

Fig. 3. The unit-cell contents and molecular packing. Dashed lines represent hydrogen bonds.

group are between 103.3 and 114.4° , with a mean of 109.4° . The perchlorate group shows relatively high thermal motion but no definite indication of disorder was found.

The molecular packing and the unit-cell contents are shown in Fig. 3 as a stereoview.

We wish to thank Professor M. Wiewiórowski for supplying the crystals. Grateful acknowledgement is made to Professor G. A. Jeffrey and the Brookhaven National Laboratory for the use of experimental and computational facilities. This work was supported in part by the Polish Academy of Sciences, PAN MR-I.9.

References

- BIRNBAUM, G. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 526–535.
- BOCZOŃ, W., PIECZONKA, G. & WIEWIÓROWSKI, M. (1976). In the press.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390–397.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOLFFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1976). *ORTEP II*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- KALUSKI, Z., GUSIEV, A. I., STRUCHKOV, YU. T., SKOLIK, J., BARANOWSKI, P. & WIEWIÓROWSKI, M. (1972). *Bull. Acad. Pol. Sci. Sér. Sci. Chim.* **20**(1), 1–14.
- PRZYBYLSKA, M. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 2455–2459.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- SUTTON, L. E. (1965). *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*, Supplement. London: The Chemical Society.

Acta Cryst. (1977). **B33**, 3891–3894

Dihydroxy-5,6 Cannénone

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 21 juin 1977, accepté le 13 juillet 1977)

Abstract. $C_{22}H_{30}O_3$, orthorhombic, space group $P2_12_12_1$, $a = 24.136$ (7), $b = 20.541$ (5), $c = 7.548$ (2) Å, $Z = 8$. The structure was solved by direct methods. The parameters were refined by full-matrix least-squares calculations using 3544 observed reflexions. The H atoms were included in the calculation. The refinement converged at $R = 0.053$ and $R_w = 0.062$. The molecules show a planar conformation. The bonds and angles are in good agreement with expected values.

Introduction. L'étude du stéroïde SC-5233, décrite dans cet article, s'inscrit dans le cadre général d'un travail consacré à des stéroïdes antagonistes de l'aldostérone.

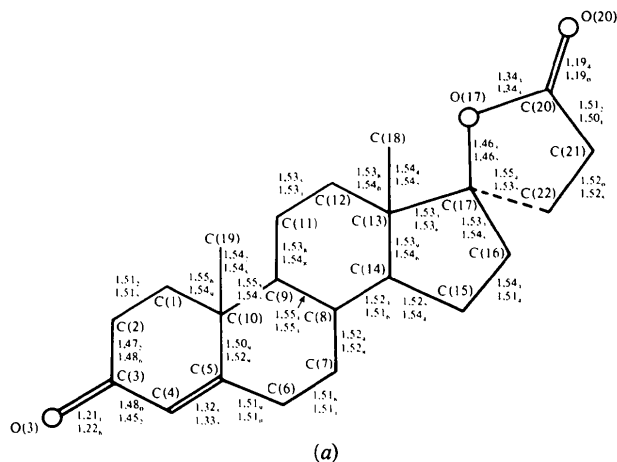
Les mesures d'intensités ont été effectuées sur un diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Mo $K\alpha$. Seules les intensités des réflexions ont été mesurées, le fond continu résultant d'une série unique de mesures effectuées en fonction de l'angle θ .

La structure de ce composé a été déterminée à l'aide

Tableau 1. Paramètres atomiques ($\times 10^4$) avec déviations standard

Les notations a et b des atomes d'hydrogène correspondent aux positions α ou β . 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 complétés théoriquement.

