

## Structure des Complexes Peroxydiques des Métaux de Transition.

### II. Structure Cristalline du Triperoxy-(*o*-phénanthroline)niobate de Potassium à Trois Molécules d'Eau et de son Perhydrate, $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ et $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$

PAR G. MATHERN ET R. WEISS

*Laboratoire de Cristallochimie associé au C.N.R.S., Institut de Chimie de Strasbourg,  
BP 296/R8, 67-Strasbourg, France*

(Reçu le 8 octobre 1970)

The crystal structures of potassium triperoxy-(*o*-phenanthroline)niobate  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (*A*) and its hydrogen peroxide adduct  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$  (*B*) have been determined by X-ray diffraction. Crystals of compound (*A*) are monoclinic with  $a = 7.255 \pm 0.005$ ,  $b = 12.62 \pm 0.01$ ,  $c = 19.22 \pm 0.02$  Å;  $\beta = 105.9 \pm 0.1^\circ$ ;  $Z = 4$ ; space group  $P2_1/c$ . Crystals of compound (*B*) are triclinic with  $a = 13.84 \pm 0.01$ ,  $b = 7.34 \pm 0.01$ ,  $c = 10.18 \pm 0.01$  Å;  $\alpha = 108.5 \pm 0.2^\circ$ ,  $\beta = 117.1 \pm 0.2^\circ$ ,  $\gamma = 85.5 \pm 0.2^\circ$ ;  $Z = 2$ ; space group  $P\bar{1}$ . The compound (*B*) is a perhydrate. The  $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$  anion has nearly  $C_s$  symmetry, and the coordination polyhedron of the niobium is a dodecahedron. The O–O mean distance in peroxide groups is 1.50 Å.

#### Introduction

Le seul composé comprenant trois groupements peroxydiques liés à un métal de transition, dont la structure cristalline est connue, est  $\text{Na}_4(\text{UO}_2(\text{O}_2)_3) \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (Alcock, 1968). Le polyèdre de coordination de l'uranium est une bipyramide hexagonale. Les trois groupements peroxydiques sont situés dans le plan équatorial.

Dans le cas du composé  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (*A*), il était évident que l'entourage du niobium serait différent: si les trois groupements peroxydiques étaient disposés suivant les six positions équatoriales d'une bipyramide hexagonale, comme dans le cas de l'ion  $\text{UO}_2(\text{O}_2)_3^-$ , les deux atomes d'azote de la phénanthroline occuperaient les deux positions axiales restantes, et les deux liaisons Nb–N feraienr un angle voisin de  $180^\circ$ .

En ce qui concerne le composé  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$  (*B*), les analyses nous indiquaient 4 groupements peroxydiques et un groupement phénanthroline par niobium. Plusieurs autres formulations pouvaient être énoncées car la fonction peroxydique peut se présenter sous forme de coordinats  $\text{O}_2^{2-}$ ,  $\text{O}-\text{OH}^-$ , ou bien sous forme de molécules d'eau oxygénée de cristallisation.

Ce travail a déjà fait l'objet d'une publication préliminaire (Mathern, Weiss & Rohmer, 1970).

#### Partie expérimentale

##### 1 Préparation

Nous avons utilisé la méthode de Djordjevic & Vuletic (1968) qui consiste à faire réagir à  $0^\circ\text{C}$  la phénanthroline sur une solution d'eau oxygénée à 30% contenant du niobate de potassium. Si l'on rajoute la quantité d'alcool adéquate pour arriver juste à saturation et qu'on laisse reposer la solution, le composé

$\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (*A*) cristallise sous forme de fines aiguilles. Les cristaux sont stables à l'air pendant plusieurs semaines à température ordinaire.

Si l'on redissout le composé (*A*) dans de l'eau oxygénée à 35% et qu'on laisse la solution se concentrer lentement à l'air, le composé  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$  (*B*) cristallise. Les cristaux ainsi obtenus sont de petites lamelles en forme de parallélogramme. Ils se décomposent totalement au bout de quelques jours à température ordinaire. Ils peuvent être conservés à  $-10^\circ\text{C}$  à l'obscurité.

Les conditions de formation de ces deux composés sont très voisines; mais les deux sortes de cristaux sont facilement reconnaissables par leurs formes extérieures. Les résultats des analyses sont groupés dans le Tableau suivant:

	( <i>A</i> )	
	% calculé	% trouvé
C	31,2	29,5
H	3,0	3,0
N	6,1	6,2
$\text{O}_2^{2-}$	20,8	21,1

	( <i>B</i> )	
	% calculé	% trouvé
C	29,1	31,6
H	3,2	3,3
N	5,6	5,9
$\text{O}_2^{2-}$	25,7	25,8

Le carbone, l'azote et l'hydrogène ont été dosés par les méthodes classiques d'analyse élémentaire. L'oxygène actif a été dosé par le permanganate en milieu très acide pour éviter la précipitation du niobium.

Après décomposition, le composé (*B*) donne un produit distinct de (*A*), probablement le composé  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Il n'a pas été possible d'ex-

traire l'eau oxygénée de cristallisation du composé (*B*) par l'éther.

## 2. Données cristallographiques et enregistrement des intensités

### A. Composé (*A*)

Les cristaux appartiennent au système monoclinique. L'axe d'allongement est *a*. Les formes principales sont {001}, {011}, {010}, {110}. Les extinctions systématiques sont celles du groupe spatial  $P2_1/c$ . Les paramètres de la maille ont été obtenus à partir des clichés des strates ( $h0l$ ) et ( $hk0$ ) enregistrées sur une chambre de précession étalonnée. Ils valent

$$a = 7,254 \pm 0,005, b = 12,62 \pm 0,01, c = 19,22 \pm 0,02 \text{ \AA};$$

$$\beta = 105,9 \pm 0,1^\circ$$

$$V = 1688 \text{ \AA}^3; Z = 4; M = 462,3.$$

La densité mesurée dans le xylène est  $d_o = 1,79 \pm 0,03$ ; la densité calculée est  $d_c = 1,817$ .

Les intensités des réflexions ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre automatique Pailred. Le cristal utilisé était une fine aiguille de dimensions  $1,5 \times 0,075 \times 0,22$  mm, collée à l'extrémité d'une baguette de verre. Etant donné les dimensions assez réduites du cristal, nous avons utilisé le rayonnement  $K\alpha$  du cuivre. L'axe cristallographique *a* coïncidait avec l'axe  $\omega$  de l'appareil. Nous avons enregistré les strates  $0kl-6kl$ . La vitesse de balayage valait  $2,5^\circ \text{ min}^{-1}$ ; le fond était mesuré pendant 20 sec de part et d'autre de chaque réflexion; le demi-angle de balayage variait de  $1,8$  à  $2,8^\circ$ ; l'ouverture du compteur valait  $2^\circ$ . Les 1640 réflexions indépendantes que nous avons conservées vérifient l'inégalité  $\sigma(I)/I < 0,2$  (Mathern & Weiss, 1971). La résolution est de  $0,95 \text{ \AA}$  ( $2\theta = 106^\circ$ ) dans les directions *b* et *c* et de

$1,08 \text{ \AA}$  dans la direction *a* ( $2\theta = 82^\circ$ ). Les corrections d'absorption ont été effectuées à l'aide du programme *GNABS* (Burnham, 1966). La mesure périodique de 4 réflexions de référence n'a montré aucune variation significative de l'intensité diffractée au cours du temps. Aucune décomposition du cristal n'a donc pu être décelée pendant la durée de l'enregistrement.

