

Apart from C(10), all heavy atoms and one hydrogen atom from each of those attached to C(10), C(11)–C(12) are essentially coplanar. It can be seen from Fig. 3 that C(10) can twist out of the molecular plane into a gap in the crystal. The weaker forces holding the C(10) methyl group seem reflected in the high thermal parameters of its hydrogen atoms H(3), H(4), H(5). No heavy atom intermolecular contacts are excessively short, all being longer than 3.5 Å except for C(10)–O(3): 3.428 (4) Å (related by **b**), C(8)–C(12): 3.477 (4) Å related by **a**+**b** and $\bar{1}$) and O(4)–C(11): 3.391 (2) Å (related by 2₁).

The large *E* values of the orders of ($\bar{2}11$) are readily explained by the fact that the mean plane of the rings makes an angle of 1.3° with ($\bar{2}11$) and that all heavier atoms are within 0.1 Å of the plane except for O(3) and C(10) which are 0.18 and 0.68 Å distant respectively.

The author is grateful to Dr U. Weiss who suggested the problem, to his colleagues Drs H. A. Lloyd and G. W. A. Milne who carried out independent preliminary hand symbolic additions which allowed checking of the PHASE11A program, to Dr Dideberg who very kindly supplied a preprint of the paper on dibenzofuran and to Drs L. Plastas and H. Ammon who helped greatly with data collection.

References

ABRAHAMS, S. C., ROBERTSON, J. M. & WHITE, J. G. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 233–244.

- BAK, B., CHRISTENSEN, D., DIXON, W. B., HANSEN-NYGAARD, L., RASTRUP-ANDERSEN, J. & SCHOTTLANDER, M. (1962). *J. Mol. Spectrosc.* **9**, 124–129.
- BAK, B., CHRISTENSEN, D., HANSEN-NYGAARD, L. & RASTRUP-ANDERSEN, J. (1961). *J. Mol. Spectrosc.* **7**, 58–63.
- BEISLER, J. A. & SILVERTON, J. V. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 298–304.
- BRIGHT, W. M. & CANNON, J. F. (1970). Unpublished.
- BRYAN, R. F. (1967). *J. Chem. Soc.* pp. 1050–1059.
- DIDEBERG, O., DUPONT, L. & ANDRÉ, J. M. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 1002–1007.
- GRIPENBERG, J. (1960). *Tetrahedron*, **10**, 135–143.
- HAUPTMAN, H. & KARLE, J. (1953). *ACA Monograph No. 3*. Pittsburgh: Polycrystal Book Service.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, pp. 201–202. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- KARLE, I. L., HAUPTMAN, H., KARLE, J. & WING, A. B. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 257–263.
- KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849–859.
- NORMENT, H. G. & KARLE, I. L. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 873–878.
- SINCLAIR, V. C., ROBERTSON, J. M. & MATHIESON, A. MCL. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 251–256.
- STEWART, J. M. (1967). NASA Technical Report 67–58.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- SUTTON, L. E., KENNARD, O., POWELL, H. & WHIFFEN, D. H. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configurations in Molecules and Ions*, pp. S19s–S21s. Special Publication No. 18. London: The Chemical Society.
- TAGA, T. & OSAKI, K. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 1091–1101.
- WEISGRABER, K., WEISS, U., MILNE, G. W. A. & SILVERTON, J. V. (1972). *Phytochemistry*, **11**, 2585–2587.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 298

Structures Cristallines et Moléculaires de Trois Formes Polymorphes de l'Oestrone

PAR BERNARD BUSETTA, CHRISTIAN COURSEILLE ET MICHEL HOSPITAL

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au C.N.R.S.,
Université de Bordeaux I, 351 Cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 6 juillet 1972, accepté le 20 octobre 1972)

The crystal and molecular structures of three polymorphous forms of estrone have been determined by X-ray diffraction. Two forms (estrone I and II) crystallize as orthorhombic crystals, $P2_12_12_1$, $Z=4$, $a=12.88$, $b=16.301$, $c=7.463$ and $a=10.043$, $b=18.424$, $c=7.787$ Å and the third as a monoclinic crystal, $P2_1$, $Z=4$ (2 independent molecules) $a=9.271$, $b=22.285$, $c=7.610$ Å, $\beta=111.45^\circ$. The three structures have been solved by direct methods and refined by least-squares computations to *R* values of 0.069 for estrone I, 0.039 for estrone II and 0.061 for estrone III. The conformation of the four molecules shows the flexibility of the *B* and *D* rings of the steroid. Nonetheless it is impossible, with a calculated model, to report an accurate conformation of these parts of the molecule. The crystalline cohesions are different in the three structures. Estrones I and III have layers of parallel molecules linked by hydrogen bonds and estrone II has a herringbone arrangement with a weaker hydrogen bond and stronger dispersion bonds.

Dans le cadre de l'étude des hormones stéroïdes oestrogènes que nous avons entreprise (Busetta & Hospital, 1969, 1972; Busetta, Courseille, Geoffre & Hospi-

tal, 1972), nous présentons ici les structures des trois formes polymorphes de l'oestrone. L'oestrone ($C_{18}H_{22}O_2$) (Fig. 1) est un stéroïde qui a longtemps été considéré

comme l'hormone oestrogène. La similitude du squelette de sa molécule avec celui de l'oestradiol, l'hormone naturelle, rend à nos yeux l'étude cristallographique de ces trois formes polymorphes intéressantes.

Bernal & Crowfoot (1936) ont déterminé les paramètres cristallins de ces formes. Ceux que nous avons déterminés par affinement par moindres carrés à partir de mesures sur diffractomètre automatique sont en bon accord avec ceux de ce travail antérieur.

La détermination de ces trois structures ayant déjà fait l'objet chacune d'une note préliminaire, nous ne rappellerons ici que les résultats essentiels sous forme de Tableau 1, Busetta Courseille & Hospital, 1970 et 1971; Busetta, Courseille, Leroy & Hospital, 1972).

Toutes les mesures d'intensité ont été faites sur diffractomètre automatique utilisant la méthode des 5 points. Les structures ont été déterminées par méthode directe. Les atomes d'hydrogène ont été localisés à

Tableau 1. *Données cristallographiques*

	Oestrone I	Oestrone II	Oestrone III
Mode de cristallisation	Sublimation	Evaporation de solution dans l'acétone	Sublimation
Groupe d'espace	$P2_12_12_1$	$P2_12_12_1$	$P2_1$
Z	4	4	4
a en Å $\pm 0,005$	12,188	10,043	9,271
b	16,301	18,424	22,285
c	7,463	7,787	7,610
β en $^\circ \pm 0,2^\circ$	—	—	111,45
V (Å ³)	1481	1440	1461
Nombre de réflexions	1500	1553	2960
Indice résiduel, R	0,069	0,039	0,061

Tableau 2. *Paramètres atomiques de l'oestrone*(a) L'oestrone I (C, O $\times 10^5$; H $\times 10^4$)

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{23}	β_{13}	β_{12}
O(83)	110763 (46)	16716 (39)	66859 (97)	742	510	3353	-1122	741	-146
C(1)	81080 (67)	19100 (57)	65488 (115)	743	564	1567	-138	-555	-40
C(2)	92256 (71)	18953 (57)	60047 (137)	731	573	2444	-64	25	-328
C(3)	99867 (64)	16463 (50)	71903 (124)	488	431	2460	-539	56	-4
C(4)	96840 (64)	13905 (48)	88943 (122)	723	353	2261	-220	-334	1
C(5)	85573 (56)	13791 (42)	93939 (107)	549	278	1801	-66	16	32
C(6)	82967 (62)	10652 (50)	112476 (122)	634	415	2288	451	-891	-108
C(7)	71378 (66)	12730 (57)	118304 (119)	691	580	1832	848	-313	-79
C(8)	63146 (58)	10935 (43)	103413 (101)	575	308	1372	231	5	11
C(9)	65487 (60)	16875 (46)	87517 (104)	625	363	1473	-453	-495	140
C(10)	77610 (61)	16393 (43)	82344 (109)	653	314	1651	-12	32	-16
C(11)	57628 (67)	15613 (52)	71813 (116)	816	483	1843	431	-679	55
C(12)	45297 (61)	15850 (55)	77988 (123)	545	580	2241	-144	563	155
C(13)	43452 (57)	9818 (47)	93155 (112)	469	394	1811	-528	-120	47
C(14)	51318 (60)	11938 (45)	108472 (101)	665	344	1302	-18	-241	170
C(15)	46571 (67)	7254 (57)	124933 (130)	736	631	2039	628	-71	-104
C(16)	34126 (73)	8277 (59)	121998 (131)	853	587	2272	-351	88	-37
C(17)	32515 (63)	10406 (54)	102661 (140)	601	434	3345	-218	-905	49
C(18)	44214 (71)	900 (58)	86579 (148)	658	710	2803	-430	-136	-143
O(97)	23598 (48)	12051 (46)	96150 (98)	728	831	3067	-151	-258	57

	x	y	z	B		x	y	z	B
H(21)	7637 (56)	2113 (41)	5642 (99)	1,6	H(41)	5817 (58)	2029 (43)	6257 (99)	2,1
H(22)	9503 (62)	2094 (49)	4734 (99)	3,2	H(32)	4318 (54)	2228 (41)	8215 (95)	1,5
H(84)	11534 (63)	1558 (49)	7641 (99)	3,8	H(42)	4137 (59)	1385 (45)	6643 (99)	2,7
H(24)	10152 (56)	1136 (43)	9737 (94)	1,9	H(34)	4929 (55)	1788 (40)	11054 (97)	1,5
H(26)	8887 (59)	1390 (45)	12045 (99)	2,6	H(35)	4896 (62)	126 (45)	12335 (99)	2,8
H(46)	8241 (51)	453 (42)	11004 (97)	1,5	H(55)	5061 (62)	938 (46)	13734 (99)	3,0
H(27)	6890 (52)	904 (41)	12739 (99)	1,8	H(36)	3282 (56)	1283 (47)	13034 (99)	2,6
H(47)	7135 (58)	1842 (43)	12219 (99)	2,5	H(56)	2985 (54)	363 (42)	12493 (97)	1,7
H(28)	6389 (55)	498 (43)	9821 (94)	1,8	H(38)	3783 (57)	51 (44)	7405 (99)	2,6
H(29)	6468 (56)	2308 (41)	9284 (99)	1,9	H(58)	5119 (61)	-62 (47)	8267 (98)	2,9
H(31)	5889 (55)	1003 (40)	6802 (97)	1,9	H(48)	4057 (59)	-251 (43)	9417 (99)	2,2

Tableau 2 (suite)

(b) L'oestrone II (C, O $\times 10^5$; H $\times 10^4$)