	x	y	z	B_{eq}/B
C(1A)	140 (3)	9036 (3)	9397 (11)	5,0
C(2A)	-55 (3)	8410 (4)	10243 (12)	5,9
C(3A)	106 (3)	7831 (3)	9216 (12)	5,3
C(4A)	630 (3)	7885 (3)	8208 (10)	4,4
C(5A)	934 (2)	8421 (3)	8154 (8)	3,5
C(6A)	1497 (3)	8404 (3)	7251 (11)	5,0
C(7A)	1569 (3)	8977 (3)	6002 (11)	4,9
C(8A)	1477 (2)	9626 (3)	6935 (8)	3,2
C(9A)	892 (2)	9638 (2)	7786 (7)	2,7
C(10A)	775 (2)	9052 (3)	9041 (8)	3,3
C(11A)	777 (3)	10304 (3)	8642 (9)	4,1
C(12A)	842 (2)	10875 (3)	7347 (9)	3,7
C(13A)	1421 (2)	10865 (2)	6495 (8)	3,0
C(14A)	1514 (2)	10193 (2)	5642 (8)	3,1
C(15A)	2041 (3)	10277 (3)	4549 (11)	5,3
C(16A)	2033 (3)	11000 (3)	3994 (11)	5,4
C(17A)	1517 (2)	11295 (3)	4864 (8)	3,3
C(18A)	1858 (3)	11034 (3)	7915 (10)	4,7
C(19A)	1097 (4)	9104 (3)	10799 (10)	5,9
C(20A)	1434 (3)	12390 (3)	4137 (9)	3,8
C(21A)	1127 (3)	12021 (3)	2706 (10)	4,7
C(22A)	1025 (3)	11360 (3)	3550 (8)	4,0
O(3A)	-137 (3)	7315 (3)	9268 (11)	8,6
O(17A)	1625 (2)	11972 (2)	5361 (6)	4,0
O(20A)	1520 (2)	12961 (2)	4242 (7)	5,3
H(1a)	-72 (36)	9216 (40)	8422 (123)	3,5 (2,2)
H(1b)	41 (35)	9388 (40)	10185 (129)	0,3 (2,1)
H(2a)	-435 (33)	8404 (42)	10424 (120)	3,2 (2,1)
H(2b)*	118 (34)	8364 (39)	11427 (118)	2,4 (2,1)
H(4)	770 (33)	7490 (39)	7701 (115)	2,2 (2,2)
H(6a)	1615 (33)	7941 (39)	6598 (118)	3,1 (2,2)
H(6b)*	1751 (34)	8477 (41)	8238 (122)	2,0 (2,2)
H(7a)	1278 (35)	8935 (41)	5093 (124)	3,0 (2,1)
H(7b)	1850 (35)	8982 (40)	5322 (124)	2,6 (2,1)
H(8)	1736 (35)	9739 (39)	7983 (120)	0,1 (2,1)
H(9)	651 (33)	9550 (41)	6683 (121)	0,0 (2,1)
H(11a)	377 (33)	10321 (40)	9261 (127)	6,0 (2,1)
H(11b)	962 (35)	10328 (39)	9652 (121)	2,8 (2,1)
H(12a)	599 (33)	10847 (40)	6503 (122)	3,3 (2,2)
H(12b)	814 (37)	11314 (42)	7993 (129)	2,8 (2,2)
H(14)	1170 (32)	10097 (39)	4788 (122)	0,8 (2,2)
H(15a)	2061 (34)	9962 (40)	3677 (131)	4,4 (2,2)
H(15b)	2401 (34)	10197 (38)	5391 (124)	1,2 (2,2)
H(16a)*	2015 (35)	11012 (42)	2785 (121)	5,5 (2,1)
H(16b)*	2383 (34)	11222 (39)	4434 (131)	2,4 (2,1)
H(18C)	1791 (34)	10759 (40)	9085 (123)	1,1 (2,1)
H(18D)	2278 (36)	11055 (44)	7519 (118)	4,2 (2,2)
H(18E)	1769 (35)	11444 (42)	8251 (124)	2,0 (2,2)
H(19A)	1013 (35)	8731 (39)	11460 (122)	3,3 (2,1)
H(19B)	1563 (33)	9225 (39)	10692 (122)	4,0 (2,1)
H(19E)	929 (34)	9441 (43)	11485 (120)	2,5 (2,1)
H(21D)	1459 (33)	12001 (39)	1731 (123)	3,0 (2,1)
H(21E)	810 (33)	12294 (39)	2354 (116)	1,8 (2,2)
H(22D)	968 (35)	10998 (41)	2678 (117)	0,5 (2,1)
H(22E)	678 (35)	11355 (41)	4252 (130)	2,8 (2,2)