### B. Composé (*B*)

Les cristaux appartiennent au système triclinique. Les arêtes qui délimitent les deux grandes faces de la lamelle sont parallèles aux axes *b* et *c*. Le groupe spatial est  $P\bar{1}$  (confirmation *a posteriori*). Les paramètres ont été déterminés à partir des strates ( $hk0$ ) et ( $h0l$ ) enregistrées sur une chambre de précession étalonnée. Ils valent

$$a = 13,84 \pm 0,01, b = 7,34 \pm 0,01, c = 10,18 \pm 0,01 \text{ \AA};$$

$$\alpha = 108,5 \pm 0,2, \beta = 117,1 \pm 0,2, \gamma = 85,5 \pm 0,2^\circ,$$

$$V = 871 \text{ \AA}^3; Z = 2; M = 496.$$

Ces paramètres définissent une maille non conventionnelle. Nous avons cependant utilisé cette maille pour la détermination des coordonnées atomiques. Une réduction de Delaunay (1933) n'a pas révélé de relation entre les paramètres laissant supposer une symétrie supérieure et a permis de calculer les paramètres de la maille conventionnelle:

$$a = 13,84 \pm 0,01, b = 7,34 \pm 0,01, c = 12,91 \pm 0,01 \text{ \AA};$$

$$\alpha = 99,5 \pm 0,2, \beta = 135,4 \pm 0,2^\circ, \gamma = 94,5 \pm 0,2^\circ.$$

La densité mesurée par picnométrie dans le xylène est de  $1,88 \pm 0,03$ , la densité calculée est de 1,89.

Les intensités ont également été mesurées à l'aide du diffractomètre Pailred. Nous avons changé de cristal chaque fois que l'intensité de la réflexion de référence avait baissé de plus de 20%, car la largeur des fais-

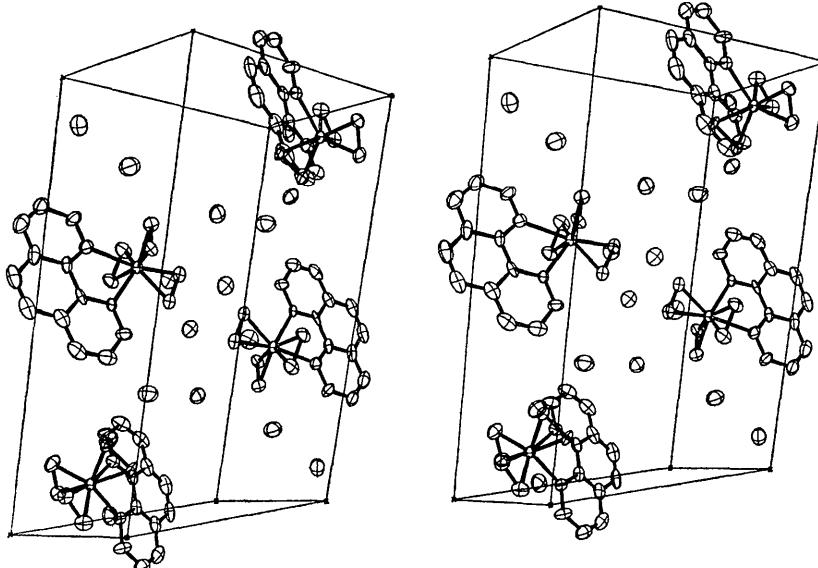


Fig. 1. Disposition des atomes du composé (*A*) dans la maille (vue stéréoscopique).

ceaux diffractés devenait excessive par la suite. Nous avons ainsi utilisé successivement trois cristaux au cours de l'enregistrement, et vérifié que la courbe de décomposition était linéaire en fonction du temps dans le domaine considéré. Les trois cristaux utilisés avaient pratiquement les mêmes dimensions : longueur de l'arête parallèle à  $\mathbf{b}$  1,4 mm; longueur de l'arête parallèle à  $\mathbf{c}$  0,8 mm; épaisseur 0,1 mm.

Le discriminateur d'énergie, centré sur le pic  $K\alpha$  du

molybdène laissait passer 95 % du faisceau diffracté. La vitesse de balayage était de  $2,5^\circ \text{ min}^{-1}$ ; le fond était mesuré pendant 20 sec de part et d'autre de chaque réflexion; le demi-angle de balayage variait de  $1,2$  à  $2^\circ$ ; l'ouverture du compteur était de  $2,5^\circ$ . Nous avons conservé 2348 réflexions indépendantes vérifiant l'inégalité  $\sigma(I)/I < 0,2$  (Mathern & Weiss, 1971). La résolution est de  $0,90 \text{ \AA}$  dans les trois directions ( $2\theta = 48^\circ$ ). Connaissant la variation de l'intensité de la réflexion de

Tableau 1. Paramètres atomiques du composé (A)

Les écarts-type sur les différents paramètres sont indiqués entre parenthèses. Les facteurs de température sont de la forme  $\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$ . Les coefficients BEQ sont les facteurs de température isotrope équivalents ( $\text{\AA}^2$ ), calculés à partir des  $\beta_{ij}$ .

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	BEQ
Nb	0,23078 (11)	0,29352 (6)	0,39992 (4)	1,94
K <sup>+</sup>	0,72740 (34)	0,44120 (22)	0,46005 (15)	3,88
O(1B)	-0,02260 (93)	0,30964 (61)	0,41902 (35)	3,33
O(1A)	-0,02283 (95)	0,34946 (62)	0,34567 (39)	3,65
O(2B)	0,44678 (84)	0,22765 (51)	0,37138 (34)	2,61
O(2A)	0,31747 (84)	0,28629 (60)	0,30900 (32)	2,84
O(3A)	0,38531 (102)	0,37773 (58)	0,48289 (38)	3,47
O(3B)	0,32772 (96)	0,44069 (55)	0,41607 (38)	3,24
C(1)	-0,05951 (171)	-0,06679 (108)	0,30715 (73)	4,41
C(2)	-0,10085 (165)	0,01891 (108)	0,26177 (66)	4,29
C(3)	-0,02545 (156)	0,11955 (98)	0,28674 (57)	3,64
N(4B)	0,08817 (110)	0,13316 (70)	0,35428 (43)	2,75
N(4A)	0,29357 (100)	0,17035 (58)	0,49017 (39)	1,99
C(6)	0,39323 (147)	0,19092 (100)	0,55897 (50)	3,53
C(7)	0,43817 (159)	0,11014 (108)	0,61218 (59)	3,98
C(8)	0,38466 (151)	0,00876 (104)	0,59502 (65)	3,87
C(9)	0,20689 (169)	-0,12175 (89)	0,50027 (76)	3,94
C(10)	0,10224 (180)	-0,13919 (94)	0,43119 (82)	4,38
C(11)	0,05833 (150)	-0,05515 (85)	0,37918 (66)	3,50
C(12)	0,12551 (139)	0,04688 (72)	0,39898 (56)	2,49
C(13)	0,23591 (133)	0,06818 (75)	0,47233 (55)	2,33
C(14)	0,27456 (144)	-0,01669 (87)	0,52231 (61)	3,17
O(1)	0,01353 (117)	0,08082 (63)	0,09133 (45)	4,71
O(2)	0,35077 (129)	0,14591 (74)	0,19541 (43)	5,53
O(3)	0,60522 (104)	0,42580 (62)	0,29391 (41)	4,18