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{23}	β_{13}	β_{12}
O(83)	30254 (19)	31173 (9)	15807 (28)	1289	331	2453	410	-613	-383
C(1)	5547 (24)	16863 (12)	22735 (32)	946	273	1586	-662	-662	-93
C(2)	12486 (24)	22412 (12)	14538 (33)	1022	248	1654	29	-353	17
C(3)	22800 (24)	25805 (11)	23086 (34)	915	213	1945	-46	-102	-6
C(4)	25684 (23)	23771 (11)	39814 (35)	957	245	1877	-133	-585	49
C(5)	18717 (21)	18281 (11)	47988 (31)	828	219	1532	-167	-374	104
C(6)	22567 (24)	16300 (12)	66246 (32)	1063	294	1438	-274	-553	-96
C(7)	12083 (24)	11678 (13)	75144 (30)	995	331	1284	-320	-338	46
C(8)	7944 (20)	5438 (11)	63365 (28)	733	272	1172	-87	-151	117
C(9)	433 (20)	8623 (11)	47876 (30)	794	257	1316	4	-305	57
C(10)	8398 (21)	14647 (11)	39275 (29)	815	236	1338	-79	-298	78
C(11)	-4028 (28)	2658 (13)	35454 (32)	1322	299	1343	142	-846	-280
C(12)	-12081 (28)	-3383 (14)	44162 (33)	1307	319	1545	150	-767	-289
C(13)	-4471 (22)	-6390 (11)	59494 (29)	852	254	1298	9	92	95
C(14)	-861 (20)	-190 (12)	71787 (29)	781	278	1218	-23	21	134
C(15)	3541 (29)	-4071 (15)	88195 (32)	1324	412	1290	288	-359	-57
C(16)	-6256 (29)	-10533 (15)	89418 (34)	1372	375	1563	362	101	40
C(17)	-11961 (22)	-11387 (12)	71403 (33)	898	274	1608	55	292	164
C(18)	7777 (27)	-10833 (14)	53805 (41)	1225	315	2411	-143	1212	231
O(97)	-21019 (18)	-15421 (9)	67570 (26)	1101	336	2140	125	205	-181

	x	y	z	B		x	y	z	B
H(21)	-171 (27)	1486 (15)	1673 (37)	3,0	H(41)	-966 (27)	492 (15)	2602 (39)	2,8
H(22)	1029 (23)	2406 (12)	174 (34)	1,6	H(32)	-2117 (31)	-119 (16)	4896 (49)	4,1
H(84)	2713 (31)	3249 (16)	597 (48)	4,3	H(42)	-1290 (29)	-755 (14)	3550 (42)	3,4
H(24)	3308 (26)	2627 (13)	4639 (38)	2,4	H(34)	-937 (25)	231 (13)	7375 (36)	2,1
H(26)	2411 (31)	2068 (16)	7258 (45)	3,6	H(35)	265 (30)	-110 (16)	9880 (46)	4,1
H(46)	3172 (24)	1294 (12)	6670 (33)	1,7	H(55)	1274 (31)	-622 (16)	8658 (46)	4,1
H(47)	1552 (28)	939 (14)	8593 (39)	3,1	H(36)	-1311 (37)	-934 (20)	9822 (60)	6,7
H(47)	428 (26)	1446 (14)	7745 (36)	2,3	H(56)	-183 (31)	-1505 (16)	9146 (47)	4,2
H(28)	1642 (26)	276 (13)	5805 (34)	2,0	H(38)	526 (39)	-1531 (19)	4691 (54)	5,9
H(29)	-810 (20)	1092 (12)	5293 (30)	1,0	H(48)	1219 (36)	-1320 (19)	6319 (52)	6,3
H(31)	399 (29)	109 (14)	3219 (38)	2,9	H(58)	1436 (31)	-739 (15)	4777 (47)	4,1

(c) L'oestrone III, molécule A (C, O $\times 10^5$; H $\times 10^4$)

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{23}	β_{13}	β_{12}
O(83)	92568 (63)	-5253 (20)	52667 (63)	2665	177	2472	-66	2137	-55
C(1)	96296 (87)	10930 (28)	46822 (88)	2141	190	1918	146	1576	127
C(2)	93762 (83)	4927 (29)	42304 (88)	1947	221	1781	157	1445	173
C(3)	94642 (74)	846 (28)	56008 (91)	1345	184	2462	-15	1404	65
C(4)	97598 (74)	2831 (26)	74120 (83)	1543	174	1957	254	1572	149
C(5)	100211 (74)	8838 (26)	78850 (79)	1346	166	1776	20	975	154
C(6)	103641 (89)	10587 (28)	99237 (85)	2321	186	1624	393	1142	196
C(7)	108414 (94)	16942 (31)	103741 (85)	2624	224	1368	276	353	-98
C(8)	99010 (75)	21169 (26)	87591 (78)	1647	155	1362	184	1057	21
C(9)	103010 (74)	19580 (28)	70367 (84)	1424	182	1911	159	998	76
C(10)	99438 (69)	12965 (27)	65104 (80)	1258	187	1727	148	1209	130
C(11)	95391 (104)	23914 (29)	53747 (93)	3086	186	1796	217	1897	189
C(12)	98281 (88)	30603 (28)	59397 (88)	2366	169	1890	296	1652	85
C(13)	94000 (76)	31875 (27)	76074 (85)	1586	162	2024	223	1279	31
C(14)	102699 (79)	27670 (28)	92623 (81)	1890	184	1533	172	1209	-50
C(15)	100709 (107)	30248 (32)	110147 (100)	3319	216	2268	60	2282	-35
C(16)	100825 (126)	37152 (34)	106635 (105)	4022	221	2465	-263	2789	-259
C(17)	98635 (87)	37914 (29)	86116 (97)	1896	184	2782	18	2211	65
C(18)	76260 (89)	31548 (34)	71012 (124)	1634	218	4420	306	1090	151
O(97)	100296 (70)	42600 (20)	79235 (67)	3149	163	2819	152	2492	-87

Tableau 2 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
H(21)	9550 (63)	1366 (24)	3550 (75)	4,0	H(41)	8324 (65)	2339 (24)	5019 (73)	4,0
H(22)	9176 (73)	338 (28)	2880 (85)	5,7	H(32)	9194 (66)	3311 (27)	4839 (80)	5,0
H(84)	9014 (70)	-734 (26)	3704 (81)	5,0	H(42)	10870 (70)	3154 (28)	6071 (82)	5,2
H(24)	9860 (61)	-75 (26)	8261 (72)	4,0	H(34)	11492 (73)	2813 (29)	9382 (85)	5,8
H(26)	9390 (73)	974 (28)	10341 (82)	5,9	H(35)	10724 (69)	2861 (27)	12411 (78)	5,0
H(46)	10922 (73)	714 (28)	10843 (86)	5,9	H(55)	8899 (79)	2933 (30)	10824 (93)	6,8
H(27)	10707 (63)	1794 (23)	11610 (73)	4,0	H(36)	9117 (70)	3934 (26)	10865 (78)	5,0
H(47)	12014 (75)	1750 (29)	10515 (89)	6,3	H(56)	11034 (71)	3883 (27)	11574 (78)	5,0
H(28)	8424 (63)	2013 (26)	8506 (72)	4,0	H(38)	7409 (78)	3289 (32)	8267 (95)	7,3
H(29)	11369 (67)	2000 (26)	7282 (75)	4,4	H(48)	7217 (80)	3517 (31)	6083 (97)	7,3
H(31)	9774 (80)	2286 (28)	4087 (89)	6,1	H(58)	7190 (68)	2758 (28)	6667 (80)	5,0

(d) L'oestrone III, molécule B (C, O $\times 10^5$; H $\times 10^4$)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{23}	β_{13}	β_{12}
O(83)	40346 (69)	36127 (22)	93481 (73)	3074	224	3100	-160	2892	16
C(1)	55237 (85)	20713 (32)	102479 (87)	1973	244	1744	103	1034	-33
C(2)	51863 (91)	26457 (32)	106342 (91)	2156	257	2000	-283	1543	-305
C(3)	44506 (81)	30350 (31)	91419 (99)	1700	222	2820	-136	1954	-261
C(4)	41130 (80)	28414 (31)	72938 (91)	1531	241	2218	82	1219	-88
C(5)	44636 (75)	22598 (29)	69328 (84)	1337	247	1608	154	1068	-95
C(6)	40154 (94)	20822 (33)	48843 (89)	2313	257	1779	-205	824	-46
C(7)	47716 (95)	15077 (33)	46361 (93)	2156	262	1786	43	898	55
C(8)	46367 (74)	10313 (28)	59682 (84)	1260	218	1792	-178	629	-97
C(9)	55958 (75)	12198 (29)	80397 (81)	1491	222	1456	71	606	-98
C(10)	51786 (73)	18522 (29)	84099 (84)	1292	246	1769	55	859	-204
C(11)	55386 (88)	7567 (32)	94597 (86)	2173	260	1496	25	750	-18
C(12)	59638 (92)	1197 (32)	90443 (92)	2277	241	1924	298	1513	159
C(13)	49999 (74)	-545 (30)	69837 (86)	1450	230	1877	-130	1213	-83
C(14)	52069 (74)	4098 (29)	56808 (86)	1238	241	1915	-146	793	-64
C(15)	45869 (98)	1143 (35)	37353 (102)	2529	259	2266	-141	1557	60
C(16)	52346 (93)	-5150 (32)	42171 (101)	2286	208	2770	-296	2027	-223
C(17)	54274 (86)	-6263 (31)	62403 (97)	1766	200	2545	45	1427	-193
C(18)	32705 (89)	-1765 (37)	67962 (123)	1659	293	4164	79	2546	-146
O(97)	58144 (71)	-10972 (23)	70353 (75)	2820	240	3523	201	2689	78

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
H(21)	5974 (63)	1731 (24)	11299 (73)	4,0	H(41)	6432 (64)	853 (24)	10864 (72)	4,0
H(22)	5376 (73)	2791 (29)	11872 (84)	5,9	H(32)	5768 (63)	-204 (24)	9984 (70)	4,0
H(84)	4137 (71)	3665 (27)	10806 (82)	5,0	H(42)	7213 (63)	160 (24)	9171 (75)	4,0
H(24)	3550 (75)	3138 (30)	6123 (89)	6,1	H(34)	6380 (72)	486 (27)	5753 (85)	5,2
H(26)	2687 (64)	2031 (25)	4404 (73)	4,0	H(35)	4965 (75)	291 (29)	2690 (87)	6,4
H(46)	4398 (65)	2408 (24)	4134 (74)	4,0	H(55)	3408 (77)	117 (31)	3353 (89)	6,4
H(27)	5798 (73)	1536 (28)	4606 (85)	5,9	H(36)	6197 (76)	-591 (30)	3828 (85)	6,0
H(47)	4261 (57)	1314 (22)	3261 (68)	3,0	H(56)	4791 (79)	-854 (29)	3367 (89)	6,0
H(28)	3455 (71)	989 (27)	5996 (81)	5,1	H(38)	2874 (70)	164 (27)	7028 (81)	5,0
H(29)	6769 (68)	1236 (26)	7921 (82)	5,0	H(48)	3196 (68)	-557 (27)	7617 (76)	5,0
H(31)	4559 (72)	787 (28)	9653 (82)	5,6	H(58)	2698 (69)	-300 (26)	5420 (81)	5,0

