

distances of the O(8) atom of the nitro group with the neighbouring H atoms, *i.e.* O(8)···H(10a) = 2.47 (2) Å and O(8)···H(11a) = 2.52 (2) Å, which are significantly shorter.

The molecular structure does not show any peculiar feature that might be directly correlated with the pharmacological properties of this product or with the physicochemical determinations (pK_a , $\log P$, redox properties) that are under way.

The authors thank SPECIA (Paris) for providing the pure product and Professor G. King (K. U. Leuven) for the collection of the diffraction data and Mr J. P. Van Cuyck for technical assistance. Financial support was obtained from the Fonds voor Kollektief Fundamenteel Onderzoek and the Nationaal Fonds voor Wetenschappelijk Onderzoek (Ref. S2/5-ADG.E47).

Acta Cryst. (1979). B35, 2467–2470

Structure du (Méthoxycarbonyl)-2 Diméthyl-3,4 Phényl-5 Oxazolidine-1,3 Acétate-2 de Méthyle et Configuration Absolue (2R, 4S, 5R)*

PAR R. ROQUES

Laboratoire de Cristallographie, Université Nationale de Côte d'Ivoire, BP 4322, Abidjan, Côte d'Ivoire

J. BELLAN ET J. C. ROSSI

Laboratoire de Chimie Pharmaceutique, Université Paul Sabatier, Faculté des Sciences Pharmaceutiques, 31 allées J. Guesde, 31077 Toulouse CEDEX, France

ET J. P. DECLERCQ ET G. GERMAIN

Laboratoire de Chimie Physique et Cristallographie, Université de Louvain, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

(Reçu le 15 décembre 1978, accepté le 1 juin 1979)

Abstract. C₁₆H₂₁NO₅, $M_r = 307$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 10.222$ (2), $b = 13.921$ (5), $c = 11.321$ (4) Å, $Z = 4$, $V = 1610.98$ Å³. The structure was solved by direct methods with *MULTAN* 76 ($R = 4.61\%$ for 905 observed reflexions, Cu $K\alpha$ radiation). The crystal structure led to an unequivocal assignment of the absolute configuration of oxazolidine (2R, 4S, 5R) and revealed that the addition of (–)-ephedrine (1R, 2S) to the dimethyl ester of acetylenedicarboxylic acid, in methanol acidified by acetic acid, gives only one oxazolidine. $\{[\alpha]_{578\text{nm}}^{24.91^\circ\text{C}} = -45.1^\circ$ ($c = 1.495$ g/100 ml, methanol), optical purity 100%.

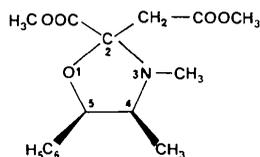
* Ce travail constitue une partie de la thèse de Doctorat d'Etat ès-Sciences pharmaceutiques, soutenue par J. Bellan le 2 juin 1978 (UPS-Toulouse n° 94).

References

- BLATON, N. M., PEETERS, O. M. & DE RANTER, C. J. (1979). *Acta Cryst.* B35, 753–755.
 CRAVEN, B. M., McMULLAN, R. K., BELL, J. D. & FREEMAN, H. C. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2583–2589.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* A24, 321–324.
 GERMAIN, G., DECLERCQ, J. P., VAN MEERSSCHE, M. & KOCH, M. H. J. (1977). *Acta Cryst.* B33, 2269–2270.
 JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP* II. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The XRAY 76 system. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175–3187.

Introduction. La condensation de l'isomère *erythro* du méthylamino-2 phényl-1 propanol-1 [(–)-éphédrine], de configuration absolue (1R, 2S), avec l'acétylène-dicarboxylate de méthyle en solvant aprotique, conduit à un composé unique de *cis*-addition, présentant la configuration *E*. Cet énainoester se cyclise selon une réaction de Michael intramoléculaire en une nouvelle oxazolidine (1) (Fig. 1). La réaction s'est révélée stéréospécifique, puisque l'on ne détecte en RMN ¹H qu'un seul diastéréoisomère (Bellan, Rossi & Sanchez, 1976).

Une publication précédente (Bellan, Rossi, Chezeau, Roques, Germain & Declercq, 1978) a décrit la structure cristalline et moléculaire ainsi que la configuration absolue (2S, 4R, 5R) de l'oxazolidine (2)

Fig. 1. Oxazolidine (1) [(4*S*, 5*R*)].

