

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.

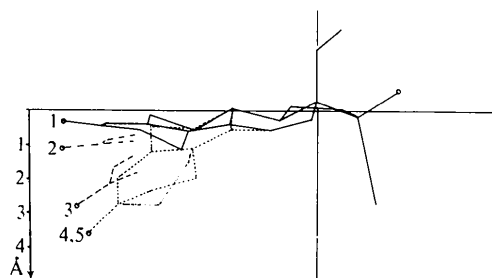


Fig. 6. Vue synthétique des cinq conformères cristallins, les numéros 1, 2, 3, 4, 5 correspondent respectivement aux conformères *A* (présent travail), *A* (forme orthorhombique), *B* (présent travail), *B1/B2* (forme orthorhombique).

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

## Hydroxy-17 $\beta$ Méthyl-17 $\alpha$ 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. & WOLFSON, 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.

cours concernant les hormones stéroïdes. RU2999 cristallise sous deux formes cristallines: une forme orthorhombique (Delettré, Lepicard & Mornon, 1982) et une forme monoclinique présentée ici.

Les cristaux de RU2999 (monoclinique) sont des polyèdres jaunes de bonne qualité et fondant à 415 K. Le cristal utilisé a pour dimensions: 0,5  $\times$  0,5  $\times$  0,5 mm.

Les mesures d'intensité ont été effectuées sur diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Mo K $\alpha$ . La structure cristalline de ce stéroïde a été déterminée à l'aide du programme MULTAN (Germain, Main & Woolfson, 1971). L'affinement, par moindres carrés, des paramètres de position et d'agitation thermique des atomes s'est effectué normalement. Les 22 atomes d'hydrogène ont été repérés sur série-différence et affinés.\*

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38072: 19 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.

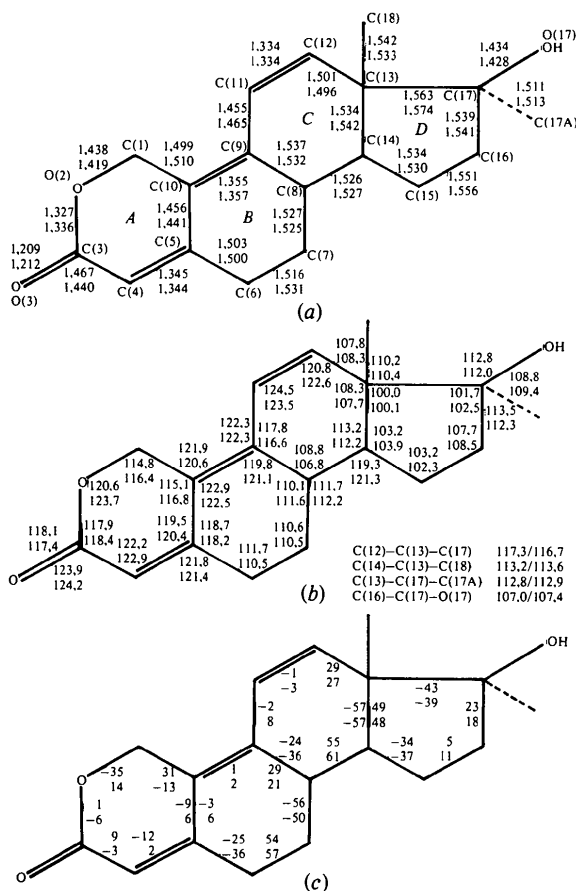


Fig. 1. (a) Longueurs de liaisons (Å),  $\bar{\sigma} = 0,006$  Å. (b) Angles de valence (°),  $\bar{\sigma} = 0,6^\circ$ . (c) Angles de torsion (°),  $\bar{\sigma} = 1,8^\circ$ . Valeurs supérieures: molécule A, valeurs inférieures: molécule B.

Tableau 1. Paramètres atomiques et déviations standard

Les coordonnées atomiques de C et O sont multipliées par  $10^4$ .

