



УДК 547.96 + 548.737

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ И МОЛЕКУЛЯРНАЯ СТРУКТУРА
HBr · H-D-MeVal-D-HyIv-OHШлетнев В. З., Галицкий П. М., Туркин Н. Г.,
Арутюнян Э. Г*., Евстратов А. В.Институт биоорганической химии им. М. М. Шемякина
Академии наук СССР, Москва

Рентгеноструктурным методом установлена структура кристаллического бромгидрата дидеписептида H-D-MeVal-D-HyIv-OH (C₁₁H₂₂NO₄Br). Кристаллы орторомбические, пространственная группа P2₁2₁2₁, a 7,919, b 23,186, c 8,433 Å, Z 4. Координаты неводородных и водородных атомов уточнены в анизотропном и изотропном приближении соответственно до величины R 0,037. В кристалле реализуется сетка водородных связей, образуемых ионами брома и атомами водорода аминогрупп. Сложноэфирная группа имеет *транс*-конфигурацию и почти плоское строение. Длины связей и величины валентных углов близки к стандартным значениям, характерным для соединений пептидной природы.

Структурные исследования коротких пептидов представляют не только самостоятельный интерес. Такие исследования полезны также в плане изучения возможных конформационных состояний соответствующих участков в более сложных пептидно-белковых системах. Целесообразность использования небольших молекул в качестве моделей для оценки вероятных конформаций фрагментов сложных объектов обусловлена доминирующей ролью сил ближнего порядка в формировании пространственной структуры на локальных участках [1, 2].

В настоящем сообщении изложены результаты рентгеноструктурного изучения бромгидрата дидеписептида — H-D-MeVal-D-HyIv-OH. Модель молекулы и принятые обозначения даны на рис. 1, координаты неводородных атомов с температурными коэффициентами анизотропных и изотропных тепловых колебаний — в табл. 1 и 2 соответственно.

На рис. 2 показана упаковка молекул в кристалле. Все межмолекулярные расстояния в основном превышают суммы ван-дер-ваальсовых радиусов соответствующих атомов. Исключение составляют контакты ионов брома с атомами водорода аминогрупп, образующие в кристалле сетку водородных связей со следующими геометрическими параметрами: расстояния Br⁻ . . . N и Br⁻ . . . H_i^N равны 3,346 и 2,55 Å** соответственно, угол Br⁻ . . . H—N равен 157°**. Полученные величины соответствуют нормальным значениям, характерным для водородных связей типа Br⁻ . . . H—N [3, 4]. Каждый ион брома вовлечен в водородное связыва-

Сокращения: HyIv — остаток α-оксизовалериановой кислоты, MeVal — остаток метилваллина.

* Институт кристаллографии Академии наук СССР, Москва.

{ ** В связи с неточностью локализации атомов водорода даны усредненные величины.

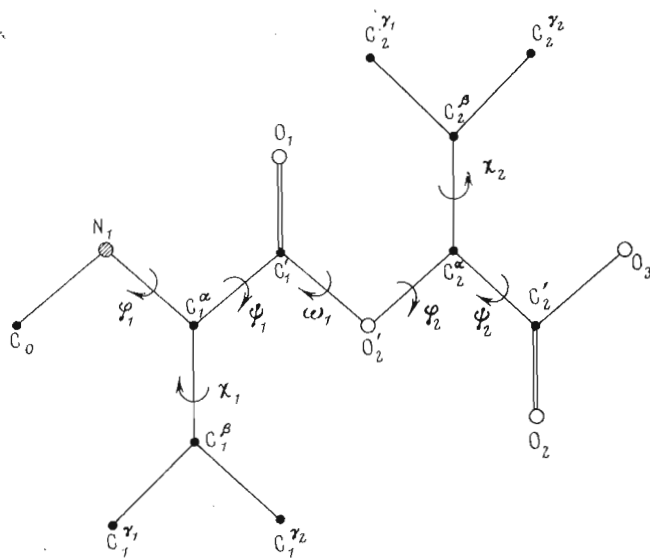


Рис. 1. Нумерация атомов и конформационных углов в молекуле H-D-MeVal-D-HyIv-OH (атомы водорода опущены)

