

Structure Cristalline et Moléculaire du Tétraphényl-1,2,3,4-Cyclopentadiène

PAR GUY EVRARD,* PAUL PIRET, GABRIEL GERMAIN ET MAURICE VAN MEERSSCHE

Laboratoire de Chimie physique et de Cristallographie, Université de Louvain, Louvain, Belgique

(Reçu le 18 juin 1970)

Crystals of tetraphenyl-1,2,3,4-cyclopentadiene belong to the monoclinic space group $C2/c$ with eight molecules in a unit cell of dimensions $a=26.32$, $b=6.09$, $c=25.99$ Å, $\beta=107.6^\circ$. The crystal structure was determined by the symbolic addition method. The angles between the mean planes of the phenyl rings and that of the central ring are $\varphi(1)=32.5$, $\varphi(2)=69.0$, $\varphi(3)=-69.2$, $\varphi(4)=-22.8^\circ$.

L'étude de la structure du tétraphényl-1,2,3,4-cyclopentadiène a été entreprise en vue de déterminer de quelle manière la molécule se plie aux exigences contradictoires des contraintes stériques et de la conjugaison du système.

Données expérimentales

Le composé a été synthétisé au Collège de France selon la méthode décrite par Rio & Mion-Coatleven (1966). Nous l'avons recristallisé dans un mélange équimolaire de benzène et d'éthanol. On obtient ainsi des aiguilles incolores monocristallines (température de fusion $\approx 180^\circ\text{C}$).

Les cristaux appartiennent au système monoclinique. Les paramètres de la maille cristalline, déterminés à partir de diagrammes de rotation et de Weissenberg suivant [010] (axe d'allongement des aiguilles), valent respectivement:

$$\begin{aligned} a &= 26,32 \pm 0,08 \text{ \AA} \\ b &= 6,09 \pm 0,02 \\ c &= 25,99 \pm 0,08 \\ \beta &= 107,6 \pm 0,2^\circ \end{aligned}$$

Ces valeurs ont été obtenues en employant le rayonnement $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=1,54178$ Å).

Les conditions d'extinction correspondent aux groupes spatiaux Cc et $C2/c$. C'est cette dernière symétrie qui est respectée comme le montre la suite de l'analyse.

La densité des cristaux, estimée à 1,232 par 'flottation' dans un mélange $\text{HgI}_2\text{-KI-H}_2\text{O}$, est proche de la masse volumique calculée pour une maille contenant huit molécules de tétraphénylcyclopentadiène: 1,240 g.cm^{-3} .

Nous avons étudié le réseau réciproque par la méthode photographique. Les diagrammes de Weissenberg ont été enregistrés suivant [010] en équi-inclinaison avec une caméra Nonius équipée d'un intégrateur. Nous avons recueilli 3458 réflexions indépendantes

(72% des réflexions possibles pour le rayonnement $\text{Cu K}\alpha$), par la technique des films superposés – deux séries de quatre films pour chaque plan réciproque hkl , k variant de 0 à 5. Les valeurs relatives des intensités des taches de diffraction ont été estimées par comparaison visuelle à une échelle de noircissement. Ces valeurs relatives s'échelonnent entre 1 et 7568. Nous avons attribué à 770 réflexions trop faibles pour être mesurées une intensité égale aux deux cinquièmes de l'intensité minimale observée.

Toutes ces données ont été corrigées par les facteurs de Lorentz et de polarisation et portées à l'échelle absolue par la méthode statistique de Wilson. Nous avons estimé par cette même méthode le facteur moyen d'agitation thermique à $3,23$ Å². Vu les dimensions réduites du cristal, nous n'avons pas fait de correction pour l'absorption.

Détermination de la structure

Nous avons recherché les coordonnées atomiques en appliquant la méthode de l'addition symbolique (Karle & Karle, 1966). Les facteurs de structure ont donc été transformés en facteurs de structure normalisés E ; l'examen du Tableau 1, qui donne la valeur moyenne et la distribution statistique des E , confirme le fait que le groupe spatial est $C2/c$, centrosymétrique.

