub>47</sub>	F<sub>48</sub>	F<sub>49</sub>	F<sub>50</sub>	F<sub>51</sub>	F<sub>52</sub>	F<sub>53</sub>	F<sub>54</sub>	F<sub>55</sub>	F<sub>56</sub>	F<sub>57</sub>	F<sub>58</sub>	F<sub>59</sub>	F<sub>60</sub>	F<sub>61</sub>	F<sub>62</sub>	F<sub>63</sub>	F<sub>64</sub>	F<sub>65</sub>	F<sub>66</sub>	F<sub>67</sub>	F<sub>68</sub>	F<sub>69</sub>	F<sub>70</sub>	F<sub>71</sub>	F<sub>72</sub>	F<sub>73</sub>	F<sub>74</sub>	F<sub>75</sub>	F<sub>76</sub>	F<sub>77</sub>	F<sub>78</sub>	F<sub>79</sub>	F<sub>80</sub>	F<sub>81</sub>	F<sub>82</sub>	F<sub>83</sub>	F<sub>84</sub>	F<sub>85</sub>	F<sub>86</sub>	F<sub>87</sub>	F<sub>88</sub>	F<sub>89</sub>	F<sub>90</sub>	F<sub>91</sub>	F<sub>92</sub>	F<sub>93</sub>	F<sub>94</sub>	F<sub>95</sub>	F<sub>96</sub>	F<sub>97</sub>	F<sub>98</sub>	F<sub>99</sub>	F<sub>100</sub>	F<sub>101</sub>	F<sub>102</sub>	F<sub>103</sub>	F<sub>104</sub>	F<sub>105</sub>	F<sub>106</sub>	F<sub>107</sub>	F<sub>108</sub>	F<sub>109</sub>	F<sub>110</sub>	F<sub>111</sub>	F<sub>112</sub>	F<sub>113</sub>	F<sub>114</sub>	F<sub>115</sub>	F<sub>116</sub>	F<sub>117</sub>	F<sub>118</sub>	F<sub>119</sub>	F<sub>120</sub>	F<sub>121</sub>	F<sub>122</sub>	F<sub>123</sub>	F<sub>124</sub>	F<sub>125</sub>	F<sub>126</sub>	F<sub>127</sub>	F<sub>128</sub>	F<sub>129</sub>	F<sub>130</sub>	F<sub>131</sub>	F<sub>132</sub>	F<sub>133</sub>	F<sub>134</sub>	F<sub>135</sub>	F<sub>136</sub>	F<sub>137</sub>	F<sub>138</sub>	F<sub>139</sub>	F<sub>140</sub>	F<sub>141</sub>	F<sub>142</sub>	F<sub>143</sub>	F<sub>144</sub>	F<sub>145</sub>	F<sub>146</sub>	F<sub>147</sub>	F<sub>148</sub>	F<sub>149</sub>	F<sub>150</sub>	F<sub>151</sub>	F<sub>152</sub>	F<sub>153</sub>	F<sub>154</sub>	F<sub>155</sub>	F<sub>156</sub>	F<sub>157</sub>	F<sub>158</sub>	F<sub>159</sub>	F<sub>160</sub>	F<sub>161</sub>	F<sub>162</sub>	F<sub>163</sub>	F<sub>164</sub>	F<sub>165</sub>	F<sub>166</sub>	F<sub>167</sub>	F<sub>168</sub>	F<sub>169</sub>	F<sub>170</sub>	F<sub>171</sub>	F<sub>172</sub>	F<sub>173</sub>	F<sub>174</sub>	F<sub>175</sub>	F<sub>176</sub>	F<sub>177</sub>	F<sub>178</sub>	F<sub>179</sub>	F<sub>180</sub>	F<sub>181</sub>	F<sub>182</sub>	F<sub>183</sub>	F<sub>184</sub>	F<sub>185</sub>	F<sub>186</sub>	F<sub>187</sub>	F<sub>188</sub>	F<sub>189</sub>	F<sub>190</sub>	F<sub>191</sub>	F<sub>192</sub>	F<sub>193</sub>	F<sub>194</sub>	F<sub>195</sub>	F<sub>196</sub>	F<sub>197</sub>	F<sub>198</sub>	F<sub>199</sub>	F<sub>200</sub>	F<sub>201</sub>	F<sub>202</sub>	F<sub>203</sub>	F<sub>204</sub>	F<sub>205</sub>	F<sub>206</sub>	F<sub>207</sub>	F<sub>208</sub>	F<sub>209</sub>	F<sub>210</sub>	F<sub>211</sub>	F<sub>212</sub>	F<sub>213</sub>	F<sub>214</sub>	F<sub>215</sub>	F<sub>216</sub>	F<sub>217</sub>	F<sub>218</sub>	F<sub>219</sub>	F<sub>220</sub>	F<sub>221</sub>	F<sub>222</sub>	F<sub>223</sub>	F<sub>224</sub>	F<sub>225</sub>	F<sub>226</sub>	F<sub>227</sub>	F<sub>228</sub>	F<sub>229</sub>	F<sub>230</sub>	F<sub>231</sub>	F<sub>232</sub>	F<sub>233</sub>	F<sub>234</sub>	F<sub>235</sub>	F<sub>236</sub>	F<sub>237</sub>	F<sub>238</sub>	F<sub>239</sub>	F<sub>240</sub>	F<sub>241</sub>	F<sub>242</sub>	F<sub>243</sub>	F<sub>244</sub>	F<sub>245</sub>	F<sub>246</sub>	F<sub>247</sub>	F<sub>248</sub>	F<sub>249</sub>	F<sub>250</sub>	F<sub>251</sub>	F<sub>252</sub>	F<sub>253</sub>	F<sub>254</sub>	F<sub>255</sub>	F<sub>256</sub>	F<sub>257</sub>	F<sub>258</sub>	F<sub>259</sub>	F<sub>260</sub>	F<sub>261</sub>	F<sub>262</sub>	F<sub>263</sub>	F<sub>264</sub>	F<sub>265</sub>	F<sub>266</sub>	F<sub>267</sub>	F<sub>268</sub>	F<sub>269</sub>	F<sub>270</sub>	F<sub>271</sub>	F<sub>272</sub>	F<sub>273</sub>	F<sub>274</sub>	F<sub>275</sub>	F<sub>276</sub>	F<sub>277</sub>	F<sub>278</sub>	F<sub>279</sub>	F<sub>280</sub>	F<sub>281</sub>	F<sub>282</sub>	F<sub>283</sub>	F<sub>284</sub>	F<sub>285</sub>	F<sub>286</sub>	F<sub>287</sub>	F<sub>288</sub>	F<sub>289</sub>	F<sub>290</sub>	F<sub>291</sub>	F<sub>292</sub>	F<sub>293</sub>	F<sub>294</sub>	F<sub>295</sub>	F<sub>296</sub>	F<sub>297</sub>	F<sub>298</sub>	F<sub>299</sub>	F<sub>300</sub>	F<sub>301</sub>	F<sub>302</sub>	F<sub>303</sub>	F<sub>304</sub>	F<sub>305</sub>	F<sub>306</sub>	F<sub>307</sub>	F<sub>308</sub>	F<sub>309</sub>	F<sub>310</sub>	F<sub>311</sub>	F<sub>312</sub>	F<sub>313</sub>	F<sub>314</sub>	F<sub>315</sub>	F<sub>316</sub>	F<sub>317</sub>	F<sub>318</sub>	F<sub>319</sub>	F<sub>320</sub>	F<sub>321</sub>	F<sub>322</sub>	F<sub>323</sub>	F<sub>324</sub>	F<sub>325</sub>	F<sub>326</sub>	F<sub>327</sub>	F<sub>328</sub>	F<sub>329</sub>	F<sub>330</sub>	F<sub>331</sub>	F<sub>332</sub>	F<sub>333</sub>	F<sub>334</sub>	F<sub>335</sub>	F<sub>336</sub>	F<sub>337</sub>	F<sub>338</sub>	F<sub>339</sub>	F<sub>340</sub>	F<sub>341</sub>	F<sub>342</sub>	F<sub>343</sub>	F<sub>344</sub>	F<sub>345</sub>	F<sub>346</sub>	F<sub>347</sub>	F<sub>348</sub>	F<sub>349</sub>	F<sub>350</sub>	F<sub>351</sub>	F<sub>352</sub>	F<sub>353</sub>	F<sub>354</sub>	F<sub>355</sub>	F<sub>356</sub>	F<sub>357</sub>	F<sub>358</sub>	F<sub>359</sub>	F<sub>360</sub>	F<sub>361</sub>	F<sub>362</sub>	F<sub>363</sub>	F<sub>364</sub>	F<sub>365</sub>	F<sub>366</sub>	F<sub>367</sub>	F<sub>368</sub>	F<sub>369</sub>	F<sub>370</sub>	F<sub>371</sub>	F<sub>372</sub>	F<sub>373</sub>	F<sub>374</sub>	F<sub>375</sub>	F<sub>376</sub>	F<sub>377</sub>	F<sub>378</sub>	F<sub>379</sub>	F<sub>380</sub>	F<sub>381</sub>	F<sub>382</sub>	F<sub>383</sub>	F<sub>384</sub>	F<sub>385</sub>	F<sub>386</sub>	F<sub>387</sub>	F<sub>388</sub>	F<sub>389</sub>	F<sub>390</sub>	F<sub>391</sub>	F<sub>392</sub>	F<sub>393</sub>	F<sub>394</sub>	F<sub>395</sub>	F<sub>396</sub>	F<sub>397</sub>	F<sub>398</sub>	F<sub>399</sub>	F<sub>400</sub>	F<sub>401</sub>	F<sub>402</sub>	F<sub>403</sub>	F<sub>404</sub>	F<sub>405</sub>	F<sub>406</sub>	F<sub>407</sub>	F<sub>408</sub>	F<sub>409</sub>	F<sub>410</sub>	F<sub>411</sub>	F<sub>412</sub>	F<sub>413</sub>	F<sub>414</sub>	F<sub>415</sub>	F<sub>416</sub>	F<sub>417</sub>	F<sub>418</sub>	F<sub>419</sub>	F<sub>420</sub>	F<sub>421</sub>	F<sub>422</sub>	F<sub>423</sub>	F<sub>424</sub>	F<sub>425</sub>	F<sub>426</sub>	F<sub>427</sub>	F<sub>428</sub>	F<sub>429</sub>	F<sub>430</sub>	F<sub>431</sub>	F<sub>432</sub>	F<sub>433</sub>	F<sub>434</sub>	F<sub>435</sub>	F<sub>436</sub>	F<sub>437</sub>	F<sub>438</sub>	F<sub>439</sub>	F<sub>440</sub>	F<sub>441</sub>	F<sub>442</sub>	F<sub>443</sub>	F<sub>444</sub>	F<sub>445</sub>	F<sub>446</sub>	F<sub>447</sub>	F<sub>448</sub>	F<sub>449</sub>	F<sub>450</sub>	F<sub>451</sub>	F<sub>452</sub>	F<sub>453</sub>	F<sub>454</sub>	F<sub>455</sub>	F<sub>456</sub>	F<sub>457</sub>	F<sub>458</sub>	F<sub>459</sub>	F<sub>460</sub>	F<sub>461</sub>	F<sub>462</sub>	F<sub>463</sub>	F<sub>464</sub>	F<sub>465</sub>	F<sub>466</sub>	F<sub>467</sub>	F<sub>468</sub>	F<sub>469</sub>	F<sub>470</sub>	F<sub>471</sub>	F<sub>472</sub>	F<sub>473</sub>	F<sub>474</sub>	F<sub>475</sub>	F<sub>476</sub>	