#### Structure Cristalline et Moléculaire de la 11-Desoxycorticostérone, $C_{21}H_{30}O_3$

PAR O. DIDEBERG, H. CAMPSTEYN ET L. DUPONT

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Physique, Université de Liège au Sart Tilman, B 4000 Liège, Belgique

(Recu le 12 septembre 1972, accepté le 10 octobre 1972)

The crystal and molecular structure of 21-hydroxy-4-pregnen-3,20-dione ( $C_{21}H_{30}O_3$ ) has been determined by single-crystal X-ray diffraction analysis. The crystals are monoclinic, space group  $P2_1$ , with a=8.718, b=12.509 and c=8.481 Å, Z=2. The structure was solved by direct methods. The parameters were refined by a block-diagonal least-squares method with 1563 observed intensities collected with a Hilger-Watts diffractometer. The hydrogen atoms were included in the refinement. The final R value is 0.042. The interatomic distances and bond angles are in good agreement with previously published values. Torsional angle C(16)-C(17)-C(20)-O(20) is equal to  $-11\cdot2^{\circ}$  and O(20)-C(20)-C(21)-O(21),  $3\cdot6^{\circ}$ . Cohesion of the crystal is due to van der Waals interactions.

#### Introduction

La 11-désoxycorticostérone ou DOC est une hormone produite par les glandes cortico-surrénales. Lors de la biosynthèse elle se situe juste après la progestérone et est le premier corticostéroïde de la famille de l'aldostérone. Son activité est plus faible que celle-ci, mais elle se montre capable d'assurer la survie des animaux décapsulés, de rétablir l'équilibre de l'eau et des ions alcalins, de relever et maintenir la pression artérielle.

Ce travail a été entrepris dans le cadre de nos recherches dont le but est de trouver des analogies de structures moléculaires entre stéroïdes ayant la même activité.

#### **Données expérimentales**

Par évaporation lente, à température ambiante, d'une solution dans l'éthanol, nous obtenons des cristaux incolores, allongés suivant l'axe c. Les données cristallographiques sont reprises dans le Tableau 1. Les intensités de 1920 réflexions indépendantes ont été mesurées au moyen d'un diffractomètre Hilger-Watts; 1563 ont été considérées comme observées  $[I > 2\sigma(I)]$ . Les valeurs des intensités des différents blocs de mesure ont éte corrélées et remises à l'échelle, puis corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation. Le produit

Desoxycorticostérone (C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>) Monoclinique  $P2_1$ Z=2a = 8,718 (2) Å b = 12,509 (2) c = 8,481 (2)  $\beta = 98,01^{\circ}$  $V = 915,9 \text{ Å}^3$  $\bar{\lambda}$  (Cu K $\alpha$ ) = 1,5418 Å  $D_m = 1,22 \text{ g cm}^{-3}$  (flottaison)  $D_x = 1,204 \text{ g cm}^{-3}$ F(000) = 360 $\mu = 6.22 \text{ cm}^{-1}$ Masse moléculaire: 330,45

*ud* étant petit, aucune correction d'absorption n'a été effectuée.

#### Détermination de la structure

Nous avons résolu la structure par méthode directe, en utilisant le programme MULTAN de Germain, Main & Woolfson (1971). Les phases de départ avaient les valeurs: 704 (0°), 723 (45°), 813 (0°) pour l'origine, et 316  $(\pm 45^{\circ}, \pm 135^{\circ})$ , 415  $(\pm 45^{\circ}, \pm 135^{\circ})$ , 81 $\overline{1}$   $(\pm 45$  $\pm 135^{\circ}$ ) pour les symboles. 64 solutions ont ainsi été obtenues, cependant il n'y avait que cinq solutions différentes acceptables. Les synthèses de Fourier appliquées au 444  $E_h$  supérieurs à 1,1, ont permis de dégager une solution où les 24 atomes lourds étaient visibles. Le facteur d'accord  $R = \sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$ portant sur les 1563 réflexions observées était alors de 0,24. Quatre cycles d'affinement (R = 12%) suivis d'une synthèse Fourier-difference ont fourni sans ambiguïté tous les atomes d'hydrogène. L'ensemble des paramètres de position (y compris les H) ainsi que les facteurs de température anisotropes des atomes non hydrogène ont ensuite été affinés jusque R = 0,042. La fonction à minimiser  $\sum \omega (F_q - F_c)^2$  était pondérée suivant le schéma de Cruickshank (1961):  $\omega = [a + |F_o| + C|F_o|^2]^{-1}$ avec  $a=2F_{omin}$  et  $c=2/F_{omax}$ .

L'ensemble des calculs a été effectué sur les ordinateurs couplés IBM 360/65 et 360/50 du Centre de Calcul de l'Université de Liège au moyen des programmes de Ahmed, Hall, Pippy & Huber (1966).

Les facteurs de diffusion sont ceux proposés par Hanson, Herman, Lea & Skillman (1964).

Les valeurs finales des facteurs de structure calculés sont reprises dans le Tableau 2.

#### Description de la structure et analyse du mouvement thermique des atomes

La Fig. 1 rappelle la numérotation des atomes; la Fig. 2 montre la configuration suivant l'axe  $c^*$  de la molécule tournée de 45° autour de a, les atomes (exceptés les hydrogènes) sont représentés par leur ellip-

## STRUCTURE DE LA 11-DESOXYCORTICOSTERONE C21H30O3

# Tableau 2. Facteurs de structure observés et calculés (×10) avec leurs phases

Les réflexions marquées d'une astérisque sont considérées comme inobservées.

