

## **5. CIF-Dateien**

**Peter G. Jones**

**TU Braunschweig**

**Institut für Anorganische und Analytische Chemie**

**Hagenring 30**

**38106 Braunschweig**

**E-Mail: [p.jones@tu-bs.de](mailto:p.jones@tu-bs.de)**

CIF-Dateien (Crystallographic Information Files) sind Archivierungsdateien für Strukturdaten. Das Standardformat wurde entwickelt und veröffentlicht von Hall, Allen & Brown, *Acta Cryst.* **A47** (1991) 655; volle Definitionen und Neuigkeiten können den Webseiten der International Union for Crystallography (<http://journals.iucr.org/c/services/authorservices.html>) entnommen werden. Die Hauptanwendungen sind (i) Deponierung von Daten und (ii) Vorbereitung von elektronischen Manuskripten für Zeitschriften (z.B. *Acta Crystallographica*). Am Ende dieses Kapitels finden Sie eine solche Datei, die als Quelle für die hier diskutierten Beispiele dient; die entsprechende Veröffentlichung ist in *Acta Cryst.* **C58** (2002) o282 erschienen.<sup>[1]</sup>

## Grundregeln

CIF-Dateien sind ASCII-Dateien; nur der ASCII-Satz von Buchstaben, Ziffern und Symbolen ist gültig. Sondersymbole bedürfen codierter Angaben (s.u.). Die Anwendung von Nicht-ASCII-Symbolen wie "ö" kann zu Fehlermeldungen und zum Abbruch von CIF-Textverarbeitung führen.

Die maximale Zeilenlänge ist 80 Zeichen.

*Kommentarzeilen* beginnen mit "#".

Ein *Datenblock* enthält die Gesamtdaten für eine Struktur und beginnt mit der Zeile

```
data_strukturname
```

wobei der Strukturname vom Anwender beliebig (jedoch ohne Leerzeichen) gesetzt werden kann. Am Anfang der CIF-Datei steht in der Regel ein Datenblock

```
data_global
```

der allgemeine Informationen enthält (z.B. Autorennamen, Text einer Veröffentlichung).

Eine CIF-Datei darf aus beliebig vielen Datenblöcken bestehen.

Einzelne Informationen bestehen aus einem *Datennamen*, der mit "\_" (underline) beginnt, und einer darauffolgenden *Datenangabe* (data item) z.B.

```
_cell_length_c          13.5616(16)
```

Besteht die Angabe aus einem kurzen Textblock ohne Leerzeichen, so kann sie einfach so stehen. Eine Angabe mit Leerzeichen muß mit Apostrophen (einfach oder doppelt) erfolgen:

```
_exptl_crystal_description      'square prism'
```

Wird die Zeile dadurch zu lang, so kann die Angabe komplett auf die nächste Zeile gesetzt (jedoch nicht gespalten) werden:

---

<sup>[1]</sup> Die Vorschriften für *Acta Cryst.* ändern sich von Jahr zu Jahr leicht; bitte lesen Sie die neueste Version, (Internetseite s.o.) bevor Sie ein elektronisches Manuskript zur Veröffentlichung einreichen!

```
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[\s^2^(Fo^2^)+(0.0195P)^2^+0.1484P] where P=(Fo^2^+2Fc^2^)/3'
```

Wird eine Länge von einer Zeile überschritten, so muß die Angabe zwischen Zeilen mit Semikola gemacht werden:

```
_publ_section_title
;
Secondary interactions in the structure of 4-bromo-N,N-dimethylanilinium
bromide
;
```

Schließlich erscheinen wiederholte Angaben (z.B. Bindungslängen) als *Schleife* (loop), die mit einer Leerzeile abgeschlossen wird:

```
loop_
_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
C1 C6 1.382(2) . ?
C1 C2 1.394(2) . ?
```

Es werden zuerst die Datennamen angegeben, dann die Liste der Datenangaben (die hier wesentlich länger war).

Nicht zutreffende Datenangaben brauchen einen Platzhalter "." (nicht zutreffend) oder "?" (unbekannt).