	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
Nb	0,00710 (16)	0,00322 (4)	0,00170 (2)	0,00009 (11)	0,00079 (4)	0,00002 (4)
K <sup>+</sup>	0,01189 (58)	0,00721 (22)	0,00354 (10)	0,00150 (27)	0,00221 (19)	-0,00045 (11)
O(1B)	0,01301 (161)	0,00704 (65)	0,00253 (23)	0,00040 (82)	0,00315 (48)	0,00038 (33)
O(1A)	0,01118 (170)	0,00764 (63)	0,00292 (28)	0,00184 (82)	0,00194 (54)	0,00136 (33)
O(2B)	0,00870 (143)	0,00483 (56)	0,00222 (21)	0,00222 (67)	0,00114 (43)	0,00165 (27)
O(2A)	0,01162 (144)	0,00495 (47)	0,00203 (20)	0,00171 (83)	0,00027 (41)	0,00031 (32)
O(3A)	0,01920 (192)	0,00501 (54)	0,00251 (25)	-0,00352 (83)	0,00173 (57)	-0,00036 (31)
O(3B)	0,01491 (171)	0,00455 (52)	0,00279 (26)	-0,00161 (76)	0,00149 (53)	-0,00023 (30)
C(1)	0,01581 (308)	0,00798 (111)	0,00400 (53)	-0,00379 (141)	0,00364 (99)	-0,00251 (63)
C(2)	0,01739 (299)	0,00860 (114)	0,00308 (44)	-0,00527 (148)	0,00264 (92)	-0,00188 (60)
C(3)	0,01470 (262)	0,00778 (96)	0,00202 (36)	-0,00351 (128)	0,00040 (77)	-0,00117 (49)
N(4B)	0,01083 (197)	0,00543 (68)	0,00199 (28)	-0,00093 (89)	0,00135 (60)	-0,00048 (36)
N(4A)	0,00563 (172)	0,00408 (62)	0,00166 (25)	-0,00156 (71)	0,00085 (51)	-0,00005 (28)
C(6)	0,01677 (259)	0,00818 (104)	0,00136 (30)	-0,00179 (135)	0,00058 (67)	0,00034 (50)
C(7)	0,01544 (286)	0,00915 (118)	0,00230 (40)	0,00140 (143)	0,00180 (82)	0,00065 (55)
C(8)	0,00970 (264)	0,00874 (113)	0,00339 (45)	0,00258 (136)	0,00329 (84)	0,00197 (58)
C(9)	0,01645 (293)	0,00420 (82)	0,00512 (58)	0,00239 (121)	0,00616 (108)	0,00091 (56)
C(10)	0,01889 (329)	0,00467 (89)	0,00558 (62)	-0,00084 (132)	0,00680 (117)	0,00003 (60)
C(11)	0,01392 (271)	0,00404 (78)	0,00434 (50)	-0,00246 (113)	0,00463 (95)	-0,00127 (50)
C(12)	0,01258 (237)	0,00210 (63)	0,00293 (38)	-0,00093 (98)	0,00280 (74)	-0,00081 (40)
C(13)	0,00766 (223)	0,00390 (72)	0,00278 (37)	-0,00016 (97)	0,00401 (72)	0,00064 (41)
C(14)	0,01068 (251)	0,00570 (86)	0,00343 (42)	0,00175 (113)	0,00472 (85)	0,03044 (49)
O(1)	0,02141 (213)	0,00716 (70)	0,00392 (34)	-0,00163 (97)	0,00244 (68)	0,00020 (37)
O(2)	0,03467 (274)	0,00831 (75)	0,00307 (32)	-0,00093 (117)	0,00211 (75)	-0,00055 (39)
O(3)	0,01578 (186)	0,00743 (67)	0,00308 (29)	-0,00082 (86)	0,00016 (57)	0,00075 (34)

référence en fonction du temps, les différentes réflexions ont pu être corrigées de façon à ramener l'intensité à la valeur qu'elle avait à l'instant 0. Les corrections d'absorption ont été faites à l'aide du programme *GNABS* de Burnham (1966). Nous avons utilisé une constante d'échelle  $K$ , définie par  $K = \sum I_o / \sum F_c$  pour chacun des trois cristaux; les  $I_o$  et les  $F_c$  sont les intensités relatives et les facteurs de structures calculés, relatifs au cristal considéré.

### Résolution et affinement des deux structures

Dans les deux cas, nous avons pu facilement trouver les coordonnées des atomes de niobium et de potassium à partir de la fonction de Patterson. Les autres atomes ont été aisément localisés sur les sections de densité électronique calculées en utilisant les signes déterminés par les coordonnées des atomes de niobium et de potassium. Dans le cas du composé (*B*), il était logique

Tableau 2. *Paramètres atomiques du composé (B)*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	BEQ
NB	0,15603 (5)	0,22020 (9)	0,27826 (7)	1,42
K <sup>+</sup>	0,00177 (12)	0,67860 (23)	0,21943 (18)	2,53
O(1 <i>B</i> )	0,17995 (35)	0,45256 (64)	0,23494 (54)	2,07
O(1 <i>A</i> )	0,08501 (34)	0,31717 (66)	0,09727 (51)	2,17
O(2 <i>B</i> )	0,17086 (41)	0,03619 (76)	0,30418 (60)	2,56
O(2 <i>A</i> )	0,08065 (36)	0,04129 (67)	0,14817 (53)	2,40
O(3 <i>A</i> )	0,14182 (36)	0,35461 (74)	0,47275 (54)	2,53
O(3 <i>B</i> )	0,03416 (37)	0,30896 (84)	0,32857 (59)	3,21
C(1)	0,41171 (69)	-0,08118 (113)	0,04580 (96)	3,08
C(2)	0,30160 (68)	-0,09171 (112)	-0,05114 (94)	3,13
C(3)	0,23236 (61)	0,00188 (110)	0,01144 (81)	2,55
N(4 <i>B</i> )	0,26763 (44)	0,09842 (82)	0,16111 (66)	2,01
N(4 <i>A</i> )	0,33542 (42)	0,29249 (80)	0,46453 (64)	1,78
C(6)	0,36681 (57)	0,39222 (106)	0,61220 (79)	2,39
C(7)	0,47790 (64)	0,43488 (125)	0,72322 (91)	3,30
C(8)	0,55606 (60)	0,36093 (126)	0,67556 (96)	3,26
C(9)	0,60185 (60)	0,16753 (127)	0,46300 (110)	3,26
C(10)	0,56788 (62)	0,06032 (131)	0,31388 (112)	3,44
C(11)	0,45319 (57)	0,02886 (112)	0,20433 (92)	2,60
C(12)	0,37854 (53)	0,11628 (101)	0,25828 (82)	2,09
C(13)	0,41297 (50)	0,22161 (96)	0,41648 (78)	1,89
C(14)	0,52525 (55)	0,25261 (113)	0,52075 (88)	2,48
O(1)	0,15000 (44)	0,13754 (82)	0,66296 (62)	3,46
O(2)	0,89503 (43)	0,25653 (81)	0,44435 (66)	3,53
O(3)	0,83006 (41)	0,39375 (77)	-0,01320 (63)	3,15
Ox(1)	0,33226 (49)	0,31122 (91)	-0,06719 (74)	4,56
Ox(2)	0,32416 (50)	0,49519 (88)	-0,08887 (71)	4,13