L FC FC ALPHA L FC FC ALPHA	L FC FC JLPHJ	L PO FC ALPHA	L FO FC ALPEA	L FC FC ALPHA	L FC FC ALFHA	L FO FC ALPHA
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	0 216 109 110.83 1 42 39 257.36 2 145 143 234.52 3 50 37 113.46 4 101 102 350.67 5 222 232 27.40 0 112 15 25.40 1 3 2 176.79 H= 4, 54 1	I., K.         Z           -1         392         414         11.72           -2         139         138         108.36           -3         135         129         13.1           -4         121         124         31.07.07           -5         191         100         214.51           -6         42         39         145.13           -7         71         72         22.86           -6         50         230.53	2 25 29 3(3,6) 3 55 60 22/344 4 64 62 15.00 5 35 25 160,70 b= 8, 9= 2 -1 103 102 247,57 -2 44 29 272,12 -3 53 51 273.60 -4 44 16 166.00	C e2 e7 272.84 1 15: 152 277.63 2 1C7 1C5 174.46 2 2e 35 13.31 4 cC 59 1C1.54 5 42 67 55.66 6 14 3C 211.34 7 39 357.25 6 4C 41 167.91 Pa 4 pr 3	H+ 2, 3+ 4 -1 185 18C 42-83 -2 27C 271 44.94 -3 88 90 222,74 -4 7C 62 255.42 -5 49 46 188.22 -6 171 172 240.76 -7 9C ¥1 63.75 -8 75 74 20.63	<ul> <li>→ 10, t= 4</li> <li>0 12 11 307.07</li> <li>→ 10, t= 4</li> <li>→ 1 8+ C 288.76</li> <li>→ 2 85 29 88.02</li> <li>→ 3 9 33.15</li> </ul>
pr         1, 10         C         -1         14         51         160           T         1(1)	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-10 6* 0 317,55 +- 2, K= 2 0 250 260 259.05 1 219 231 47.62 2 60 58 228.09 3 57 52 295.04 4 112 113 64.55 5 131 122 236.60 6 134.142 163.81	-: (4) C 187,47 -: (2) 3 101,47 -: (2) 3 14 104,47 -: (2) 3 14 104,47 -: (2) 3 14 104,47 -: (	-1 3c2 1c7 121.2c -2 127 122 356.4 -2 tc 83 3c4.cc -4 1c 17 125.37 -7 t2 84 316.32 -6 c2 cc 211.35 -7 2c 24 2cc.08 -6 c, K= 3	-5 20 20 20 201,83 H- 3, F- 4 0 33 40 152 318,20 2 31 31 255,88 3 90 56 341,40 4 34 37 169,99 5 80 66 162,31 6 7,7 60 210,21 5 80 162,31 6 7,7 60 210,21 5 80 162,31 6 7,7 60 210,21 6 7,7 60 210,21 6 7,7 60 210,21 7 7 7 60 210,21 7 7 7 60 210,21 7 7 7 60 210,21 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7	↓         0, f = \$           1         253         256         256         256           2         76         78         155,32         3           3         71         79         121,03         4         125         126,464,53           4         125         126,264,53         5         80         70         137,07         6         25         21,75,66         7         3         38,47         6         5         126,27         6         5         127,55         6         7         3         38,47         6         5         122,28,78         6         0         224,55         5         0         0         224,55         5         0         0         224,55         5         0         7         3         38,46         5         5         1226,78         5         0         7         34         38,47         5         5         0         224,55         5         0         224,55         5         5         0         224,55         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5         5
e         1)*         c         10*	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	2 10 0 224.65 2 2 26 165.64 9 38 29 92.65 -1 204 265 117.36 -2 264 265 117.36 -2 264 260 6.26 -3 75 51 193.91 -4 104 109 41.25 -5 141 141 309.72 -6 33 32 226.72	-1 14 15 376.30 -2 16 C 27.30 -4 13 17 116.00 -5 19 C 123.25 -6 49 C 123.25 F* 10, F* 2 C 14 12 470.00	C 162 14C 33C.44 1 71 e8 345.55 2 11 4 181.60 2 11 4 181.60 2 11 4 210.43 4 181 153 182.64 5 C4 C 139.C7 6 22 22 263.73 7 14 9 336.71 P* 6, #* 3	7 27 25 205.21 8 38 4 3374 9 6+ 0 265.35 +- 3, K- 4 -1 45 43 303.33 -2 207 107 312.16 -3 65 71 116.12 -4 64 64 234.16 -5 66 8+ 23.05 -6 154 47.56	I.         X-         5           0         155         1:1         228.24           1         331         220         222.22           2         200         224         116.47           3         128         129         13.27           4         5         50         272.90           5         151         123         89.35           6         164         144         114           7         4C         36         146.44           8         114         C         142.72
-1 3 3 40 (11) (11) 4 (1 ) 2 (11) (11) - 3 3 40 (11) (11) (11) (11) (11) (11) (11) (11	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-7 86 90 353.27 -8 62 82 178.05 -10 46 44 253.15 + 3, K= 2 0 112 114 318.57 1 01 61 130.86 2 261 250 53.52 3 58 63 282.54 4 26 24 76.83 5 166 166 323.01	b+         1C, b+         2           -1         12         C (45, 57)           -2         21         22         C (25, 57)           -3         20         11         24         C (25, 57)           -4         23         21         21         21         21           +4         23         21         21         21         21         21           +4         C, b+         3         31         31         31         32         33         32         33         33         33         33         33         33         33         33         33         33         33         33         33	-1 1C4 1C5 45,75 -1 (5 1C5 265,46 -2 (7 15 226,22 -4 24 28 115,24 -4 24 28 115,24 -4 28 215,24 -4 28 215,24 -7 28 215,24 -7 28 215,24 -8 215,24 -10,24	-7 67 68 26.35 -8 35 27 68 26.35 -9 54 52 166.68 Ha 4, K 4 C 122 123 136.65 1 51 45 165.52 2 172 176 194.36 3 222 25 280.05 4 33 39 336.62 5 64 89 107.17	9 28 25 25 244.83 → 1, K= 5 -1 408 4C7 245.95 -2 78 71 151.45 -3 92 93 315.07 -4 43 47 126.42 -5 40 59 116.16 -6 22 6 27 24.61 -7 23 24 126.14 -8 14 16 105.11
5         163         105         105         105           163         105         105         105         105           163         105         105         105         105           6         30         107         105         105         105           6         30         107         105         -1         10         105           6         30         107         105         -1         10         105         105           9         10         105         -1         10         105         105         105           9         10         105         -1         10         105         105         105           9         10         105         -1         10         105         105         105         105           9         10         105         105         105         105         105         105         105         105           9         10         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105         105	H+ 0, i+ 1 0 16 14 5.81 1 38 35 22.4C 2 117 119 126.56 4 150 151 135.18 5 67 67 302.56 7 12 10 125.56 H= 0, i+ 1	e 160 160 265,77 7 26 11 124,96 9 31 33 202,46 +- 3, K- 2 -1 223 216 35,23 -2 446 115 66,14 -3 165 165 100,18 -4 131 139 222,43 -5 7,76 62 146,25	219 21 31.20     210 21 31.20     123 1.20     121 1.20     121 1.20     121 1.20     12 1.20	C 127 127 152.81 1 54 95 254.81 2 154 95 254.83 2 155 127 90.54 4 27 26 53.24 5 16 51.27 90.54 4 27 26 154.55 6 27 26 154.55 FT 7. #* 3 -1 14 12 255.65	6 25 26 187.02 7 54 54 153.47 8 33 33 347.19 H* 4. F* 4 -1 80 80 64.99 -2 20 20 113.55 -3 150 150 183.50 -4 54 23 222.80 -5 40 43.222.80	-9 24 22 2266.64 P* 2, x* 5 0 311 267 86.36 1 90 85 286.02 2 213 265 778.21 3 164 182 182.11 4 129 130 274.45 5 32 32 123.22 6 130 133 81.85
