

## Nor-19 Pregnatriène-4,9,11 Dione-3,20

PAR JEAN DELETTRE, JEAN-PAUL MORNON ET RENÉE BALLY

Laboratoire de Minéralogie–Cristallographie, associé au CNRS, Université P. et M. Curie, T16, 4 place Jussieu, 75230 Paris Cédex 05, France

(Reçu le 5 juillet 1976, accepté le 24 septembre 1976)

**Abstract.**  $C_{20}H_{24}O_2$ , orthorhombic, space group  $P2_12_12_1$ ,  $a = 17.916$  (8),  $b = 12.278$  (4),  $c = 7.459$  (3) Å,  $Z = 4$ . The structure was solved by direct methods.

Full-matrix least-squares refinement with identical weights converged at  $R = 0.064$  and  $R_w = 0.057$  for all the 1558 observed reflexions. The molecule shows a remarkable planar conformation.

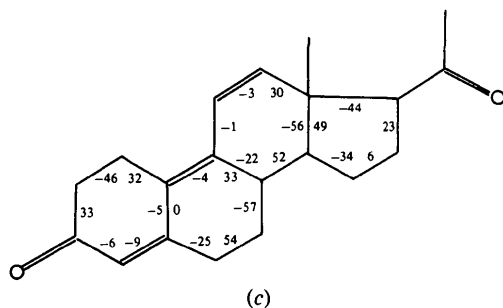
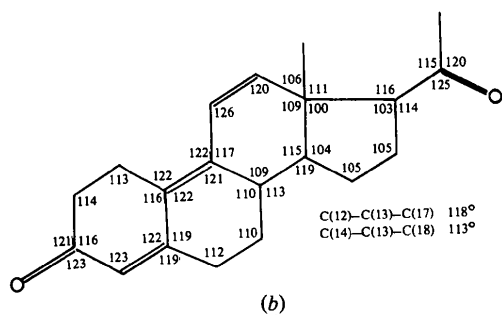
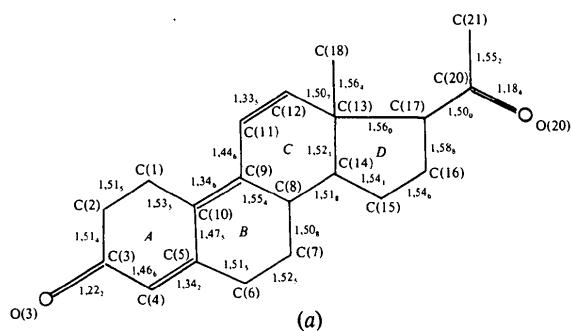


Fig. 1. (a) Longueurs de liaisons (Å),  $\bar{\sigma} = 0.006$  Å. (b) Angles de valence ( $^{\circ}$ ),  $\bar{\sigma} = 0.7^{\circ}$ . (c) Angles de torsion ( $^{\circ}$ ).

**Introduction.** Cette étude s'insère dans le cadre d'un travail consacré à plusieurs séries de stéroïdes possédant des propriétés progestomimétiques. Il nous a été

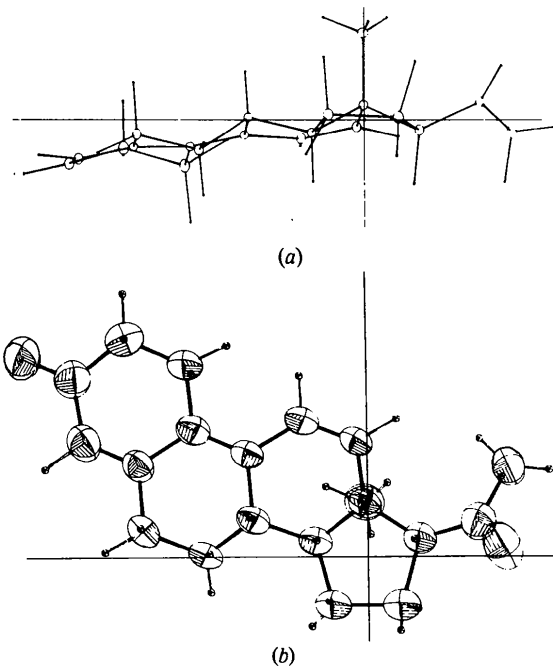


Fig. 2. (a) Projection de la molécule parallèlement à l'axe  $Ox$  du repère  $D$  ainsi défini: origine du repère au centre de gravité du cycle  $D$ ; axe  $x$  parallèle à la projection de  $[C(13)$ , milieu de  $C(15)$ – $C(16)]$  sur le plan moyen du cycle  $D$  et orienté positivement vers  $C(15)$ – $C(16)$ ; axe  $y$  perpendiculaire à  $x$  dans le plan moyen du cycle  $D$  et orienté positivement vers  $C(14)$ – $C(17)$ ; axe  $z$  perpendiculaire au plan  $xOy$  de manière à définir un trièdre direct. Ce repère a été choisi, en raison de sa stabilité d'une molécule à l'autre, pour permettre une comparaison plus commode des divers progestogènes. (b) Projection de la molécule 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.

proposé par la Société Roussel Uclaf, le présent stéroïde ayant pour référence RU 2061. Certaines de ses propriétés biochimiques sont répertoriées et commentées par ailleurs (Raynaud, Philibert & Azadian-Boulanger, 1974).