F<sub>477</sub>	F<sub>478</sub>	F<sub>479</sub>	F<sub>480</sub>	F<sub>481</sub>	F<sub>482</sub>	F<sub>483</sub>	F<sub>484</sub>	F<sub>485</sub>	F<sub>486</sub>	F<sub>487</sub>	F<sub>488</sub>	F<sub>489</sub>	F<sub>490</sub>	F<sub>491</sub>	F<sub>492</sub>	F<sub>493</sub>	F<sub>494</sub>	F<sub>495</sub>	F<sub>496</sub>	F<sub>497</sub>	F<sub>498</sub>	F<sub>499</sub>	F<sub>500</sub>	F<sub>501</sub>	F<sub>502</sub>	F<sub>503</sub>	F<sub>504</sub>	F<sub>505</sub>	F<sub>506</sub>	F<sub>507</sub>	F<sub>508</sub>	F<sub>509</sub>	F<sub>510</sub>	F<sub>511</sub>	F<sub>512</sub>	F<sub>513</sub>	F<sub>514</sub>	F<sub>515</sub>	F<sub>516</sub>	F<sub>517</sub>	F<sub>518</sub>	F<sub>519</sub>	F<sub>520</sub>	F<sub>521</sub>	F<sub>522</sub>	F<sub>523</sub>	F<sub>524</sub>	F<sub>525</sub>	F<sub>526</sub>	F<sub>527</sub>	F<sub>528</sub>	F<sub>529</sub>	F<sub>530</sub>	F<sub>531</sub>	F<sub>532</sub>	F<sub>533</sub>	F<sub>534</sub>	F<sub>535</sub>	F<sub>536</sub>	F<sub>537</sub>	F<sub>538</sub>	F<sub>539</sub>	F<sub>540</sub>	F<sub>541</sub>	F<sub>542</sub>	F<sub>543</sub>	F<sub>544</sub>	F<sub>545</sub>	F<sub>546</sub>	F<sub>547</sub>	F<sub>548</sub>	F<sub>549</sub>	F<sub>550</sub>	F<sub>551</sub>	F<sub>552</sub>	F<sub>553</sub>	F<sub>554</sub>	F<sub>555</sub>	F<sub>556</sub>	F<sub>557</sub>	F<sub>558</sub>	F<sub>559</sub>	F<sub>560</sub>	F<sub>561</sub>	F<sub>562</sub>	F<sub>563</sub>	F<sub>564</sub>	F<sub>565</sub>	F<sub>566</sub>	F<sub>567</sub>	F<sub>568</sub>	F<sub>569</sub>	F<sub>570</sub>	F<sub>571</sub>	F<sub>572</sub>	F<sub>573</sub>	F<sub>574</sub>	F<sub>575</sub>	F<sub>576</sub>	F<sub>577</sub>	F<sub>578</sub>	F<sub>579</sub>	F<sub>580</sub>	F<sub>581</sub>	F<sub>582</sub>	F<sub>583</sub>	F<sub>584</sub>	F<sub>585</sub>	F<sub>586</sub>	F<sub>587</sub>	F<sub>588</sub>	F<sub>589</sub>	F<sub>590</sub>	F<sub>591</sub>	F<sub>592</sub>	F<sub>593</sub>	F<sub>594</sub>	F<sub>595</sub>	F<sub>596</sub>	F<sub>597</sub>	F<sub>598</sub>	F<sub>599</sub>	F<sub>600</sub>	F<sub>601</sub>	F<sub>602</sub>	F<sub>603</sub>	F<sub>604</sub>	F<sub>605</sub>	F<sub>606</sub>	F<sub>607</sub>	F<sub>608</sub>	F<sub>609</sub>	F<sub>610</sub>	F<sub>611</sub>	F<sub>612</sub>	F<sub>613</sub>	F<sub>614</sub>	F<sub>615</sub>	F<sub>616</sub>	F<sub>617</sub>	F<sub>618</sub>	F<sub>619</sub>	F<sub>620</sub>	F<sub>621</sub>	F<sub>622</sub>	F<sub>623</sub>	F<sub>624</sub>	F<sub>625</sub>	F<sub>626</sub>	F<sub>627</sub>	F<sub>628</sub>	F<sub>629</sub>	F<sub>630</sub>	F<sub>631</sub>	F<sub>632</sub>	F<sub>633</sub>	F<sub>634</sub>	F<sub>635</sub>	F<sub>636</sub>	F<sub>637</sub>	F<sub>638</sub>	F<sub>639</sub>	F<sub>640</sub>	F<sub>641</sub>	F<sub>642</sub>	F<sub>643</sub>	F<sub>644</sub>	F<sub>645</sub>	F<sub>646</sub>	F<sub>647</sub>	F<sub>648</sub>	F<sub>649</sub>	F<sub>650</sub>	F<sub>651</sub>	F<sub>652</sub>	F<sub>653</sub>	F<sub>654</sub>	F<sub>655</sub>	F<sub>656</sub>	F<sub>657</sub>	F<sub>658</sub>	F<sub>659</sub>	F<sub>660</sub>	F<sub>661</sub>	F<sub>662</sub>	F<sub>663</sub>	F<sub>664</sub>	F<sub>665</sub>	F<sub>666</sub>	F<sub>667</sub>	F<sub>668</sub>	F<sub>669</sub>	F<sub>670</sub>	F<sub>671</sub>	F<sub>672</sub>	F<sub>673</sub>	F<sub>674</sub>	F<sub>675</sub>	F<sub>676</sub>	F<sub>677</sub>	F<sub>678</sub>	F<sub>679</sub>	F<sub>680</sub>	F<sub>681</sub>	F<sub>682</sub>	F<sub>683</sub>	F<sub>684</sub>	F<sub>685</sub>	F<sub>686</sub>	F<sub>687</sub>	F<sub>688</sub>	F<sub>689</sub>	F<sub>690</sub>	F<sub>691</sub>	F<sub>692</sub>	F<sub>693</sub>	F<sub>694</sub>	F<sub>695</sub>	F<sub>696</sub>	F<sub>697</sub>	F<sub>698</sub>	F<sub>699</sub>	F<sub>700</sub>	F<sub>701</sub>	F<sub>702</sub>	F<sub>703</sub>	F<sub>704</sub>	F<sub>705</sub>	F<sub>706</sub>	F<sub>707</sub>	F<sub>708</sub>	F<sub>709</sub>	F<sub>710</sub>	F<sub>711</sub>	F<sub>712</sub>	F<sub>713</sub>	F<sub>714</sub>	F<sub>715</sub>	F<sub>716</sub>	F<sub>717</sub>	F<sub>718</sub>	F<sub>719</sub>	F<sub>720</sub>	F<sub>721</sub>	F<sub>722</sub>	F<sub>723</sub>	F<sub>724</sub>	F<sub>725</sub>	F<sub>726</sub>	F<sub>727</sub>	F<sub>728</sub>	F<sub>729</sub>	F<sub>730</sub>	F<sub>731</sub>	F<sub>732</sub>	F<sub>733</sub>	F<sub>734</sub>	F<sub>735</sub>	F<sub>736</sub>	F<sub>737</sub>	F<sub>738</sub>	F<sub>739</sub>	F<sub>740</sub>	F<sub>741</sub>	F<sub>742</sub>	F<sub>743</sub>	F<sub>744</sub>	F<sub>745</sub>	F<sub>746</sub>	F<sub>747</sub>	F<sub>748</sub>	F<sub>749</sub>	F<sub>750</sub>	F<sub>751</sub>	F<sub>752</sub>	F<sub>753</sub>	F<sub>754</sub>	F<sub>755</sub>	F<sub>756</sub>	F<sub>757</sub>	F<sub>758</sub>	F<sub>759</sub>	F<sub>760</sub>	F<sub>761</sub>	F<sub>762</sub>	F<sub>763</sub>	F<sub>764</sub>	F<sub>765</sub>	F<sub>766</sub>	F<sub>767</sub>	F<sub>768</sub>	F<sub>769</sub>	F<sub>770</sub>	F<sub>771</sub>	F<sub>772</sub>	F<sub>773</sub>	F<sub>774</sub>	F<sub>775</sub>	F<sub>776</sub>	F<sub>777</sub>	F<sub>778</sub>	F<sub>779</sub>	F<sub>780</sub>	F<sub>781</sub>	F<sub>782</sub>	F<sub>783</sub>	F<sub>784</sub>	F<sub>785</sub>	F<sub>786</sub>	F<sub>787</sub>	F<sub>788</sub>	F<sub>789</sub>	F<sub>790</sub>	F<sub>791</sub>	F<sub>792</sub>	F<sub>793</sub>	F<sub>794</sub>	F<sub>795</sub>	F<sub>796</sub>	F<sub>797</sub>	F<sub>798</sub>	F<sub>799</sub>	F<sub>800</sub>	F<sub>801</sub>	F<sub>802</sub>	F<sub>803</sub>	F<sub>804</sub>	F<sub>805</sub>	F<sub>806</sub>	F<sub>807</sub>	F<sub>808</sub>	F<sub>809</sub>	F<sub>810</sub>	F<sub>811</sub>	F<sub>812</sub>	F<sub>813</sub>	F<sub>814</sub>	F<sub>815</sub>	F<sub>816</sub>	F<sub>817</sub>	F<sub>818</sub>	F<sub>819</sub>	F<sub>820</sub>	F<sub>821</sub>	F<sub>822</sub>	F<sub>823</sub>	F<sub>824</sub>	F<sub>825</sub>	F<sub>826</sub>	F<sub>827</sub>	F<sub>828</sub>	F<sub>829</sub>	F<sub>830</sub>	F<sub>831</sub>	F<sub>832</sub>	F<sub>833</sub>	F<sub>834</sub>	F<sub>835</sub>	F<sub>836</sub>	F<sub>837</sub>	F<sub>838</sub>	F<sub>839</sub>	F<sub>840</sub>	F<sub>841</sub>	F<sub>842</sub>	F<sub>843</sub>	F<sub>844</sub>	F<sub>845</sub>	F<sub>846</sub>	F<sub>847</sub>	F<sub>848</sub>	F<sub>849</sub>	F<sub>850</sub>	F<sub>851</sub>	F<sub>852</sub>	F<sub>853</sub>	F<sub>854</sub>	F<sub>855</sub>	F<sub>856</sub>	F<sub>857</sub>	F<sub>858</sub>	F<sub>859</sub>	F<sub>860</sub>	F<sub>861</sub>	F<sub>862</sub>	F<sub>863</sub>	F<sub>864</sub>	F<sub>865</sub>	F<sub>866</sub>	F<sub>867</sub>	F<sub>868</sub>	F<sub>869</sub>	F<sub>870</sub>	F<sub>871</sub>	F<sub>872</sub>	F<sub>873</sub>	F<sub>874</sub>	F<sub>875</sub>	F<sub>876</sub>	F<sub>877</sub>	F<sub>878</sub>	F<sub>879</sub>	F<sub>880</sub>	F<sub>881</sub>	F<sub>882</sub>	F<sub>883</sub>	F<sub>884</sub>	F<sub>885</sub>	F<sub>886</sub>	F<sub>887</sub>	F<sub>888</sub>	F<sub>889</sub>	F<sub>890</sub>	F<sub>891</sub>	F<sub>892</sub>	F<sub>893</sub>	F<sub>894</sub>	F<sub>895</sub>	F<sub>896</sub>	F<sub>897</sub>	F<sub>898</sub>	F<sub>899</sub>	F<sub>900</sub>	F<sub>901</sub>	F<sub>90</sub>