Die Reihenfolge der Angaben wird (außer der `data_`-Zeile als erster für jede Struktur) nicht vorgeschrieben und ist (für den bearbeitenden Rechner) unwichtig; eine logische Reihenfolge hilft dem menschlichen Leser.

## Erzeugung von CIF-Dateien

Die meisten Verfeinerungsprogramme generieren eine CIF-Datei bei der endgültigen Strukturverfeinerung (z.B. SHELXL-97 mit dem Befehl ACTA). Diese Datei muß aber vom Anwender editiert werden, denn sie ist nie vollkommen!

## Sonderzeichen

Eine komplette Liste der Sonderformatierungsbefehle entnehmen Sie bitte den Webseiten der IUCr (s.o.). Hier eine kleine Auswahl:

Umlaute: ä ist \`"a`, usw.

Gr. Buchstaben: alpha ist \`a`, usw.

Å und °: \`%A` und \`%`

Tiefstellen, Hochstellen: ~ bzw. ^ vor *und nach* dem Text<sup>[2]</sup>

Bindestriche: --- für Bindungen (z.B. C---H), -- für Bereiche (z.B. pp. 34--36).

Querbalken, z.B.  $\bar{1}$ : \=1

## Einfache Deponierung

Man darf als Autor nicht vergessen, daß deponierte CIF-Dateien von Gutachtern einer Veröffentlichung kontrolliert werden. Es lohnt sich, Fehler zu vermeiden.

Die meisten Textangaben (#4 unten) entfallen, jedoch nicht #3 (Autoren usw.). Bei folgenden Datennamen muß aufgepaßt werden:

```
_chemical_formula_moiety      'C8 H11 Br N 1+ , Br 1-'
```

Achten Sie auf Leerzeichen, Kommata, Ladungsangaben mit "1". *Keine* Tiefstellungszeichen!

```
_symmetry_space_group_name_H-M  'P 21/c'
```

Operatoren werden nach Achse mit Leerzeichen getrennt; 1-Quer als -1 usw. *Keine* Tiefstellungszeichen, *keine* expliziten Angaben zum Querbalken! Weitere Beispiele: 'P b c a', 'P -3', 'C 2/c'

```
_exptl_absorpt_correction_T_min  0.113
_exptl_absorpt_correction_T_max  0.379
```

SHELXL-97 berechnet diese Werte aus der Kristallgröße und dem  $\mu$ -Wert; die berechneten Werte müssen durch die tatsächlichen (oder durch "?") ersetzt werden.

```
_refine_ls_hydrogen_treatment    mixed
```

SHELXL-97 setzt immer mixed; ggf. Detaillierteres angeben, z.B. 'NH free, rigid methyls, others riding'. Bei Acta sind die Regeln strenger (s.u.).

## Sonderwünsche der „Acta Cryst.“

Vollständige Einzelheiten sind den „Notes for Authors“ zu entnehmen; hier wird lediglich auf einige (unangenehme?) Überraschungen hingewiesen.

Bei den Textteilen werden Absätze durch leere Zeilen erzeugt.

Bei bestimmten Angaben sind nur bestimmte Wörter erlaubt, z.B.:

```
_refine_ls_hydrogen_treatment    reffall (frei verfeinert), constr (riding/starre
Methylgruppen), mixed (Mischung aus anderen Typen), none, usw.
```

---

<sup>[2]</sup> Einer der häufigsten Fehler bei Acta-Cryst.-Manuskripten ist das Fehlen des zweiten Symbols am Ende des zu formatierenden Texts. Das führt zur Korruption eines Texts, der mit *printcif* (S. 5) erzeugt wird, ohne deutliche Fehlermeldung.

`_exptl_absorpt_correction_type` numerical (face indexed), psi-scan, multi-scan (SADABS), none, usw.

Besonderheiten bei der Messung bzw. der Verfeinerung (z.B. Einzelheiten zur Handhabung der H-Atome, zur Absorptionskorrektur, ...) werden unter `_publ_section_exptl_refinement` angegeben (s. Beispieldatei).

Bei `_geom_special_details` sollte man die berechneten Ebenen usw. eintragen (s. Beispieldatei).

