

regular tetrahedral. C(8)···O(3) is 2.783 (3) Å, and would be shorter but for the molecular deformation indicated by the above angles. The structures of the lactones of two similar compounds (Flippen, 1972; Chapuis *et al.*, 1973) exhibit about the same amount of deformation, but in the opposite direction, when the lactone bond exists between atoms corresponding to C(8) and O(3). For reference in discussions of the rate of lactonization we report also the angles O(3)–C(8)–C(2), 83.8 (1)°, and C(6)–O(3)–C(8), 87.6 (2)°.

Each Na ion has as neighbors five water molecules and an alcohol O atom, arranged in octahedral configuration. All of the water H atoms participate in hydrogen bonds, one of them to another water molecule and five to O atoms of the carboxylate group. This coordination geometry and hydrogen bonding connects the molecules into double layers parallel to (100) (Fig. 2). There are no bonds across the plane $x = \frac{1}{2}$, a feature which explains the easy cleavage of the crystal along (100).

We thank Dr D. D. Hackney and Professor D. E. Koshland for providing the crystals. G. Chapuis

acknowledges the Swiss National Funds for financial support.

References

- BECKMANN, S. & GEIGER, H. (1961). *Chem. Ber.* **94**, 48–58.
 CHAPUIS, G., ZALKIN, A. & TEMPLETON, D. H. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2642–2644.
 CROMER, D. T. & LIBERMAN, D. (1970). *J. Chem. Phys.* **53**, 1891–1898.
 DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390–397.
 FLIPPEN, J. L. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 2046–2048.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 HACKNEY, D. D. (1975). *Models for Chymotrypsin and the Interaction of Lysozyme with Urea*. Thesis, Univ. of California, Berkeley.
 MORIARTY, R. M. & ADAMS, T. (1973). *J. Amer. Chem. Soc.* **95**, 4070–4071.
 OLSON, A. J. (1975). *Polar Hydrogen Scattering Factors in X-ray Diffraction Analysis*. Thesis, Univ. of California, Berkeley.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 STORM, D. R. & KOSHLAND, D. E. (1972). *J. Amer. Chem. Soc.* **94**, 5805–5814, 5815–5825.

Acta Cryst. (1977). **B33** 563–565

Acide Dioxo-3,17 Nor-19 (Androstène-4)-7 α -butyrique

PAR G. PRECIGOUX, B. Busetta ET M. HOSPITAL

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline associé au CNRS, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 13 septembre 1976, accepté le 24 septembre 1976)

Abstract. C₂₂H₃₀O₄, orthorhombic, P2₁2₁2₁, $a = 9.808$ (5), $b = 19.147$ (9), $c = 10.618$ (5) Å, $Z = 4$, $D_x = 1.19$ g cm⁻³. The structure was solved by direct methods. A least-squares refinement with anisotropic thermal coefficients led to a conventional R value of 0.049 for 1450 observed reflexions. The butyric acid group in the 7 α position is planar.

Introduction. Ce composé a été synthétisé pour confectionner une colonne d'affinité utilisée pour la purification du récepteur cytosolique utérin de l'oestradiol (Bucourt *et al.*, 1977). Lors de la synthèse de cette substance il fut isolé un produit secondaire en quantité assez importante qui logiquement devait être l'isomère 7 β (Bucourt & Torelli, 1977). Cependant, son spectre de dichroïsme circulaire, très dissemblable du produit principal 7 α , jetait un doute sur les structures attribuées aux deux composés 7 α et 7 β . On pouvait invoquer soit une description erronée de la molécule au niveau de la

chaîne et des noyaux A et B , soit une mise en défaut des bases d'interprétation du dichroïsme circulaire pour le composé 7 β . Afin de lever cette indétermination il fallait pouvoir obtenir une preuve irréfutable des structures et connaître les conformations des deux composés. Dans cet esprit, le présent article a pour but de donner la géométrie moléculaire du composé 7 α déterminée par diffraction des rayons X. L'article suivant présente la détermination de la structure du composé 7 β .

Les dimensions de la maille ont été obtenues par affinement des positions de 14 réflexions mesurées au diffractomètre. La structure a été déterminée par méthodes directes en utilisant le programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971), avec les 155 réflexions ayant une valeur de $E > 1,55$. La meilleure solution a permis de placer les atomes lourds sur la carte de sensibilité électronique. Les atomes d'hydrogène ont été repérés sur des cartes de fonction différence

(Fig. 1). L'affinement des paramètres atomiques et d'agitation thermique anisotrope conduit à un facteur R final égal à 0,049. Les coordonnées atomiques et les paramètres d'agitation thermique sont indiqués dans le Tableau 1.*

Discussion. Les distances interatomiques, les angles de valence et les angles dièdres sont indiqués sur la Fig. 2. Ces valeurs ne s'éloignent pas significativement de celles rencontrées pour des squelettes stéroïdes analogues comme celui de la nortestosterone (Precigoux, Busetta, Courseille & Hospital, 1975).

