

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 .

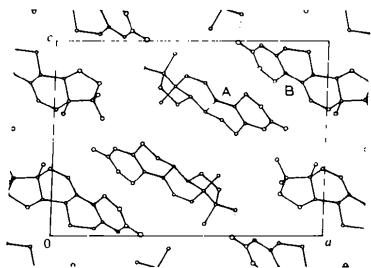


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe cristallin b .

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

Monohydrate d'Hydroxy-17 β Méthyl-17 α Oxa-2 Estradiène-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 1β , 2α demi-chaise ou 1β 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, Delettre & Mornon, 1982) et orthorhombique (présentée ici)].

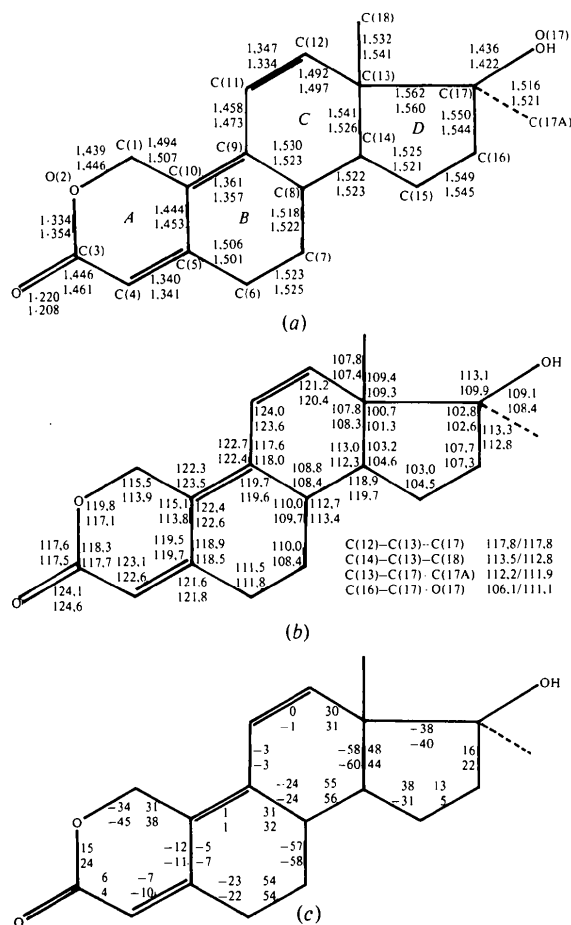


Fig. 1. (a) Longueurs de liaisons (Å), $\sigma = 0,006$ Å. (b) Angles de valence ($^{\circ}$), $\sigma = 0,6^{\circ}$. (c) Angles de torsion ($^{\circ}$), $\sigma = 1,8^{\circ}$. Valeurs supérieures: molécule A, valeurs inférieures: molécule B.

RU2999 (orthorhombique) cristallise sous forme de plaquettes jaunes de bonne qualité, obtenues dans l'éther, et fondant à 406 K.

Les mesures d'intensité ont été effectuées sur diffractomètre Philips PW 1100 en utilisant la radiation Mo K α . 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.*

La Fig. 1(a,b,c) regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire des deux

* 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 38073: 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.

