

Fig. 6 shows the orientation of the double bond of the dicyanomethylene group in DDC with respect to pyrene 1 and pyrene 2. In both cases the double bond is roughly centered over an aromatic ring. However, in the case of pyrene 2 there is no interatomic approach involving the double bond in the dicyanomethylene group and pyrene 2 less than 3.5 Å. Therefore one may conclude that the dicyanomethylene-pyrene interaction is much weaker for pyrene 2 than for pyrene 1.

Conclusion

DDC is capable of behaving as an electron acceptor in complexes in the same way as TCNE. There is, however, another way in which DDC can interact with an electron donor, *viz.* through an O atom in one of the two ethoxy groups. In P-DDC the latter appears to be the stronger interaction.

The computer facilities for this project were provided in part by the Computer Science Center of the University of Maryland. We wish to thank T. Blizzard and R. Wood for their technical assistance.

References

- BOEYENS, J. C. A. & HERBSTEIN, F. H. (1965). *J. Chem. Phys.* **69**, 2160.
 BOLTON, W. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 5–10.
 CAMERMAN, A. & TROTTER, J. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 636–643.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 863–867

Structure du (16βH)-Δ14-Vincanol

PAR NOËL RODIER

Laboratoire de Chimie minérale, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, Rue J.-B. Clément,
 92290 Chatenay-Malabry, France

ET SALAH BAASSOU, HACHEM MEHRI ET MICHEL PLAT

Laboratoire de Pharmacie chimique, Faculté des Sciences pharmaceutiques et biologiques, Rue J.-B. Clément,
 92290 Chatenay-Malabry, France

(Reçu le 21 avril 1980, accepté le 25 septembre 1981)

Abstract

C₁₉H₂₂N₂O is orthorhombic, *P*2₁2₁2₁, with *a* = 10.285 (8), *b* = 16.30 (2), *c* = 18.38 (2) Å, *Z* = 8, *D*_c = 1.268 Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and refined to a final *R* value of 0.047 for 2497 independent reflections. H atoms were located

0567-7408/82/030863-05\$01.00

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 FATIADI, A. J. (1978a). *Synthesis*, **165**, 241–282.
 FATIADI, A. J. (1978b). *J. Am. Chem. Soc.* **100**, 2586–2587.
 FATIADI, A. J. (1980a). *J. Org. Chem.* **45**, 1338–1339.
 FATIADI, A. J. (1980b). *Oxocarbons*, edited by R. WEST, ch. 4. New York: Academic Press.
 HAGEN, K. & HEDBERG, K. (1978a). *J. Mol. Struct.* **44**, 195–202.
 HAGEN, K. & HEDBERG, K. (1978b). *J. Chem. Phys.* **59**, 158–162.
 HANSON, A. W. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 1147–1151.
 HERBSTEIN, F. H. & SNYMAN, J. A. (1969). *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A*, **264**, 635–662.
 HIMES, V. L., MIGHELL, A. D., HUBBARD, C. R. & FATIADI, A. J. (1980). *J. Res. Natl Bur. Stand. US*, **85**, 87–97.
 KAI, Y., HAMA, F., YASUOKA, N. & KASAI, N. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1263–1270.
 KURODA, H., IKEMOTO, I. & AKAMATU, H. (1966). *Bull. Chem. Soc. Jpn*, **39**, 547–551.
 MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. of York, England, and Louvain, Belgium.
 PAULEN, G. & TRÆTTEBERG, M. (1975). *Acta Chem. Scand. Ser. A*, **28**, 1155–1161.
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C., AMMON, H. L., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The XRAY system – version of March 1976. 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.

and their positional parameters refined. The structure consists of layers which run parallel with the (001) plane and its cohesion is due to hydrogen bonds and van der Waals interactions. The ring conformations are sofa for *C* and *E*(1), half-chair for *D* and chair for *E*(2). The ring-junction configurations are planar for *A/B*, *B/C* and *B*(1)/*E*(1), *cis* for *C/D* and *D/E*, *trans* for

© 1982 International Union of Crystallography

C/E and quasi-trans for B(2)/E(2). The absolute configuration was deduced by analogy with vincamine and vincanol.

