



УДК 547.92.022:577.175.6'17.088.52:548.737

СТРУКТУРА 3 β -АЦЕТАТА 16 α , 17 α -ЭПИМИНОПРЕГНЕНОЛОНА В КРИСТАЛЛЕ И РАСТВОРЕ

Линдеман С. В., Стручков Ю. Т., Турута А. М.,
Камерницкий А. В.*, Коршунов В. А.*, Чувылкин Н. Д.*,
Снатцке Г.***

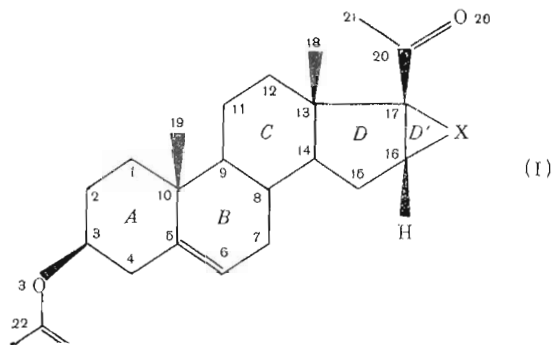
*Институт элементоорганических соединений им. А. Н. Несмеянова
Академии наук СССР, Москва;*

**Институт органической химии им. Н. Д. Зелинского Академии наук СССР, Москва;*

***Рурский университет, Бохум, ФРГ*

Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) установлена кристаллическая структура 3 β -ацетата 16 α , 17 α -эпиминопрегненолона. Рассмотрены конформационные параметры молекулы в кристалле и проведен сравнительный конформационный анализ геометрии 17 β -боковой цепи с использованием данных метода низкотемпературного кругового дихроизма (КД) и квантово-химических расчетов.

В продолжение систематических исследований молекулярной структуры 20-кетостероидов с дополнительным 16 α , 17 α -конденсированным гетероциклом D', в том числе с трехчленным, нами предпринято рентгеноструктурное исследование 3-ацетата 16 α , 17 α -эпиминопрегненолона (I, X=NH):



Поскольку для таких соединений в плане корреляции с реакционной способностью [1] и биологической функцией [2, 3] большой интерес пред-

Торсионные углы ϕ

Цикл	Угол	ϕ , град	Цикл	Угол
A	C1-C2-C3-C4	59,2(5)	C	C8-C9-C11-C12
	C2-C3-C4-C5	-59,5(5)		C9-C11-C12-C13
	C3-C4-C5-C10	56,4(5)		C11-C12-C13-C14
	C4-C5-C10-C1	-49,4(5)		C12-C13-C14-C8
	C5-C10-C1-C2	48,0(5)		C13-C14-C8-C9
	C10-C1-C2-C3	-54,7(5)		C14-C8-C9-C11
B	C5-C6-C7-C8	17,2(5)	D	C13-C14-C15-C16
	C6-C7-C8-C9	-47,3(5)		C14-C15-C16-C17
	C7-C8-C9-C10	62,9(5)		C15-C16-C17-C13
	C8-C9-C10-C5	-43,6(5)		C16-C17-C13-C14
	C9-C10-C5-C6	12,2(5)		C17-C13-C14-C15
	C10-C5-C6-C7	1,2(5)		

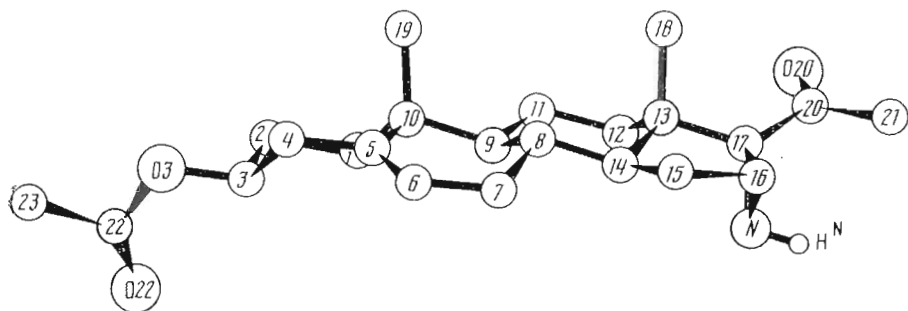


Рис. 1. Стандартная [8] проекция молекулы (I, X=NH)