Tableau 3 (suite)

7 14 2	4.5	3.5	8 2 3	5.4	4.4	1 11 4	4.8	5.0	9 11 2	6.2	5.5	10 1 1	15.8	15.7	11 7 3	3.2	3.3
7 15 2	2.5	3.3	8 3 3	20.3	27.5	1 12 4	2.3	4.3	9 12 2	3.2	0.0	10 2 1	10.1	10.1	11 8 0	0.0	0.0
7 16 2	1.3	3.0	8 4 3	10.0	10.5	1 13 4	3.7	4.3	9 13 2	1.7	0.0	10 3 1	12.9	12.5	11 9 0	12.3	11.7
7 1 3	3.5	3.3	8 5 3	8.6	9.4	1 14 4	7.0	7.0	9 14 2	4.0	5.0	10 4 1	12.8	11.8	11 10 0	5.1	5.2
7 2 3	9.9	9.4	8 6 3	5.5	4.5	1 15 4	3.8	4.0	9 15 2	0.0	0.0	10 5 1	9.7	10.2	11 11 0	0.0	0.0
7 3 3	15.7	13.4	8 7 3	11.0	11.1	1 16 4	1.5	3.0	9 16 2	6.2	6.9	10 6 1	17.0	16.1	11 12 0	3.8	3.8
7 4 3	5.9	6.7	8 8 3	6.3	6.7	1 17 4	2.5	4.0	9 17 2	0.0	0.0	10 7 1	9.0	8.7	11 13 0	4.2	4.4
7 5 3	11.1	11.0	8 9 3	5.3	5.9	1 18 4	5.3	9.4	9 18 2	3.0	9.1	10 8 1	11.5	11.7	11 1 1	6.3	6.5
7 6 3	14.4	14.8	8 10 3	13.7	13.4	1 19 4	5.5	6.3	9 19 2	5.7	6.8	10 9 1	13.5	13.0	11 2 1	11.1	11.5
7 7 3	12.5	12.3	8 11 3	2.8	3.2	1 20 4	4.8	5.3	9 20 2	6.3	6.3	10 10 1	12.7	12.3	11 3 1	9.9	9.4
7 8 3	3.0	3.0	8 12 3	3.4	0.0	1 21 4	9.4	9.4	9 21 2	11.2	11.8	10 11 1	2.5	0.0	11 4 1	5.5	3.9
7 9 3	15.6	16.1	8 13 3	6.6	4.6	1 22 4	3.4	0.0	9 22 2	13.0	13.8	10 12 1	5.2	2.9	11 5 1	5.0	7.0
7 10 3	14.2	14.4	8 14 3	7.3	7.5	1 23 4	1.6	0.0	9 23 2	4.7	4.8	10 13 1	10.9	11.1	11 6 1	8.4	8.6
7 11 3	6.3	7.6	8 15 3	1.7	0.0	1 24 4	0.0	0.0	9 24 2	5.6	5.8	10 14 1	2.6	16.6	11 7 1	2.6	0.0
7 12 3	1.5	3.3	8 16 3	3.2	3.3	1 25 4	0.0	0.0	9 25 2	9.7	8.9	10 15 1	17.9	17.0	11 8 1	3.9	3.0
7 13 3	4.7	7.3	8 17 3	9.8	10.3	1 26 4	0.0	0.0	9 26 2	10.1	10.3	10 16 1	20.0	20.3	11 9 1	3.1	0.0
7 14 3	4.1	1.4	8 18 3	1.1	11.7	1 27 4	0.6	0.0	9 27 2	6.5	6.2	10 17 1	10.2	10.7	11 10 1	2.8	0.0
7 15 3	2.2	3.0	8 19 3	5.0	3.6	1 28 4	2.1	5.0	9 28 2	0.0	0.0	10 18 1	3.5	0.0	11 11 1	0.0	0.0
7 16 3	2.1	3.3	8 20 3	9.9	9.7	1 29 4	0.0	0.0	9 29 2	2.3	0.0	10 19 1	8.3	7.4	11 12 1	0.0	0.0
7 1 4	14.4	15.1	8 21 3	12.2	12.2	1 30 4	3.2	0.0	9 30 2	0.0	0.0	10 20 1	9.4	10.2	11 13 1	0.0	0.0
7 2 4	22.4	21.8	8 22 3	6.7	7.1	1 31 4	3.0	0.0	9 31 2	4.3	5.7	10 21 1	2.6	4.8	11 14 1	2.2	9.2
7 3 4	8.3	8.7	8 23 3	11.8	12.4	1 32 4	0.8	0.8	9 32 2	4.4	4.4	10 22 1	11.2	11.7	11 15 1	11.0	10.7
7 4 4	17.1	17.4	8 24 3	10.2	9.5	1 33 4	4.3	4.3	9 33 2	6.6	3.6	10 23 1	0.0	0.0	11 16 1	2.1	2.0
7 5 4	18.7	18.3	8 25 3	4.5	4.0	1 34 4	1.3	0.0	9 34 2	0.0	0.0	10 24 1	0.0	0.0	11 17 1	6.5	7.4
7 6 4	16.7	17.1	8 26 3	4.2	3.6	1 35 4	2.6	0.0	9 35 2	0.0	0.0	10 25 1	0.0	0.0	11 18 1	3.1	3.3
7 7 4	7.6	8.1	8 27 3	7.6	6.9	1 36 4	1.0	0.0	9 36 2	7.1	6.7	10 26 1	3.2	2.7	11 19 1	2.8	3.0
7 8 4	3.9	3.3	8 28 3	6.7	7.2	1 37 4	3.0	0.0	9 37 2	5.9	6.3	10 27 1	5.6	5.7	11 20 1	2.3	2.0
7 9 4	7.8	7.5	8 29 3	2.9	3.3	1 38 4	3.5	6.0	9 38 2	1.5	0.0	10 28 1	3.7	7.9	11 21 1	2.4	2.0
7 10 4	4.5	2.3	8 30 3	2.3	2.0	1 39 4	1.0	1.0	9 39 2	2.2	0.0	10 29 1	6.4	6.4	11 22 1	2.0	2.0
7 11 4	3.3	3.3	8 31 3	10.7	10.4	1 40 4	3.1	1.0	9 40 2	2.8	0.0	10 30 1	9.7	8.5	11 23 1	3.1	2.0
7 12 4	1.3	3.3	8 32 3	8.3	8.4	1 41 4	0.0	1.0	9 41 2	3.5	3.5	10 31 1	6.5	6.5	11 24 1	3.4	3.4
7 13 4	1.5	3.0	8 33 3	8.0	7.6	1 42 4	0.0	1.0	9 42 2	3.7	0.0	10 32 1	10.8	10.6	11 25 1	2.3	2.0
7 14 4	2.6	3.3	8 34 3	8.9	8.2	1 43 4	2.3	23.2	9 43 2	5.1	7.0	10 33 1	0.0	0.0	11 26 1	3.4	3.4
7 15 4	18.2	18.2	8 35 3	9.2	9.3	1 44 4	0.0	1.0	9 44 2	0.0	0.0	10 34 1	1.0	1.0	11 27 1	4.9	4.8
7 1 5	7.3	7.4	8 36 3	3.2	0.0	1 45 4	10.4	10.3	9 45 2	0.0	0.0	10 35 1	2.4	0.0	11 28 1	3.3	3.0
7 2 5	14.8	14.2	8 37 3	3.5	3.0	1 46 4	9.3	9.5	9 46 2	6.9	7.4	10 36 1	3.8	5.5	11 29 1	7.7	7.7
7 3 5	10.7	10.7	8 38 3	5.2	5.1	1 47 4	6.0	6.0	9 47 2	5.7	6.0	10 37 1	12.3	12.3	11 30 1	3.4	3.4
7 4 5	14.2	14.4	8 39 3	7.4	7.2	1 48 4	9.2	7.9	9 48 2	5.0	3.1	10 38 1	2.9	0.0	11 31 1	3.0	6.0
7 5 5	6.2	6.4	8 40 3	6.2	6.4	1 49 4	10.3	10.3	9 49 2	3.3	3.3	10 39 1	4.3	4.3	11 32 1	3.3	3.3
7 6 5	5.5	4.7	8 41 3	9.8	13.3	1 50 4	7.8	6.9	9 50 2	3.8	3.7	10 40 1	4.4	4.9	11 33 1	4.0	3.5
7 7 5	8.5	9.7	8 42 3	0.0	0.0	1 51 4	12.7	13.0	9 51 2	0.0	0.0	10 41 1	0.0	0.0	11 34 1	4.5	1.9
7 8 5	4.4	5.0	8 43 3	5.7	7.2	1 52 4	0.0	0.0	9 52 2	2.2	0.0	10 42 1	2.3	4.4	11 35 1	4.6	3.3
7 9 5	0.0	0.0	8 44 3	2.0	0.0	1 53 4	0.0	1.0	9 53 2	0.0	0.0	10 43 1	3.8	0.0	11 36 1	1.9	0.0
7 10 5	0.0	0.0	8 45 3	6.2	7.1	1 54 4	1.0	1.0	9 54 2	2.5	0.0	10 44 1	5.4	5.6	11 37 1	0.0	0.0
7 11 5	4.9	5.5	8 46 3	2.2	2.3	1 55 4	11.7	12.7	9 55 2	4.0	3.3	10 45 1	6.7	5.9	11 38 1	5.7	5.7
7 12 5	3.3	3.3	8 47 3	5.5	6.7	1 56 4	0.0	0.0	9 56 2	0.0	0.0	10 46 1	1.7	0.0	11 39 1	6.4	5.1
7 13 5	2.5	3.0	8 48 3	8.7	8.7	1 57 4	30.5	31.2	9 57 2	8.7	9.0	10 47 1	8.4	0.0	11 40 1	7.4	6.4
7 14 5	0.0	0.0	8 49 3	9.4	12.5	1 58 4	1.1	7.0	9 58 2	5.6	2.9	10 48 1	4.5	5.6	11 41 1	6.4	1.9
7 1 6	3.9	3.0	8 50 3	8.4	8.3	1 59 4	18.7	20.2	9 59 2	6.6	6.6	10 49 1	6.0	6.0	11 42 1	4.4	3.2
7 2 6	0.9	0.9	8 51 3	7.5	7.4	1 60 4	6.8	8.4	9 60 2	7.7	7.7	10 50 1	11.4	11.4	11 43 1	4.3	4.3
7 3 6	3.4	3.0	8 52 3	3.9	3.0	1 61 4	16.6	15.7	9 61 2	3.8	2.7	10 51 1	3.5	3.2	11 44 1	0.0	0.0
7 4 6	3.4	3.3	8 53 3	12.7	12.1	1 62 4	3.3	7.0	9 62 2	7.0	0.0	10 52 1	1.5	0.0	11 45 1	3.2	0.0
7 5 6	4.7	4.6	8 54 3	9.7	12.5	1 63 4	11.7	12.7	9 63 2	1.7	1.6	10 53 1	9.9	10.6	11 46 1	3.2	3.2
7 6 6	5.5	5.7	8 55 3	4.2	3.7	1 64 4	4.1	4.3	9 64 2	1.3	0.0	10 54 1	2.6	4.1	11 47 1	3.2	2.0
7 7 6	6.3	6.2	8 56 3	5.8	8.3	1 65 4	1.0	1.0	9 65 2	4.6	0.0	10 55 1	8.4	0.0	11 48 1	5.5	1.9
7 8 6	0.0	0.0	8 57 3	8.4	7.6	1 66 4	4.4	1.4	9 66 2	4.7	3.0	10 56 1	2.2	0.0	11 49 1	5.5	2.4
7 9 6	0.7	0.3	8 58 3	2.7	2.0	1 67 4	3.2	4.3	9 67 2	9.9	9.9	10 57 1	5.0	0.0	11 50 1	6.5	3.7
7 10 6	8.2	8.8	8 59 3	8.5	8.2	1 68 4	6.9	6.9	9 68 2	11.4	12.1	10 58 1	8.5	0.0	11 51 1	7.5	3.0
7 11 6	5.6	3.7	8 60 3	8.4	8.6	1 69 4	6.0	5.0	9 69 2	6.4	8.3	10 59 1	5.5	2.8	11 52 1	6.6	3.0
7 12 6	3.7	3.3	8 61 3	3.0	3.0	1 70 4	6.0	7.0	9 70 2	14.9	15.2	10 60 1	6.5	1.1	11 53 1	6.6	3.0
7 13 6	3.7	3.3	8 62 3	3.0	3.0	1 71 4	6.0	6.0	9 71 2	6.4	6.1	10 61 1	6.4	3.0	11 54 1	3.2	3.0
7 14 6	2.0	0.0	8 63 3	7.3	7.1	1 72 4	15.9	16.0	9 72 2	2.4	0.0	10 62 1	2.6	0.0	11 55 1	1.3	0.0
7 1 7	0.8	0.8	8 64 3	6.7	6.9	1 73 4	17.9	17.3	9 73 2	7.8	0.0	10 63 1	4.4	4.1	11 56 1	1.1	0.0
7 2 7	2.0	0.0	8 65 3	7.4	7.8	1 74 4	7.0	12.1	9 74 2	16.2	17.0	10 64 1	16.2	17.0	11 57 1	3.2	3.5
7 3 7	4.4	2.1	8 66 3	4.4	18.2	1 75 4	3.2	13.9	9 75 2	8.8	8.3	10 65 1	8.8	8.3	11 58 1	1.4	2.0
7 4 7	3.8	2.1	8 67 3	6.4	6.9	1 76 4	3.2	11.1	9 76 2	6.8	8.2	10 66 1	6.8	6.0	11 59 1	0.0	0.0
7 5 7	3.0	3.0	8 68 3	6.4	6.7	1 77 4	5.2	9.3	9 77 2	11.0	11.1	10 67 1	0.0	0.0	11 60 1	6.5	3.0
7 6 7	7.3	3.3	8 69 3	6.6	6.7	1 78 4	2.2	9.3	9 78 2	13.8	16.5	11 2 0	1.5	0.0	12 7 0	3.3	3.0
7 7 7	8.5	8.5	8 70 3	7.7	8.4	1 79 4	8.4	8.4	9 79 2	2.7	2.0	10 68 1	11.3	12.0	11 8 0	2.1	2.0
7 8 7	1.8	1.4	8 71 3	6.3	5.7	1 80 4	0.0	0.0	9 80 2	0.0	0.0	11 3 0	2.3	0.0	11 9 0	3.3	3.0
8 0 1	5.0	5.5	8 72 3	4.8	5.7	1 81 4	2.0	0.0	9 81 2	2.0	0.0						