	-1 63 59 71.03 -2 53 55 57.64 -3 65 63 248.72 -4 66 63 32.85.18 -5 51 50 49.35 -7 54 56 270.49 -7 24 110.78 -9 94 2110.78 -9 14 15 155.86 Ma 7, 54 1	-7 (3 4) (1) (1) (3) -8 (4) (4) (7) (5) -9 (17) (5) (5) (4) (7) (7) -9 (17) (5) (5) (4) (7) (7) -9 (17) (5) (5) (4) (7) (7) -9 (17) (5) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7) (7	2 31 21 105.02 2 47 47 176.42 4 297 276 106.41 5 152 175 2450.55 6 56 66 177.16 7 76 66 177.66 8 43 46 276.55 5 13 16 46.37 +4 1, 54 3			41         11         12         13         10           5         11         13         14         14         14         14         14         14         14         14         14         14         15         14         14         13         15         14
	0 34 36 38.41 1 20 20 22.42 2 42 42 145.27 3 85 89 225.10 4 117 113 185.79 6 57 0 14.57 M* 7, F* 1 -1 81 78 275.82 -2 19 18 147.47	<ul> <li>12 11 35.82</li> <li>34 29 177.75</li> <li>105 106 300.72</li> <li>44 52.14</li> <li>33 36 205.76</li> <li>4. 52 7 219 205.03</li> <li>-1 61 59 7.15</li> <li>-2 227 219 205.03</li> <li>-3 215 210 242.99</li> <li>-4 24 21 355.76</li> </ul>	-1 23 24 107.52 -2 31 26 21.64 -2 10 6 113.60 -4 122 125 116.64 -5 50 88 407.21 -7 51 54 87.21 -7 51 54 87.21 -7 51 54 87.21 -6 47 54 22.21 -7 51 54 87.21 -6 47.12 -10 16 11 44.20 -10 16 11 44.20	2 44 45 233.41 4 45 41 232.55 5 22 24 122.74 +• 8, *• 3 -1 44 45 100.76 -: 25 2214.81 -2 164 525.25 -4 26 265.26 -4 26 265.26 -5 45.66 -5 11 18.85.36	>         V4         88         4C.71           c         43         6         46.71           7         66         65         20c.55           ▶•         5.         K=         4           -1         52         55         317.23           -2         72         71         296.10           -3         62         76         341.55           -4         73         76         202.14           -5         83         45.334.66	-8 35 34 200.72 -9 10 18 118.75 -9 228 220 205.73 1 205 129 94.22 2 66 60 92.57 2 40 60 536.31 5 73 75 24.86 6 7 4 74 55.55
	-3 c2 c1 132.59 -4 53 55 237.69 -6 51 55 237.69 -6 51 55 237.69 -8 74 c5 73.69 H= 8, 14 1 0 65 c6 354.54 1 49 48 4.78 1 49 48 4.78	-5 45 93 208.22 -6 120 131 0.82 -7 72 70 70.74 -8 25 22 231.46 -9 35 33 33.46 += 5, K= 2 0 111 100 0.9 1 02 el 209.16 2 121 121 234.90 4 70 71 28.22	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-7' 12 10 200.57 +• 9, 14 3 1 25 20 150.7( 2 14 10 7.24 3 22 133.67 +• 5, 14 3 -1 21 13 321.40	-7 51 52 246.25 -8 45 2 246.25 -9 1c 13 218.76 H* 6, K* 4 C 183 163 90.25 1 42 42 246.17 2 53 51 49.06 3 6C 65 4C.05 4 60 67 213 48	7 8* 0 171,72 8 21 24 11,23 * 3, t* 5 -1 120 134 100,44 -2 94 54 355,71 -3 57 67 26,66 -4 38 31 31,44 -5 53 56 277,00 -6 133 132 188,43
1         66         103         112         France         1         1           3         66         104         104         1	4 60 60 140.57 5 27 27 201.03 He K. Ke 1 -1 131 130 201.08 -2 63 62 66.68 -4 125 6 175.10 -5 46 44 297.76 -6 15 18 140.09	4 57 60 124.79 5 124 107 109.19 6 54 54 321.78 7 15 16 287.28 8 28 29 274.44 5 5, Ke 2 -1 126 121 238.79 -2 161 162 87.59 -3 108 111 337.44	be         2, be         2           -1         62         55         27.62           -2         56         66         11.61           -2         161         156         167.64           -4         112         111         36.4           -5         16         11.61         11.1           -6         16         14.2         111         36.4           -7         16         16         12.61         -7           -7         60         61.2         12.61         -7           -8         62         61.1         12.61         -7           -7         60         61.2         12.61         -7           -7         2.2         2.57         70.74         -7		6 15 13 322.01 7 23 22 33.76 H 6. K 61 255.62 -2 133 136 185.68 -1 37 36 72.85 -5 90 C 40.58 -6 3 37 79.03	
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	-7 13 13 89.59 M= 9. E 1 0 35 36 240.33 2 10- 0 121.74 3 13 15 220.39 4 3- 0 321.03 M= 9. E 1 -1 35 M 10 20	-4 72 71 66.46 -5 45 44 338.29 -6 80 80 342.62 -7 66 80 342.62 -7 66 89 224.01 -9 94 0 320.11 +- 6, K= 2 C 104 166 248.65 1 40 41 157.83 - 1 40 41 157.83	-10 11 10 152-24 +* 3, ** 3 0 241 288 237.65 1 53 52 221 232 137.45 2 61 223 137.45 2 61 223 137.45 4 72 11 41.25 5 117 116 122.58 6 76 72 22 42.45	-2 42 44 42.74 -4 15 37 257,75 F* C, F* 4 C 454 466 142.25 1 211 212 244.12 2 55 51 464 2 211 218 255,33 4 116 120 231.12 5 5 232.22	-7 1C* C 35.7C -8 2e 26 193.89 H* 7, t* 4 0 39 36 288.6C 1 30 26 117.45 2 72 74 186.49 3 48 49 175.43 4 37 37 132.cc 5 22 24 3.28	e oC o4 182.97 8 10 13 333.16 ** 4, K* 5 -1 45 43 62.00 -2 76 79 89.41 -3 73 76 61.78 -4 44 60 195.71 -5 22 22 65.84 -0 45 50 25.25
1 11 13 23 21 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	-2 37 33 72.10 -3 32 30 310.35 -5 15 13 373.47 -6 22 25 22C.79 M= 10, M= 1 0 16 15 7e.C9 M= 10, M= 1	3 37 39 225,02 4 13 137 106,22 5 40 39 1.03 7 14 11 155,92 F* 6, K* 2 -1 132 130 83,25 -2 14 14 34,08 -3 132 127 245,55 -4 106 105 59;71	<ul> <li>21 22 22 22</li> <li>22 21 22 21 22 22</li> <li>23 22 22 22</li> <li>24 22 22</li> <li>25 22 22 12 24</li> <li>25 26 22 12 24</li> <li>26 16 21 27,45</li> <li>4 61 62 127,45</li> <li>4 61 62 127,45</li> <li>5 16 16 21 22,45</li> <li>5 16 21 21 24,22</li> <li>5 16 21 24,22</li> <li>5 16 21 24,24</li> <li>5 16 22 24,24</li> </ul>	7 21 31 272.47 k 2c 35 85.57 5 16 12 166.28 k 2 255 221.34 1 74 75 260.35 2 216 76.461 2 172 173 16.22 4 246 235 53.54	He 7, Ke 4 -1 136 135 328.12 -2 77 74 66.30 -3 62 61 247.92 -4 30 35 42.14 -5 77 75 42.64 -6 38 36 262.68 -7 24 21 286.48 -6 37 33 25.22	-9 26 20 350.91 + 5, K= 5 0 112 108 99.83 1 68 65 357.14 2 19 22 239.14 3 142 145 63.07 4 136 140 276.20 5 24 24 138.48 6 36 36.34.87
	-1 18 17 195.23 -2 21 22 86.60 -3 33 37 22.51 -4 26 27 86.63 +• 0, *• 2 0 498 543 222.57 1 731 851 272.60 2 202 206 65.10 2 105.45			+	He 8, K+ 4 0 37 37 63.63 1 55 45 294.50 2 24 25 196.50 4 28 28 220.12 5 24 25 331.72 He 8, K+ 4	7 31 22 60.31 + 5, Kn 5 -1 08 08 235,47 -2 57 51 256,67 -3 37 33 238,95 -4 96 56 243,81 -5 25 23 87,54 -6 24 23 283,18 -7 34 35 138,49
	- 1.0 (10 333.30 - 101 104 1134.51 - 171 14 205.54 - 201 13 169.75 - 12 13 169.75 - 12 13 169.75 - 12 13 13 221.76 - 14 15 13 221.76 - 14 15 13 221.76 - 14 15 13 221.76 - 15 13 221.76 - 15 13 221.75 - 15 23 25 25 - 15	- 4-7 131 (7380 4 42 40 155.03 6 13 11 66.87 + 7, 54 2 -1 178 180 103.41 -2 89 88 47.27 -3 67 66 236.62 -4 43 38 73.18 -5 9* 0 79.41 -6 26 27 138.75	123 126 252.62 e 110 112 251.62 1 45 46 41.61 e 22 24 224.55 e 4, e 5 -1 122 111 25.56 -2 125 127 181.16 -3 26 22 4.51 -4 43 45 20.622 -4 11 45 20.622	110, 191, 197, 45 110, 107, 214, 60 21, 107, 214, 60 21, 107, 214, 60 21, 107, 214, 60 21, 101, 214, 60 21, 101, 214, 65 1, 250, 215, 252, 56 21, 202, 203, 203, 203, 65 21, 202, 203, 203, 203, 203, 203, 203, 203	-1 44 42 234.66 -2 48 45 182.47 -3 63 65 85.86 -4 42 41 235.44 -6 16 15 45.43 -7 18 20 245.15 H* 9, K* 4 C 14 18 342.32 1 19 15 124.70 2 11 18 34.35	-0 13 10 7241 -9 78 0 100.55 ** 0, 10 100.55 0 173 107 240.57 1 130 140 115.55 2 115 115 222.8C 3 110 119 89.05 4 21 22 125.08 5 36 30 105.17 6 38 42 317.47
-1 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 1	3 314 315 15C.72 4 112 103 202.1J 5 49 49 321.52 6 34 37 75.6C 7 94 0 137.31 8 89 85 66.21 9 23 21 304.14	-7 18 19 19.72 -8 23 23 139.58 F= 8, 5 2 0 26 23 147.65 1 63 58 40.20	-6 119 122 20.65 -7 132 129 137.12 -7 132 129 137.12 -6 34 24 68.62 -5 12 13 142.16 Fe 5, Fe 3	2 74 C 42.95 4 Ee 9C 282.2C 5 161 152 71.65 6 82 62 346.57 7 42 21 286.35 6 4 45 150.86 5 21 38 296.CC	3 22 30 110.06 H= 9, x= 4 -3 20 21 81.61 -4 68 0 76.97 -5 48 C 76.97	He 6, Ke 5 -1 205 2C0 257,72 -2 160 157 128-53 -3 104 104 2-2,38 -4 38 37 76,36