(Fig. 4), isomère de celle du titre et contenant le motif (–)-pseudoéphédrine.

L'étude par diffraction de rayons X, réalisée sur l'oxazolidine (1), nous a permis:

– de préciser la conformation de l'hétérocycle pentagonal ainsi que la géométrie de l'atome d'azote;

– d'établir la configuration absolue de l'atome de carbone chiral C(2);

– et de définir les groupements induisant la stéréospécificité de la cyclisation.

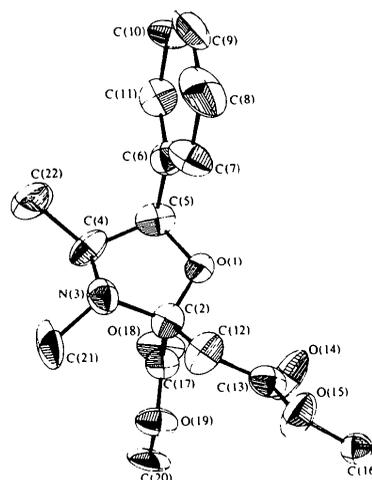
Le spectre de diffraction a été enregistré sur un diffractomètre automatique à quatre cercles Syntex P2₁ (rayonnement Cu K α). Les données cristallographiques sont rassemblées dans l'*Abstract*. 1276 réflexions ont été mesurées pour une valeur maximum de $2\theta = 114^\circ$, dont 905 ont une intensité suffisante pour être considérées comme observées [$I > 2,5\sigma(I)$]. La structure a été résolue par le système de programmes *MULTAN* 76 (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1976) et affinée par moindres carrés (Ahmed, Hall, Pippy & Huber, 1966). Le poids de chaque réflexion a été calculé d'après la relation proposée par Cruickshank (1965): $w = (8,43 + |F_o| + 0,0128|F_o|^2)^{-1}$.

Une série de Fourier-différence exécutée après trois cycles d'affinement avec facteurs d'agitation thermique isotrope a fourni les positions de 20 atomes d'hydrogène sur les 21 contenus dans la molécule. Les coordonnées de ces atomes d'hydrogène, auxquels nous avons attribué l'agitation moyenne de l'ensemble de la molécule, ont été également affinées, à l'exclusion de ceux portés par le carbone C(16). En effet, l'atome de carbone C(16) placé à l'extrémité de la molécule est fortement agité et a été affiné avec une agitation thermique isotrope.

Après trois cycles d'affinement avec agitation thermique anisotrope nous avons obtenu un indice résiduel $R = 4,6\%$.*

La Fig. 2 représente le tracé *ORTEP* de la molécule d'oxazolidine (1). Les coordonnées atomiques sont rassemblées dans le Tableau 1. Les distances interatomiques et les angles de valence sont portés dans le Tableau 2. Les angles de torsion, suivant la convention de Klyne & Prelog (1960), sont consignés dans le Tableau 3.

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34353: 14 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Fig. 2. Tracé *ORTEP* (Johnson, 1965) et numérotation des atomes.Tableau 1. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$, pour H $\times 10^3$)