Tableau 4. Facteurs de structure, oestrone II

F OBS				F CALC				F OBS				F CALC				F OBS				F CALC											
H	K	L		H	K	L		H	K	L		H	K	L		H	K	L		H	K	L		H	K	L		H	K	L	
2	0	0	39.41	42.77	0	13	0	2.35	1.91	0	7	1	3.35	3.00	6	0	2	7.24	7.22	6	13	2	7.27	7.41	0	8	3	22.47	22.07		
4	0	0	23.71	23.33	0	13	0	1.76	1.08	1	7	1	1.48	1.14	7	0	2	4.53	4.02	7	13	2	5.49	5.25	1	8	3	30.04	22.07		
6	0	0	24.03	24.03	0	13	0	2.28	2.34	2	7	1	2.75	12.51	8	1	2	8.27	8.27	8	13	2	7.16	7.76	1	8	3	31.76	22.78		
8	0	0	0.0	3.39	1	14	0	10.55	10.73	3	7	1	30.20	30.93	9	0	2	0.82	0.29	9	13	2	1.41	3.70	4	8	3	12.70	12.21		
10	0	0	5.79	5.80	4	14	0	9.76	9.76	4	7	1	10.48	10.48	10	0	2	0.0	0.49	10	13	2	0.49	1.77	5	8	3	31.09	22.73		
12	0	0	2.76	2.57	3	14	0	16.20	16.10	3	7	1	11.75	11.89	11	0	2	1.74	1.81	11	13	2	1.81	2.76	6	8	3	8.92	7.72		
1	1	0	0.0	1.89	4	14	0	3.85	4.07	6	7	1	7.23	7.48	0	1	2	15.95	15.78	2	14	2	2.98	2.88	7	8	3	4.77	5.27		
3	1	0	1.80	1.80	6	14	0	6.49	6.49	6	7	1	6.49	6.49	3	1	2	11.74	11.74	3	14	2	7.47	7.47	8	8	3	29.44	22.47		
5	1	0	14.46	13.81	8	14	0	6.77	6.17	8	7	1	10.28	10.26	2	1	2	34.13	35.82	4	14	2	2.98	2.88	7	8	3	7.67	7.31		
7	1	0	14.59	13.18	10	14	0	6.77	6.17	10	7	1	10.28	10.26	3	1	2	15.23	15.24	3	14	2	2.98	2.88	7	8	3	7.67	7.31		
9	1	0	2.01	1.81	12	14	0	3.77	3.89	12	7	1	10.28	10.26	4	1	2	15.12	15.03	4	14	2	2.97	2.88	7	8	3	7.67	7.31		
11	1	0	1.69	1.69	14	14	0	3.26	3.01	10	7	1	2.88	2.88	5	1	2	15.30	14.99	7	14	2	2.97	3.02	1	9	3	3.03	3.03		
13	1	0	3.63	3.39	16	14	0	1.24	1.71	11	7	1	3.52	3.65	3	1	2	15.30	14.99	7	14	2	2.97	3.02	1	9	3	3.03	28.45		
15	1	0	2.74	2.74	18	14	0	3.77	3.89	18	7	1	3.88	3.88	6	1	2	11.51	11.51	6	14	2	2.97	3.02	1	9	3	17.13	11.26		
17	1	0	10.26	10.35	2	15	0	0.40	0.87	1	8	1	35.78	36.78	7	1	2	0.00	0.14	9	14	2	5.12	5.00	3	9	3	5.23	5.23		
19	1	0	7.06	7.06	4	15	0	1.89	1.89	2	8	1	5.40	5.40	8	1	2	7.96	7.71	8	14	2	6.48	6.48	4	9	3	17.13	11.26		
21	1	0	6.35	6.67	6	15	0	5.92	5.78	4	8	1	31.83	31.30	10	1	2	7.07	7.31	2	15	2	10.81	11.27	6	9	3	5.90	6.20		
23	1	0	2.45	1.88	8	15	0	2.31	2.36	5	8	1	11.77	11.68	11	1	2	6.76	6.07	3	15	2	8.89	9.00	7	3	3	2.26	2.26		
25	1	0	14.59	14.33	10	15	0	4.29	4.14	6	8	1	6.72	6.36	10	2	2	28.70	29.29	4	15	2	10.27	10.69	8	9	3	10.67	10.67		
27	1	0	14.87	14.87	12	15	0	7.46	7.46	8	8	1	10.84	10.84	12	2	2	25.74	25.63	6	15	2	12.74	12.74	10	3	3	2.35	2.62		
29	1	0	5.25	5.12	14	15	0	4.06	4.09	8	8	1	9.55	9.92	12	2	2	20.20	20.20	6	15	2	6.10	6.36	10	9	3	1.76	1.98		
31	1	0	15.71	15.38	16	15	0	6.0	6.19	9	8	1	6.16	6.36	3	2	2	7.92	8.28	7	15	2	5.25	5.59	0	10	3	14.37	14.83		
33	1	0	11.22	11.22	18	15	0	6.19	6.52	10	8	1	1.38	0.86	4	2	2	21.04	21.76	4	15	2	6.12	6.78	10	3	3	12.46	12.27		
35	1	0	14.17	13.39	2	16	0	3.61	5.57	11	8	1	0.72	3.96	5	2	2	20.74	21.30	0	16	2	6.12	5.86	2	10	3	5.84	6.52		
37	1	0	0.81	0.05	4	16	0	1.65	1.65	12	8	1	1.65	1.65	6	2	2	11.17	11.79	6	16	2	6.90	7.28	4	10	3	10.98	11.70		
39	1	0	2.39	2.62	6	16	0	3.02	2.91	1	9	1	13.97	13.79	6	2	2	11.17	11.79	2	16	2	6.90	7.28	4	10	3	5.84	6.52		
41	1	0	2.64	2.78	8	16	0	1.60	1.60	2	9	1	3.03	4.72	8	2	2	1.19	1.06	3	16	2	7.96	7.66	5	10	3	9.50	9.92		
43	1	0	1.08	1.08	10	16	0	0.0	0.0	4	9	1	13.32	12.38	10	2	2	1.57	1.77	5	16	2	2.58	1.88	6	10	3	17.99	13.25		
45	1	0	26.59	27.91	12	17	0	7.46	7.30	6	9	1	14.45	14.84	14	0	2	16.37	15.33	7	16	2	0.73	1.11	9	10	3	1.80	1.81		
47	1	0	36.00	36.74	14	17	0	6.22	6.88	7	9	1	11.91	11.22	16	3	2	27.76	26.86	6	16	2	7.93	7.96	10	10	3	3.47	3.46		
49	1	0	48.00	48.00	16	17	0	6.22	6.88	8	9	1	5.78	5.76	18	3	2	9.14	9.14	8	17	2	11.84	11.84	12	11	3	6.20	6.20		
51	1	0	9.69	9.96	18	17	0	2.40	2.36	9	9	1	2.30	1.95	3	3	2	17.46	17.67	1	17	2	11.32	11.90	11	11	3	14.30	14.12		
53	1	0	9.80	9.80	20	17	0	1.00	1.29	10	9	1	1.56	1.74	5	4	2	10.56	10.37	3	17	2	4.72	4.70	3	11	3	12.76	12.76		
55	1	0	2.32	2.27	22	17	0	1.00	1.29	11	9	1	1.56	1.74	5	4	2	10.56	10.37	3	17	2	4.72	4.70	3	11	3	12.76	12.76		
57	1	0	4.56	4.56	24	17	0	1.06	1.06	10	10	1	13.29	13.26	6	5	2	9.71	9.20	4	17	2	6.39	6.26	4	11	3	0.08	0.11		
59	1	0	5.44	5.78	26	17	0	0.60	0.55	12	10	1	16.49	14.81	8	3	2	6.22	6.26	6	17	2	3.31	2.97	6	11	3	2.69	2.64		
61	1	0	1.76	1.35	28	17	0	6.58	6.70	14	10	1	0.17	0.33	10	3	2	4.17	4.32	0	18	2	10.24	10.19	8	11	3	2.02	2.02		
63	1	0	29.33	31.54	30	17	0	6.30	6.01	5	10	1	0.17	0.33	10	3	2	4.17	4.32	0	18	2	10.24	10.19	8	11	3	2.02	2.02		
65	1	0	55.21	62.05	32	18	0	2.67	2.65	7	10	1	0.37	0.49	4	4	2	11.78	11.47	3	18	2	4.77	4.80	1	12	3	0.56	0.61		
67	1	0	6.18	6.18	34	18	0	3.11	3.11	8	10	1	11.18	11.02	0	1	2	11.02	11.02	0	18	2	4.77	4.80	1	12	3	0.56	0.61		
69	1	0	30.18	30.23	36	18	0	0.3	0.2	7	10	1	0.54	0.47	3	4	2	10.24	10.24	3	18	2	2.78	2.82	3	12	3	10.51	10.73		
71	1	0	31.17	31.17	38	18	0	3.11	3.11	10	10	1	2.66	2.62	4	4	2	48.49	49.51	6	18	2	3.69	3.64	4	12	3	3.74	3.65		
73	1	0	1.49	1.34	40	19	0	7.09	7.09	11	11	1	3.19	3.19	6	4	2	4.76	4.36	1	19	2	4.57	4.89	6	12	3	2.51	2.86		
75	1	0	12.85	12.55	42	19	0	6.47	6.47	12	11	1	1.86	1.77	12	2	2	17.27	17.27	4	19	2	5.40	5.40	6	12	3	3.99	4.27		
77	1	0	17.44	17.33	44	19	0	2.82	3.02	13	11	1	13.93	14.18	8	4	2	9.69	9.52	3	19	2	6.69	6.85	8	12	3	5.99	6.27		
79	1	0	6.58	6.58	46	19	0	1.15	1.05	14	11	1	9.05	9.01	9	4	2	3.78	3.78	4	19	2	6.98	6.99	9	12	3	1.66	1.67		
81	1	0	5.15	5.33	48	19	0	0.0	0.0	15	11	1	25.02	24.21	10	5	2	2.89	2.89	1	19	2	6.98	6.99	9	12	3	1.66	1.67		
83	1	0	4.02	4.01	50	19	0	2.23	2.23	16	11	1	12.93	13.13	11	4	2	6.23	6.10	0	20	2	1.58	1.90	1	13	3	5.28	2.97		
85	1	0	12.93	12.93	52	19	0	1.41	1.41	17	11	1	10.55	10.63	12	5	2	17.00	17.00	0	20	2	3.71	3.71	7	13	3	8.28	7.97		
87	1	0	6.47	6.47	54	19	0	0.89	0.89	18	11	1	5.02	5.09	13	5	2	31.76	30.82	2	20	2	5.65	5.55	3	13	3	7.42	7.44		
89	1	0	3.01	2.89	56	19	0	1.42	1.42	19	11	1	2.91	3.21	3	5	2	26.10	26.55	3	20	2	2.01	2.09	4	13	3	6.91	7.47		
91	1	0	5.08	5.08	58	19	0	0.86	0.86	20	11	1	1.51	1.51	4	5	2	16.10	16.10	0	21	2	3.62	3.62	5	13	3				