Tableau 1. Moyennes statistiques et distribution des E

	Centro- symmetri- que	Non-centro- symmetri- que	Expérimen- tal
$\langle E \rangle$	0,798	0,886	0,801
$\langle E^2 - 1 \rangle$	0,968	0,736	0,900
$\langle E ^2 \rangle$	1,000	1,000	0,948
$ E > 3$	0,3%	0,01%	0,23%
$ E > 2$	5,0%	1,80%	3,51%
$ E > 1$	32,0%	37,0%	30,88%

Les essais en vue de déterminer les signes des facteurs de structure ont été conduits de manière automatique par l'application d'un programme conçu par Germain & Woolfson (1968). Les réflexions choisies comme base de départ sont:

* Titulaire d'une bourse de spécialisation de l'Institut pour l'encouragement de la Recherche Scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture (IRSIA).

- 9 1 21 +	3 1 0 c	Les principales relations entre symboles sont: $df = -(17x)$ $a = +(7x)$ $bcd f = -(16x)$ $abde = -(7x)$ $bd = -(10x)$
6 2 23 +	- 14 2 18 d	
10 4 4 a	- 16 4 11 e	
3 1 2 b	- 3 1 23 f	

Tableau 2. Coordonnées atomiques avec écarts-type, en dix-millièmes des paramètres a, b, c

Coefficients b_{ij} . 10^5 du facteur de température anisotrope:
 $\exp \{-(b_{11}h^2 + b_{22}k^2 + b_{33}l^2 + b_{12}hk + b_{13}hl + b_{23}kl)\}$.

	$10^4.x$	$10^4.y$	$10^4.z$	$10^5.b_{ij}$					
	(σ_x)	(σ_y)	(σ_z)	b_{11}	b_{22}	b_{33}	b_{23}	b_{13}	b_{12}
C(1)	5690 (2)	2496 (8)	8413 (2)	102	1303	90	-16	75	33
C(2)	5991 (2)	1070 (7)	8779 (2)	102	1108	94	0	79	68
C(3)	6385 (2)	37 (8)	8552 (2)	99	1248	94	42	79	100
C(4)	6301 (2)	789 (7)	8036 (2)	110	1145	92	89	75	55
C(5)	5865 (2)	2462 (8)	7915 (2)	128	1721	101	131	94	206
C(6)	5256 (2)	3941 (7)	8451 (2)	102	1287	75	1	35	112
C(7)	5173 (2)	5944 (8)	8176 (2)	139	1781	98	79	48	307
C(8)	4756 (2)	7307 (10)	8191 (2)	163	2008	135	-7	43	346
C(9)	4405 (2)	6687 (10)	8477 (2)	158	2488	137	-170	51	447
C(10)	4493 (2)	4714 (10)	8754 (2)	153	2309	154	-22	112	250
C(11)	4908 (2)	3328 (9)	8741 (2)	120	1960	148	12	112	124
C(12)	5958 (2)	651 (8)	9329 (2)	93	1605	92	98	80	118
C(13)	6088 (2)	2311 (9)	9722 (2)	149	1721	110	-13	110	3
C(14)	6029 (2)	1976 (10)	10228 (2)	204	2412	126	-56	171	40
C(15)	5825 (2)	4 (10)	10351 (2)	198	2428	117	148	144	99
C(16)	5697 (2)	-1633 (10)	9965 (2)	206	2299	139	157	153	-159
C(17)	5756 (2)	-1313 (9)	9458 (2)	143	1895	118	92	109	-71
C(18)	6828 (2)	-1372 (8)	8863 (2)	109	1408	85	114	79	128
C(19)	6742 (2)	-3495 (9)	9026 (2)	156	1601	133	266	112	167
C(20)	7166 (2)	-4771 (10)	9326 (2)	188	2338	160	406	117	520
C(21)	7670 (3)	-3965 (11)	9478 (2)	175	3600	133	276	112	626
C(22)	7766 (2)	-1829 (11)	9316 (3)	145	3695	160	-70	94	221
C(23)	7340 (2)	-556 (9)	9009 (2)	119	2062	136	-112	91	8
C(24)	6560 (2)	178 (8)	7632 (2)	87	1752	93	38	58	42
C(25)	6813 (2)	-1835 (9)	7632 (2)	119	1888	123	-9	100	103
C(26)	7038 (2)	-2381 (9)	7229 (2)	133	2446	141	-160	112	108
C(27)	7013 (2)	-921 (10)	6812 (2)	133	2804	136	-85	130	42
C(28)	6757 (2)	1087 (10)	6801 (2)	162	2929	127	179	136	115
C(29)	6538 (2)	1627 (9)	7204 (2)	150	2095	108	148	110	100