	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
Nb	0,00157 (3)	0,00733 (21)	0,00605 (8)	0,00016 (4)	0,00089 (4)	0,00300 (7)
K <sup>+</sup>	0,00363 (11)	0,01319 (40)	0,00981 (26)	0,00056 (14)	0,00258 (14)	0,00417 (24)
O(1 <i>B</i> )	0,00250 (31)	0,00771 (107)	0,00922 (74)	-0,00103 (40)	0,00096 (40)	0,00323 (66)
O(1 <i>A</i> )	0,00264 (31)	0,01079 (111)	0,00674 (67)	-0,00061 (41)	-0,00023 (37)	0,00364 (65)
O(2 <i>B</i> )	0,00462 (38)	0,00948 (119)	0,00904 (77)	0,00013 (47)	0,00133 (43)	0,00500 (75)
O(2 <i>A</i> )	0,00298 (32)	0,01035 (112)	0,00779 (72)	-0,00198 (42)	-0,00042 (39)	0,00326 (67)
O(3 <i>A</i> )	0,00317 (34)	0,01741 (130)	0,00708 (72)	0,00079 (48)	0,00209 (41)	0,00259 (72)
O(3 <i>B</i> )	0,00232 (34)	0,02437 (155)	0,00997 (83)	0,00046 (52)	0,00204 (44)	0,00275 (86)
C(1)	0,00719 (68)	0,01121 (179)	0,01285 (135)	0,00195 (79)	0,00610 (81)	0,00525 (116)
C(2)	0,00693 (68)	0,01052 (178)	0,01191 (131)	-0,00001 (76)	0,00522 (79)	0,00228 (112)
C(3)	0,00539 (58)	0,01369 (177)	0,00644 (107)	-0,00029 (72)	0,00302 (65)	0,00265 (101)
N(4 <i>B</i> )	0,00300 (41)	0,00960 (134)	0,00719 (91)	-0,00015 (51)	0,00191 (50)	0,00165 (80)
N(4 <i>A</i> )	0,00234 (38)	0,00870 (128)	0,00664 (85)	-0,00040 (49)	0,00131 (46)	0,00199 (77)
C(6)	0,00378 (50)	0,01352 (174)	0,00584 (102)	-0,00080 (66)	0,00078 (58)	0,00304 (99)
C(7)	0,00414 (58)	0,01897 (211)	0,00820 (117)	-0,00244 (78)	0,00013 (66)	0,00270 (116)
C(8)	0,00298 (51)	0,02040 (216)	0,01149 (134)	-0,00157 (76)	0,00035 (67)	0,00733 (132)
C(9)	0,00263 (49)	0,01916 (213)	0,01780 (164)	0,00206 (74)	0,00359 (73)	0,01076 (150)
C(10)	0,00382 (57)	0,01993 (225)	0,01747 (167)	0,00291 (81)	0,00420 (81)	0,01143 (153)
C(11)	0,00349 (50)	0,01549 (186)	0,01213 (126)	0,00281 (69)	0,00410 (67)	0,00693 (116)
C(12)	0,00279 (46)	0,01098 (161)	0,00906 (112)	0,00129 (61)	0,00223 (59)	0,00478 (100)
C(13)	0,00227 (44)	0,00959 (151)	0,00863 (106)	0,00020 (57)	0,00154 (57)	0,00488 (98)
C(14)	0,00256 (48)	0,01550 (188)	0,01005 (119)	0,00068 (65)	0,00153 (61)	0,00678 (114)
O(1)	0,00569 (43)	0,01825 (146)	0,01096 (88)	-0,00087 (57)	0,00292 (51)	0,00462 (87)
O(2)	0,00512 (43)	0,01667 (143)	0,01454 (99)	-0,00107 (56)	0,00445 (54)	0,00313 (88)
O(3)	0,00459 (39)	0,01601 (136)	0,01339 (92)	-0,00020 (52)	0,00401 (50)	0,00519 (85)
Ox(1)	0,00678 (50)	0,01877 (166)	0,01689 (116)	0,00129 (65)	0,00269 (61)	0,00668 (105)
Ox(2)	0,00785 (51)	0,01686 (150)	0,01673 (111)	-0,00019 (63)	0,00587 (63)	0,00610 (99)

de supposer dans un premier temps que le groupe spatial serait  $P\bar{I}$ ; le fait que les positions des autres atomes ont pu être facilement déterminées et que ces mêmes

positions s'affinent correctement est une confirmation du groupe  $P\bar{I}$ . Les facteurs de diffusion utilisés étaient ceux de Moore (1963); les corrections de dispersion

Tableau 3. *Environnement des molécules d'eau, d'eau oxygénée et des ions K<sup>+</sup>*

Composé (A)

<i>I:O(1)</i>						<i>I:O(2)</i>					
<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>	<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>
K <sup>+</sup>	4	-1	0	1	2,809 Å	O(3)	3	1	-1	0	2,797 Å
O(2)	1	0	0	0	2,826	O(1)	1	0	0	0	2,826
K <sup>+</sup>	3	1	-1	0	2,937	O(2A)	1	0	0	0	2,873
O(3B)	3	0	-1	0	3,014	<i>I:K<sup>+</sup></i>					
O(1A)	3	0	-1	0	3,155	<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>
<i>I:O(3)</i>						O(1B)	1	1	0	0	2,729
<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>	O(3A)	2	1	1	1	2,754
O(1A)	1	1	0	0	2,780	O(3A)	1	0	0	0	2,755
O(2)	3	1	0	0	2,797	O(3B)	1	0	0	0	2,789
O(2A)	1	0	0	0	2,806	O(1)	4	1	0	0	2,808
K <sup>+</sup>	1	0	0	0	3,078	O(3B)	2	1	1	1	2,928
						O(1)	3	1	0	0	2,937
						O(3)	1	0	0	0	3,078

Composé (B)

<i>I:O(1)</i>						<i>I:O(2)</i>					
<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>	<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>
Ox(1)	1	0	0	1	2,740	O(1)	2	1	0	1	2,760
O(2)	2	1	0	1	2,760	O(3B)	1	1	0	0	2,778
O(3A)	1	0	0	0	2,835	O(3A)	2	1	1	1	2,786
K <sup>+</sup>	2	0	1	1	2,913	K <sup>+</sup>	2	1	1	1	2,934
<i>I:O(3)</i>						O(3B)	2	1	1	1	3,200
<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>	<i>I:K<sup>+</sup></i>					
Ox(2)	2	1	1	0	2,739	O(2A)	1	0	1	0	2,824
O(1B)	2	1	1	0	2,775	O(1B)	1	0	0	0	2,833
K <sup>+</sup>	1	1	0	0	2,854	O(3)	1	-1	0	0	2,854
O(2A)	2	1	0	0	2,983	O(1A)	2	0	1	0	2,894
O(1A)	2	1	1	0	3,014	O(2B)	1	0	1	0	2,897
C(3)	2	1	0	0	3,104	O(1)	2	0	1	1	2,913
Ox(1)	2	1	1	0	3,192	O(2)	2	1	1	1	2,934
						O(1A)	1	0	0	0	2,941
						O(3B)	1	0	0	0	3,174
<i>I:Ox(1)</i>						<i>I:Ox(2)</i>					
<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>	<i>J</i>	EQ	TX	TY	TZ	<i>D</i>
O(1)	1	0	0	-1	2,740	O(3)	2	1	1	0	2,739
C(2)	1	0	0	0	3,088	C(2)	1	0	1	0	2,945
O(3)	2	1	1	0	3,192	C(1)	1	0	1	0	3,067

*D* est la distance entre les atomes *I* et *J*. EQ est le numéro de la position équivalente de l'atome *J*, dans l'ordre où elles sont données dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1969). TX, TY, TZ sont les translations apportées à l'atome *J* suivant les axes, en unités relatives. Nous n'avons porté dans le Tableau que les distances *D* inférieures à 3,20 Å.

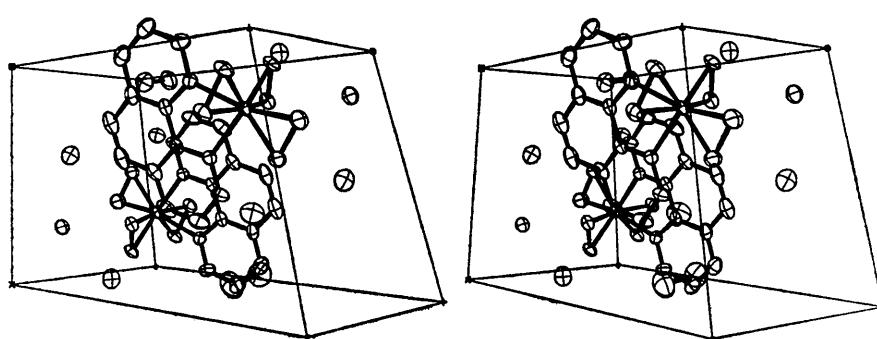
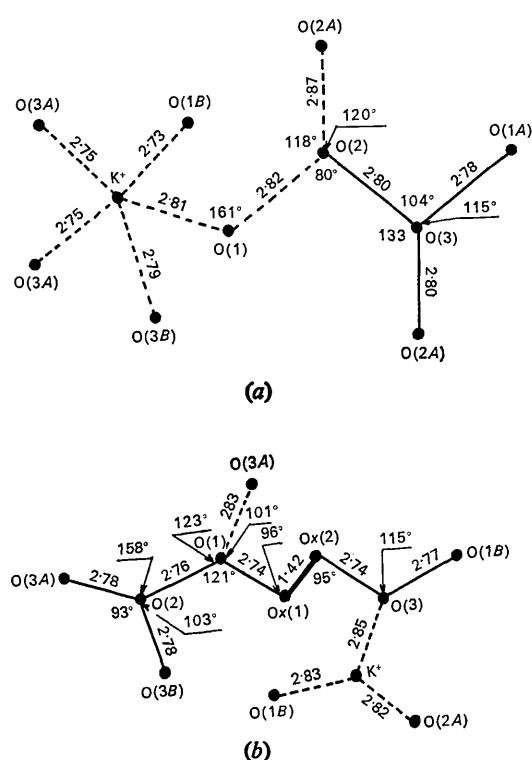


Fig. 2. Disposition des atomes du composé (B) dans la maille (vue stéréoscopique).



