

Table 2. Equations of the planes and deviations of atoms from the planes

A: TCPA-ring plane; B: benzene-ring plane; C: furan-ring plane

Equations of the planes

$$\begin{aligned}
 A & 0.4714X - 0.5934Y - 0.6524Z + 4.2533 = 0 \\
 B & 0.4807X - 0.5967Y - 0.6426Z + 4.1664 = 0 \\
 C & 0.4611X - 0.5896Y - 0.6632Z + 4.3071 = 0
 \end{aligned}$$

Deviations of atoms from the planes ($\text{\AA} \times 10^3$)

	A	B	C		A	B	C
Cl(1)	36	30	0	C(1)	19*	-2*	1*
Cl(2)	-4	29	-81	C(2)	8*	4*	-28
Cl(3)	-110	-76	-187	C(3)	-12*	0*	-66
Cl(4)	51	47	15	C(4)	-18*	-5*	-72
O(1)	-14*	-66	2*	C(5)	10*	6*	-26
O(2)	-46	-92	-34	C(6)	18*	-3*	0*
O(3)	-63	-111	-52	C(7)	-5*	-46	-1*
				C(8)	-6*	-47	-2*

Orthogonal coordinates, X , Y and Z (in \AA), are defined parallel to the \mathbf{a} , \mathbf{b} and \mathbf{c}^* axial directions. Least-squares planes were calculated through the atoms marked with asterisks. E.s.d.'s in the atom-plane distances are about 0.001 \AA for Cl and 0.003–0.004 \AA for C and O atoms.

It is noticeable that all the chemically equivalent C–C and C–O bond lengths and angles are almost equal within the e.s.d.'s. This feature is similar to that in the furan ring of phthalic anhydride (Bates & Cutler, 1977), but different from that of a complexed TCPA molecule in naphthalene–TCPA (Wilkinson, Chodak & Strouse, 1975). The average C–Cl bond distance, 1.711 \AA , is comparable to those of polychloro-aromatic compounds in which the substituted Cl atoms occupy adjacent *ortho* positions to each other (Herb-

stein, 1979; Ito, Moriya, Kashino & Haisa, 1975; Brown & Strydom, 1974; Chu, Jeffrey & Sakurai, 1962).

Table 2 shows three least-squares planes about the TCPA molecule with the deviations of atoms from the planes. Each of the benzene and furan rings forms a fairly good plane. However, Cl atoms deviate much more than C atoms from the benzene plane. These deviations probably result from intramolecular steric repulsion, since strong intermolecular interactions do not exist about the Cl atoms: the shortest intermolecular Cl...Cl distances are 3.575 (1) \AA for Cl(3ⁱ)...Cl(4ⁱⁱ) and 3.544 (2) \AA for Cl(4ⁱ)...Cl(4ⁱⁱ) respectively [(i) x, y, z ; (ii) $1 - x, 2 - y, 1 - z$].

References

- BATES, R. B. & CUTLER, R. S. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 893–895.
- BROWN, G. M. & STRYDOM, O. A. W. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 801–804.
- CHU, S., JEFFREY, G. A. & SAKURAI, T. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 661–671.
- HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
- HERBSTSTEIN, F. H. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 1661–1670.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- ITO, K., MORIYA, K., KASHINO, S. & HAIISA, M. (1975). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **48**, 3078–3084.
- RUDMAN, R. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 262–269.
- SAKE GOWDA, D. S. & RUDMAN, R. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2842–2845.
- UNICS (1967). *Universal Crystallographic Computation Program System*, edited by T. SAKURAI. Tokyo: Crystallographic Society of Japan.
- WILKERSON, A. K., CHODAK, J. B. & STROUSE, C. E. (1975). *J. Am. Chem. Soc.* **97**, 3000–3004.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 2965–2968

Complexe Moléculaire (2:1) d'Ethyl-13 β Hydroxy-17 β Dinor-18,19 17 α -Pregnatriène-4,9,11 Yne-20 One-3 et de Toluène

PAR JEAN DELETRÉ, GENEVIÈVE LEPICARD ET JEAN-PAUL MORNON

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

(Reçu le 18 décembre 1979, accepté le 25 mai 1982)

Abstract. $(C_{21}H_{24}O_2)_2 \cdot C_7H_8$, monoclinic, space group $P2_1$, $a = 7.513$ (4), $b = 21.150$ (8), $c = 12.745$ (6) \AA , $\beta = 100.37$ (4) $^\circ$, $Z = 4$. The structure was solved by

0567-7408/82/112965-04\$01.00

direct methods. Full-matrix least-squares refinement with identical weights converged at $R = 0.084$, $R_w = 0.090$ for 3100 observed reflexions. The toluene

© 1982 International Union of Crystallography

molecule is in close contact with the *B* rings of the two independent steroid molecules and possesses a higher thermal vibration than that of the steroid molecules.