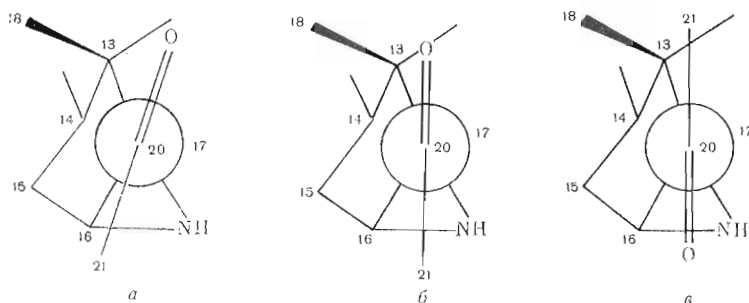


Рис. 2. Ньютоновские проекции вдоль связи C20-C17-фрагмента молекулы (I, X=NH), включающего циклы D, D' и 17β-Ас-группу: а - найденный в кристалле конформер, б - s-трансидный конформер, в - s-дисидный конформер

ставляют данные о возможностях изменения ориентации их боковых групп, особенно 17β-ацетильной, были проведены также исследование конформации (I, X=NH) в растворе методом КД-спектроскопии и квантово-химический расчет.

Конформация циклов A, B, C изученной молекулы в кристалле лишь незначительно отличается от найденной в других, ранее исследованных аналогах (X=O [4], S [5], CH₂ [6], NAc [7]). Конформация цикла A молекулы (I, X=NH) (табл. 1, рис. 1) — кресло с преобладанием зеркальной симметрии ($\Delta C_s^3 = 1,3^\circ$), несколько более скрученное, чем в молекуле (I, X=NAc) (средние по абсолютной величине значения торсионных углов 54,5 и 52,6° соответственно). Наблюдаемые различия, возможно, обусловлены неодинаковой ориентацией 3β-ацетоксигруппы относительно цикла A (торсионный угол C2-C3-O3-C22 98,5(7)° в (I, X=NH) и 156,9(3)° в (I, X=NAc)). Отметим, однако, что в обеих молекулах ее ориентация не выходит за пределы интервала значений, характерных для стероидов

Таблица 1

в структуре (I, X=NH)

φ, град	Группа	Угол	φ, град
46,8(5)	17β-Ас	C13-C17-C20-O20	-21,1(5)
-53,4(5)		C16-C17-C20-O20	-165,1(8)
59,4(5)		N-C17-C20-O20	127,3(7)
-66,1(5)		C13-C17-C20-C21	158,1(7)
59,6(5)		C16-C17-C20-C21	14,1(5)
-47,1(5)		N-C17-C20-C21	-53,5(6)
-37,2(5)	3β-ОАс	C2-C3-O3-C22	98,5(7)
21,8(5)		C4-C3-O3-C22	-141,4(7)
1,7(5)		C3-O3-C22-O22	-0,3(6)
-24,4(5)		C3-O3-C22-C23	-179,3(7)
38,1(5)			

Длины связей d и валентные углы ω в структуре (I, X=NH)

