

Fig. 1. Perspective view with atomic numbering scheme.

The C(8)—N(2) distance of 1.302 (7) Å is indicative of the double-bond character, when compared with the distances for C(8)—N(1) and C(8)—N(3) of

1.327 (6) and 1.345 (5) Å, respectively. A  $^{15}\text{N}$  NMR spectroscopic study in solution also confirmed the presence of one N group, two NH groups and one  $\text{NH}_2$  group. The O(4)—N(1)—C(8)—N(2) and N(2)—C(8)—N(3)—N(4) torsion angles are  $-13.7$  (7) and  $-11.1$  (6)° respectively.

#### References

- ADAMSON, R. H. (1972). *Nature (London)*, **236**, 400–401.  
 MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.  
 SHELDRICK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.  
 T'ANG, A., LIEN, E. J. & LAI, M. M. J. (1985). *J. Med. Chem.* **28**, 1106–1109.

*Acta Cryst.* (1991). **C47**, 355–357

## Structure du Sulfate Dihydrate du $6'H^+$ Didéhydro-3',4' Désoxy-4' Nor-C' Vincaléukoblastine (Nor-5' Anhydrovinblastine), Sulfate Dihydrate de la Navelbine

PAR J. M. LEGER

Laboratoire de Chimie Analytique, URA 605 CNRS, Faculté de Pharmacie, 3 place de la Victoire, 33076 Bordeaux CEDEX, France

ET J. FAHY, R. LAHANA ET PH. HATINGUAIS

Centre de Recherches Pierre Fabre, 17 Avenue Jean Moulin, 81106 Castres CEDEX, France

(Reçu le 24 février 1990, accepté le 19 avril 1990)

**Abstract.**  $6'H^+$ -3',4'-Didehydro-4'-deoxy-C'-norvincaléukoblastinium sulfate dihydrate,  $\text{C}_{45}\text{H}_{55}\text{N}_4\text{O}_8^+ \cdot \text{HO}_4\text{S}^- \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 913.04$ , monoclinic,  $P2_1$ ,  $a = 10.778$  (2),  $b = 20.574$  (3),  $c = 11.326$  (2) Å,  $\beta = 103.94$  (2)°,  $V = 2437.6$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_x = 1.244$  g cm<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Cu } K\alpha) = 1.5418$  Å,  $\mu = 11.3$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 984$ ,  $T = 293$  K, final  $R = 0.079$  for 3072 independent reflections [ $I > 3\sigma(I)$ ]. One proton from the sulfuric acid is transferred to the N atom of the  $\Delta^2$ -azonine ring. Hydrogen bonds, O—H...O and two N—H...O, participate in the cohesion of the structure.

**Introduction.** La navelbine est un nouvel analogue hémisynthétique des alcaloïdes antimitotiques de la série vinblastine.

Après couplage entre le *N*-oxyde de catharanthine et la vindoline suivant la réaction de Polonovski

modifiée par Potier, le groupement 'tryptamine' de l'anhydrovinblastine obtenue est transformé en 'gramine' (Mangeny, Andriamialisoa, Langlois, Langlois & Potier, 1979).

Les structures moléculaires des dérivés naturels, vinblastine et vincristine, sous forme d'iodométhylates, ont été déterminées par Moncrief & Lipscomb (1966).

La structure moléculaire de la navelbine (base) a été présentée au 7ème Congrès Européen de Crystallographie à Jérusalem; cependant il n'est pas possible d'effectuer une comparaison: les coordonnées atomiques n'étant pas à ce jour publiées (Leroy, Riche, Mangeny, Langlois & Langlois, 1982).

L'étude cristallographie de la navelbine a été entreprise dans le but de préciser la géométrie de cette molécule, afin d'expliquer les différences d'activité observées par rapport aux composés naturels.

**Partie expérimentale.** Le composé a été cristallisé dans l'éthanol. Cristaux de dimension 0,2 × 0,3 × 0,4 mm. Diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4. Les paramètres de la maille déterminés et affinés à partir de 25 réflexions ( $8 < \theta < 17^\circ$ ). 4268 réflexions indépendantes mesurées, 1196 réflexions inobservées [ $I < 3\sigma(I)$ ]. Domaine de mesure 1 à 65° ( $\theta$ ).  $-13 \leq h \leq 13$ ,  $0 \leq k \leq 24$ ,  $-12 \leq l \leq 12$ . Type de balayage:  $\omega$ . Deux réflexions de référence, variation négligeable.

