

- LEPICARD, G., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1977). *Acta Cryst.* B33, 615–618.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & BALLY, R. (1977). *Acta Cryst.* B33, 1166–1170.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2754–2756.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1976). *C. R. Acad. Sci. Sér. C*, 282, 387–390.
- NEDELEC, L., TORELLI, Y., ROUSSEAU, G., ALLAIS, A., PHILLIBERT, D., FOURNEX, R. & AZADIAN-BOULANGER, G. (1978). 5th Int. Congr. on Hormonal Steroids, New Delhi, octobre–novembre.
- SURCOUF, E. (1977). *Acta Cryst.* B33, 3891–3894.
- SURCOUF, E. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1749.
- SURCOUF, E. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1925–1928.

*Acta Cryst.* (1979). B35, 1925–1928

### (17R)-Spiro[(androstène-4)-17:5'-(oxathiolane-1',2')] One-3 Oxyde-2' (Isomère B)\*

PAR EVELYNE SURCOUF

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie, associé au CNRS, Université Pierre et Marie Curie, Tour 16, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 22 septembre 1978, accepté le 3 mai 1979)

**Abstract.** C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>S, monoclinic,  $P2_1$ ,  $a = 17.934$  (2),  $b = 6.288$  (2),  $c = 17.951$  (2) Å,  $\beta = 108.64$  (1)°,  $Z = 4$ . The structure was solved by direct methods. The parameters were refined by full-matrix least-squares calculations using 3888 observed reflexions. The H atoms were included in the calculation. The refinement converged at  $R = 0.055$  and  $R_w = 0.047$ . The two independent molecules show a planar conformation. The bond lengths and angles are in good agreement with the expected values.

**Introduction.** Cette étude s'inscrit dans le cadre général d'un travail consacré à des stéroïdes antagonistes de l'aldostérone. La présence de l'atome de soufre S(20) au lieu du carbone C(20) de la dihydro-6,7 canrénone (Surcouf, 1977, 1978) conduit à deux isomères. La structure de l'isomère RU22454 a été présentée par ailleurs (Surcouf, 1979). Cet article est consacré à l'étude de l'isomère RU22479.

Les mesures d'intensités ont été effectuées sur un diffractomètre automatique Philips PW 1100 en utilisant la radiation Cu  $K\alpha$ . Seules les intensités des réflexions ont été mesurées, le fond continu résultant d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle  $\theta$ .

La structure de ce composé a été déterminée à l'aide du programme *MULTAN*, modifié: sous-programme *NOREL* (Mornon, Lopicard & Deletré, 1979).

L'affinement par moindres carrés des paramètres de position et d'agitation thermique des atomes, s'est effectué normalement. 54 atomes d'hydrogène ont été trouvés sur série-différence, les six autres positionnés

théoriquement. Tous ont été affinés. Les valeurs finales des coefficients  $R$  et  $R_w$  sont respectivement 0,055 et 0,047.† Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1.

**Discussion.** La Fig. 1 regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire. Les longueurs de liaisons, angles de valence et angles de torsion sont conformes à ce qui pouvait être attendu et comparables à ce qui a été observé pour RU22454. Cependant, l'isomérisation étant située au niveau de l'atome S(20), on observe une inversion des signes des angles de torsion du cycle  $E$ .

En projection dans le repère  $D$  (Bally, Lopicard & Surcouf, 1977), les deux molécules indépendantes ne sont pas tout à fait superposables. La molécule  $A$  est la plus courbée. La molécule  $B$  est plus plane et adopte la conformation générale observée pour RU22454 (Fig. 2). Ceci confirme la souplesse du squelette moléculaire.

Sur la Fig. 3 sont présentées les vues des molécules  $A$  et  $B$  obtenues par le programme *ORTEP* (Johnson, 1965). On constate, que les ellipsoïdes d'agitation thermique des deux molécules, ont des orientations tout à fait semblables.