Связь	d , Å	Угол	ω , град	Угол	ω , град
C1-C2	1,541(5)	C2-C1-C10	114,9(3)	C12-C13-C18	111,3(4)
C1-C10	1,542(6)	C1-C2-C3	109,7(4)	C14-C13-C17	101,9(4)
C2-C3	1,511(6)	C2-C3-C4	110,7(4)	C14-C13-C18	113,2(4)
C3-C4	1,505(7)	C2-C3-O3	108,7(4)	C17-C13-C18	106,9(4)
C3-O3	1,464(4)	C4-C3-O3	108,0(4)	C8-C14-C13	114,1(4)
C4-C5	1,517(5)	C3-C4-C5	109,2(4)	C8-C14-C15	119,4(4)
C5-C6	1,322(5)	C4-C5-C6	120,2(4)	C13-C14-C15	104,6(4)
C5-C10	1,526(5)	C4-C5-C10	116,4(4)	C14-C15-C16	102,3(4)
C6-C7	1,494(5)	C6-C5-C10	123,4(4)	C15-C16-C17	107,9(4)
C7-C8	1,528(6)	C5-C6-C7	125,3(4)	C15-C16-N	112,5(4)
C8-C9	1,550(5)	C6-C7-C8	111,1(4)	C17-C16-N	60,6(3)
C8-C14	1,524(5)	C7-C8-C9	109,2(4)	C13-C17-C16	107,8(4)
C9-C10	1,550(5)	C7-C8-C14	110,6(4)	C13-C17-C20	122,3(4)
C9-C11	1,545(5)	C9-C8-C14	108,5(3)	C13-C17-N	114,1(4)
C10-C19	1,540(9)	C8-C9-C10	111,7(4)	C16-C17-C20	121,4(4)
C11-C12	1,538(5)	C8-C9-C11	112,9(4)	C16-C17-N	58,5(3)
C12-C13	1,544(6)	C10-C9-C11	113,6(4)	C20-C17-N	116,3(4)
C13-C14	1,538(6)	C1-C10-C5	108,0(4)	C17-C20-C21	119,7(4)
C13-C17	1,519(5)	C1-C10-C9	108,4(3)	C17-C20-O20	119,6(5)
C13-C18	1,537(9)	C1-C10-C19	109,7(4)	C21-C20-O20	120,7(5)
C14-C15	1,538(5)	C5-C10-C9	110,1(4)	C23-C22-O3	110,6(4)
C15-C16	1,517(5)	C5-C10-C19	108,6(4)	C23-C22-O22	125,0(5)
C16-C17	1,504(5)	C9-C10-C19	112,0(4)	O3-C22-O22	124,4(5)
C16-N	1,467(8)	C9-C11-C12	115,0(4)	C3-O3-C22	117,7(4)
C17-C20	1,498(6)	C11-C12-C13	109,9(4)	C16-N-C17	60,9(3)
C17-N	1,499(8)	C12-C13-C14	105,5(4)	C16-N-N ^N	111(3)
C20-C21	1,497(5)	C12-C13-C17	117,8(4)	C17-N-N ^N	105(3)
C20-O20	1,209(5)				
C22-C23	1,504(5)				
C22-O3	1,336(8)				
C22-O22	1,192(8)				
N-N ^N	0,88(4)				

этого класса [8, 9], а найденная для нее плоскотрансоидная конформация обычна для нециклических сложных эфиров [10] (табл. 1).

Конформация цикла B в молекуле (I, X=NH) — $8\beta,9\alpha$ -полукресло ($\Delta C_2^{8,9} = 4,4^\circ$), цикла C — искаженное несимметричное кресло, цикла D — 14α -конверт ($\Delta C_s^{14} = 1,9^\circ$). Скручивание стероидного каркаса вокруг длинной оси (псевдоторсионный угол C19-C10...C13-C18) составляет $11,8(6)^\circ$. Длины связей и валентные углы (табл. 2) в стероидном каркасе молекулы (I, X=NH) близки к среднестатистическим для Δ^5 -прегнанов [8] и к найденным для исследованных ранее ее гетероциклических аналогов (X=O, NAc, S) [4-7].