Introduction

Le (16βH)-Δ14-vincanol est un alcaloïde du *Melodinus celastroides* Baill (171 Jeanniot). Il a été séparé de la fraction basique extraite des parties aériennes de la plante par chromatographie sur colonne de silice et élution par l'éther. Des cristaux ont été obtenus par

Tableau 1. Coordonnées atomiques relatives, facteurs de température équivalents et écarts types

$$B_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i a_j$$

	x	y	z	B_{eq} (Å ²)
N(101)	0,8895 (3)	0,5191 (2)	0,1242 (2)	3,0 (2)
C(102)	0,8133 (4)	0,5849 (2)	0,1442 (2)	2,6 (2)
C(103)	0,5905 (5)	0,6525 (3)	0,0657 (3)	4,0 (2)
N(104)	0,6041 (4)	0,6492 (2)	0,1441 (2)	3,3 (2)
C(105)	0,6703 (5)	0,7231 (3)	0,1716 (3)	4,5 (2)
C(106)	0,8101 (5)	0,7384 (3)	0,1420 (3)	4,1 (2)
C(107)	0,8747 (4)	0,6566 (2)	0,1306 (2)	3,0 (2)
C(108)	0,9982 (4)	0,6359 (3)	0,0997 (2)	3,0 (2)
C(109)	1,1039 (5)	0,6806 (3)	0,0734 (3)	3,8 (2)
C(110)	1,2088 (5)	0,6402 (3)	0,0439 (3)	4,9 (3)
C(111)	1,2122 (5)	0,5556 (3)	0,0402 (3)	5,1 (3)
C(112)	1,1115 (5)	0,5081 (3)	0,0654 (3)	4,3 (2)
C(113)	1,0041 (4)	0,5493 (3)	0,0947 (2)	3,4 (2)
C(114)	0,5672 (4)	0,5719 (3)	0,0327 (2)	4,2 (2)
C(115)	0,5783 (4)	0,5008 (3)	0,0671 (2)	3,6 (2)
C(116)	0,8429 (4)	0,4359 (3)	0,1202 (3)	3,6 (2)
C(117)	0,7144 (4)	0,4278 (3)	0,1613 (3)	3,5 (2)
C(118)	0,4121 (5)	0,4053 (3)	0,1761 (3)	5,2 (3)
C(119)	0,4914 (5)	0,4812 (3)	0,1937 (3)	3,8 (2)
C(120)	0,6139 (4)	0,4958 (2)	0,1464 (2)	2,8 (2)
C(121)	0,6751 (4)	0,5766 (2)	0,1694 (2)	2,8 (2)
O(122)	0,9392 (3)	0,3877 (2)	0,1556 (2)	4,5 (2)
N(201)	0,0651 (3)	0,0146 (2)	0,1726 (2)	3,0 (2)
C(202)	0,0887 (4)	0,0974 (2)	0,1603 (2)	2,9 (2)
C(203)	-0,0115 (5)	0,2082 (3)	0,0469 (2)	3,5 (2)
N(204)	0,0172 (3)	0,2313 (2)	0,1221 (2)	2,8 (1)
C(205)	0,1561 (4)	0,2577 (2)	0,1296 (3)	3,7 (2)
C(206)	0,2564 (4)	0,1916 (3)	0,1087 (3)	4,1 (2)
C(207)	0,2099 (4)	0,1084 (2)	0,1307 (2)	3,2 (2)
C(208)	0,2661 (4)	0,0296 (2)	0,1228 (2)	3,0 (2)
C(209)	0,3861 (5)	0,0011 (3)	0,0957 (3)	4,2 (2)
C(210)	0,4112 (5)	-0,0815 (3)	0,0940 (3)	5,2 (3)
C(211)	0,3185 (6)	-0,1364 (3)	0,1202 (3)	4,9 (3)
C(212)	0,1978 (5)	-0,1121 (3)	0,1464 (3)	4,1 (2)
C(213)	0,1743 (5)	-0,0284 (3)	0,1479 (2)	3,3 (2)
C(214)	-0,1327 (5)	0,1592 (3)	0,0402 (2)	3,7 (2)
C(215)	-0,1918 (4)	0,1257 (3)	0,0966 (3)	3,5 (2)
C(216)	-0,0685 (4)	-0,0159 (2)	0,1787 (2)	3,3 (2)
C(217)	-0,1504 (4)	0,0505 (3)	0,2125 (2)	3,5 (2)
C(218)	-0,3800 (5)	0,1860 (4)	0,2047 (4)	6,3 (3)
C(219)	-0,2330 (5)	0,1959 (3)	0,2157 (3)	4,2 (2)
C(220)	-0,1474 (4)	0,1335 (3)	0,1734 (2)	3,0 (2)
C(221)	-0,0071 (4)	0,1632 (2)	0,1749 (2)	2,7 (2)
O(222)	-0,0708 (3)	-0,0890 (2)	0,2197 (2)	4,4 (2)
H(106)	0,851 (4)	0,774 (3)	0,185 (2)	
H(122)	0,947 (4)	0,335 (3)	0,147 (2)	
H(205)	0,168 (4)	0,267 (2)	0,191 (2)	
H'(205)	0,166 (4)	0,308 (2)	0,095 (2)	
H(222)	-0,035 (4)	-0,088 (3)	0,261 (2)	

