

- FREY, M. N., KOETZLE, T. F., LEHMANN, M. S. & HAMILTON, W. C. (1973). *J. Chem. Phys.* **59**, 915–924.
- HAMILTON, W. C. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Vol. IV, p. 282. Birmingham: Kynoch Press.
- HAY, H. J. (1959). Report R2982. Atomic Energy Research Establishment, Harwell, England. *Chem. Abstr.* (1960), **54**, No. 117396.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP II*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KISTENMACHER, T. J. & ROSSI, M. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 253–256.
- KOESTER, L. (1977). *Springer Tracts in Modern Physics. Neutron Physics*, edited by G. HOHLER, p. 1. Berlin: Springer-Verlag.
- MCMULLAN, R. K., FOX, R. O. & CRAVEN, B. M. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 3719–3722.
- MEULENAER, J. DE & TOMPA, H. (1965). *Acta Cryst.* **19**, 1014–1018.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*, 3rd ed., p. 260. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- SCHOMAKER, V. & TRUEBLOOD, K. N. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 63–76.
- STEWART, R. F. & JENSEN, L. H. (1964). *J. Chem. Phys.* **40**, 2071–2075.
- TEMPLETON, L. K. & TEMPLETON, D. H. (1973). Abstr. Am. Cryst. Assoc. Meeting, Storrs, CT, p. 143.
- VOET, D. & RICH, A. (1970). *Prog. Nucleic Acid Res. Mol. Biol.* **10**, 183–265.
- WEBER, H. P., CRAVEN, B. M. & MCMULLAN, R. K. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 645–649.

*Acta Cryst.* (1980). **B36**, 1430–1435

### Ethyl-18 Hydroxy-17 $\beta$ Nor-19 Pregnène-4 Yne-20 One-3\*

PAR JEAN DELETTRE, JEAN-PAUL MORNON ET GENEVIÈVE LEPICARD

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 février 1979, accepté le 22 janvier 1980)

#### Abstract

C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>, orthorhombic, space group *P*2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>2<sub>1</sub>, *a* = 21.279 (4), *b* = 13.820 (3), *c* = 6.660 (2) Å, *Z* = 4. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement, with identical weights, converged at *R* = 0.050 and *R*<sub>w</sub> = 0.042 for all 2272 observed reflexions. The structure of the title compound is compared with those of norethindrone and norgestrel.

#### Introduction

L'étude de la structure cristalline du présent stéroïde (RU1364) fait suite à celle de la noréthindrone (Mornon, Lopicard & Delettre, 1976) et s'insère dans le cadre de notre étude générale sur les stéroïdes progestogènes. Un échantillon de RU1364 nous a été confié par la Société Roussel–Uclaf. Ce composé est décrit par un brevet (Roussel–Uclaf, 1962).

Les trois stéroïdes noréthindrone, norgestrel et RU1364 diffèrent uniquement les uns des autres par la

nature du substituant sur le C(13) à savoir respectivement méthyle, éthyle et propyle. Cette variation structurale s'accompagne de variations sensibles du comportement biochimique de ces stéroïdes (Raynaud, Philibert & Azadian-Boulanger, 1974). La structure cristalline du norgestrel est décrite par ailleurs (DeAngelis, Doyné & Grob, 1975).

#### Détermination de la structure et résultats

Les structures cristallines de la noréthindrone et du norgestrel sont isomorphes, celle de RU1364 sans être isomorphe de celles-ci s'en rapproche beaucoup. Les paramètres de maille pour ces trois composés sont respectivement de *a* = 20,80, *b* = 12,12, *c* = 6,54 Å; *a* = 20,67, *b* = 12,80, *c* = 6,57 Å; *a* = 21,28, *b* = 13,82, *c* = 6,66 Å.

Les mesures d'intensités ont été effectuées sur diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Cu *K* $\alpha$ . Seules les intensités ont été mesurées, le fond continu résultant d'une série unique de mesures en fonction de  $\theta$ . La structure de RU1364 a été déterminée sans difficulté à l'aide du programme *MULTAN* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1977). L'affinement a été effectué par moindres carrés avec

\* Conformations Cristallines d'Hormones Stéroïdes de Synthèse. XVI. Partie XV: Surcouf (1979c).