Tableau 4 (suite)

M	K	L	F OBS	F CALC	M	K	L	F OBS	F CALC	M	K	L	F OBS	F CALC	M	K	L	F OBS	F CALC	M	K	L	F OBS	F CALC
1	3	4	12,47	12,77	1	19	4	2,05	2,16	5	14	5	5,32	5,07	0	14	6	1,93	1,90	5	2	8	9,50	9,20
2	3	4	12,38	11,90	2	10	4	1,62	2,87	6	14	5	2,48	2,90	1	14	6	1,24	1,87	6	2	8	1,75	1,24
3	4	4	13,76	13,00	3	19	3	3,19	3,19	7	14	5	3,33	3,35	2	15	6	2,13	2,16	7	0	3	8,76	8,93
4	4	4	7,02	7,50	4	19	4	3,05	3,44	8	10	5	3,75	3,41	3	14	6	2,77	1,83	1	3	8	3,16	3,26
5	3	4	4,03	3,92	5	20	4	2,52	2,43	9	15	5	4,78	4,24	4	14	6	3,93	3,67	2	3	8	2,70	3,47
6	3	4	17,02	17,33	6	20	4	1,80	1,80	10	15	5	3,78	3,03	5	14	6	1,03	1,71	3	3	8	4,57	4,14
7	3	4	11,50	11,38	7	20	4	0,7	0,59	11	15	5	3,48	3,03	6	15	6	1,56	1,34	4	3	8	5,56	5,36
8	3	4	9,33	9,31	8	20	4	0,38	0,38	12	15	5	4,25	3,75	7	15	6	2,73	2,69	5	3	8	6,23	6,09
9	3	4	5,31	5,09	9	2	0	10,37	10,33	13	15	5	1,15	1,15	8	15	6	4,39	4,43	6	3	8	7,50	7,43
10	3	4	7,32	7,23	10	3	0	9,09	10,03	14	15	5	4,87	5,24	9	15	6	1,72	1,72	7	4	8	4,13	4,37
11	3	4	11,75	11,76	11	4	0	6,92	7,26	15	18	6	1,69	1,69	10	15	6	2,15	2,31	8	4	8	0,7	0,59
12	4	4	17,55	16,05	12	5	0	16,73	19,00	16	15	5	1,94	1,22	10	16	6	5,42	4,96	9	4	8	2,0	1,59
13	4	4	13,94	13,18	13	6	0	5,42	5,77	17	16	5	2,02	2,19	11	16	6	1,27	1,47	10	4	8	1,18	1,33
14	4	4	6,92	6,21	14	6	0	14,02	11,33	18	18	5	1,92	1,92	12	16	6	2,39	2,36	11	4	8	4,84	4,84
15	4	4	17,27	16,89	15	8	0	5,03	4,05	19	18	5	0,2	0,2	13	16	6	5,07	4,77	12	4	8	3,99	3,89
16	4	4	6,38	6,65	16	8	0	9,92	7,69	20	18	5	2,99	3,23	14	16	6	1,30	1,30	13	4	8	7,85	7,77
17	4	4	14,43	14,72	17	10	0	1,41	2,15	21	17	5	5,67	5,57	15	17	6	4,33	3,98	14	5	8	4,02	1,74
18	4	4	6,90	6,62	18	10	1	23,09	23,33	22	17	5	2,58	2,36	16	17	6	2,90	2,90	15	5	8	1,01	1,56
19	4	4	8,10	8,07	19	1	0	12,74	12,68	23	17	5	1,12	1,12	17	17	6	11,41	11,86	16	5	8	4,59	4,64
20	4	4	5,43	5,42	20	1	5	3,04	2,04	24	17	5	3,24	3,6	18	17	6	8,90	4,30	17	5	8	1,82	1,75
21	4	4	2,75	2,75	21	1	5	9,92	10,25	25	17	5	1,27	0,93	19	17	6	7,42	7,44	18	4	8	4,40	4,43
22	4	4	8,57	7,90	22	1	5	11,83	11,85	26	18	5	1,50	1,57	20	17	6	2,0	2,36	19	5	8	0,92	1,67
23	4	4	2,38	2,31	23	1	5	20,84	20,56	27	18	5	2,48	2,27	21	17	6	0,41	0,99	20	5	8	0,93	1,01
24	5	4	9,46	9,09	24	6	1	19,24	19,30	28	18	5	2,57	2,34	22	17	6	2,35	2,39	21	6	8	5,28	5,45
25	5	4	8,78	9,26	25	7	1	8,42	8,43	29	18	5	4,49	4,52	23	17	6	0,09	1,06	22	6	8	1,27	1,72
26	5	4	6,70	6,42	26	8	1	5,20	4,97	30	19	5	1,65	2,29	24	18	6	3,70	3,77	23	6	8	2,98	2,72
27	5	4	6,38	6,38	27	8	1	5,76	6,15	31	19	5	1,65	1,65	25	18	6	1,01	1,01	24	6	8	1,16	1,56
28	5	4	3,62	3,58	28	10	2	8,27	7,48	32	19	5	0,0	0,0	26	18	6	3,70	3,44	25	6	8	2,22	1,89
29	5	4	6,87	6,87	29	10	2	9,87	9,85	33	19	5	3,11	3,16	27	17	6	2,74	2,74	26	6	8	2,96	2,34
30	5	4	3,81	3,71	30	2	5	13,47	12,59	34	20	6	2,34	2,54	28	17	6	6,84	6,05	27	7	8	1,39	1,53
31	6	4	0,0	0,77	31	2	5	12,36	12,01	35	20	6	6,34	6,61	29	17	6	5,16	5,41	28	7	8	0,0	0,0
32	6	4	48,97	48,97	32	6	2	18,91	19,89	36	20	6	8,48	8,08	30	17	6	2,0	2,36	29	7	8	3,06	3,07
33	6	4	9,46	9,46	33	6	2	3,83	3,94	37	20	6	9,66	9,63	31	17	6	6,14	6,02	30	7	8	2,77	2,66
34	6	4	11,71	11,65	34	6	2	7,58	7,69	38	20	6	7,58	7,69	32	17	6	2,07	2,16	31	7	8	0,81	1,40
35	6	4	3,57	2,96	35	2	5	5,99	5,73	39	20	6	3,66	3,38	33	17	6	3,0	2,40	32	7	8	0,86	1,06
36	6	4	3,15	3,15	36	2	5	3,0	0,73	40	20	6	0,0	1,25	1	2	7	12,18	12,30	33	7	8	2,09	1,86
37	6	4	0,85	0,73	37	3	5	2,28	3,42	41	20	6	3,05	3,30	34	17	6	4,72	4,76	34	8	8	1,23	1,17
38	6	4	6,39	4,96	38	3	5	5,40	5,24	42	21	6	10,33	10,35	35	17	6	4,29	4,17	35	8	8	2,01	1,64
39	6	4	6,87	6,87	39	3	5	12,94	11,68	43	21	6	14,18	13,76	36	17	6	9,05	8,66	36	8	8	0,0	0,0
40	6	4	4,76	4,60	40	3	5	18,42	17,89	44	21	6	10,60	10,29	37	17	6	8,93	8,98	37	9	8	3,11	2,97
41	6	4	20,08	20,08	41	3	5	14,57	15,06	45	21	6	14,57	15,06	38	17	6	2,48	2,48	38	9	8	1,23	1,17
42	6	4	5,19	5,19	42	3	5	3,26	3,23	46	21	6	2,26	1,82	39	17	6	4,17	4,17	39	9	8	3,17	3,13
43	6	4	5,81	6,20	43	3	5	4,57	4,53	47	21	6	2,31	2,00	40	17	6	16,09	16,25	40	9	8	2,25	1,43
44	6	4	2,62	2,33	44	3	5	3,41	3,41	48	21	6	3,42	2,96	41	17	6	2,35	2,35	41	9	8	0,0	1,01
45	6	4	8,05	8,34	45	3	5	6,43	6,38	49	21	6	3,42	2,96	42	17	6	8,50	8,05	42	10	8	3,01	3,37
46	6	4	4,96	4,81	46	3	5	2,95	3,00	50	21	6	7,40	7,63	43	17	6	6,61	6,56	43	10	8	3,33	3,70
47	6	4	13,03	13,03	47	3	5	1,76	1,07	51	21	6	1,07	1,44	44	17	6	11,14	11,14	44	11	8	5,54	3,78
48	6	4	5,08	5,08	48	4	5	8,84	8,97	52	21	6	4,17	3,90	45	17	6	6,94	6,91	45	11	8	1,44	1,57
49	6	4	10,11	10,79	49	4	5	12,16	11,76	53	21	6	7,03	6,56	46	17	6	2,31	2,31	46	11	8	2,19	1,57
50	6	4	3,91	3,91	50	4	5	12,74	12,74	54	21	6	14,78	14,78	47	17	6	12,07	12,07	47	12	8	1,23	1,17
51	6	4	5,41	5,37	51	4	5	10,41	10,44	55	22	6	7,55	7,55	48	17	6	2,70	2,45	48	12	8	0,41	0,41
52	6	4	19,18	18,58	52	4	5	9,90	9,51	56	22	6	7,55	7,55	49	17	6	5,87	6,14	49	13	8	4,40	4,87
53	6	4	7,75	7,65	53	4	5	12,03	11,54	57	22	6	1,18	1,34	50	17	6	4,40	4,40	50	13	8	1,07	1,07
54	6	4	11,52	11,52	54	4	5	3,27	3,81	58	22	6	1,18	1,34	51	17	6	2,39	2,03	51	13	8	2,06	1,86
55	6	4	2,77	2,86	55	4	5	1,89	1,47	59	22	6	11,18	11,24	52	17	6	2,04	2,04	52	14	8	0,0	0,0
56	6	4	8,51	8,51	56	4	5	2,51	2,48	60	22	6	2,51	2,48	53	17	6	7,82	7,82	53	14	8	5,46	5,46
57	6	4	3,92	4,22	57	4	5	5,01	4,86	61	22	6	15,33	15,19	54	17	6	5,77	5,75	54	15	8	3,60	3,71
58	6	4	4,39	5,09	58	4	5	4,93	4,10	62	22	6	1,83	1,98	55	17	6	6,90	6,99	55	15	8	2,11	2,32
59	6	4	2,75	2,75	59	4	5	12,21	12,14	63	22	6	1,83	1,98	56	17	6	9,09	9,09	56	15	8	3,11	3,32
60	6	4	2,25	2,35	60	4	5	9,51	9,13	64	22	6	3,31	3,02	57	17	6	6,90	6,99	57	15	8	2,11	2,32
61	6	4	3,61	3,60	61	4	5	10,76	10,32	65	22	6	2,39	2,30	58	17	6	3,11	3,11	58	15	8	3,11	3,32
62	6	4	11,85	11,85	62	4	5	9,07	8,53	66	22	6	1,73	1,73	59	17	6	3,55	3,65	59	15	8	0,0	0,0
63	6	4	7,78	8,23	63	4	5	3,34	3,06	67	22	6												