Pas de correction d'absorption. Résolution de la structure (méthodes directes), par *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980) et par *PATSEE* (Egert & Sheldrick, 1985), conduisant à une position correcte de la molécule dans la maille.

Affinement  $\beta_i$  puis  $\beta_{ij}$  des atomes C, N et O par la méthode des blocs diagonaux:  $w = 1$  si  $|F_o| < P$ ,  $P = [F_o^2(\max)/10]^{1/2}$ ,  $w = (P/F_o)^2$  si  $|F_o| > P$ . Affinement basé sur les  $F$ .

Facteurs de diffusion de *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV) pour C, N et O; de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les atomes d'hydrogène affinés en Bi (correction de diffusion anormale pour S).

Facteur final  $R = 0,079$  pour l'ensemble des 3072 réflexions,  $wR = 0,082$ ,  $S = 1,102$ .  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,2$ . Densité résiduelle  $\pm 0,4 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ . Calculs effectués sur Mini-6/92, CII-Honeywell-Bull (programmes *CRISTA*, *CRISAFI*, *UTIL*, Laboratoire de cristallographie de Bordeaux I, Talence).\*

**Discussion.** La numérotation des atomes est indiquée sur la Fig. 1. Les coordonnées atomiques ainsi que

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53211: 31 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

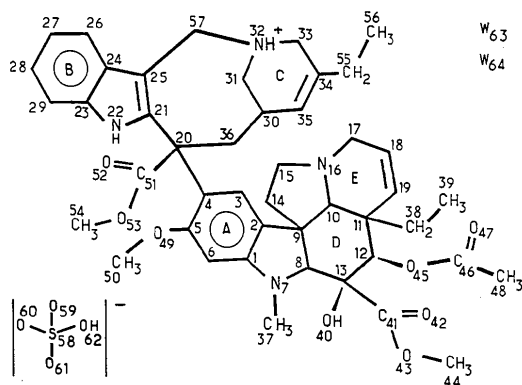


Fig. 1. Numérotation atomique.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents  $B_{\text{eq}}$  ( $\text{Å}^2$ )

