

Table 2. *Interatomic distances* (Å)

For the hydrogen bond $A-H \cdots B$, the distance $H \cdots B$ is in parentheses.

Symmetry code

(I) $x + \frac{1}{2}, \frac{3}{2} - y, z$	(IV) $2 - x, -y, z - \frac{1}{2}$
(II) $x + \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, z$	(V) $2 - x, 1 - y, z - \frac{1}{2}$
(III) $\frac{3}{2} - x, y - \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$	(VI) $x - \frac{1}{2}, \frac{3}{2} - y, z$

N(4)—H(N4)···N(2) ^I	3.134 (2.55)
N(4)—H(N4)···S ^{II}	3.448 (2.49)
N(1)—H(N1)···O ^{III}	2.838 (2.01)
C(3)—H(C3)···S ^{IV}	3.524 (2.79)
N(2)···C(2) ^{VI}	3.348
C(3)···O ^{VI}	3.277
C(3)···N(1) ^V	3.376

The molecules are connected by hydrogen bonds and van der Waals contacts (Table 2 and Fig. 4).

The S atom is engaged in an intermolecular hydrogen bond. This analysis removes any ambiguity about the nature of the hydrogen bonding involving H(C3).

References

- ANDRÉ, D., FOURME, R. & RENAUD, M. (1971). *Acta Cryst.* B27, 2371–2380.
- BEYER, H. & KRÖGER, C. F. (1960). *Ann. Chem. (Warsaw)*, 637, 126–134.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368–376.
- GOLDSTEIN, P., LADELL, J. & ABOWITZ, G. (1969). *Acta Cryst.* B25, 135–143.
- IWASAKI, F. (1974). *Acta Cryst.* B30, 2503–2505.
- LECOMTE, C., AUBRY, A., PROTAS, J., BOUSSARD, G. & MARRAUD, M. (1974a). *Acta Cryst.* B30, 1992–1996.
- LECOMTE, C., AUBRY, A., PROTAS, J., BOUSSARD, G. & MARRAUD, M. (1974b). *Acta Cryst.* B30, 2343–2348.

Acta Cryst. (1979). B35, 491–493

cis-Dibromo-2,4 Bicyclo[3.2.1]octanone-3

PAR M. VAN MEERSCHE, G. GERMAIN ET J. P. DECLERCQ*

Laboratoire de Chimie physique et de Cristallographie de l'Université de Louvain, Bâtiment Lavoisier, 1 place Pasteur, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

(Reçu le 13 juin 1978, accepté le 26 octobre 1978)

Abstract. $C_8H_{10}Br_2O$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 12.877$ (5), $b = 7.041$ (3), $c = 10.829$ (4) Å, $\alpha = 105.07$ (2), $\beta = 89.10$ (2), $\gamma = 99.47$ (2)°, $Z = 4$, $D_x = 2.00$ Mg m⁻³. The structure has been solved by direct methods from three-dimensional X-ray data. The molecules possess m symmetry. The Br and ethano bridge substituents occupy axial positions in a cyclohexanone ring with a flattened-chair conformation.

Introduction. Le composé globulaire qui fait l'objet de la présente analyse cristallise avec deux molécules dans

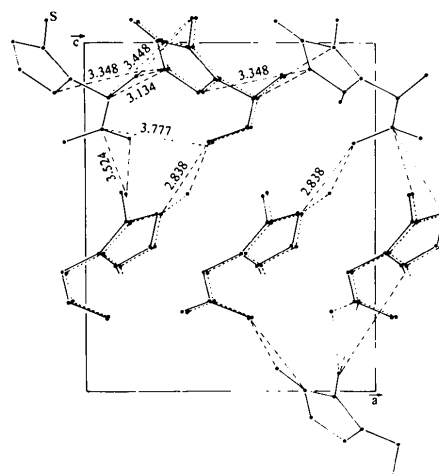


Fig. 4. Projection along b with the hydrogen bonds. Between the molecules shown by full lines and those by dashed lines, the translation vector is b .

* Chargé de recherche du Fonds National de la Recherche Scientifique.

l'unité asymétrique. Sa configuration exacte s'étant avérée difficile à préciser par les méthodes spectroscopiques habituelles, une investigation par diffraction de rayons X a été jugée préférable. La structure a été déterminée par le système *MULTAN* (Main, Lessinger, Woolfson, Germain & Declercq, 1976) et affinée par les programmes XRAY 72 (Stewart, Kruger, Ammon, Dickinson & Hall, 1972) par moindres carrés dans l'approximation des blocs diagonaux avec constantes d'agitation thermique anisotropes. L'analyse repose sur un spectre de 1707 réflexions considérées comme observées qui ont, parmi les 2771 réflexions indépendantes mesurées, des intensités qui dépassent 2,5 fois l'écart-type des mesures d'intensité.

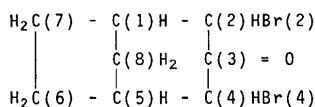


Fig. 1. Numérotation des atomes.

