

Table 5. *Hydrogen-bond distances (Å) and angles (°)*

O(1)···N(19)	3.173 (4)	O(1)···H(19b)	2.380 (22)
O(1)···N(20)	3.079 (3)	O(1)···H(20a)	2.235 (19)
O(4)···N(20)	2.948 (3)	O(4)···H(20a)	2.714 (18)
		O(4)···H(20b)	2.710 (18)
O(7)···N(20)	3.078 (3)	O(7)···H(20b)	2.241 (19)
O(1)···H(19b)–N(19)	176 (2)	O(4)···H(20b)–N(20)	97 (1)
O(1)···H(20a)–N(20)	156 (1)	O(7)···H(20b)–N(20)	162 (1)
O(4)···H(20a)–N(20)	96 (1)		

actions, even when taking into account the short N–H bonds (≤ 0.9 Å).

A peculiarity of this structure is that O(1) accepts two H bonds of similar strength. A twofold co-ordination of one crown O has been observed before (Hilgenfeld & Saenger, 1981), but at substantially different distances.

Weak linkages between adducts might be indicated by $N(20) \cdots H(19a)^{ii} = 2.612(20)$ Å [(ii) = $1 - x, 0.5 + y, 1.5 - z$].

The author thanks Professor F. Vögtle and his co-workers in Bonn (Federal Republic of Germany) for the sample, and the Verband der Chemischen Industrie for financial assistance. Programs used were written by Professor G. M. Sheldrick and Drs W. Clegg and P. G. Jones, all at Göttingen.

References

- BASYONY, A. EL, KLIMES, J., KNÖCHEL, A., OEHLER, J. & RUDOLPH, G. (1976). *Z. Naturforsch. Teil B*, **31**, 1192–1200.
 BOMBIERI, G., DE PAOLI, G. & IMMIRZI, A. (1978). *J. Inorg. Nucl. Chem.* **40**, 799–802.

- BOVILL, M. J., CHADWICK, D. J., SUTHERLAND, I. O. & WATKIN, D. (1980). *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, pp. 1529–1543.
 CHAO, M., SCHEMPPE, E. & ROSENSTEIN, R. D. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 2924–2926.
 CLEGG, W. (1981). *Acta Cryst.* **A37**, 22–28.
 DALE, J. (1973). *Acta Chem. Scand.* **27**, 1115–1129.
 DHANESHWAR, N. N., TAVALE, S. S. & PANT, L. M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 2507–2509.
 DONOHUE, J. (1968). *Structural Chemistry and Molecular Biology*, edited by A. RICH & N. DAVIDSON, pp. 443–465. San Francisco: Freeman.
 DUNITZ, J. D., DOBLER, M., SEILER, P. & PHIZACKERLEY, R. P. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 2733–2738.
 GOKEL, G. W., CRAM, D. J., LIOTTA, C. L., HARRIS, H. P. & COOK, F. L. (1974). *J. Org. Chem.* **39**, 2445–2446.
 GOLDBERG, I. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 754–762.
 HARKEMA, S., VAN HUMMEL, G. J., DAASVATN, K. & REINHOUDT, D. N. (1981). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 368–369.
 HILGENFELD, R. & SAENGER, W. (1981). *Z. Naturforsch. Teil B*, **36**, 242–247.
 KAUFMANN, R., KNÖCHEL, A., KOPF, J., OEHLER, J. & RUDOLPH, G. (1977). *Chem. Ber.* **110**, 2249–2253.
 KNÖCHEL, A., KOPF, J., OEHLER, J. & RUDOLPH, G. (1978). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 595–596.
 MAVERICK, E., SEILER, P., SCHWEIZER, W. B. & DUNITZ, J. D. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 615–620.
 NAGANO, O., KOBAYASHI, A. & SASAKI, Y. (1978). *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **51**, 790–793.
 PEDERSEN, C. J. (1971). *J. Org. Chem.* **36**, 1690–1693.
 STÄLHANDSKE, C. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2806–2809.
 VÖGTLE, F. & MÜLLER, W. M. (1980). *Chem. Ber.* **113**, 2081–2085.
 VÖGTLE, F. & MÜLLER, W. M. (1981). *Chem. Ber.* **114**, 3179–3183.
 WEBER, G. (1981). *Z. Naturforsch. Teil B*, **36**, 896–897.
 WEBER, G. & SHELDRIK, G. M. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 2108–2111.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 632–635