$$B_{\text{eq}} = (4/3) \sum_i \sum_j \beta_{ij} a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	$B_{\text{eq}}$
C(1)	0,6942 (8)	0,6497 (4)	0,6953 (8)	3,5
C(2)	0,7608 (7)	0,6431 (4)	0,8190 (7)	3,1
C(3)	0,8127 (7)	0,5834 (4)	0,8601 (7)	3,4
C(4)	0,8024 (7)	0,5307 (4)	0,7743 (8)	3,4
C(5)	0,7326 (8)	0,5407 (5)	0,6512 (8)	4,0
C(6)	0,6762 (9)	0,5996 (5)	0,6083 (8)	4,3
N(7)	0,6518 (7)	0,7142 (4)	0,6724 (6)	4,1
C(8)	0,8948 (8)	0,7531 (4)	0,7866 (8)	3,9
C(9)	0,7800 (7)	0,7088 (4)	0,8862 (8)	3,6
C(10)	0,7591 (7)	0,7111 (4)	1,0201 (8)	3,7
C(11)	0,6256 (7)	0,7083 (4)	1,0343 (8)	3,4
C(12)	0,5351 (7)	0,7312 (4)	0,9100 (8)	3,4
C(13)	0,5864 (7)	0,7838 (4)	0,8354 (8)	3,3
C(14)	0,9142 (8)	0,7315 (5)	0,9123 (9)	4,5
C(15)	0,9351 (8)	0,7744 (5)	1,0305 (9)	4,6
N(16)	0,8150 (6)	0,7752 (3)	1,0660 (6)	3,7
C(17)	0,8268 (9)	0,7864 (5)	1,2008 (9)	4,5
C(18)	0,7031 (9)	0,7776 (5)	1,2297 (9)	4,7
C(19)	0,6128 (9)	0,7458 (5)	1,1515 (9)	4,5
C(20)	0,8789 (7)	0,4700 (4)	0,8050 (8)	3,4
C(21)	0,9284 (7)	0,4589 (4)	0,9477 (7)	3,5
N(22)	0,8514 (6)	0,4492 (4)	1,0256 (7)	4,0
C(23)	0,9123 (9)	0,4353 (5)	1,1464 (8)	4,3
C(24)	1,0399 (8)	0,4370 (4)	1,1498 (8)	3,9
C(25)	1,0482 (7)	0,4519 (4)	1,0217 (8)	3,6
C(26)	1,1220 (9)	0,4232 (5)	1,2634 (9)	5,0
C(27)	1,0822 (12)	0,4068 (7)	1,3688 (10)	6,5
C(28)	0,9606 (12)	0,4049 (7)	1,3677 (10)	6,4
C(29)	0,8712 (10)	0,4195 (6)	1,2546 (9)	5,5
C(30)	1,0626 (9)	0,5312 (5)	0,7453 (9)	4,4
C(31)	1,1091 (8)	0,5609 (4)	0,8758 (9)	4,2
N(32)	1,2057 (6)	0,5229 (4)	0,9576 (7)	4,0
C(33)	1,3164 (9)	0,5183 (6)	0,9020 (10)	5,3
C(34)	1,2841 (9)	0,5091 (6)	0,7640 (10)	5,4
C(35)	1,1738 (10)	0,5136 (6)	0,6897 (10)	5,3
C(36)	0,9813 (8)	0,4694 (4)	0,7329 (8)	3,9
C(37)	0,6387 (14)	0,7410 (6)	0,5455 (10)	6,9
C(38)	0,5924 (8)	0,6361 (5)	1,0510 (9)	4,7
C(39)	0,6657 (11)	0,6016 (6)	1,1727 (11)	6,0
O(40)	0,6283 (5)	0,8391 (3)	0,9105 (6)	3,8
C(41)	0,4906 (9)	0,8078 (5)	0,7215 (9)	4,2
O(42)	0,4971 (7)	0,8612 (4)	0,6732 (7)	5,9
O(43)	0,4053 (6)	0,7647 (3)	0,6766 (6)	5,0
C(44)	0,3115 (11)	0,7825 (8)	0,5626 (11)	7,3
O(45)	0,4306 (5)	0,7604 (3)	0,9439 (6)	4,1
C(46)	0,3241 (8)	0,7282 (5)	0,9095 (10)	5,2
O(47)	0,3121 (6)	0,6761 (4)	0,8570 (8)	6,7
C(48)	0,2254 (10)	0,7678 (7)	0,9508 (15)	7,5
O(49)	0,7235 (6)	0,4871 (3)	0,5724 (5)	4,8
C(50)	0,6696 (10)	0,4949 (6)	0,4401 (9)	5,6
C(51)	0,8010 (8)	0,4080 (4)	0,7605 (9)	4,2
O(52)	0,8406 (7)	0,3615 (3)	0,7105 (7)	5,8
O(53)	0,6949 (6)	0,4098 (3)	0,7876 (6)	4,8
C(54)	0,6164 (11)	0,3540 (6)	0,7491 (13)	6,8
C(55)	1,3938 (14)	0,4946 (10)	0,7112 (14)	9,4
C(56)	1,3838 (16)	0,4761 (14)	0,5844 (18)	11,9
C(57)	1,1678 (8)	0,4548 (4)	0,9856 (8)	4,0
S(58)	0,6877 (3)	0,1335 (2)	0,7390 (3)	6,1
O(59)	0,7440 (12)	0,1161 (6)	0,8604 (10)	10,0
O(60)	0,6981 (13)	0,0901 (6)	0,6703 (11)	10,8
O(61)	0,6395 (12)	0,1986 (5)	0,7343 (14)	11,7
O(62)	0,7952 (16)	0,1456 (10)	0,6631 (13)	14,3
O(63)	0,4321 (7)	0,4790 (4)	0,1886 (7)	6,1
O(64)	0,5892 (8)	0,4225 (5)	1,0444 (9)	7,5

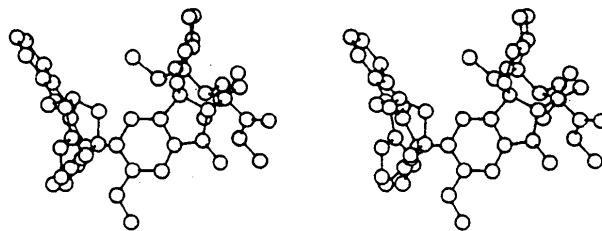


Fig. 2. Représentation stéréoscopique de la molécule.