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
O(1)	6317 (2)	5195 (2)	7244 (2)	4,05
C(2)	6905 (4)	4844 (3)	8287 (3)	3,78
N(3)	5950 (3)	4146 (2)	8746 (3)	4,08
C(4)	5402 (4)	3677 (3)	7701 (4)	4,69
C(5)	5322 (4)	4552 (3)	6847 (4)	4,20
C(6)	4007 (4)	5070 (3)	6809 (4)	4,07
C(7)	3677 (4)	5758 (4)	7630 (4)	5,19
C(8)	2464 (5)	6203 (4)	7594 (5)	6,39
C(9)	1589 (5)	5979 (4)	6736 (5)	6,39
C(10)	1900 (5)	5289 (4)	5907 (5)	6,27
C(11)	3101 (5)	4849 (4)	5935 (5)	5,45
C(12)	7105 (4)	5651 (3)	9166 (4)	4,54
C(13)	8116 (4)	6371 (3)	8784 (4)	4,08
C(14)	8662 (3)	6396 (3)	7861 (3)	6,33
O(15)	8306 (4)	7009 (2)	9637 (3)	5,87
C(16)	9340 (6)	7700 (4)	9420 (5)	7,30
C(17)	8191 (4)	4333 (3)	7946 (3)	3,98
C(18)	8402 (3)	3958 (2)	7024 (2)	5,27
O(19)	9021 (3)	4322 (2)	8861 (2)	4,72
C(20)	218 (5)	3802 (4)	8692 (5)	5,87
C(21)	6404 (5)	3480 (4)	9657 (5)	6,08
C(22)	4127 (5)	3168 (4)	7932 (6)	6,59
H(4)	605 (4)	321 (3)	722 (4)	
H(5)	547 (4)	433 (3)	604 (3)	
H(7)	429 (4)	597 (3)	831 (3)	
H(8)	236 (4)	668 (3)	822 (3)	
H(9)	73 (4)	631 (3)	675 (3)	
H(10)	141 (4)	511 (3)	526 (4)	
H(11)	355 (4)	443 (3)	540 (4)	
H(12)	628 (4)	591 (3)	924 (3)	
H'(12)	716 (4)	538 (3)	990 (4)	
H(16)	956 (0)	794 (0)	25 (0)	
H'(16)	934 (0)	809 (0)	883 (0)	
H(20)	2 (4)	318 (3)	826 (4)	
H'(20)	76 (4)	379 (3)	928 (3)	
H''(20)	68 (4)	410 (3)	793 (3)	
H(21)	659 (4)	386 (3)	25 (3)	
H'(21)	709 (4)	302 (3)	939 (3)	
H''(21)	553 (4)	317 (3)	1001 (3)	
H(22)	379 (4)	298 (3)	709 (4)	
H'(22)	443 (5)	259 (3)	830 (4)	
H''(22)	349 (4)	346 (3)	832 (4)	

Discussion. Conformation du cycle et hybridation de l'azote N(3). Les atomes du cycle qui se rapprochent le plus de la coplanéité sont, d'après les valeurs des angles de torsion (Tableau 3), ceux formant l'angle dièdre C(4)–C(5)–O(1)–C(2) = 4,8°. Le cycle de l'oxazolidine (1) est donc proche d'une conformation de type enveloppe. L'atome d'azote N(3) forme la pointe d'un rabat dont la pliure s'effectue au niveau des atomes C(2) et C(4).

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles de valence (°)

O(1)–C(2)	1,411 (5)	C(17)–C(18)	1,187 (5)
O(1)–C(5)	1,428 (5)	C(17)–O(19)	1,339 (5)
C(2)–N(3)	1,472 (5)	C(4)–H(41)	1,08 (5)
C(2)–C(12)	1,514 (6)	C(5)–H(51)	0,97 (4)
C(2)–C(17)	1,544 (6)	C(7)–H(71)	1,05 (5)
N(3)–C(4)	1,463 (6)	C(8)–H(81)	0,98 (4)
N(3)–C(21)	1,463 (6)	C(9)–H(91)	0,99 (5)
C(4)–C(5)	1,558 (6)	C(10)–H(101)	0,91 (5)
C(4)–C(22)	1,507 (7)	C(11)–H(111)	0,95 (5)
C(5)–C(6)	1,527 (6)	C(12)–H(121)	0,93 (4)
C(6)–C(7)	1,376 (6)	C(12)–H(122)	0,91 (5)
C(6)–C(11)	1,390 (7)	O(15)–C(16)	1,45 (1)
C(7)–C(8)	1,386 (7)	C(20)–H(201)	1,00 (5)
C(8)–C(9)	1,356 (8)	C(20)–H(202)	0,87 (5)
C(9)–C(10)	1,381 (8)	C(20)–H(203)	1,07 (4)
C(10)–C(11)	1,372 (7)	C(21)–H(212)	1,00 (5)
C(12)–C(13)	1,504 (6)	C(22)–H(221)	1,05 (5)
C(13)–O(14)	1,185 (5)	C(22)–H(222)	0,95 (5)
C(13)–O(15)	1,327 (5)	C(22)–H(223)	0,89 (5)
C(2)–O(1)–C(5)	110,5 (3)	C(5)–C(6)–C(11)	120,1 (4)
O(1)–C(2)–N(3)	104,0 (3)	C(7)–C(6)–C(11)	118,2 (4)
O(1)–C(2)–C(12)	110,5 (3)	C(6)–C(7)–C(8)	120,6 (4)
O(1)–C(2)–C(17)	108,2 (3)	C(7)–C(8)–C(9)	120,5 (5)
N(3)–C(2)–C(12)	110,3 (3)	C(8)–C(9)–C(10)	119,7 (5)
N(3)–C(2)–C(17)	110,4 (3)	C(9)–C(10)–C(11)	120,0 (5)
C(12)–C(2)–C(17)	113,0 (3)	C(6)–C(11)–C(10)	120,9 (5)
C(2)–N(3)–C(4)	105,3 (3)	C(2)–C(12)–C(13)	113,5 (4)
C(2)–N(3)–C(21)	117,2 (3)	C(12)–C(13)–O(14)	126,7 (4)
C(4)–N(3)–C(21)	114,1 (3)	C(12)–C(13)–O(15)	109,7 (4)
N(3)–C(4)–C(5)	99,9 (3)	O(14)–C(13)–O(15)	123,6 (4)
N(3)–C(4)–C(22)	113,6 (4)	C(2)–C(17)–C(18)	125,2 (4)
C(5)–C(4)–C(22)	115,5 (4)	C(2)–C(17)–O(19)	110,6 (3)
O(1)–C(5)–C(4)	104,9 (3)	C(18)–C(17)–O(19)	124,1 (4)
O(1)–C(5)–C(6)	109,9 (3)	C(17)–O(19)–C(20)	116,3 (3)
C(4)–C(5)–C(6)	115,7 (3)		
C(5)–C(6)–C(7)	121,7 (4)		