Sur la Fig. 2, on peut remarquer la différence de conformation entre les deux isomères, au niveau du cycle  $E$ . Les conformations des cycles  $E$  et les

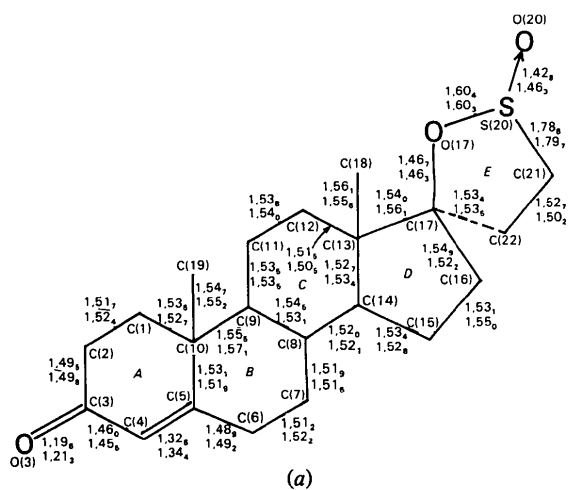
\* Conformations Cristallines d'Hormones Stéroïdes de Synthèse. XIII. Partie XII: Surcouf (1979).

† Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34351: 20 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

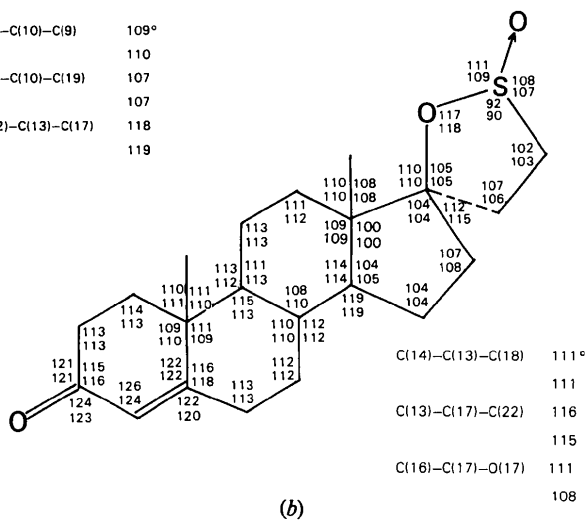
Tableau 1. Paramètres atomiques ( $\times 10^4$ ,  $\times 10^3$  pour H) avec écarts types

Les notations *A* et *B* des atomes d'hydrogène correspondent aux positions  $\alpha$  et  $\beta$ . H(18C), H(18D), H(18E) sont respectivement placés au-dessus des cycles *C* et *D* et à l'extérieur de la jonction *CD*. H(19A), H(19B), H(19E) sont respectivement au-dessus des cycles *A* et *B* et à l'extérieur de la jonction *AB*. H(21D) et H(22D) sont vers le cycle *D*, H(21E) et H(22E) vers l'extérieur. Les atomes d'hydrogène marqués avec un astérisque ont été affinés à partir de positions initiales calculées théoriquement.

