

Acta Cryst. (1974). B30, 2751**Hydroxy-17 β Nor-19 Prégnatriène-4,9,11 Yne-20 One-3**

PAR GENEVIÈVE LEPICARD, JEAN DELETTRE ET JEAN-PAUL MORNON

*Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, associé au CNRS, Université Paris VI, Tour 16, 4 place Jussieu, 75230 Paris Cedex 05, France**(Reçu le 10 avril 1974, accepté le 14 mai 1974)*

Abstract. C₂₀O₂H₂₂, orthorhombic, space group $P2_12_12_1$, $a=21.28$, $b=12.42$, $c=12.17$ Å, $Z=8$. The structure was solved by direct methods. Full-matrix least-squares refinement converged at $R=0.056$ for 3458 observed reflexions with identical weights. The molecules are linked by hydrogen bonds.

Introduction. Dans le cadre de l'étude relative à quelques stéroïdes présentant des propriétés progestomimétiques (Lepicard, Delettre & Mornon, 1973), nous présentons un deuxième élément de comparaison. Il s'agit de l'hydroxy-17 β nor-19 prégnatriène-4,9,11 yne-20 one-3, connu aussi sous le nom de 'planor'.

Tableau 1. *Coordonnées et facteurs de température*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}	B_{eq}
O(1) (I)	-516 (1)	6645 (3)	5373 (3)	21 (1)	119 (3)	116 (3)	-2 (1)	6 (1)	20 (3)	6,3
O(2) (I)	4013 (1)	9339 (2)	2706 (3)	23 (1)	79 (2)	92 (3)	-5 (1)	0 (1)	5 (2)	4,8
C(1) (I)	1104 (2)	7538 (3)	5519 (3)	22 (1)	77 (3)	63 (3)	1 (1)	1 (1)	8 (3)	4,1
C(2) (I)	437 (2)	7501 (4)	5991 (4)	25 (1)	98 (4)	72 (3)	6 (2)	4 (2)	8 (3)	4,9
C(3) (I)	-51 (2)	7207 (4)	5147 (4)	20 (1)	82 (4)	95 (4)	9 (2)	6 (2)	0 (3)	4,8
C(4) (I)	39 (2)	7667 (4)	4055 (4)	19 (1)	91 (3)	84 (3)	4 (2)	-2 (1)	4 (3)	4,7
C(5) (I)	586 (2)	8109 (3)	3727 (3)	20 (1)	71 (3)	70 (3)	6 (1)	-3 (1)	-2 (3)	4,1
C(6) (I)	626 (2)	8625 (4)	2596 (3)	22 (1)	91 (4)	72 (3)	2 (2)	-10 (1)	6 (3)	4,6
C(7) (I)	1264 (2)	8456 (4)	2067 (3)	23 (1)	91 (4)	57 (3)	1 (2)	-6 (1)	-3 (3)	4,4
C(8) (I)	1773 (2)	8902 (3)	2830 (3)	21 (1)	57 (3)	57 (3)	3 (1)	-3 (1)	1 (2)	3,6
C(9) (I)	1722 (2)	8387 (3)	3979 (3)	20 (1)	52 (2)	56 (2)	3 (1)	-3 (1)	-5 (2)	3,4
C(10) (I)	1154 (2)	8076 (3)	4393 (3)	20 (1)	57 (3)	58 (3)	4 (1)	-3 (1)	-3 (2)	3,5
C(11) (I)	2309 (2)	8220 (3)	4588 (3)	20 (1)	67 (3)	57 (3)	3 (1)	-4 (1)	-1 (2)	3,7
C(12) (I)	2880 (2)	8505 (3)	4212 (3)	21 (1)	64 (3)	57 (3)	2 (1)	-3 (1)	0 (2)	3,7
C(13) (I)	2959 (2)	9075 (3)	3135 (3)	21 (1)	52 (2)	59 (3)	2 (1)	0 (1)	1 (2)	3,5
C(14) (I)	2430 (2)	8689 (3)	2369 (3)	22 (1)	59 (2)	52 (2)	4 (1)	-2 (1)	2 (2)	3,5