Tableau 2 (suite)

	$10^4 \cdot x$	$10^4 \cdot y$	$10^4 \cdot z$
H(5')	5609	2131	7588
H(5'')	6062	3987	7845
H(7)	5480	6568	8072
H(8)	4692	8868	7939
H(9)	4067	7740	8425
H(10)	4232	4337	8951
H(11)	4993	1851	9016
H(13)	6349	3582	9753
H(14)	6148	3223	0499
H(15)	5722	-0182	0743
H(16)	5494	-2979	0066
H(17)	5627	-2451	9164
H(19)	6449	-4384	8886
H(20)	7072	-6215	9591
H(21)	7973	-5267	9659
H(22)	8205	-1133	9428
H(23)	7393	0910	8784
H(25)	6865	-2867	7957
H(26)	7283	-3798	7267
H(27)	7156	-1296	6540
H(28)	6771	2213	6515
H(29)	6287	3012	7161

Les deux solutions de ces équations sont:

$$\begin{aligned} a=e=+ \\ b=c=d=f=+ou- \end{aligned}$$

Si l'on admet qu'une des relations peut être fautive, nous obtenons encore dix autres solutions plus ou moins probables. Les signes des 250 plus grands facteurs de structure normalisés ont été déterminés dans chacun de ces cas. Sur la base de ces signes, nous avons calculé des synthèses de Fourier, en commençant par les signes les plus probables.

La représentation graphique de la deuxième synthèse fait apparaître clairement les atomes de carbone de la molécule, à l'exception de ceux d'un groupe phényle. Cependant, si la conformation de la molécule semble correcte, sa localisation dans la maille cristalline est inacceptable: certaines distances intermoléculaires sont en effet beaucoup trop courtes.

Cela peut provenir de la mauvaise position de la molécule soit par rapport à l'axe binaire (mauvaise coordonnées x et z), soit par rapport au plan de glissement c (mauvaises coordonnées y), soit par rapport aux deux à la fois.

Des calculs de facteurs de structure, effectués en admettant les symétries $C2$ et Cc et en introduisant par conséquent seulement quatre molécules, ont indiqué

que les coordonnées y étaient probablement correctes. Une synthèse de Fourier effectuée en acceptant la symétrie Cc a fait apparaître les molécules manquantes et a donc permis de localiser l'axe d'ordre deux. (En pratique, nous avons seulement calculé la projection (010) de symétrie $p\bar{1}$. L'axe d'ordre 2 ainsi déterminé pouvait correspondre à la projection des axes 2 ou 2_1 ou des centres de symétrie. Le choix entre ces diverses possibilités a pu se faire en se basant sur des considérations stériques.) La synthèse de Fourier de symétrie $C2/c$ a fait apparaître les atomes manquants et a permis de réduire l'indice de désaccord R à 0,27.

Le résultat final montre que la relation entre symboles qui apparaît le plus fréquemment ($df = -17x$) est en fait fautive, ce qui montre bien l'intérêt du procédé *LSAM*, qui prévoit ce cas. Notons aussi que la série de signes utilisés, qui a permis finalement de résoudre le problème, contient pratiquement autant de signes faux que de signes corrects. Notons enfin que la solution exacte est la neuvième dans l'ordre des probabilités et qu'elle contient seulement 57% de signes corrects. Récemment, Germain, Main & Woolfson (1970) ont mis au point une nouvelle version de leur programme, comportant plusieurs améliorations. Notons par exemple que le choix de la base s'y fait automatiquement en tenant compte de critères plus rigoureux. Le nouveau programme nous aurait mené directement à la solution. En effet la base choisie

$$\begin{array}{cccc} 3 & 1 & 2 & + \\ 5 & 1 & 3 & + \\ 10 & 4 & 4 & a \end{array} \quad \begin{array}{ccc} -14 & 2 & 18 & b \\ 6 & 0 & 2 & c \end{array}$$

donne les relations suivantes (avec leurs probabilités): $ac = -(1,0000)$ $a = +(0,9999)$ $c = -(0,9998)$ ($b = +$ ou $-$). Des 6 solutions possibles, celle qui donne les critères de probabilité les plus élevés ($a = +$, $b = -$, $c = -$) nous a donné des signes pour 372 des 393 réflexions utilisées. Parmi ceux-ci 7 seulement étaient faux.