Tableau 4. *Coordonnées et paramètres d'agitation thermique ( $\times 10^4$ ) des atomes non hydrogène, avec leurs déviations standards*

Le facteur d'agitation thermique est égal à  $\exp [-(B_{11}h^2 + B_{22}k^2 + B_{33}l^2 + B_{12}hk + B_{13}hl + B_{23}kl)]$ .

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> <sub>11</sub>	<i>B</i> <sub>22</sub>	<i>B</i> <sub>33</sub>	<i>B</i> <sub>23</sub>	<i>B</i> <sub>13</sub>	<i>B</i> <sub>12</sub>
C(1)	637 (4)	612 (0)	2505 (5)	90 (4)	152 (9)	94 (5)	-14 (12)	8 (8)	-19 (11)
C(2)	-97 (6)	414 (9)	1252 (6)	120 (5)	212 (12)	104 (6)	-53 (15)	21 (9)	-40 (15)
C(3)	-981 (5)	1849 (9)	1014 (5)	82 (4)	252 (13)	78 (5)	43 (13)	12 (7)	-51 (13)
C(4)	-692 (4)	3576 (9)	1623 (5)	72 (4)	226 (12)	87 (5)	56 (14)	18 (7)	18 (12)
C(5)	323 (4)	3899 (7)	2309 (4)	82 (4)	146 (8)	70 (4)	39 (10)	36 (6)	9 (10)
C(6)	646 (5)	5780 (7)	2702 (6)	108 (5)	133 (9)	107 (6)	49 (12)	11 (9)	30 (12)
C(7)	1130 (5)	5923 (7)	4066 (5)	91 (4)	133 (8)	100 (6)	-8 (11)	14 (8)	58 (10)
C(8)	2105 (4)	4603 (6)	4444 (5)	72 (4)	99 (7)	92 (5)	-1 (9)	52 (7)	-7 (8)
C(9)	1640 (4)	2712 (6)	4117 (5)	63 (3)	100 (7)	85 (5)	8 (9)	26 (6)	-4 (8)
C(10)	1220 (4)	2458 (6)	2702 (4)	66 (3)	128 (8)	79 (5)	7 (10)	45 (7)	-12 (9)
C(11)	2495 (4)	1243 (6)	4625 (5)	92 (4)	101 (7)	105 (5)	-4 (11)	-3 (8)	18 (9)
C(12)	2964 (4)	1495 (6)	6040 (5)	81 (4)	99 (7)	102 (5)	0 (10)	10 (7)	2 (9)
C(13)	3482 (3)	3344 (6)	6257 (4)	58 (3)	122 (7)	76 (4)	1 (10)	22 (6)	-11 (8)
C(14)	2529 (4)	4720 (6)	5824 (5)	66 (3)	102 (7)	88 (5)	0 (9)	41 (6)	-9 (8)
C(15)	3031 (4)	6498 (6)	6342 (5)	91 (4)	106 (7)	96 (5)	-49 (10)	38 (8)	-26 (9)
C(16)	3865 (5)	5988 (7)	7521 (5)	91 (4)	150 (9)	97 (5)	-18 (12)	21 (8)	-41 (11)
C(17)	3790 (4)	3953 (7)	7648 (4)	66 (3)	140 (8)	84 (5)	2 (10)	29 (7)	-21 (9)
C(18)	4568 (4)	3549 (8)	5534 (5)	70 (4)	199 (11)	106 (6)	-2 (14)	62 (8)	2 (12)
C(19)	2232 (4)	2614 (8)	1849 (5)	83 (4)	237 (12)	80 (5)	3 (13)	61 (7)	11 (12)
C(20)	4889 (4)	3090 (8)	8286 (5)	75 (4)	196 (10)	94 (5)	-44 (13)	-3 (7)	-44 (11)
C(21)	4761 (5)	1408 (9)	9049 (6)	90 (4)	207 (12)	112 (7)	36 (15)	-11 (9)	22 (13)
O(3)	-1881 (4)	1656 (9)	314 (4)	92 (3)	378 (14)	141 (5)	14 (14)	-44 (7)	-73 (13)
O(17)	2827 (3)	3456 (5)	8323 (3)	80 (3)	190 (7)	86 (3)	24 (8)	47 (5)	0 (8)
O(20)	5866 (3)	3649 (7)	8201 (4)	73 (3)	297 (11)	171 (6)	34 (14)	-23 (6)	-69 (10)
O(21)	5833 (3)	547 (7)	9341 (4)	100 (3)	235 (9)	143 (5)	26 (12)	-23 (7)	59 (10)