Bindungslängen usw., die explizit veröffentlicht werden sollten, werden mit z.B. `_geom_bond_publ_flag "y"` selektiert (statt "?"). Acta verlangen auch alle Bindungslängen und -winkel mit Wasserstoff (auch wenn verfeinert als riding usw.); dieses erfolgt mit dem SHELXL-97 Befehl `BOND $H`.

### Kontrolle von CIF-Dateien

Es gibt für CIF-Dateien zwei Kontrollprogramme, die man über die Webseite der *International Union of Crystallography* (<http://journals.iucr.org/c/services/authorservices.html>) erreicht. Das Programm **checkcif** schickt schnell und automatisch einen Bericht über mögliche (Syntax- wie auch kristallographische) Fehler – viele davon sind wahrscheinlich nur bei Acta-Manuskripten wichtig. Eine korrigierte Datei kann dann mit **printcif** in einen geschmackvollen Vordruck – allerdings ohne Bilder – umgewandelt werden.

CIF-Dateien können auch mit Hilfe des kostenlosen Programms enCIFer (Cambridge Datenbank, <http://www.ccdc.cam.ac.uk>) kontrolliert werden.

```
data_global
#=====

# 1. SUBMISSION DETAILS

_publ_contact_author
;
    Peter G. Jones
    Institut für Anorganische und Analytische Chemie
    Technische Universität Braunschweig
    Postfach 3329
    38023 Braunschweig
    Germany
;
_publ_contact_author_phone      '049 531 391-5382'
_publ_contact_author_fax       '049 531 391-5387'
_publ_contact_author_email     jones@xray36.anchem.nat.tu-bs.de
_publ_requested_journal        'Acta Cryst. C'
_publ_requested_category       FO
_publ_requested_coeditor_name  'A.J. Blake'

_publ_contact_letter
;

Please consider this extended cif file for publication in Acta Cryst. C.
The following files will be sent:

brmeani.cif (this file)
brmeani.fcf (structure factors)
brmeani.hgl (Fig. 1 in HPGL format)
brmeani2.hgl (Fig. 2 in HPGL format)
brmeani.ps (Scheme in PS format)

;

#=====

# 3. TITLE AND AUTHOR LIST

_publ_section_title
;
    Secondary interactions in the structure of 4-bromo-N,N-dimethylanilinium
    bromide
;
_publ_section_title_footnote
;
;

loop_
    _publ_author_name
    _publ_author_address
    'Jones, Peter G.'
;
    Institut für Anorganische und Analytische Chemie
    Technische Universität Braunschweig
    Postfach 3329
    38023 Braunschweig
    Germany
;
    'Gray, Lilian'
;
    Institut für Anorganische und Analytische Chemie
    Technische Universität Braunschweig
    Postfach 3329
    38023 Braunschweig
    Germany
;
;
```

```
#=====
# 4. TEXT
_publ_section_abstract
;
The crystal packing of the title compound, C8H11BrN+Br-,
involves three types of secondary interaction: a classical hydrogen
bond N---H...Br-, a "weak" but short C---H...Br- interaction
(normalised H...Br 2.66 Å) and a cation-anion Br...Br contact of
3.6331(4) Å. The hydrogen bonds connect two cations and two anions
to form rings of graph set R24(14). The bromine-bromine contacts
link the rings to form layers parallel to the yz plane.
;
_publ_section_comment
;
We are interested in the variety of secondary interactions in
halopyridinium and haloanilinium halides, and
have published the structures of
4-halopyridinium halides (Jones et al., 1999), 2-, 3- and
various di-halopyridinium halides
(Jones & Freytag, 2001), haloanilinium halides (Gray & Jones, 2002a)
and dichloroanilinium chlorides (Gray & Jones, 2002b). These series of
structures involve halogen-halogen contacts, classical N---H...halide
hydrogen bonds and in some cases weak
C---H...halide hydrogen bonds. The anilinium derivatives
generally form structures with hydrophilic layers; these consist of
hydrogen-bonded rings of graph set Rn2n(4n), in which
two of the three hydrogens from each of n NH3+ groups
are the donors and n halide ions are the acceptors (n = 2-4).
We now wished to investigate the effect of
blocking some of the hydrogen bond donors,
and present here the structure of 4-bromo-N,N-dimethylanilinium bromide.

The bond lengths and angles of the title compound (Fig. 1) may be
Considered normal. The conformation of the dimethylamino group is such
That the grouping C2---C1---N---C8 is approximately antiperiplanar
(torsion angle 173.51(13)°). The ring is
planar (r.m.s. deviation 0.054 Å), and the bromine substituent lies
slightly out of the plane (deviation 0.093(1) Å).

There are three predominant secondary interactions that determine the
packing. First, a classical, approximately linear N---H...Br- hydrogen
bond is observed (Table 2). Secondly, the "weak"
hydrogen bond C3---H3...Br- is by far the shortest of several such
interactions (Table 2); if the C---H bond length is set to
1.08 Å, then the normalised H...Br distance (Steiner, 1998)
is only 2.66 Å. Finally, a Br1...Br2 (-x+1, y-1/2, -z+1/2) contact
of 3.6331(4) Å (cf. sum of van der Waals radii 3.70 Å) connects cation
and anion; as usual (see e.g. Jones et al., 1999), the C---Br...Br-
angle is approximately linear at 169.54(4)°.

The combined effect of the two hydrogen bonds is to link two cations and
two anions to form inversion-symmetric
rings of graph set R24(14) (Fig. 2). These are linked by the
Br...Br interactions to form layers parallel to the yz plane.

The blocking of two hydrogen bond donors by methyl groups has thus reduced
the dimensionality of the hydrogen bonding pattern from a two-dimensional
array of classical hydrogen bonds to a zero-dimensional pattern of one
classical and one "weak" hydrogen bond. An intermediate type of system
might be expected for an aniline derivative bearing the group
---N+(CH3)2. Corresponding studies are in progress.
;
_publ_section_exptl_prep
;
```