évaporation d'une solution dans l'acétone. Le but de l'étude cristallographique est de préciser sa structure moléculaire laquelle n'a pu être entièrement résolue par les méthodes spectroscopiques usuelles.

Groupe spatial. Mesure de l'intensité des réflexions

Le (16βH)-Δ14-vincanol cristallise dans le système orthorhombique, groupe spatial $P2_12_12_1$. Les paramètres cristallins indiqués ci-dessus ont été déterminés avec un diffractomètre automatique Enraf-Nonius CAD-4 utilisant le rayonnement Mo $K\alpha$ isolé par un monochromateur. Le monocristal choisi pour déterminer la structure a la forme d'un prisme droit à bases losange dont les dimensions approximatives sont de $0,45 \times 0,30 \times 0,27$ mm. 3280 réflexions appartenant au domaine défini par $0 \leq \theta \leq 26^\circ$ ont été mesurées avec le diffractomètre automatique effectuant un balayage $\omega/2\theta$ et leurs intensités corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation. 2497 d'entre elles vérifient l'inégalité $I > 2\sigma(I)$; elles ont été considérées comme observées et conservées pour affiner la structure.

Résolution et affinement de la structure

Les atomes de carbone, d'azote et d'oxygène ont été localisés par la méthode de la multirésolution à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) et les atomes d'hydrogène en calculant la série de Fourier des différences ($F_o - F_c$). Le programme utilisé pour affiner la structure et calculer les distances interatomiques et les angles des liaisons est le programme XRAY (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson

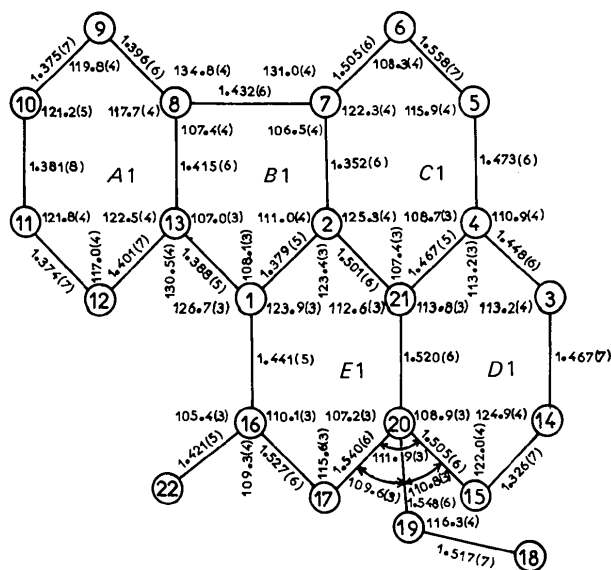


Fig. 1. Distances interatomiques (Å), angles des liaisons (°) et écarts types dans la molécule (1).

Tableau 2. Angles de torsion ($^{\circ}$) et écarts types

Les valeurs de la colonne (I) correspondent à la molécule (1) et celles de la colonne (II) à la molécule (2).