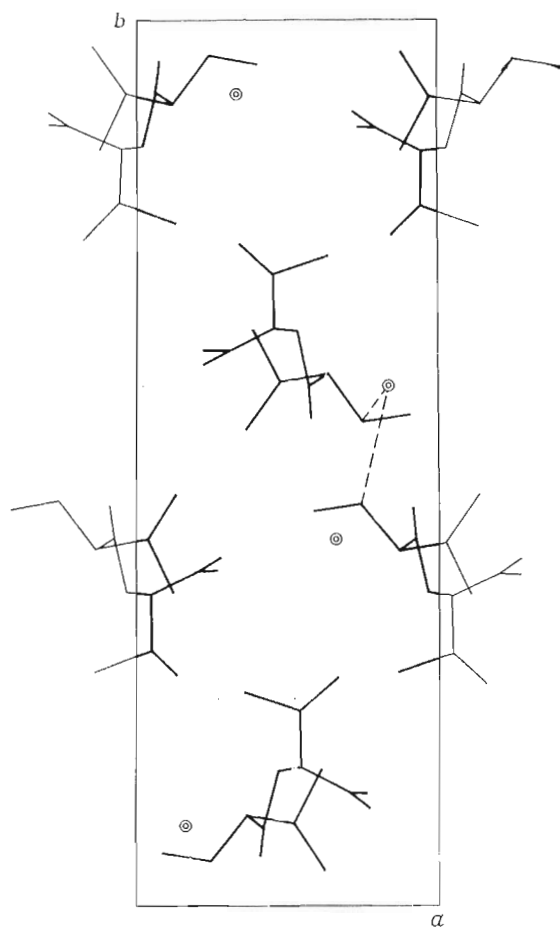


Рис. 2. Упаковка молекул HBr·H-D-MeVal-D-HyIv-OH в кристалле в проекции на плоскость $a - b$. Штриховая линия — водородные связи

Таблица 1
 Координаты (в долях ячейки) и индивидуальные параметры анизотропных тепловых колебаний* (A^2) атомов Br, O, N, S соединения
 НВг-Н-D₂MeVal-D-НuIV-ОН (в скобках даны стандартные отклонения)