2.14 g 4-bromo-N,N-dimethylaniline were dissolved in 10 ml ethanol; 1.22 ml hydrobromic acid (48%) were added slowly with stirring. A further 10 ml ethanol were added and the solution stirred for 2 h. The solution was then evaporated to dryness and the residue taken up in the minimum of ethanol. The addition of 30 ml diethyl ether precipitated the product as a white solid, which was filtered off, washed with diethyl ether, and dried in vacuo. Analysis: found, C 34.22, H 3.96, N 4.75%; calc. C 34.20, H 3.95, N 4.98%.

Single crystals were obtained from ethanol/ diethyl ether.

;

\_publ\_section\_exptl\_refinement

;

The following faces (with distances from a common point in mm) were indexed and used for a numerical absorption correction:  
1 1 0, 0.087;  $\backslash=1 \backslash=1$  0, 0.070; 0 0 1, 0.212; 0 0  $\backslash=1$ , 0.178;  
 $\backslash=1$  1 0, 0.063; 1  $\backslash=1$  0, 0.080.

Hydrogen atoms were visible in difference syntheses. The hydrogen bonded to N was refined freely; methyl groups were idealised and refined as rigid groups allowed to rotate but not tip; other hydrogens were included using a riding model starting from calculated positions.

;

\_publ\_section\_references

;

Bruker (1998). Diffractometer software SMART (Version 5.0) and data reduction software SAINT (Version 4). Bruker Analytical X-Ray Systems, Madison, Wisconsin, U.S.A.

Gray, L. & Jones, P.G. (2002a). Z. Naturforsch. B57, 61--72.

Gray, L. & Jones, P.G. (2002b). Z. Naturforsch. B57, 73--82.

Jones, P.G. & Freytag, M. (2001). Z. Naturforsch. B56, 889--896.

Jones, P.G., Freytag, M., Ahrens, B. & Fischer, A.K. (1999). New J. Chem. 23, 1137--1139.

Sheldrick, G.M. (1990). Acta Cryst. A46, 467--473.

Sheldrick, G.M. (1997). "SHELXL-97, a program for refining crystal structures", Univ. of G"ottingen, Germany.

Siemens (1994). XP, molecular graphics program, version 5.03. Siemens Analytical X-Ray Instruments, Madison, U.S.A.

Steiner, T. (1998). Acta Cryst. B54, 456--463.