Nous avons calculé les différents plans moyens du cycle pentagonal ainsi que les distances des atomes à ces plans. Certains de ces résultats sont rassemblés dans le Tableau 4. On constate ainsi que le carbone C(21) appartenant au groupement méthyle lié à l'azote N(3) se trouve à une distance de 1,02 Å du plan (I), défini par les atomes C(2), N(3) et C(4), ce qui est le signe d'une hybridation sp^3 de l'azote. La Fig. 3 qui représente la projection de Newman suivant l'axe C(4)–N(3) schématise cette géométrie pyramidale.

Configuration absolue et stéréospécificité de la cyclisation. L'analyse des données de rayons X permet d'assigner au carbone C(12) du groupement méthylénique, appartenant au composé (1), une configuration relative *cis* par rapport aux groupements méthyle et phényle. La configuration absolue du carbone chiral C(2) est donc (*R*) et celle de l'oxazolidine (1) est (*2R*, *4S*, *5R*) (Fig. 4), puisque la configuration absolue des deux autres centres d'asymétrie de la molécule [C(4) et C(5)] est celle du ligand employé, c'est à dire la (–)-éphédrine (*1R*, *2S*).

La compréhension de la stéréospécificité, notée lors de la réaction de condensation entre la (–)-éphédrine et l'acétylènedicarboxylate de méthyle, repose sur les points suivants:

(i) Neelakantan (1971) signale que la condensation entre la (–)-éphédrine et l'aldéhyde benzoïque est stéréospécifique. L'oxazolidine ainsi obtenue présente la même configuration absolue que celle de

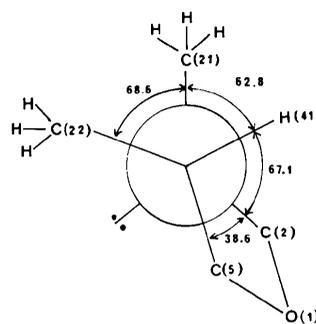


Fig. 3. Projection de Newman suivant l'axe C(4)–N(3) de l'oxazolidine (1).

Tableau 3. Angles de torsion (°)