C(1)-C(10)-C(9)	108
C(5)-C(10)-C(19)	108
C(12)-C(13)-C(17)	118
C(14)-C(13)-C(18)	113
C(13)-C(17)-C(22)	116
C(16)-C(17)-O(17)	110

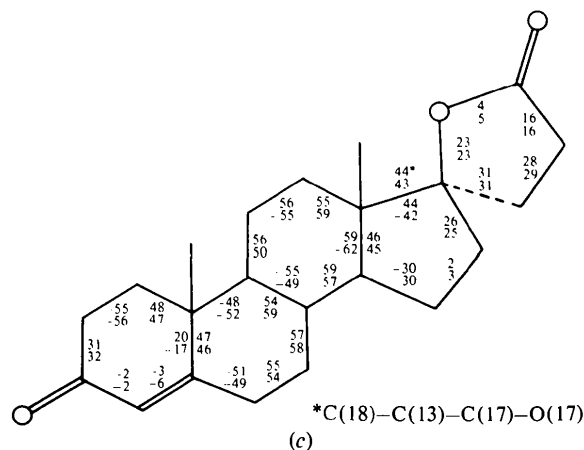
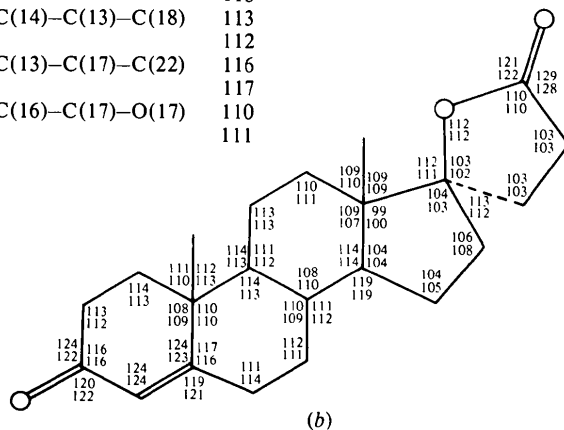
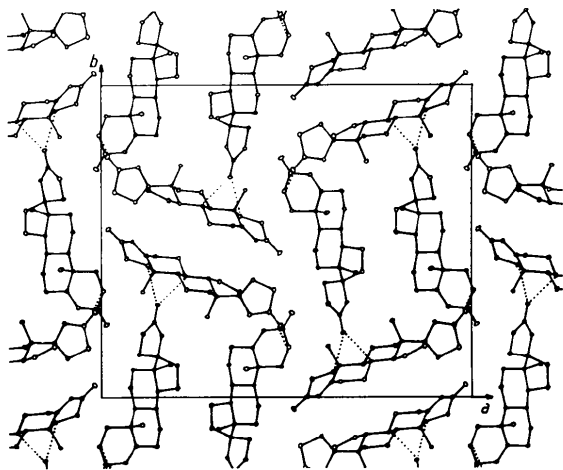


Fig. 1. (a) Longueurs de liaisons (Å), $\sigma = 0.009$ Å. (b) Angles de valence ($^\circ$), $\sigma = 0.8^\circ$. (c) Angles de torsion ($^\circ$). Le nombre supérieur concerne la molécule A , le nombre inférieur la molécule B .

Tableau 2. *Contacts de van der Waals courts*

$C(20A)-O(20A)\cdots H(1b)-C(1B)$ (x,y,z) ($x,y+1,z-1$)	$O(20A)\cdots H(1b)$	2,55 ₃ Å	$C(20A)-O(20A)\cdots H(1b)$ 131°
			$O(20A)\cdots H(1b)-C(1B)$ 176
$C(20A)-O(20A)\cdots H(8)-C(8B)$ (x,y,z) ($x,y+1,z$)	$O(20A)\cdots H(8)$	2,55 ₇	$C(20A)-O(20A)\cdots H(8)$ 122
			$O(20A)\cdots H(8)-C(8B)$ 146
$C(20B)-O(20B)\cdots H(2b)-C(2A)$ (x,y,z) ($\frac{1}{2}-x, 1-y, z-\frac{1}{2}$)	$O(20B)\cdots H(2b)$	2,40 ₆	$C(20B)-O(20B)\cdots H(2b)$ 108
			$O(20B)\cdots H(2b)-C(2A)$ 146

Fig. 2. Projection de la structure selon l'axe *c*.