Основной интерес в плане поставленной задачи представляет геометрия боковой цепи в (I, X=NH) и ее ближайшего окружения. Из представленных в табл. 2 длины связей видно, что длина связи C16-C17 трехчленного цикла D' имеет промежуточное значение $1,504(5)$ Å между стандартной ординарной ($1,54$ Å) и обычно наблюдаемой в азиридинах ($1,47$ Å) [11], причем она несколько меньше, чем в N-ацетильном производном (I, X=NAc) ($1,524(2)$ Å [7]). Обращает на себя внимание неравенство длин связей C-N в цикле D' (C16-N $1,467(8)$ Å, C17-N $1,499(8)$ Å). Оно наблюдалось и в ранее изученных аналогах (I, X=O, NAc, S, CH₂) [4-7] и объяснялось *транс*-расположением карбонильной группы и трехчленного цикла, при котором в большей или меньшей степени реализуется сопряжение «банановых» σ -орбиталей трехчленного цикла с π -орбиталью связи C=O.

Из рис. 2а, представляющего в проекции Ньюмена наблюдаемую в кристалле (I, X=NH) конформацию 17β -боковой цепи, видно, что конформация действительно близка к наблюдаемой в аналогах (I, X=S, NAc, CH₂) [5-7] и несколько отличается от эпоксидного производного (X=O) [4], в котором найдена симметричная *s*-трансоидная конформация

Спектры КД соединения (I, X=NH) и его Δ^4 -3-кетопаналога

Соединение	Переход	Ацетонитрил		ЭИС
		λ_{\max} , нм	$\Delta\epsilon$	$I \left(\frac{T_2}{T_1} \right)$, %
(I, X=NH)	$n \rightarrow \pi^*$ C20=O	284	+0,82	$\left(\frac{+20}{-100} \right)$ 43; $\left(\frac{+20}{-190} \right)$ -23
	$\pi \rightarrow \pi^*$ C20=O	210	+6,31	$\left(\frac{+20}{-130} \right)$ 0; $\left(\frac{-20}{-190} \right)$ -3
Δ^4 -3-Кетопаналог (I, X=NH)	$n \rightarrow \pi^*$ C20=O	278	+0,72	$\left(\frac{+20}{-130} \right)$ -57; $\left(\frac{+20}{-190} \right)$ -18
		243 пл.	+6,43	
		230 пл.	+11,68	
	$\pi \rightarrow \pi^*$ C20=O	212	+14,77	

Примечание. ЭИС — эфир — изопентан — этанол, 5 : 5 : 1.

(рис. 2б). Эти данные не вполне согласуются с результатами, полученными для молекулы (I, X=NH) в растворе, поскольку ранее [12] для нее отмечалась конформационная лабильность 17β -ацетильной группы и предсказывалось [12, 13] равновесие между *s*-трансoidной (б) и *s*-цисoidной (в) конформациями (рис. 2). Следует, однако, отметить, что наблюдаемое отклонение ориентации карбонильной группы от *s*-трансoidной в кристалле (I, X=NH) может быть обусловлено образованием слабой межмолекулярной Н-связи N...O с участием этой группы (N...O 3,136(4), Н...O 2,35(4) Å, угол NHO 149(3)°). Во всяком случае, представлялось необходимым оценить степень конформационной подвижности 17β -боковой цепи в (I, X=NH), используя метод низкотемпературного КД и квадранто-химические расчеты, основанные на рентгеноструктурных данных.

Результаты изучения хироптических свойств (I, X=NH) и его Δ^4 -3-кетопаналога представлены в табл. 3. В спектрах КД этих соединений в ацетонитриле наблюдается слабый положительный $n \rightarrow \pi^*$ -эффект Коттона при 284 и 278 нм; ранее [12] для этих соединений в этаноле и диоксане наблюдался еще один, исчезающе малый отрицательный максимум при 315 и 316 нм соответственно ($\Delta\epsilon = -0,05$ и $-0,02$). Гипсохромное смещение (~ 10 – 15 нм) в сравнении со значениями, обычно наблюдаемыми для $n \rightarrow \pi^*$ -перехода 20-кетогруппы, например для (I, X=NAc) ($\lambda_{\max} = 294$ нм [7]), вероятно, можно объяснить включением карбонильной группы во внутримолекулярную водородную связь (ВВС) с NH-группой азиридинового цикла, что геометрически возможно только в конформации цисoidного типа.