Introduction. Le présent stéroïde (RU2323) cristallise sous une autre forme, orthorhombique, non complexée, décrite dans un article antérieur (Deletré, Moron & Lepicard, 1975). Ainsi, cinq conformères cristallographiquement indépendants ont pu être mis en évidence. Ils présentent d'importantes différences de conformation, caractéristique des stéroïdes insaturés Δ -4,9 et Δ -4,9,11, par exemple RU2010 (Lepicard, Deletré & Moron, 1974) et RU2715 (Moron, Lepicard & Deletré, 1983). Les propriétés biochimiques des stéroïdes Δ -4,9,11 sont par ailleurs remarquables puisque nombre d'entre eux sont capables de se fixer fortement sur les quatre récepteurs progestogène, androgène, minéralocorticoïde et glucocorticoïde (Deletré, Moron, Lepicard, Ojasoo & Raynaud, 1980).

Les cristaux ont été obtenus par lente évaporation d'une solution d'éthanol contenant une faible proportion de toluène. Ils se présentent sous la forme de plaquettes jaunes de qualité moyenne, le départ du solvant s'effectuant vers 378 K. Contrairement au complexe semi-isomorphe (2:1) RU3763-toluène (Lepicard, Deletré, Moron & Bally, 1983), les cristaux se désolvatent en quelques jours. En conséquence les mesures diffractométriques ont été effectuées sous capillaire avec un diffractomètre automatique Philips PW 1100 et la longueur d'onde Cu *K* α . Le cristal utilisé avait pour dimensions 0,5 × 0,4 × 0,2 mm. La structure de ce complexe a été déterminée à l'aide du programme *MULTAN* (Germain, Main & Woolfson, 1971); plusieurs cartes de Fourier ont été nécessaires pour sélectionner la bonne solution.

L'affinement des positions atomiques et des paramètres d'agitation thermique a été effectué par moindres carrés.

L'importante agitation thermique du toluène a conduit à quelques difficultés concernant sa localisation précise et sa géométrie. Certains atomes d'hydrogène des molécules de RU2323 ont été positionnés sur série différence, les autres ont été positionnés théoriquement. Une partie de ces atomes a pu être affinée. La valeur relativement élevée de l'index *R* est à attribuer d'une part à une qualité cristalline très moyenne et d'autre part à l'agitation thermique affectant le toluène.*

Tableau 1. Paramètres atomiques définitifs, les coordonnées sont multipliées par 10⁴