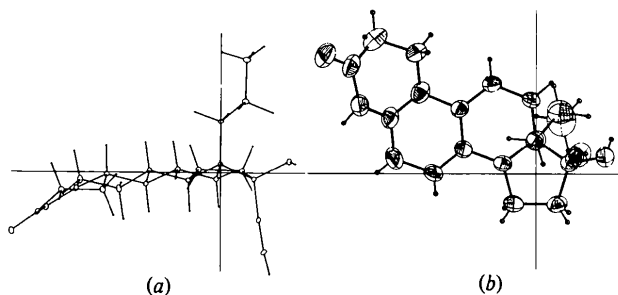


Fig. 2. Projections de la molécule (a) parallèlement à l'axe  $Ox$  du repère  $D$  (Mornon, Delettré, Lepicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977) et (b) parallèlement à l'axe  $Oz$  du repère  $D$ . Les dessins ont été obtenus à l'aide du programme *ORTEP*, les ellipsoïdes d'agitation thermique étant à 50% de probabilité.

similaires. Les moyennes des valeurs absolues des différences entre grandeurs homologues sont sensiblement égales aux écarts types estimés, à savoir 0,003 Å et 0,4° pour les liaisons et les angles de valence ne faisant pas intervenir les atomes d'hydrogène et 0,05 Å et 4° pour ces derniers.

La moyenne des longueurs C—H est pour RU1364 de 1,00 Å, celle des angles C—C—H ( $C_{sp^3}$ ) de 109° et celle des angles H—C—H de 106°.

Les principales différences entre noréthindrone, norgestrel et RU1364 s'observent au niveau de la liaison C(5)—C(10) (respectivement de 1,503, 1,526 et 1,499 Å), de la liaison CET1=CET2 (1,181, 1,187 et 1,167 Å) et de l'angle C(12)—C(13)—C(18) (110,0, 111,7, 112,1°). Cette dernière variation est probablement la conséquence de la substitution différente de C(13).

La chaîne propyle possède une conformation complètement 'étendue' comme en témoigne la Fig. 2(a,b). L'angle C(13)—C(18)—M(C18) = 118°, fort éloigné de la valeur standard est néanmoins proche des valeurs observées par ailleurs pour les chaînes éthyles en 13:

RU2323, molécules *A* et *B*, 116° (Delettré, Mornon & Lepicard, 1975)

RU2657, 116° (Mornon, Lepicard & Delettré, 1974)

RU2732—éthanol, 117° (Lepicard, Delettré & Mornon, 1977)

RU2732, molécules *A* et *B*, 117° (Mornon, Lepicard & Bally, 1977)

norgestrel, 116° (DeAngelis *et al.*, 1975)

méthyl-18 oestradiol, 118° (Barrans, Courseille, Busetta & Precigoux, 1976)

RU1475, 117, 116° (Mornon, Lepicard & Delettré, 1980a)

RU2657 (2ème forme), 116, 118, 117° (Delettré, Lepicard, Surcouf & Mornon, 1980)

RU2323—toluène, 118, 117° (Delettré, Lepicard & Mornon, 1980a)

RU2715, 115, 116, 117° (Mornon, Lepicard & Delettré, 1980b)

RU3714, 116° (Delettré, Lepicard & Mornon, 1980b)

RU2732 (3ème forme), 112, 115° (Mornon, Lepicard & Delettré, 1980c)

RU4841, 116° (résultat non publié).

Le groupe 17 $\beta$ -OH est en orientation OH1 (Mornon, Delettré, Lepicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977), l'angle dièdre C(16)—C(17)—O(17)—H(O17) vaut 181°.