Tableau 1. Paramètres atomiques et déviations standard

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

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

| | x | y | z | B_{eq} (Å ²) |
|--------|-----------|-----------|-----------|----------------------------|
| C(1)A | 17 (2) | 7380 (3) | 10051 (5) | 4,3 (0,2) |
| O(2)A | -514 (1) | 7832 (1) | 10327 (4) | 4,4 (0,1) |
| C(3)A | -950 (2) | 7923 (2) | 9024 (5) | 3,9 (9,2) |
| C(4)A | -791 (2) | 7699 (2) | 7231 (5) | 3,4 (0,1) |
| C(5)A | -207 (1) | 7458 (2) | 6783 (5) | 2,9 (0,1) |
| C(6)A | -27 (2) | 7322 (2) | 4854 (5) | 3,6 (0,2) |
| C(7)A | 528 (2) | 6827 (2) | 4720 (5) | 3,6 (0,2) |
| C(8)A | 1100 (1) | 7063 (2) | 5837 (4) | 2,7 (0,1) |
| C(9)A | 890 (1) | 7160 (1) | 7793 (4) | 2,5 (0,1) |
| C(10)A | 270 (1) | 7342 (2) | 8171 (4) | 2,8 (0,1) |
| C(11)A | 1373 (1) | 7040 (2) | 9189 (5) | 3,0 (0,1) |
| C(12)A | 1994 (1) | 6874 (2) | 8856 (4) | 2,9 (0,1) |
| C(13)A | 2240 (1) | 6805 (1) | 6979 (4) | 2,5 (0,1) |
| C(14)A | 1669 (1) | 6582 (2) | 5788 (4) | 2,8 (0,1) |
| C(15)A | 1992 (2) | 6432 (2) | 3989 (5) | 4,2 (0,2) |
| C(16)A | 2643 (2) | 6110 (2) | 4552 (6) | 4,0 (0,2) |
| C(17)A | 2741 (1) | 6242 (2) | 6587 (5) | 3,0 (0,1) |
| C(18)A | 2530 (2) | 7475 (2) | 6420 (6) | 3,6 (0,2) |
| C(17)A | 2625 (2) | 5633 (2) | 7744 (7) | 4,6 (0,2) |
| O(3)A | -1453 (1) | 8208 (2) | 9417 (4) | 5,5 (0,2) |
| O(17)A | 3402 (1) | 6452 (1) | 6794 (4) | 3,6 (0,1) |
| C(1)B | 2868 (2) | 8493 (2) | 12350 (7) | 5,0 (0,2) |
| O(2)B | 2206 (1) | 8474 (1) | 12993 (4) | 4,6 (0,1) |
| C(3)B | 1732 (2) | 8433 (2) | 11740 (6) | 4,2 (0,2) |
| C(4)B | 1877 (2) | 8674 (2) | 9932 (6) | 3,9 (0,2) |
| C(5)B | 2440 (2) | 8970 (2) | 9514 (5) | 3,3 (0,1) |
| C(6)B | 2537 (2) | 9320 (2) | 7753 (6) | 4,4 (0,2) |
| C(7)B | 3254 (2) | 9389 (2) | 7285 (5) | 4,1 (0,2) |
| C(8)B | 3612 (2) | 9720 (2) | 8834 (5) | 3,1 (0,1) |
| C(9)B | 3526 (2) | 9311 (2) | 10541 (5) | 3,3 (0,1) |
| C(10)B | 2972 (2) | 8961 (2) | 10794 (5) | 3,3 (0,1) |
| C(11)B | 4059 (2) | 9311 (2) | 11859 (5) | 4,1 (0,2) |
| C(12)B | 4597 (2) | 9672 (2) | 11680 (5) | 4,2 (0,2) |
| C(13)B | 4685 (2) | 10118 (2) | 10088 (5) | 3,3 (0,1) |
| C(14)B | 4334 (2) | 9807 (2) | 8488 (5) | 3,3 (0,1) |
| C(15)B | 4561 (2) | 10208 (2) | 6874 (6) | 4,7 (0,2) |
| C(16)B | 5256 (2) | 10430 (3) | 7370 (7) | 5,9 (0,2) |
| C(17)B | 5384 (2) | 10202 (2) | 9320 (6) | 4,4 (0,2) |
| C(18)B | 4412 (2) | 10804 (2) | 10599 (7) | 4,6 (0,2) |
| O(17)A | 5770 (2) | 9559 (3) | 9417 (9) | 6,6 (0,3) |
| O(17)B | 5723 (1) | 10697 (2) | 10308 (5) | 5,5 (0,1) |
| O(3)B | 1206 (1) | 8236 (1) | 12225 (4) | 5,1 (0,1) |
| W | 3847 (3) | 5229 (3) | 1428 (9) | 15,9 (0,4) |

molécules indépendantes A et B. Le Tableau 1 contient la liste des paramètres atomiques définitifs. Le groupe 17 β -OH de la molécule A est en position OH1, celui de la molécule B en position OH3 (Mornon, Delettré, Lepicard, Bally, Surcouf & Bondot, 1977).