Атом	x/a	y/b	z/c	B ₁₁	B ₂₂	B ₃₃	B ₁₂	B ₁₃	B ₂₃
Br	0,15978(10)	0,08919(3)	0,01562(9)	3,19(4)	4,63(4)	4,55(4)	-0,05(3)	-0,84(3)	0,55(3)
O ₁	0,57378(81)	0,54940(22)	-0,16447(64)	6,05(30)	3,14(21)	3,07(22)	0,65(22)	-0,33(23)	-0,09(19)
O' ₂	0,51761(67)	0,64273(19)	-0,12644(55)	3,57(22)	2,89(19)	3,00(21)	-0,26(17)	-0,45(20)	0,08(15)
O ₂	0,19644(75)	0,60643(31)	-0,17321(72)	3,69(25)	7,85(35)	3,92(27)	-1,44(26)	0,06(23)	1,21(25)
O ₃	0,21971(91)	0,61784(39)	-0,43416(78)	4,89(31)	10,88(51)	3,52(27)	-3,48(35)	-0,86(25)	1,72(31)
N ₁	0,74587(91)	0,54343(34)	0,11866(93)	2,81(29)	3,91(32)	3,21(35)	-0,01(25)	-0,19(25)	0,11(24)
C ₀	0,91228(122)	0,55128(57)	0,03851(148)	3,03(37)	6,43(57)	5,30(61)	-0,06(39)	0,65(36)	0,46(49)
C ₁ ^α	0,62408(94)	0,59165(43)	0,09024(82)	2,97(29)	4,33(35)	2,67(28)	0,02(31)	-0,29(23)	0,15(28)
C' ₁	0,56981(87)	0,59091(35)	-0,08159(82)	2,95(28)	2,62(27)	3,11(30)	-0,26(28)	0,08(24)	0,81(29)
C ₁ ^β	0,47235(106)	0,58682(37)	0,20494(92)	3,55(36)	5,08(38)	2,67(30)	0,61(35)	0,31(27)	0,58(30)
C ₁ ^γ	0,36437(133)	0,53441(54)	0,17416(152)	3,44(41)	6,37(64)	5,55(53)	-0,64(46)	0,93(43)	1,27(45)
C ₂ ^α	0,37165(178)	0,64317(54)	0,20408(143)	6,83(66)	6,87(62)	4,34(49)	2,85(55)	1,81(50)	0,46(42)
C ₂ ^β	0,44822(98)	0,64926(33)	-0,28399(94)	2,96(33)	3,51(32)	2,94(31)	-0,27(28)	0,10(26)	0,15(26)
C ₂ ^γ	0,27630(105)	0,62221(36)	-0,28642(88)	3,61(36)	4,37(35)	3,22(36)	-0,78(31)	-0,06(31)	0,04(29)
C ₂ ^δ	0,44605(132)	0,71141(36)	-0,32782(120)	5,78(49)	3,39(33)	3,71(39)	-0,04(34)	-0,14(40)	1,01(32)
C ₂ ^ε	0,62628(223)	0,73542(58)	-0,33236(227)	8,28(84)	4,72(54)	9,91(92)	-2,47(60)	-0,09(85)	1,76(65)
C ₂ ^ζ	0,33973(298)	0,74760(54)	-0,22029(184)	10,75(114)	4,98(53)	7,81(76)	2,33(63)	1,43(85)	0,78(45)

* Анизотропные тепловые колебания описываются функцией $T_{ij} = \exp[-1/4 \cdot (B_{11}h_{1i}^2 + B_{22}h_{2i}^2 + B_{33}h_{3i}^2 + 2B_{12}h_{1i}h_{2i} + 2B_{13}h_{1i}h_{3i} + 2B_{23}h_{2i}h_{3i})]$.

Координаты (в долях ячейки) и индивидуальные параметры изотропных тепловых колебаний* (\AA^2) атомов водорода соединения $\text{HBr}\cdot\text{H}\cdot\text{D}\cdot\text{MeVal}\cdot\text{D}\cdot\text{HuIv}\cdot\text{OH}$ в скобках даны стандартные отклонения