**Fig. 3.** Environnement des molécules d'eau et d'eau oxygénée;  
 (a) composé (A), (b) composé (B)

anomale ont été appliquées au niobium et au potassium. Dans un premier temps, nous avons affiné les coordonnées et facteurs d'agitation thermique isotrope, ce qui a conduit aux valeurs suivantes des facteurs de fiabilité

Composé (A)  $R_1 = 0,074$ ;  
 Composé (B)  $R_1 = 0,085$ .

Les bornes de pondération  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$ ,  $B_4$  valaient respectivement 20, 30, 80, 200 e pour le composé (A) et 15, 20, 45, 150 e pour le composé (B) (Mathern & Weiss, 1971). Par la suite, tous les atomes ont été dotés de facteurs d'agitation thermique anisotrope. Les valeurs finales des facteurs de fiabilité sont

Composé (A)  $R_1 = 0,049$ ,  $R_2 = 0,051$ ;  
 Composé (B)  $R_1 = 0,047$ ,  $R_2 = 0,051$ .

Au cours du dernier cycle d'affinement, les déplacements sur les paramètres étaient inférieurs au dixième de l'écart-type correspondant. Les résidus sur la dernière fonction différence valent au plus 1,2 e. $\text{\AA}^{-3}$  en valeur absolue pour chacune des deux structures. Nous n'avons pas cherché à localiser les atomes d'hydrogène.

Les valeurs finales des coordonnées atomiques et des facteurs d'agitation thermique anisotrope sont groupés dans les Tableaux 1 et 2.

Les facteurs de structure calculés et observés pour les composés (*A*) et (*B*) sont donnés dans les Tableaux 9 et 10.

Tableau 4. *Plans movens*

### Composé ( $A$ )

<i>N</i>	Nature du plan	<i>U</i>	<i>V</i>	<i>W</i>	<i>D</i>	<i>d<sub>m</sub></i>	$\chi^2_0$	<i>P</i>
1 4	O(1 <i>A</i> ), O(1 <i>B</i> ), O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	0,3424	0,8548	0,3900	5,5654	0,02	18	< 0,001
2 5	Nb, N(1 <i>A</i> ), N(1 <i>B</i> ), O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	0,9339	-0,2683	-0,2362	-3,1395	0,008	3	0,20
3 4	N(1 <i>A</i> ), N(1 <i>B</i> ), O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	0,9342	-0,2685	-0,2348	-3,1272	0,008	3	0,20
4 14	phénanthroline	0,9458	-0,1862	-0,2662	-3,2465	0,08	163	< 0,001
5 6	cycle gauche	0,9296	-0,1947	-0,3129	-3,5182	0,006	2	0,60
6 6	cycle du milieu	0,9463	-0,1990	-0,2548	-3,1248	0,007	2	0,60
7 6	cycle droit	0,9548	-0,1795	-0,2371	-2,9615	0,013	2	0,60

### Composé (*B*)

1	4	O(1 <i>A</i> ), O(1 <i>B</i> ), O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	0,8737	-0,2325	-0,4274	-0,0302	0,009	9	0,001
2	5	Nb, N(1 <i>A</i> ), B(1 <i>B</i> ), O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	0,1873	0,9690	-0,1611	0,5893	0,07	289	< 0,001
3	4	N(1 <i>A</i> ), N(1 <i>B</i> ), O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	0,1899	0,9702	-0,1505	0,6403	0,06	252	< 0,001
4	14	phénanthroline	0,2571	0,9467	-0,1942	0,7143	0,08	345	< 0,001
5	6	cycle gauche	0,2971	0,9351	-0,1932	0,8837	0,02	21	< 0,001
6	6	cycle du milieu	0,2601	0,9418	-0,2128	0,6744	0,02	21	< 0,001
7	6	cycle droit	0,2232	0,9524	-0,2077	0,5292	0,02	7	< 0,001

$N$  est le nombre d'atomes définissant le plan moyen. Les équations des plans moyens sont  $UX + VY + WZ = D$ , en coordonnées trirectangles. La matrice de passage des coordonnées relatives aux coordonnées absolues ( $\text{\AA}$ ) dans le système trirectangle est

$$M = \begin{vmatrix} 7,255 & 0 & -5,255 \\ 0 & 12,626 & 0,0 \\ 0 & 0 & 18,484 \end{vmatrix} \text{ pour le composé (A),}$$

$$M = \begin{vmatrix} 13,835 & 0,580 & -4,637 \\ 0 & 7,322 & -2,874 \\ 0 & 8,598 \end{vmatrix} \text{ pour le composé (B).}$$

$d_m$  est la déviation maximum ( $\text{\AA}$ ) au plan. Le coefficient  $\chi_0^2$  est égal à  $\sum d_i^2/\sigma_i^2$  où les  $d_i$  sont les distances des atomes au plan moyen et les  $\sigma_i$  les écarts-type correspondants sur ces distances.  $P$  est la probabilité (dans le cas d'une distribution en  $\chi^2$ ) d'obtenir un coefficient  $\chi^2$  supérieur à  $\chi_0^2$ . Les coefficients  $U$ ,  $V$ ,  $W$ ,  $D$  ont été calculés par moindres carrés d'après la méthode de Schomaker, Waser, Marsh & Bergman (1959).

### Discussion

#### 1. L'édifice cristallin

La structure du composé (*A*) est un assemblage d'ions  $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$  et  $\text{K}^+$  et de molécules d'eau libres. Le composé (*B*) est un perhydrate: en plus des ions et molécules déjà rencontrés dans le réseau du composé (*A*), on trouve des molécules d'eau oxygénée de cristallisation. Les ions  $\text{K}^+$  et les molécules d'eau et d'eau oxygénée sont disposés dans les lacunes laissées par les anions complexes plus volumineux.

Dans le cas du perhydrate, l'empilement est plus compact: la différence entre le volume occupé par un motif  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}, \text{H}_2\text{O}_2$  et celui occupé par un motif  $\text{KNb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  est de  $13 \text{ \AA}^3$ . Or le volume occupé par une molécule d'eau oxygénée est de  $33 \text{ \AA}^3$  (Abrahams, Collin & Lipscomb, 1951). De plus, dans le composé (*A*), les molécules d'eau sont situées à plus de  $3,5 \text{ \AA}$  des atomes de carbone, tandis que dans le composé (*B*) un certain nombre de distances  $\text{C} \cdots \text{O}$  entre des atomes de carbone de la phénanthroline et des atomes d'oxygène appartenant à une molécule  $\text{H}_2\text{O}$ , ou  $\text{H}_2\text{O}_2$ , sont inférieures à la valeur  $3,15 \text{ \AA}$ , qui correspond à la somme des rayons de van der Waals du carbone et de l'azote (Tableau 3).

Les contacts  $\text{O} \cdots \text{O}$  les plus courts sont voisins de  $2,80 \text{ \AA}$  et correspondent probablement à des liaisons hydrogène; les distances  $\text{O} \cdots \text{O}$  sont voisines de celles données par Pimentel & MacClellan (1960). Comme le montre la Fig. 3, les molécules d'eau et d'eau oxygénée sont liées entre elles par liaison hydrogène. L'empilement des différents motifs est représenté sur les Figs. 1 et 2.