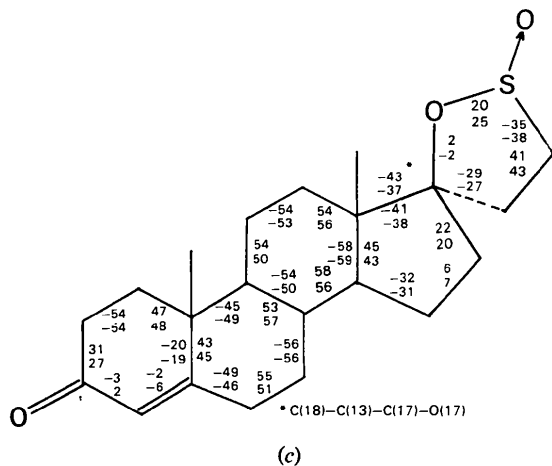
	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}/B$ (Å <sup>2</sup> )		<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$B_{\text{eq}}/B$ (Å <sup>2</sup> )
Molécule <i>A</i>					Molécule <i>B</i>				
C(1A)	9006 (2)	2209 (9)	9475 (2)	4,5	C(1B)	3985 (2)	2156 (8)	9023 (2)	4,2
C(2A)	9444 (3)	2339 (10)	10350 (3)	5,2	C(2B)	4858 (2)	1616 (8)	9340 (2)	4,6
C(3A)	9130 (3)	4048 (9)	10746 (2)	5,2	C(3B)	5111 (2)	139 (7)	8810 (2)	4,4
C(4A)	8290 (3)	4477 (8)	10392 (2)	4,8	C(4B)	4653 (2)	231 (7)	7980 (2)	4,0
C(5A)	7812 (2)	3574 (7)	9748 (2)	3,9	C(5B)	4050 (2)	1579 (6)	7673 (2)	3,5
C(6A)	6951 (3)	4012 (9)	9470 (3)	4,9	C(6B)	3707 (2)	1799 (8)	6802 (2)	4,5
C(7A)	6631 (2)	4485 (8)	8600 (2)	4,3	C(7B)	2812 (2)	1883 (8)	6514 (2)	4,4
C(8A)	6823 (2)	2718 (6)	8114 (2)	3,2	C(8B)	2499 (2)	3519 (7)	6958 (2)	3,7
C(9A)	7721 (2)	2339 (6)	8375 (2)	3,2	C(9B)	2809 (2)	3070 (7)	7842 (2)	3,5
C(10A)	8112 (2)	1963 (7)	9272 (2)	3,6	C(10B)	3732 (2)	3011 (6)	8183 (2)	3,5
C(11A)	7936 (2)	629 (8)	7868 (2)	4,0	C(11B)	2450 (2)	4541 (9)	8319 (3)	4,9
C(12A)	7605 (2)	1114 (8)	6983 (2)	4,0	C(12B)	1545 (2)	4630 (9)	7993 (3)	4,9
C(13A)	6724 (2)	1484 (6)	6728 (2)	3,5	C(13B)	1261 (2)	5188 (7)	7133 (3)	4,2
C(14A)	6540 (2)	3218 (6)	7240 (2)	3,2	C(14B)	1605 (2)	3590 (7)	6685 (2)	4,0
C(15A)	5666 (2)	3709 (8)	6837 (3)	4,1	C(15B)	1159 (3)	3975 (12)	5816 (3)	6,1
C(16A)	5542 (3)	3347 (10)	5962 (3)	4,9	C(16B)	334 (3)	4705 (14)	5817 (3)	7,2
C(17A)	6321 (2)	2416 (7)	5904 (2)	3,8	C(17B)	366 (2)	4971 (8)	6669 (3)	4,8
C(18A)	6299 (3)	-642 (8)	6791 (3)	4,8	C(18B)	1510 (3)	7504 (9)	7018 (4)	6,5
C(19A)	7917 (3)	-276 (8)	9515 (3)	4,7	C(19B)	4078 (2)	5263 (7)	8159 (3)	4,5
C(21A)	7248 (3)	2864 (11)	5162 (3)	6,3	C(21B)	-407 (3)	4371 (16)	7538 (4)	9,5
C(22A)	6798 (3)	4072 (8)	5621 (2)	4,2	C(22B)	-71 (3)	3256 (9)	6977 (3)	5,6
O(3A)	9542 (2)	4922 (8)	11324 (2)	7,9	O(3B)	5685 (2)	-990 (6)	9062 (2)	6,0
O(17A)	6162 (2)	723 (6)	5312 (2)	5,3	O(17B)	-38 (2)	6953 (6)	6730 (3)	7,7
O(20A)	5997 (3)	2108 (8)	3963 (2)	8,7	O(20B)	-1478 (2)	6252 (8)	6378 (3)	9,7
S(20A)	6529 (1)	1004 (3)	4612 (1)	6,6	S(20B)	-783 (1)	6812 (4)	7038 (1)	9,4
H(1A)*	914 (2)	322 (7)	923 (2)	2,0 (1,3)	H(1A)	367 (2)	84 (7)	903 (2)	1,6 (1,0)
H(1B)	919 (2)	109 (8)	919 (2)	2,2 (1,2)	H(1B)	385 (2)	324 (6)	939 (2)	0,8 (1,0)