Атом	x/a	y/b	z/c	B	Атомы, связанные с H_j
H_1	0,97440 (1405)	0,59338 (460)	0,09716 (1235)	5,99 (222)	C_0
H_2	0,94894 (1381)	0,52490 (438)	0,05042 (1385)	5,87 (278)	C_0
H_3	0,88854 (938)	0,56335 (431)	-0,07417 (1456)	6,15 (230)	C_0
H_4	0,77328 (1267)	0,54188 (387)	0,23026 (1321)	3,77 (211)	N_1
H_5	0,70673 (1310)	0,51632 (456)	0,08873 (1253)	4,97 (273)	N_1
H_6	0,68273 (1055)	0,63071 (382)	0,12413 (946)	3,90 (169)	C_1^α
H_7	0,53124 (969)	0,58425 (293)	0,30749 (962)	2,51 (137)	C_1^β
H_8	0,30536 (1307)	0,52580 (389)	0,24125 (1141)	3,92 (204)	$\text{C}_1^{\gamma_1}$
H_9	0,42679 (1261)	0,49722 (405)	0,16796 (1126)	9,47 (215)	$\text{C}_1^{\gamma_1}$
H_{10}	0,31211 (1408)	0,54287 (456)	0,07951 (1494)	5,92 (268)	$\text{C}_1^{\gamma_2}$
H_{11}	0,30668 (1940)	0,64039 (565)	-0,72017 (1648)	8,12 (356)	$\text{C}_1^{\gamma_2}$
H_{12}	0,44808 (1554)	0,67958 (527)	-0,78375 (1315)	8,10 (287)	$\text{C}_1^{\gamma_2}$
H_{13}	0,31850 (1204)	0,65652 (384)	-0,89055 (1222)	4,22 (198)	$\text{C}_1^{\gamma_2}$
H_{14}	0,51263 (1451)	0,62970 (467)	-0,35746 (1354)	-1,93 (246)	C_2^α
H_{15}	0,42432 (1365)	0,71799 (450)	-0,41576 (1401)	3,57 (268)	C_2^β
H_{16}	0,68474 (2083)	0,73032 (700)	-0,23489 (1856)	12,81 (470)	$\text{C}_2^{\gamma_1}$
H_{17}	0,59561 (1478)	0,77845 (478)	-0,38462 (1286)	7,79 (253)	$\text{C}_2^{\gamma_1}$
H_{18}	0,68123 (1468)	0,71631 (426)	-0,38316 (1200)	12,93 (242)	$\text{C}_2^{\gamma_1}$
H_{19}	0,33852 (2037)	0,73498 (592)	-0,0887 (2038)	12,66 (371)	$\text{C}_2^{\gamma_2}$
H_{20}	0,36286 (2096)	0,78508 (826)	-0,26436 (1786)	11,65 (415)	$\text{C}_2^{\gamma_2}$
H_{21}	0,23472 (1529)	0,72807 (419)	-0,22725 (1223)	9,03 (260)	$\text{C}_2^{\gamma_2}$
H_{22}	0,31518 (1147)	0,63797 (353)	-0,49371 (956)	12,40 (190)	O_3

* Изотропные тепловые колебания описываются функцией $T_i = \exp(-B \cdot \sin^2 \theta / \lambda^2)$.

ние с двумя атомами H_j^{N} (H_4 и H_5) (см. табл. 2), принадлежащими различным молекулам $\text{H}\cdot\text{D}\cdot\text{MeVal}\cdot\text{D}\cdot\text{HuIv}\cdot\text{OH}$.

Найденное расстояние $\text{N}_1 \dots \text{O}_1$ между атомами двух молекул (3,165 \AA) в случае благоприятной ориентации соответствующих связей N_1-H_j и $\text{O}_1=\text{C}_1'$ могло бы служить доказательством наличия слабой межмолекулярной водородной связи $\text{N}-\text{H} \dots \text{O}=\text{C}$. Однако последующий геометрический анализ показал, что реализующиеся в кристалле расстояния $l(\text{H}_j^{\text{N}} \dots \text{O}_1) \approx 2,55 \text{\AA}$ исключают возможность водородного связывания данного типа. Другими словами, в данном случае доминируют взаимодействия атомов H_j^{N} с ионами брома. Повышенные значения коэффициентов B_{ii} у концевых атомов $\text{C}_2^{\gamma_1}$ и $\text{C}_2^{\gamma_2}$ боковой цепи остатка HuIv (табл. 1) указывают на их относительно высокие амплитуды тепловых колебаний. Этот факт, по-видимому, связан с достаточно большой свободой крутильных колебаний боковой цепи вокруг связи $\text{C}_2^\alpha - \text{C}_2^\beta$. Значения валентных связей и углов, а также углов вращения вокруг связей $\text{C}^\alpha-\text{N}$ (Φ_i), $\text{C}^\alpha-\text{C}'$ (ψ_i) и $\text{C}^\alpha-\text{C}^\beta$ (χ_i) исследуемого соединения (рис. 3 и табл. 3—5*) свидетельствуют об отсутствии заметных внутренних напряжений в молекуле. Величины геометрических параметров имеют нормальные значения, характерные для большинства соединений пептидной природы. Длина связи $l(\text{C}_2^\gamma - \text{O}_3) = 1,328 \text{\AA}$ соответствует протонированной форме концевой карбоксильной группы. Атомы при N_1 имеют тетраэдрическое расположение (H_4 и H_5 отклоняются от плоскости $\text{C}_0\text{N}_1\text{C}_1^\alpha$ соответственно на $-0,82$ и $0,61 \text{\AA}$). Такое расположение отвечает sp^3 -гибридизации электронов атома азота при образовании водородных связей с ионами брома.