La cohésion cristalline est assurée en particulier par deux liaisons hydrogène (Fig. 3) [O(17)( $x,y,z$ )—H(O17)···O(3)( $\frac{1}{2}+x, -\frac{3}{2}-y, -2-z$ ) 2,79 Å, H(O17)···O(3) 2,15 Å, O(17)—H(O17)···O(3) 174°; CET2( $x,y,z$ )—H(ET)···O(17)( $\frac{1}{2}-x, -2-y, -\frac{1}{2}+z$ ) 3,44 Å, CET2—H(ET)···O(17) 156°] et par deux contacts directionnels C—H···C=C [C(16)( $x,y,z$ )—H(16A)···CET2( $\frac{1}{2}-x, -2-y, \frac{1}{2}+z$ ): H(16A)···CET2 2,89 Å, C(16)—H(16A)···CET2 122°; CET1—CET2···H(16A) 108°; C(2)( $x,y,z$ )—H(2B)···CET2( $-x, \frac{1}{2}+y, -\frac{3}{2}-z$ ): H(2B)···CET2 2,79 Å, C(2)—H(2B)···CET2 164°; CET1—CET2···H(2B) 85°]. L'écart-type moyen sur les longueurs O···O ou O···C est de 0,012 Å, celui sur les longueurs O···H ou C···H de 0,16 Å, celui sur les angles de 5°.

L'énergie d'interaction intermoléculaire du type van der Waals calculée à l'aide des potentiels de Coiro, Giglio, Lucano & Puliti (1973) pour les contacts inférieurs à 5,5 Å est de  $-140 \text{ kJ mol}^{-1}$ .

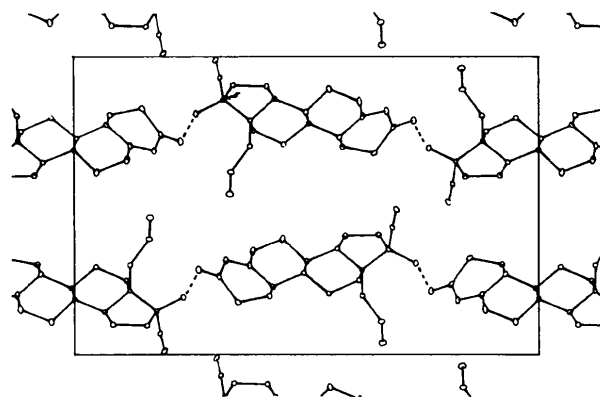


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe  $c$ .

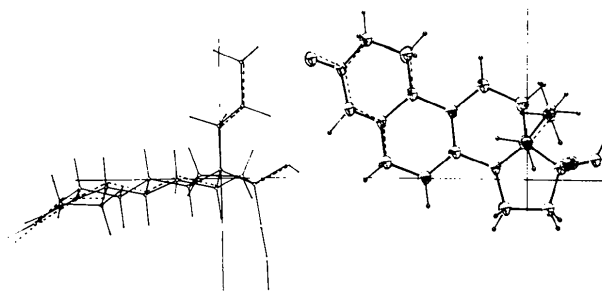


Fig. 4. Conformère à l'état libre (traits pleins) et conformère expérimental cristallin (pointillés) représentés dans le repère  $D$ .

D'autre part les différences géométriques entre conformère cristallin expérimental et conformère à l'état libre (estimé par minimisation du conformère cristallin à l'aide de la mécanique moléculaire) (Delettre & Mornon, 1980) sont faibles (*cf.* Fig. 4). Ce résultat est en accord avec l'assez grande rigidité des stéroïdes du type céto-3  $\Delta$ -4.

Les auteurs remercient la Société Roussel-Uclaf et particulièrement M R. Bucourt pour la fourniture d'un échantillon RU1364 et M M. Hospital et ses collègues pour la communication de résultats avant publication.

## APPENDICE

### Conditions générales de mesures des intensités diffractées, de détermination d'un modèle initial, d'affinement et d'analyse des structures cristallines de stéroïdes étudiés par notre groupe (R. Bally, J. Delettre, G. Lepicard, J. P. Mornon, E. Surcouf)

#### Mesures des intensités diffractées

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un diffractomètre automatique Philips PW 1100 avec monochromateur. Deux longueurs d'onde sont employées: soit Cu  $K\alpha$ , soit Mo  $K\alpha$ , avec un régime proche de 50 kV, 20 mA.