C(15) (I)	2603 (2)	9178 (4)	1256 (3)	28 (1)	79 (3)	58 (3)	5 (2)	2 (1)	7 (3)	4,4
C(16) (I)	3332 (2)	9163 (4)	1248 (3)	27 (1)	79 (3)	60 (3)	3 (2)	6 (1)	4 (3)	4,5
C(17) (I)	3540 (2)	8786 (3)	2414 (4)	21 (1)	58 (3)	72 (3)	1 (1)	3 (1)	3 (2)	3,9
C(18) (I)	3652 (2)	7610 (3)	2442 (4)	23 (1)	61 (3)	74 (3)	3 (1)	6 (1)	-1 (3)	4,1
C(19) (I)	3744 (2)	6677 (4)	2495 (4)	27 (1)	84 (4)	91 (4)	6 (2)	10 (2)	5 (3)	5,1
C(20) (I)	2956 (2)	10300 (3)	3336 (4)	29 (1)	60 (3)	86 (3)	0 (2)	1 (2)	-12 (3)	4,7
O(1) (II)	-1084 (1)	806 (3)	6651 (3)	26 (1)	86 (2)	130 (3)	-9 (1)	13 (1)	12 (3)	5,9
O(2) (II)	2882 (1)	3781 (3)	1997 (3)	18 (1)	115 (3)	93 (3)	2 (1)	5 (1)	-15 (2)	5,3
C(1) (II)	59 (2)	1062 (3)	4481 (4)	30 (1)	59 (3)	108 (4)	-8 (2)	9 (2)	-17 (3)	5,3
C(2) (II)	-194 (2)	535 (4)	5513 (4)	24 (1)	63 (3)	115 (4)	-3 (1)	6 (2)	3 (3)	5,0
C(3) (II)	-671 (2)	1213 (3)	6077 (4)	19 (1)	75 (3)	91 (4)	-4 (1)	-2 (2)	7 (3)	4,5
C(4) (II)	-591 (2)	2370 (4)	5991 (4)	19 (1)	75 (3)	85 (3)	2 (1)	3 (2)	1 (3)	4,4
C(5) (II)	-112 (2)	2835 (3)	5422 (3)	18 (1)	63 (3)	69 (3)	5 (1)	-2 (1)	-5 (2)	3,8
C(6) (II)	20 (2)	4021 (3)	5577 (4)	22 (1)	61 (3)	88 (3)	2 (1)	7 (2)	-12 (3)	4,3
C(7) (II)	434 (2)	4505 (3)	4690 (4)	22 (1)	50 (2)	83 (3)	2 (1)	5 (1)	-8 (2)	4,0
C(8) (II)	1000 (2)	3792 (3)	4452 (3)	19 (1)	55 (2)	62 (3)	0 (1)	1 (1)	-7 (2)	3,5
C(9) (II)	792 (2)	2644 (3)	4179 (3)	20 (1)	47 (2)	65 (3)	5 (1)	-2 (1)	-2 (2)	3,5
C(10) (II)	277 (2)	2212 (3)	4674 (3)	20 (1)	59 (3)	69 (3)	3 (1)	0 (1)	-7 (2)	3,8
C(11) (II)	1160 (2)	2043 (3)	3361 (3)	23 (1)	54 (3)	80 (3)	3 (1)	3 (1)	-5 (2)	4,1
C(12) (II)	1689 (2)	2411 (3)	2899 (3)	22 (1)	58 (1)	78 (3)	7 (1)	2 (1)	-8 (3)	4,1
C(13) (II)	1948 (2)	3476 (3)	3214 (3)	19 (1)	61 (3)	70 (3)	3 (1)	1 (1)	2 (2)	3,8
C(14) (II)	1400 (2)	4223 (3)	3510 (3)	20 (1)	52 (3)	72 (3)	2 (1)	3 (1)	-6 (2)	3,7
C(15) (II)	1712 (2)	5340 (3)	3606 (4)	27 (1)	58 (3)	98 (4)	-4 (1)	11 (2)	-14 (3)	4,8
C(16) (II)	2250 (2)	5314 (4)	2756 (4)	30 (1)	71 (3)	102 (4)	-13 (2)	15 (2)	-15 (3)	5,3
C(17) (II)	2272 (2)	4146 (3)	2286 (3)	20 (1)	76 (3)	74 (3)	0 (1)	7 (1)	-5 (3)	4,2
C(18) (II)	1904 (2)	4059 (4)	1258 (4)	23 (1)	83 (3)	76 (3)	6 (2)	8 (2)	6 (3)	4,6
C(19) (II)	1624 (2)	3977 (5)	443 (4)	30 (1)	134 (5)	83 (4)	10 (2)	2 (2)	4 (4)	6,2
C(20) (II)	2420 (2)	3314 (4)	4177 (4)	23 (1)	97 (4)	78 (3)	5 (2)	-6 (2)	5 (3)	4,9