gardées fixes; l'affinement étant poursuivi avec les autres paramètres. La valeur finale de *R* est égale à 0,061.

L'ensemble des calculs a été effectué sur les ordinateurs 360/65 et 360/50 couplés du Centre de Calcul

Tableau 5. *Coordonnées des atomes d'hydrogène avec leurs déviations standards ( $\times 10^3$ )*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
H(1A)	23 (6)	34 (12)	333 (7)
H(1B)	121 (6)	-32 (11)	258 (7)
H(2A)	-38 (7)	-97 (14)	142 (8)
H(2B)	30 (6)	40 (12)	57 (6)
H(4)	-126 (6)	457 (12)	136 (7)
H(6A)	-10 (6)	652 (12)	247 (7)
H(6B)	111 (8)	646 (15)	216 (9)
H(7A)	32 (6)	609 (11)	436 (7)
H(7B)	104 (6)	719 (11)	424 (7)
H(8)	260 (9)	455 (18)	385 (10)
H(9)	81 (6)	245 (11)	468 (7)
H(11A)	200 (6)	-9 (11)	442 (6)
H(11B)	308 (6)	117 (11)	395 (7)
H(12A)	233 (6)	137 (11)	669 (7)
H(12B)	344 (6)	56 (12)	626 (7)
H(14)	198 (6)	438 (11)	653 (7)
H(15A)	250 (6)	731 (11)	677 (7)
H(15B)	354 (6)	714 (11)	560 (7)
H(16A)	362 (7)	645 (13)	843 (7)
H(16B)	454 (10)	664 (21)	700 (11)
H(18A)	457 (6)	342 (12)	468 (7)
H(18B)	501 (6)	447 (12)	563 (6)
H(18C)	516 (7)	278 (13)	588 (8)
H(19A)	198 (6)	250 (11)	93 (7)
H(19B)	286 (6)	361 (12)	221 (6)
H(19C)	276 (6)	151 (12)	201 (7)
H(21A)	421 (6)	77 (12)	874 (7)
H(21B)	430 (14)	196 (26)	956 (16)
H(017)	286 (8)	362 (16)	921 (9)
H(021)	644 (6)	145 (11)	944 (7)

Tableau 6. *Longueurs des liaisons intramoléculaires (< 2 Å) avec leurs déviations standards*

Les valeurs *d*<sub>cor</sub> sont corrigées de l'agitation thermique

	<i>d</i> (Å)	<i>d</i> <sub>cor</sub> (Å)	<i>d</i> (Å)	
C(1)—C(2)	1,513 (8)	1,515	C(1)—H(1A)	1,06 (7)
C(1)—C(10)	1,549 (5)	1,554	C(1)—H(1B)	0,96 (8)
C(2)—C(3)	1,485 (9)	1,492	C(2)—H(2A)	1,11 (10)
C(3)—C(4)	1,478 (9)	1,482	C(2)—H(2B)	0,90 (7)
C(4)—C(5)	1,331 (7)	1,338	C(4)—H(4)	1,01 (8)
C(5)—C(6)	1,513 (8)	1,519	C(6)—H(6A)	1,03 (8)
C(5)—C(10)	1,524 (7)	1,530	C(6)—H(6B)	0,97 (10)
C(6)—C(7)	1,510 (8)	1,511	C(7)—H(7A)	1,02 (7)
C(7)—C(8)	1,520 (7)	1,525	C(7)—H(7B)	0,98 (8)
C(8)—C(9)	1,549 (6)	1,554	C(8)—H(8)	0,89 (10)
C(8)—C(14)	1,508 (7)	1,509	C(9)—H(9)	1,19 (7)
C(9)—C(10)	1,551 (7)	1,553	C(11)—H(11A)	1,16 (8)
C(9)—C(11)	1,539 (7)	1,546	C(11)—H(11B)	1,04 (7)
C(10)—C(19)	1,555 (7)	1,562	C(12)—H(12A)	1,06 (7)
C(11)—C(12)	1,563 (8)	1,566	C(12)—H(12B)	0,91 (8)
C(12)—C(13)	1,523 (7)	1,529	C(14)—H(14)	1,06 (7)
C(13)—C(14)	1,542 (6)	1,548	C(15)—H(15A)	1,01 (8)
C(13)—C(17)	1,561 (7)	1,564	C(15)—H(15B)	1,14 (7)
C(13)—C(18)	1,542 (6)	1,549	C(16)—H(16A)	1,09 (8)
C(14)—C(15)	1,539 (7)	1,543	C(16)—H(16B)	1,11 (12)
C(15)—C(16)	1,549 (7)	1,551	C(18)—H(18A)	0,92 (7)
C(16)—C(17)	1,543 (7)	1,550	C(18)—H(18B)	0,86 (8)
C(17)—C(20)	1,515 (7)	1,520	C(18)—H(18C)	0,94 (9)
C(20)—C(21)	1,524 (7)	1,530	C(19)—H(19A)	1,00 (7)
C(3)—O(3)	1,218 (7)	1,220	C(19)—H(19B)	1,08 (8)
C(17)—O(17)	1,433 (6)	1,438	C(19)—H(19C)	1,03 (8)
C(20)—O(20)	1,210 (6)	1,214	C(21)—H(21A)	0,84 (8)
C(21)—O(21)	1,396 (7)	1,401	C(21)—H(21B)	0,90 (17)
O(17)—H(017)			O(17)—H(017)	0,95 (9)
O(21)—H(021)			O(21)—H(021)	0,97 (8)

de l'Université de Liège, au moyen des programmes de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966). Les affinements ont été effectués en utilisant l'approximation des blocs