Tableau 1. Coordonnées atomiques finales des deux molécules indépendantes ($\times 10^4$)

Les écarts-type sur les positions atomiques sont de l'ordre de 0,003 Å pour Br et 0,02 Å pour les atomes légers.

	Molécule (1)			Molécule (2)		
	x	y	z	x	y	z
Br(2)	324	2196	1106	4963	9125	6713
Br(4)	3019	4010	2885	3584	10011	9906
O	696	3488	4317	2306	8330	6977
C(1)	423	6394	2097	4121	12739	6920
C(2)	198	4573	2545	3762	10528	6573
C(3)	958	4470	3587	2921	9834	7426
C(4)	2032	5797	3746	2822	11084	8721
C(5)	2101	7537	3220	3272	13329	8923
C(6)	1329	8905	3954	2577	14075	8031
C(7)	281	8237	3247	3181	13731	6745
C(8)	1599	6974	1831	4357	13562	8356

Tableau 2. Distances interatomiques (Å)

Les deux colonnes relatives à une même molécule ont trait aux liaisons symétriques par rapport au miroir moléculaire. $\sigma(\text{C}-\text{Br}) = 0,02$; $\sigma(\text{C}-\text{C}) = \sigma(\text{C}-\text{O}) = 0,03$ Å.

	Molécule (1)		Molécule (2)		Moyenne
C(2)-Br(2)	1,995	1,987	1,995	1,991	1,992 (10)
C(1)-C(2)	1,47	1,47	1,50	1,55	1,497 (15)
C(1)-C(7)	1,58	1,56	1,53	1,57	1,560 (15)
C(1)-C(8)	1,55	1,57	1,53	1,52	1,542 (15)
C(2)-C(3)	1,53	1,52	1,52	1,47	1,508 (15)
C(3)-O	1,19	—	1,21	—	1,197 (20)
C(6)-C(7)	1,51	—	1,57	—	1,536 (20)

Le spectre a été relevé sur un diffractomètre automatique Syntex P2₁ fonctionnant en balayage $\omega-2\theta$ jusqu'à $2\theta_{\text{max}} = 47^\circ$. La radiation incidente était Mo $K\alpha$ ($\lambda = 0,7107$ Å, monochromateur de graphite). Un calcul de facteurs de structure mené à l'issue de l'affinement sur la base des coordonnées du Tableau 1 (voir Fig. 1 pour la numérotation des atomes) a donné une valeur de 0,075 pour l'indice R.* Une série de Fourier-différence calculée ensuite n'a pas permis de localiser les atomes d'hydrogène.

Discussion. Les Tableaux 2 et 3 donnent les longueurs de liaison et les angles de valence dans les deux

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 34008: 14 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 3. Angles de valence ($^\circ$), $\langle \sigma \rangle = 1,2^\circ$

	Molécule (1)		Molécule (2)		Moyenne
C(2)-C(1)-C(7)	109	108	108	105	108
C(2)-C(1)-C(8)	113	112	111	110	112
C(7)-C(1)-C(8)	100	100	101	104	101
C(1)-C(2)-Br(2)	110	111	110	109	110
C(1)-C(2)-C(3)	115	115	114	115	115
C(3)-C(2)-Br(2)	105	105	106	107	106
C(2)-C(3)-C(4)	118	—	119	—	119
C(2)-C(3)-O	121	120	118	122	120
C(1)-C(7)-C(6)	106	107	107	103	106
C(1)-C(8)-C(5)	101	—	103	—	102

Tableau 4. Angles de torsion ($^\circ$)

Valeurs moyennes (molécules de symétrie m). $\langle \sigma \rangle = 0,7^\circ$.

O-C(3)-C(4)-Br(4)	+86
O-C(3)-C(4)-C(5)	-153
C(2)-C(3)-C(4)-Br(4)	-99
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	+22
Br(4)-C(4)-C(5)-C(8)	+72
Br(4)-C(4)-C(5)-C(6)	-178
C(3)-C(4)-C(5)-C(8)	-47
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	+63
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-89
C(8)-C(5)-C(6)-C(7)	+28
C(4)-C(5)-C(8)-C(1)	+68
C(6)-C(5)-C(8)-C(1)	-46
C(5)-C(6)-C(7)-C(1)	+2

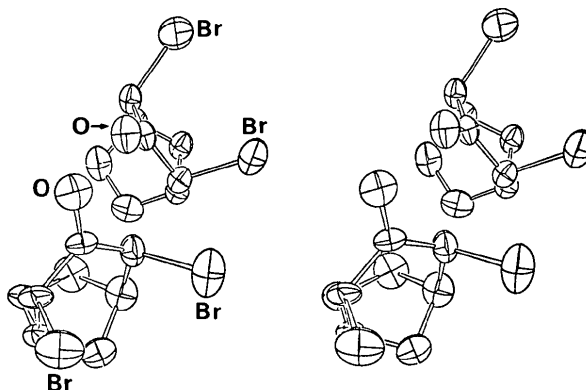


Fig. 2. Vue stéréoscopique des deux molécules indépendantes. Les atomes dont la nature n'est pas indiquée sont des atomes de carbone.

molécules indépendantes ainsi que les valeurs moyennes calculées en considérant que les molécules possèdent un plan de symétrie passant par C(3), C(8) et le milieu du segment C(6)-C(7). Le Tableau 4 mentionne les valeurs moyennes des angles de torsion.