H(2A)	998 (2)	248 (7)	1050 (2)	2,6 (1,2)	H(2A)	506 (2)	112 (6)	990 (2)	0,8 (1,0)
H(2B)	935 (2)	114 (8)	1060 (2)	1,9 (1,2)	H(2B)	520 (2)	280 (6)	943 (2)	0,9 (1,1)
H(4)	806 (2)	516 (7)	1068 (2)	1,6 (1,2)	H(4)	483 (2)	-65 (7)	763 (2)	1,9 (1,0)
H(6A)	684 (2)	497 (7)	980 (2)	1,8 (1,1)	H(6A)	392 (2)	66 (7)	655 (2)	1,7 (1,0)
H(6B)	669 (2)	293 (7)	956 (2)	1,4 (1,2)	H(6B)	389 (2)	310 (6)	664 (2)	1,0 (1,0)
H(7A)	686 (2)	561 (7)	851 (2)	1,8 (1,1)	H(7A)	260 (2)	60 (8)	662 (2)	2,6 (1,0)
H(7B)	608 (2)	448 (6)	844 (2)	1,4 (1,1)	H(7B)	264 (2)	210 (5)	596 (2)	0,0 (1,0)
H(8)	658 (2)	153 (6)	818 (2)	0,4 (1,0)	H(8)	271 (2)	477 (6)	687 (2)	0,7 (0,9)
H(9)	796 (2)	361 (6)	828 (2)	0,6 (0,9)	H(9)	266 (2)	171 (6)	792 (2)	0,0 (0,9)
H(11A)	851 (2)	60 (6)	805 (2)	1,2 (1,0)	H(11A)	263 (2)	431 (6)	890 (2)	0,6 (1,1)
H(11B)	772 (2)	-70 (7)	795 (2)	1,3 (1,1)	H(11B)	265 (2)	603 (9)	833 (2)	3,2 (1,1)
H(12A)	786 (2)	215 (7)	687 (2)	1,3 (1,1)	H(12A)	133 (2)	327 (6)	810 (2)	0,8 (1,2)
H(12B)	774 (2)	-5 (8)	669 (2)	3,0 (1,0)	H(12B)	135 (2)	542 (8)	834 (2)	3,0 (1,2)
H(14)	683 (2)	427 (6)	718 (2)	0,0 (1,0)	H(14)	144 (2)	238 (6)	679 (2)	0,0 (1,1)
H(15A)	551 (3)	519 (9)	695 (3)	3,8 (1,1)	H(15A)*	121 (3)	275 (9)	545 (3)	4,9 (1,4)
H(15B)	540 (2)	273 (6)	705 (2)	0,0 (1,1)	H(15B)	138 (3)	495 (9)	564 (3)	4,1 (1,4)
H(16A)	537 (2)	449 (8)	566 (2)	2,3 (1,2)	H(16A)	-1 (3)	351 (9)	562 (3)	3,8 (1,5)
H(16B)	511 (3)	279 (10)	570 (3)	5,1 (1,2)	H(16B)	3 (4)	516 (11)	541 (3)	6,7 (1,5)
H(18C)	648 (2)	-115 (6)	736 (2)	1,3 (1,2)	H(18C)	209 (3)	763 (9)	728 (3)	4,5 (4,5)
H(18D)	571 (3)	-64 (8)	655 (2)	3,3 (1,2)	H(18D)*	132 (3)	801 (9)	640 (3)	4,3 (5,2)
H(18E)	644 (2)	-154 (8)	648 (2)	2,8 (1,2)	H(18E)*	133 (3)	827 (10)	736 (3)	6,0 (5,2)
H(19A)	814 (2)	-35 (7)	1013 (2)	2,6 (1,1)	H(19A)	463 (2)	529 (6)	837 (2)	0,9 (4,8)
H(19B)	740 (3)	-40 (8)	931 (2)	2,9 (1,2)	H(19B)	386 (2)	585 (8)	757 (2)	3,1 (3,9)
H(19E)	814 (3)	-117 (9)	926 (3)	4,1 (1,2)	H(19E)	394 (2)	622 (8)	855 (2)	2,4 (4,9)
H(21D)	741 (3)	363 (9)	473 (3)	4,4 (1,3)	H(21D)	-82 (3)	362 (11)	771 (3)	6,4 (4,3)
H(21E)*	769 (3)	189 (9)	548 (3)	4,1 (1,4)	H(21E)*	4 (3)	455 (8)	808 (2)	3,8 (3,2)
H(22D)	643 (2)	504 (7)	519 (2)	1,9 (1,1)	H(22D)	-49 (3)	280 (9)	640 (3)	4,8 (3,2)
H(22E)	716 (2)	465 (5)	606 (2)	0,0 (1,1)	H(22E)	27 (3)	220 (9)	725 (3)	3,9 (3,6)