C(5)–O(1)–C(2)–N(3)	–19,0 (5)	O(1)–C(2)–C(17)–C(19)	155,6 (5)	C(4)–C(5)–C(6)–C(7)	83,2 (6)
C(5)–O(1)–C(2)–C(12)	–137,4 (6)	N(3)–C(2)–C(17)–C(18)	85,5 (6)	C(4)–C(5)–C(6)–C(11)	–96,3 (6)
C(5)–O(1)–C(2)–C(17)	98,3 (5)	C(12)–C(2)–C(17)–O(19)	32,9 (8)	C(5)–C(6)–C(7)–C(8)	–178,5 (5)
C(2)–O(1)–C(5)–C(4)	–4,8 (7)	C(2)–N(3)–C(4)–C(5)	–38,2 (5)	C(11)–C(6)–C(7)–C(8)	1,1 (7)
C(2)–O(1)–C(5)–C(6)	120,2 (4)	C(2)–N(3)–C(4)–C(22)	–161,9 (5)	C(5)–C(6)–C(11)–C(10)	178,3 (8)
O(1)–C(2)–N(3)–C(4)	37,0 (6)	C(21)–N(3)–C(4)–C(5)	–168,1 (6)	C(7)–C(6)–C(11)–C(10)	–1,3 (5)
O(1)–C(2)–N(3)–C(21)	165,0 (5)	C(21)–N(3)–C(4)–C(22)	68,2 (7)	C(6)–C(7)–C(8)–C(9)	–1,1 (6)
C(12)–C(2)–N(3)–C(4)	155,5 (7)	N(3)–C(4)–C(5)–O(1)	26,4 (6)	C(7)–C(8)–C(9)–C(10)	1,3 (6)
C(12)–C(2)–N(3)–C(21)	–76,5 (5)	N(3)–C(4)–C(5)–C(6)	–94,8 (4)	C(8)–C(9)–C(10)–C(11)	–1,6 (7)
C(17)–C(2)–N(3)–C(4)	–78,9 (6)	C(22)–C(4)–C(5)–O(1)	148,7 (5)	C(9)–C(10)–C(11)–C(6)	1,6 (6)
C(17)–C(2)–N(3)–C(21)	49,1 (5)	C(22)–C(4)–C(5)–C(6)	27,5 (7)	C(2)–C(12)–C(13)–O(14)	6,0 (6)
O(1)–C(2)–C(12)–C(13)	–68,2 (7)	N(3)–C(2)–C(17)–O(19)	–91,1 (6)	C(2)–C(12)–C(13)–O(15)	–175,2 (7)
N(3)–C(2)–C(12)–C(13)	177,4 (6)	C(12)–C(2)–C(17)–C(18)	–150,4 (7)	C(12)–C(13)–O(15)–C(16)	175,0 (5)
C(17)–C(2)–C(12)–C(13)	53,3 (7)	O(1)–C(5)–C(6)–C(7)	–35,3 (7)	O(14)–C(13)–O(15)–C(16)	–6,0 (6)
O(1)–C(2)–C(17)–C(18)	–27,7 (7)	O(1)–C(5)–C(6)–C(11)	145,2 (5)		

Tableau 4. Plans moyens importants et distances en Å des atomes à ces plans

Les écarts standards correspondants aux distances calculées aux différents plans moyens sont de l'ordre de 0,005 Å.

	Plan (I)	Plan (II)	Plan (III)	Plane (IV)	Plan (V)
O(1)	-0,82	0,07	0,00*	-0,27	0,00*
C(2)	0,00*	0,00*	0,00*	0,00*	0,28
C(3)	0,00*	-0,57	-0,46	0,00*	0,00*
C(4)	0,00*	0,00*	0,12	0,61	0,44
C(5)	-0,95	0,00*	0,00*	0,00*	0,00*
C(6)	-2,41	-1,20	-1,23	-1,26	-1,36
C(12)	-0,58	-0,90	-0,96	-1,09	-0,62
C(13)	-0,56	-0,34	-0,51	-1,11	-0,35
C(17)	1,41	1,43	1,44	1,39	1,77
C(21)	1,02	-0,47	-0,25	0,57	0,50
C(22)	-0,43	-0,77	-0,55	0,31	-0,13
H(41)	1,00	1,19	1,33	1,78	1,64
H(51)	-0,66	0,75	0,74	0,64	0,63

Equations des plans

- (I) $0,71693X - 0,69557Y + 0,04689Z - 0,81078 = 0$
 (II) $0,69509X - 0,41526Y - 0,58686Z + 3,40118 = 0$
 (III) $0,67360X - 0,49261Y - 0,54855Z + 3,70018 = 0$
 (IV) $0,55292X - 0,74959Y - 0,36387Z + 4,56376 = 0$
 (V) $0,70019X - 0,60978Y - 0,37134Z + 2,93353 = 0$

Angles entre plans (°)

- (I)-(II) 40,6 (II)-(III) 5,1

* Atomes dont les coordonnées ont servi au calcul du plan moyen.