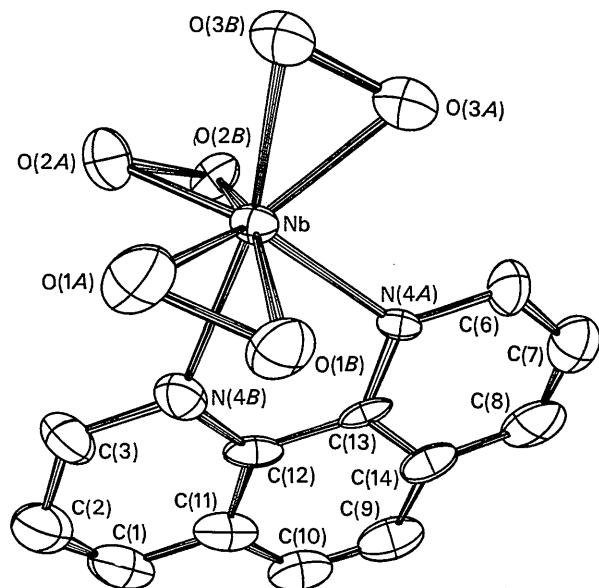


Fig. 4. L'ion  $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$ : géométrie et nomenclature des atomes.

#### 2. L'ion $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$ (Fig. 4)

La coordinence du niobium est de 8; le plan moyen (*a*) des 4 atomes O(1A), O(1B), O(2A), O(2B) est pratiquement perpendiculaire au plan moyen (*b*) des 4 atomes O(3A), O(3B), N(4A), N(4B) [les angles dièdres valent respectivement  $89,9$  et  $89,8^\circ$  pour les composés (*A*) et (*B*)]. Le polyèdre de coordination du niobium est donc un dodécaèdre (Lippard & Russ, 1968).

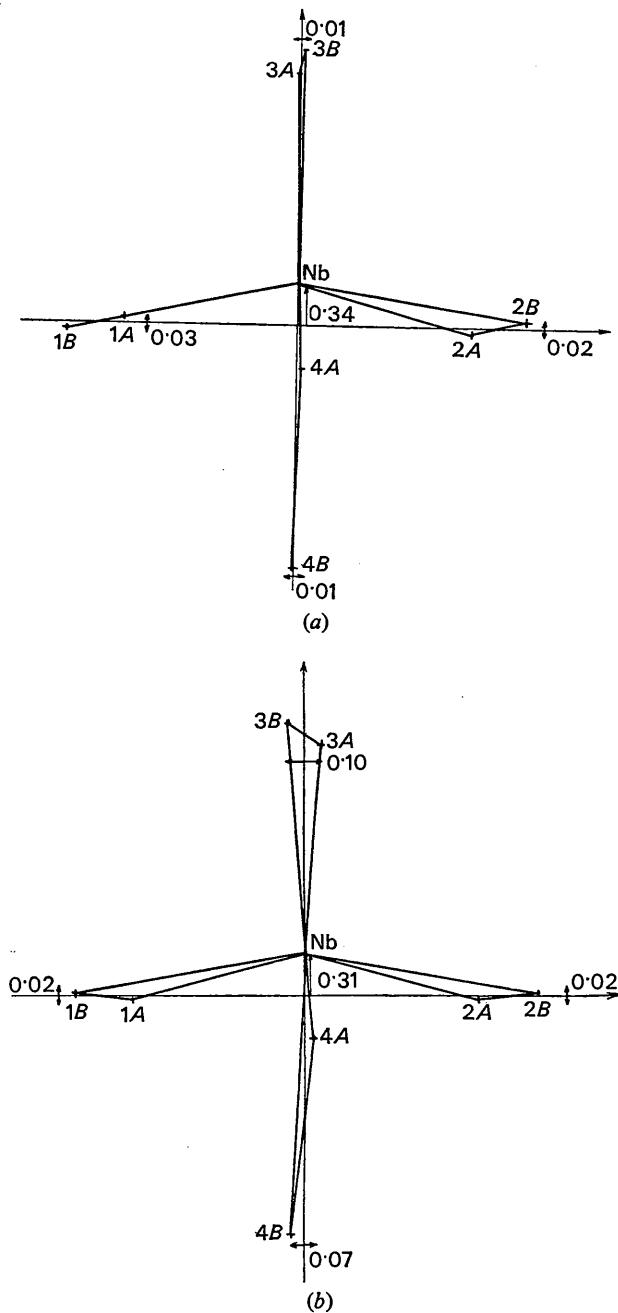


Fig. 5. Projections parallèles à la droite d'intersection des 2 trapézoïdes du dodécaèdre (axe 4 du dodécaèdre idéal); (a) composé (*A*), (b) composé (*B*).

L'atome de niobium est très proche du plan moyen (*b*), mais il s'écarte significativement du plan moyen (*a*). Effectivement, il est situé à 0,32 Å de ce plan, du côté des atomes O(3*A*) et O(3*B*). Cette distortion du polyèdre de coordination est due aux interactions stériques entre les atomes d'oxygène O(3*A*) et O(3*B*) d'une part, et les atomes d'oxygène O(1*A*), O(1*B*), O(2*A*), O(2*B*) d'autre part.

Tableau 5. Distances des atomes de la phénanthroline au plan moyen de la molécule

Composé (A)			
C(1)	-0,043 Å	C(8)	-0,020 Å
C(2)	-0,079	C(7)	-0,061

Tableau 5 (suite)

Composé (A)			
C(3)	-0,045	C(6)	-0,033
N(4 <i>B</i> )	0,034	N(4 <i>A</i> )	0,012
C(12)	0,051	C(13)	0,033
C(11)	0,026	C(14)	0,003
C(10)	0,010	C(9)	0,004

Composé (B)			
C(1)	-0,080	C(8)	0,048
C(2)	-0,005	C(7)	0,027
C(3)	0,061	C(6)	-0,050
N(4 <i>B</i> )	0,035	N(4 <i>A</i> )	-0,043
C(12)	0,013	C(13)	-0,001
C(11)	-0,039	C(14)	0,035
C(10)	-0,019	C(9)	0,028

Tableau 6. Groupements peroxydiques: distances et angles

Les écarts-type sont indiqués entre parenthèses.

Composé (A)			
	Nb–O( <i>A</i> )	Nb–O( <i>B</i> )	O( <i>A</i> )–O( <i>B</i> )
O(1 <i>A</i> ), O(1 <i>B</i> )	1,980 (7) Å	1,981 (7) Å	1,496 (11) Å
O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	2,014 (7)	1,979 (7)	1,500 (8)
O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	1,988 (7)	1,981 (7)	1,470 (10)
	O( <i>A</i> )–Nb–O( <i>B</i> )	Nb–O( <i>A</i> )–O( <i>B</i> )	Nb–O( <i>B</i> )–O( <i>A</i> )
O(1 <i>A</i> ), O(1 <i>B</i> )	44,4 (3)°	67,8 (4)°	67,8 (4)°
O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	44,1 (3)	66,7 (4)	69,2 (4)
O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	43,5 (3)	68,0 (4)	68,5 (4)
Composé (B)			
	Nb–O( <i>A</i> )	Nb–O( <i>B</i> )	O( <i>A</i> )–O( <i>B</i> )
O(1 <i>A</i> ), O(2 <i>A</i> )	1,986 (5) Å	1,979 (6) Å	1,524 (5) Å
O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	1,994 (5)	1,966 (6)	1,499 (6)
O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	2,005 (6)	1,982 (6)	1,503 (6)
	O( <i>A</i> )–Nb–O( <i>B</i> )	Nb–O( <i>A</i> )–O( <i>B</i> )	Nb–O( <i>B</i> )–O( <i>A</i> )
O(1 <i>A</i> ), O(2 <i>A</i> )	45,2 (3)°	67,2 (3)°	67,6 (3)°
O(2 <i>A</i> ), O(2 <i>B</i> )	44,5 (3)	66,8 (3)	68,8 (3)
O(3 <i>A</i> ), O(3 <i>B</i> )	44,3 (3)	67,1 (3)	68,6 (3)

Tableau 7. Groupement phénanthroline: distances et angles

Les écarts-type sont indiqués entre parenthèses.