Tableau 7. Angles des liaisons intramoléculaires avec leurs déviations standards

C(2)—C(1)—C(10)	113,6 (4)°	C(10)—C(1)—H(1B)	112 (5)°
C(1)—C(2)—C(3)	112,7 (5)	H(1A)—C(1)—H(1B)	98 (6)
C(2)—C(3)—C(4)	116,6 (5)	C(1)—C(2)—H(2A)	96 (5)
C(2)—C(3)—O(3)	122,5 (6)	C(1)—C(2)—H(2B)	116 (5)
C(4)—C(3)—O(3)	120,8 (6)	C(3)—C(2)—H(2A)	120 (5)
C(3)—C(4)—C(5)	123,1 (5)	C(3)—C(2)—H(2B)	105 (5)
C(4)—C(5)—C(6)	119,8 (5)	H(2A)—C(2)—H(2B)	108 (7)
C(4)—C(5)—C(10)	123,2 (5)	C(3)—C(4)—H(4)	115 (4)
C(6)—C(5)—C(10)	116,9 (4)	C(5)—C(4)—H(4)	121 (4)
C(5)—C(6)—C(7)	112,9 (5)	C(5)—C(6)—H(6A)	106 (4)
C(6)—C(7)—C(8)	113,2 (4)	C(5)—C(6)—H(6B)	118 (6)
C(7)—C(8)—C(9)	108,4 (4)	C(7)—C(6)—H(6A)	114 (4)
C(7)—C(8)—C(14)	112,0 (4)	C(7)—C(6)—H(6B)	112 (6)
C(9)—C(8)—C(14)	110,0 (4)	C(6A)—C(6)—C(6B)	93 (7)
C(8)—C(9)—C(10)	113,4 (4)	C(6)—C(7)—H(7A)	93 (4)
C(8)—C(9)—C(11)	113,0 (4)	C(6)—C(7)—H(7B)	102 (5)
C(10)—C(9)—C(11)	112,1 (4)	H(7A)—C(7)—H(7B)	73 (6)
C(1)—C(10)—C(5)	109,5 (4)	C(8)—C(7)—H(7A)	132 (4)
C(1)—C(10)—C(9)	109,2 (4)	C(8)—C(7)—H(7B)	133 (5)
C(1)—C(10)—C(19)	109,1 (4)	C(7)—C(8)—H(8)	110 (7)
C(5)—C(10)—C(9)	108,2 (4)	C(9)—C(8)—H(8)	92 (7)
C(5)—C(10)—C(19)	108,0 (4)	C(14)—C(8)—H(8)	122 (7)
C(9)—C(10)—C(19)	112,9 (4)	C(8)—C(9)—H(9)	108 (4)
C(9)—C(11)—C(12)	113,3 (4)	C(10)—C(9)—H(9)	94 (4)
C(11)—C(12)—C(13)	110,4 (4)	C(11)—C(9)—H(9)	103 (4)
C(12)—C(13)—C(14)	108,4 (4)	C(9)—C(11)—H(11A)	106 (4)
C(12)—C(13)—C(17)	117,4 (4)	C(9)—C(11)—H(11B)	103 (4)
C(12)—C(13)—C(18)	109,8 (4)	C(12)—C(11)—H(11A)	113 (4)
C(14)—C(13)—C(17)	99,8 (4)	C(12)—C(11)—H(11B)	120 (4)
C(14)—C(13)—C(18)	111,5 (4)	H(11A)—C(11)—H(11B)	100 (5)
C(17)—C(13)—C(18)	109,5 (4)	C(11)—C(12)—H(12A)	116 (4)
C(8)—C(14)—C(13)	113,5 (4)	C(11)—C(12)—H(12B)	107 (5)
C(8)—C(14)—C(15)	118,2 (4)	C(13)—C(12)—H(12A)	105 (4)
C(13)—C(14)—C(15)	104,5 (4)	C(13)—C(12)—H(12B)	117 (5)
C(14)—C(15)—C(16)	104,6 (4)	H(12A)—C(12)—H(12B)	102 (6)
C(15)—C(16)—C(17)	106,4 (4)	C(8)—C(14)—H(14)	122 (4)
C(13)—C(17)—C(16)	102,6 (4)	C(13)—C(14)—H(14)	94 (4)
C(13)—C(17)—C(20)	113,4 (4)	C(15)—C(14)—H(14)	101 (4)
C(13)—C(17)—O(17)	107,1 (4)	C(14)—C(15)—H(15A)	118 (4)
C(16)—C(17)—C(20)	114,5 (4)	C(14)—C(15)—H(15B)	109 (4)
C(16)—C(17)—O(17)	110,9 (4)	C(16)—C(15)—H(15A)	98 (4)
C(20)—C(17)—O(17)	108,1 (4)	C(16)—C(15)—H(15B)	111 (4)
C(17)—C(20)—C(21)	118,4 (5)	H(15A)—C(15)—H(15B)	116 (6)
C(17)—C(20)—O(20)	123,4 (5)	C(15)—C(16)—H(16A)	117 (5)
C(21)—C(20)—O(20)	118,2 (5)	C(15)—C(16)—H(16B)	83 (7)
C(20)—C(21)—O(21)	111,9 (5)	C(17)—C(16)—H(16A)	103 (5)
C(2)—C(1)—H(1A)	118 (4)°	C(17)—C(16)—H(16B)	122 (7)
C(2)—C(1)—H(1B)	108 (5)	H(16A)—C(16)—H(16B)	124 (8)
C(10)—C(1)—H(1A)	106 (4)	C(13)—C(18)—H(18A)	125 (5)

Tableau 7 (suite)

C(13)—C(18)—H(18B)	121 (5)°
C(13)—C(18)—H(18C)	109 (5)
H(18A)—C(18)—H(18B)	98 (7)
H(18A)—C(18)—H(18C)	104 (7)
H(18B)—C(18)—H(18C)	93 (7)
C(10)—C(19)—H(19A)	115 (4)
C(10)—C(19)—H(19B)	110 (4)
C(10)—C(19)—H(19C)	107 (4)
H(19A)—C(19)—H(19B)	121 (6)
H(19A)—C(19)—H(19C)	101 (6)
H(19B)—C(19)—H(19C)	99 (6)
C(20)—C(21)—H(21A)	112 (5)
C(20)—C(21)—H(21B)	92 (11)
O(21)—C(21)—H(21A)	116 (5)
O(21)—C(21)—H(21B)	130 (11)
H(21A)—C(21)—H(21B)	92 (12)
C(17)—O(17)—H(017)	121 (6)
C(21)—O(21)—H(021)	108 (4)

diagonaux ( $3 \times 3$ ,  $6 \times 6$ ). La fonction à minimiser  $\sum w(F_o - F_c)^2$  était pondérée suivant le schéma de Cruickshank (1961):  $w = (a + |F_o| + cF_o^2)^{-1}$ , avec  $a = 2F_{\text{omin}}$  et  $c = 2/F_{\text{omax}}$ . Les facteurs de diffusion utilisés dans les calculs des facteurs de structure sont ceux proposés par Hanson, Herman, Lea & Skillman (1964).

Les valeurs finales des facteurs de structures calculés et observés sont reprises dans le Tableau 3.

#### Description de la structure et analyse du mouvement thermique des atomes

Les coordonnées et les paramètres d'agitation thermique des atomes sont donnés dans les Tableaux 4 et 5. Les valeurs des longueurs et des angles des liaisons intramoléculaires sont reprises dans les Tableaux 6 et

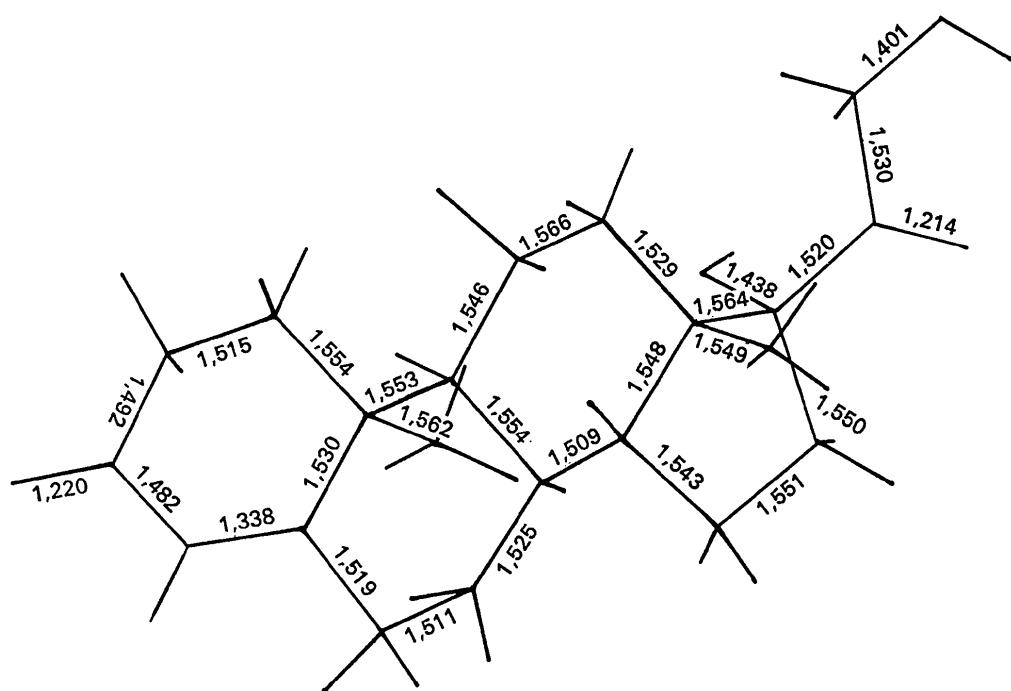


Fig. 2. Longueurs des liaisons intramoléculaires. Les valeurs indiquées pour C-C et C-O sont corrigées de l'agitation thermique à partir du tenseur de libration du corps rigide C(1)-C(19).