## O. DIDEBERG, H. CAMPSTEYN ET L. DUPONT

Tableau 2 (suite)

,. ,.	FC e, K.	FC ALP+A	-1	FC 33 83	FC ALPHA 31 134.56 78 104.09	ц н-	f( 3. s-	FC ALPHA 7	د -> -و	F0 65 23	FC ALPHA 60 129.77 19 75.34	1	F0 1Ce 75	FC ALPEA 103 203.12 75 117.99	1 3	c	FC ALPHA 22 113.56 25 61.15	، ب.	۶C 2. 1.	FC ALPHA	L 0 1	F0 27	FC ALPHA 30 201.28 0 191.36
- 6	;; 7. **	49 201.62 20 224.12 5		11 11 11	50 245.45 90 51.01 49 332.55 12 332.01	C 1 2 3 4	50 140 87 57 39	45 14C.47 130 247.69 86 23.46 53 281.39 42 282.65	-8 +- 0	19 2. K-	24 33.45 8 19 181.44		51 44 47 18	51 157.15 44 24.27 45 124.65 17 255.56 15 88.17	; 		22 288.12 18 183.55		34 15 39 38 24	33 67.47 14 339.42 35 16C.12 34 33.68 20 352.59	; ,, -i	20 5. K- 22	18 335.68 12 21 263.63
1 2 3	46 39 90 74	43 120.67 36 221.41 47 72.11 25 227.56	, i	142	c 141 180.CC 37 1C6.8C 31 3C3.25 4C 111.53	е 7 8 н-	43 26 20	45 252.69 26 334.74 17 62.03	23456	34 29 72 92	35 322.29 31 25.44 67 343.77 67 97.52 36 228.10	-1 -2 -2	3, K. 56 76 54	5 14 82.75 76 131.07 52 21.61		26 1 30 25 91	134 4C.37 C 56.2C 2t 56.8C 82 347.48 15 181.78	-, H- 0	3. ** 3. **	0 945.27 11 39 115.67 34 51.42	-3 -4	30 29 6, 5-	29 302.42 28 306.86
	7. K.	5 127 (4.47 47 27.68 46 211.51	;	51 He 32	\$C 326.55 85 272.82 C 43.44 31 121.87	-1	81 73 60 60	P6 185.21 71 353.85 73 287.07 55 203.08	, ,.	32 41 2, K=	31 104.85 36 156.50 8	-4 -6 -7 -6	61 23 86 27 10	22 201.04 23 20.51 25 20.81 25 14.55 5 271.00	⊨= 2 [		1C 2e #1.42 C 88.18	2350	35 18 20 31	45 172.81 20 343.76 15 94.62 29 154.45	1 +-	15 24 0, K-	18 35.39 27 132.78 12
-	52 15 8. F.	13 236.67 13 55.16	-1		113 276.52 C 3C8.86 22 11.51 87 276.00	-6 -7 -8 -9	75 57 34 10	76 184.92 56 90.48 34 8.46 9 124.80		56 20 65 93	55 210.02 17 273.60 23 331.47 0 96.88 51 342.62	•• :	2, 1. 1. 46 77	5 11 144.21 43 226.67 77 20.55		<b>4</b>	23 236.37 C 223.67 32 177.61 20 25.26 20 132.05		74 22 71 26	68 184.76 15 247.10 66 183.29 24 243.78	-3 +•	33 24 0, x-	38 14.81 25 230.81 13
ļ	15 27 24 20	14 202.72 26 235.26 27 221.41 15 66.92		12 37 28 15	56 51.65 35 241.17 26 91.04 16 170.65	H= 1 2	38 71 27	7 39 1C2.05 75 139.06 22 339.85 15 205.67	-7 -6 +•	17 23 3. K.	18 72.79 24 183.64 8 55 76.42	34567	15 34 32 24 35	16 243.41 37 318.62 35 331.12 22 225.61 44 326.28	-1		1C 33 144.65 25 14C.C1 C 223.67	-5 -6 H•	3? 4. **	37 732.75 0 155.22 11 35 235.20	;	17 00 31 1. Ku	18 51.02 0 47.60 21 327.59 13
	35 76 41 13	12 10.55 12 11.61 41 164.66 12 174.63	( ) ; ;	127	123 300.89 25 120.14 45 133.41 64 274.47	, , ,	36 27 4, 1,	36 122.01 49 141.03 29 138.03 7	123	123 26 118 105 67	115 220.11 27 82.12 116 183.50 103 262.15 01 6.25	-1 -2 -1	9e 76 35	5 52 10.24 74 206.45 24 49.52			4C 239.4e e2 26C.85 24 24e.e3	1245	24 22 21 53	16 192.56 21 158.05 29 245.31 55 344.59	C 1 3 4 5	41 32 5* 19 12	40 323.97 32 266.40 0 224.79 24 145.92 12 357.80
-? ••	11 5, 7,	10 12C.C? 10 14S.2e 5	-1	13" 6, 90 126	c 30.12 33 248.40 e	-12-3	36 116 25 56 35	34 254.41 116 341.82 29 101.54 56 9.94 13 55.80	۴ ••	30 3, K-	20 22.45 28 9.87 8 36 323.81		14 22 24 13	11 176.00 10 114.81 12 24.29 21 95.40 14 176.22	1		25 247.25 55 285.61 48 1CC.12 3C 13.28 29 1C7.42	-1 -2 -3	33 30 51 22	35 314.83 33 78.00 49 271.86 26 100.48	-1 -3 -3	1, K+ 53 0+ 0+	13 55 225.5C 0 224.79 0 166.22
;	е• 12 8 4, к•	C 64.91 13 201.19 5 243.45		17 51 107 174 28	12 233.45 57 25.46 104 128.74 C 127.73 27 231.54	-6 -7 -8	14 91 33	18 348.54 67 349.21 34 264.34 7	-23	60 19 0• 43 33	59 208.20 18 116.35 0 261.60 42 175.92 30 174.18	,- ;	27	4 26 110.14 17 226.12 17 202.15	، ۰۰ ۱	24 • *• }}	46 314.37 16 36 55.52	-e H• Ç	31 5. ** 24	21 198.34 11 22 106.14	  2	6+ 2, к+ 0+	0 10.57
	19 15 7. 16	17 112.50 21 12.35 C 121.C2 Le 27C.01 11 111.22	-+ +- (	22 7 78	14 111.3C e 77 254.18	0	110 34 14 52 39	103 289.93 42 215.82 8 355.63 52 247.33 38 12.25	۶. ۱	4, X.	8 99 276.40 51 91.04		11	11 16C.11 44 147.12 17 266.86 46 411.26	-3		21 Et.55 25 144.65 18 241.65 48 100.72 15 138.21	3 H-	37	18 19.02 36 101.02	ية •• •3	3• 2, x- 3•	0 273.98 13 0 273.98
	1C, M. 1C 27	5 6 60.03 25 182.82		21 21 16 11	4 48.31 32 100.46 30 100.16 15 133.66 12 328.77	, , ,	57 17 17 5. ו	53 172.20 15 2.51 26 150.68 7	234507	81 10 23 26 27	86 35.16 26 177.98 91 95.37 22 296.4C 29 17.19 26 242.02	**	7C 48 15	5 66 124.50 41 110.12 10 111.21 14 114.55	••••	• ••	1C 65 51.C3 22 258.01	-1	34 21 13 22	33 305.62 20 114.22 16 7.38 20 215.20		20 3, K-	26 344.06 23 325.91 13
,. ;	C, P, 178 117 115	6 167 54.24 113 78.07 122 240.08	-1	7. ** 41 24	e* 44 335.63 47 267.16 34 200.40	-1 -2 -3 -4	85 43 77 32 50	63 53.01 46 289.17 74 115.28 33 126.67 49 208.04	-1	е0 21	8 65 27.46 16 146.13	- 4 - 6 - 7 - 6	21 21 21	12 100.11 17 10.41 27 11.20 0 172.10		,	30 252.55 62 28.13 36 203.80	C 1 2 3	9• 22 18 8•	0 222.79 25 335.88 19 196.14 C 77.45	1 2 3 4	0+ 9+ 12 6+	0 203.14 0 64.30 12 80.67 0 44.06
341676	61 71 30 30	ec 7.40 77 202.14 63 26.46 28 6.67 24 240.36 14 112.54		21 25 21 18	16 285.5C 38 287.C7 2C 22C.67 2C 12.C1		34 14	13 61.52 35 282.41 21 80.60 7	-5 -67	60 104 54 28 53	79 37.14 105 21.23 53 185.72 28 13.91 52 263.41 41 206.92	••	4, 4.	5 61 6.16 65 121.16 20 341.42 42 245.66	-1 -2 -1 -4	5 5 1 7 6 1	71 101.47 48 10.72 74 200.35 00 253.00 33 155.14	H# -1 -2 -3	15	11 18 297.01 17 67.75 6 77.45		26 25 31	13 23 e0.37 31 150.05 32 54.18 47 118.00
,, ,	1. ** \$1	¢ \$4 187.27 \$2 21.10	6	15 (• 13	15 253-86 C 38-21 34 E3.15 12 116.78	0	52 69 40 44	50 94.85 08 182.70 40 90.57 42 244.64 43 336.60	•• •	5. Ka 72 76	8 71 51.0F 73 337.2C		55 4	76 90.11 28 53.53 5	-1 1- 5	  ??	20 121.57 10 30 310.45	-• #•	10	16 132.19 11 20 276.53	۲- ۱	4, K- 70	13 0 119.27 0 119.27
	121 101 100 64 67	127 201.24 55 277.40 C 119.44 66 85.15 68 1.40	••	8, 84 14 27 44	6 14 120-52 34 94-08 20 82-42	ة  -۱	15 6. F. 137	10 342-15 7 136 121-22		28 40 47 12	27 21C.14 39 222.27 13 221.24 15 81.14		10 20 17 20	47 141.07 20 251.25 17 257.00 26 225.25		;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;;	2C 263.21 34 143.17 C 47.17	н. -1 -2	, ;:	11 C 274.22 O 274.22	; •• •1	12 4, 8= 26	11 352.97 13 27 52.73
 :]	15	18 70.42 E 142 104.32 154 235.14			2C 215.10 7 258.48 C 142.51 e	- 2 3	75 40 55 71 18	72 268.25 37 65.11 55 213.52 66 278.CO 24 232.38	-1 -2 -3	59 63 65 80	8 59 95.25 59 287.99 83 124.83 78 231.90	۰. :	5, 84 72 114	6 70 120.44 0 120.00	-1	13 41 17 72	48 262.06 38 338.45 30 205.45 70 54.58 14 82.17	-, ,, ,	0	12 14 191.22 17 307.84		17 17 17 5, K=	16 354.01 18 234.30 13
	78 84 110 47 62	16 55.80 88 123.72 C 115.44 47 30.58 C2 121.07	, , ,	24 10 5, #4	C 142.91 24 250.91 7 324.73	H= C 1 2	58 30 87	7 57 16.77 28 213.18 84 10.61	-;	46 18 6, 8=	46 227.3C 16 145.31 8	;	,	11 196155 C 230,55 45 54.04	-e >- e ç	·• • •• •:	C 77.18	235	15 49 C+ 6+	18 103.41 50 232.73 C 226.76 C 226.76	0 1 +-	17 13 5. x=	15 287.25 12 21.97 13
-: 	16 16 2. ** 2.20	10 140.12 0 140.12 e		**	38 61.76 46 150.52 28 171.15 7 81.39	, ,	20 19 7. ×1 P6	30 290.00 20 23.58 7 82 333.74	12345	46 25 16 33	42 129.04 29 92.15 16 93.71 32 276.35 37 140.62	-1	83 71 57 42	64 237254 67 28265 60 202204 29 215267 46 25252	; ,	fi , , ,	e 120.51	,	44 19 33	45 109.44 19 358.22 33 57.22 13 170.95		16 0, K-	0 341.61
	928 115 77 160 153	215 Fe.10 112 12C.12 e5 e1.41 152 147.07 155 27C.10	,, ,	· · ·	7 161 332.57 151 202.66 72 53.76		59 12 32 17 12	5e 29.27 10 196.60 30 107.22 21 178.19 15 51.97		6, K- 30 45	8 29 1/4.75 46 246.97 18 116.99	-; ,.	ید اد د	42 484.55 17 52.15 5	-1 -5 F• 7	•; ;;• , ••	45 127.77 C 184.82 18 245.21 1C	о н-	27 22	25 250.66 21 29.92 12 05 131.02	2 3 4 F=	40 60 1, K-	0 278.62 0 278.62 0 278.62 14
		C 124.67 25 251.42		112	117 16C.55 128 15.35 24 14C.55 15 242.35 27 118.48	H. 1 2	8, ×.	7 27 176.14		65 20 16 7, K-	64 235.61 20 0.38 17 c6.75	1	22 20 10* 22	18 200.01 20 84.05 29 220.01 0 110.01 25 210.28	, ; ;	11 25 36	11 103.62 41 104.03 38 352.25	-2 -3 -5 -6	18 30 10	19 304.85 30 224.40 0 234.30 10 115.33	1 2 3	44 20 44 30	0 278.62 0 278.62 0 278.62 42 317.67
	141 101 51 102 65	48 124.62 103 287.85 47 75.25 103 67.22 65 121.64	•• { }	1 2C2 13C 14t	7 158 165.53 125 87.46 167 308.33	,  	8 17	7 15 24C.85 C 253.36	0 1 3	32 20 42 14	22 210.10 25 152.13 47 48.68 16 119.85	••	e, ** 20 14 14	4 21 194.28 14 272.62 11 42.27	-1	21 12 14 12	4C 52.84 12 208.02 15 258.42 15 81.45	C 1 2 3	20 19 23 23	21 2.08 21 82.63 21 231.63 29 136.62	-12-7	0. 0. 24	0 278.62 C 278.62 O 703.26 26 165.65
2	48 3. **	46 227.74 46 215.65 6 8 236.62		105 25 135 26 47	107 280.45 28 140.78 141 220.82 38 144.75 45 158.31 30 232.77	-, ,.	28	33 341.57 7 17 336.08 22 336.37	-1 -2 -3	7, K+ 73 34 15 25	8 68 206.47 34 141.43 13 10.24 29 252.83	::	14 14 7. Ke	10 05.05 11 70.20 5	-1 -1	. *• 25 . *•	10 36 450+31 11	+• +•	41 14 2, 5=	42 103.82 15 305.12 12 27 182.83	۲ ا	2, K- 14 10 33	14 14 178.08 10 304.25 35 110.30
1	24 154 88 40	el 17.41 147 175.66 54 128.64 42 6.41 25 134.65	••	1 []]	7 135 153.58 146 165.76	-1 -2	9, K4	7 17 151.05 35 251.75	-3 -0 +•	23 22 8, 8-	23 122.45 23 268.61 8	•		14 125.54 14 152.64 5	1	28 72 54 41 27	34 28.7C 71 246.46 54 321.72 46 15.38 21 217.94	-2 -3 -5 -6	47 94 23	42 89.71 C 127.07 C 3C9.50 25 201.93	ة ۲۰	19 2, Ke 00	13 68.40 14 0 287.64
47 8 8	5 <u>6</u> 5. *•	el 105-11 48 158-25 0 235-45 e			C 143.43 14 351.91 82 29.17 27 257.42 31 118.00	-, H- 1	0. *• 	54 16.90	1	29 18 8, 5=	20 170.00 26 5.51 22 237.70 8		22 20 10 9, 11	11 11.40 11 14.41 11 14.41	5 1- 1 C	, ,	11 5 38.44	,	48 10+ C+ 30	45 191.52 0 183.69 0 311.84 33 332.44	-5	25 3, x- 0+	14 0 342.04
11111	138 84 23 22	114 204.66 0 280.80 67 275.07 25 80.74 20 212.16	-4 11	2, 1. 2, 1.	C 114.08	2345	152 87 53 50 50	152 291.72 89 161.94 54 308.41 51 271.27 59 128.96	-1 -2 -3 -4	26 48 20 0	27 88.44 51 340.25 0 340.4C 19 320.17 0 318.74	, ,,	34 44 e, **	27 175.14 46 45.74 6		26 26 26 60	36 8.75 E2 129.4C 4C 15C.84 C 156.47 11 72.43	; 	27	28 233.37 21 224.50 12	12 +-	11 19 3, K=	10 280.61 21 261.34 14
-?	32 4. ••			101 80 92 11	1C2 E2.56 81 12.C5 51 62.62 12 2C5.65 54 356.56	é +• c	5. 1 43	C 190.86 E	;;	9, K- 12 35	8 16 30.30 39 8.63	1	10 12	40 276.56 12 227.41 14 210.00	+• 1 -1 -2 -2	• <b>*•</b>	11 47 43.33 50 3C4.94 35 157.93	-24-5	17 33 28 15	13 26.62 36 10.40 32 69.77 14 138.33	-;	25 4, 6.	25 212.42 25 100.70
014144	11 11 11 11	15 284.13 200 102.15 0 277.31 47 126.24 21 55.45 40 278.75	; ;; ;;	 	C 183.72 20 305.30 7	123	4C 92 12 64	42 117.71 95 88.32 10 194.79 64 221.46 56 63.02 59 265.68	12	115 96 59 77	116 151.1C 1C0 24.67 59 71.42 76 51.67		16C 175 23 72	157 345.15 161 242.53 18 23.75 65 100.10		12	10 315.01 36 220.80 15 133.84 12 154.30	23	90 19 15	-C 107.47 14 51.12 11 152.23	ہ +- 1-	6. 4, x. 9.	0 108.07
		ei er.12 14 53-17 16 113-61		17	16 305.41 56 334.10 17 331.55 46 185.41 105 165.07	 	60 10 80 151	n 323.43 P 154 120.58	57	63 10• C• 31	66 324.15 0 319.05 0 319.05 13 64.01	•	16 22 1, 1+	10 SC.51	C 1	41 56 42 20	45 276.43 55 349.80 36 256.03 30 329.25	н. -3 -4 -5	4, 84 12 42 25	12 3 202.36 46 113.53 27 218.40	۰۰ ۱	0, K. 20 1, K.	15 C 1C8.07 15
-:	14	19 341.41 50 101.65	-1		32 321.76 23 171.42 43 310.24	-2 -3 -4	69 55	74 242.21 66 121.85 58 69.18		98	96 54.85	, 1 1	28 28 C*	29 242.08 0 131.0?	1	: : :	C 40-18	۰۰ ۱-	5. K. 10	17 12 248.07	î	27	30 148.56 12 200.64