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32160: 19 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

D'après la description proposée par Altona, Geise & Romers (1968) la conformation du cycle D est intermédiaire entre la forme demi-chaise et l'enveloppe α ($\Delta = -15,0^\circ$, $\phi_m = 43,0^\circ$).

Les atomes de carbone et d'oxygène de la chaîne butyrique sont pratiquement plans (Fig. 3). Les angles dièdres s'écartent peu de la valeur zéro ($-3,2$; $-2,2$; $3,6$; $-3,0^\circ$), et la chaîne carbonnée présente un allongement maximum. Le groupement carboxylique est dans le plan de la chaîne butyrique, l'hydroxyle acide se situant dans le prolongement normal de la chaîne comme le montre la projection de Newman (Fig. 3).

Dans le cristal les plans des molécules de stéroïde sont approximativement parallèle au plan bc (Fig. 4). Les stéroïdes s'arrangent dans l'espace en formant des chevrons.

Il existe une liaison hydrogène entre l'hydroxyle de la fonction carboxylique d'une molécule et l'oxygène

Tableau 1. Paramètres atomiques ($\times 10^4$)

	x	y	z	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
C(1)	4378 (12)	1873 (7)	3428 (14)	199 (25)	26 (6)	116 (23)	38 (30)	15 (52)	17 (19)
C(2)	3659 (11)	1537 (6)	4562 (14)	285 (33)	24 (6)	98 (24)	9 (28)	-39 (53)	24 (19)
C(3)	3417 (11)	2055 (7)	5573 (13)	215 (26)	37 (7)	93 (23)	-12 (30)	-71 (47)	46 (21)
C(4)	3149 (11)	2778 (7)	5212 (14)	208 (23)	31 (7)	74 (20)	21 (28)	-32 (46)	12 (20)
C(5)	3147 (10)	2987 (7)	4004 (12)	120 (20)	25 (6)	70 (19)	-8 (24)	-34 (41)	4 (18)
C(6)	2599 (11)	3694 (6)	3685 (13)	127 (22)	22 (6)	74 (19)	17 (22)	25 (45)	8 (17)
C(7)	3566 (11)	4090 (7)	2764 (12)	102 (23)	23 (5)	75 (19)	-4 (24)	-16 (40)	-6 (19)
C(8)	3783 (10)	3614 (6)	1597 (12)	96 (23)	18 (5)	72 (19)	-6 (21)	10 (40)	2 (17)
C(9)	4437 (11)	2902 (6)	1933 (11)	81 (20)	21 (5)	81 (19)	8 (24)	-3 (37)	-7 (17)
C(10)	3585 (10)	2506 (7)	2936 (12)	153 (23)	19 (5)	68 (19)	7 (25)	3 (41)	11 (17)
C(11)	4606 (10)	2439 (6)	751 (11)	120 (23)	22 (5)	92 (22)	11 (26)	30 (41)	-5 (19)
C(12)	5355 (10)	2809 (6)	-337 (12)	118 (24)	28 (6)	99 (21)	17 (27)	65 (46)	-13 (19)
C(13)	4675 (11)	3502 (6)	-629 (12)	106 (24)	29 (6)	68 (20)	-4 (25)	29 (41)	-5 (18)
C(14)	4638 (13)	3954 (6)	554 (11)	84 (23)	25 (5)	73 (18)	-2 (24)	7 (40)	-2 (19)
C(15)	4247 (13)	4698 (6)	81 (14)	122 (25)	24 (5)	101 (21)	8 (26)	32 (49)	24 (18)
C(16)	5041 (15)	4744 (7)	-1162 (14)	125 (26)	35 (6)	117 (22)	-5 (27)	56 (50)	33 (20)
C(17)	5398 (13)	3996 (7)	-1511 (12)	105 (25)	39 (6)	96 (20)	-8 (27)	41 (49)	6 (21)
C(18)	3221 (11)	3390 (7)	-1235 (14)	163 (24)	42 (7)	85 (21)	-7 (29)	-50 (54)	-8 (20)
C(27)	4937 (14)	4315 (6)	3406 (13)	89 (23)	29 (6)	102 (22)	-10 (22)	-25 (46)	-32 (18)
C(37)	4673 (15)	4893 (6)	4370 (13)	96 (25)	35 (6)	116 (24)	-13 (25)	-18 (45)	-50 (21)
C(47)	5980 (12)	5154 (7)	4958 (14)	105 (27)	36 (6)	115 (22)	-10 (26)	10 (50)	-48 (20)
C(57)	5710 (13)	5708 (6)	5949 (12)	106 (22)	28 (6)	79 (22)	-9 (24)	22 (42)	-8 (18)
O(83)	3348 (9)	1893 (5)	6710 (9)	378 (22)	47 (5)	107 (16)	11 (25)	-34 (38)	59 (14)
O(97)	6149 (9)	3833 (5)	-2374 (10)	231 (23)	51 (5)	152 (15)	14 (22)	204 (36)	19 (17)
O(67)	4632 (9)	5939 (5)	6213 (8)	108 (17)	45 (4)	133 (15)	20 (18)	4 (36)	-60 (15)
O(77)	6851 (8)	5912 (5)	6522 (9)	125 (16)	52 (5)	148 (16)	-19 (19)	-12 (34)	-91 (16)