* Отсчет углов соответствует номенклатуре IUPAC — IUB [5]. В полностью вытянутой цепи $\Phi_i^1 = \psi_i = \omega_i = 180^\circ$ (рис. 1).

Таблица 3

Длины связей (Å) в структуре HBr-H-D-MeVal-D-HyIv-OH
в скобках даны стандартные отклонения

MeVal		HyIv	
Связь	Длина	Связь	Длина
C ₀ -N ₁	1,492 (13)	O ₂ '-C ₂ ^α	1,446 (9)
N ₁ -C ₁ ^α	1,496 (12)	C ₂ ^α -C ₂ '	1,499 (11)
C ₁ ^α -C ₁ '	1,512 (10)	C ₂ '-O ₂	1,202 (10)
C ₁ '-O ₁	1,190 (9)	C ₂ '-O ₃	1,328 (10)
C ₁ '-O ₂ '	1,326 (9)	C ₂ ^α -C ₂ ^β	1,488 (11)
C ₁ ^α -C ₁ ^β	1,547 (11)	C ₂ ^β -C ₂ ^{γ1}	1,532 (20)
C ₁ ^β -C ₁ ^{γ1}	1,508 (15)	C ₂ ^β -C ₂ ^{γ2}	1,495 (20)
C ₁ ^β -C ₁ ^{γ2}	1,531 (16)		

Таблица 4

Валентные углы (град) в структуре HBr-H-D-MeVal-D-HyIv-OH
в скобках даны стандартные отклонения

MeVal		HyIv	
Угол	Величина	Угол	Величина
C ₀ -N ₁ -C ₁ ^α	113,92 (74)	C ₁ '-O ₂ '-C ₂ ^α	118,40 (56)
N ₁ -C ₁ ^α -C ₁ '	109,17 (65)	O ₂ '-C ₂ ^α -C ₂ '	108,30 (61)
N ₁ -C ₁ ^α -C ₁ ^β	110,28 (66)	O ₂ '-C ₂ ^α -C ₂ ^β	109,52 (65)
C ₁ ^α -C ₁ '-O ₂	110,60 (62)	C ₂ ^α -C ₂ '-O ₃	110,57 (70)
C ₁ ^α -C ₁ '-O ₁	124,39 (70)	C ₂ ^α -C ₂ '-O ₂	126,45 (75)
C ₁ ^α -C ₁ ^β -C ₁ ^{γ1}	113,02 (75)	C ₂ ^α -C ₂ ^β -C ₂ ^{γ1}	110,32 (92)
C ₁ ^α -C ₁ ^β -C ₁ ^{γ2}	109,88 (76)	C ₂ ^α -C ₂ ^β -C ₂ ^{γ2}	113,54 (97)
C ₁ ^β -C ₁ ^α -C ₁ '	112,20 (66)	C ₂ ^β -C ₂ ^α -C ₂ '	113,04 (69)
C ₁ ^{γ1} -C ₁ ^β -C ₁ ^{γ2}	113,05 (84)	C ₂ ^{γ1} -C ₂ ^β -C ₂ ^{γ2}	109,62 (111)
O ₁ -C ₁ '-O ₂ '	125,01 (69)	O ₂ -C ₂ '-O ₃	122,98 (79)