Tableau 1 (suite)

	x	y	z	B
H(1) (I)	-373 (20)	7701 (36)	3541 (37)	4,6 (1,1)
H(2) (I)	467 (20)	9446 (38)	2599 (37)	4,0 (1,1)
H(3) (I)	314 (20)	8403 (38)	2137 (35)	3,9 (1,0)
H(4) (I)	1379 (19)	7628 (36)	1819 (35)	3,9 (1,0)
H(5) (I)	1217 (20)	8964 (37)	1273 (38)	3,4 (1,0)
H(6) (I)	1722 (16)	9707 (27)	2952 (28)	1,1 (0,7)
H(7) (I)	2489 (13)	7796 (23)	2340 (24)	0,9 (0,6)
H(8) (I)	2398 (16)	9897 (28)	1211 (27)	1,5 (0,7)
H(9) (I)	2432 (20)	8719 (34)	651 (37)	3,7 (1,1)
H(10) (I)	3482 (17)	8777 (31)	739 (32)	1,5 (0,8)
H(11) (I)	3579 (22)	10033 (38)	1098 (41)	4,7 (1,1)
H(12) (I)	3302 (23)	10545 (42)	3779 (43)	6,6 (1,3)
H(13) (I)	3024 (18)	10814 (33)	2593 (34)	3,7 (0,9)
H(14) (I)	2579 (22)	10556 (36)	3631 (39)	4,1 (1,1)
H(15) (I)	3289 (17)	8346 (30)	4701 (30)	2,5 (0,8)
H(16) (I)	2279 (15)	7721 (27)	5363 (27)	1,6 (0,7)
H(17) (I)	1280 (19)	6671 (35)	5379 (35)	3,6 (1,0)
H(18) (I)	1411 (19)	7908 (34)	6028 (34)	3,1 (1,0)
H(19) (I)	417 (21)	6823 (38)	6653 (39)	5,5 (1,2)
H(20) (I)	318 (22)	8405 (40)	6326 (39)	4,0 (0,0)
H(21) (I)	3812 (20)	5855 (37)	2453 (37)	4,1 (1,1)
H(22) (I)	4250 (17)	9137 (31)	3231 (31)	2,2 (0,8)
H(1) (II)	-913 (22)	2786 (39)	6464 (39)	5,5 (1,2)
H(2) (II)	-362 (18)	4426 (33)	5580 (33)	2,6 (0,8)
H(3) (II)	293 (19)	4117 (34)	6347 (36)	3,3 (0,9)
H(4) (II)	578 (18)	5271 (33)	4913 (34)	2,6 (0,9)
H(5) (II)	166 (17)	4591 (33)	4014 (34)	2,5 (0,9)
H(6) (II)	1234 (16)	3770 (27)	5166 (28)	1,8 (0,7)
H(7) (II)	1095 (22)	4216 (39)	2722 (38)	3,6 (0,9)
H(8) (II)	1835 (20)	5532 (36)	4341 (37)	4,2 (1,0)
H(9) (II)	1416 (16)	5974 (30)	3492 (31)	2,5 (0,8)
H(10) (II)	2699 (21)	5482 (37)	3068 (39)	5,3 (1,2)
H(11) (II)	2258 (21)	5929 (38)	2121 (39)	4,7 (1,1)
H(12) (II)	2807 (19)	2787 (33)	3909 (34)	3,5 (1,0)
H(13) (II)	2261 (19)	2928 (33)	4788 (34)	3,9 (1,0)
H(14) (II)	2585 (19)	4015 (35)	4428 (36)	2,6 (1,0)
H(15) (II)	1981 (18)	1989 (33)	2320 (33)	3,5 (0,9)
H(16) (II)	1004 (17)	1241 (29)	3185 (31)	2,9 (0,8)
H(17) (II)	-296 (19)	1015 (34)	3931 (35)	3,5 (0,9)
H(18) (II)	388 (20)	605 (37)	4074 (37)	3,6 (1,0)
H(19) (II)	195 (19)	368 (36)	6100 (37)	3,1 (1,0)
H(20) (II)	-388 (19)	-197 (34)	5331 (35)	2,8 (1,0)
H(21) (II)	1323 (21)	3911 (38)	-144 (38)	3,3 (1,1)
H(22) (II)	3117 (18)	3887 (32)	2413 (34)	2,1 (0,9)