Composé (A)			
	C(1)–C(2)	C(2)–C(3)	C(3)–N(4 <i>B</i> )
	C(8)–C(7)	C(7)–C(6)	C(6)–N(4 <i>A</i> )
	1,371 (19) Å	1,415 (18) Å	1,345 (12) Å
	1,352 (18)	1,418 (17)	1,347 (11)
Composé (B)			
	1,378 (11)	1,403 (14)	1,325 (9)
	1,384 (14)	1,416 (9)	1,320 (9)
Moyenne	1,371	1,413	1,334
Composé (A)			
	N(4 <i>B</i> )–C(12)	C(12)–C(11)	C(11)–C(1)
	N(4 <i>A</i> )–C(13)	C(13)–C(14)	C(14)–C(8)
	1,368 (13)	1,393 (14)	1,422 (16)
	1,371 (12)	1,415 (15)	1,443 (15)
Composé (B)			
	1,384 (8)	1,402 (12)	1,411 (10)
	1,374 (10)	1,412 (9)	1,395 (11)
Moyenne	1,374	1,405	1,417
Composé (A)			
	C(11)–C(10)	C(9)–C(10)	C(12)–C(13)
	C(14)–C(9)		
	1,433 (18)	1,355 (19)	1,443 (13)
	1,437 (16)		
Composé (B)			
	1,447 (9)	1,340 (13)	1,410 (10)
	1,445 (13)		
Moyenne	1,440	1,347	1,426

Tableau 7 (suite)

	C(1)-C(2)-C(3) C(8)-C(7)-C(6)	C(2)-C(3)-N(4B) C(7)-C(6)-N(4A)	C(3)-N(4B)-C(12) C(6)-N(4A)-C(13)
Composé (A)	119,7 (1,2) 120,7 (1,2)	121,4 (1,2) 121,7 (1,2)	117,9 (1,2) 118,2 (1,2)
Composé (B)	119,1 (9) 118,3 (9)	122,9 (9) 122,6 (9)	118,3 (9) 119,1 (9)
Moyenne	119,4	122,1	118,3
	N(4B)-C(12)-C(11) N(4A)-C(13)-C(14)	C(12)-C(11)-C(1) C(13)-C(14)-C(8)	C(11)-C(1)-C(2) C(14)-C(8)-C(7)
Composé (A)	124,8 (1,2) 123,5 (1,2)	115,7 (1,2) 116,3 (1,2)	120,5 (1,2) 119,5 (1,2)
Composé (B)	122,1 (9) 121,8 (9)	117,8 (9) 117,8 (9)	119,6 (9) 120,3 (9)
Moyenne	123,0	116,9	119,9
	C(13)-C(12)-C(11) C(14)-C(13)-C(12)	C(12)-C(11)-C(10) C(13)-C(14)-C(9)	C(11)-C(10)-C(9) C(14)-C(9)-C(10)
Composé (A)	119,9 (1,2) 118,4 (1,2)	120,0 (1,2) 120,7 (1,2)	121,4 (1,2) 119,6 (1,2)
Composé (B)	121,2 (9) 119,6 (9)	118,0 (9) 118,7 (9)	121,1 (9) 121,2 (9)
Moyenne	119,7	119,3	120,8
	Nb-N(4A)	Nb-N(4B)	N(4A)-Nb-N(4B)
Composé (A)	2,281 (8) Å	2,333 (8) Å	70,8 (3)°
Composé (B)	2,307 (5)	2,321 (7)	71,1 (3)
Moyenne	2,294	2,327	70,9

Si l'on réduit chacun des trois groupements peroxydiques à un point situé au milieu de la liaison O-O, le polyèdre de coordination du niobium devient une bipyramide trigonale. Les groupements peroxydiques O(1A)-O(1B), O(2A)-O(2B) sont en position équatoriale, de même que l'atome d'azote N(4B). Le groupement peroxydique O(3A)-O(3B) et l'atome d'azote N(4B) sont en position axiale. La liaison axiale Nb-N(4B) est significativement plus longue que la liaison équatoriale Nb-N(4A).

L'ion  $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$  est à rapprocher de la molécule  $\text{CrO}(\text{O}_2)_2(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)$  dont la structure a été déterminée par Stomberg (1965). Dans cet ion, le chrome a la coordinence de 7 et le polyèdre de coordination est une bipyramide pentagonale. Cependant, la structure des deux édifices est voisine: on peut passer du dodécaèdre à la bipyramide pentagonale en remplaçant l'arête O(3A)-O(3B) du dodécaèdre (Fig. 4) par un sommet unique situé en son milieu.

Cette position correspond à l'atome d'oxygène en position terminale dans le composé du chrome. Le composé du chrome a la symétrie  $C_s$  (le chrome, l'oxygène en position terminale et la phénanthroline sont situés dans un miroir cristallographique). L'ion  $\text{Nb}(\text{O}_2)_3(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)^-$  possède grossièrement la même symétrie (Fig. 5). Cependant, les 14 atomes de la phénanthroline s'écartent significativement d'un plan moyen (Tableau 4). Ce phénomène a déjà été observé par Trotter (1963) dans le phénanthrène et peut s'expliquer dans ce cas par l'interaction stérique entre les deux atomes d'hydrogène portés par les atomes de carbone C(4) et C(5); dans le cas de la phénanthroline, cette explication n'est

Tableau 8. Polyèdre de coordination: distances

Composé (A)	D	D	
O(1A)-O(2A)	2,860 Å	O(2A)-O(3A)	3,442 Å
O(1A)-O(2B)	3,646	O(2A)-O(3B)	2,820
O(1A)-O(3A)	3,403	O(2A)-N(4A)	3,824
O(1A)-O(3B)	2,782	O(2A)-N(4B)	2,837
O(1A)-N(4A)	3,822		D
O(1A)-N(4B)	2,838	O(2B)-O(3A)	2,984
		O(2B)-O(3B)	3,020
O(1B)-O(2A)	3,674	O(2B)-N(4A)	2,891
O(1B)-O(2B)	3,900	O(2B)-N(4B)	2,798
O(1B)-O(3A)	3,002		D
O(1B)-O(3B)	3,046	O(3A)-N(4A)	2,713
O(1B)-N(4A)	2,916	O(3A)-N(4B)	4,168
O(1B)-N(4B)	2,775	O(3B)-N(4A)	3,731
		O(3B)-N(4B)	4,285
Composé (B)	D	D	
O(1A)-O(2A)	2,850	O(2A)-O(3A)	3,441
O(1A)-O(2B)	3,646	O(2A)-O(3B)	2,867
O(1A)-O(3A)	3,456	O(2A)-N(4A)	3,850
O(1A)-O(3B)	2,766	O(2A)-N(4B)	2,790
O(1A)-N(4A)	3,815		D
O(1A)-N(4B)	2,813	O(2B)-O(3A)	2,944
		O(2B)-O(3B)	3,056
O(1B)-O(2A)	3,671	O(2B)-N(4A)	2,943
O(1B)-O(2B)	3,893	O(2B)-N(4B)	2,791
O(1B)-O(3A)	2,998		D
O(1B)-O(3B)	2,969	O(3B)-N(4A)	2,752
O(1B)-N(4A)	2,870	O(3B)-N(4B)	4,276
O(1B)-N(4B)	2,810		D
		O(3A)-N(4A)	4,167
O(3A)-N(4B)	2,716	O(3B)-N(4A)	3,752
		O(3B)-N(4B)	4,276

Tableau 9. Facteurs de structure calculés et observés pour le composé (*A*)10  $F_C$  et  $|F_O|$ .

