

There is one short intermolecular (2.81 Å) distance between the O atom and a symmetry-related ($x, 1+y, 1-z$) N of the pyridine ring, consistent with a hydrogen-bond interaction. The other packing distances are longer than 3.2 Å.

References

- ARNOLDI, A., BETTO, E., CERESA, L., FARINA, G., FORMIGONI, A., GALLI, R. & SCAGLIONI, L. (1983). *Pestic. Sci.* **14**, 576–586.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1970). *Crystallographic Computing*, edited by F. R. AHMED, pp. 187–197. Copenhagen: Munksgaard.
- DOMENICANO, A., MAZZEO, P. & VACIAGO, A. (1976). *Tetrahedron Lett.* **13**, 1029–1032.
- DOMENICANO, A., VACIAGO, A. & COULSON, C. A. (1975a). *Acta Cryst.* **B31**, 221–234.
- DOMENICANO, A., VACIAGO, A. & COULSON, C. A. (1975b). *Acta Cryst.* **B31**, 1630–1641.
- International Tables for X-ray Crystallography (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press.
- KRÄMER, W., BÜCHEL, K. H., MEISER, W., BRANDES, W., HASPERS, M. & SCHEINPFLUG, H. (1979). *Advances in Pesticide Science*, Part II, pp. 274–279. Oxford: Pergamon Press.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERCQ, J.-P. (1976). *MULTAN76. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- MERCER, E. I. (1983). Symposium on Ergosterol-Biosynthesis Inhibitors. Reading, 22–24 March 1983.
- MOTHERWELL, W. D. S. (1978). *PLUTO78*. A program for plotting molecular and crystal structures. Univ. of Cambridge, England.
- SIEGEL, M. R. (1981). *Plant Dis. Rep.* **65**, 986–989.
- SUTTON, L. E. (1958). Editor, *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. Spec. Publ. No. 11. London: The Chemical Society.
- WILLIS, B. T. M. & PRYOR, A. W. (1975). *Thermal Vibrations in Crystallography*. Oxford Univ. Press.

Acta Cryst. (1985). **C41**, 99–101

Tétraméthyl-1,1',3,3' Biindène-1:1'-(±), C₂₂H₂₂

PAR Y. MAOUCHE

Laboratoire de Cristallographie, Institut de Chimie, Université des Sciences et de la Technologie H. Boumediène, BP n° 9, Dar-El-Beida, Alger, Algérie

G. GERMAIN

Laboratoire de Cristallographie, Bâtiment Lavoisier, Université de Louvain, 1348 Louvain la Neuve, Belgique

M. C. BRIANSO

Laboratoire de Minéralogie et de Cristallographie, Université de Paris VI, Tour 16, Place Jussieu, 75230 Paris, France

J. Y. SANCHEZ

Laboratoire des Polymères, Institut de Chimie, USTHB, BP n° 9, Dar-El-Beida, Alger, Algérie

P. NICOLET

Laboratoire de Spectroscopie Moléculaire, UER de Chimie, Rue Michelet, 44 000 Nantes, France

ET M. J. M. ABADIE

Laboratoire des Matériaux Polymères, USTL, 34 000 Montpellier, France

(Reçu le 12 juillet 1983, accepté le 17 septembre 1984)

Abstract. $M_r = 286$, orthorhombic, $Pna2_1$, $a = 12.204$ (8), $b = 16.854$ (12), $c = 7.985$ (5) Å, $V = 1642.4$ (19) Å³, $Z = 4$, $D_x = 1.2$ g cm⁻³, $Mo K\alpha$, $\lambda = 0.71069$ Å, $\mu = 0.32$ cm⁻¹, $F(000) = 616$, room temperature, $R = 0.085$ for 839 reflections. The compound corresponds to the diastereoisomer (±), which exists in the two enantiomeric forms *S,S* and *R,R*. The indene groups are each planar with an angle of 120° between the planes. The molecules stack fairly compactly and are held together by van der Waals forces.

Introduction. Nous avons entrepris depuis plusieurs années l'étude de la polymérisation par voie cationique des biindènes-1:1' dont les polymères présentent des caractéristiques thermiques intéressantes puisque leur point de fusion est généralement supérieur à 620 K.

Le polybiindène-1:1' est connu depuis les travaux de Méréchal, Basselier & Sigwalt (1964) mais le mécanisme de polymérisation demeurait obscur. Il a récemment été montré (Nicolet, Sanchez & Abadie, 1981) que le maillon majoritaire, dans ces polymères,

Tableau 1. *Coordonnées, écarts-types* ($\times 10^4$) *et coefficients d'agitation thermique équivalents des atomes de carbone*