Il a été possible de mesurer 3458 réflexions sur un diffractomètre automatique Siemens en utilisant la radiation $K\alpha$ du cuivre. Le programme *MULTAN* a permis de déterminer cette structure en utilisant des facteurs de structure normalisés tenant compte de la forme approchée du squelette moléculaire (option du programme *MULTAN*).

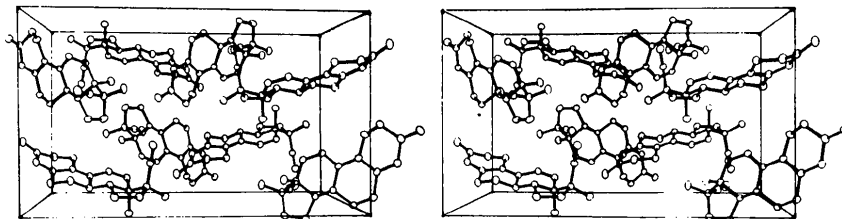


Fig. 1. Vue stéréoscopique de la structure (selon c).

Après affinement, par moindres carrés, des paramètres de position et d'agitation thermique, l'indice R a atteint la valeur 0,10. Les 22 atomes d'hydrogène de chaque molécule ont alors été positionnés sur série différence. L'indice R final est de 0,056. Les coordonnées et les facteurs de température des atomes figurent dans le Tableau 1.*

Discussion. La géométrie de la molécule et celle de la structure sont résumées par les Figs. 1 et 2. La Fig. 3 donne les longueurs des liaisons, les angles de valence et les angles dièdres. La Fig. 4 montre les vues perspec-

* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30493: 21 pp., 1 microfiche). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

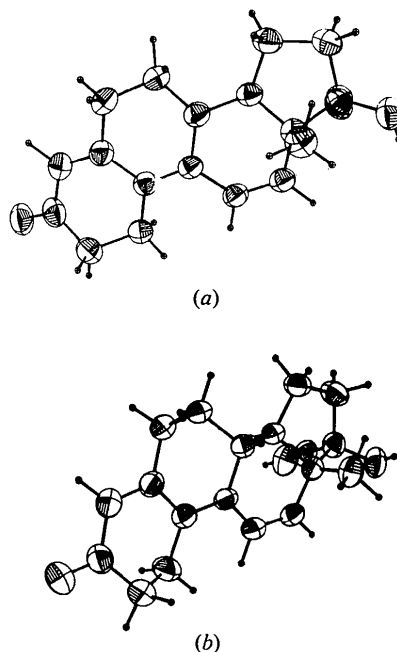


Fig. 2. (a) Ellipsoïdes thermiques à 50% de probabilité de la molécule I vus selon un axe voisin de la normale au plan moléculaire. (b) Ellipsoïdes thermiques à 50% de probabilité de la molécule II vus selon l'axe c.