#### Tableau 3. Coordonnées et paramètres d'agitation thermique (×10<sup>4</sup>) des atomes non hydrogène, avec leurs déviations standards

Le facteu	r d'agitation	thermique est	égal à:	exp	$-(B_{11}h)$	$^{2} + B_{22}k$	$^{2}+B_{33}l$	$^{2} + B_{12}h_{2}$	$k + B_{13}hl$	$+B_{23}kl$	)].
-----------	---------------	---------------	---------	-----	--------------	------------------	----------------	----------------------	----------------	-------------	-----

	x	у	z	$\beta_{11}$	B22	B <sub>33</sub>	B <sub>23</sub>	B <sub>13</sub>	<i>B</i> <sub>12</sub>
C(1)	5248 (4)	3203 (0)	11232 (3)	140 (4)	90 (3)	111 (4)	8 (6)	0(7)	- 36 (6)
C(2)	6635 (4)	3741 (4)	12185 (4)	140 (4)	106 (3)	111 (4)	-2(6)	-8(7)	-31 (7)
C(3)	7992 (4)	3783 (3)	11275 (4)	131 (4)	71 (2)	139 (4)	-11 (6)	-31(7)	-8 (6)
<b>C</b> (4)	7636 (3)	3900 (3)	9559 (4)	112 (4)	81 (2)	127 (4)	-8 (6)	28 (6)	-10 (5)
C(5)	6184 (3)	3864 (3)	8760 (3)	110 (3)	61 (2)	124 (4)	4 (5)	30 (6)	-11 (5)
C(6)	5903 (3)	4089 (3)	7002 (4)	120 (4)	78 (3)	125 (4)	23 (5)	34 (7)	-35 (5)
C(7)	4964 (3)	3199 (3)	6107 (3)	125 (4)	76 (2)	107 (4)	-1 (5)	42 (6)	-15 (5)
C(8)	3432 (3)	3042 (3)	6746 (3)	105 (3)	59 (2)	103 (3)	5 (4)	33 (6)	-7(4)
C(9)	3715 (3)	2810 (3)	8553 (3)	102 (3)	66 (2)	98 (3)	6 (5)	12 (6)	-15 (4)
C(10)	4766 (3)	3647 (3)	9559 (3)	110 (4)	66 (2)	104 (4)	1 (5)	10 (6)	-11 (5)
C(11)	2186 (4)	2617 (3)	9202 (3)	136 (4)	97 (3)	100 (4)	-8(6)	34 (7)	-62 (6)
C(12)	1152 (4)	1769 (3)	8287 (3)	140 (4)	89 (3)	108 (4)	15 (5)	6 (7)	- 60 (6)
C(13)	886 (3)	2001 (3)	6497 (3)	116 (4)	63 (2)	95 (4)	-9 (5)	10 (6)	-6 (5)
C(14)	2483 (3)	2125 (3)	5940 (3)	118 (4)	58 (2)	104 (4)	-5 (5)	23 (6)	-8 (5)
C(15)	2133 (4)	2089 (3)	4108 (3)	143 (4)	83 (3)	108 (4)	-22(5)	45 (7)	-23 (6)
C(16)	765 (4)	1320 (3)	3756 (4)	160 (5)	77 (3)	130 (4)	-45 (6)	30 (7)	-24(6)
C(17)	211 (4)	1075 (3)	5376 (3)	132 (4)	59 (2)	130 (4)	-15 (5)	-7(7)	-16 (5)
C(18)	-127 (3)	3002 (3)	6128 (4)	125 (4)	68 (2)	152 (5)	-29 (6)	26 (7)	18 (5)
C(19)	3917 (4)	4710 (3)	9696 (4)	147 (5)	74 (3)	173 (5)	- 42 (6)	1 (8)	22 (6)
C(20)	-1523(4)	925 (3)	5259 (4)	143 (4)	66 (2)	144 (4)	- 29 (6)	-20(7)	- 28 (5)
C(21)	-2186 (4)	493 (4)	6681 (5)	134 (5)	106 (4)	199 (6)	54 (8)	-5 (9)	- 52 (7)
O(3)	9328 (3)	3799 (3)	11941 (3)	125 (3)	117 (2)	181 (4)	-1(5)	-68(6)	-10 (5)
O(20)	-2427(3)	1135 (3)	4093 (3)	163 (4)	149 (3)	172 (4)	40 (6)	- 74 (6)	- 78 (6)
O(21)	- 3784 (3)	343 (3)	6378 (3)	153 (4)	118 (3)	208 (5)	9 (6)	18 (6)	-90 (5)

soïde de vibration thermique à 50% de probabilité (programme ORTEP, Johnson, 1965).

Les longueurs et les angles de liaisons intramoléculaires calculés à partir des coordonnées des Tableaux 3 et 4 sont donnés avec leurs déviations standards dans les Tableaux 5 et 6 et sur les Fig. 3 et 4. La Fig. 5 représente la projection (001) de la structure.

# Tableau 5. Longueurs des liaisons intramoléculaires(<2 Å) et déviations standards</td>

Tableau 4. Coordonnées des atomes d'hydrogèneavec leurs déviations standards (×104)

Les valeurs  $d_{cor}$  sont corrigées de l'effet dû à la libration du corps rigide.

	x	У	Ζ
H(1A)	5539 (55)	2593 (42)	11125 (55)
H(1B)	4361 (53)	3121 (47)	11846 (55)
H(2A)	6422 (78)	4600 (73)	12683 (89)
H(2B)	7015 (53)	3380 (43)	13016 (58)
H(4)	8497 (53)	4038 (43)	8924 (56)
H(6A)	5382 (54)	4799 (44)	6927 (57)
H(6B)	6994 (43)	4219 (35)	6529 (46)
H(7A)	5576 (56)	2496 (43)	6170 (56)
H(7B)	4815 (59)	3310 (44)	4920 (59)
H(8)	2873 (37)	3701 (30)	6561 (40)
H(9)	4361 (43)	2167 (34)	8679 (45)
H(11A)	1727 (52)	3256 (45)	9114 (56)
H(11 <i>B</i> )	2382 (55)	2295 (45)	10205 (58)
H(12A)	1595 (53)	1141 (45)	8427 (55)
H(12 <i>B</i> )	74 (58)	1783 (42)	8731 (58)
H(14)	3045 (55)	1505 (43)	6340 (57)
H(15A)	1818 (53)	2802 (45)	3568 (55)
H(15B)	3049 (55)	1803 (44)	3676 (58)
H(16A)	1248 (67)	608 (54)	3154 (74)
H(16 <i>B</i> )	- 144 (67)	1695 (52)	2999 (70)
H(17)	704 (53)	379 (44)	5819 (57)
H(18A)	-1183 (53)	2816 (45)	6532 (56)
H(18B)	315 (53)	3696 (41)	6745 (55)
H(18C)	- 204 (63)	3178 (44)	4824 (62)
H(19A)	2847 (54)	4557 (46)	10411 (57)
H(19 <i>B</i> )	4619 (55)	5164 (46)	10180 (58)
H(19 <i>C</i> )	3568 (69)	5036 (57)	8853 (74)
H(2 A)	- 1632 (67)	- 52 (57)	6971 (74)
H(21 <i>B</i> )	- 1950 (62)	1145 (55)	7561 (67)
H(021)	- 4009 (53)	559 (42)	5513 (58)