Pour des cristaux de petites tailles (typiquement de volume inférieur à 0,03 mm<sup>3</sup>) la longueur d'onde Cu  $K\alpha$  est préférée. Pour les cristaux de grande taille (>0,1 mm<sup>3</sup>) Mo  $K\alpha$  est employée dans la mesure du possible. Entre ces deux limites l'une ou l'autre des longueurs d'onde est utilisée. Notons que, quelque soit le tube utilisé l'absorption reste négligeable.

Les paramètres de maille sont affinés à l'aide de 25 réflexions de forte intensité possédant des angles  $\theta$ , homogènes, voisins de 20° (Cu  $K\alpha$ ). Trois réflexions de références sont mesurées toutes les heures afin de contrôler la désorientation éventuelle du cristal et/ou sa dégradation.

Afin de réduire considérablement le temps de mesure, une procédure particulière a été élaborée; elle consiste à intégrer chaque réflexion sur son volume angulaire estimé et à *ne pas mesurer* les fonds continus qui lui sont adjacents. Une estimation de ceux-ci est obtenue, par ailleurs, à l'aide d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle  $\theta$ . De nombreux essais de contrôle ont montré que la précision ainsi obtenue est identique à celle issue d'une mesure traditionnelle réflexion-fond. Par exemple, pour le stéroïde RU3714 (Delettre, Lepicard & Mornon, 1980b), les mesures effectuées *sur le même cristal* successivement à l'aide des deux méthodes conduisent strictement au même affinement final:  $R = 0,035$ ,  $R_w = 0,032$ .

Cependant, dans un petit nombre de cas, les mesures ont été effectuées à l'aide de la procédure 'step-scan'

notamment lorsque l'usage d'un tube capillaire est susceptible d'entraîner la présence d'un fond continu inhomogène.

#### Détermination de la structure

Toutes les structures ont été déterminées à l'aide des méthodes directes par l'emploi des versions successives du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) auxquelles nous avons apporté certaines modifications. Ainsi, deux sous-programmes permettant une normalisation spéciale des facteurs de structures normalisés 'E' (sous-programme *NORTO*) et une normalisation des relations de phases indépendantes (sous-programme *NOREL*) (Lepicard, 1978; Mornon *et al.*, 1980b) ont été mis au point. Ces sous-programmes nous ont permis de déterminer la totalité des structures qui n'avaient pu l'être par l'emploi du seul programme *MULTAN*.

#### Affinement

Une version locale du programme *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962), largement modifiée: programme *AFFINE* (R. Bally, J. P. Mornon & J. Delettre, non publié) a été utilisée. Tous les affinements ont donc été effectués en matrice complète en utilisant l'approximation des facteurs d'agitation thermique anisotrope pour les atomes de type C, O, S *etc.*:  $\beta_{11} = (Ba^2)/4$ ,  $\beta_{12} = (Bab \cos \gamma)/4$ , *etc.*, intervenant dans le calcul des facteurs de structure de la façon suivante:  $T = \exp [-(h^2 \beta_{11} + k^2 \beta_{22} + l^2 \beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$ . Les atomes d'hydrogène sont repérés sur des séries 'différence' après affinement des atomes 'lourds' (coordonnées et agitation thermique *anisotrope*), typiquement au stade  $R \sim 0,09$ .

La position des atomes d'hydrogène est obtenue automatiquement à l'aide d'une version locale modifiée du programme de 'Fourier et recherche de pics' de la chaîne *MULTAN*. Les atomes d'hydrogène éventuellement manquants sont alors calculés en position théorique par rapport au squelette moléculaire. La position 'théorique estimée' des atomes d'hydrogène des fonctions OH, si l'existence d'un contact O...X montre la présence d'une liaison hydrogène, est considérée comme devant être la position rendant maximum l'angle O-H...X par rotation du groupe OH autour de la liaison C-O avec les caractéristiques (O-H 0,99 Å; C-O-H 113°), l'étude des liaisons hydrogène rencontrées dans les stéroïdes nous ayant montré la grande stabilité de ces constantes.