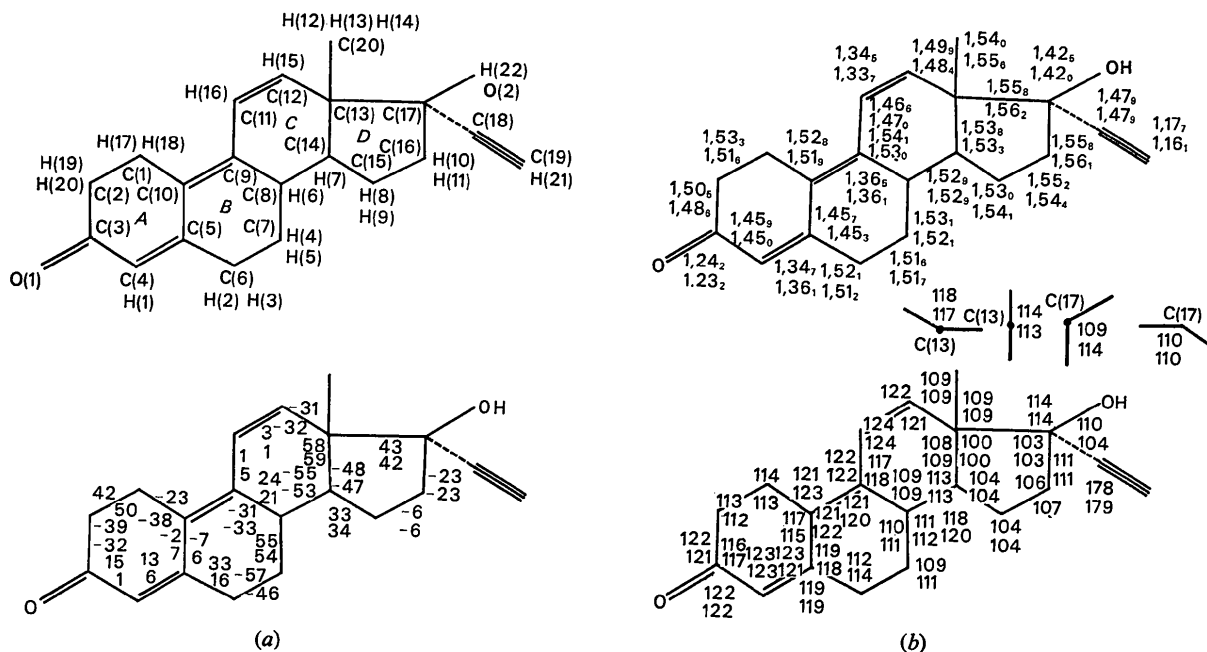


Fig. 3. Numérotation des atomes et angles dièdres pour la molécule I (nombre supérieur) et pour la molécule II (nombre inférieur). (b) Distances intramoléculaires et angles de valence. σ moyen respectivement de 0,01 Å et de 1,1°. Valeurs pour la molécule I (nombre supérieur et pour la molécule II (nombre inférieur).

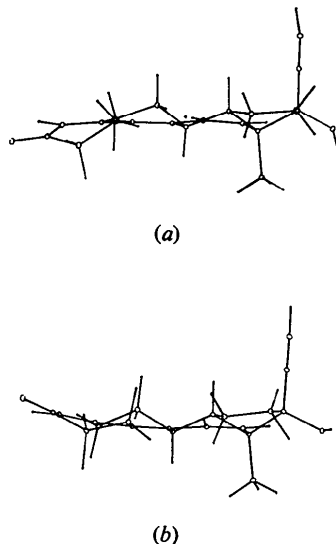


Fig. 4. (a) Vue perspective de la molécule I. (b) Vue perspective de la molécule II.

tives des molécules I et II. La cohésion cristalline est assurée, en particulier, par 3 liaisons à caractère hydrogène: $O(1)[I] \ x, y, z \cdots O(2)[I] \ \frac{1}{2} + x, \frac{3}{2} - y, 1 - z$: 2,75 Å; $O(1)-H(22)-O(2)$: 167°, $O(1)[II] \ x, y, z \cdots O(2)[II] \ -\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, 1 - z$: 2,79 Å, $O(1)-H(22)-O(2)$: 169°, $O(1)[II] \ x, y, z \cdots C(19)[II] \ \frac{1}{2} + x, \frac{3}{2} - y, 1 - z$: 3,27 Å, $O(1)-H(21)-C(19)$: 149°. Aucune différence significative ne peut être mise en évidence entre les longueurs des liaisons covalentes pour les deux molécules. Le système de doubles liaisons est partiellement délocalisé. Les deux molécules sont remarquablement planes. Les conformations des molécules et leurs interactions seront discutées à l'issue de l'étude de la série de stéroïdes en cours.

Les auteurs remercient la société Roussel Uclaf qui leur a confié cette étude.

Référence

LEPICARD, G., DELETTRE, J. & MORNON, J.-P. (1973). *Acta Cryst.* B29, 1723-1725.