

$1/W_{hi}$, are set equal to 1.0. The K_i are reciprocals of the $G_{i(i)}$ of the method described above.

Obviously, the ratio of scale factors for layer 2 and layer 3 in *Example 1* should be equal to 2.0. The following results were obtained from the various methods.

Kraut's method: not applicable (no reflections connecting layer 1 and layer 3).

Dickerson's method: $K_1 : K_2 : K_3$
 K_1 held constant 0.050 : 2.0 : 1.0
 K_2 held constant 0.050 : 2.0 : 1.0
 K_3 held constant 0.050 : 2.0 : 1.0

Rollett-Sparks' method: 0.042 : 1.666 : 1.0
 Present method: 0.050 : 2.0 : 1.0

Example 2. Consider the following set of data:

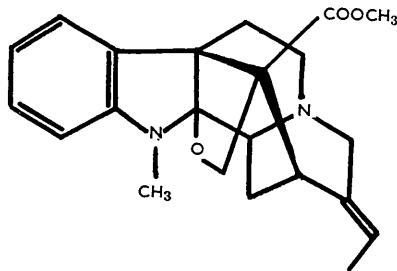
	Layer 1	Layer 2	Layer 3	Layer 4
F_1^2	100	2		
F_2^2		1	2	
F_3^2	100	3		
F_4^2			1	4
F_5^2	25			1

Acta Cryst. (1965). **18**, 130

Étude préliminaire de l'iodométhylate de pseudo-akuammigine. Par J. ÉTIENNE, J. LE MEN et J. LÉVY, *Faculté de Pharmacie de l'Université de Paris, France*

(Reçu 29 juin 1964)

L'étude chimique de la ψ -akuammigine, $C_{22}H_{26}O_3N_2$, un des alcaloïdes extrait des graines de *Picralima nitida* (Apocynacées) a permis de lui attribuer la structure suivante (Lévy, le Men & Janot, 1961; Lévy, 1962; Olivier, Lévy, le Men, Janot, Djerassi, Budzikiewicz, Wilson & Durham, 1963; Taylor, Bartlett, Olivier, Lévy & le Men, 1964).



Afin de confirmer cette structure, une étude cristallographique par la diffraction des rayons X a été entreprise utilisant un dérivé avec un atome lourd: l'iodométhylate de ψ -akuammigine.

Des cristaux de forme parallélépipédique ont été obtenus par évaporation lente à température ambiante d'une solution de ce dérivé dans un mélange benzène-acétone.

La maille cristalline a été déterminée par les méthodes du cristal tournant et de Weissenberg avec la radiation $Cu K\alpha$ sur un mono-cristal de dimensions optimales pour limiter l'absorption.

Les données suivantes ont été obtenues:

The following results were obtained.

Kraut's method: not applicable (no reflections connecting layer 1 and layer 3 or layer 2 and layer 4).

Dickerson's method: $K_1 : K_2 : K_3 : K_4$
 K_1 held constant 0.155 : 6.206 : 3.283 : 1.0
 K_2 held constant 0.154 : 6.222 : 3.289 : 1.0
 K_3 held constant 0.133 : 5.382 : 3.418 : 1.0
 K_4 held constant 0.094 : 3.789 : 2.316 : 1.0

Rollett-Sparks' method: 0.060 : 2.495 : 2.432 : 1.0
 Present method: 0.060 : 2.560 : 2.542 : 1.0

References

- DICKERSON, R. E. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 610.
 KRAUT, J. (1958). *Acta Cryst.* **11**, 895.
 ROLLETT, J. S. & SPARKS, R. A. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 273.

Réseau orthorhombique de groupe spatial $P2_12_12_1 (D_2^4)$.
 Paramètres:

$$a=6,82, b=11,88, c=27,57 \text{ \AA}.$$

Densité (mesurée par flottaison) $d=1,54 \text{ g.cm}^{-3}$.

En introduisant quatre molécules dans la maille, on est conduit à adopter une densité théorique de $1,51 \text{ g.cm}^{-3}$ en bon accord avec la densité expérimentale.

Les intensités intégrées lues sur les films de Weissenberg des strates ($0kl$) et ($h0l$), corrigées des facteurs de Lorentz-polarisation ont été introduites dans le calcul de la fonction de Patterson. Les coordonnées des atomes d'iode ont été déduites des deux projections de la fonction de Patterson effectuées parallèlement aux deux axes cristallographiques $[100]$ et $[010]$; exprimées en fractions de bord de maille, ces coordonnées non raffinées sont:

$$x=0,955, y=0,391, z=0,197,$$

les trois autres s'en déduisant par les opérations de symétrie de la maille.

Les quatre molécules de ψ -akuammigine ont été ensuite localisées par projection de densité électronique, parallèlement à l'axe cristallographique $[100]$. (Méthode de l'atome lourd).

L'étude de la structure se poursuit actuellement.

Références

- LÉVY, J., LE MEN, J. & JANOT, M. M. (1961). *Bull. Soc. chim. Fr.*, p. 1658.
 LÉVY, J. (1962). Thèses Doctorat ès Sciences, Paris.
 OLIVIER, L., LÉVY, J., LE MEN, J., JANOT, M. M., DJERASSI, C., BUDZIKIEWICZ, H., WILSON, J. M. & DURHAM, L. (1963). *Bull. Soc. chim. Fr.*, p. 646.
 TAYLOR, W. I., BARTLETT, M. F., OLIVIER, L., LÉVY, J. & LE MEN, J. (1964). *Bull. Soc. chim. Fr.*, p. 392.