;

\_publ\_section\_figure\_captions

;

Fig. 1. The formula unit of the title compound in the crystal. Ellipsoids correspond to 50% probability levels; H atom radii are arbitrary.

Fig. 2. Packing diagram of the title compound with view direction perpendicular to the yz plane. Hydrogen atoms not involved in H bonds are omitted for clarity. Hydrogen bonds and Br<sup>...</sup>Br interactions are indicated by dashed lines. There is one such layer per x axis repeat.

;

\_publ\_section\_acknowledgements

;

L.G. was financed under the Erasmus scheme. The authors thank the Fonds der Chemischen Industrie for financial support and Mr A. Weinkauff for technical assistance.

;

#=====



```

data_brmeani

_audit_creation_method          SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common           ?
_chemical_melting_point        ?
_chemical_formula_moiety       'C8 H11 Br N 1+ , Br 1-'
_chemical_formula_sum          'C8 H11 Br2 N'
_chemical_formula_weight       281.00

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
'C' 'C' 0.0033 0.0016
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
'H' 'H' 0.0000 0.0000
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
'N' 'N' 0.0061 0.0033
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
'Br' 'Br' -0.2901 2.4595
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_symmetry_cell_setting         monoclinic
_symmetry_space_group_name_H-M 'P 21/c'

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, y+1/2, -z+1/2'
'-x, -y, -z'
'x, -y-1/2, z-1/2'

_cell_length_a                 9.9511(12)
_cell_length_b                 7.6156(10)
_cell_length_c                 13.5616(16)
_cell_angle_alpha              90.00
_cell_angle_beta               109.104(3)
_cell_angle_gamma              90.00
_cell_volume                   971.1(2)
_cell_formula_units_Z          4
_cell_measurement_temperature  143(2)
_cell_measurement_reflns_used  11315
_cell_measurement_theta_min    2
_cell_measurement_theta_max    28

_exptl_crystal_description     'square prism'
_exptl_crystal_colour          colourless
_exptl_crystal_size_max        0.40
_exptl_crystal_size_mid        0.16
_exptl_crystal_size_min        0.13
_exptl_crystal_density_meas    'not measured'
_exptl_crystal_density_diffn   1.922
_exptl_crystal_density_method  ?
_exptl_crystal_F_000           544
_exptl_absorpt_coefficient_mu  8.286
_exptl_absorpt_correction_type numerical
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.113
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.379

```

```

_exptl_absorpt_process_details      XPREP
_exptl_special_details              ?

_diffn_ambient_temperature          143(2)
_diffn_radiation_wavelength         0.71073
_diffn_radiation_type               MoK\alpha
_diffn_radiation_source              'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator       graphite
_diffn_measurement_device_type       'Bruker SMART 1000 CCD'
_diffn_measurement_method            '\w-scan and \f-scan'
_diffn_detector_area_resol_mean      8.192
_diffn_standards_number              ?
_diffn_standards_interval_count      ?
_diffn_standards_interval_time       ?
_diffn_standards_decay_%             ?
_diffn_reflns_number                 20417
_diffn_reflns_av_R_equivalents        0.0587
_diffn_reflns_av_sigmaI/netI         0.0294
_diffn_reflns_limit_h_min            -14
_diffn_reflns_limit_h_max            14
_diffn_reflns_limit_k_min            -10
_diffn_reflns_limit_k_max            10
_diffn_reflns_limit_l_min            -19
_diffn_reflns_limit_l_max            19
_diffn_reflns_theta_min               2.17
_diffn_reflns_theta_max               30.03
_reflns_number_total                  2837
_reflns_number_gt                     2457
_reflns_threshold_expression          >2sigma(I)

_computing_data_collection            'Bruker SMART (1998)'
_computing_cell_refinement            'Bruker SAINT (1998)'
_computing_data_reduction             'Bruker SAINT'
_computing_structure_solution         'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement       'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics         'Siemens XP (1994)'
_computing_publication_material       SHELXL-97

_refine_special_details
;
Refinement of F2 against ALL reflections. The weighted R-factor wR and
goodness of fit S are based on F2, conventional R-factors R are based
on F, with F set to zero for negative F2. The threshold expression of
F2 > 2sigma(F2) is used only for calculating R-factors(gt) etc. and is
not relevant to the choice of reflections for refinement. R-factors based
on F2 are statistically about twice as large as those based on F, and R-
factors based on ALL data will be even larger.
;

_refine_ls_structure_factor_coef      Fsqd
_refine_ls_matrix_type                full
_refine_ls_weighting_scheme            calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[\s2(Fo2)+(0.0195P)2+0.1484P] where P=(Fo2+2Fc2)/3'
_atom_sites_solution_primary          direct
_atom_sites_solution_secondary        difmap
_atom_sites_solution_hydrogens        geom
_refine_ls_hydrogen_treatment         mixed
_refine_ls_extinction_method           none
_refine_ls_extinction_coef             ?
_refine_ls_number_reflns               2837
_refine_ls_number_parameters           106
_refine_ls_number_restraints           0
_refine_ls_R_factor_all                 0.0232
_refine_ls_R_factor_gt                 0.0180
_refine_ls_wR_factor_ref                0.0425