Tableau 2. Distances interatomiques (Å) et angles des liaisons (°) avec les écarts types

C(1)—C(2)	1,419 (10)	C(21)—C(25)	1,367 (11)
C(1)—C(6)	1,407 (12)	N(22)—C(23)	1,397 (11)
C(1)—N(7)	1,408 (10)	C(23)—C(24)	1,366 (12)
C(2)—C(3)	1,384 (10)	C(23)—C(29)	1,438 (13)
C(2)—C(9)	1,539 (10)	C(24)—C(25)	1,507 (11)
C(3)—C(4)	1,443 (11)	C(24)—C(26)	1,403 (12)
C(4)—C(5)	1,431 (11)	C(25)—C(57)	1,444 (11)
C(4)—C(20)	1,490 (11)	C(26)—C(27)	1,404 (15)
C(5)—C(6)	1,389 (12)	C(27)—C(28)	1,308 (17)
C(5)—O(49)	1,408 (10)	C(28)—C(29)	1,437 (16)
N(7)—C(8)	1,496 (11)	S(58)—O(61)	1,432 (12)
N(7)—C(37)	1,514 (14)	C(30)—C(31)	1,566 (12)
C(8)—C(9)	1,566 (11)	C(30)—C(35)	1,525 (14)
C(8)—C(13)	1,543 (11)	C(30)—C(36)	1,532 (12)
C(9)—C(10)	1,586 (11)	C(31)—N(32)	1,445 (11)
C(9)—C(14)	1,481 (11)	N(32)—C(33)	1,480 (12)
C(10)—C(11)	1,488 (11)	N(32)—C(57)	1,515 (11)
C(10)—N(16)	1,490 (10)	C(33)—C(34)	1,529 (14)
C(11)—C(12)	1,579 (11)	C(34)—C(35)	1,284 (14)
C(11)—C(19)	1,570 (12)	C(34)—C(55)	1,477 (19)
C(11)—C(38)	1,550 (12)	C(38)—C(39)	1,582 (14)
C(12)—C(13)	1,553 (11)	C(41)—O(42)	1,237 (11)
S(58)—O(60)	1,405 (12)	C(41)—O(43)	1,290 (11)
C(12)—O(45)	1,409 (9)	O(43)—C(44)	1,481 (14)
C(13)—O(40)	1,427 (9)	O(45)—C(46)	1,302 (11)
C(13)—C(41)	1,527 (11)	C(46)—O(47)	1,218 (12)
C(14)—C(15)	1,574 (12)	C(46)—C(48)	1,502 (16)
C(15)—N(16)	1,445 (11)	O(49)—C(50)	1,479 (12)
N(16)—C(17)	1,518 (11)	C(51)—O(52)	1,239 (11)
C(17)—C(18)	1,459 (13)	C(51)—O(53)	1,255 (10)
C(18)—C(19)	1,322 (13)	O(53)—C(54)	1,430 (13)
C(20)—C(21)	1,592 (11)	C(55)—C(56)	1,464 (26)
C(20)—C(36)	1,523 (11)	S(58)—O(59)	1,409 (11)
C(20)—C(51)	1,544 (11)	S(58)—O(62)	1,621 (16)
C(21)—N(22)	1,364 (10)		

