

de -149 kJ mol^{-1} , valeur ne dénotant aucune particularité importante. Par ailleurs RU3097 semble peu contraint par le champ cristallin, le conformère estimé à l'état isolé par minimisation du conformère cristallin à l'aide de la mécanique moléculaire (Deletré & Mornon, 1980) ne diffère que peu de ce dernier (Fig. 4).

Les auteurs remercient la Société Roussel-Uclaf et particulièrement M R. Bucourt de leur avoir procuré un échantillon de RU3097.

Références

COIRO, V. M., GIGLIO, E., LUCANO, A. & PULITI, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1404–1409.

DELETRÉ, J. & MORNON, J. P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**. A paraître.

DELETRÉ, J., MORNON, J. P. & LEPICARD, G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1430–1435.

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.

MORNON, J. P., DELETRÉ, J., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* **8**, 51–62.

PEXELMAN, M., FARKAS, E., FORNEFELD, E. J., KRAAY, R. J. & RAPALA, R. T. (1960). *J. Am. Chem. Soc.* **82**, 2402–2403.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 1505–1507

Hydroxy-17 β Méthyl-18 Nor-19 Pregnadiène-4,9 Yne-20 One-3*

PAR JEAN DELETRÉ, GENEVIÈVE LEPICARD ET JEAN-PAUL MORNON

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, T16, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 22 février 1979, accepté le 22 janvier 1980)

Abstract. $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{O}_2$, orthorhombic, $P2_12_12_1$, $a = 21.077$ (8), $b = 11.767$ (4), $c = 6.888$ (4) Å, $Z = 4$. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement, with identical weights, converged at $R = 0.035$, $R_w = 0.032$ for 1727 reflexions considered as observed. The conformation is characteristic of 4,9-diene steroids.

Introduction. L'étude du stéroïde (RU3714) fait suite à celle de son homologue non méthylé en 18 (RU3097, Lopicard, Deletré & Mornon, 1980). Il nous a été confié pour la Société Roussel-Uclaf, on trouvera ci-après une référence le concernant (Smith, 1963).

RU3714 cristallise sous forme de polyèdres jaune rosé de qualité moyenne et fondant à 400 K. Les mesures d'intensité ont été effectuées sur diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation $\text{Mo K}\alpha$. Seules les intensités ont été mesurées; le fond continu résultant d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle θ .† La structure cristalline de ce

stéroïde a été déterminée sans difficulté à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971) et est quasi isomorphe de celle de RU3097. L'affinement, par moindres carrés, des paramètres de position et d'agitation thermique des atomes s'est effectué normalement.† Les 26 atomes d'hydrogène ont été localisés sur des séries 'différence' et affinés. La Fig. 1(a,b,c) regroupe les caractéristiques géométriques de RU3714; le Tableau 1 donne la liste des paramètres atomiques définitifs. Le groupe 17 β -OH est en orientation OH2 (Mornon, Deletré, Lopicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977), l'angle de torsion C(16)–C(17)–O(17)–H(O17) ayant la valeur de 81°.

Le détail de la méthodologie utilisée est décrit par Deletré, Mornon & Lopicard (1980).

Discussion. RU3714 possède une conformation très proche de RU3097 et caractéristique des stéroïdes $\Delta^{4,9}$ (Fig. 2).

L'organisation cristalline est similaire à celle de RU3097 (Fig. 3) avec deux liaisons hydrogène:

† 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 35058: 11 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.

* Conformations Cristallines d'Hormones Stéroïdes de Synthèse. XVIII. Partie XVII: Lopicard, Deletré & Mornon (1980).

† Pour vérifier le bien fondé de cette méthode, une autre série de mesures a été effectuée classiquement sur le même cristal (mesure de la tache et des fonds continus adjacents). L'affinement conduit aux mêmes résultats que précédemment, les valeurs de R et R_w étant toutes deux de 0,033.