$$B_{eq} = \frac{4}{3}(\beta_{11}a^2 + \beta_{22}b^2 + \beta_{33}c^2 + 2\beta_{12}ab\cos\alpha + 2\beta_{13}accos\beta + 2\beta_{23}bccos\gamma).$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{\AA}^2)$
C(1)	6781 (10)	974 (8)	5415 (24)	3,85
C(2)	6659 (10)	160 (8)	5542 (23)	4,05
C(3)	6254 (12)	-301 (9)	4244 (25)	5,95
C(4)	6005 (13)	102 (13)	2733 (28)	7,24
C(5)	6110 (11)	875 (12)	2532 (26)	6,01
C(6)	6489 (10)	1330 (9)	3930 (27)	5,82
C(7)	7157 (9)	1309 (6)	7056 (23)	3,61
C(8)	7244 (9)	578 (8)	8124 (25)	4,12
C(9)	6955 (9)	-74 (7)	7304 (24)	4,19
C(10)	8359 (11)	1726 (8)	6987	5,28
C(11)	8945 (12)	1776 (8)	8687 (24)	5,55
C(12)	9863 (9)	1302 (7)	8534 (23)	3,35
C(13)	9992 (13)	943 (8)	6900 (27)	5,46
C(14)	9202 (12)	1166 (7)	5972 (28)	5,52
C(15)	8593 (12)	2183 (8)	9998 (26)	5,71
C(16)	9372 (12)	2145 (9)	11429 (27)	6,06
C(17)	10227 (14)	1692 (10)	11460 (27)	6,67
C(18)	10525 (12)	1235 (9)	9944 (30)	7,28
C(19)	6239 (10)	1876 (8)	7793 (27)	5,56
C(20)	6863 (11)	-885 (7)	7924 (27)	5,34
C(21)	8316 (11)	2553 (7)	6136 (23)	5,20
C(22)	10862 (10)	448 (8)	6429 (28)	6,75

s'obtient par intracyclisation sous l'action d'amorceurs cationiques du tétraméthyl-1,1',3,3' biindène-1:1'. Or l'existence dans les biindènes-1:1' de deux centres d'asymétrie au niveau des carbones de jonction des deux noyaux indéniques permet de prévoir l'existence de deux formes diastéréoisomères (\pm et *méso*) lorsque les substituants sont identiques sur ces deux carbones.

Nous avons pu isoler ces deux formes pour plusieurs composés de cette série, sans pouvoir néanmoins déterminer leurs configurations respectives. En effet, si une étude cristallographique récente (Lustenberger, Joss, Engel, Oexh, Rutsch & Neuschwander, 1979) a permis d'établir la structure du biindène-1:1'-*méso*, la comparaison des spectres RMN ^1H de ce composé et des divers biindènes-1:1' préparés ne nous permet pas de reconnaître avec certitude les deux diastéréoisomères, notamment en ce qui concerne le tétraméthyl-1,1',3,3' biindène-1:1'.

Ce composé jouant le rôle de molécule modèle, tant au niveau de l'étude de la structure des polybiindènes, qu'au niveau de la compréhension des mécanismes de propagation et de transfert, il est fondamental de déterminer sans ambiguïté les configurations des diastéréoisomères correspondants. Nous avons donc entrepris l'étude cristallographique de l'une de ces deux formes.

Partie expérimentale. Echantillon à partir de Laboratoire de Polymères, USTHB. Le spectre de diffraction X d'une aiguille fine (0,5 mm environ) enregistré au diffractomètre automatique Syntex P2₁, 1317 réflexions ($0 \leq 47^\circ$; h 0-13; k 0-18; l 0-8) mesurées; 839 réflexions [$I \geq 2,5\sigma(I)$] retenues pour

résolution de la structure. Une réflexion (120) standard, variation <1% Chaque réflexion corrigée des phénomènes de Lorentz et de polarisation. Structure résolue à l'aide de *MULTAN80* (Main, Fiske, Hull, Lessinger, Germain, Declercq & Woolfson, 1980). Toutes les positions atomiques affinées par moindres carrés avec matrice complète des équations normales (*SHELX76*; Sheldrick, 1976), affinement basé sur les *F*. Positions des atomes d'hydrogène déterminées par calcul. Atomes de carbone affectés d'un tenseur d'agitation thermique anisotrope et chaque atome d'hydrogène d'un coefficient d'agitation thermique isotrope égal à celui de l'atome de carbone auquel il est lié. Le coefficient final de reliabilité obtenu est $R = 0,085$, $wR = 0,0876$, $w = \{[\sigma(F)]^2 + 0,001509F^2\}^{-1}$. Max. $\Delta/\sigma = 0,227 [U_{33}$ de C(18)]. Max. et min. pics en Fourier différence série finale 0,35 et $-0,31 \text{ e \AA}^{-3}$. f et f' sont ceux de Cromer & Mann (1968), Cromer & Liberman (1970), Stewart, Davidson & Simpson (1965).*

Discussion. L'analyse des coordonnées atomiques relatives (Tableau 1) ne révèle aucune symétrie particulière pour la molécule étudiée dont une représentation *PLUTO* (Motherwell & Clegg, 1978) est donnée en Fig. 1. La recherche de plans moyens dans la molécule montre que les deux groupements indéniques sont plans avec des écarts à la planéité inférieurs à 3° pour les atomes de carbone. L'angle formé par ces deux plans est de 120° , réduisant au mieux les répulsions électroniques intramoléculaires. Un examen des longueurs (Fig. 2) et angles de liaison (Tableau 2) montre que le noyau pentagonal dans chacun des deux fragments indéniques conserve une structure sensiblement cyclopentadiénique: les quatre atomes de carbone

* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et les paramètres d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 39722: 25 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.

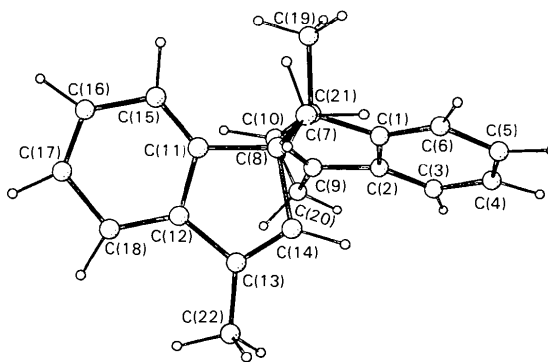


Fig. 1. Vue de la molécule.