Сложноэфирная группа имеет наиболее выгодную с точки зрения электронной энергии *транс*-конфигурацию. Величина $|\Delta\omega|$ 3,82° указывает на небольшое отклонение этой группы от плоского состояния. Зеркально инвертированные точки Φ_i , ψ_i остатков D-MeVal и D-HyIv ложатся в области невысоких энергий на конформационных картах модельных соединений Ac-L-Val-OMe и Ac-L-HyIv-NHMe [6]. Тем не менее они заметно отклонены от положений локальных минимумов. Наблюдаемые отклонения можно объяснить наряду с приближенным характером конформационных карт пептидных моделей еще и дополнительными стерическими взаимодействиями дальнего порядка, реализующимися в более сложной цепи H-D-MeVal-D-HyIv-OH. В частности, можно отметить внутримолекулярные контакты двух удаленных по цепи метильных групп (с атомами C₁^{γ2} и C₂^{γ1} при вершинах), принадлежащих изопропиальным боковым радикалам: l (C₁^{γ2} ... C₂^{γ1}) 3,588 Å, l (H₁₁ ... H₁₇) 2,667 Å, l (H₁₃ ... H₁₉) 2,475 Å. Реализующиеся невалентные расстояния близки сумме ван-дер-ваальсовых радиусов соответствующим

Таблица 5

Конформационные углы (град)
HBr-H-D-MeVal-HyIv-OH

Углы	MeVal (i=1)	HyIv (i=2)
Φ_i	68,68	73,28
ψ_i	-156,32	-169,24
ω_i	-176,18	-
χ_i	-66,54	62,50

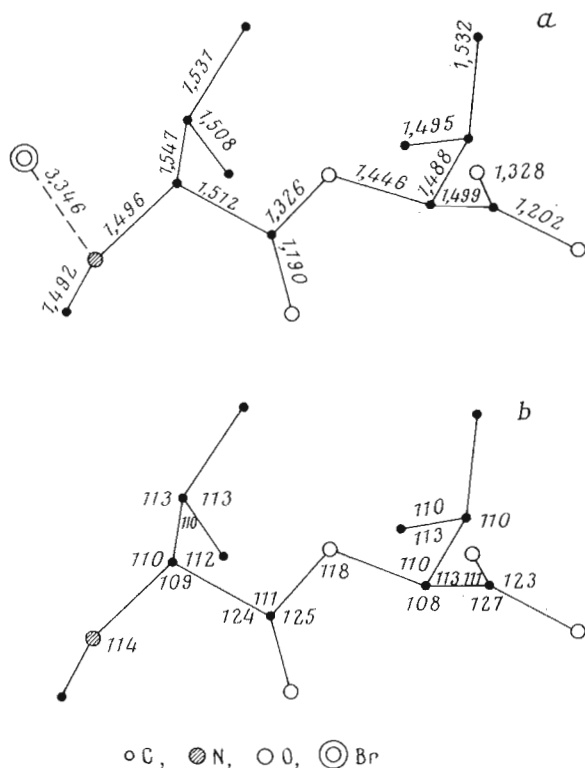


Рис. 3. Длины связей (а) и величины валентных углов (б) в молекуле $\text{HBr} \cdot \text{H-D-MeVal-D-HyIv-OH}$

щих атомов ($R(\text{C})$ 1,7—1,8 Å, $R(\text{H})$ 1,17 Å [7]), что обеспечивает их эффективное дисперсионное притяжение. Ориентации боковых цепей, описываемые углами χ , а также метильных групп отвечают минимумам торсионных потенциалов при вращении соответственно вокруг связей $\text{C}_i^\alpha - \text{C}_i^\beta$ и $\text{C}_i^\beta - \text{C}_i^{\gamma j}$ (концевые связи, отходящие от $\text{C}_i^\alpha - \text{C}_i^\beta$ и $\text{C}_i^\beta - \text{C}_i^{\gamma j}$, занимают друг по отношению к другу скрещенные положения).

Экспериментальная часть

Кристаллы $\text{HBr} \cdot \text{H-D-MeVal-D-HyIv-OH}$ ($\text{C}_{11}\text{H}_{22}\text{NO}_4\text{Br}$) представляют собой прозрачные бесцветные призмы, устойчивые на воздухе. Основные характеристики кристалла: $\text{C}_{11}\text{H}_{22}\text{NO}_4 \cdot \text{HBr}$, M 312,23; $V = 1548,4 \text{ \AA}^3$; $Z = 4$; пространственная группа $P2_12_12_1$, a 7,919 (2) Å, b 23,186 (10) Å, c 8,433 (2) Å; размеры: $0,10 \times 0,15 \times 0,20$ мм; $\rho_{\text{теор}}$ 1,33 г/см³, μ ($\text{CuK}\alpha$) 40,4 см⁻¹, F_{000} 642.