Tableau 1. Coordonnées fractionnaires ($\times 10^4$ pour C et O, $\times 10^3$ pour H) et facteurs de température

H(18C) et H(18D) sont les deux atomes d'hydrogène du C(18) respectivement placés au-dessus du cycle C et du cycle D. Pour ceux du carbone M(C18) (éthyle) les notations A, B, C sont sans signification particulière. Les atomes du groupe éthylnyle sont notés C(ET1) et C(ET2).

	x	y	z	B_{eq}/B (Å^2)
C(1)	6877 (1)	2367 (2)	6043 (4)	4,0 (1)
C(2)	6636 (1)	1155 (3)	5803 (5)	4,4 (1)
C(3)	6474 (1)	627 (2)	7715 (4)	3,9 (1)
C(4)	6899 (1)	889 (2)	9315 (4)	3,7 (1)
C(5)	7350 (1)	1707 (2)	9201 (4)	3,2 (1)
C(6)	7783 (1)	1940 (2)	10875 (4)	3,6 (1)
C(7)	8447 (1)	2204 (2)	10136 (4)	3,5 (1)
C(8)	8430 (1)	3257 (2)	8841 (3)	3,0 (1)
C(9)	7894 (1)	3196 (2)	7351 (4)	3,1 (1)
C(10)	7417 (1)	2442 (2)	7490 (4)	3,2 (1)
C(11)	7932 (1)	4067 (2)	5742 (4)	3,6 (1)
C(12)	8591 (1)	4156 (2)	4793 (4)	3,4 (1)
C(13)	9088 (1)	4392 (2)	6336 (3)	2,9 (1)
C(14)	9066 (1)	3415 (2)	7817 (3)	3,0 (1)
C(15)	9656 (1)	3600 (3)	9081 (4)	4,2 (1)
C(16)	10142 (1)	4159 (3)	7693 (4)	4,1 (1)
C(17)	9795 (1)	4294 (2)	5710 (4)	3,3 (1)
C(18)	8981 (1)	5562 (2)	7324 (4)	3,8 (1)
M(C18)	8815 (2)	6550 (2)	5984 (5)	4,8 (1)
C(ET1)	9901 (1)	3250 (2)	4543 (4)	3,5 (1)
C(ET2)	10006 (2)	2402 (3)	3693 (4)	4,6 (1)
O(3)	6025 (1)	-29 (2)	7909 (3)	5,3 (1)
O(17)	9991 (1)	5266 (2)	4639 (3)	4,1 (1)
H(1A)	702 (1)	269 (2)	481 (4)	2,4 (6)
H(1B)	651 (1)	284 (2)	656 (4)	1,8 (6)
H(2A)	624 (1)	115 (2)	495 (4)	2,7 (6)
H(2B)	699 (1)	65 (2)	520 (4)	3,6 (8)
H(4)	683 (1)	46 (2)	1052 (4)	2,3 (6)
H(6A)	778 (1)	131 (2)	1186 (4)	2,1 (6)
H(6B)	761 (1)	259 (2)	1158 (4)	2,5 (7)
H(7A)	861 (1)	154 (2)	932 (4)	1,4 (5)
H(7B)	877 (1)	229 (2)	1122 (4)	1,9 (5)
H(8)	834 (1)	393 (2)	970 (4)	1,5 (6)
H(11A)	781 (1)	482 (2)	638 (4)	2,2 (6)
H(11B)	759 (1)	396 (2)	477 (4)	1,9 (6)
H(12A)	869 (1)	340 (2)	410 (4)	1,4 (5)
H(12B)	860 (1)	474 (2)	377 (4)	2,2 (6)
H(14)	912 (1)	269 (2)	705 (3)	0,4 (4)
H(15A)	978 (1)	286 (3)	961 (5)	3,9 (8)
H(15B)	954 (1)	410 (2)	1020 (4)	3,0 (7)
H(16A)	1031 (1)	493 (2)	810 (4)	2,8 (7)
H(16B)	1058 (1)	368 (2)	758 (4)	2,5 (6)
H(18C)	938 (1)	578 (2)	802 (4)	2,4 (7)
H(18D)	863 (1)	548 (2)	834 (4)	1,9 (6)
H(CM18A)	916 (1)	667 (2)	499 (5)	4,0 (8)
H(CM18B)	880 (2)	725 (3)	680 (5)	4,9 (9)
H(CM18C)	837 (1)	640 (2)	528 (5)	3,8 (9)
H(ET)	1008 (2)	171 (3)	292 (6)	7,3 (0)
H(O17)	1034 (1)	513 (2)	402 (4)	2,6 (8)

O(17)—H(O17)...O(3) [2,81 (1) Å, 166 (5)°] et
C(ET1)≡C(ET2)—H(ET)...O(17) [3,40 (1) Å,
162 (5)°].