```

```

_refine_ls_wR_factor_gt      0.0416
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.036
_refine_ls_restrained_S_all  1.036
_refine_ls_shift/su_max      0.002
_refine_ls_shift/su_mean     0.000

loop_
  _atom_site_label
  _atom_site_type_symbol
  _atom_site_fract_x
  _atom_site_fract_y
  _atom_site_fract_z
  _atom_site_U_iso_or_equiv
  _atom_site_adp_type
  _atom_site_occupancy
  _atom_site_symmetry_multiplicity
  _atom_site_calc_flag
  _atom_site_refinement_flags
  _atom_site_disorder_assembly
  _atom_site_disorder_group
C1 C 0.26871(15) 0.17598(19) 0.37364(11) 0.0178(3) Uani 1 1 d . . .
C2 C 0.40844(15) 0.2205(2) 0.43089(12) 0.0208(3) Uani 1 1 d . . .
H2 H 0.4304 0.2674 0.4993 0.025 Uiso 1 1 calc R . .
C3 C 0.51513(16) 0.1956(2) 0.38713(12) 0.0216(3) Uani 1 1 d . . .
H3 H 0.6108 0.2253 0.4252 0.026 Uiso 1 1 calc R . .
C4 C 0.48057(16) 0.12709(18) 0.28734(12) 0.0195(3) Uani 1 1 d . . .
C5 C 0.34207(15) 0.07834(19) 0.23118(12) 0.0199(3) Uani 1 1 d . . .
H5 H 0.3206 0.0282 0.1636 0.024 Uiso 1 1 calc R . .
C6 C 0.23509(15) 0.10383(18) 0.27502(12) 0.0194(3) Uani 1 1 d . . .
H6 H 0.1398 0.0719 0.2374 0.023 Uiso 1 1 calc R . .
N N 0.15816(13) 0.21601(16) 0.42150(10) 0.0180(2) Uani 1 1 d . . .
H0 H 0.1603(19) 0.333(3) 0.4362(14) 0.021(4) Uiso 1 1 d . . .
C7 C 0.18369(18) 0.1234(2) 0.52361(12) 0.0238(3) Uani 1 1 d . . .
H7A H 0.1722 -0.0034 0.5115 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
H7B H 0.1151 0.1648 0.5563 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
H7C H 0.2805 0.1482 0.5698 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
C8 C 0.00855(16) 0.1847(2) 0.35287(13) 0.0245(3) Uani 1 1 d . . .
H8A H -0.0085 0.2464 0.2865 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
H8B H -0.0573 0.2285 0.3874 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
H8C H -0.0067 0.0585 0.3397 0.029 Uiso 1 1 calc R . .
Br1 Br 0.623884(15) 0.10988(2) 0.223544(12) 0.02322(5) Uani 1 1 d . . .
Br2 Br 0.143085(15) 0.631082(19) 0.433847(11) 0.02023(4) Uani 1 1 d . . .

loop_
  _atom_site_aniso_label
  _atom_site_aniso_U_11
  _atom_site_aniso_U_22
  _atom_site_aniso_U_33
  _atom_site_aniso_U_23
  _atom_site_aniso_U_13
  _atom_site_aniso_U_12
C1 0.0188(6) 0.0155(6) 0.0182(7) 0.0013(5) 0.0049(5) 0.0006(5)
C2 0.0211(7) 0.0216(7) 0.0167(7) -0.0013(5) 0.0022(5) -0.0009(5)
C3 0.0176(7) 0.0208(7) 0.0232(7) -0.0001(5) 0.0021(6) -0.0011(5)
C4 0.0195(6) 0.0161(6) 0.0227(7) 0.0016(5) 0.0065(5) 0.0024(5)
C5 0.0213(7) 0.0182(6) 0.0187(7) -0.0019(5) 0.0047(5) -0.0001(5)
C6 0.0178(6) 0.0186(7) 0.0199(7) -0.0008(5) 0.0036(5) -0.0013(5)
N 0.0192(6) 0.0165(6) 0.0173(6) -0.0002(4) 0.0047(5) 0.0008(4)
C7 0.0298(8) 0.0230(7) 0.0195(7) 0.0033(6) 0.0095(6) 0.0027(6)
C8 0.0179(7) 0.0314(8) 0.0234(8) -0.0033(6) 0.0056(6) -0.0020(6)
Br1 0.02030(8) 0.02267(8) 0.02798(9) -0.00246(6) 0.00965(6) -0.00024(5)
Br2 0.01954(7) 0.01842(7) 0.02114(8) -0.00222(5) 0.00447(5) -0.00044(5)

_geom_special_details
;
  All esds (except the esd in the dihedral angle between two l.s. planes)