Le fragment cyclohexanone de la molécule est dans une conformation chaise fortement aplatie du côté du carbonyle mais quelque peu accentuée au niveau du carbone opposé, C(8). Les atomes non-hydrogène, fixés

sur ce cycle, occupent des positions axiales, ce qui amène, autour de C(1)–C(2) ou de C(4)–C(5), les liaisons C–Br à être en situation antipériplanaire avec les liaisons C(1)–C(7) ou C(5)–C(6) dirigées vers les carbonés du pont éthano (Fig. 2).

Les auteurs remercient le Dr J. P. Zahra (Marseille) de leur avoir fourni les cristaux. Le diffractomètre a été acquis grâce à une subvention du Fonds de la Recherche Fondamentale Collective.

Références

- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J. P. (1976). *MULTAN 76. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et Louvain-la-Neuve, Belgique.
- STEWART, J. M., KRUGER, G. J., AMMON, H. L., DICKINSON, C. & HALL, S. R. (1972). XRAY system – version of June 1972. Tech. Rep. TR-192. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.

Acta Cryst. (1979). B35, 493–495

1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-endo-1,4-endo-5,8-dimethanonaphthalene (Isodrin)

BY COLIN H. L. KENNARD

Department of Chemistry, University of Queensland, Brisbane 4067, Australia

GRAHAM SMITH

Department of Chemistry, Queensland Institute of Technology, Brisbane 4000, Australia

AND SVEN HOVMÖLLER

Arrhenius Laboratory, University of Stockholm, Fack, Stockholm, Sweden

(Received 10 August 1978; accepted 30 October 1978)

Abstract. C₁₂H₈Cl₆, orthorhombic, *Pbca*, *a* = 14.909 (6), *b* = 14.781 (12), *c* = 12.880 (18) Å, *M_r* = 364.9, *Z* = 8, *D_x* = 1.71 Mg m⁻³, *μ*(Mo *K_α*) = 1.18 mm⁻¹, *R* = 0.088, 996 observed reflexions. The *endo-endo* configuration of isodrin has been confirmed. The molecules have approximate *m* point symmetry and form semi-cylinders with the peripheral double-bond pair lying parallel, separated by a perpendicular distance of 2.86 Å. No intermolecular associations were found.

Introduction. The title compound is a member of the important series of commercial cyclodiene insecticides which includes dieldrin, aldrin, endrin, heptachlor and endosulfan. Isodrin is the stereoisomer of aldrin (1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-endo-1,4-exo-5,8-dimethanonaphthalene), the crystal structure of which is known (DeLacy & Kennard, 1972) and which has a toxicity towards insects which is comparable to that of dieldrin (Brooks, 1974).

Crystals (m.p. 513–515 K) were grown from a mixture of isopropyl alcohol and water. The structure was determined by X-ray diffraction. 996 reflections with *I* > 2.5σ(*I*) were considered observed out of 2382 in a unique set collected from one crystal (0.25 × 0.30

Table 1. Atomic positional parameters (×10⁴) with estimated standard deviations in parentheses

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
Cl(1)	2656 (3)	2161 (4)	9701 (4)
Cl(2)	3118 (3)	2446 (3)	7527 (3)
Cl(3)	969 (3)	1584 (3)	8046 (5)
Cl(4)	-2 (3)	2901 (3)	9764 (4)
Cl(5)	1423 (3)	4567 (4)	10403 (4)
Cl(6)	3295 (3)	4315 (3)	9084 (4)
C(1)	2003 (11)	4031 (11)	7592 (12)
C(2)	1333 (10)	3290 (10)	7311 (12)
C(3)	1380 (10)	2666 (10)	8295 (12)
C(4)	987 (10)	3134 (10)	9156 (12)
C(5)	1537 (11)	3811 (11)	9426 (12)
C(6)	2307 (11)	3771 (11)	8730 (12)
C(7)	1431 (13)	4928 (14)	7241 (15)
C(8)	670 (12)	5005 (12)	8003 (15)
C(9)	94 (12)	4377 (12)	7771 (13)
C(10)	461 (13)	3818 (13)	6947 (15)
C(11)	2354 (11)	2771 (11)	8489 (12)
C(12)	924 (15)	4531 (17)	6409 (18)
H(1)	2533	4189	7085
H(2)	1578	2869	6673
H(7)	1830	5360	7430
H(8)	730	5372	8501
H(9)	-434	4091	8121
H(10)	-48	3400	6719
H(121)	1429	4207	6008
H(122)	337	4759	6112