L'énergie d'interaction intermoléculaire du type van der Waals, pour des contacts inférieurs à 5,5 Å,

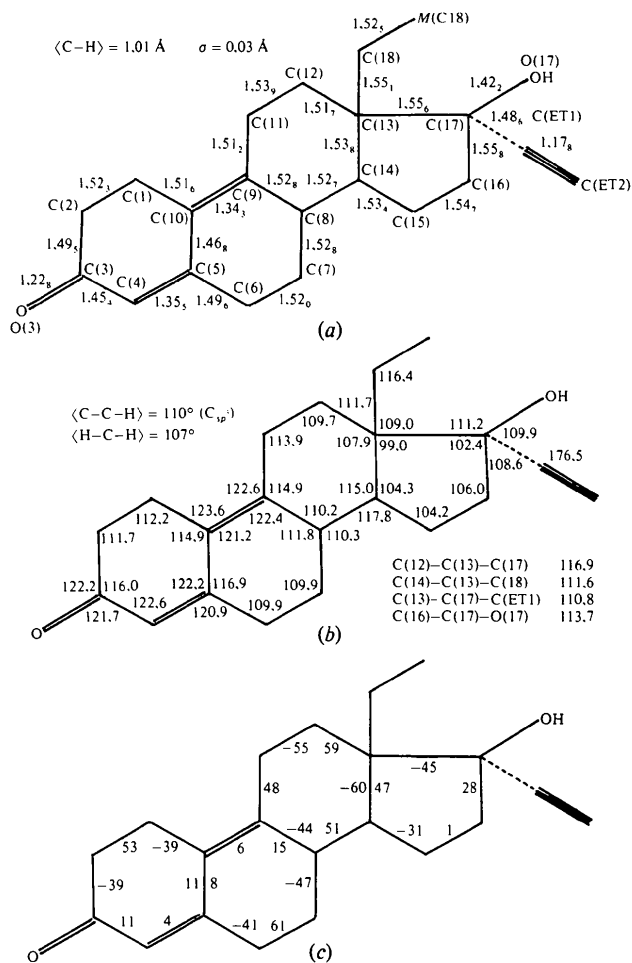


Fig. 1. (a) Longueurs de liaisons (Å), $\bar{\sigma} = 0,004$ Å; (b) angles de valence (°), $\bar{\sigma} = 0,4$ °; (c) angles de torsion (°), $\bar{\sigma} = 1,2$ °.

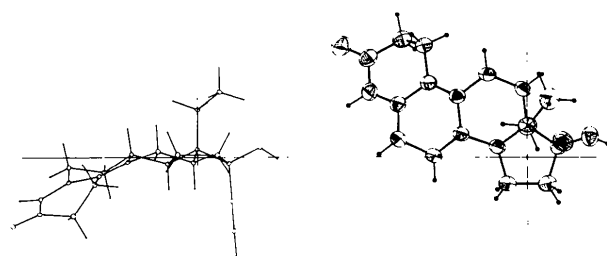


Fig. 2. Projections de la molécule respectivement parallèlement à l'axe Ox et à l'axe Oz du repère D (Moron, Delettre, Lopicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977) obtenues à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965); les ellipsoïdes d'agitation thermique sont à 50% de probabilité.

calculée à l'aide des potentiels de Coiro, Giglio, Lucano & Puliti (1973), est de -148 kJ mol $^{-1}$.