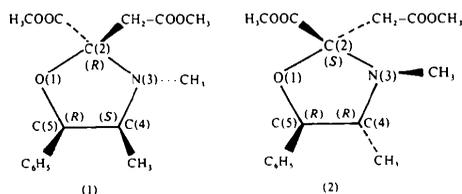


Fig. 4. Configurations absolues des oxazolidines (1) et (2).

l'oxazolidine (1). Cet auteur a également montré que la condensation réalisée entre le benzaldéhyde et la (-)-phényléphrine [qui se différencie de la (-)-éphédrine par l'absence de groupement C-CH₃] n'est plus stéréospécifique et conduit à l'obtention de deux oxazolidines diastéréoisomères.

(ii) Par ailleurs, nous avons montré que l'atome de carbone C(2) appartenant à l'oxazolidine (2) (Fig. 4) obtenue par condensation de la (-)-pseudoéphédrine sur l'acétylédicarboxylate de méthyle est en configuration absolue (S) (Bellan, Rossi, Chezeau, Roques, Germain & Declercq, 1978).

Ainsi, dans l'aminoalcool de départ, le changement de configuration absolue du carbone porteur du groupement méthyle a pour effet d'inverser totalement le sens de l'attaque de doublet de l'oxygène au cours de la cyclisation. Ces observations démontrent le rôle prépondérant joué par le groupement C(4)-CH₃.

(iii) Ce point étant acquis, nous avons alors essayé de localiser le second groupement interagissant avec ce méthyle. Dans les deux hétérocycles (1) et (2) (Fig. 4)

le groupement méthoxycarbone fixé sur le carbone C(2) est toujours en configuration *trans* par rapport au méthyle porté par le carbone C(4). On note également que dans l'oxazolidine synthétisée par Neelakantan (1971), le phényle substituant le carbone C(2) est en configuration *trans* par rapport au méthyle et au phényle liés respectivement aux carbones C(4) et C(5). Dans ces deux derniers exemples, le groupement le plus encombrant porté par le carbone C(2) se place donc en configuration *trans* par rapport au groupement C-CH₃ de l'aminoalcool.

(iv) A ce type d'interaction doit s'ajouter celle due aux groupements méthyles portés par l'azote N(3) et le carbone C(4). C'est ainsi que la faible valeur de l'angle de torsion $\omega[\text{N}(3)-\text{C}(4)-\text{C}(5)-\text{O}(1)] = 26,4^\circ$, qui rapproche de façon surprenante les groupements C(4)-méthyle et C(5)-phényle, a pour effet de minimiser les interactions diaxiales dues aux méthyles liés à l'azote N(3) et au carbone C(4) [C(21)-N(3)-C(4)-C(22) = 68,2°]. Bailey, Harrison & Masson (1968) ont également noté que dans la (-)-éphédrine libre, les groupements méthyles (C-CH₃ et N-CH₃) tendent à se décaler le plus possible.

Les auteurs remercient la Direction de l'Office Central de Mécanographie d'Abidjan qui leur a permis d'effectuer les calculs sur ses ordinateurs IBM 370-145, ainsi que J. J. Bonnet (Laboratoire de Chimie de Coordination de Toulouse) pour la communication des programmes *PLAN MOYEN* et *ORTEP*. L'un de nous (JPD) remercie le Fonds National de la Recherche Scientifique pour le mandat de Chargé de Recherches qui lui a été accordé.

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.
 BAILEY, N. A., HARRISON, P. M. & MASSON, R. (1968). *Chem. Commun.* pp. 559-560.
 BELLAN, J. (1978). Thèse de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, n° 94.
 BELLAN, J., ROSSI, J. C., CHEZEAU, N., ROQUES, R., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1648-1652.
 BELLAN, J., ROSSI, J. C. & SANCHEZ, M. (1976). *Tetrahedron Lett.* 50, 4621-4624.
 CRUICKSHANK, D. W. J. (1965). *Computing Methods in Crystallography*, édité par J. S. ROLLETT, pp. 113, 114. Oxford: Pergamon Press.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 KLYNE, W. & PRELOG, V. (1960). *Experientia*, 16, 521-523.
 MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1976). *MULTAN 76. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
 NEELAKANTAN, L. (1971). *J. Org. Chem.* 36, 2253-2260.