	d (Å)	$d_{\rm cor}$ (Å)	d (Å)
C(1) - C(2)	1,515 (5)	1,516	C(1) - H(1A) = 0.81 (5)
C(1) - C(10)	1,527 (4)	1,532	C(1) - H(1B) = 1,00(5)
C(2) - C(3)	1,501 (5)	1,507	C(2) - H(1A) = 1,18(5)
C(3) - C(4)	1,453 (5)	1,457	C(2) - H(2B) = 0,86(5)
C(4) - C(5)	1,351 (4)	1,352	C(4) - H(4) = 1,00(5)
C(5) - C(6)	1,504 (4)	1,508	C(6) - H(6A) = 1,00(5)
C(5) - C(10)	1,515 (4)	1,520	C(6) - H(6B) = 1,09 (4)
C(6) - C(7)	1,521 (5)	1,523	C(7) - H(7A) = 1,03 (5)
C(7) - C(8)	1,523 (4)	1,528	C(7) - H(7B) = 1,01 (5)
C(8) - C(9)	1,546 (4)	1,550	C(8) - H(8) = 0.96 (4)
C(8) - C(14)	1,520 (4)	1,522	C(9) - H(9) = 0,98 (4)
C(9) - C(10)	1,564 (4)	1,566	C(11)-H(11A) 0,89 (5)
C(9) - C(11)	1,530 (4)	1,536	C(11)-H(11B) 0,94 (5)
C(10) - C(19)	1,535 (5)	1,541	C(12)-H(12A) 0,88 (5)
C(11) - C(12)	1,531 (5)	1,533	C(12)-H(12B) 1,06 (5)
C(12) - C(13)	1,531 (4)	1,536	C(14)-H(14) = 0.95(5)
C(13) - C(14)	1,539 (4)	1,544	C(15)-H(15A) 1,02 (5)
C(13) - C(17)	1,560 (4)	1,563	C(15)-H(15B) 0,99 (5)
C(13) - C(18)	1,540 (5)	1,546	C(16)-H(16A) 1,14 (6)
C(14) - C(15)	1,542 (4)	1,546	C(16)-H(16B) 1,06 (6)
C(15) - C(16)	1,529 (5)	1,531	C(17)-H(17) 1,02 (5)
C(16) - C(17)	1,550 (4)	1,556	C(18) - H(18A) 1,05 (5)
C(17) - C(20)	1,513 (5)	1,516	C(18) - H(18B) 1,06 (5)
C(20) - C(21)	1,508 (5)	1,515	C(18) - H(18C) 1, 12(5)
			C(19) - H(19A) 1,20 (5)
C(3) - O(3)	1,222 (4)	1,223	C(19) - H(19B) 0.89 (5)
C(20) - O(20)	1,205 (4)	1,207	C(19) - H(19C) 0,84(6)
C(21) - O(21)	1,393 (4)	1,396	C(21) - H(21A) 0.85(7)
			C(21) - H(21B) 1,11 (6)
			O(21) - H(021) 0,78 (5)

L'analyse du mouvement thermique de la molécule considérée, pour l'ensemble des atomes C(1)-C(19), comme un corps rigide, a été réalisée suivant la méthode de Schomaker & Trueblood (1968). Les composantes des tenseurs T, L et S rapportés au système d'axes a, b et  $c^*$  sont reprises dans le Tableau 7. La valeur du modèle peut être vérifiée dans le Tableau 8 où on voit que l'écart entre les valeurs observées et calculées des  $U_{ij}$  dépasse rarement  $2\sigma(U)$  pour les atomes C(1)-C(19). Dans le Tableau 9, sont reprises les caractéristiques principales du tenseur L. Le mouvement de libration est anisotrope, les déplacements angulaires moyens carrés valant respectivement 26,2, 2,6 et 2,2 (°)<sup>2</sup>. Les corrections des distances et des angles des liaisons intramoléculaires ont été calculées à partir des composantes du tenseur L, au moyen des relations décrites par Johnson (1969) et que nous avons introduites dans le programme *ORFFE* de Busing, Martin & Levy (1962). Le Tableau 5 montre que ces corrections sont, pour

oleau o. migies des mais	sons min amorecuit	unes abee teans accounter.	is statual
C(2)C(1) - C(10)	115.5 (2)°	C(5) - C(10) - C(19)	108.1 (3)
C(1) - C(2) - C(3)	1117(3)	C(9) - C(10) - C(19)	111.7 (3)
C(2) = C(3) = C(4)	1164(3)	C(9) = C(11) = C(12)	1141(3)
C(2) = C(3) = C(4)	170,4(3)	C(11) = C(12) C(13)	114,1(3)
C(2) = -C(3) = O(3)	122,1(3)	C(12) = C(12) = C(13)	107.9 (3)
C(4) C(3) O(3)	121,2 (3)	C(12) = C(13) = C(14)	107,8 (2)
C(3) - C(4) - C(5)	123,6 (3)	C(12) = -C(13) - C(17)	11/,1 (3)
C(4) - C(5) - C(6)	120,2 (3)	C(12) - C(13) - C(18)	111,0 (2)
C(4) - C(5) - C(10)	123,2 (3)	C(14) - C(13) - C(17)	99,7 (2)
C(6) C(5) - C(10)	116,6 (3)	C(14) - C(13) - C(18)	111,9 (2)
C(5) C(6) - C(7)	111,1 (3)	C(17) - C(13) - C(18)	108,8 (2)
C(6) - C(7) - C(8)	110,8 (3)	C(8) - C(14) - C(13)	113,4 (2)
C(7) - C(8) - C(9)	110,5 (2)	C(8) - C(14) - C(15)	119,6 (3)
C(7) - C(8) - C(14)	112.8 (2)	C(13) - C(14) - C(15)	104.3 (2)
C(9) - C(8) - C(14)	107.8 (2)	C(14) - C(15) - C(16)	104.7 (3)
C(8) =C(9) = -C(10)	114.6(2)	C(15) - C(16) - C(17)	106 4 (3)
C(8) = C(9) = C(11)	11111(2)	C(13) = C(17) = C(16)	104 9 (3)
C(10) = C(0) = C(11)	1125(2)	C(13) = C(17) = C(10)	11/0(3)
C(10) - C(10) - C(11)	112,3(2) 110,2(2)	C(15) = C(17) = C(20)	113 5 (3)
C(1) = C(10) = C(3)	110,2(2)	C(10) = C(17) = C(20)	113, 3(3)
C(1) = -C(10) = C(9)	109,1(2)	C(17) = C(20) = C(21)	110,9 (3)
C(1) = -C(10) - C(19)	108,5 (2)	C(17) = -C(20) = O(20)	124,0 (3)
C(5) C(10) - C(9)	109,2 (2)	C(21) - C(20) - O(20)	117,1(3)
		C(20) - C(21) - O(21)	112,7(3)
C(2) - C(1) - H(1A)	104 (3)	C(13) - C(12) - H(12B)	109 (3)
C(2) - C(1) - H(1B)	113 (3)	H(12A)-C(12)-H(12B)	111 (4)
C(10) - C(1) - H(1A)	107 (3)	C(8) - C(14) - H(14)	103 (3)
C(10) - C(1) - H(1B)	113 (3)	C(13) - C(14) - H(14)	104 (3)
H(1A) - C(1) - H(1B)	104 (5)	C(15) - C(14) - H(14)	111 (3)
C(1) - C(2) - H(2A)	116 (4)	C(14) - C(15) - H(15A)	115 (3)
C(1) - C(2) - H(2B)	113 (3)	C(14) - C(15) - H(15B)	109 (3)
C(3) - C(2) - H(2A)	109 (4)	C(16) - C(15) - H(15A)	108 (3)
C(3) - C(2) - H(2B)	101 (3)	C(16) - C(15) - H(15B)	110 (3)
H(2A) - C(2) - H(2B)	104 (5)	H(15A) - C(15) - H(15B)	109 (4)
C(3) - C(4) - H(4)	119(3)	C(15) - C(16) - H(16A)	105 (3)
C(5) - C(4) - H(4)	117 (3)	C(15) - C(16) - H(16B)	110(3)
C(5) = C(6) = H(6.4)	104(3)	C(17) = C(16) = H(16A)	115(3)
C(5) = C(6) = H(6R)	104(3)	C(17) = C(16) = H(16R)	109(3)
C(3) = C(6) = H(6.4)	111(2) 114(2)	U(16A) C(16) U(16B)	102(3)
C(7) = C(6) = H(6A)	114(3)	G(10) - C(10) - H(10)	112(3)
C(7) = -C(6) = H(6B)	111(2)	C(13) = C(17) = R(17)	100(3)
H(6A) - C(6) - H(6B)	105 (4)	C(10) = C(17) = H(17)	109 (3)
C(6) - C(7) - H(7A)	111 (3)	C(20) = -C(1/) - H(1/)	106 (3)
C(6) - C(7) - H(7B)	113 (3)	C(13) - C(18) - H(18A)	105 (3)
C(8)C(7) - H(7A)	110 (3)	C(13) - C(18) - H(18B)	114 (3)
C(8) - C(7) - H(7B)	112 (3)	C(13) - C(18) - H(18C)	108 (3)
H(7A) - C(7) - H(7B)	99 (4)	H(18A) - C(18) - H(18B)	107 (4)
C(7) - C(8) - H(8)	106 (2)	H(18A) - C(18) - H(18C)	115 (4)
C(9) - C(8) - H(8)	109 (2)	H(18B)-C(18)-H(18C)	107 (4)
C(14) - C(8) - H(8)	110 (2)	C(10) - C(19) - H(19A)	108 (2)
C(8) - C(9) - H(9)	106 (2)	C(10) - C(19) - H(19B)	106 (3)
C(10) - C(9) - H(9)	102(2)	C(10) - C(19) - H(19C)	118 (4)
C(11) - C(9) - H(9)	110(2)	H(19A) - C(19) - H(19B)	114 (4)
C(9) - C(11) - H(114)	103(3)	H(19A) - C(19) - H(19C)	107 (5)
C(9) = C(11) = H(11R)	110 (3)	H(19B) C(19) - H(19C)	103 (5)
C(12) = C(11) = H(114)	111 (3)	C(20) - C(21) - H(21.4)	104(4)
$C(12) = C(11) = \Pi(112)$	101 (3)	C(20) = C(21) = H(21R)	103(3)
$U(12) - U(11) - \Pi(11D)$	110 (5)	O(21) = O(21) = U(21A)	103(3) 117(4)
H(11A) - C(11) - H(11B)	117 (3)	$O(21) - O(21) - \Pi(21A)$	117(4) 108(3)
C(11) - C(12) - H(12A)	110 (3)	U(21) - U(21) - H(21B)	100(3)
C(11) - C(12) - H(12B)	107 (3)	H(21A) - C(21) - H(21B)	111 (5)
C(13) - C(12) - H(12A)	108 (3)	C(21) O(21) - H(021)	104 (4)

Tableau 6. Angles des liaisons intramoleculaires avec leurs déviations standards



Fig. 1. La désoxycotticostérone.

les distances, de l'ordre des déviations standards. Les corrections angulaires sont, elles, négligeables.