Sulfate de *tert*-Butyl[(dihydroxy-3,5 phényl)-2 hydroxy-2 éthyl]ammonium (Sulfate de Terbutaline) Hydraté

PAR DANIEL HICKEL, ALAIN CARPY, MICHEL LAGUERRE ET JEAN-MICHEL LEGER

Laboratoire de Chimie Analytique, ERA n° 890, CNRS, UER des Sciences Pharmaceutiques, Université de Bordeaux II, 91 rue Leyteire, 33000 Bordeaux, France

(Reçu le 20 mars 1981, accepté le 20 juillet 1981)

Abstract. $[NH_2(C_4H_9)(C_8H_9O_3)]^+ \cdot \frac{1}{2}SO_4^{2-} \cdot \frac{3}{2}H_2O$, $M_r = 301.35$, triclinic, $P1$, $a = 10.984(2)$, $b = 11.935(4)$, $c = 14.521(2)$ Å, $\alpha = 62.49(2)$, $\beta = 62.69(1)$, $\gamma = 78.80(2)^\circ$, $Z = 4$, $D_x = 1.340$ Mg m⁻³. The structure was refined to $R = 0.076$ for

5742 observed reflections. The crystal structure is stabilized by a network of N–H···O, O–H···O hydrogen bonds. The two independent molecules are not very different and are compared with those of salbutamol.

0567-7408/82/020632-04\$01.00

© 1982 International Union of Crystallography

Introduction. Dans le cadre d'une étude sur le mode d'action de molécules à activité β -adrénergique (Leger, Gadret & Carpy, 1980), il était intéressant de décrire la structure d'un nouveau β -stimulant: le sulfate de terbutaline.

Ce médicament a des propriétés pharmacologiques très voisines de celles du *tert*-butylamino-2 (hydroxy-4 hydroxyméthyl-3 phényl)-1 éthanol. $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ (sulfate de salbutamol) (Leger, Goursolle, Gadret & Carpy, 1978). Ils ont tous deux une action spécifique sur les récepteurs bronchiques β_2 et sont pratiquement dépourvus d'effet sur les récepteurs cardiaques β_1 .

Des cristaux de sulfate de terbutaline ont été obtenus par évaporation lente à partir d'une solution saturée d'éthanol. Les mesures ont été effectuées sur diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 dans les conditions précisées sur le Tableau 1. Les réflexions (5742) telles que $I > 2\sigma(I)$ ont été considérées comme observées.

La résolution de la structure a été menée à bien par les méthodes directes (Germain, Main & Woolfson, 1970), après estimation des triplets invariants, à partir des valeurs de quartets (Busetta, 1976). Il a été utilisé 351 réflexions ayant un $E > 1,90$. Après génération des phases, des sections révèlent tous les atomes des deux molécules indépendantes (*A* et *B*), le sulfate, trois molécules d'eau et deux positions statistiques pour l'atome d'oxygène O(8) de la molécule *A*. Le Tableau 2 précise les conditions d'affinement de cette structure; le facteur R final est égal à 0,076.*

Les coordonnées des atomes sont données dans le Tableau 3, les distances et les angles interatomiques respectivement dans les Tableaux 4 et 5. La Fig. 1 donne la numérotation atomique.

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées réduites des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36322: 41 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.