De manière générale, l'affinement de ces atomes se trouve justifié d'une part par une décroissance très significative des indices d'accord  $R$  et  $R_w$  et d'autre part (et surtout) par la cohérence de leurs caractéristiques géométriques et thermiques. Typiquement, les longueurs des liaisons C-H se situent aux environs de

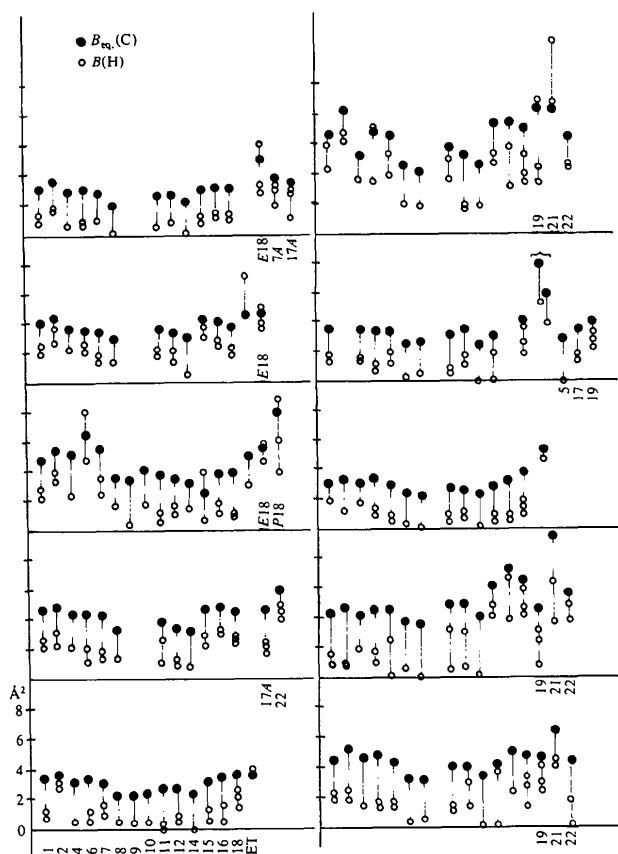


Fig. 5. Exemples typiques de corrélation entre  $B$  équivalents des atomes de carbone et  $B$  affinés des atomes d'hydrogène qui leurs sont liés pour dix structures cristallines de stéroïdes. L'échelle des facteurs thermiques et la numérotation (standard) des atomes de carbone sont indiquées sur la figure ainsi que les numéros des atomes n'intervenant qu'occasionnellement. A gauche, de haut en bas se trouve: RU4841 (non publié),  $R = 3,4\%$ ; RU3714 (Deletré *et al.*, 1980b),  $R = 3,5\%$ ; RU1364 (le présent travail); RU27987 (Raynaud, Brown, Coussedière, Pottier, Deletré & Mornon, 1979),  $R = 5,0\%$ ; noréthindrone (Mornon *et al.*, 1976),  $R = 4\%$ . A droite, de haut en bas se trouve: RU22454 (Surcouf, 1979a),  $R = 5,1\%$ ; le stéroïde diéthynyl-2 $\beta$ ,16 $\beta$  dihydroxy-2 $\alpha$ ,16 $\alpha$  A-nor-androstane-5 $\alpha$  ('2-16') (Mornon, Lepicard, Deletré, Brassy & Bally, 1980),  $R = 3,3\%$ ; le stéroïde 'EEME': complexe éthyloestradiol-méthanol (Lepicard, Mornon & Deletré, 1980),  $R = 3,5\%$ ; RU22479 (Surcouf, 1979b),  $R = 5,5\%$ , molécules A et B.

0,99 Å et les facteurs  $B$  à un niveau inférieur d'environ 2 Å<sup>2</sup> par rapport à celui de l'atome porteur. L'ensemble de ces caractéristiques est reporté dans le Tableau 2 et sur la Fig. 5.