Tableau 5 (suite)

Table with multiple columns containing numerical data, likely representing a statistical or mathematical dataset. The table is organized in a grid-like structure with rows and columns of numbers.

L'angle C(5)–C(6)–C(7) est toujours plus petit que la valeur calculée (114,2°) à l'exception de la molécule d'oestrone III_A. Dans ce dernier cas, c'est la distance C(6)–C(7) qui, en se raccourcissant notablement (1,486 Å), favorise l'écartement des atomes C(1) et C(11). Ce phénomène a déjà été observé pour un autre oestrogène: l'oestriol (Cooper, Norton & Hauptmann, 1969).

Nous n'avons pas d'explication aussi nette en ce qui concerne le raccourcissement de la liaison C(12)–C(13)

de la même molécule III_A et C(13)–C(14) de la molécule III_B.

Angles dièdres

Les cycles aromatiques *A* ne sont pas rigoureusement plans et ont tendance à se déformer vers l'une des trois formes classiques: chaise (oestrone III_A), bateau (oestrone III_B et II) et twist (oestrone I). Il s'ensuit que l'atome d'oxygène O(83) est toujours situé hors

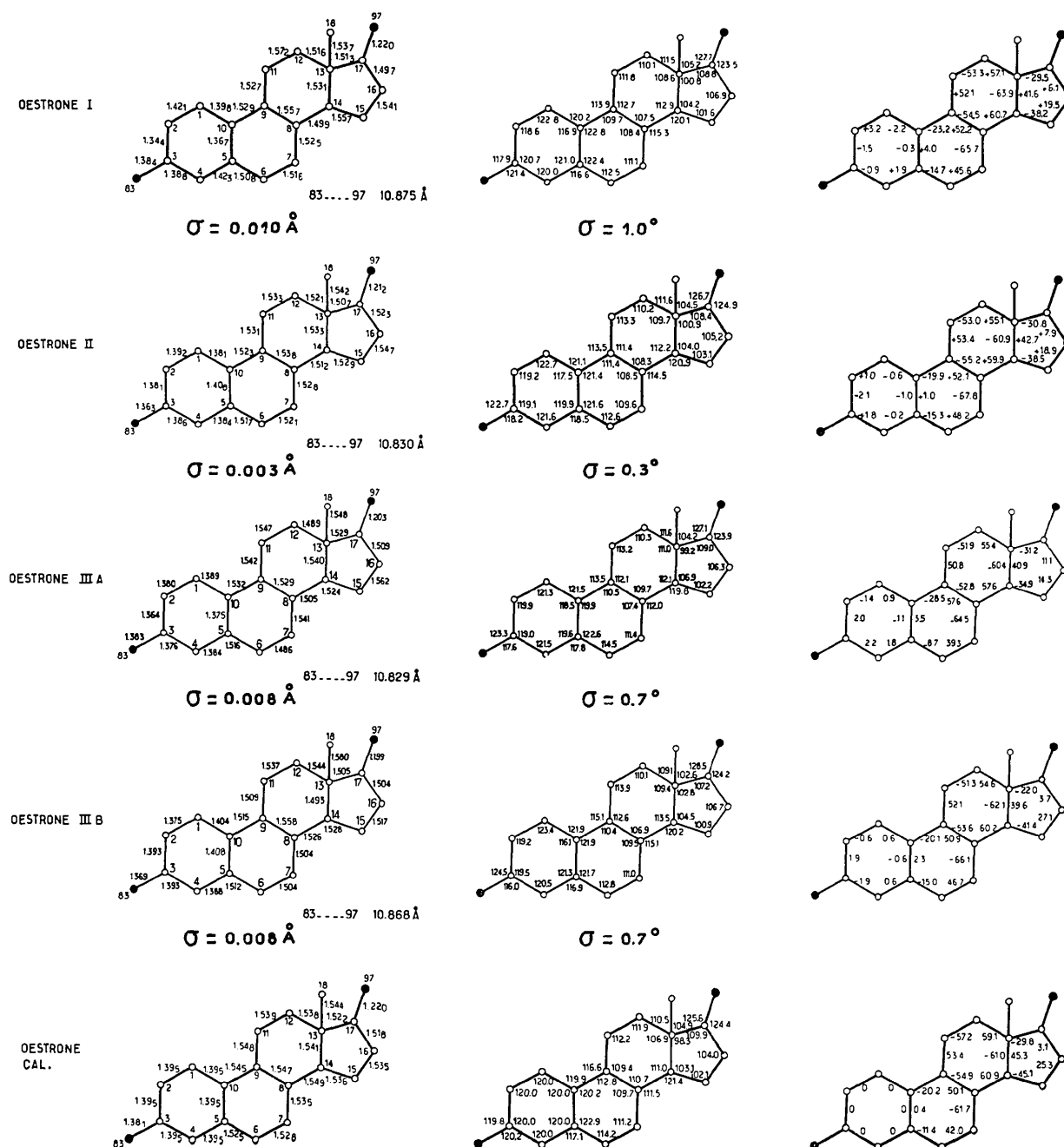


Fig. 2. Conformations de l'oestrone.