$$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \beta_{ii} / a_i^2.$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> _{eq} (Å ²)
C(1A)	-244 (10)	1515 (5)	4107 (8)	6,1 (0,4)
C(2A)	-684 (11)	2179 (5)	3972 (11)	9,8 (0,7)
C(3A)	742 (9)	2612 (4)	3761 (6)	4,7 (0,4)
C(4A)	2566 (10)	2401 (5)	4089 (7)	5,3 (0,4)
C(5A)	3020 (8)	1828 (4)	4556 (6)	4,2 (0,3)
C(6A)	4978 (10)	1695 (5)	5020 (8)	5,9 (0,4)
C(7A)	5357 (8)	997 (5)	5051 (8)	5,5 (0,4)
C(8A)	4060 (7)	673 (4)	5698 (5)	3,6 (0,3)
C(9A)	2110 (7)	801	5165 (4)	3,1 (0,3)
C(10A)	1662 (8)	1362 (4)	4646 (5)	3,6 (0,3)
C(11A)	796 (8)	304 (4)	5232 (5)	3,5 (0,3)
C(12A)	1163 (8)	-246 (4)	5757 (5)	3,7 (0,3)
C(13A)	3022 (7)	-381 (4)	6356 (5)	3,4 (0,3)
C(14A)	4370 (7)	-32 (4)	5795 (5)	3,5 (0,3)
C(15A)	6224 (8)	-267 (5)	6376 (7)	5,4 (0,4)
C(16A)	5835 (11)	-971 (5)	6588 (10)	6,8 (0,5)
C(17A)	3752 (9)	-1072 (4)	6304 (6)	4,6 (0,3)
C(18A)	3127 (10)	-168 (5)	7523 (5)	4,8 (0,4)
M(C18A)	1585 (13)	-353 (7)	8077 (8)	7,1 (0,5)
C(ET1A)	3212 (11)	-1329 (5)	5223 (8)	6,2 (0,5)
C(ET2A)	2695 (18)	-1557 (6)	4351 (9)	9,5 (0,8)
O(3A)	351 (7)	3143 (4)	3402 (5)	6,2 (0,3)
O(17A)	3214 (7)	-1502 (4)	7047 (4)	5,4 (0,3)
C(1B)	5044 (9)	7594 (4)	9141 (6)	4,9 (0,4)
C(2B)	4851 (10)	7089 (5)	8310 (7)	5,9 (0,4)
C(3B)	6349 (11)	6611 (5)	8527 (7)	6,2 (0,4)
C(4B)	8132 (11)	6869 (5)	8898 (7)	5,4 (0,4)
C(5B)	8442 (9)	7473 (5)	9231 (5)	4,5 (0,3)
C(6B)	10314 (10)	7722 (5)	9483 (6)	5,2 (0,4)
C(7B)	10530 (9)	8211 (5)	10406 (6)	5,2 (0,4)
C(8B)	9169 (9)	8724 (5)	10162 (5)	4,0 (0,3)
C(9B)	7241 (8)	8475 (4)	9811 (4)	3,6 (0,3)
C(10B)	6936 (8)	7886 (4)	9394 (5)	3,8 (0,3)
C(11B)	5779 (8)	8882 (4)	10005 (6)	4,3 (0,3)
C(12B)	5975 (9)	9454 (5)	10502 (5)	4,5 (0,3)
C(13B)	7819 (8)	9718 (4)	10865 (5)	4,2 (0,3)
C(14B)	9184 (8)	9175 (4)	11096 (5)	4,0 (0,3)
C(15B)	10950 (10)	9498 (5)	11631 (7)	5,3 (0,4)
C(16B)	10283 (11)	10025 (5)	12318 (7)	5,7 (0,4)
C(17B)	8176 (9)	10049 (5)	11997 (5)	4,8 (0,3)
C(18B)	8278 (12)	10202 (5)	10013 (7)	5,7 (0,4)
M(C18B)	6835 (14)	10675 (5)	9564 (8)	7,3 (0,5)
C(ET1B)	7295 (11)	9698 (5)	12738 (6)	5,8 (0,4)
C(ET2B)	6505 (15)	9427 (6)	13336 (7)	7,8 (0,6)
O(3B)	6107 (8)	6037 (4)	8346 (7)	8,6 (0,4)
O(17B)	7640 (7)	10692 (4)	12000 (4)	5,9 (0,3)
C(1T)	-4349 (47)	7707 (11)	2413 (16)	23,7 (1,3)
C(2T)	-2846 (51)	7318 (14)	2353 (19)	20,0 (2,5)
C(3T)	-2692 (49)	6730 (15)	1817 (18)	27,0 (1,5)
C(4T)	-1420 (45)	6430 (20)	1850 (19)	25,0 (1,4)*
C(5T)	211 (38)	6607 (23)	2415 (21)	23,9 (1,8)
C(6T)	510 (60)	7166 (23)	3036 (42)	16,9 (1,6)
C(7T)	-1062 (23)	7407 (11)	2885 (11)	12,4 (1,2)

* *B* isotrope.

Le Tableau 1 donne la liste des paramètres atomiques définitifs.

Discussion. La Fig. 1 regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie de la molécule de RU2323. L'examen des angles dièdres permet de constater d'importantes différences dans les conformations

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ainsi que les coordonnées et les facteurs d'agitation thermique des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38071: 21 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.