	x	y	z	B		x	y	z	B
H(101)	4628 (77)	1522 (46)	2776 (94)	3,8	H(115)	3249 (82)	4760 (44)	-102 (98)	6,3
H(201)	5355 (63)	2022 (44)	3697 (84)	3,0	H(215)	4530 (96)	5119 (42)	701 (82)	4,7
H(102)	2703 (74)	1312 (43)	4295 (80)	7,3	H(116)	4556 (94)	5000 (44)	-1843 (83)	4,2
H(202)	4383 (79)	1125 (44)	4879 (82)	5,0	H(216)	5830 (78)	5019 (41)	-1016 (84)	5,2
H(104)	2952 (65)	3155 (46)	5909 (87)	7,5	H(127)	5389 (82)	3893 (46)	3876 (80)	3,0
H(106)	1543 (71)	3636 (43)	3321 (82)	4,6	H(227)	5549 (91)	4483 (41)	2752 (91)	4,1
H(206)	2395 (85)	3985 (50)	4527 (82)	5,4	H(137)	4227 (82)	5336 (41)	3917 (89)	4,9
H(107)	3154 (83)	4584 (43)	2543 (93)	6,1	H(237)	4101 (77)	4726 (42)	5055 (95)	5,9
H(108)	2760 (70)	3502 (44)	1160 (93)	7,6	H(147)	6426 (74)	4698 (43)	5359 (90)	5,1
H(109)	5409 (66)	2965 (43)	2296 (78)	3,1	H(247)	6565 (76)	5337 (44)	4250 (85)	6,8
H(111)	5193 (63)	1998 (43)	982 (84)	3,9	H(181)	2391 (64)	3146 (43)	-640 (81)	4,7
H(211)	3719 (63)	2287 (45)	428 (83)	7,2	H(182)	3326 (67)	3087 (44)	-1971 (82)	6,9
H(112)	6284 (63)	2887 (42)	-69 (88)	3,2	H(183)	2503 (74)	3738 (43)	-1401 (85)	5,2
H(212)	5433 (63)	2493 (43)	-1114 (84)	2,8	H(177)	6700 (72)	6340 (43)	7044 (81)	7,4
H(114)	5616 (82)	4008 (45)	872 (76)	3,9	H(100)	2645 (64)	2332 (47)	2504 (87)	6,7

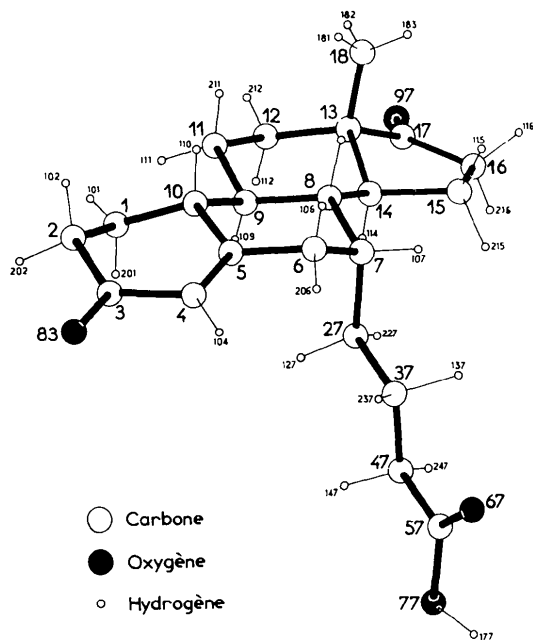


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes.