Температурная зависимость *R*-полосы эффекта Коттона проходит через максимум, что свидетельствует о присутствии более чем двух равновесных конформаций. Но относительно небольшая амплитуда изменения эффекта Коттона ($\Delta\epsilon^{+20^\circ}$ 0,84; $\Delta\epsilon^{-100^\circ}$ 1,47; $\Delta\epsilon^{-190^\circ}$ 1,09 и $\Delta\epsilon^{+20^\circ}$ 0,55; $\Delta\epsilon^{-100^\circ}$ 1,22; $\Delta\epsilon^{-190^\circ}$ 0,66), постоянство λ_{\max} и отсутствие нового максимума КД позволяет сделать вывод о том, что в ацетонитриле и в смеси эфир — изопентан — этанол, 5 : 5 : 1, все эти конформеры цисoidного типа, мало отличающиеся друг от друга, и что во всех них ВВС сохраняется при низкой температуре. Тогда, по-видимому, появление в спектре КД соединения (I, X=NH) в этаноле и диоксане упомянутого выше длинноволнового отрицательного максимума объясняется большей конформационной подвижностью боковой цепи в этих растворителях и возможностью ее переориентации в трансoidную конформацию типа а, б (рис. 2). Эти данные предполагают существование для (I, X=NH) в растворах конформационного равновесия типа б \rightleftharpoons в с преобладанием цисoidного конформера, не наблюдаемого в кристалле.

На рис. 3 представлена зависимость относительной полной энергии ΔE (рассчитанной для кольца D с прилегающими к нему атомами) от угла θ

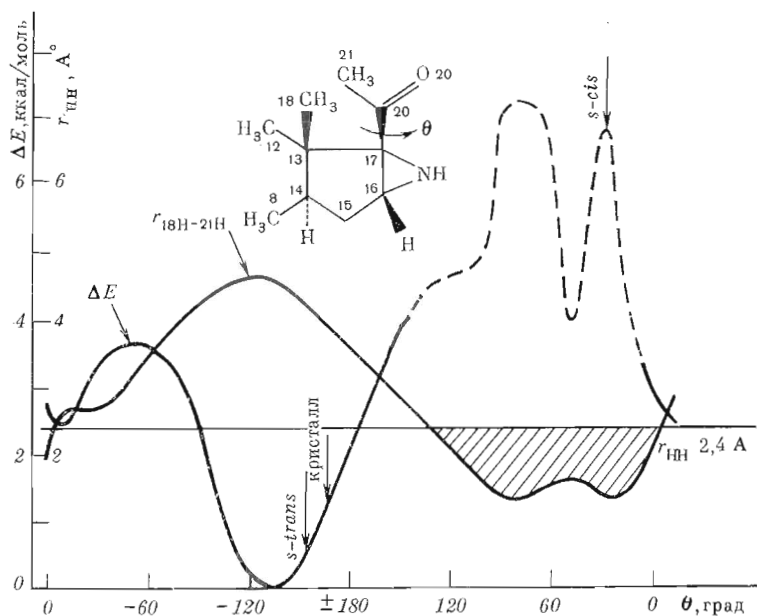


Рис. 3. Зависимость относительной конформационной энергии (ΔE) и минимального расстояния между атомами H C18- и C21-Ме-групп от торсионного угла C16-C17-C20-O20 (θ) для молекулы, моделирующей строение соответствующего фрагмента молекулы (I, X=NH)