Tableau 1. *Mesure des intensités*

Dimension du cristal: 0,6 × 0,35 × 0,28 mm
 Radiation: Cu $K\alpha$, $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$
 Monochromateur: cristal de graphite
 Limite en θ : 1 à 78°
 Ouverture du détecteur: hauteur 4 mm; largeur 2,0* + 0,5* tg θ (mm)
 Angle de balayage: $\Delta\theta = 1,40^* + 0,40 \text{ tg } \theta$ (°)
 Mode de balayage: ω , θ avec rapport de vitesses: 1* (ω/θ)
 Angle de prélèvement: 5°*

	Contrôle d'intensité	Contrôle d'orientation
Réflexions de référence	311; 322	12,0,0; 090; 0,0,14
Périodicité	5400 s	100 réflexions
Nombre de réflexions mesurées:	6350, dont 5742 observées.	

* Valeurs déterminées expérimentalement.

Tableau 2. *Conditions d'affinement*

Affinement avec schéma de pondération suivant: $w = 1$ si $|F_o| < P$;
 $w = P^2/F_o$ si $|F_o| > P$; $P = \sqrt{F_o^2(\text{max.})}/10$
 Affinement avec agitation thermique isotrope sur les atomes C, N, O, S; après quatre cycles: $R = 0,13$
 Affinement avec agitation thermique anisotrope sur ces mêmes atomes; après trois cycles: $R = 0,10$
 Localisation des atomes d'hydrogène [à l'exception des atomes H(70) et H(80)] par fonction différence de Cochran. Affinement avec agitation thermique anisotrope sur les atomes C, N, O, S et isotrope sur les atomes H; après trois cycles: $R = 0,076$
 Affinement sur les taux d'occupation des atomes d'oxygène O(8) et O(80) (molécule *A*); après trois cycles ils restent très voisin de 0,5: $R = 0,076$

$$R = \sum K|F_o| - |F_c| / \sum K|F_o|$$

Tableau 3. *Coordonnées des atomes ($\times 10^4$, pour H $\times 10^3$) et facteurs de température isotropes*