Определение параметров ячейки и сбор экспериментальных данных проводили на четырехкружном дифрактометре ПІ (Sintex, США). Изучение $\text{CuK}\alpha$ (λ 1,5418 Å). Режим работы трубки: 50 кВ, 20 мА. Для монохроматизации рентгеновского пучка использовали графитовый монохроматор. Интенсивности отражений измеряли в режиме $2\theta/\theta$ до величины $2\theta_{\text{макс}}$ 110° (1185 независимых рефлексов). Интервал 2θ сканирования профиля пика выбран равным $2^\circ + 2\theta(\alpha_2) - 2\theta(\alpha_1)$. Общее число точек измерения на профиле 97.

Суммарное время измерения фона слева и справа равнялось времени измерения интегральной интенсивности. Скорость сканирования варьировали в зависимости от интенсивности отражения от 2 до 24 град/мин с последующим приведением интенсивности к скорости 1 град/мин. Через

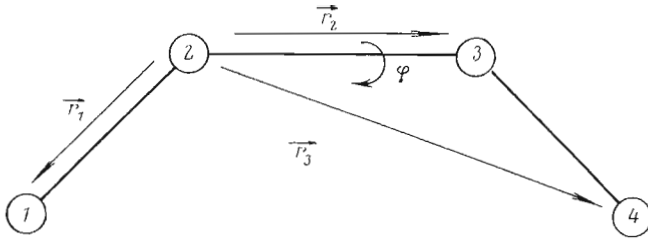


Рис. 4. Модель расчета двугранных углов

каждые 50 измерений перемеряли три контрольных рефлекса. Проведена коррекция интенсивностей отражений на Lp-фактор. Поправки на поглощение не вводили.

В первом приближении карта электронной плотности была получена исходя из значений фазовых углов рефлексов, рассчитанных по координатам атома Вг, найденным из синтеза Паттерсона. В результате трех последовательных приближений были локализованы и уточнены по полноматричной схеме с учетом анизотропного теплового движения все неводородные атомы. Координаты атомов водорода, найденные из дифференциального фурье-синтеза и априорной стереохимической информации, уточнялись в изотропном приближении. Уточнение проводили по 1070 независимым рефлексам с ограничением $F_o > 3,92\sigma_F$. Минимизируемая функция имела вид

$$P = SQRT \left[\sum (\omega_F (|F_o| - |F_c|)^2) / (N_o - N_v) \right]$$

(N_o — число рефлексов, N_v — число переменных, $w = \omega_F = 1/(\sigma_F^2 + (0,02F_o)^2)$). Окончательный фактор расходимости $R = \sum ||F_o| - |F_c|| / \sum |F_o|$ равен 0,037.

Расшифровку структуры осуществляли на ЭВМ НОВА-1200 по системе программ XTL (Sintex, США). Расчет углов вращения вокруг связей (φ_i) проводили так: по известным декартовым координатам выбранной четверки атомов вычисляли пять векторов: $\vec{r}_1 \{r_1^x, r_1^y, r_1^z\}$, $\vec{r}_2 \{r_2^x, r_2^y, r_2^z\}$, $\vec{r}_3 \{r_3^x, r_3^y, r_3^z\}$, $\vec{r}_4 \{r_4^x, r_4^y, r_4^z\}$, $\vec{r}_5 \{r_5^x, r_5^y, r_5^z\}$ (рис. 4). Векторы \vec{r}_4 и \vec{r}_5 определяли через первые три вектора: $\vec{r}_4 = \vec{r}_1 \times \vec{r}_2$ и $\vec{r}_5 = \vec{r}_3 \times \vec{r}_2$.