Tableau 6. Longueurs des distances carbone-hydrogène

	Oestrone I*	Oestrone II*	Oestrone III*	
			Molécule A	Molécule B
C(1)—H(21)	0,95	0,94	1,03	1,07
C(2)—H(22)	1,06	1,07	1,03	0,95
C(4)—H(24)	0,94	1,01	1,01	1,08
C(6)—H(26)	1,06	0,96	1,08	1,06
C(6)—H(46)	1,02	1,10	1,04	1,15
C(7)—H(27)	0,95	1,00	1,02	1,07
C(7)—H(47)	0,97	0,95	1,06	0,96
C(8)—H(28)	1,05	1,07	1,30	1,11
C(9)—H(29)	1,09	1,03	0,94	1,12
C(11)—H(31)	1,03	0,89	1,06	0,97
C(11)—H(41)	0,96	1,02	1,10	1,10
C(12)—H(32)	1,12	1,06	1,00	1,13
C(12)—H(42)	1,04	1,02	0,96	1,07
C(14)—H(34)	1,01	0,98	1,11	1,08
C(15)—H(35)	1,02	0,99	1,08	1,05
C(15)—H(55)	1,10	1,01	1,06	1,02
C(16)—H(36)	0,98	0,99	1,08	1,05
C(16)—H(56)	0,94	0,96	0,97	0,98
C(18)—H(38)	1,22	1,02	1,02	1,07
C(18)—H(48)	0,93	0,96	1,09	0,98
C(18)—H(58)	0,90	1,03	0,98	1,02

* Les écarts-types sont respectivement de: 0,06 à 0,08; 0,03 à 0,04 Å et 0,07 à 0,10 Å.

du plan moyen des 6 atomes d'une quantité comprise entre 0,03 et 0,04 Å.

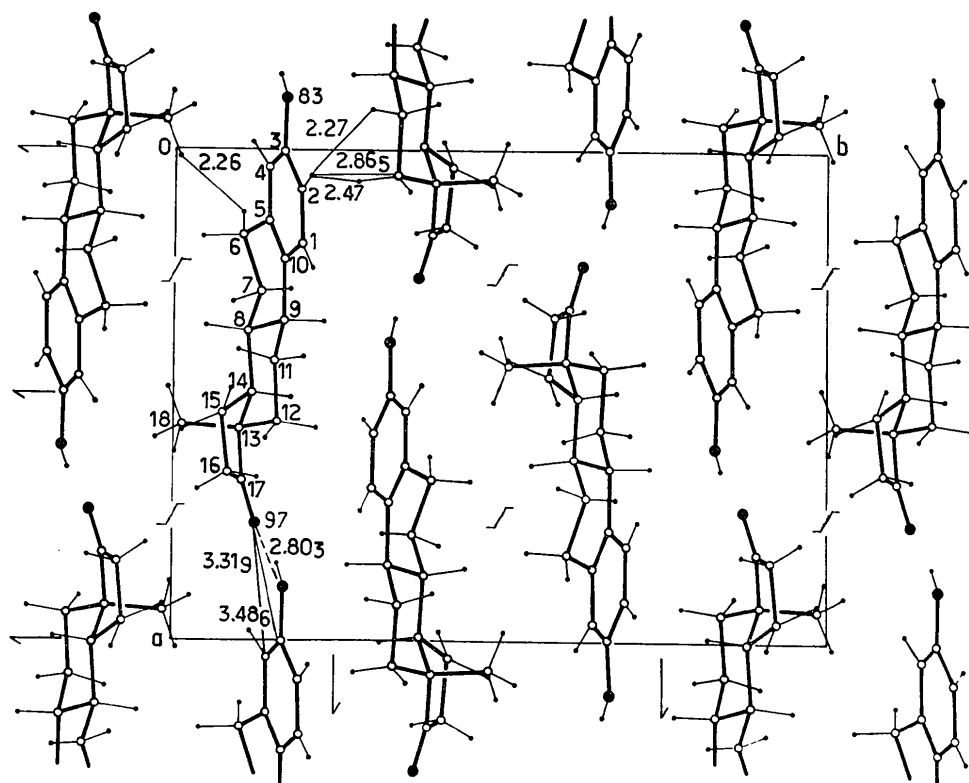
Tableau 7. Distances intramoléculaires

	Oestrone I	Oestrone I	Oestrone III	
	I	I	Molécule A	Molécule B
C(1) ... C(11)	2,95 Å	2,96 Å	2,95 Å	2,99 Å
H(21) ... H(31)	2,92	2,86	2,86	2,55
H(21) ... H(41)	2,27	2,12	2,09	2,05

Le cycle *B* de l'oestrone est hexénique et par conséquent moins rigide qu'un cycle hexanique (Bucourt & Hainaut, 1967). Les deux conformations théoriquement stables pour un cyclohexène substitué sont les formes sofa (1-2 diplanaire) et monoplaire. Le cycle *B* de la molécule calculée théoriquement a une conformation intermédiaire. Les quatre conformations observées sont situées elles aussi entre ces mêmes limites

Tableau 8. Angles dièdres du cycle *B* de l'oestrone

	10/5	5/6	6/7	9/10
'Sofa' théorique	0°	0°	29°	-28°
Oestrone III _A	3,5	-8,7	39,3	-28,5
Oestrone calculée	0,4	-11,4	42,0	-20,2
Oestrone I	4,0	-14,7	45,6	-23,2
Oestrone III _B	2,3	-15,0	46,7	-20,1
Oestrone II	1,0	-15,3	48,2	-19,9
Monoplaire théorique	0	-14	44	-17

Fig. 3. Projection de la structure de l'oestrone I suivant l'axe *Oz*.

et l'une (molécule III_A) est proche du sofa et les trois autres du monoplanaire (Tableau 8).

Le cycle *C* hexanique est relativement rigide et présente la forme chaise pour les cinq molécules.

Par contre, le cycle *D* est très flexible et pour classer ses différentes conformations il est commode d'utiliser la description de Altona (Altona, Geise & Romers 1968). Le Tableau 9 montre que la molécule III_B et la molécule calculée sont très proches de la forme 'enveloppe' α et que les autres molécules sont situées entre les valeurs théoriques d'un cycle pentagonal substitué. La molécule III_A est la plus proche de la forme demi-chaise.

Tableau 9. Description des cycles *D*

	φ_m	Δ
Forme enveloppe α	46,7°	-36°
Oestrone III _B	42,0	-38,6
Oestrone calculée	46,0	-30,0
Oestrone I	42,2	-20,2
Oestrone II	43,1	-16,2
Oestrone III _A	41	-7,4
Forme demi chaise		0

Arrangement cristallin

Pour les trois structures de l'oestrone nous avons deux types d'arrangements cristallins:

Dans la structure de l'oestrone I et III les molécules sont disposées en feuillets parallèles respectivement aux plans (010) et (100) (Figs. 3 et 4). Ces feuillets sont constitués d'un empilement de chaînes moléculaires linéaires dont la cohésion est assurée par des liaisons hydrogène fortes. Dans l'oestrone I, les différentes molécules d'une chaîne sont liées les unes aux autres par translation (+*a*, +*c*); par contre, dans l'oestrone III elles se correspondent par l'axe hélicoïdal. Il existe alors deux feuillets de nature différente, l'un constitué de molécules de conformation *A* et l'autre de molécules de conformation *B*. La cohésion entre feuillets est réalisée par des interactions de van der Waals relativement fortes dans le cas de l'oestrone III [$C(18)_B \cdots C(3)_A$, 3,35 Å] mais très faibles pour l'oestrone I (contacts $H \cdots H$ à 2,26 et 2,27 Å).

Dans la structure de l'oestrone II (Fig. 5) les molécules adoptent une disposition en chevrons et l'arrangement moléculaire peut être décrit de la façon suivante.

- Dans la direction *Oz* les molécules s'organisent en hélices qui s'enroulent autour des axes hélicoïdaux parallèles à *Oz*. La cohésion de ces hélices est assurée par des interactions de van der Waals faisant intervenir le méthyle C(18) d'une molécule et les atomes des cycles *A* et *B* d'une autre (Fig. 5, bloc *b*).

- Dans la direction *Oy* les molécules se correspondent par un axe hélicoïdal parallèle à *Oy* et sont reliées par des ponts hydrogène qui assurent la cohésion des différents 'blocs hélicoïdaux' définis précédemment.

Les compacités de ces trois structures sont inversement proportionnelles aux volumes de la maille puisque

le nombre d'atomes est le même dans les trois cas (Tableau 1). Par ordre de compacité croissante nous avons donc: II > III > I. Ces compacités paraissent directement en rapport avec l'intensité des forces de dispersion du méthyle C(18), plus efficaces dans l'oestrone II (blocs '*b*') que dans l'oestrone III et dans l'oestrone III que dans l'oestrone I. En contre partie les liaisons hydrogène qui assurent l'enchaînement des molécules paraissent plus fortes dans III (2,78 Å) que dans I (2,80 Å) et dans II (2,83 Å).

L'inversion de l'ordre des compacités (II > III > I) par rapport à l'ordre des forces apparentes des liaisons hydrogène (III > I > II) peut provenir de la présence de deux molécules différentes (III_A et III_B) dans l'unité asymétrique de la structure III. Ces deux molécules III_A et III_B présentent du fait de leurs déformations des contacts étroits entre les atomes $C(18)_A$ $C(4)_B$: 3,38 Å et les atomes $C(18)_B$ et $C(3)_A$: 3,36 Å. Les atomes d'hydrogène des méthyles de chacune des molécules viennent s'imbriquer sur le cycle *A* ou *B* de la

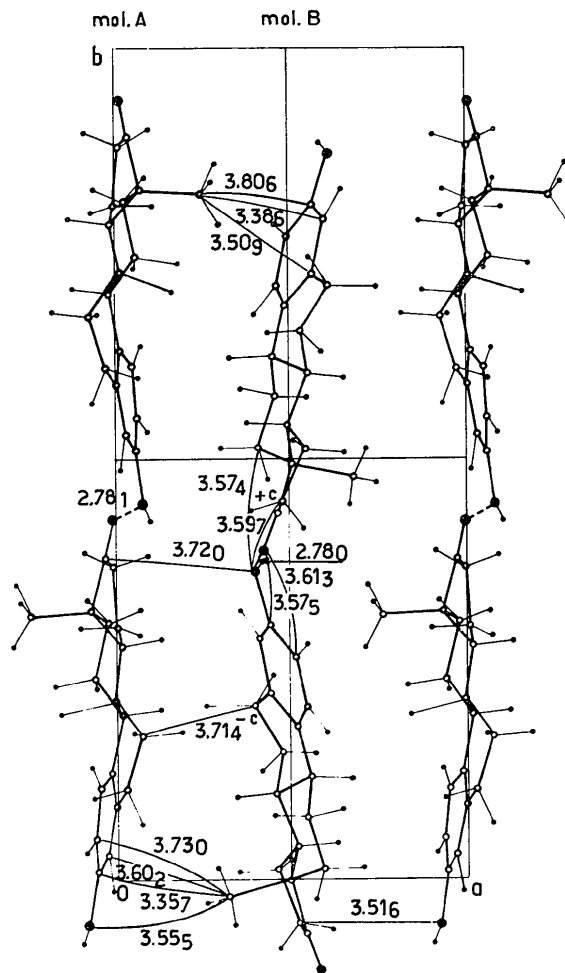


Fig. 4. Projection de la structure de l'oestrone III suivant l'axe *Oz*.

molécule qui lui fait face de telle sorte que les molécules III_A et III_B soient maintenues en position parallèle l'une par rapport à l'autre (Fig. 6).