Pour les atomes non hydrogène $B_{\text{eq}} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	B_{eq}/B (\AA^2)
C(1)	-6164 (2)	1508 (3)	4228 (2)	2,9 (1)
C(2)	-4832 (3)	1460 (3)	3452 (2)	3,1 (1)
C(3)	-3738 (3)	1642 (3)	3584 (2)	3,1 (1)
C(4)	-3986 (2)	1878 (2)	4514 (2)	2,7 (1)
C(5)	-5315 (3)	1931 (3)	5299 (2)	3,0 (1)
C(6)	-6385 (2)	1725 (3)	5155 (2)	3,0 (1)
C(7)	-2771 (3)	2005 (3)	4684 (2)	3,1 (1)
O(8)	-3076 (3)	2160 (4)	5655 (2)	3,6 (1)
O(80)	-2040 (5)	1008 (5)	5026 (5)	4,7 (2)
C(9)	-1940 (3)	3075 (3)	3683 (2)	3,1 (1)
N(10)	-751 (2)	3163 (2)	3877 (2)	2,9 (1)
C(11)	-203 (3)	4462 (3)	3304 (3)	3,6 (1)
C(12)	-1316 (5)	5384 (4)	3749 (4)	5,9 (2)
C(13)	272 (4)	4887 (3)	2033 (3)	4,5 (2)
C(14)	1015 (4)	4258 (4)	3617 (4)	5,5 (2)
O(15)	-4544 (2)	1225 (3)	2538 (2)	4,9 (2)
O(16)	-7688 (2)	1715 (3)	5971 (2)	4,4 (2)
C(51)	815 (2)	1602 (3)	-286 (2)	2,9 (1)
C(52)	-479 (3)	1723 (3)	521 (2)	3,2 (1)
C(53)	-1659 (3)	1777 (3)	378 (2)	3,1 (1)
C(54)	-1553 (2)	1703 (2)	-585 (2)	2,6 (1)
C(55)	-273 (2)	1608 (2)	-1423 (2)	2,8 (1)
C(56)	906 (2)	1548 (2)	-1253 (2)	2,8 (1)
C(57)	-2868 (2)	1702 (3)	-698 (2)	3,0 (1)
O(58)	-2653 (2)	1592 (3)	-1680 (2)	5,1 (2)
C(59)	-3753 (3)	2920 (3)	-701 (3)	3,3 (1)
N(60)	-5083 (2)	2949 (2)	-776 (2)	2,9 (1)
C(61)	-5641 (3)	4243 (3)	-1451 (2)	3,3 (1)
C(62)	-5714 (4)	5206 (3)	-1013 (4)	5,2 (2)
C(63)	-7069 (3)	4068 (3)	-1246 (3)	4,8 (2)
C(64)	-4727 (4)	4625 (4)	-2684 (3)	5,2 (2)
O(65)	-611 (2)	1756 (3)	1489 (2)	5,5 (2)
O(66)	2204 (2)	1431 (2)	-2017 (2)	4,0 (1)
S(18)	2342 (1)	1200 (1)	2273 (1)	2,9 (1)
O(19)	3391 (2)	247 (2)	2634 (2)	3,4 (1)
O(20)	1264 (3)	1391 (3)	3269 (2)	6,0 (2)
O(21)	1763 (4)	698 (4)	1834 (5)	9,8 (2)
O(22)	2941 (3)	2383 (3)	1455 (2)	6,4 (2)
O(23)	9551 (3)	9138 (4)	4279 (3)	6,9 (2)
O(24)	5472 (3)	8733 (3)	1529 (3)	6,0 (2)
O(25)	1198 (9)	7267 (8)	3885 (5)	10,9 (3)
H(101)	-4 (3)	259 (3)	366 (3)	4 (1)
H(601)	-581 (4)	267 (3)	0 (3)	4 (1)

Tableau 4. Distances interatomiques (Å)

Molécule A		Molécule B	
C(1)–C(2)	1,383 (6)	C(51)–C(52)	1,389 (6)
C(1)–C(6)	1,387 (6)	C(51)–C(56)	1,391 (5)
C(2)–C(3)	1,388 (6)	C(52)–C(53)	1,384 (6)
C(2)–O(15)	1,360 (5)	C(52)–O(65)	1,363 (6)
C(3)–C(4)	1,395 (5)	C(53)–C(54)	1,391 (5)
C(4)–C(5)	1,387 (5)	C(54)–C(55)	1,393 (5)
C(4)–C(7)	1,521 (5)	C(54)–C(57)	1,528 (5)
C(5)–C(6)	1,385 (6)	C(55)–C(56)	1,402 (5)
C(6)–O(16)	1,376 (5)	C(56)–O(66)	1,366 (5)
C(7)–O(8)	1,381 (6)	C(57)–O(58)	1,398 (6)
C(7)–C(9)	1,515 (6)	C(57)–C(59)	1,505 (6)
C(9)–N(10)	1,497 (5)	C(59)–N(60)	1,504 (5)
N(10)–C(11)	1,526 (6)	N(60)–C(61)	1,531 (5)
C(11)–C(12)	1,518 (8)	C(61)–C(62)	1,519 (7)
C(11)–C(13)	1,527 (7)	C(61)–C(63)	1,513 (7)
C(11)–C(14)	1,527 (8)	C(61)–C(64)	1,508 (7)
C(7)–O(80)	1,262 (9)		
Sulfate			
S(18)–O(19)	1,472 (3)		
S(18)–O(20)	1,458 (4)		
S(18)–O(21)	1,451 (7)		
S(18)–O(22)	1,446 (4)		

Tableau 5. Angles interatomiques (°)