```

are estimated using the full covariance matrix. The cell esds are taken into account individually in the estimation of esds in distances, angles and torsion angles; correlations between esds in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell esds is used for estimating esds involving l.s. planes.

Non-bonded distances:

3.6331 (0.0004) Br1 - Br2\_\$5  
169.54 ( 0.04) C4 - Br1 - Br2\_\$5

\$5 -x+1, -y+1/2, -z+1/2

Least-squares planes (x,y,z in crystal coordinates) and deviations from them (\* indicates atom used to define plane)

0.4334 (0.0032) x - 7.0081 (0.0020) y + 4.7909 (0.0058) z = 0.6644  
(0.0031)

\* 0.0089 (0.0013) C1  
\* 0.0318 (0.0011) C2  
\* 0.0426 (0.0011) C3  
\* 0.0299 (0.0012) C4  
\* 0.0424 (0.0011) C5  
\* 0.0275 (0.0011) C6  
\* -0.0902 (0.0009) N  
\* -0.0930 (0.0007) Br1

Rms deviation of fitted atoms = 0.0538

;

```
loop_
  _geom_bond_atom_site_label_1
  _geom_bond_atom_site_label_2
  _geom_bond_distance
  _geom_bond_site_symmetry_2
  _geom_bond_publ_flag
C1 C6 1.382(2) . ?
C1 C2 1.394(2) . ?
C1 N 1.4805(18) . y
C2 C3 1.388(2) . ?
C3 C4 1.385(2) . ?
C4 C5 1.389(2) . ?
C4 Br1 1.8992(15) . y
C5 C6 1.392(2) . ?
N C8 1.4942(19) . y
N C7 1.4998(19) . y
C2 H2 0.9500 . ?
C3 H3 0.9500 . ?
C5 H5 0.9500 . ?
C6 H6 0.9500 . ?
N H0 0.91(2) . ?
C7 H7A 0.9800 . ?
C7 H7B 0.9800 . ?
C7 H7C 0.9800 . ?
C8 H8A 0.9800 . ?
C8 H8B 0.9800 . ?
C8 H8C 0.9800 . ?

loop_
  _geom_angle_atom_site_label_1
  _geom_angle_atom_site_label_2
  _geom_angle_atom_site_label_3
  _geom_angle
  _geom_angle_site_symmetry_1
```

```

_geom_angle_site_symmetry_3
_geom_angle_publ_flag
C6 C1 C2 121.13(13) . . . y
C6 C1 N 121.80(12) . . . ?
C2 C1 N 117.03(13) . . . ?
C3 C2 C1 119.44(14) . . . ?
C4 C3 C2 119.28(14) . . . ?
C3 C4 C5 121.39(14) . . . y
C3 C4 Br1 119.20(11) . . . ?
C5 C4 Br1 119.34(11) . . . ?
C4 C5 C6 119.25(14) . . . ?
C1 C6 C5 119.46(13) . . . ?
C1 N C8 115.20(12) . . . y
C1 N C7 112.48(11) . . . y
C8 N C7 109.46(12) . . . y
C3 C2 H2 120.3 . . . ?
C1 C2 H2 120.3 . . . ?
C4 C3 H3 120.4 . . . ?