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

	x	y	z	$B_{eq}$ (Å <sup>2</sup> )
C(1)A	7024 (2)	4491 (7)	2741 (3)	4,1 (0,2)
O(2)A	7252 (2)	5612 (5)	3346 (2)	5,2 (0,1)
C(3)A	7968 (2)	4736 (8)	4109 (4)	5,1 (0,2)
C(4)A	7704 (2)	2793 (8)	4489 (3)	4,6 (0,2)
C(5)A	7034 (2)	2027 (7)	4195 (3)	3,7 (0,2)
C(6)A	6705 (2)	249 (7)	4733 (3)	4,3 (0,2)
C(7)A	6148 (2)	-871 (7)	4033 (3)	4,0 (0,2)
C(8)A	5548 (2)	559 (6)	3596 (3)	3,0 (0,1)
C(9)A	5913 (2)	2314 (5)	3030 (3)	2,9 (0,1)
C(10)A	6609 (2)	2940 (6)	3335 (3)	3,1 (0,1)
C(11)A	5510 (2)	3161 (6)	2134 (3)	3,4 (0,1)
C(12)A	4835 (2)	2559 (6)	1787 (3)	3,4 (0,2)
C(13)A	4425 (2)	919 (5)	2328 (3)	2,9 (0,1)
C(14)A	5006 (2)	-501 (5)	2837 (3)	3,1 (0,1)
C(15)A	4528 (2)	-2246 (7)	3219 (4)	4,4 (0,2)
C(16)A	3888 (3)	-2395 (7)	2380 (4)	4,8 (0,2)
C(17)A	3970 (2)	-609 (6)	1635 (3)	3,7 (0,2)
C(18)A	3910 (2)	1917 (7)	3110 (3)	4,0 (0,2)
C(17A)A	4360 (3)	-1148 (9)	656 (4)	5,0 (0,2)
O(3)A	8509 (2)	5614 (6)	4470 (3)	6,8 (0,2)
O(17)A	3228 (2)	81 (5)	1363 (2)	4,5 (0,1)
C(1)B	11940 (3)	4294 (7)	7960 (4)	4,9 (0,2)
O(2)B	12503 (2)	3412 (5)	8619 (3)	6,5 (0,2)
C(3)B	12801 (2)	4316 (8)	9459 (4)	5,6 (0,2)
C(4)B	12491 (2)	6211 (7)	9770 (3)	4,5 (0,2)
C(5)B	11896 (2)	7064 (6)	9279 (3)	3,5 (0,2)
C(6)B	11588 (2)	9040 (7)	9626 (3)	4,5 (0,2)
C(7)B	10738 (2)	9104 (7)	9436 (3)	4,2 (0,2)
C(8)B	10534 (2)	8737 (6)	8295 (3)	3,2 (0,1)
C(9)B	10928 (2)	6869 (6)	7886 (3)	3,1 (0,1)
C(10)B	11555 (2)	6129 (5)	8373 (3)	3,1 (0,1)
C(11)B	10591 (2)	5932 (7)	6955 (3)	4,1 (0,2)
C(12)B	9930 (2)	6482 (7)	6530 (3)	4,3 (0,2)
C(13)B	9483 (2)	8185 (7)	6941 (3)	3,6 (0,2)
C(14)B	9695 (2)	8408 (6)	8103 (3)	3,5 (0,1)
C(15)B	9121 (3)	9908 (9)	8494 (4)	5,5 (0,2)
C(16)B	8398 (3)	9315 (11)	7858 (4)	6,5 (0,3)
C(17)B	8614 (2)	7848 (8)	6998 (3)	4,7 (0,2)
C(18)B	9644 (3)	10069 (9)	6304 (4)	5,7 (0,2)
C(17A)B	8412 (3)	5693 (10)	7246 (4)	5,6 (0,2)
O(3)B	13314 (2)	3470 (6)	9918 (3)	8,3 (0,2)
O(17)B	8222 (2)	8452 (6)	6068 (3)	5,9 (0,2)

La Fig. 1(a,b,c) regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire des deux molécules indépendantes A et B. Le Tableau 1 contient la liste des paramètres atomiques définitifs. Le groupe 17 $\beta$ -OH est pour chacune des molécules A et B en position OH1 (Mornon, Delettré, Lepicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977).

Le détail de la méthodologie utilisée est décrit par ailleurs (Delettré, Mornon & Lepicard, 1980).