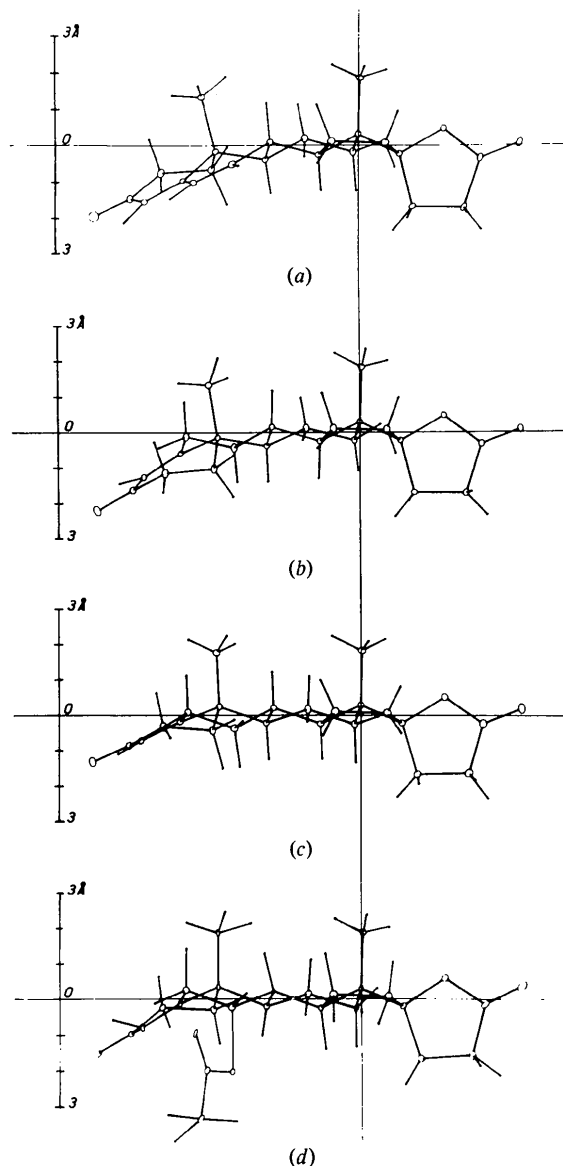
du programme *MULTAN*, en utilisant des facteurs de structure normalisés par un programme local: *NORTO* (Moron, Lepicard & Delettré, 1978).

L'affinement par moindres carrés, des paramètres de position et d'agitation thermique des atomes, s'est effectué normalement. 52 atomes d'hydrogène ont été positionnés sur série-différence, les 8 autres complétés théoriquement. Tous ont été affinés totalement. La valeur finale du coefficient *R* est 0,053. Les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 1.*

Discussion. La Fig. 1 regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire. Les longueurs des liaisons, angles de valence et angles de torsion sont conformes à ce qui pouvait être attendu. Le plan moyen du groupement lactone (cycle *E*) est presque perpendiculaire au plan moyen du cycle *D*.

La Fig. 2 montre l'organisation cristalline. Les deux molécules indépendantes ont leurs directions d'allongement perpendiculaires entre elles, il en est de même pour les plans moyens des squelettes, ce qui conduit à un

* 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 32868: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Fig. 3. Projections parallèlement à l'axe *Ox* du repère *D*. (a) Canrenone. (b) Molécule *A*. (c) Molécule *B*. (d) Spironolactone.

empilement inhabituel. La cohésion cristalline est assurée par des contacts de van der Waals, dont trois sont courts, du type $C-H\cdots O=C$ (Tableau 2).