C(1)–C(10)–C(9)	109°
	110
C(5)–C(10)–C(19)	107
	107
C(12)–C(13)–C(17)	118
	119



C(14)–C(13)–C(18)	111°
	111
C(13)–C(17)–C(22)	116
	115
C(16)–C(17)–O(17)	111
	108



\* C(18)–C(13)–C(17)–O(17)

Fig. 1. (a) Longueurs des liaisons (Å),  $\bar{\sigma} = 0,009$  Å. (b) Angles de valence (°),  $\bar{\sigma} = 0,8^\circ$ . (c) Angles de torsion (°),  $\bar{\sigma} = 0,9^\circ$ . Le nombre supérieur concerne la molécule A, le nombre inférieur la molécule B.

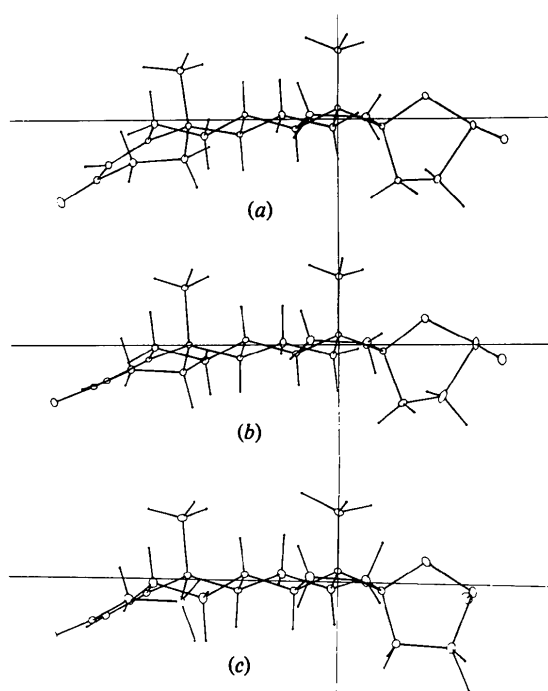


Fig. 2. Projections parallèlement à l'axe Ox du repère D. (a) Molécule A, (b) molécule B, (c) RU22454.

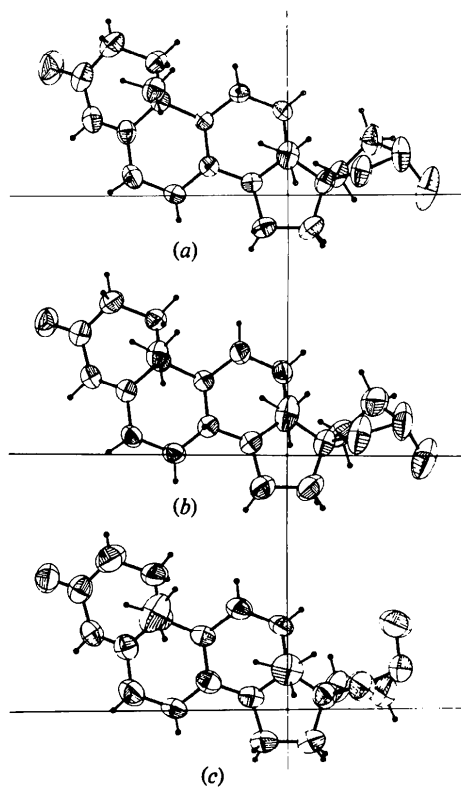
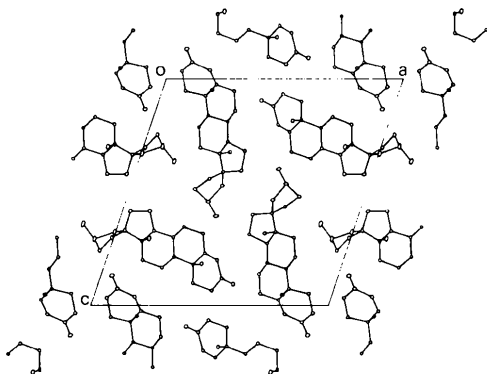


Fig. 3. Projections parallèlement à l'axe Oz du repère D. Les ellipsoïdes d'agitation thermique sont à 50% de probabilité. (a) Molécule A, (b) molécule B, (c) RU22454.