Molécule A		Molécule B	
C(2)–C(1)–C(6)	118,6 (4)	C(52)–C(51)–C(56)	118,7 (4)
C(1)–C(2)–C(3)	121,0 (4)	C(51)–C(52)–C(53)	121,0 (4)
C(1)–C(2)–O(15)	121,5 (4)	C(51)–C(52)–O(65)	120,4 (4)
C(3)–C(2)–O(15)	117,6 (4)	C(53)–C(52)–O(65)	118,6 (4)
C(2)–C(3)–C(4)	119,4 (4)	C(52)–C(53)–C(54)	119,7 (4)
C(3)–C(4)–C(5)	120,3 (3)	C(53)–C(54)–C(55)	120,9 (3)
C(3)–C(4)–C(7)	118,9 (3)	C(53)–C(54)–C(57)	118,7 (3)
C(5)–C(4)–C(7)	120,7 (3)	C(55)–C(54)–C(57)	120,4 (3)
C(4)–C(5)–C(6)	119,0 (4)	C(54)–C(55)–C(56)	118,1 (3)
C(1)–C(6)–C(5)	121,6 (4)	C(51)–C(56)–C(55)	121,6 (3)
C(1)–C(6)–O(16)	120,0 (4)	C(51)–C(56)–O(66)	116,0 (3)
C(5)–C(6)–O(16)	118,3 (4)	C(55)–C(56)–O(66)	122,4 (3)
C(4)–C(7)–O(8)	116,3 (4)	C(54)–C(57)–O(58)	114,4 (3)
C(4)–C(7)–O(80)	117,9 (5)	C(54)–C(57)–C(59)	109,9 (3)
C(4)–C(7)–C(9)	110,9 (3)	O(58)–C(57)–C(59)	106,7 (3)
C(13)–C(11)–C(14)	110,6 (4)	C(57)–C(59)–N(60)	112,0 (3)
O(8)–C(7)–C(9)	108,7 (4)	C(59)–N(60)–C(61)	116,1 (3)
O(80)–C(7)–C(9)	113,5 (5)	N(60)–C(61)–C(62)	109,1 (4)
C(7)–C(9)–N(10)	109,3 (3)	N(60)–C(61)–C(63)	105,9 (4)
C(9)–N(10)–C(11)	117,0 (3)	N(60)–C(61)–C(64)	109,4 (4)
N(10)–C(11)–C(12)	109,5 (4)	C(62)–C(61)–C(63)	110,3 (4)
N(10)–C(11)–C(13)	108,0 (4)	C(62)–C(61)–C(64)	111,5 (4)
N(10)–C(11)–C(14)	105,4 (4)	C(63)–C(61)–C(64)	110,5 (4)
C(12)–C(11)–C(13)	112,4 (4)		
C(12)–C(11)–C(14)	110,6 (5)		
Sulfate			
O(19)–S(18)–O(20)	107,4 (2)		
O(19)–S(18)–O(21)	108,5 (3)		
O(19)–S(18)–O(22)	110,0 (2)		
O(20)–S(18)–O(21)	109,0 (3)		
O(20)–S(18)–O(22)	109,4 (2)		
O(21)–S(18)–O(22)	112,4 (3)		

Discussion. Un calcul de F_c a été réalisé avec tous les atomes sauf les atomes d'oxygène O(8) et O(80) de la molécule A. Des sections de Fourier différence ont alors été effectuées autour de l'atome de carbone C(7); elles

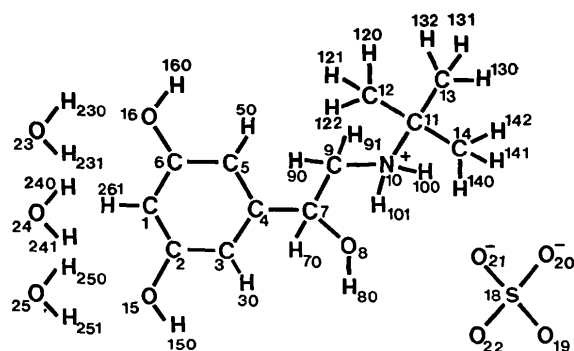


Fig. 1. Numérotation atomique de la molécule A. (Il faut ajouter 50 à la numérotation de la molécule A pour obtenir celle de la molécule B.)