En projections dans le repère *D* (Bally, Lepicard & Surcouf, 1977), les deux molécules ne sont pas tout à

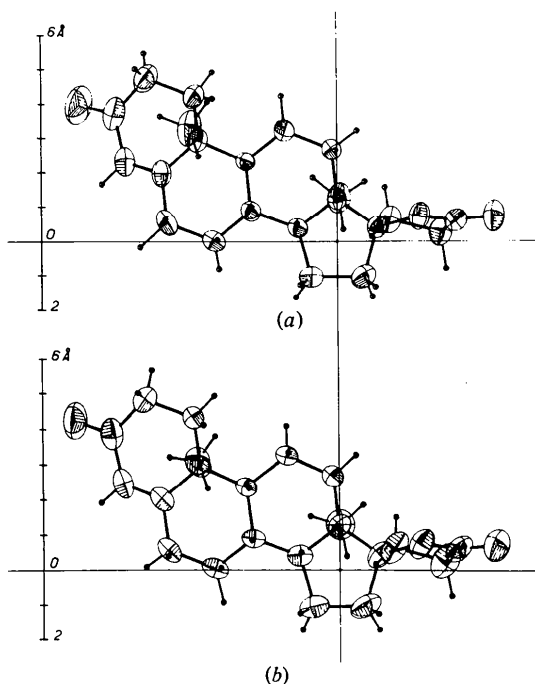


Fig. 4. Projections parallèlement à l'axe Oz du repère D . Les dessins ont été obtenus à l'aide du programme *ORTEP*, les ellipsoïdes d'agitation thermique étant à 50% de probabilité. (a) Molécule *A*. (b) Molécule *B*.

fait superposables, particulièrement au niveau des cycles *A* et *B*. La molécule *A*, la plus courbée, adopte la conformation de la canrenone (Weeks, Hazel &

Duax, 1976). D'autre part, la molécule *B*, plus plane, se superpose à la spironolactone (Dideberg & Dupont, 1972). Le squelette de ces molécules possède donc une certaine souplesse. La Fig. 3 illustre ces remarques. Sur la Fig. 4, on constate que les ellipsoïdes d'agitation thermique pour les molécules *A* et *B* ont des orientations tout à fait semblables.

Un calcul d'énergie intermoléculaire prenant en compte les interactions de van der Waals et les termes prépondérants de l'énergie électrostatique, conduit à une énergie d'interaction moyenne de l'ordre de $-0,8$ kcal/atome (C,H,O) pour les deux molécules. La principale différence de répartition d'énergie se situe au niveau du cycle *B*.

L'auteur remercie la Société Roussel Uclaf et particulièrement M R. Bucourt de lui avoir proposé cette étude et fourni un échantillon de dihydroxy-5,6 canrenone.

Références

- BALLY, R., LEPICARD, G. & SURCOUF, E. (1977). *Acta Cryst.* B33, 613–615.
 DIDEBERG, O. & DUPONT, L. (1972). *Acta Cryst.* B28, 3014–3022.
 MORNON, J. P., LEPICARD, G. & DELETTRE, J. (1978). *Acta Cryst.* A paraître.
 WEEKS, C. M., HAZEL, J. P. & DUAX, W. L. (1976). *Cryst. Struct. Commun.* 5, 271–274.

Acta Cryst. (1977). B33, 3894–3897

10-Methyl-2,2'-bis(trifluoromethyl)-7,10'-biphenothiazine

BY KUANTEE GO AND GOPINATH KARTHA

Roswell Park Memorial Institute, Buffalo, New York 14263, USA

AND KUPPUSWAMY NAGARAJAN

CIBA-GEIGY Research Centre, Bombay 400 063, India

(Received 22 November 1976; accepted 15 July 1977)

Abstract. $C_{27}H_{16}F_6N_2S_2$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 7.60$ (1), $b = 26.76$ (3), $c = 13.13$ (2) Å, $\beta = 91.2$ (9)°; $Z = 4$, $D_x = 1.48$, $D_m = 1.46$ g cm $^{-3}$ (by flotation). This study has established that the two phenothiazines dimerize in a 7,10' link rather than a 3,10' link as suggested in a previous study by NMR.

Introduction. 10-Methyl-2,2'-bis(trifluoromethyl)-7,10'-biphenothiazine was obtained as a dimeric product from the alkylation of 2-trifluoromethylphenothiazine with methyl iodide (Nagarajan, David & Gould, 1974) and was tentatively assigned a structure based on the proton NMR spectra. We have under-