Le conformère cristallin de RU3714 est géométriquement très proche du conformère isolé théorique estimé par minimisation du conformère cristallin à

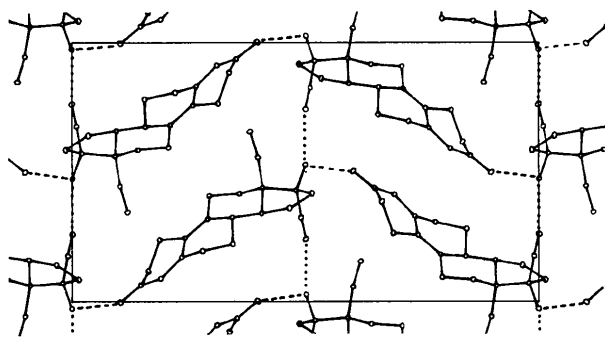


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe cristallin c .

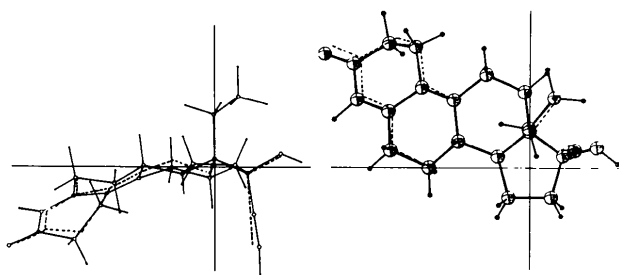


Fig. 4. Conformère isolé théorique (traits pleins) et conformère expérimental cristallin (traits pointillés) représentés dans le repère D .

l'aide de la mécanique moléculaire (Delettré & Mornon, 1980) (Fig. 4). Comme pour RU3097 le champ cristallin ne doit donc induire que de faibles contraintes sur la géométrie moléculaire.

Les auteurs remercient la Société Roussel-Uclaf et M R. Bucourt en particulier de leur avoir procuré un échantillon de RU3714.

Références

- COIRO, V. M., GIGLIO, E., LUCANO, A. & PULITI, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1404–1409.
- DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**. A paraître.
- DELETTRE, J., MORNON, J. P. & LEPICARD, G. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1430–1435.
- 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., DELETTRE, J. & MORNON, J. P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1503–1505.
- MORNON, J. P., DELETTRE, J., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* **8**, 51–62.
- SMITH, H. (1963). Brevet belge n° 632 347.

Acta Cryst. (1980). **B36**, 1507–1510

3-Chloro-3-cyano-1-cyclohexyl-4-(phenylthio)-2-azetidinone. A Substituted Monocyclic β -Lactam

BY RICHARD CHAMBERS AND ROBERT J. DOEDENS

Department of Chemistry, University of California, Irvine, California 92717, USA

(Received 19 April 1979; accepted 19 February 1980)

Abstract. $C_{16}H_{17}ClN_2OS$, orthorhombic, $Pbca$, $a = 10.331$ (2), $b = 15.212$ (2), $c = 21.661$ (4) Å, $V = 3404$ (1) Å³, $Z = 8$, $D_m = 1.269$, $D_c = 1.252$ Mg m⁻³, $\mu(\text{Mo } K\alpha) = 0.346$ mm⁻¹. The four-membered ring of the β -lactam is nearly planar, with a *trans* stereochemistry of the Cl and *S*-phenyl substituents and long C–C bonds of 1.566 (5) and 1.561 (6) Å.

Introduction. A new and versatile synthetic route to 3-cyano-2-azetidinones (3-cyano- β -lactams) involving the cycloaddition of cyanoketenes to formimidates has recently been developed (Moore, Hernandez & Sing, 1976; Moore, Hernandez & Chambers, 1978). The structure of the title compound was investigated in

order to definitively establish its stereochemistry. This was of importance with respect to the synthetic utility of the methodology as well as for providing structural data used for mechanistic arguments. In addition, we were seeking structural information which might suggest a reason for the unusual observation that many monocyclic β -lactams in this series show antibiotic as well as antifungal activity (Inderlied & Sypher, 1977).

Colorless crystals of the title compound were obtained by recrystallization from hexane/diethyl ether. Preliminary precession photographs showed orthorhombic symmetry with systematic absences ($0kl$, $k \neq 2n$; $h0l$, $l \neq 2n$; $hk0$, $h \neq 2n$) uniquely defining space group $Pbca$ (No. 61). Cell parameters ($T = 296$ K)