L'affinement des différents paramètres de la structure a été poursuivi par la méthode des moindres carrés. Les cinq premières itérations ont été conduites en attribuant à chaque atome de carbone un facteur d'agitation thermique isotrope. Les quatre suivantes ont été calculées en tenant compte de l'anisotropie de l'agitation thermique des atomes de carbone. L'indice de désaccord, à ce stade de l'affinement, se réduit à 0,11. Nous avons alors calculé une synthèse de Fourier-dif-

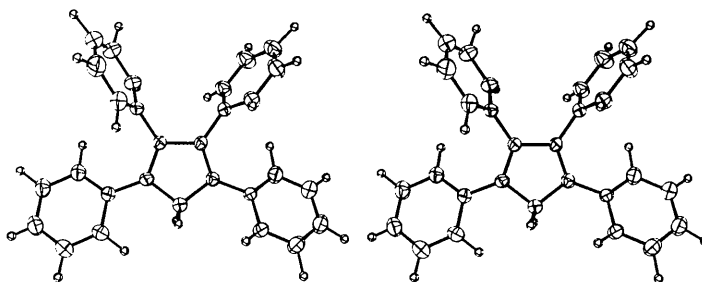


Fig. 1. Représentation stéréoscopique de la molécule de tétraphénylcyclopentadiène.

férence qui a permis de localiser les atomes d'hydrogène. Les coordonnées de ceux-ci ont été introduites dans un ultime calcul des facteurs de structure et l'indice global de désaccord, pour les 2688 réflexions observables, s'est réduit à 0,098 (0,14 pour l'ensemble des 3458 réflexions).

Nos calculs ont été effectués au moyen de programmes cristallographiques de la série NRC (Ahmed, Hall, Pippy & Saunderson, 1966) sur les calculatrices IBM 360/40 du centre de calcul de l'U.C.L. et G-E 425 du Centre d'Informatique des Facultés Notre Dame de la Paix à Namur.

Les valeurs définitives des coordonnées atomiques et des coefficients d'agitation thermique, avec les écarts-type sont consignées dans le Tableau 2. La liste des facteurs de structure observés et calculés peut être obtenue en s'adressant à notre laboratoire.

Description de la structure

La conformation de la molécule est illustrée par la Fig. 1, obtenue grâce au programme *ORTEP* de Johnson (1965).

En première et très large approximation, le tétraphénylcyclopentadiène possède un plan de symétrie passant par l'atome C(5), le milieu de la liaison C(2)–C(3) et perpendiculaire au plan du cyclopentadiène. Les écarts aux positions exigées par cet élément de symétrie sont cependant d'un ordre de grandeur largement supérieur aux limites de précision de l'analyse.

Ils doivent provenir des interactions entre molécules voisines.

Les angles dièdres formés par le plan moyen du cyclopentadiène et les cycles phényles valent:

$$\begin{aligned}\varphi(1) & 32,5^\circ \\ \varphi(2) & 69,0 \\ \varphi(3) & 110,8 (-69,2) \\ \varphi(4) & 157,2 (-22,8)\end{aligned}$$

Les longueurs de liaison sont répertoriées dans le Tableau 3 et partiellement reportées sur la Fig. 2. Pour le noyau cyclopentadiène on remarquera que si les distances C(1)–C(5), C(4)–C(5) et C(2)–C(3) sont comparables à celles relevées par Scharpen & Laurie (1965) pour le cyclopentadiène non substitué (2 fois 1,509 et 1,469 Å), les liaisons doubles présentent une tendance à l'allongement, conséquence de la conjugaison nouvelle vers les substituants aromatiques. L'étirement du lien C(3)–C(4) (1,372 au lieu de 1,342 Å) est plus prononcé que celui de C(1)–C(2) (1,354 au lieu de 1,342 Å), ce qui est peut être à mettre en relation avec la disposition plus favorable à la conjugaison du phényle (4). Il faut remarquer aussi les variations des longueurs des liaisons cyclopentadiène–cycles phényle; bien qu'à la limite de précision de l'analyse, elles vont dans le sens de l'influence attendue de la conjugaison plus ou moins importante du noyau avec les phényles substituants, en fonction de l'angle d'inclinaison φ .