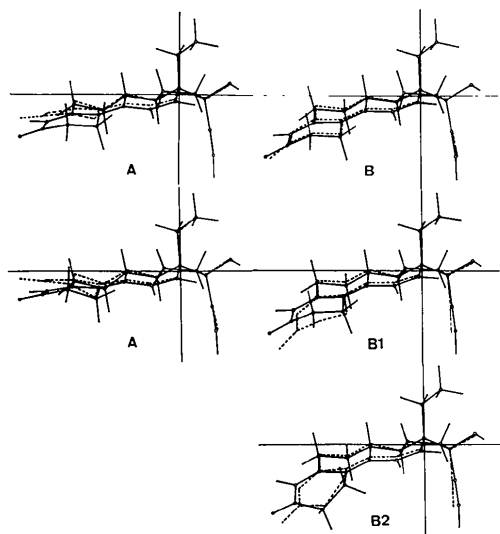


Fig. 5. Conformères isolés théoriques (traits pleins) et conformères cristallins (pointillés). A la partie supérieure sont représentées les molécules *A* et *B* du présent travail, à la partie inférieure les molécules *A* et *B1/B2* de la forme orthorhombique.

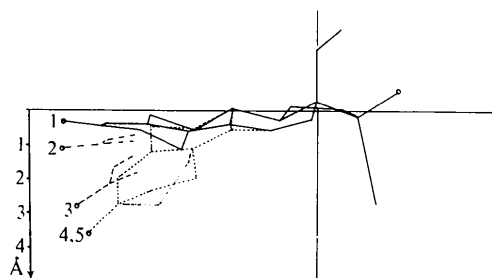


Fig. 6. Vue synthétique des cinq conformères cristallins, les numéros 1, 2, 3, 4, 5 correspondent respectivement aux conformères *A* (présent travail), *A* (forme orthorhombique), *B* (présent travail), *B1/B2* (forme orthorhombique).

Acta Cryst. (1982). **B38**, 2968–2970

Hydroxy-17 β Méthyl-17 α Oxa-2 Estratriène-4,9,11 One-3, Forme 1

PAR GENEVIÈVE LEPICARD, JEAN DELETTRE 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 18 décembre 1979, accepté le 25 mai 1982)

Abstract. $C_{18}H_{22}O_3$, monoclinic, space group $P2_1$, $a = 17.875(2)$, $b = 6.653(2)$, $c = 12.929(2)$ Å, $\beta = 92.15(2)^\circ$, $D_x = 1.24$ Mg m $^{-3}$, $Z = 4$. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement, with identical weights, converged at $R = 0.055$ and $R_w = 0.049$ for 3220 reflexions considered

as observed. The two independent molecules, *A* and *B*, are linked together by hydrogen bonds $O(17)A-H(O17)\cdots O(3)B$ and $O(17)B-HO(17)\cdots O(3)A$.

Introduction. L'étude du présent stéroïde (RU2999) s'inscrit dans le cadre général d'une investigation en

La Fig. 5 regroupe d'une part les cinq conformères cristallins expérimentaux et d'autre part les conformères théoriques à l'état isolé qui en ont été déduits par minimisation énergétique à l'aide de la mécanique moléculaire (Deletré & Mornon, 1983). La Fig. 6 présente une vue synthétique des différents conformères cristallins.

Les conformères cristallins et théoriques étant sensiblement différents, il est manifeste que le champ cristallin est suffisant pour déformer géométriquement de façon importante un stéroïde insaturé et flexible tel RU2323.

Les auteurs remercient la Société Roussel–Uclaf et particulièrement M R. Bucourt de leur avoir offert un échantillon de ce stéroïde.

Références

- COIRO, V. M., GIGLIO, E., LUCANO, A. & PULITI, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1404–1409.
 DELETTRE, J. & MORNON, J.-P. (1983). *Acta Cryst.* A paraître.
 DELETTRE, J., MORNON, J.-P. & LEPICARD, G. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 450–453.
 DELETTRE, J., MORNON, J.-P., LEPICARD, G., OJASOO, T. & RAYNAUD, J.-P. (1980). *J. Steroid Biochem.* **13**, 45–61.
 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. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 2751–2753.
 LEPICARD, G., DELETTRE, J., MORNON, J.-P. & BALLY, R. (1983). *Acta Cryst.* A paraître.
 MORNON, J.-P., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* **8**, 51–62.
 MORNON, J.-P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1983). *Acta Cryst.* A paraître.