C(2)—C(1)—C(6)	125,0 (7)	C(4)—C(20)—C(21)	112,9 (6)
C(2)—C(1)—N(7)	109,7 (6)	C(4)—C(20)—C(36)	108,3 (6)
C(6)—C(1)—N(7)	125,3 (7)	C(4)—C(20)—C(51)	112,9 (6)
C(1)—C(2)—C(3)	118,9 (7)	C(21)—C(20)—C(36)	115,7 (6)
C(1)—C(2)—C(9)	112,4 (6)	C(21)—C(20)—C(51)	103,6 (6)
C(3)—C(2)—C(9)	128,1 (6)	C(36)—C(20)—C(51)	103,0 (6)
C(2)—C(3)—C(4)	118,8 (7)	C(20)—C(21)—N(22)	124,8 (6)
C(3)—C(4)—C(5)	119,0 (7)	C(20)—C(21)—C(25)	132,4 (7)
C(3)—C(4)—C(20)	121,6 (7)	N(22)—C(21)—C(25)	102,7 (7)
C(5)—C(4)—C(20)	118,7 (7)	C(21)—N(22)—C(23)	116,6 (7)
C(4)—C(5)—C(6)	123,4 (7)	N(22)—C(23)—C(24)	104,8 (7)
C(4)—C(5)—O(49)	116,4 (7)	N(22)—C(23)—C(29)	135,4 (8)
C(6)—C(5)—O(49)	120,2 (7)	C(24)—C(23)—C(29)	119,8 (8)
C(1)—C(6)—C(5)	114,8 (7)	C(23)—C(24)—C(25)	105,7 (7)
C(1)—N(7)—C(8)	109,0 (6)	C(23)—C(24)—C(26)	115,4 (8)
C(1)—N(7)—C(37)	118,1 (7)	C(25)—C(24)—C(26)	138,9 (8)
C(8)—N(7)—C(37)	124,4 (7)	C(21)—C(25)—C(24)	110,2 (7)
N(7)—C(8)—C(9)	108,5 (6)	C(21)—C(25)—C(57)	126,7 (7)
N(7)—C(8)—C(13)	115,2 (6)	C(24)—C(25)—C(57)	123,0 (7)
C(9)—C(8)—C(13)	110,1 (6)	C(24)—C(26)—C(27)	125,0 (9)
C(2)—C(9)—C(8)	99,7 (6)	C(26)—C(27)—C(28)	120,7 (10)
C(2)—C(9)—C(10)	117,8 (6)	C(27)—C(28)—C(29)	117,2 (10)
C(2)—C(9)—C(14)	112,6 (6)	C(23)—C(29)—C(28)	121,9 (9)
C(8)—C(9)—C(10)	118,5 (6)	C(31)—C(30)—C(35)	112,2 (7)
C(8)—C(9)—C(14)	109,5 (6)	C(31)—C(30)—C(36)	117,1 (7)
C(10)—C(9)—C(14)	99,0 (6)	C(35)—C(30)—C(36)	104,7 (7)
C(9)—C(10)—C(11)	117,7 (6)	C(30)—C(31)—N(32)	114,3 (7)
C(9)—C(10)—N(16)	102,8 (6)	C(31)—N(32)—C(33)	107,0 (7)
C(11)—C(10)—N(16)	108,5 (6)	C(31)—N(32)—C(57)	116,5 (6)
C(10)—C(11)—C(12)	107,3 (6)	C(33)—N(32)—C(57)	108,3 (6)
C(10)—C(11)—C(19)	110,9 (6)	N(32)—C(33)—C(34)	115,8 (8)
C(10)—C(11)—C(38)	108,0 (6)	C(33)—C(34)—C(35)	127,4 (9)
C(12)—C(11)—C(19)	116,5 (6)	C(33)—C(34)—C(55)	115,6 (9)
C(12)—C(11)—C(38)	106,5 (6)	C(35)—C(34)—C(55)	117,1 (10)
C(19)—C(11)—C(38)	107,3 (6)	C(30)—C(35)—C(34)	116,3 (9)
C(11)—C(12)—C(13)	118,0 (6)	C(20)—C(36)—C(30)	114,6 (7)
C(11)—C(12)—O(45)	104,3 (6)	C(11)—C(38)—C(39)	117,0 (7)
C(13)—C(12)—O(45)	105,3 (6)	C(13)—C(41)—O(42)	124,2 (7)
C(8)—C(13)—C(12)	108,0 (6)	C(13)—C(41)—O(43)	112,6 (7)
C(8)—C(13)—O(40)	112,4 (6)	O(42)—C(41)—O(43)	123,2 (8)
C(8)—C(13)—C(41)	104,2 (6)	C(41)—O(43)—C(44)	116,4 (7)
C(12)—C(13)—O(40)	109,4 (6)	C(12)—O(45)—C(46)	114,0 (6)
C(12)—C(13)—C(41)	115,3 (6)	O(45)—C(46)—O(47)	125,2 (9)
O(40)—C(13)—C(41)	107,4 (6)	O(45)—C(46)—C(48)	105,7 (8)
C(9)—C(14)—C(15)	106,2 (7)	O(47)—C(46)—C(48)	129,1 (9)
C(14)—C(15)—N(16)	106,8 (7)	C(5)—O(49)—C(50)	120,5 (7)
C(10)—N(16)—C(15)	101,9 (6)	C(20)—C(51)—O(52)	124,6 (7)
C(10)—N(16)—C(17)	114,4 (6)	C(20)—C(51)—O(53)	110,6 (7)
C(15)—N(16)—C(17)	114,7 (6)	O(52)—C(51)—O(53)	124,7 (8)