В соответствии с правилами вычисления векторного произведения проекции векторов \vec{r}_4 и \vec{r}_5 на оси координат равны: $r_4^x = r_1^y \cdot r_2^z - r_1^z \cdot r_2^y$, $r_4^y = r_1^z \cdot r_2^x - r_1^x \cdot r_2^z$, $r_4^z = r_1^x \cdot r_2^y - r_1^y \cdot r_2^x$, $r_5^x = r_3^y \cdot r_2^z - r_3^z \cdot r_2^y$, $r_5^y = r_3^z \cdot r_2^x - r_3^x \cdot r_2^z$, $r_5^z = r_3^x \cdot r_2^y - r_3^y \cdot r_2^x$. Косинус двугранного угла между плоскостями 123 и 234 находили как частное от деления скалярного произведения векторов \vec{r}_4 и \vec{r}_5 на произведение их модулей:

$$\cos \varphi' = A = \frac{\vec{r}_4 \cdot \vec{r}_5}{|\vec{r}_4| |\vec{r}_5|} = \frac{r_4^x \cdot r_5^x + r_4^y \cdot r_5^y + r_4^z \cdot r_5^z}{[(r_4^x)^2 + (r_4^y)^2 + (r_4^z)^2]^{1/2} [(r_5^x)^2 + (r_5^y)^2 + (r_5^z)^2]^{1/2}}$$

Искомое значение угла вращения φ с учетом знака определяли следующим образом: $\varphi = -\text{sign}(\vec{r}_4 \cdot \vec{r}_5) \arccos A$, т. е. углу φ' ($\arccos A$) присваивается обратный знак скалярного произведения векторов \vec{r}_4 и \vec{r}_5 . Знак «минус» в формуле определяет направление положительного* вращения.

* За положительное направление (если смотреть вдоль вектора \vec{r}_2) принимается вращение по часовой стрелке проекции связи 3—4 на плоскость, перпендикулярную r_2 .

ЛИТЕРАТУРА

1. Попов Е. М., Липкинд Г. М. (1971) Молекулярн. биология, 5, 624—636.
2. Липкинд Г. М., Попов Е. М. (1971) Молекулярн. биология, 5, 667—679.
3. Yanai H. S., Lipscomb W. N. (1959) Tetrahedron, 6, 103—108.
4. Tokuma Y., Nojima H., Morimoto Y. (1971) Bull. Chem. Soc. Jap., 44, 2665—2670.
5. IUPAC — IUB Commission on Biochemical Nomenclature (1970) Biochemistry, 9, 3471—3478.
6. Попов Е. М., Липкинд Г. М., Плетнев В. З., Архипова С. Ф. (1971) Химия природн. соедин., 184—191.
7. Китайгородский А. И. (1971) Молекулярные кристаллы, «Наука», М.

Поступила в редакцию
1.XI.1976

THE CRYSTAL AND MOLECULAR STRUCTURE OF HBr·H-D-MeVal-D-HyIv-OH

PLETNEV V. Z., GALIZKY N. M., TURKIN N. G.,
ARUTYUNYAN E. G. *, EVSTRATOV A. V.

*M. M. Shemyakin Institute of Bioorganic Chemistry and * Institute
of Crystallography, Academy of Sciences of the USSR, Moscow*

The crystal structure of didepsipeptide HBr·H-D-MeVal-D-HyIv-OH (C₁₁H₂₂NO₄Br) has been solved by the X-ray diffraction method. The crystals are orthorhombic, space group is *P*2₁2₁2₁, *Z* 4, *a* 7,919, *b* 23,186, *c* 8,433 Å. The coordinates of the nonhydrogen and hydrogen atoms were refined with anisotropic and isotropic temperature factors respectively to *R* 0,037. The hydrogen bonds network is formed by the bromine ions and the amino group hydrogens. The ester group has *trans* configuration and is almost planar. The bond lengths and valence angles are close to the standard values characteristic of the compounds of peptide nature.