Discussion. Les deux conformères du RU2999 ici présents (Fig. 2) sont moins dissemblables que ceux de la forme cristalline monoclinique (Lepicard *et al.*, 1982). Toutefois, l'ensemble des quatre conformères met clairement en évidence la mobilité de conformation caractéristique des stéroïdes non saturés (Δ -4,9 et

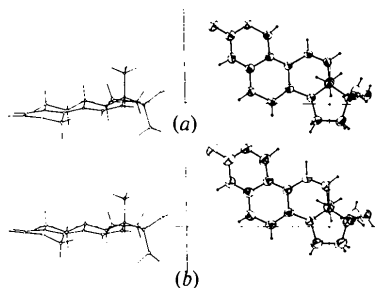


Fig. 2. Projections des molécules respectivement parallèlement à l'axe Ox et à l'axe Oz du repère D (Mornon *et al.*, 1977) obtenues à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1965), les ellipsoïdes d'agitation thermique sont à 50% de probabilité. (a) Molécule A , (b) molécule B .

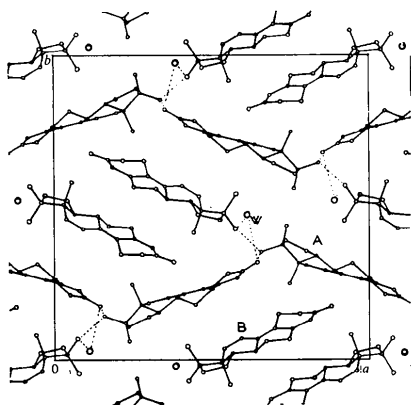


Fig. 3. Projection de la structure selon l'axe cristallin c .

Δ -4,9,11)* L'organisation cristalline est analogue à celle de RU2323 (Delettré, Mornon & Lépicaud, 1975): les chaînes de molécules A s'enroulent parallèlement à l'axe a et délimitent des cavités où se placent les molécules B . Cependant, les molécules B de RU2999

* Le remplacement du carbone en position 2 par un oxygène ne semble donc pas modifier les conclusions relatives à la 'mobilité' des stéroïdes non saturés (Delettré, Mornon, Lépicaud, Ojasoo & Raynaud, 1978, 1980).

ont une orientation différente de celle observée pour RU2323.

Les molécules A sont reliées entre elles par une liaison hydrogène $O(17)A-H(O17)\cdots O(3)A$ [2,92 (2) Å, 175 (5) $^\circ$]. Les molécules B sont reliées aux molécules A par une liaison hydrogène $O(17)B-H(O17)\cdots O(17)A$ [2,83 (2) Å, 170 (5) $^\circ$]. La molécule d'eau fortement agitée assure un pont entre les molécules A et B par deux liaisons hydrogène: $W\cdots O(17)B$ [2,75 (3) Å] et $W\cdots O(3)A$ [3,27 (3) Å], l'angle $O(17)B\cdots W\cdots O(3)A$ étant de 85 (2) $^\circ$. 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 $-146,6$ kJ mol $^{-1}$ pour la molécule A et de $-141,5$ kJ mol $^{-1}$ pour la molécule B .

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., MORNON, J.-P. & LEPICARD, G. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 450-453.
- DELETTRE, J., MORNON, J.-P., LEPICARD, G., OJASOO, T. & RAYNAUD, J.-P. (1978). *J. Steroid Biochem.* **9**, 830.
- 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. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2968-2970.
- MORNON, J.-P., DELETTRE, J., LEPICARD, G., BALLY, R., SURCOUF, E. & BONDOT, P. (1977). *J. Steroid Biochem.* **8**, 51-62.