**Discussion.** Les deux conformères, mis en évidence dans cette forme monoclinique, sont visiblement très différents (Fig. 2). En particulier le cycle A de la molécule A est en conformation dite 'stéroïde', le cycle

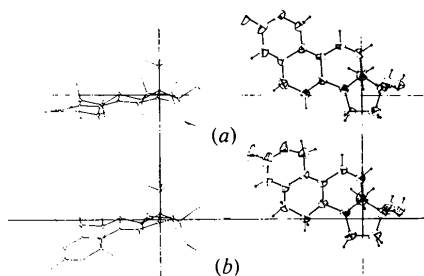


Fig. 2. Projections des molécules respectivement parallèlement à l'axe  $Ox$  et l'axe  $Oz$  du repère  $D$  (Mornon *et al.*, 1977) obtenues à l'aide du programme ORTEP (Johnson, 1965), les ellipsoïdes d'agitation thermique sont à 50% de probabilité. (a) Molécule  $A$ , (b) molécule  $B$ .

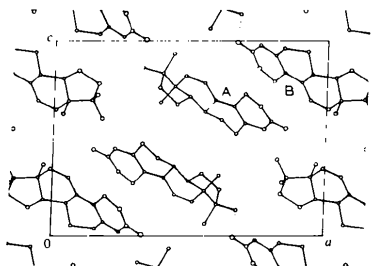


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe cristallin  $b$ .

*Acta Cryst.* (1982). **B38**, 2970–2972

## Monohydrate d'Hydroxy-17 $\beta$ Méthyl-17 $\alpha$ Oxa-2 Estratriène-4,9,11 One-3, Forme 2

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

**Abstract.**  $C_{18}H_{22}O_3 \cdot H_2O$ , orthorhombic, space group  $P2_12_12_1$ ,  $a = 20.617(3)$ ,  $b = 20.146(5)$ ,  $c = 7.437(2)$  Å,  $Z = 8$ ,  $D_x = 1.27$  Mg  $m^{-3}$ . The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement, with identical weights, converged at  $R = 0.056$  and  $R_w = 0.050$  for 3600 reflexions considered as observed. The unit cell contains two independent molecules,  $A$  and  $B$ ; chains of molecules of  $A$ , linked together by  $O(17)A-H(O17)\cdots O(3)A$  hydrogen bonds, twist parallel to a making cavities containing molecules of  $B$ , which are joined to  $A$  molecules by

$O(17)B-H(O17)\cdots O(3)A$  hydrogen bonds. The highly disordered water molecule bridges the two molecules further by  $W\cdots O(17)B$  and  $W\cdots O(3)A$  bonds.

$A$  de la molécule  $B$  est en conformation dite 'non-stéroïde' (type  $1\beta$ ,  $2\alpha$  demi-chaise ou  $1\beta$  sofa). Les molécules  $A$  et  $B$  s'enchaînent les unes aux autres dans la direction  $[101]$  par l'intermédiaire de deux liaisons hydrogène:  $O(17)A-H(O17)\cdots O(3)B$  [2,94 (2) Å, 164 (5)°] et  $O(17)B-H(O17)\cdots O(3)A$  [2,86 (2) Å, 166 (5)°]. La Fig. 3 illustre cette organisation cristalline. L'énergie d'interaction intermoléculaire du type van der Waals (contacts  $< 5.5$  Å) calculée à l'aide des potentiels de Coiro, Giglio, Lucano & Puliti (1973) est de  $-131,5$  kJ  $mol^{-1}$  pour la molécule  $A$  et  $-132,7$  kJ  $mol^{-1}$  pour la molécule  $B$ , énergie relativement constante pour deux conformères nettement différents.

Les auteurs remercient la société Roussel-Uclaf et particulièrement M R. Bucourt de leur avoir procuré un échantillon de RU2999.

### Références

- COIRO, V. M., GIGLIO, E., LUCANO, A. & PULITI, R. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 1404–1409.  
 DELETTRE, J., LEPICARD, G. & MORNON, J.-P. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2970–2972.  
 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.  
 MORNON, J.-P., DELETTRE, J., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* **8**, 51–62.

$O(17)B-H(O17)\cdots O(17)A$  hydrogen bonds. The highly disordered water molecule bridges the two molecules further by  $W\cdots O(17)B$  and  $W\cdots O(3)A$  bonds.

**Introduction.** L'étude du présent stéroïde (RU2999) s'inscrit dans le cadre général d'une investigation concernant les hormones stéroïdes. RU2999 existe sous deux formes cristallines [monoclinique (Lepicard, Deleltre & Mornon, 1982) et orthorhombique (présentée ici)].