montrent sans ambiguïté que l'oxygène de l'hydroxyle de la molécule A se répartit entre deux positions O(8) et O(80), avec des densités électroniques identiques (Fig. 2). La molécule B quant à elle ne présente pas ce phénomène, l'atome d'oxygène O(58) a une position unique dans le cristal parfaitement bien définie. Le calcul des plans moyens formés par les atomes C(1) → C(6) (plan A) et C(51) → C(56) (plan B) montre que ces cycles sont très réguliers; ils ont pour équations respectives: plan A: $-0,1153x + 0,8464y - 0,5199z = 1,0512$ [c'est l'atome C(6) qui s'écarte le plus de ce plan avec une distance de 0,011 (4) Å]; plan B: $0,0488x + 0,8894y - 0,4545z = 1,7247$ [c'est l'atome C(54) qui s'écarte le plus de ce plan avec une distance de 0,010 (3) Å].

Il est intéressant de comparer la conformation des deux molécules (A et B) de la terbitaline avec les deux molécules indépendantes (A et B) du sulfate de salbutamol (Leger, Goursole, Gadret & Carpy, 1978). Deux angles dièdres permettent de connaître les positions des atomes d'azote N(10) et d'oxygène O(8) par rapport au cycle benzénique: $\tau_1 =$

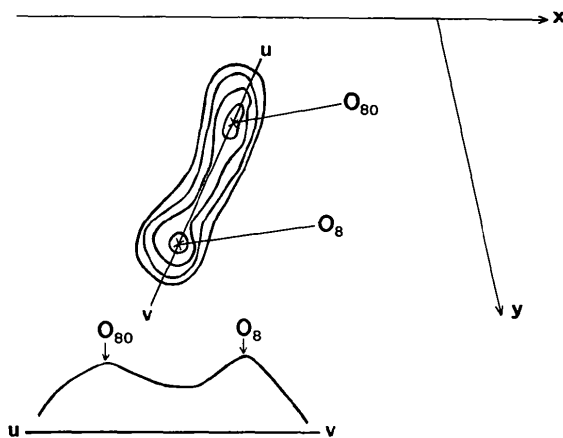


Fig. 2. Projection de la densité électronique autour de l'atome de carbone C(7) sur le plan (001).

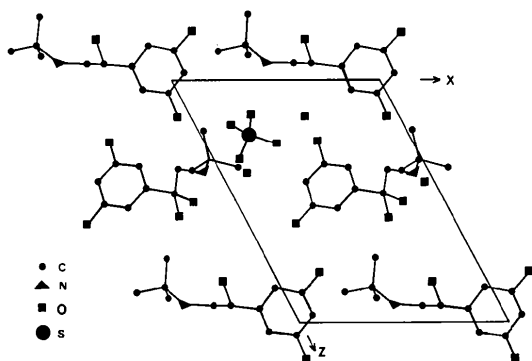
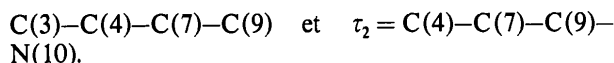


Fig. 3. Projection de la structure sur le plan (010). Seule la demi-maille correspondant à $y = 1$ a été représentée pour plus de clarté.