Les substituants aromatiques, compte tenu d'une agitation thermique des atomes plus vive (les coeffi-

Tableau 3. Longueurs de liaison avec écarts-type

Liaisons C–C			
C(1)–C(2)	1,354 (6) Å	C(12)–C(13)	1,404 (7) Å
C(1)–C(5)	1,498 (7)	C(13)–C(14)	1,387 (8)
C(2)–C(3)	1,478 (7)	C(14)–C(15)	1,391 (7)
C(3)–C(4)	1,372 (6)	C(15)–C(16)	1,382 (8)
C(4)–C(5)	1,494 (7)	C(16)–C(17)	1,387 (8)
		C(17)–C(12)	1,391 (7)
C(1)–C(6)	1,468 (7)	C(18)–C(19)	1,400 (7)
C(2)–C(12)	1,480 (6)	C(19)–C(20)	1,388 (8)
C(3)–C(18)	1,476 (7)	C(20)–C(21)	1,356 (9)
C(4)–C(24)	1,461 (7)	C(21)–C(22)	1,413 (9)
		C(22)–C(23)	1,399 (9)
		C(23)–C(18)	1,377 (7)
C(6)–C(7)	1,398 (7)	C(24)–C(25)	1,394 (7)
C(7)–C(8)	1,385 (8)	C(25)–C(26)	1,393 (8)
C(8)–C(9)	1,401 (9)	C(26)–C(27)	1,385 (8)
C(9)–C(10)	1,384 (9)	C(27)–C(28)	1,391 (9)
C(10)–C(11)	1,390 (8)	C(28)–C(29)	1,381 (8)
C(11)–C(6)	1,400 (7)	C(29)–C(24)	1,408 (7)
Liaisons C–H (écart-type de l'ordre de 0,1 Å)			
C(5)–H(5')	0,93 Å	C(17)–H(17)	1,01 Å
C(5)–H(5'')	1,11	C(19)–H(19)	0,92
C(7)–H(7)	1,00	C(20)–H(20)	1,19
C(8)–H(8)	1,14	C(21)–H(21)	1,12
C(9)–H(9)	1,07	C(22)–H(22)	1,18
C(10)–H(10)	1,00	C(23)–H(23)	1,10
C(11)–H(11)	1,13	C(25)–H(25)	1,03
C(13)–H(13)	1,02	C(26)–H(26)	1,06
C(14)–H(14)	1,02	C(27)–H(27)	0,93
C(15)–H(15)	1,14	C(28)–H(28)	1,02
C(16)–H(16)	1,05	C(29)–H(29)	1,06

Tableau 4. Distances intramoléculaires, avec écart-type, entre atomes non liés

C(6)—C(12)	3,175 (6) Å		
C(6)—C(13)	3,510 (7)		
C(11)—C(12)	3,174 (7)	C(12)—H(11)	2,53 Å
C(11)—C(13)	3,427 (8)	C(13)—H(11)	2,93
C(12)—C(18)	3,147 (7)	C(17)—H(11)	2,77
C(12)—C(19)	3,497 (7)	C(18)—H(25)	2,55
C(17)—C(18)	3,604 (8)	C(19)—H(25)	2,92
C(17)—C(19)	3,395 (8)	C(23)—H(25)	2,99
C(18)—C(24)	3,201 (6)		
C(18)—C(25)	3,198 (7)	H(5'')—H(7)	2,39
C(23)—C(24)	3,575 (7)	H(5'')—H(29)	2,12
C(23)—C(25)	3,512 (7)	H(17)—H(19)	2,75

cients d'agitation thermique des atomes C(20) et C(21) sont presque deux fois plus élevés que celui de C(3), par exemple), nous montrons des distances C—C en très bon accord avec la valeur classique: 1,397 Å. La longueur moyenne des liaisons pour chacun des cycles (1), (2), (3) et (4) vaut respectivement 1,393, 1,390, 1,389 et 1,392 Å. La moyenne sur quatre phényles s'établit à 1,391 Å avec un écart moyen de 0,008 Å et une déviation maximale de 0,03 Å.

La distance moyenne entre les atomes de carbone et d'hydrogène liés vaut 1,06 Å; l'écart moyen est de 0,06 Å et la déviation maximale de 0,14 Å [H(19)].

Les distances les plus intéressantes entre atomes non directement liés sont consignées dans le Tableau 4.