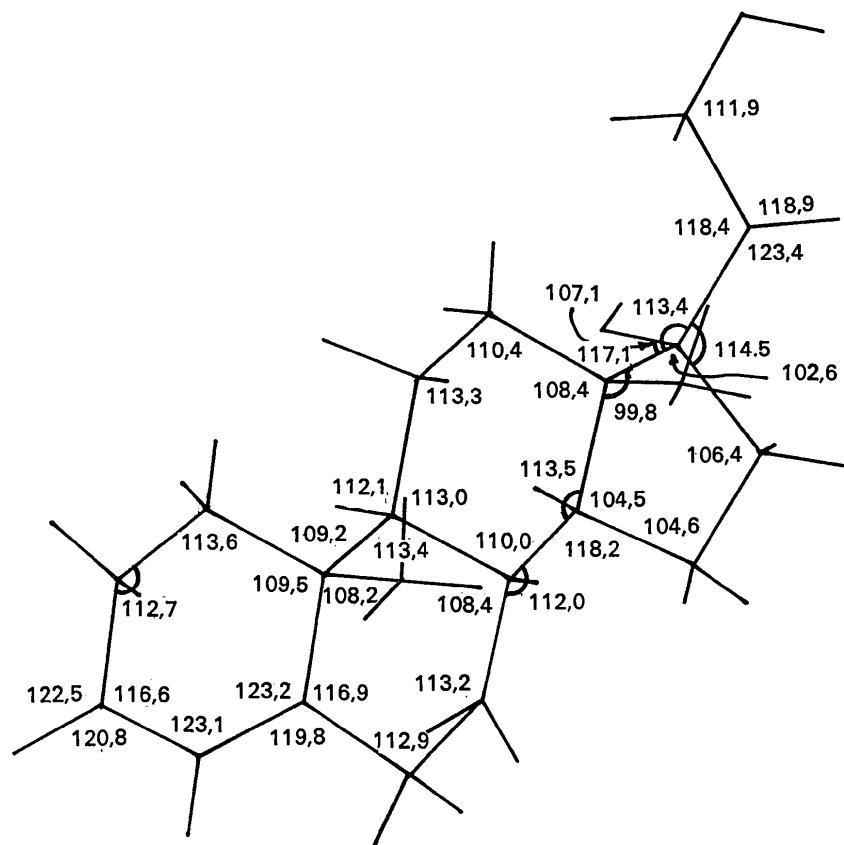


Fig. 3. Angles des liaisons intramoléculaires.

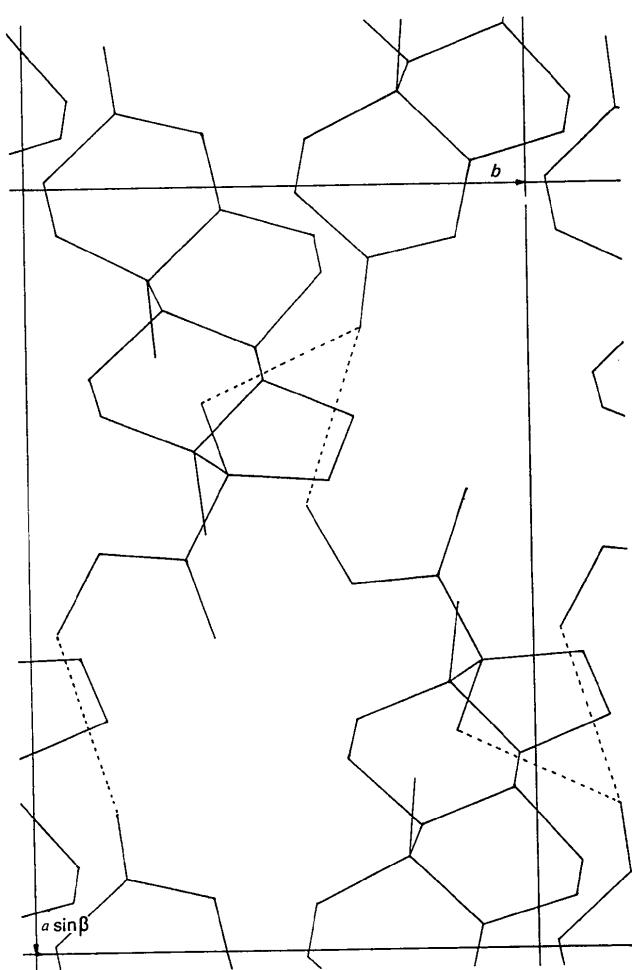
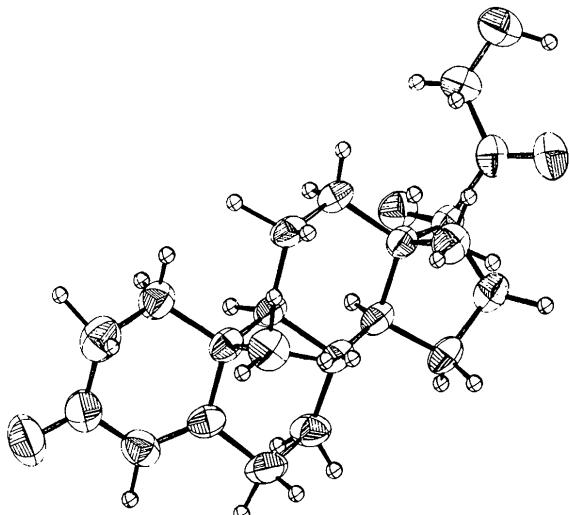


Fig. 4. Projection (001) de la structure.

Fig. 5. Vue en perspective de la molécule le long de l'axe  $c$  après rotation de 30° autour de  $a$  et de 195° autour de  $b$ . Les atomes, exceptés les H, sont représentés par leurs ellipsoïdes de vibration thermique à 50 % de probabilité.

7 et sur les Figs. 2 et 3. La Fig. 4 montre la projection (001) de la structure. La Fig. 5 est une vue en perspective de la molécule, le long de l'axe  $c^*$ , après rotation de 30° autour de  $a$  et de 195° autour de  $b$ . Les atomes, exceptés les H, sont représentés par leurs ellipsoïdes de vibration thermique à 50 % de probabilité (Johnson, 1965).

La description du mouvement de la molécule considérée comme un corps rigide a été réalisée au moyen

Tableau 8. Composantes des tenseurs  $T$ ,  $L$ , et  $S$  du corps rigide ( $\times 10^4$ ) rapportés à un système d'axes cartésiens, dont l'origine coïncide avec l'origine de la maille et les axes avec  $a$ ,  $b$  et  $c^*$

Ont été inclus dans le calcul du corps rigide tous les atomes non hydrogène sauf C(20), C(21), O(3), O(17), O(20) et O(21). Les déviations standards ( $\times 10^4$ ) sont données entre parenthèses.

$T(\text{\AA}^2)$	871 (31)	-53 (26)	-48 (21)
	816 (31)	-191 (22)	588 (19)
$L(\text{rad}^2)$	32 (2)	9 (1)	28 (2)
		9 (2)	8 (1)
			60 (4)
$S(\text{\AA} \cdot \text{rad})$	37 (12)	111 (8)	-68 (6)
	-29 (6)	33 (10)	-17 (4)
	119 (9)	21 (7)	-70 (33)

Tableau 9. Différences ( $\text{\AA}^2$ ) entre le  $U_{ij}$  dérivés des  $B_{ij}$  et ceux calculés à partir du corps rigide C(1)-C(19) Les atomes sont numérotés dans le même ordre que dans le Tableau 4.

$$\sigma(U) = \left[ \frac{\sum (U_{ij})^2}{n-s} \right]^{1/2} = 0,0030 \text{ \AA}^2.$$

1	-0,0063	0,0018	-0,0004	0,0016	0,0000	0,0001
2	0,0057	0,0021	0,0054	0,0021	0,0042	-0,0048
3	-0,0038	-0,0003	-0,0017	-0,0010	-0,0018	0,0045
4	-0,0045	0,0010	0,0019	0,0014	-0,0016	0,0035
5	0,0036	-0,0035	-0,0065	-0,0004	0,0015	0,0009
6	0,0039	-0,0021	0,0026	-0,0007	-0,0005	-0,0004
7	-0,0016	0,0049	-0,0017	0,0025	-0,0019	-0,0039
8	0,0016	0,0004	0,0049	-0,0018	0,0018	-0,0033
9	-0,0003	-0,0007	0,0033	-0,0011	-0,0043	-0,0006
10	-0,0046	-0,0019	-0,0005	-0,0027	0,0016	0,0011
11	0,0067	0,0003	0,0028	-0,0007	-0,0045	0,0008
12	-0,0019	-0,0015	0,0012	0,0015	0,0024	-0,0047
13	-0,0020	0,0022	-0,0063	-0,0011	-0,0032	-0,0012
14	-0,0007	-0,0003	0,0021	-0,0022	-0,0010	0,0002
15	-0,0058	-0,0010	-0,0054	-0,0024	0,0038	-0,0056
16	0,0038	0,0013	-0,0009	0,0004	-0,0036	0,0021
17	-0,0009	-0,0027	-0,0019	0,0029	-0,0004	-0,0008
18	0,0046	-0,0005	0,0041	0,0001	0,0052	0,0038
19	0,0023	0,0005	-0,0030	0,0015	0,0021	0,0083
20	0,0006	-0,0001	-0,0054	-0,0021	-0,0014	-0,0131
21	-0,0175	-0,0045	-0,0072	0,0154	0,0143	-0,0097
23	0,0009	0,0106	0,0319	0,0011	-0,0184	-0,0033
23	0,0025	-0,0103	0,0027	0,0152	0,0053	0,0012
24	0,0042	0,0092	0,0327	-0,0100	-0,0129	0,0077
25	-0,0329	-0,0125	-0,0143	0,0064	0,0291	-0,0103