	Terbutaline A	Terbutaline B	Salbutamol A	Salbutamol B
τ_1	59 (1)°	62 (1)°	105 (1)°	101 (1)°
τ_2	180 (1)	182 (1)	164 (1)	171 (1)

Si les valeurs de l'angle dièdre τ_2 pour ces quatre molécules sont voisines de 180°, par contre les valeurs de l'angle dièdre τ_1 sont relativement différentes. Ce résultat n'est pas surprenant. En effet des calculs conformationnels (PCILO) effectués sur la molécule de salbutamol montrent que pour des valeurs de τ_1 comprises entre 55 et 110°, les énergies internes de la molécule sont très voisines (les différences d'énergie sont inférieures à 2 kJ mol⁻¹) (Leger, 1979).

La projection de la structure sur le plan (010) est donnée sur la Fig. 3.

Il existe un réseau très dense de liaisons hydrogène responsable de la cohésion cristalline (Tableau 6). Les deux hydrogènes du sulfate [H(100) et H(601)] sont transférés sur les atomes d'azote N(10) et N(60). Ils assurent respectivement les liaisons avec les atomes d'oxygène du sulfate O(20) et O(22). Quant aux

Tableau 6. Principaux contacts interatomiques

Code de symétrie

(I)	x, y, z	(VII)	$-x, -y, -z + 1$
(II)	$x - 1, y, z + 1$	(VIII)	$-x + 1, -y + 1, -z$
(III)	$x + 1, y + 1, z$	(IX)	$x, y + 1, -z$
(IV)	$x, y + 1, z$	(X)	$-x, -y, -z$
(V)	$x + 1, y, z$	(XI)	$-x + 1, -y + 1, -z + 1$
(VI)	$-x, -y + 1, -z + 1$		

Liaisons hydrogène

O(20,I)···N(10,I)	2,734 (4) Å	O(20,I)···H(101,I)	1,81 (4) Å
N(10,I)–H(101,I)···O(20,I)		176 (4)°	
O(22,I)···N(60,V)	2,830 (5) Å	O(22,I)···H(601,V)	1,84 (5) Å
O(22,I)···H(601,V)–N(60,V)		170 (5)°	
O(66,I)···O(24,VIII)	2,883 (6) Å	O(8,I)···O(25,VI)	2,76 (1) Å
O(58,I)···O(25,IX)	2,67 (1)	N(10,I)···O(25,VI)	2,86 (1)
O(58,I)···O(21,X)	2,711 (8)	O(16,I)···O(23,VI)	2,746 (6)
O(16,I)···O(66,II)	2,729 (5)	O(8,I)···O(19,VII)	2,779 (6)
O(23,I)···O(80,III)	2,74 (1)	O(80,I)···O(19,VII)	2,811 (9)
O(24,I)···O(19,IV)	2,841 (6)	O(23,I)···O(25,V)	2,56 (1)
O(19,I)···O(15,V)	2,750 (5)		

Principaux contacts de van der Waals <3,3 Å

O(23,I)···O(21,III)	3,237 (9) Å	O(23,I)···O(20,III)	3,092 (6) Å
O(80,I)···O(23,IX)	3,26 (1)	O(23,I)···N(10,XI)	3,298 (6)
O(23,I)···O(20,XI)	3,033 (6)	O(25,I)···C(14,VI)	3,27 (1)
O(80,I)···O(20,VIII)	3,013 (9)	O(24,I)···O(58,VIII)	3,123 (6)

molécules d'eau, elles sont toutes liées deux fois par des liaisons hydrogène. Les principaux contacts de van der Waals sont reportés dans le Tableau 6.

Les auteurs remercient les laboratoires Lematte et Boinot qui leur ont fourni l'échantillon étudié.

Références

- BUSETTA, B. (1976). *Acta Cryst.* A **32**, 359–362.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B **26**, 274–285.
 LEGER, J. M. (1979). Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques, Univ. de Bordeaux I.
 LEGER, J. M., GADRET, M. & CARPY, A. (1980). *Mol. Pharmacol.* **17**, 339–343.
 LEGER, J. M., GOURSOLLE, M., GADRET, M. & CARPY, A. (1978). *Acta Cryst.* B **34**, 1203–1208.