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

La structure de ce composé a été déterminée sans difficulté à l'aide du programme *MULTAN*. L'affinement des paramètres atomiques n'a pas présenté de particularité, il est toutefois à noter que l'agitation thermique est en moyenne assez forte. Les 24 atomes d'hydrogène ont été positionnés sur série différence mais leurs paramètres n'ont pas été affinés. Il leur a été

attribué un facteur d'agitation thermique isotrope légèrement inférieur à celui de leur atome porteur.

La Fig. 1(a), (b) et (c) regroupe les valeurs numériques caractérisant la géométrie moléculaire. Les longueurs de liaisons, angles de valence et angles de torsion sont conformes à ce qui pouvait être attendu.

La Fig. 2(a) et (b) illustre la conformation moléculaire générale. La Fig. 3 (a) et (b) montre l'organisation cristalline. Le Tableau 1 donne les paramètres atomiques.\*

\* La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 32163: 9 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.

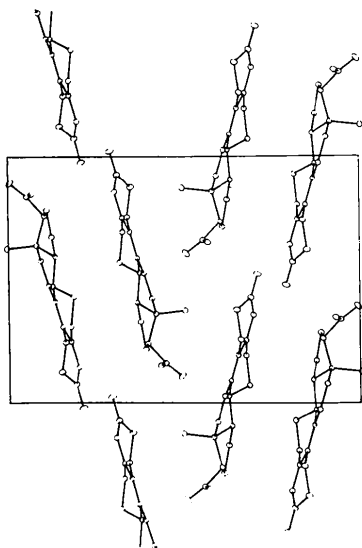
Tableau 1. Paramètres atomiques ( $\times 10^4$ ) avec déviations standard

La notation  $a$  ou  $b$  pour les atomes d'hydrogène se réfère à leur position  $\alpha$  ou  $\beta$  exception faite pour les atomes d'hydrogène de méthyl 21 pour lesquels la notation  $a, b, c$  est sans signification particulière. H(18C), H(18D), H(18E) sont les trois atomes d'hydrogène du méthyl 18 respectivement placés au-dessus du cycle C, du cycle D et à l'extérieur de la jonction CD.

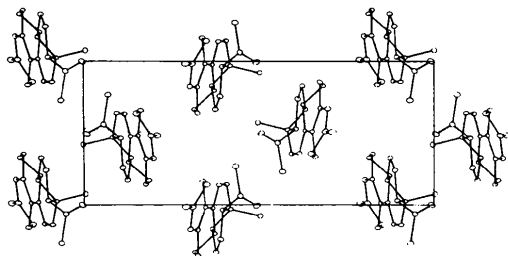
	$x$	$y$	$z$	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$	$B_{eq}$
C(1)	8388 (3)	2439 (4)	3373 (7)	69 (3)	90 (5)	157 (10)	-13 (3)	5 (5)	-21 (6)	5,9
C(2)	8505 (4)	1223 (5)	3567 (8)	81 (3)	91 (4)	250 (13)	-9 (3)	11 (6)	-29 (7)	7,2
C(3)	8101 (3)	727 (4)	5151 (8)	67 (3)	91 (4)	239 (13)	-12 (3)	-21 (6)	3 (8)	6,5
C(4)	8026 (3)	1421 (4)	6740 (7)	56 (2)	95 (4)	215 (11)	-10 (3)	-8 (5)	21 (7)	5,9
C(5)	8240 (3)	2468 (4)	6776 (6)	38 (2)	79 (4)	158 (9)	-3 (2)	-4 (4)	11 (5)	4,4
C(6)	8245 (3)	3070 (4)	8549 (7)	49 (2)	89 (4)	167 (9)	-4 (3)	18 (4)	18 (6)	5,1
C(7)	8154 (3)	4296 (4)	8309 (6)	49 (2)	91 (4)	128 (8)	0 (2)	14 (4)	-3 (5)	4,9
C(8)	8734 (2)	4724 (4)	7023 (5)	33 (2)	84 (4)	128 (8)	-1 (2)	-5 (3)	-3 (5)	,0
C(9)	8677 (2)	4114 (4)	5203 (6)	33 (1)	79 (3)	133 (8)	3 (2)	1 (3)	-2 (5)	4,0
C(10)	8469 (2)	3061 (4)	5146 (6)	36 (2)	84 (4)	158 (9)	-1 (2)	-4 (4)	-4 (6)	4,4
C(11)	8851 (3)	4736 (4)	3611 (6)	52 (2)	85 (4)	128 (8)	1 (3)	-1 (4)	-7 (5)	4,9
C(12)	9070 (3)	5775 (4)	3562 (6)	52 (2)	84 (4)	131 (8)	-7 (2)	5 (4)	3 (5)	4,9
C(13)	9188 (3)	6394 (4)	5284 (6)	43 (2)	85 (4)	127 (8)	-6 (2)	-7 (4)	0 (5)	4,5
C(14)	8660 (2)	5939 (4)	6696 (6)	34 (2)	78 (4)	150 (8)	0 (2)	-2 (3)	-8 (5)	4,1
C(15)	8757 (3)	6724 (4)	8292 (7)	55 (2)	93 (4)	167 (9)	-5 (3)	6 (4)	-20 (6)	5,5
C(16)	8895 (3)	7848 (4)	7417 (7)	61 (3)	96 (5)	204 (11)	-5 (3)	11 (5)	-23 (6)	6,1
C(17)	8956 (3)	7618 (4)	5328 (7)	51 (2)	80 (4)	168 (10)	-7 (2)	-4 (4)	-2 (6)	5,1
C(18)	10030 (3)	6258 (5)	5785 (7)	43 (2)	114 (5)	251 (13)	-4 (3)	-5 (4)	-7 (7)	6,0
C(20)	9463 (3)	8393 (4)	4359 (7)	52 (2)	88 (4)	251 (13)	-7 (3)	-6 (5)	3 (7)	5,9
C(21)	9328 (4)	8474 (5)	2308 (7)	75 (3)	98 (5)	218 (11)	-23 (3)	2 (5)	18 (7)	6,8
O(3)	7909 (3)	-228 (3)	5132 (6)	103 (3)	95 (3)	292 (10)	-31 (3)	-18 (5)	3 (6)	8,5
O(20)	9938 (2)	8925 (4)	5030 (6)	80 (2)	162 (4)	277 (9)	-61 (3)	-46 (4)	40 (6)	8,7