Tableau 2 (cont.)

N(16)—C(17)—C(18)	110,3 (7)	C(51)—O(53)—C(54)	114,1 (7)
C(17)—C(18)—C(19)	118,4 (8)	C(34)—C(55)—C(56)	124,9 (14)
C(11)—C(19)—C(18)	127,6 (8)	C(25)—C(57)—N(32)	113,6 (7)

les paramètres d'agitation thermique  $B$  équivalents sont donnés dans le Tableau 1. Les distances interatomiques et les angles des liaisons sont rassemblés dans le Tableau 2. L'examen de ce dernier tableau permet de constater que les valeurs trouvées sont conformes aux valeurs classiquement admises.

L'algorithme de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959) a permis de calculer des angles de plans moyens. Les angles que font entre eux les plans moyens  $A, B, C, D, E$  (Fig. 1), montrent la complexité de la géométrie de la molécule dont deux parties sont approximativement perpendiculaires au cycle  $A$  (Fig. 2) ( $A-B = 80$ ,  $A-C = 27$ ,  $B-C = 56$ ,  $A-D = 68$ ,  $D-E = 70^\circ$ ).

La structure de cette molécule est rigidifiée par une liaison hydrogène intramoléculaire:  $N(16)\cdots O(40) = 2,677(8)$  Å, phénomène, précédemment décrit pour la vindoline (Hargrove, 1964; Diatta, Langlois, Langlois & Potier, 1975).

Un proton de l'acide sulfurique est transféré sur l'atome d'azote  $N(32)$  avec formation d'une liaison hydrogène  $N(32)\cdots H\cdots O(59) = 2,77(1)$  Å. L'ion  $HSO_4^-$  est relativement agité, il n'est donc pas possible de localiser l'atome d'hydrogène correspondant. Cependant sa liaison avec l'oxygène  $O(62)$  est suggérée par la longueur de la liaison  $S-O$ :  $S(58)\cdots O(62)$  est significativement plus longue que les trois autres liaisons  $S-O$  de 0,2 Å.

Deux liaisons hydrogène du type  $O-H\cdots O$  et deux du type  $N-H\cdots O$  participent à la cohésion cristalline.

#### Références

- DIATTA, L., LANGLOIS, Y., LANGLOIS, N. & POTIER, P. (1975). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **3-4**, 671-674.
- EGERT, E. & SHELDRIK, G. M. (1985). *Acta Cryst.* **A41**, 262-268.
- HARGROVE, N. W. (1964). *Lloydia*, **27**, 340-345.
- LEROY, C., RICHE, C., MANGENY, P., LANGLOIS, N. & LANGLOIS, Y. (1982). 7ème Congr. Eur. Crystallogr. Jérusalem, 29 Août-3 Septembre 1982, abrégé 4-20, p. 128.
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCQ, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.
- MANGENY, P., ANDRIAMALISOA, R. Z., LANGLOIS, N., LANGLOIS, Y. & POTIER, P. (1979). *Tetrahedron*, **35**, 2175-2179.
- MONCRIEF, J. W. & LIPSCOMB, W. N. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 322-331.
- SCHOMAKER, V., WASER, J., MARSH, R. E. & BERGMAN, G. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 600-604.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Phys.* **42**, 3175-3187.