Cycle A	(I)	(II)	Cycle B	(I)	(II)
C(13)–C(8)–C(9)–C(10)	0,0 (7)	0,2 (7)	C(13)–N(1)–C(2)–C(7)	–1,5 (5)	–1,7 (5)
C(8)–C(9)–C(10)–C(11)	–0,5 (8)	–1,0 (8)	N(1)–C(2)–C(7)–C(8)	0,2 (5)	0,7 (5)
C(9)–C(10)–C(11)–C(12)	0,3 (9)	2,1 (8)	C(2)–C(7)–C(8)–C(13)	1,2 (5)	0,6 (5)
C(10)–C(11)–C(12)–C(13)	0,4 (8)	–2,2 (8)	C(7)–C(8)–C(13)–N(1)	–2,1 (5)	–1,6 (5)
C(11)–C(12)–C(13)–C(8)	–0,9 (7)	1,4 (7)	C(8)–C(13)–N(1)–C(2)	2,2 (4)	2,0 (5)
C(12)–C(13)–C(8)–C(9)	0,7 (7)	–0,4 (7)			
Cycle C	(I)	(II)	Cycle D	(I)	(II)
C(2)–C(21)–N(4)–C(5)	–56,3 (4)	–55,9 (4)	N(4)–C(3)–C(14)–C(15)	–10,8 (7)	–13,5 (6)
C(21)–N(4)–C(5)–C(6)	65,1 (5)	64,2 (5)	C(3)–C(14)–C(15)–C(20)	1,6 (7)	1,1 (7)
N(4)–C(5)–C(6)–C(7)	–34,2 (6)	–36,0 (6)	C(14)–C(15)–C(20)–C(21)	–18,5 (6)	–16,3 (6)
C(5)–C(6)–C(7)–C(2)	0,9 (6)	4,3 (6)	C(15)–C(20)–C(21)–N(4)	45,8 (5)	43,7 (4)
C(6)–C(7)–C(2)–C(21)	2,0 (7)	–1,0 (7)	C(20)–C(21)–N(4)–C(3)	–58,1 (5)	–59,0 (4)
C(7)–C(2)–C(21)–N(4)	26,5 (5)	27,6 (5)	C(21)–N(4)–C(3)–C(14)	38,1 (5)	41,6 (5)
Cycle E	(I)	(II)			
C(16)–N(1)–C(2)–C(21)	4,6 (6)	19,8 (6)			
N(1)–C(2)–C(21)–C(20)	–20,0 (5)	–24,7 (5)			
C(2)–C(21)–C(20)–C(17)	44,5 (4)	41,7 (5)			
C(21)–C(20)–C(17)–C(16)	–60,6 (5)	–61,0 (5)			
C(20)–C(17)–C(16)–N(1)	45,5 (5)	55,3 (5)			
C(17)–C(16)–N(1)–C(2)	–16,3 (6)	–32,6 (5)			
Jonction des cycles					
	(I)	(II)		(I)	(II)
N(1)–C(2)–C(7)–C(6)	175,4 (4)	176,8 (4)	C(6)–C(7)–C(8)–C(9)	4,1 (9)	3,9 (9)
N(1)–C(2)–C(21)–N(4)	–146,1 (4)	–149,9 (4)	C(6)–C(7)–C(8)–C(13)	–173,5 (5)	–175,0 (5)
N(1)–C(13)–C(8)–C(9)	179,9 (4)	179,3 (4)	C(7)–C(2)–N(1)–C(16)	–168,9 (4)	–158,1 (4)
N(1)–C(13)–C(12)–C(11)	–179,8 (5)	–178,2 (5)	C(7)–C(2)–C(21)–C(20)	152,6 (4)	152,9 (4)
C(2)–N(1)–C(13)–C(12)	–178,8 (5)	–178,4 (5)	C(7)–C(8)–C(9)–C(10)	–177,4 (5)	–178,7 (5)
C(2)–C(7)–C(8)–C(9)	178,8 (5)	179,5 (5)	C(7)–C(8)–C(13)–C(12)	178,8 (4)	178,7 (4)
C(2)–C(21)–C(20)–C(15)	–76,8 (4)	–79,1 (4)	C(8)–C(7)–C(2)–C(21)	–173,2 (4)	–177,1 (4)
C(2)–C(21)–N(4)–C(3)	67,3 (4)	66,9 (4)	C(8)–C(13)–N(1)–C(16)	169,2 (4)	156,2 (4)
C(3)–N(4)–C(5)–C(6)	–60,0 (5)	–60,0 (5)	C(12)–C(13)–N(1)–C(16)	–11,8 (7)	–24,2 (7)
N(4)–C(21)–C(20)–C(17)	167,1 (3)	164,5 (3)	C(13)–N(1)–C(2)–C(21)	172,0 (4)	176,2 (4)
C(5)–N(4)–C(3)–C(14)	160,5 (4)	163,1 (3)	C(13)–N(1)–C(16)–C(17)	178,7 (4)	176,3 (4)
C(5)–N(4)–C(21)–C(20)	178,2 (4)	178,2 (3)	C(14)–C(15)–C(20)–C(17)	–136,8 (4)	–134,3 (5)
C(5)–C(6)–C(7)–C(8)	174,9 (5)	179,3 (5)	C(15)–C(20)–C(17)–C(16)	58,8 (5)	58,7 (5)
Chaîne éthyle					
	(I)	(II)		(I)	(II)
C(15)–C(20)–C(19)–C(18)	57,5 (5)	46,1 (6)	C(14)–C(15)–C(20)–C(19)	100,5 (5)	103,7 (5)
C(17)–C(20)–C(19)–C(18)	–66,5 (5)	–77,1 (5)	C(16)–C(17)–C(20)–C(19)	–177,9 (4)	–178,4 (4)
C(2)–C(21)–C(20)–C(19)	162,7 (3)	159,6 (4)	C(18)–C(19)–C(20)–C(21)	176,9 (4)	166,6 (4)
N(4)–C(21)–C(20)–C(19)	–74,7 (4)	–77,6 (4)			
Hydroxyle					
	(I)	(II)		(I)	(II)
C(2)–N(1)–C(16)–O(22)	–134,1 (4)	–155,4 (3)	C(20)–C(17)–C(16)–O(22)	160,8 (3)	176,9 (4)
C(13)–N(1)–C(16)–O(22)	60,9 (5)	53,4 (5)			