C2 C3 H3 120.4 . . . ?
C4 C5 H5 120.4 . . . ?
C6 C5 H5 120.4 . . . ?
C1 C6 H6 120.3 . . . ?
C5 C6 H6 120.3 . . . ?
C1 N H0 109.2(11) . . . ?
C8 N H0 103.9(11) . . . ?
C7 N H0 105.9(11) . . . ?
N C7 H7A 109.5 . . . ?
N C7 H7B 109.5 . . . ?
H7A C7 H7B 109.5 . . . ?
N C7 H7C 109.5 . . . ?
H7A C7 H7C 109.5 . . . ?
H7B C7 H7C 109.5 . . . ?
N C8 H8A 109.5 . . . ?
N C8 H8B 109.5 . . . ?
H8A C8 H8B 109.5 . . . ?
N C8 H8C 109.5 . . . ?
H8A C8 H8C 109.5 . . . ?
H8B C8 H8C 109.5 . . . ?

loop_
_geom_torsion_atom_site_label_1
_geom_torsion_atom_site_label_2
_geom_torsion_atom_site_label_3
_geom_torsion_atom_site_label_4
_geom_torsion
_geom_torsion_site_symmetry_1
_geom_torsion_site_symmetry_2
_geom_torsion_site_symmetry_3
_geom_torsion_site_symmetry_4
_geom_torsion_publ_flag
C6 C1 C2 C3 1.5(2) . . . . ?
N C1 C2 C3 -176.15(13) . . . . ?
C1 C2 C3 C4 0.0(2) . . . . ?
C2 C3 C4 C5 -1.7(2) . . . . ?
C2 C3 C4 Br1 175.24(11) . . . . ?
C3 C4 C5 C6 1.9(2) . . . . ?
Br1 C4 C5 C6 -175.04(11) . . . . ?
C2 C1 C6 C5 -1.3(2) . . . . ?
N C1 C6 C5 176.23(13) . . . . ?
C4 C5 C6 C1 -0.4(2) . . . . ?
C6 C1 N C8 -4.11(19) . . . . ?
C2 C1 N C8 173.51(13) . . . . y
C6 C1 N C7 122.27(15) . . . . ?
C2 C1 N C7 -60.11(16) . . . . ?
C2 C1 N H0 57.1(12) . . . . y

```

```
loop_
  _geom_hbond_atom_site_label_D
  _geom_hbond_atom_site_label_H
  _geom_hbond_atom_site_label_A
  _geom_hbond_distance_DH
  _geom_hbond_distance_HA
  _geom_hbond_distance_DA
  _geom_hbond_angle_DHA
  _geom_hbond_site_symmetry_A
N H0 Br2 0.91(2) 2.28(2) 3.1716(13) 167.3(16) .
C3 H3 Br2 0.95 2.79 3.7147(15) 164.7 3_666
C6 H6 Br2 0.95 3.04 3.9052(15) 152.2 2_545
C7 H7A Br2 0.98 2.96 3.9216(16) 168.5 1_545
C7 H7B Br2 0.98 3.04 3.9537(16) 155.2 3_566
C8 H8A Br2 0.98 2.98 3.7043(17) 131.7 2_545
C8 H8B Br2 0.98 3.02 3.9331(16) 156.0 3_566

_diffrn_measured_fraction_theta_max 0.999
_diffrn_reflns_theta_full 30.00
_diffrn_measured_fraction_theta_full 0.999
_refine_diff_density_max 0.420
_refine_diff_density_min -0.574
_refine_diff_density_rms 0.080
# end of cif file
```