	$x$	$y$	$z$	$B$		$x$	$y$	$z$	$B$
H(1a)	7730	2690	3090	5,1	H(14)	8100	6030	6290	2,7
H(1b)	8840	2910	2540	5,1	H(15a)	8190	6620	8830	4,3
H(2a)	8530	840	2340	5,8	H(15b)	9420	6530	8670	4,3
H(2b)	9050	1130	3910	5,8	H(16a)	8380	8100	7810	5,6
H(4)	7910	1010	7970	5,3	H(16b)	9570	8050	7730	5,6
H(6a)	7880	2660	9450	4,3	H(17)	8320	7620	5000	4,6
H(6b)	8840	2910	8900	4,3	H(18C)	10150	5470	5970	5,1
H(7a)	7640	4430	7890	3,6	H(18D)	10100	6600	6640	5,1
H(7b)	8160	4680	9260	3,6	H(18E)	10310	6450	5080	5,1
H(8)	9260	4580	7340	3,3	H(21a)	8710	8520	2270	4,7
H(11)	8870	4340	2380	3,4	H(21b)	9480	9160	1910	4,7
H(12)	9120	6260	2380	4,1	H(21c)	9630	7730	2110	4,7



(a)



(b)

Fig. 3. (a) Projection de la structure selon l'axe *c*. (b) Projection de la structure selon l'axe *b*.

**Discussion.** Comme pour certains conformères des stéroïdes triéniques RU2010 et RU2323 (Lepicard, Deletré & Mornon, 1974; Deletré, Mornon & Lepicard, 1975) la molécule de RU2061 présente une conformation générale plane. La chaîne latérale en  $17\beta$  adopte la position classique observée par ailleurs (Duax & Norton, 1975), l'angle de torsion C(16)–C(17)–C(20)–O(20) vaut  $339^\circ$ . La cohésion cristalline est assurée par des contacts de van der Waals, deux sont particulièrement notables: C(4)–H(4)( $x,y,z$ )  $\cdots$  O(3) ( $\frac{3}{4} - x, -y, \frac{1}{2} + z$ ) avec H(4)–O(3) 2,38 Å, C(4)–H(4)–O(3)  $153^\circ$ ; et C(8)–H(8)( $x,y,z$ )  $\cdots$  O(20) ( $2 - x, -\frac{1}{2} + y, \frac{3}{2} - z$ ) avec H(8)–O(2) 2,56 Å, C(8)–H(8)–O(20)  $141^\circ$ .

Les auteurs remercient la Société Roussel Uclaf et particulièrement M R. Bucourt de leur avoir proposé cette étude et de leur avoir fourni un échantillon de RU2061.

#### Références

- DELETRÉ, J., MORNON, J.-P. & LEPICARD, G. (1975). *Acta Cryst.* B31, 450–453.  
 DUAX, W. L. & NORTON, D. A. (1975). *Atlas of Steroid Structures*, Vol. I, p. 35. New York: Plenum.  
 LEPICARD, G., DELETRÉ, J. & MORNON, J.-P. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2751–2753.  
 RAYNAUD, J. P., PHILIBERT, D. & AZADIAN-BOULANGER, G. (1974). *The Physiology and Genetics of Reproduction*. Vol. I, pp. 143–160. New York: Plenum.