& Hall, 1972). Les distances des atomes aux plans moyens des molécules ont été déterminées avec le programme *NRC* (Ahmed, Hall, Pippy & Huber, 1966) et les angles de torsion avec le programme *ORFFE* (Busing, Martin & Levy, 1964). La valeur finale obtenue pour le facteur *R* est égale à 0,047.

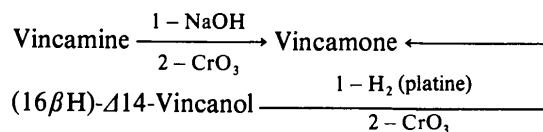
La numérotation atomique utilisée dans les Tableaux

1 et 4 s'obtient en ajoutant aux numéros indiqués sur les Figs. 1 et 2 le nombre 100 lorsque les atomes appartiennent à la première molécule de l'unité asymétrique et le nombre 200 lorsqu'ils appartiennent à la deuxième. Le Tableau 1 donne les coordonnées relatives des atomes 'lourds' et de quelques atomes d'hydrogène. Les longueurs et les angles des liaisons

$E(1)$ n'est pas très éloigné de la forme sofa, tandis que $E(2)$ peut être considéré comme présentant le type chaise bien que C(220) et N(201) se trouvent respectivement à 0,641 et à 0,294 Å du plan défini par C(202), C(221), C(216) et C(217). La moyenne des angles dièdres est égale à 31,9° dans $E(1)$ et à 39,2° dans $E(2)$. Dans le premier, la 'symétrie dominante' est la symétrie par rapport à la droite passant par les milieux de N(1)–C(2) et C(17)–C(20). $\Delta C_{2,2}^1 = 2,7^\circ$ alors que $\Delta C_s^1 = 18,7^\circ$ et $\Delta C_s^2 = 20,5^\circ$. Dans $E(2)$, les 'symétries dominantes' sont caractérisées par $\Delta C_s^1 = 6,8^\circ$ et $\Delta C_{2,2}^1 = 11,1^\circ$. Ainsi, comme l'a déjà montré la comparaison des longueurs et des angles des liaisons, des angles de torsion et des distances aux plans des noyaux benzéniques, les deux molécules de l'unité asymétrique ont des géométries très voisines, sauf dans la région du cycle E .

Les types de jonction entre les cycles sont précisés dans le Tableau 3. Les valeurs des angles de torsion C(2)–C(21)–N(4)–C(3), C(2)–C(21)–C(20)–C(15), C(3)–N(4)–C(5)–C(6) et C(16)–C(17)–C(20)–C(15) (Tableau 2) indiquent, comme le suggère la Fig. 3, que l'orientation du cycle D est nettement différente de celles des cycles C et E et du reste de la molécule. L'angle du plan du noyau benzénique et du plan défini par C(3), C(14), C(15) et C(20) mesure 79° dans la première molécule et 86° dans la deuxième.