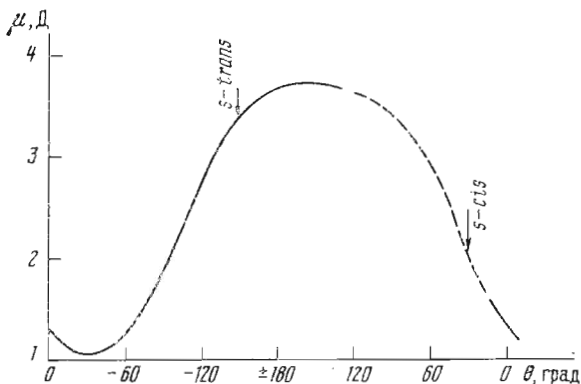


Рис. 4. Зависимость дипольного момента μ фрагмента молекулы (I, X=NH) (см. рис. 3) от угла θ

(торсионный угол C16-C17-C20-O20). Как видно, реализующаяся в кристалле конформация с $\theta = -165^\circ$, по данным расчета, оказывается на 1,5 ккал/моль менее выгодной, чем соответствующая минимуму полной энергии ($\theta = -130^\circ$). Последняя конформация более близка к симметричной *s*-трансoidной конформации (рис. 2б) ($\theta = -145^\circ$), удовлетворяющей требованию максимального сопряжения 20-кетогруппы и азиридинового цикла [14]. Поскольку в расчете не использовалась полная оптимизация геометрии молекулы, пока не удалось получить удовлетворительные данные для области $130^\circ > \theta > 10^\circ$, в которой находится *s*-цисoidный конформер ($\theta = 35^\circ$). Как видно из рис. 3, без оптимизации в этой области расстояние между атомами водорода C18- и C21-Ме-групп становится существенно меньше удвоенного значения их ван-дер-ваальсова радиуса (2,4 Å [15]), чем обусловлены явно нереалистичные значения энергии (пунктирная линия на кривой для ΔE).

Следует отметить, что при изучении конформации молекулы в растворе (особенно в случае полярных растворителей) нельзя не принимать во внимание сольватационные эффекты, как это видно из данных КД, по-

Зависимость зарядов атомов Q^A (e) от угла вращения θ

θ	Q^{O20}	Q^N	Q^{C17}	Q^{C20}	Q^{C21}
-5	-0,32	-0,22	0,03	0,30	-0,02
-85	-0,32	-0,24	0,04	0,30	-0,02
-165	-0,32	-0,22	0,04	0,30	-0,02
115	-0,31	-0,23	0,04	0,30	-0,02
35	-0,33	-0,22	0,03	0,30	-0,03

Таблица 5

Координаты атомов ($\times 10^4$; для атомов Н $\times 10^3$) *

Атом	x	y	z	Атом	x	y	z
C1	3166 (3)	2500	3684 (3)	C16	2330 (3)	4834 (10)	9192 (3)
C2	2791 (3)	2301 (11)	2524 (3)	C17	3454 (3)	5118 (10)	8828 (3)
C3	1615 (3)	1690 (10)	2444 (3)	C18	3347 (4)	7704 (11)	7409 (3)
C4	935 (3)	3296 (10)	2965 (3)	C19	2685 (4)	6270 (11)	3995 (3)
C5	1302 (3)	3473 (10)	4108 (3)	C20	4307 (3)	6192 (10)	9497 (3)
C6	609 (3)	3172 (10)	4849 (3)	C21	4129 (3)	6560 (11)	10632 (3)
C7	867 (3)	3330 (10)	5999 (3)	C22	1231 (3)	-279 (11)	878 (3)
C8	1922 (3)	4512 (9)	6220 (3)	C23	869 (3)	-82 (10)	-256 (3)
C9	2794 (3)	3642 (9)	5508 (3)	O3	1264 (2)	1597 (2)	1337 (2)
C10	2488 (3)	3997 (10)	4333 (3)	O20	5126 (2)	6771 (9)	9112 (2)
C11	3941 (3)	4397 (10)	5834 (3)	O22	1471 (3)	-1878 (9)	1307 (2)
C12	4240 (3)	4232 (10)	7011 (3)	N	3071 (2)	3048 (9)	9215 (2)
C13	3381 (3)	5347 (9)	7645 (3)	H6	-15 (3)	276 (7)	463 (3)
C14	2313 (3)	4227 (10)	7357 (3)	H16	208 (3)	539 (7)	988 (3)
C15	1564 (3)	4821 (10)	8235 (3)	H ^N	338 (3)	290 (7)	984 (3)