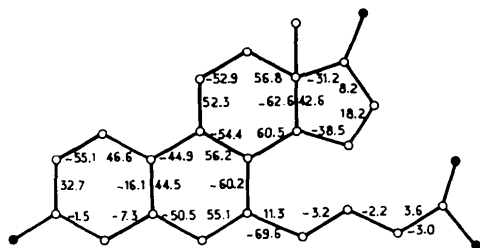
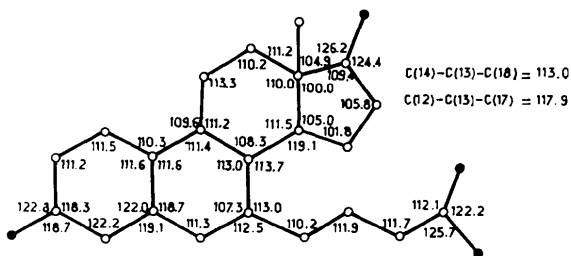
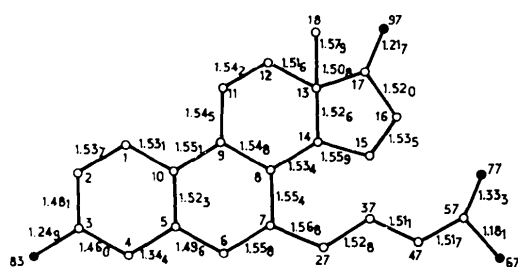


Fig. 2. Distances interatomiques, angles de valence et angles dièdres. Déviations standard: distances 0,006 Å; angles 0,4°.

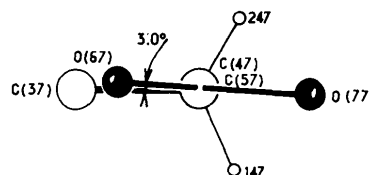


Fig. 3. Projection de Newman de la fonction acide de la chaîne butyrique suivant les atomes C(57)-C(47).

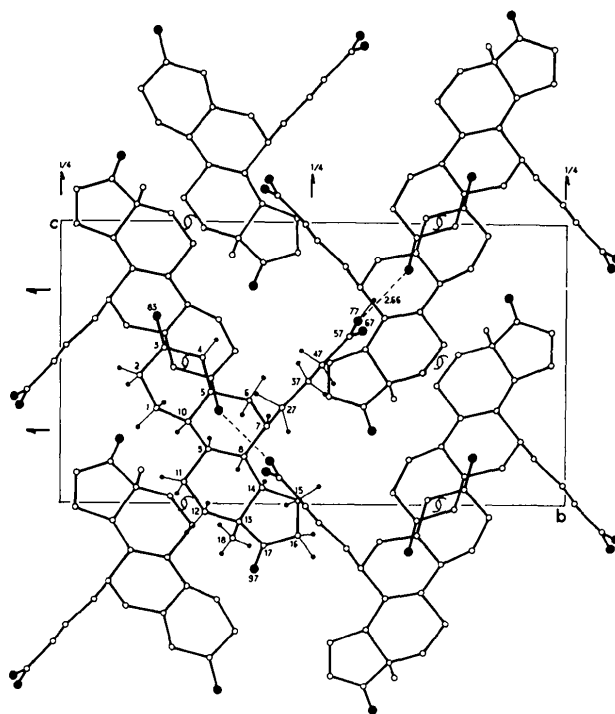


Fig. 4. Projection de la structure suivant a.

porté par le cycle A d'une autre molécule [O(77)-O(83) = 2,66 Å].

Le cristal est constitué de colonnes infinies de molécules parallèles à **b** et accrochées les unes aux autres par liaison H.

Les auteurs remercient M Bucourt de la Société Roussel Uclaf pour avoir soumis le problème et fourni le composé.

Références

ALTONA, C., GEISE, H. J. & ROMERS, C. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 13-32.
 BUCOURT, R. & TORELLI, V. (1977). A paraître.
 BUCOURT, R., TORELLI, V., VIGNAU, M., RICHARD-FOY, H., GEYNET, C., SECCO-MILLET, C. & BAULIEU, E. E. (1977). En préparation.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368-376.
 PRECIGOUX, G., Busetta, B., COURSEILLE, C. & HOSPITAL, M. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 1527-1532.