Tableau 10. Axes principaux du tenseur  $L$ 

$\alpha_2(\text{^\circ})^2$	$\sqrt{\alpha_2(\text{^\circ})}$	$\cos \theta_{lx}$	$\cos \theta_{ly}$	$\cos \theta_{lz}$
25,9	5,1	-0,5275	-0,1609	-0,8342
5,4	2,3	-0,7523	-0,3677	0,5467
1,8	1,3	-0,3947	0,9159	0,0730

des tenseurs T, L et S (Schomaker & Trueblood, 1968). L'ensemble des atomes C(1) à C(19) a été inclus dans le corps rigide. Les valeurs des composantes des tenseurs sont données dans le Tableau 8. L'accord entre les valeurs calculées et observées des  $U_{ij}$  est bon, les écarts dépassant rarement  $2\sigma(U)$  (Tableau 9). L'examen du Tableau 10 relatif au tenseur L, montre qu'il y a une forte anisotropie de la libration du corps rigide, les déplacements angulaires quadratiques moyens autour des trois axes principaux valant respectivement, 26, 5 et  $2(^{\circ})^2$ ; le mouvement principal s'effectue autour d'un axe presque parallèle à l'axe d'allongement du

Tableau 11. *Equations des plans moyens*

Les équations sont de la forme  $lx + my + nz = p$  où  $x, y, z$  et  $p$  sont exprimés en  $10^{-4}$  Å dans un système d'axes orthogonaux parallèles à  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$ .

Plan		<i>l</i>	<i>m</i>	<i>n</i>	<i>p</i>
<i>A</i> 1	C(2), C(3), C(4)	5255	2920	-7991	-11065
<i>A</i> 2	C(1), C(2), C(4), C(5)	7371	1861	-6497	-11546
<i>A</i> 3	C(1), C(5), C(6), C(10)	4092	485	-9112	-21461
<i>B</i> 1	C(6), C(7), C(9), C(10)	9389	2338	-2528	7171
<i>B</i> 3	C(7), C(8), C(9), C(11)	4627	483	-8852	-31774
<i>C</i> 2	C(8), C(11), C(12), C(14)	9580	1532	-2426	12034
<i>C</i> 3	C(12), C(13), C(14), C(15)	4708	704	-8794	-42135
<i>D</i> 2	C(13), C(15), C(16), C(17)	9286	1303	-3474	9647
<i>D</i> 3	C(14), C(15), C(16), C(17)	8232	-960	-5595	-19665
<i>A</i>	C(1), C(2), C(3), C(4), C(5), C(10)	6287	1678	-7593	-13514
<i>B</i>	C(5), C(6), C(7), C(8), C(9), C(10)	8315	2049	-5164	-4048
<i>C</i>	C(8), C(9), C(11), C(12), C(13), C(14)	8478	1079	-5192	-6705
<i>D</i>	C(13), C(14), C(15), C(16), C(17) C(1)-C(17)	8514	1160	-5116	-6132
		8135	1255	-5679	-10365

séroïde. Les corrections des distances et des angles des liaisons intramoléculaires ont été calculées à partir des composantes du tenseur  $L$ , au moyen des relations décrites par Johnson (1969), et que nous avons introduites dans le programme *ORFFE* de Busing, Martin & Levy (1962). On voit, sur le Tableau 6, que ces corrections sont pour les distances de l'ordre des déviations standards (0,001 à 0,007 Å). Quant aux angles, les corrections sont tout à fait négligeables (de l'ordre de 0,1°).

### **Discussion de la structure**

L'ensemble des longueurs et des angles des liaisons intramoléculaires correspond aux valeurs attendues. Les équations des principaux plans moyens du noyau stéroïde ainsi que les distances des atomes à ces plans, et les angles entre plans sont donnés respectivement

### Tables 13. Angles entre plans

Plan 1	Plan 2	
<i>A1</i>	<i>A2</i>	16,1°
<i>A3B1</i>	<i>A2</i>	25,5
<i>A3B1</i>	<i>B2</i>	51,3
<i>B3C1</i>	<i>B2</i>	48,0
<i>B3C1</i>	<i>C2</i>	48,3
<i>C3D1</i>	<i>C2</i>	47,5
<i>C3D1</i>	<i>D2</i>	41,2
<i>C3D1</i>	<i>D3</i>	29,2
<i>A</i>	<i>B</i>	18,3
<i>B</i>	<i>C</i>	5,6
<i>C</i>	<i>D</i>	0,7
<i>A</i>	$C(1)-C(17)$	15,5
<i>B</i>	$C(1)-C(17)$	5,5
<i>C</i>	$C(1)-C(17)$	3,6
<i>D</i>	$C(1)-C(17)$	3,9

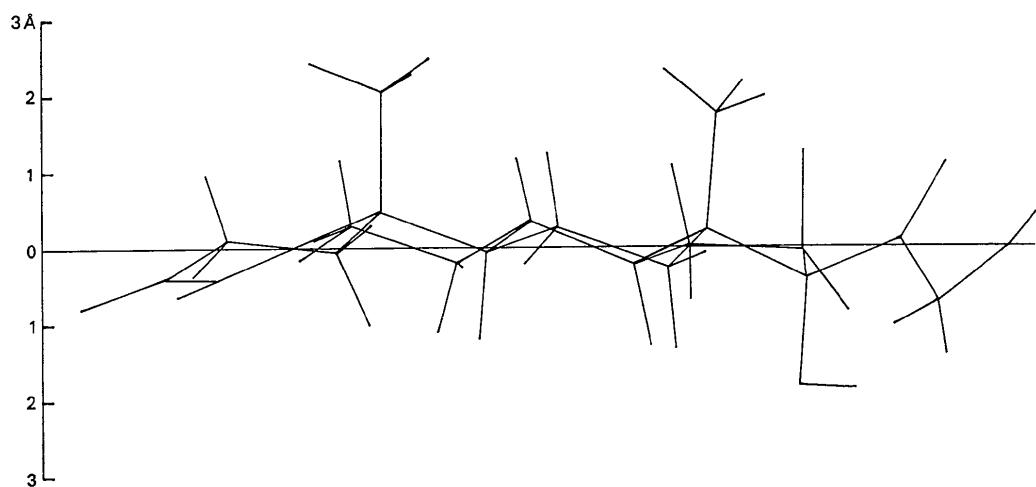
Tableau 12. Distances des atomes ( $\times 10^3$  Å) aux plans moyens ( $\sigma=6$ )

dans les Tableaux 11, 12, et 13. La Fig. 6 montre la projection de la molécule parallèlement à l'intersection du plan ( $a, c^*$ ) et du plan moyen C(1)–C(17). On remarque que l'angle entre les plans  $C$  et  $D$  est particulièrement petit ( $0,7^\circ$ ). Le cycle  $A$  est relativement

peu incliné par rapport au plan moyen C(1)–C(17). Les angles de torsion du stéroïde sont donnés dans le Tableau 14. La conformation du cycle  $A$  est assez différente de celle de la désoxcorticostérone( $C_{21}H_{30}O_3$ ; Dideberg, Campsteyn & Dupont, 1973) où l'on a re-