* Значения температурных параметров неводородных атомов могут быть получены у авторов.

лученных в разных растворителях. Однако даже сугубо качественный расчет этих эффектов встречает существенные трудности. Поэтому с чисто иллюстративной целью нами рассчитана методом INDO зависимость зарядов Q^A некоторых атомов и дипольного момента μ исследованного молекулярного фрагмента от угла внутреннего вращения θ (табл. 4, рис. 4). Легко видеть, что распределение зарядов в различных конформерах фактически идентично, тогда как дипольный момент изменяется довольно сильно. Это подчеркивает весьма важную роль эффектов сольватации в стабилизации той или иной конформации молекулы в растворе.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Кристаллы (I, X=NH) моноклинные, a 12,425(2), b 6,397(1), c 12,795(3) Å, $\beta = 92,57(2)^\circ$, V 1016(1) Å³, M_r 374,5, $d_{\text{выч}}$ 1,22 г/см³, Z 2 (C₂₃H₃₃NO₃), пространственная группа $P2_1$. Параметры ячейки и интенсивности отражений измерены на автоматическом четырехкружном дифрактометре Syntex P2₁ (λ Mo $K\alpha$, графитовый монохроматор, $\theta/2\theta$ -сканирование, $\theta_{\text{max}} = 25^\circ$). В расчетах использованы 1288 отражений с $I \geq 2\sigma$. Структура расшифрована прямым методом (программа MULTAN) и уточнена блок-диагональным МНК в анизотропном приближении для неводородных атомов. Атомы H6, H16, H^N выявлены объективно из разностного синтеза Фурье и включены в уточнение с фиксированным $B_{\text{изо}} = 5,0$ Å². Остальные атомы водорода заданы в рассчитанных положениях * с тем же $B_{\text{изо}}$, и их вклад учтен в расчете $F_{\text{выч}}$ при уточнении МНК. Окончательные значения факторов расходимости $R = 0,033$ и $R_w = 0,035$. Расчеты проведены на ЭВМ Eclipse S/200 по программам INEXTL [16]. В табл. 1, 2 и 5 приведены торсионные и валентные углы, длины связей и координаты неводородных атомов.

Спектры КД регистрировали на дихрографе Jobin-Ivon в ацетонитриле и смеси эфир – изопентан – этанол (5 : 5 : 1) в интервале температур 20 ÷ -190°. Толщина слоя 0,01–1,0 см, концентрация 0,2–1 мг/мл. Изменения КД с температурой описывали индексом $I(T_2/T_1)\%$ [17], относительная величина которого служит характеристикой

* Атомы водорода Me-групп заданы, исходя из предположения о скрещенной конформации вокруг связей C–Me.

конформационной лабильности или стабильности системы в области изучаемого хромфора.