La configuration absolue de l'alcaloïde étudié a été déduite de celle de la vincamine (Weber & Petcher, 1973). La corrélation chimique entre les deux composés (Trojánek, Strouf, Holubek & Cėkan, 1964; Baassou, Mehri & Plat, 1981) peut être représentée par le schéma suivant:



L'hydroxyle en 16 a donc l'orientation α (Toth, Clauder, Gesztes, Vemul & Snatzk, 1980). Il en est de même pour l'atome d'hydrogène en 21, pour la chaîne éthyle en 20 et pour le doublet libre de l'atome d'azote N(4).

Tableau 3. *Jonction des cycles*

S est la somme des valeurs absolues des angles de torsion endocycliques autour de la liaison commune aux deux cycles.

Jonction	Configuration	S (°)	Jonction	Configuration	S (°)
A(1)/B(1)	plane	2,8	A(2)/B(2)	plane	2,0
B(1)/C(1)	plane	2,2	B(2)/C(2)	plane	1,7
B(1)/E(1)	plane	6,1	B(2)/E(2)	quasi-trans	21,5
C(1)/D(1)	cis	114,4	C(2)/D(2)	cis	114,9
C(1)/E(1)	trans	46,5	C(2)/E(2)	trans	52,3
D(1)/E(1)	cis	90,3	D(2)/E(2)	cis	85,4

Tableau 4. *Liaisons hydrogène et écarts types*

A–H...B	A–B (Å)	A–H...B (°)
O(222)–H(222)...O(122 ^{III})	2,690 (5)	165 (4)
O(122)–H(122)...N(204 ^{II})	2,743 (5)	163 (4)
C(106)–H(106)...O(222 ^I)	3,384 (6)	145 (4)

Code de symétrie: (i) $1 + x, 1 + y, z$; (ii) $1 + x, y, z$; (iii) $1 - x, -\frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$; (iv) $-1 + x, y, z$.

Dans les deux molécules, la liaison C(18)–C(19) est antipériplanaire à C(20)–C(21) et synclinale à C(20)–C(17) et à C(20)–C(15). O(22)–C(16) est antipériplanaire à C(20)–C(17) et, par rapport à N(1)–C(2), elle est anticlinale dans la molécule 1 et antipériplanaire dans la molécule 2.

Outre les liaisons hydrogène O(222)–H(222)...O(122^{III}) et O(122)–H(122)...N(204^{II}) (Tableau 4), il semble que l'on puisse admettre l'existence d'une liaison hydrogène entre C(106) et O(222^I). En effet, la distance C(106)–O(222^I) [3,384 (6) Å] et l'angle C(106)–H(106)...O(222^I) [145 (4)°] sont comparables à leurs homologues dans ce type de liaisons; de plus, la liaison C(106)–H(106) doit être légèrement polarisée dans le sens C^(δ^-)–H^(δ^+) en raison de la position de C(6) en α du noyau indolique. Par contre, les angles C(205)–H(205)...O(122^{IV}) [79 (2)°] et C(205)–H'(205)...O(122^{IV}) [93 (2)°] et la très faible polarisation des liaisons C–H issues de C(5) ne permettent pas d'envisager de liaison hydrogène entre C(205) et O(122^{IV}) bien que ces deux atomes soient situés à 3,114 Å l'un de l'autre. En fait, cette distance s'explique essentiellement par la présence de la liaison O(122)–H(122)...N(204^{II}).

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & HUBER, C. P. (1966). NRC Crystallographic Programs for the IBM/360 System. *World List of Crystallographic Computer Programs*, p. 52. Utrecht: Oosthoek.
- BAASSOU, S., MEHRI, H. & PLAT, M. (1981). *Planta Med.* A paraître.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1964). *ORFFE*. Report ORNL-TM-306. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- DUAX, W. L. & NORTON, D. A. (1975). *Atlas of Steroid Structure*, Tome 1. New York:IFI/Plenum.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.
- STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). The XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
- TOTH, G., CLAUDER, O., GESZTES, K., VEMUL, S. S. & SNATZK, G. (1980). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 701–703.
- TROJÁNEK, J., STROUF, O., HOLUBEK, J. & CĚKAN, Z. (1964). *Collect. Czech. Chem. Commun.* 29, 433–446.
- WEBER, H. P. & PETCHER, T. J. (1973). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 2001–2006.