Tableau 2. *Contacts de van der Waals courts,  $\bar{\sigma}$  pour les distances: 0,02 Å*

S(20A)—O(20A)···H(6A)—C(6B) ( <i>x, y, z</i> ) (1 - <i>x</i> , $\frac{1}{2}$ + <i>y</i> , 1 - <i>z</i> )	O(20A)···H(6A)	2,43 Å	S(20A)—O(20A)···H(6A)	130°
			O(20A)···H(6A)—C(6B)	157
S(20A)···H(6B)—C(6B) ( <i>x, y, z</i> ) (1 - <i>x</i> , <i>y</i> - $\frac{1}{2}$ , 1 - <i>z</i> )	S(20A)···H(6B)	2,80	C(21A)—S(20A)···H(6B)	146
			O(17A)—S(20A)···H(6B)	119
			O(20A)—S(20A)···H(6B)	74
			S(20A)···H(6B)—C(6B)	140
S(20B)—O(20B)···H(22E)—C(22A) ( <i>x, y, z</i> ) (1 + <i>x</i> , <i>y</i> , <i>z</i> )	O(20B)···H(22E)	2,53	S(20B)—O(20B)···H(22E)	142
			O(20B)···H(22E)—C(22A)	135

Fig. 4. Projection de la structure selon l'axe *b*.

orientations des liaisons S→O pour les deux isomères RU22454 et RU22479 observées lors de cette étude sont en accord avec les prévisions obtenues par voie physicochimique.

La Fig. 4 montre l'organisation cristalline. La cohésion est assurée par des contacts de van der Waals dont trois sont courts (Tableau 2).

L'auteur remercie la Société Roussel-Uclaf et en particulier M R. Bucourt et M L. Nedelec de lui avoir proposé cette étude et fourni un échantillon de RU22479.

#### Références

- BALLY, R., LEPICARD, G. & SURCOUF, E. (1977). *Acta Cryst.* B33, 613–615.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1979). A paraître.  
 SURCOUF, E. (1977). *Acta Cryst.* B33, 3891–3894.  
 SURCOUF, E. (1978). *Acta Cryst.* B34, 1749.  
 SURCOUF, E. (1979). *Acta Cryst.* B35, 1922–1925.

*Acta Cryst.* (1979). B35, 1928–1930

## Structure of *p,p'*-Dichlorodithiooxanilide

BY HIROTAKA SHIMANOUCI AND YOSHIO SASADA

Laboratory of Chemistry for Natural Products, Tokyo Institute of Technology, Nagatsuta, Midori-ku, Yokohama 227, Japan

(Received 5 March 1979; accepted 1 May 1979)

**Abstract.** C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>, *M<sub>r</sub>* = 341.27, monoclinic, red needles, *P*2<sub>1</sub>/*n*, *a* = 19.169 (3), *b* = 4.083 (1), *c* = 19.412 (3) Å, β = 103.11 (1)°; *D<sub>x</sub>* = 1.531 Mg m<sup>-3</sup> for *Z* = 4. Crystals consist of two independent centrosymmetric molecules, which differ slightly in their bond angles and conformations.

**Introduction.** The dipole moment of the present compound is 1.03 D (3.44 × 10<sup>-30</sup> Cm) in benzene solution (Katagiri, Kudo & Yamada, 1978). This indicates that there must be some distortion from a centrosymmetric structure. The present study was undertaken in order to investigate this possible distortion.

Intensity data were collected with graphite-monochromated Mo *K*α radiation on a Rigaku four-circle automatic diffractometer using a crystal of dimensions 0.2 × 0.25 × 0.3 mm. The θ–2θ scan was used for a range of (1.0 + 0.35 tan θ)°, the scan speed being 4° min<sup>-1</sup> in 2θ. Four standard reflexions showed only statistical fluctuations throughout the data collection. The intensities were corrected for Lorentz–polarization effects, but not for absorption, μ(Mo *K*α) = 0.698 mm<sup>-1</sup>. A total of 3190 independent reflexions with 2θ < 54.0° were measured; 2308 with |*F<sub>o</sub>*| ≥ 3σ(*F<sub>o</sub>*) were considered as observed and were used in the refinement.