Квантово-химические расчеты относительных полных энергий ΔE (ккал/моль), атомных зарядов $Q^A(e)$ и дипольных моментов $\mu(D)$ модельного фрагмента исследуемой молекулы выполнены полуэмпирическим самосогласованным методом МО ЛКАО в валентном приближении INDO [18] на основе рентгеноструктурных координат атомов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Камерницкий А. В., Турута А. М. Успехи химии, 1982, т. 51, № 9, с. 1516–1540.
2. Терехина Л. И., Горенбургова Е. И., Антипова Л. А., Камерницкий А. В., Истомина З. И., Турута А. М., Фадеева Т. М., Каранетян А. А., Стручков Ю. Т. Хим.-фармацевт. журн., 1983, № 7, с. 813–817.
3. Kamernitzky A. V., Turuta A. M. Heterocycles, 1977, v. 7(1), p. 547–591.
4. Nagel I. P., Weeks C. M., Osawa Y. Cryst. Struct. Commun., 1976, v. 5, p. 103–107.
5. Стручков Ю. Т., Полищук А. П., Антипин М. Ю., Камерницкий А. В., Турута А. М. Биоорган. химия, 1981, т. 7, № 5, с. 779–783.
6. Цейкинцкый В. М., Рыбаков В. Б., Симонов В. И., Камерницкий А. В., Игнатов В. И., Левина И. С. Биоорган. химия, 1980, т. 6, № 5, с. 752–756.
7. Турута А. М., Камерницкий А. В., Линдеман С. В., Стручков Ю. Т., Антипин М. Ю., Косников А. Ю., Павлов В. А., Снатцке Г. Изв. АН СССР. Сер. хим., 1986, № 5, с. 1110–1115.
8. Duax W. L., Norton D. A. Atlas of steroid structure. N.Y.:IFI/Plenum, 1975, v. 1.
9. Линдеман С. В., Шкловер В. Е., Стручков Ю. Т., Камерницкий А. В., Решетова И. Г., Чернобутова Е. И. Биоорган. химия, 1983, т. 9, № 10, с. 1408–1411.
10. Schweizer W. B., Dunitz J. D. Helv. chim. acta, 1982, v. 65, № 5, p. 1547–1563.
11. Ko T.-M., Olansky L., Moncrief J. W. Acta crystallogr., 1975, v. B31, № 7, p. 1875–1878.
12. Дешко Т. Н., Камерницкий А. В., Коган Г. А., Турута А. М., Усгынюк Т. К., Фадеева Т. М. Изв. АН СССР. Сер. хим., 1976, № 12, с. 2713–2717.
13. Фундылер И. Н., Камерницкий А. В., Турута А. М. Изв. АН СССР. Сер. хим., 1980, № 9, с. 2137–2140.
14. Cromwell N. H. Rec. Chem. Progr., 1958, v. 19, № 4, p. 215–232.
15. Bondi A. J. Phys. Chem., 1964, v. 68, № 3, p. 441–451.
16. Герт Р. Р., Яновский А. И., Стручков Ю. Т. Кристаллография, 1983, т. 28, № 5, с. 1029–1030.
17. Дисперсия оптического вращения и круговой дихроизм в органической химии/Ред. Снатцке Г. М.: Мир, 1970.
18. Полуэмпирические методы расчета электронной структуры/Ред. Сигал Дж. М.: Мир, 1980, т. 1.

Поступила в редакцию
26.V.1986

THE STRUCTURE OF 16 α ,17 α -EPIMINOPREGNENOLONE 3 β -ACETATE IN CRYSTAL AND SOLUTION

LINDEMAN S. V., STRUCHKOV Yu. T., TURUTA A. M.*, KAMERNITZKY A. V.*,
KORSHUNOV V. A.*, CHUVYLKIN N. D.*, SNATZKE H.**

*Institute of Organo-Element Compounds; *Institute of Organic
Chemistry, Academy of Sciences of the USSR, Moscow, USSR;
**Ruhr University, Bochum, FRG*

The crystal structure of 16 α ,17 α -epiminopregnenolone 3 β -acetate has been determined. The conformation of 17 β side chain in crystal (-165° for the torsion angle C16–C17–C20–O20) is compared with the results of low-temperature CD spectrum and quantum chemical calculation. Possibility of co-existence of two conformers in solution is discussed.