La diversité des conformations rencontrées pour les cycles B et D des molécules met en évidence la grande souplesse de cette partie de la molécule. Il est impossible d'attribuer ces déformations à une seule cause: effet du champ cristallin, transmission conformationnelle

(inappréciable dans la plupart des cas) *etc...* Elles doivent être la conséquence d'un ensemble de phénomènes difficile à analyser et par conséquent encore plus difficile à prévoir quelle que soit la méthode de calcul théorique employée.

Nous tenons à remercier M Bucourt de la Société Roussel Uclaf qui nous a fourni l'oestrone et qui nous

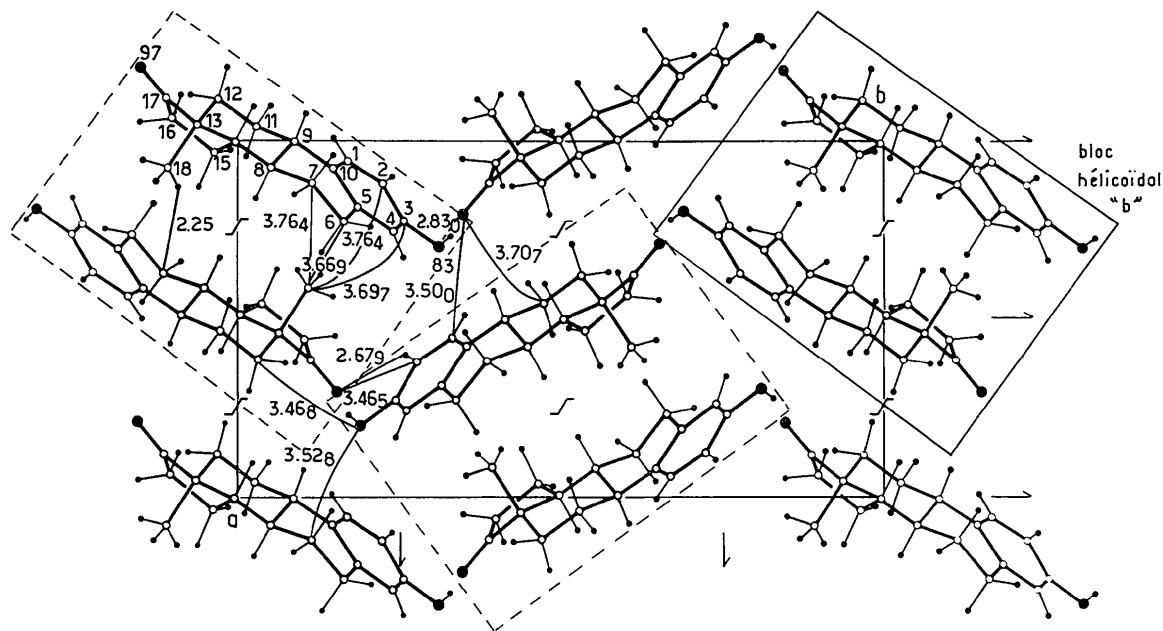


Fig. 5. Projection de la structure de l'oestrone II suivant l'axe Oz.

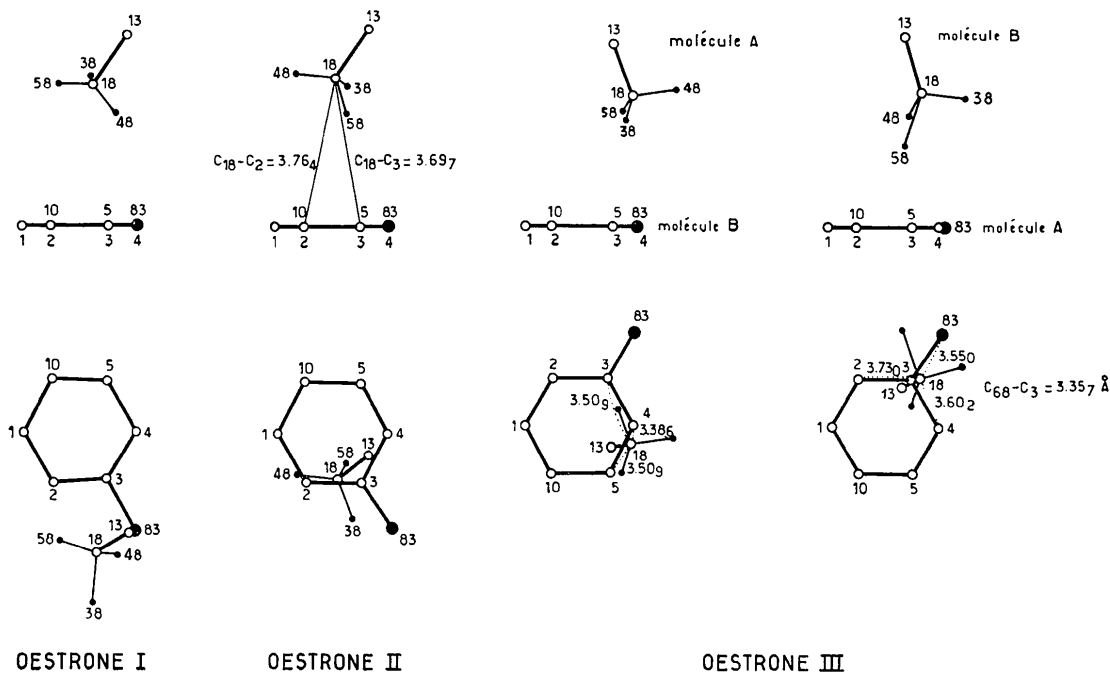


Fig. 6. Distances intermoléculaires entre le méthyle C(18) et le cycle A.

a communiqué les résultats concernant le calcul théorique de la molécule, et Mme Leroy pour sa contribution aux différents calculs nécessaires à la détermination de ces structures.

Références

- ALTONA, C., GEISE, H. J. & ROMERS, C. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 13–32.
- BERNAL, J. D. & CROWFOOT, D. (1936). *Z. Kristallogr. A* **93**, 464–480.
- BUCOURT, R. (1972). Communication privée.
- BUCOURT, R. & HAINAUT, D. (1967). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **12**, 4562–4567.
- BUSETTA, B., COURSEILLE, C., GEOFFRE, S. & HOSPITAL, M. (1972). *Acta Cryst. B* **28**, 1349–1353.
- BUSETTA, B., COURSEILLE, C. & HOSPITAL, M. (1970). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **271**, 1558–1560.
- BUSETTA, B., COURSEILLE, C. & HOSPITAL, M. (1971). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **272**, 1211–1214.
- BUSETTA, B., COURSEILLE, C. & HOSPITAL, M. (1972). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **274**, 153–156.
- BUSETTA, B., COURSEILLE, C., LEROY, F. & HOSPITAL, M. (1972). *Acta Cryst. B* **28**, 3293–3299.
- BUSETTA, B. & HOSPITAL, M. (1969). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **268**, 1300–1302.
- BUSETTA, B. & HOSPITAL, M. (1972). *Acta Cryst. B* **28**, 560–567.
- COOPER, A., NORTON, D. A. & HAUPTMAN, H. (1969). *Acta Cryst. B* **25**, 814–828.
- HENDRICKSON, J. B. (1961). *J. Amer. Chem. Soc.* **83**, 4537–4547.
- HOFFMANN, R. (1963). *J. Chem. Phys.* **39**, 1397–1412.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 313

The Crystal Structure of *cis*-9-Methyl-10-ethyl-9,10-dihydroanthracene

BY J. BORDNER* AND R. H. STANFORD JR

Gates and Crellin Laboratories of Chemistry,† California Institute of Technology, Pasadena, California 91109, U.S.A.

AND HERMAN E. ZIEGER

Department of Chemistry, Brooklyn College, Brooklyn, New York 11210, U.S.A.

(Received 22 September 1972; accepted 26 October 1972)

The crystal structure of *cis*-9-methyl-10-ethyl-9,10-dihydroanthracene, C₁₇H₁₈, has been determined by the application of direct methods. Three-dimensional data were collected on a Datex-automated General Electric diffractometer to a minimum spacing of 1.0 Å. The coordinates of all atoms in the molecule, the isotropic temperature factors for the hydrogen atoms, and the anisotropic temperature factors for the carbon atoms were refined by the method of least squares. The final *R* index is 0.031. The crystals are orthorhombic, space group *Pca*2₁, with *a* = 14.119 (3), *b* = 12.638 (3) and *c* = 7.290 (2) Å. The bond distances and angles are normal within experimental error.

Introduction

This compound, 9-methyl-10-ethyl-9,10-dihydroanthracene, C₁₇H₁₈, was obtained by Schaeffer & Zieger (1969) during a study of the stereochemistry of reactions of 9-alkyl-9,10-dihydroanthracenyllithiums. Spectral studies by these investigators and studies by Harvey, Arzadon, Grant & Urberg (1969) and Redford (1968) indicated that the molecule was in the *cis*-conformation at the 9,10 positions. This structure determination was undertaken to confirm this indication.

Experimental

The crystal used in this investigation was cut to a size of 0.2 × 0.2 × 0.3 mm from a larger crystal supplied by

Schaeffer and Zieger. Precession photographs of the crystal showed *mmm* symmetry and absence of *Ok**l* reflections with *l* odd and of *h*0*l* reflections with *h* odd, indicating that the space group is either *Pca*2₁ or *Pcam*. The unit-cell parameters were determined from measurements on precession photographs calibrated by lines diffracted from a powdered sample of NaCl (*a*₀ = 5.6402 Å). The resulting values for the unit-cell dimensions are:

$$\begin{aligned} a &= 14.119 (3) \text{ \AA} \\ b &= 12.638 (3) \\ c &= 7.290 (2). \end{aligned}$$

The density of the crystals measured by the flotation method is 1.116 g cm⁻³; and the density calculated, assuming four molecules per unit cell, is 1.135 g cm⁻³.

Intensity data were collected by the θ -2 θ scan method on a Datex-automated General Electric diffractometer using Ni-filtered Cu K α radiation. The scan speed was one degree in 2 θ per min and background counts of thirty sec were collected at both ends of the scan. All

* Present address: Department of Chemistry, North Carolina State University, Raleigh, North Carolina 27607, U.S.A.

† Contribution No. 4555 from the Gates and Crellin Laboratories of Chemistry.