Nous avons rassemblé les valeurs des angles de valence dans le Tableau 5. Les angles internes du cyclopentadiène sont comparables à ceux du modèle de Scharpen & Laurie (1965), exception faite de l'angle C(1)—C(5)—C(4) qui s'ouvre légèrement (104,3 au lieu de 102,8°). La direction des liaisons substrat—substituants est peut-être à mettre en rapport avec l'encombrement stérique. On remarquera particulièrement les valeurs

des angles C(2)C(1)C(6) et C(3)C(4)C(24): 129, 6 et 130,2°.

Tableau 5. Angles de valence en degrés et centièmes, avec les écarts-type

C(5)—C(1)—C(2)	109,29 (40)
C(1)—C(2)—C(3)	108,90 (40)
C(2)—C(3)—C(4)	108,90 (40)
C(3)—C(4)—C(5)	108,54 (40)
C(1)—C(5)—C(4)	104,26 (40)
C(5)—C(1)—C(6)	121,08 (40)
C(2)—C(1)—C(6)	129,64 (43)
C(1)—C(2)—C(12)	126,69 (42)
C(3)—C(2)—C(12)	124,35 (40)
C(2)—C(3)—C(18)	124,26 (41)
C(4)—C(3)—C(18)	126,52 (43)
C(3)—C(4)—C(24)	130,21 (43)
C(5)—C(4)—C(24)	121,25 (41)
C(1)—C(6)—C(7)	119,56 (41)
C(1)—C(6)—C(11)	121,70 (42)
C(7)—C(6)—C(11)	118,69 (44)
C(6)—C(7)—C(8)	120,76 (48)
C(7)—C(8)—C(9)	120,56 (53)
C(8)—C(9)—C(10)	118,52 (55)
C(9)—C(10)—C(11)	121,47 (55)
C(6)—C(11)—C(10)	119,98 (49)

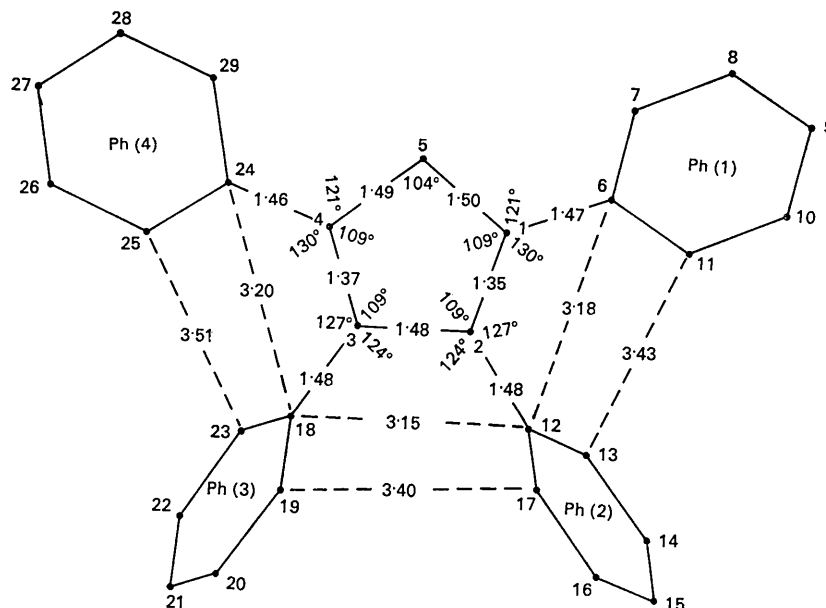


Fig. 2. Projection de la molécule sur le plan du cycle pentagonal. Numérotation des atomes, distances interatomiques et angles de valence.

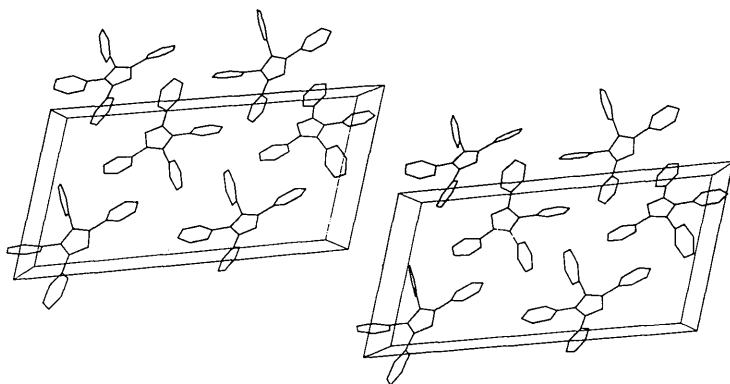


Fig. 3. Vue stéréoscopique d'une partie de la maille. Axe b vertical, c vers la droite, $a/2$ vers le bas de la feuille.