Tableau 14. Angles de torsion

Cycle A	Cycle B	Cycle C	Cycle D		
C(1)–C(2) –53,0°	C(5)–C(6) –46,9°	C(8)–C(9) –49,2°	C(13)–C(14) 44,5°		
C(2)–C(3) 27,9	C(6)–C(7) 50,1	C(9)–C(11) 48,5	C(14)–C(15) –27,3		
C(3)–C(4) 3,0	C(7)–C(8) –55,6	C(11)–C(12) –53,1	C(15)–C(16) –1,1		
C(4)–C(5) –9,4	C(8)–C(9) 59,0	C(12)–C(13) 57,4	C(16)–C(17) 28,5		
C(5)–C(10) –15,2	C(9)–C(10) –54,1	C(13)–C(14) –61,9	C(13)–C(17) –44,3		
C(1)–C(10) 45,6	C(5)–C(10) 47,8	C(8)–C(14) 56,8			
Jonctions des cycles					
C(9)–C(8)–C(14)–C(15) 179,8°		C(11)–C(12)–C(13)–C(18) –64,7°			
C(7)–C(8)–C(9)–C(11) –172,0		C(8)–C(14)–C(13)–C(18) 59,1			
C(14)–C(8)–C(9)–C(10) –178,2		C(15)–C(14)–C(13)–C(18) –71,2			
C(11)–C(9)–C(10)–C(1) 57,4		C(16)–C(17)–C(13)–C(18) 72,8			
C(11)–C(9)–C(10)–C(5) 176,4		C(2)–C(1)–C(10)–C(19) –72,3			
C(1)–C(10)–C(9)–C(8) –173,2		C(4)–C(5)–C(10)–C(19) 103,4			
C(2)–C(1)–C(10)–C(9) 163,9°		C(6)–C(5)–C(10)–C(19) –74,8			
C(3)–C(4)–C(5)–C(6) 168,8		C(8)–C(9)–C(10)–C(19) 65,3			
C(4)–C(5)–C(10)–C(9) –134,0		C(11)–C(9)–C(10)–C(19) –64,1			
C(6)–C(5)–C(10)–C(1) 166,6		Chaîne latérale			
C(6)–C(7)–C(8)–C(14) –177,2		C(12)–C(13)–C(17)–C(20) 74,8°			
C(7)–C(8)–C(14)–C(13) 177,5		C(14)–C(13)–C(17)–C(20) –168,4			
C(7)–C(8)–C(14)–C(15) –59,5		C(18)–C(13)–C(17)–C(20) –51,2			
C(12)–C(11)–C(9)–C(10) 178,2°		C(15)–C(16)–C(17)–C(20) 151,7			
C(11)–C(12)–C(13)–C(17) 169,4		C(13)–C(17)–C(20)–C(21) –93,7			
C(12)–C(13)–C(14)–C(15) 167,8		C(16)–C(17)–C(20)–C(21) 149,0			
C(17)–C(13)–C(14)–C(8) 174,8		C(13)–C(17)–C(20)–O(20) 84,8			
C(12)–C(13)–C(17)–C(16) –161,2		C(16)–C(17)–C(20)–O(20) –32,4			
C(8)–C(14)–C(15)–C(16) –154,8		O(17)–C(17)–C(20)–O(20) –156,6			
Oxygène					
C(1)–C(2)–C(3)–O(3) –154,9°		O(17)–C(17)–C(20)–C(21) 24,8			
C(5)–C(4)–C(3)–O(3) –174,2		C(17)–C(20)–C(21)–O(21) 166,5			
C(12)–C(13)–C(17)–O(17) –44,4		O(20)–C(20)–C(21)–O(21) –12,1			
C(14)–C(13)–C(17)–O(17) 72,4					
C(18)–C(13)–C(17)–O(17) –170,4					
C(15)–C(16)–C(17)–O(17) –85,6					

Fig. 6. Projection de la molécule parallèlement à l'intersection du plan ( $a, c^*$ ) et du plan moyen C(1)–C(17).

tiré l'OH en position 17; ainsi que de celle de 17 $\alpha$ -hydroxyprogesterone ( $C_{21}H_{30}O_3$ : Declercq, Germain & Van Meerssche, 1972) où manque le OH en position 21; elle est plus proche, par contre, de la conformation du cycle A de la progesterone ( $C_{21}H_{30}O_2$ : Campsteyn, Dideberg & Dupont, 1972) qui n'a pas de fonction OH. Le cycle D est lui aussi fort différent des cycles analogues dans les trois composés ci-dessus; il a la conformation caractéristique de l'enveloppe  $\beta$  comme le montre le calcul des paramètres d'Altona, Geise & Romers (1968):  $\Delta = -37,7^\circ$ ,  $\varphi_m = 47,0^\circ$ .

La conformation de la chaîne latérale est décrite par la Fig. 7. En particulier les angles des torsions  $C(16)-C(17)-C(20)-O(20)$  et  $O(20)-C(20)-C(21)-O(21)$  sont respectivement égaux à  $-32,4^\circ$  et  $-12,1^\circ$ .

Le calcul des distances intermoléculaires (Tableau 15) montre la présence de deux liaisons hydrogènes  $O(21)-H \cdots O(3)$ : 2,843 Å et  $O(17)-H \cdots O(3)$ : 3,074 Å. La cohésion du cristal est en outre assurée par contacts de van der Waals.

Les auteurs remercient MM les Professeurs H. Brasseur et J. Toussaint pour l'intérêt qu'ils portent à ce travail, ainsi que M. Vermeire pour la préparation et la sélection des échantillons cristallins.

Tableau 15. Distances intermoléculaires ( $< 4$  Å) et leurs déviations standards

Notations des positions:  $C(2)-O(17)$  2/0T1 signifie que C(2) se trouve dans la position équivalente 1 et O(17) dans la position équivalente 2 translatée de  $-b$  et  $+c$ . Les positions équivalentes sont: 1:  $x, y, z$ ; 2:  $-x, \frac{1}{2}+y, -z$ .

$C(1)-C(6)$	1/0T0	3,647 (6) Å
$C(1)-C(7)$	1/0T0	3,923 (6)
$C(2)-C(6)$	1/0T0	3,879 (9)
$C(2)-O(17)$	2/0T1	3,534 (7)
$C(2)-C(3)$	2/0T0	3,907 (9)
$C(2)-C(4)$	2/0T0	3,576 (8)
$C(2)-C(5)$	2/0T0	3,960 (8)
$C(2)-C(6)$	1/0T0	3,880 (9)
$C(3)-C(15)$	2/0T1	3,875 (7)
$C(3)-C(16)$	2/0T1	3,863 (8)
$C(3)-O(17)$	2/0T1	3,441 (7)
$C(4)-C(15)$	2/0T1	3,953 (7)
$C(6)-O(3)$	2/000	3,718 (8)
$C(11)-C(18)$	2/111	3,953 (7)
$C(12)-C(15)$	1/0T0	3,780 (7)
$C(15)-C(18)$	2/101	3,896 (7)
$C(15)-O(3)$	2/001	3,943 (7)
$C(17)-O(21)$	2/102	3,423 (7)
$C(17)-O(3)$	2/001	3,836 (7)
$C(19)-O(17)$	1/00T	3,955 (6)
$C(19)-O(20)$	2/1T1	3,704 (8)
$C(19)-O(3)$	2/000	3,821 (8)
$C(19)-O(21)$	2/101	3,469 (7)
$C(20)-C(21)$	2/102	3,781 (8)
$C(20)-O(21)$	2/102	3,318 (7)
$C(21)-O(3)$	1/101	3,951 (7)
$C(21)-O(20)$	2/111	3,734 (8)
$C(21)-O(21)$	2/101	3,662 (8)
$O(3)-O(20)$	1/10T	3,580 (7)
$O(3)-O(21)$	1/10T	2,843 (6)
$O(3)-O(17)$	2/0T1	3,074 (7)
$O(17)-O(21)$	2/101	3,207 (6)
$O(20)-O(21)$	2/101	3,721 (6)

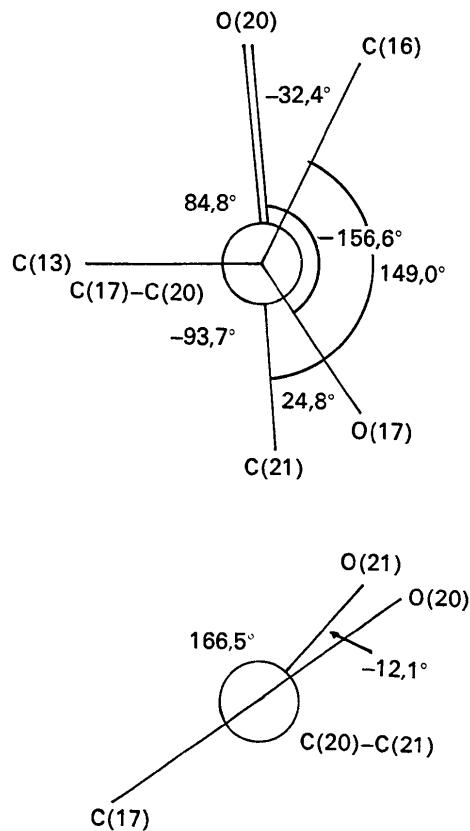


Fig. 7. Angles de torsion de la chaîne latérale.

#### Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC crystallographic programs for the IBM/360 system, National Research Council, Ottawa, Canada.
- ALTONA, C., GEISE, H. J. & ROMERS, C. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 13–32.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). ORFFE, ORNL-TM-306, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- CAMPSTEYN, H., DIDEBERG, O. & DUPONT, L. (1972). *Acta Cryst. B* **28**, 3032–3042.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*. Edited by PEPINSKY, R., ROBERTSON, J. M. and SPEAKMAN, J. C. Oxford: Pergamon Press.
- DECLERCO, J. P., GERMAIN, G. & VAN MEERSSCHE, M. (1972). *Cryst. Struct. Commun.* **1**, 9–11.
- DIDEBERG, O., CAMPSTEYN, H. & DUPONT, L. (1973). *Acta Cryst. B* **29**, 103–112.
- GERMAIN, G., MAIN, P. et WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst. A* **27**, 368–376.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040–1044.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP. ORNL 3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- JOHNSON, C. K. (1969). *Crystallographic Computing*. Edited by F. R. AHMED, Copenhagen: Munksgaard.
- SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst. B* **24**, 63–76.