#### Analyse des caractéristiques géométriques des molécules et de l'organisation cristalline

Cette étude est effectuée automatiquement à l'aide d'un programme local (CANDIDE, R. Bally). Ce programme permet: le calcul des longueurs de liaison,

Tableau 2. Les caractéristiques des liaisons C—H

(a) Quelques constantes géométriques concernant les atomes d'hydrogène observés et affinés

Structure	$\langle C-H \rangle$	$\sigma$	$\langle C-C-H \rangle$	$\sigma$	$\langle H-C-H \rangle$	$\sigma$
Noréthindrone	0,99 Å	0,05 Å	110°	3°	105°	2°
RU1364	1,00	0,08	109	3	106	5
RU3097	1,03	0,07	110	3	105	4
RU3714	1,01	0,03	110	3	107	4
RU2068	1,00	0,09	110	3	105	3
U10997	0,96	0,07	109	3	106	6
'2-16'	1,00	0,03	110	4	105	2
RU4841	0,98	0,05	110	3	107	4
RU5098	0,97	0,05	110	3	106	4
RU27987	1,00	0,04	110	3	106	4
SC5233	{1,00	0,07	110	5	106	7
	{0,98	0,06	110	5	105	4
RU2999	{0,96	0,06	110	3	107	5
(orthorhombique)	{0,98	0,06	110	4	107	7

Les moyennes des moyennes sur 31 molécules s'établissent à:  $\langle C-H \rangle$  0,99 Å,  $\sigma = 0,02$  Å;  $\langle C-C-H \rangle$  110,0°,  $\sigma = 1,0$ °;  $\langle H-C-H \rangle$  105,5°,  $\sigma = 1,5$ °.

(b) Moyennes particulières sur H(8) et H(14) calculées à partir de 14 molécules (en Å, deg et Å<sup>2</sup>)

C(8)—H(8)	$\sigma$	C(7)—C(8)—H(8)	$\sigma$	C(9)—C(8)—H(8)	$\sigma$
1,00	0,04	107,4	2,1	108,2	2,2
C(14)—C(8)—H(8)	$\sigma$	$\bar{B}$	$\sigma$		
109,2	1,5	0,7	0,9		
C(14)—H(14)	$\sigma$	C(8)—C(14)—H(14)	$\sigma$	C(13)—C(14)—H(14)	$\sigma$
1,00	0,05	107,2	1,8	106,0	1,7
C(15)—C(14)—H(14)	$\sigma$	$\bar{B}$	$\sigma$		
106,0	2,2	0,4	0,6		

des angles de valence, des angles dièdres, des contacts intra- et intermoléculaires; le dessin sur imprimante de projections moléculaires selon les directions souhaitées, de projections de maille; l'analyse automatique des liaisons hydrogène; le complément d'atomes d'hydrogène manquants; le calcul de l'énergie intermoléculaire liée aux interactions de type van der Waals.

#### Illustrations pour publications

Elles sont effectuées à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965). La représentation des ellipsoïdes d'agitation thermique est donnée pour une probabilité de présence de 50%.

#### Références

- BARRANS, Y., COURSEILLE, C., Busetta, B. & Precigoux, G. (1976). *Acta Cryst.* B32, 1296–1298.  
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.  
 COIRO, V. M., GIGLIO, E., LUCANO, A. & PULITI, R. (1973). *Acta Cryst.* B29, 1404–1409.  
 DEANGELIS, N. J., DOYNE, T. H. & GROB, R. L. (1975). *Acta Cryst.* B31, 2040–2043.