Tableau 5 (suite)

C(2)—C(12)—C(13)	120,39 (43)
C(2)—C(12)—C(17)	121,29 (43)
C(13)—C(12)—C(17)	118,09 (45)
C(12)—C(13)—C(14)	120,80 (50)
C(13)—C(14)—C(15)	120,41 (54)
C(14)—C(15)—C(16)	118,87 (55)
C(15)—C(16)—C(17)	121,07 (55)
C(12)—C(17)—C(16)	120,73 (50)
C(3)—C(18)—C(19)	121,97 (43)
C(3)—C(18)—C(23)	119,10 (43)
C(19)—C(18)—C(23)	118,90 (45)
C(18)—C(19)—C(20)	120,73 (50)
C(19)—C(20)—C(21)	120,66 (57)
C(20)—C(21)—C(22)	119,63 (60)
C(21)—C(22)—C(23)	119,60 (58)
C(18)—C(23)—C(22)	120,45 (51)
C(4)—C(24)—C(25)	123,37 (43)
C(4)—C(24)—C(29)	119,38 (43)
C(25)—C(24)—C(29)	117,18 (45)
C(24)—C(25)—C(26)	121,42 (48)
C(25)—C(26)—C(27)	120,26 (52)
C(26)—C(27)—C(28)	119,31 (53)
C(27)—C(28)—C(29)	120,21 (54)
C(24)—C(29)—C(28)	121,62 (50)

Dans les limites de plus ou moins deux centièmes d'ångström, le cyclopentadiène peut être considéré comme plan. Les distances valent :

(a) par rapport au plan le plus proche des cinq atomes :

C(1)	0,002 Å	C(6)	-0,005 Å
C(2)	0,009	C(9)	0,044
C(3)	-0,018	C(12)	-0,015
C(4)	0,019	C(15)	-0,011
C(5)	-0,012	C(18)	-0,206
		C(21)	-0,616
		C(24)	0,091
		C(27)	0,286

L'écart-type moyen est estimé à 0,005 Å.

Nous constatons que les déviations des atomes de carbone C(6) et C(12) sont faibles et, par conséquent, les liaisons 'externes' qui y aboutissent se maintiennent quasi dans le plan moyen du cyclopentadiène. Par contre, les liaisons C(3)—C(18) et C(4)—C(24) forment des angles de -7 et $+3,5^\circ$ avec ce plan.

(b) par rapport au plan le plus proche des atomes C(1), C(2), C(3) et C(4) :

C(1)	-0,008 Å	C(5)	-0,032 Å
C(2)	0,013	C(6)	-0,021
C(3)	-0,014	C(12)	0,002
C(4)	0,008	C(18)	-0,188
		C(24)	0,075

(écart-type moyen 0,005 Å).

Les quatre groupes phényles sont plans : l'écart maximum vaut 0,009 Å.

La figure stéréoscopique (Fig. 3) obtenue grâce au programme de Johnson (1965) illustre la disposition des molécules dans la maille cristalline. Il faut signaler une distance particulièrement courte : 3,353 Å, entre les atomes C(7) de molécules reliées par l'axe de symétrie d'ordre deux. Ce contact est certainement responsable en partie des écarts à la symétrie m de la molécule. Tous les autres contacts intermoléculaires sont de l'ordre de grandeur des sommes des rayons de van der Waals.

Nous remercions le Professeur G. Rio qui a mis les cristaux à notre disposition, ainsi que Mlle L. De Breucker qui a pris une part importante dans l'obtention des données expérimentales.

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & SAUNDERSON, G. P. (1966). *NRC Crystallographic Programs for the IBM 360 System*. Divisions of Pure Physics and Pure Chemistry, National Research Council, Ottawa, Canada.
- GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 91.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 849.
- RIO, G. & MION-COATLEVEN, J. (1966). *Bull. Soc. Chim. France*, p. 3774.
- SCHARPEN, L. H. & LAURIE, V. W. (1965). *J. Chem. Phys.* **43**, 2765.