#### Discussion de la structure

Les distances C–C et C–O observées sont compatibles avec les valeurs communément admises,  $sp^3-sp^3$ : 1,533  $sp^3-sp^2$ : 1,505;  $sp^2-sp^2$ : 1,337 et (O=)C–C(=): 1,44 Å,



Fig. 2. Configuration de la molécule. Chaque atome (exceptés les H) est représenté par son ellipsoïde de vibration thermique à 50% de probabilité.



Fig. 3. Longueurs des liaisons intramoléculaires.

Tableau 7. Composantes des tenseurs du corps rigide rapportés à un système d'axes cartésiens dont l'origine coincide avec l'origine de la maille et les axes avec a, b et c\*

Ont été inclus dans le calcul du corps rigide les atomes de carbone C(1) à C(19). Les déviations standards sont données entre parenthèses.

$T (\times 10^4 \text{ Å}^2) =$	875 (57)	-61 (51) 1502 (68)	-68(32) -606(41)
$L (\times 10^4 \text{ rad}^2) =$	46 (2)	19 (2) 17 (1)	733 (28) 31 (2) 15 (2)
<b>S</b> (×10 <sup>4</sup> Å.rad)=	-4 (12) -54 (8) 22 (10)	217 (12) 80 (13) 124 (9)	$ \begin{array}{r} 31 (2) \\ -126 (8) \\ -34 (6) \\ -76 (28) \end{array} $

excepté pour les liaisons C(9)–C(10) [1,564(4) Å] et C(13)–C(17) [1,560 (4) Å] où l'écart excède  $5\sigma$  et peut être considéré comme très significatif. On rencontre un allongement de ces deux liaisons dans tous les corticostéroïdes connus; par exemple dans la progestérone (Campsteyn, Dupont & Dideberg, 1972), C(9)–C(10)=1.566 (4) Å et C(13)–C(17)=1,559 (4). Ces allongements résultent de contacts intramoléculaires très courts. Les angles des liaisons intramoléculaires sont en accord avec les valeurs observées dans d'autres stéroïdes, nous remarquerons cependant la valeur anormale des angles C(17)–C(20)–O(20)[124,0 (3)°] et C(21)–C(20)–O(20) [117,1 (3)°], ceci résulte aussi de distances intramoléculaires courtes [C(16)–O(20)=2,85 Å].

Les équations des principaux plans moyens, ains



Fig. 4. Angles des liaisons intramoléculaires.

Tableau 8. Ecarts (×10<sup>4</sup>) entre les composantes (Å<sup>2</sup>)  $U_{ij}$  dérivées des  $B_{ij}$  et celles calculées à partir du corps rigide C(1)–C(19)

Les atomes sont numérotés dans le même ordre que dans le Tableau 3 [ $\sigma(U) = 0,0026$  Å<sup>2</sup>].

1	1	- 33	21	14	-14	3
2	-22	38	-22	22	8	8
3	25	- 58	-6	9	- 19	- 33
4	-13	72	-38	-4	32	-10
5	-18	-13	20	-12	14	0
6	-51	-10	13	16	10	5
7	-0	-45	- 5	26	-9	6
8	-40	23	12	-12	8	-4
9	-44	46	-8	-22	-23	-2
10	-11	1	-12	- 19	-20	23
11	36	41	-6	- 56	-10	-2
12	8	4	-13	0	-33	-7
13	-13	-6	- 49	28	-16	-23
14	-10	-0	-5	-20	- 5	1
15	10	1	9	-11	21	5
16	52	10	22	-31	28	- 20
17	-24	-31	-6	20	- 13	- 29
18	23	- 25	39	33	39	7
19	91	-14	35	19	2	71
20	7	- 129	-5	73	- 35	-63
21	-152	- 171	115	218	- 37	89
22	-21	228	33	-6	- 37	2
23	124	508	73	-136	-125	171
24	-110	-416	40	240	-17	41

Tableau 9. Valeurs des axes du tenseur L etleurs cosinus directeurs

i	$\overline{\alpha^2}$ (°) <sup>2</sup>	$\sqrt{\overline{\alpha^2}}$ (°)	$\cos \theta_{ix}$	$\cos \theta_{iy}$	$\cos \theta_{iz}$
1	26,2	5,1	0,7294	0,3614	0,5809
2	2,6	1,6	0,5162	-0,8479	-0,1209
2	2,2	1,5	0,4488	0,3883	-0,8049

que les valeurs de leurs angles dièdres et les distances des atomes à ces plans sont reprises dans les Tableaux 10, 11 et 12.

#### Tableau 10. Equations des plans moyens

Les équations sont de la forme lx + my + nz = p où x, y, z et p sont exprimés en Å par rapport à un système d'axes orthogonaux parallèles à **a**, **b** et c<sup>\*</sup>.

		1	т	n	р
Plan	Atomes	(×10 <sup>4</sup> )	(×10 <sup>4</sup> )	$(\times 10^{4})$	( × 104)
<i>A</i> 1	C(2), C(3), C(4)	- 183	- 9948	- 998	- 57604
A2	C(1), C(2), C(4), C(5)	3418	-9388	-416	31936
A3B1	C(1), C(5), C(6), C(10)	) 323	-9564	- 2902	- 65384
B2	C(6), C(7), C(9), C(10)	) - 6853	6773	- 2676	- 10977
B3C1	C(7), C(8), C(9), C(11)	) 797	-9787	- 1890	- 46133
C2	C(8), C(11), C(12),				
	C(14)	- 6759	6690	- 3091	- 7179
C3D1	C(12), C(13), C(14),				
	C(15)	899	-9929	-782	-28246
D2	C(13), C(15), C(16),				
	C(17)	- 6486	6839	- 3340	-1821
D3	C(14), C(15), C(16),				
	C(17)	- 5810	8127	- 444	11237
Α	C(1), C(2), C(3), C(4),				
	C(5), C(10)	2055	-9712	-1210	- 46508
В	C(5), C(6), C(7), C(8),				
	C(9), C(10)	- 5156	8487	- 1174	11947
С	C(8), C(9), C(11),				
	C(12), C(13), C(14)	- 4956	8584	-1325	11784
D	C(13), C(14), C(15),				
	C(16), C(17)	-5328	8100	-2450	4114
	C(1) - C(17)	-4706	8798	-673	15215

	Tab	leau	11.	Angl	es	entre	pl	lans
--	-----	------	-----	------	----	-------	----	------

Plan 1	Plan 2	Angle
A1	A2	21,27°
A3B1	A2	22,92
A3B1	B2	53,28
B3C1	<i>B</i> 2	47,77
B3C1	C2	49,04
C3D1	C2	45,11
C3D1	D2	44,27
C3D1	D3	30,77
Α	В	23,25
В	С	1,54
С	D	7,34
A	C(1) - C(17)	19,04
В	C(1) - C(17)	4,25
С	C(1) - C(17)	4,19
D	C(1) - C(17)	11,53

La Fig. 6 représente la projection de la molécule parallèlement à l'intersection du plan moyen C(1)-C(17) avec le plan (a, c).

Les angles de torsion sont repris dans le Tableau 13. Les cycles A, B et C ont une conformation classique. Le cycle D est caractérisé par les paramètres  $\Delta = -13,3^{\circ}$ et  $\varphi_m = 44,8^{\circ}$ . La conformation de la chaîne latérale est semblable à celle de la progestérone (Campsteyn, Dupont & Dideberg, 1972). En particulier, l'angle de torsion C(16)-C(17)-C(20)-O(20) est égal à  $-11,2^{\circ}$ .

L'angle de torsion O(20)-C(20)-C(21)-O(21) est voisin de celui des corticostéroïdes analoques, soit +3,6°.

L'analyse de la structure confirme que: 1° Lorsqu'il n'y a pas d'hydroxyle en position 17, l'angle de torsion



Fig. 5. Projection (001) de la structure.

### Tableau 12. Distances des atomes (×10<sup>3</sup> Å) aux plans moyens ( $\sigma$ =0,004 Å)



C(16)-C(17)-C(20)-O(20) est inférieur à  $-15^{\circ}$ . 2° Les atomes O(20)-C(20)-C(21)-O(21) sont presque copla-

#### Tableau 13. Angles de torsion

 $\theta(A-B)$  est l'angle de torsion de la liaison A-B pour lequel les deux autres atomes définissant l'angle sont cèux se trouvant à chaque extrémité de la liaison, dans le même cycle.