- DELETTRE, J., LEPICARD, G. & MORNON, J. P. (1980a). *Acta Cryst.* A paraître.
- DELETTRE, J., LEPICARD, G. & MORNON, J. P. (1980b). *Acta Cryst.* B36, 1505–1507.
- DELETTRE, J., LEPICARD, G., SURCOUF, E. & MORNON, J. P. (1980). *Acta Cryst.* A paraître.
- DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1980). *Acta Cryst.* A paraître.
- DELETTRE, J., MORNON, J. P. & LEPICARD, G. (1975). *Acta Cryst.* B31, 450–453.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LEPICARD, G. (1978). Thèse de Doctorat d'Etat, Paris.
- LEPICARD, G., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1977). *Acta Cryst.* B33, 615–618.
- LEPICARD, G., MORNON, J. P. & DELETTRE, J. (1980). *Acta Cryst.* A paraître.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1977). *MULTAN 77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. de York, Angleterre, et Louvain, Belgique.
- MORNON, J. P., DELETTRE, J., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* 8, 51–62.
- 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*, 283, 387–390.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1980a). *Acta Cryst.* A paraître.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1980b). *Acta Cryst.* A paraître.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1980c). *Acta Cryst.* A paraître.
- MORNON, J. P., LEPICARD, G., DELETTRE, J., BRASSY, C. & BALLY, R. (1980). *Acta Cryst.* A paraître.
- RAYNAUD, J. P., BROWN, N. L., COUSSEDIÈRE, C., POTTIER, J., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1979). *Steroid-Induced Uterine Proteins*, édité par M. BEATO. Amsterdam: Elsevier/North-Holland.
- RAYNAUD, J. P., PHILIBERT, D. & AZADIAN-BOULANGER, G. (1974). Dans *The Physiology and Genetics of Reproduction*, Tome 1. New York: Plenum.
- ROUSSEL-UCLAF (1962). Brevet Belge n° 617 484.
- SURCOUF, E. (1979a). *Acta Cryst.* B35, 1922–1925.
- SURCOUF, E. (1979b). *Acta Cryst.* B35, 1925–1928.
- SURCOUF, E. (1979c). *Acta Cryst.* B35, 2744–2746.

*Acta Cryst.* (1980). B36, 1435–1440

## Highly Conducting Phenazine-Doped 5,10-Dihydro-5,10-dimethylphenaziniumyl–TCNQ. Physical Properties and Crystal and Molecular Structure

BY H. ENDRES, H. J. KELLER, W. MORONI AND D. NÖTHE

*Anorganisch-Chemisches Institut der Universität, Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg 1, Federal Republic of Germany*

(Received 1 November 1979; accepted 28 January 1980)

### Abstract

5,10-Dihydro-5,10-dimethylphenaziniumyl 7,7,8,8-tetracyano-*p*-quinodimethanide ( $M_2P$ -TCNQ) can be doped chemically with neutral phenazine (P). We investigated single crystals of a phase with composition  $P_{0.4}(M_2P)_{0.6}TCNQ$ , *i.e.*  $(C_{12}H_8N_2)_{0.4}(C_{14}H_{14}N_2)_{0.6}(C_{12}H_4N_4)$ ,  $C_{25.2}H_{15.6}N_6$ ,  $M_r = 402.44$ , triclinic,  $P\bar{1}$ ,  $a = 3.843$  (3),  $b = 7.730$  (6),  $c = 16.028$  (11) Å,  $\alpha = 91.93$  (6),  $\beta = 93.56$  (6),  $\gamma = 94.57$  (5)°,  $V = 473$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 1$ ,  $d_c = 1.41$  Mg m<sup>-3</sup>. The structure was solved by direct methods and refined by least squares to  $R = 0.073$  for 704 independent diffractometer data. The structure consists of segregated regular stacks of TCNQ and of dimethyl-

phenazine doped with 40% phenazine. Interplanar distances are 3.26 (1) Å in the TCNQ and 3.44 (1) Å in the  $M_2P$  stacks. The structure, the EPR data between 100 and 380 K and the electrical conductivity at room temperature are all very similar to those of NMP-TCNQ.

### Introduction

The structure and properties of the one-dimensional organic metal 5-methylphenazinium-TCNQ (NMP-TCNQ) are exceptional in the class of 1:1 charge-transfer complexes of heterocyclic donors with TCNQ (Keller, Moroni, Nöthe, Seifried & Werner, 1979;