Cycle A		Cycle B		
Liaison	$\theta$ (A–B)	Liaison	$\theta (A-B)$	
C(1)-C(2)	— 52,2°	C(5) - C(6)	— 54,5°	
C(2) - C(3)	33,1	C(6) - C(7)	57,0	
C(3)-C(4)	-6,8	C(7) - C(8)	- 56,6	
C(4) - C(5)	-2,9	C(8) - C(9)	52,8	
C(5)-C(10)	- 14,5	C(9)-C(10)	- 46,9	
C(10) - C(1)	42,0	C(5) - C(10)	48,1	
Cycle	С	Cycle	D	
Cycle Liaison	С Ө (А-В)	Cycle . Liaison	$D_{\theta (A-B)}$	
Cycle Liaison C(8)—C(9)	C θ (A-B) - 54,6°	Cycle Liaison C(13)-C(14)	D θ (A-B) 44,5°	
Cycle Liaison C(8)—C(9) C(9)—C(11)	$C \\ \theta (A-B) \\ -54,6^{\circ} \\ 52,4$	Cycle . Liaison C(13)-C(14) C(14)-C(15)	$D \\ \theta (A-B) \\ 44,5^{\circ} \\ -33,7$	
Cycle Liaison C(8)—C(9) C(9)—C(11) C(11)-C(12)	$C \\ \theta (A-B) \\ -54,6^{\circ} \\ 52,4 \\ -52,5$	Cycle Liaison C(13)-C(14) C(14)-C(15) C(15)-C(16)	$D \\ \theta (A-B) \\ 44,5^{\circ} \\ -33,7 \\ 8,5$	
Cycle Liaison C(8)—C(9) C(9)—C(11) C(11)–C(12) C(12)–C(13)	$C \\ \theta (A-B) \\ -54,6^{\circ} \\ 52,4 \\ -52,5 \\ 54,0 \\ \end{cases}$	Cycle Liaison C(13)-C(14) C(14)-C(15) C(15)-C(16) C(16)-C(17)	$D \\ \theta (A-B) \\ 44,5^{\circ} \\ -33,7 \\ 8,5 \\ 19,2$	
Cycle Liaison C(8)—C(9) C(9)—C(11) C(11)–C(12) C(12)–C(13) C(13)–C(14)	$C \\ \theta (A-B) \\ -54,6^{\circ} \\ 52,4 \\ -52,5 \\ 54,0 \\ -61,2$	Cycle . Liaison C(13)-C(14) C(14)-C(15) C(15)-C(16) C(16)-C(17) C(13)-C(17)	$D \\ \theta (A-B) \\ 44,5^{\circ} \\ -33,7 \\ 8,5 \\ 19,2 \\ -38,8 \\ \end{bmatrix}$	
Cycle Liaison C(8)—C(9) C(9)—C(11) C(11)–C(12) C(12)–C(13) C(13)–C(14) C(8)—C(14)	$C \\ \theta (A-B) \\ -54,6^{\circ} \\ 52,4 \\ -52,5 \\ 54,0 \\ -61,2 \\ 61,4$	Cycle Liaison C(13)-C(14) C(14)-C(15) C(15)-C(16) C(16)-C(17) C(13)-C(17)	$D \\ \theta (A-B) \\ 44,5^{\circ} \\ -33,7 \\ 8,5 \\ 19,2 \\ -38,8$	

Chaîne latérale	
C(16)-C(17)-C(20)-O(20)	-11,2°
O(20)-C(20)-C(21)-O(21)	3,6
C(12)-C(13)-C(17)-C(20)	80,1
C(14)-C(13)-C(17)-C(20)	- 164,1
C(18)-C(13)-C(17)-C(20)	- 46,8
C(15)-C(16)-C(17)-C(20)	145,4
C(13)-C(17)-C(20)-C(21)	- 70,0
C(13)-C(17)-C(20)-O(20)	109,5
C(16)-C(17)-C(20)-C(21)	169,3
O(17)-C(17)-C(20)-O(20)	- 131,3
O(17)-C(17)-C(20)-C(21)	49,2
C(17)-C(20)-C(21)-O(21)	-176,8

Tableau 13 (suite)

Oxygènes	
C(1) - C(2) - C(3) - O(3)	-152.2°
C(5) - C(4) - C(3) - O(3)	178,5
C(12)-C(13)-C(17)-O(17)	- 38,4
C(14)-C(13)-C(17)-O(17)	77,4
C(18)-C(13)-C(17)-O(17)	-165,3
C(13)-C(10)-C(17)-O(17)	- 96,1
Máthyles	
	<b>CD 00</b>
C(11) - C(12) - C(13) - C(18)	$-68,9^{\circ}$
C(15) = C(14) = C(13) = C(18)	-705
C(16) = C(17) = C(13) = C(18)	78,5
C(2) - C(1) - C(10) - C(19)	-76.2
C(4) - C(5) - C(10) - C(19)	103,9
C(6) - C(5) - C(10) - C(19)	-73,6
C(8) - C(9) - C(10) - C(19)	72,6
C(11)-C(9)-C(10)-C(19)	- 55,9
Ionationa des quales	
Jonctions des cycles	
C(2) = C(1) = C(10) - C(9)	154,0°
C(3) = C(4) = C(5) = C(6)	-1/9,2
C(4) = C(5) = C(10) = C(9)	-120,3
C(6) - C(7) - C(8) - C(14)	-171.2
C(7) - C(8) - C(14) - C(13)	177.9
C(7) - C(8) - C(14) - C(15)	- 58,4
C(9) - C(8) - C(14) - C(15)	-177,2
C(7) - C(8) - C(9) - C(11)	-173,3
C(14)-C(8)-C(9)-C(10)	173,3
C(11) - C(9) - C(10) - C(1)	501
	174 1
C(1) = C(10) = C(10) = C(3)	174,1
C(11)-C(10)-C(9)-C(8) C(12)-C(11)-C(9)-C(10)	174,1 -169,1 -176.9
C(11)-C(10)-C(9)-C(8) C(12)-C(11)-C(9)-C(10) C(11)-C(12)-C(13)-C(17)	174,1 -169,1 -176,9 162,9
$\begin{array}{c} C(1)-C(3)-C(10)-C(3)\\ C(1)-C(10)-C(9)-C(10)\\ C(12)-C(11)-C(9)-C(10)\\ C(11)-C(12)-C(13)-C(17)\\ C(12)-C(13)-C(14)-C(15) \end{array}$	$     \begin{array}{r}       39,1 \\       174,1 \\       -169,1 \\       -176,9 \\       162,9 \\       172,2 \end{array} $
$\begin{array}{c} C(1)-C(3)-C(10)-C(3)\\ C(1)-C(10)-C(9)-C(10)\\ C(12)-C(11)-C(9)-C(10)\\ C(11)-C(12)-C(13)-C(17)\\ C(12)-C(13)-C(14)-C(15)\\ C(17)-C(13)-C(14)-C(8) \end{array}$	174,1 169,1 176,9 162,9 172,2 177,7
$\begin{array}{c} C(1)-C(3)-C(10)-C(3)\\ C(1)-C(10)-C(9)-C(10)\\ C(11)-C(12)-C(10)-C(10)\\ C(11)-C(12)-C(13)-C(17)\\ C(12)-C(13)-C(14)-C(15)\\ C(17)-C(13)-C(14)-C(8)\\ C(12)-C(13)-C(17)-C(16) \end{array}$	174,1 -169,1 -176,9 162,9 172,2 177,7 -158,1

.



naires. Nous pouvons aussi remarquer que la structure moléculaire de la progestérone et de la 11-désoxycorticostérone, sont très semblables.

# Tableau 14. Distances intermoléculaires (<4 Å)</th> et leurs déviations standards

Notations des positions: C(1)-O(20) 1/101 signifie que C(1) se trouve dans la position équivalente 1 et O(20) dans la position équivalente 1 translatée d'une maille dans le sens +x et d'une maille dans le sens +z. Les positions équivalentes sont 1: x, y, z; 2: -x,  $\frac{1}{2}+y$ , -z.

C(1)O(20)	1/101	3,914 (4) Å
C(1) - O(21)	2/002	3,691 (4)
C(2) - O(20)	1/101	3,680 (6)
C(2) - O(21)	2/002	3,539 (5)
C(3) - C(12)	2/102	3,817 (5)
C(4) - C(18)	1/100	3,887 (4)
C(6) - C(18)	1/100	3,884 (4)
C(6) - O(20)	2/001	3,976 (5)
C(6) - O(21)	2/001	3,552 (4)
C(7) - C(2)	1/00T	3,872 (4)
C(7) - O(20)	1/100	3,980 (5)
C(7) - O(21)	1/100	3,733 (5)
C(7) - O(21)	2/001	3,477 (5)
C(8) - O(21)	2/001	3,954 (4)
C(11)-O(3)	1/T00	3,925 (4)
C(12)-O(3)	$2/1\overline{1}2$	3,740 (5)
C(14)-O(21)	1/100	3,919 (4)
C(15)–O(3)	1/101	3,561 (4)
C(16)–O(3)	1/TOT	3,609 (5)
C(17)-O(3)	2/112	3,632 (5)
C(19)–C(21)	2/002	3,737 (5)
C(19)-O(21)	2/002	3,440 (5)
C(19)–O(20)	2/001	3,745 (5)
C(20)–O(3)	2/1 <u>1</u> 2	3,886 (5)
C(21)-O(3)	2/112	3,354 (5)

Le calcul des longueurs des liaisons intermoléculaires (Tableau 14) indique des contacts courts principalement avec les extrémités du stéroïde. La cohésion du cristal est due aux forces de van der Waals.

Les auteurs remercient MM les Professeurs J. Toussaint et H. Brasseur pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, ainsi que M. Vermeire pour la sélection de l'échantillon.

#### 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.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). ORFFE. ORNL-TM-306, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- CAMPSTEYN, H., DUPONT, L. & DIDEBERG, O. (1972). Acta Cryst. B28, 3032-3042.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis. Edité par R. PEPINSKY, J. M. ROBERTSON, & J. C. SPEAKMAN. Oxford: Pergamon Press.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). Acta Cryst. A27, 368-376.
- HANSON, H. P., HERMAN, F., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). Acta Cryst. 17, 1040–1044.
- JOHNSON, C. K. (1965). ORTEP. ORNL 3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- JOHNSON, C. K. (1969). Crystallographic Computing. Edité par F. R. AHMED. Copenhagen: Munksgaard.
- SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). Acta Cryst. B24, 63-76.