H	K	L	F <sub>C</sub>	F <sub>O</sub>	H	K	L	F <sub>C</sub>	F <sub>O</sub>	H	K	L	F <sub>C</sub>	F <sub>O</sub>	H	K	L	F <sub>C</sub>	F <sub>O</sub>	H	K	L	F <sub>C</sub>	F <sub>O</sub>	
0	13	6	191	193	0	8	14	372	357	0	6	16	-126	156	0	1	2	2553	2072	1	10	-3	-303	330	
0	13	5	187	211	0	8	16	228	222	0	4	17	379	390	0	1	1	727	749	1	10	-2	-493	503	
0	13	4	-302	324	0	7	17	219	228	0	4	19	154	146	0	0	2	1754	1526	1	10	-1	-504	497	
0	13	2	-536	568	0	7	16	-152	173	0	3	17	210	207	0	0	4	126	1089	1	10	1	-521	525	
0	13	1	-142	146	0	7	15	516	557	0	6	16	249	257	0	0	6	-580	964	1	10	2	551	562	
0	12	0	-698	700	0	7	14	292	282	0	3	15	575	599	0	0	8	181	162	1	10	4	293	273	
0	12	2	-191	206	0	7	12	294	284	0	3	13	205	194	0	0	10	1443	1295	1	8	6	-245	250	
0	12	4	447	450	0	7	11	-547	559	0	1	12	615	609	0	0	14	-550	558	1	10	8	-364	349	
0	12	6	347	353	0	7	9	-535	534	0	3	11	-814	864	0	0	16	-556	552	1	10	9	-235	219	
0	12	8	-147	153	0	7	7	-249	244	0	3	9	134	124	0	0	20	404	400	1	10	11	-171	150	
0	12	10	-154	171	0	7	6	-165	160	0	3	8	-476	481	1	13	6	-247	244	1	7	11	-146	160	
0	12	12	-388	404	0	7	5	929	940	0	3	9	1247	1249	1	13	3	385	384	1	9	6	-249	246	
0	11	12	405	416	0	7	4	566	537	0	3	7	397	327	1	13	3	177	172	1	5	13	220	208	
0	11	9	-578	545	0	7	2	499	502	0	3	6	1196	1406	1	13	0	425	462	1	7	6	229	266	
0	11	6	-348	343	0	7	1	-1200	1179	0	3	5	763	751	1	13	-1	171	166	1	9	10	406	361	
0	11	5	-166	150	0	6	1	1057	977	0	3	3	931	956	1	13	3	154	182	1	9	6	-389	405	
0	11	3	-151	164	0	4	3	979	967	0	3	2	-996	1021	1	13	-4	-358	437	1	9	4	-636	617	
0	11	2	533	537	0	6	5	189	165	0	3	1	-743	699	1	12	-6	-395	429	1	7	1	-749	695	
0	10	0	323	342	0	6	7	-507	517	0	2	0	-229	210	1	12	-8	-639	555	1	9	2	369	345	
0	10	3	255	262	0	6	9	-855	891	0	2	1	965	894	1	12	-6	-220	236	1	9	1	618	597	
0	10	4	-226	238	0	6	11	421	411	0	2	2	143	151	1	12	-4	318	341	1	9	0	638	619	
0	10	6	-464	433	0	6	8	399	325	0	2	1	1539	1539	1	12	-2	584	613	1	9	-3	-309	314	
0	10	7	-200	211	0	6	6	125	125	0	2	1	134	134	1	12	-2	210	207	1	7	-5	-251	251	
0	10	8	164	165	0	6	17	-456	444	0	2	6	478	444	1	12	-2	506	602	1	9	-3	-744	550	
0	10	10	560	516	0	5	19	307	311	0	2	4	160	160	1	12	-4	-160	160	1	9	-5	-561	508	
0	10	11	161	150	0	5	16	215	213	0	2	7	-191	166	1	12	6	386	387	1	9	-6	-450	486	
0	10	12	222	194	0	5	15	-414	495	0	2	8	-227	200	1	12	8	407	425	1	9	-9	186	213	
0	10	13	311	291	0	5	14	-164	154	0	2	9	-358	419	1	11	10	-339	336	1	9	-10	387	410	
0	10	14	-242	219	0	5	11	-249	246	0	2	10	-748	703	1	11	9	-275	273	1	7	-11	-337	364	
0	10	15	-205	172	0	5	12	295	307	0	2	11	290	203	1	11	6	399	398	1	9	-12	222	223	
0	9	14	-134	115	0	5	11	717	774	0	2	12	-130	362	1	11	4	613	594	1	9	-13	-549	587	
0	9	12	-451	439	0	5	9	643	563	0	2	13	352	373	1	11	3	113	148	1	9	-14	-277	291	
0	9	11	457	415	0	5	8	-245	241	0	2	14	181	201	1	11	1	234	248	1	6	-15	-211	279	
0	9	10	-411	422	0	5	7	424	424	0	2	15	-279	279	1	11	0	-6	617	1	6	-11	-922	877	
0	9	9	547	542	0	5	6	546	541	0	2	16	-172	172	1	11	1	193	218	1	6	-15	-412	429	
0	9	5	-332	312	0	5	5	-1003	903	0	2	17	-297	289	1	12	-2	-364	459	1	9	-12	-376	361	
0	9	4	-310	321	0	5	4	641	619	0	1	18	-668	456	1	11	-6	398	418	1	6	-9	464	467	
0	9	2	-515	523	0	5	3	-760	772	0	1	17	-231	217	1	12	-6	475	491	1	9	-10	-323	333	
0	9	1	-517	476	0	5	1	550	502	0	1	18	-218	207	1	11	-7	-197	256	1	6	-1	-433	447	
0	8	2	-434	434	0	4	0	-134	200	0	1	13	-169	182	1	11	-10	-395	394	1	8	-8	-769	802	
0	8	3	-359	327	0	4	1	-467	437	0	1	14	195	179	1	11	-11	136	158	1	9	-8	-354	395	
0	8	4	387	348	0	4	3	-105	1136	0	1	15	195	170	1	11	-13	155	158	1	8	-5	-630	627	
0	8	6	610	605	0	4	4	-610	649	0	1	16	103	364	1	10	-13	174	155	1	8	-4	420	419	
0	8	7	-450	452	0	4	6	-860	958	0	1	17	-372	307	1	12	-10	374	314	1	8	-2	-283	300	
0	8	8	-247	242	0	4	7	164	166	0	1	18	-583	583	1	10	-14	-172	183	1	8	-1	535	523	
0	8	9	453	439	0	4	9	741	800	0	1	19	-731	747	1	10	-16	-176	176	1	8	-2	481	493	
0	8	10	-353	361	0	4	10	281	285	0	1	20	-629	592	1	12	-17	-324	324	1	9	-5	-605	597	
0	8	11	-624	618	0	4	13	-756	763	0	1	20	-166	163	1	10	-6	260	160	1	8	3	251	274	
0	8	13	-511	521	0	4	14	-466	463	0	1	21	609	562	1	10	-6	-167	167	1	8	5	-554	563	
1	5	11	478	478	1	4	6	-428	410	1	2	8	-314	300	1	1	-11	217	206	2	10	-10	-459	488	
1	5	10	-349	336	1	4	7	204	204	1	2	9	-235	193	1	1	-12	-262	245	2	8	-6	-219	247	
1	5	9	-442	430	1	4	8	583	588	1	2	16	-165	163	1	1	-14	378	364	2	8	-6	411	406	
1	5	7	-721	692	1	4	9	646	640	1	2	17	965	909	1	1	-15	-249	270	2	10	-6	427	441	
1	5	6	496	546	1	4	11	299	303	1	2	18	593	551	1	1	-16	388	395	2	10	-3	185	205	
1	5	5	187	244	1	4	12	368	353	1	2	19	447	409	1	1	-17	217	206	2	10	-4	-456	467	
1	5	4	1011	1027	1	4	13	-772	753	1	2	20	1115	1000	1	1	-18	-211	227	2	10	-5	-223	235	
1	5	3	959	936	1	4	14	-205	192	1	2	21	250	264	1	1	-14	-562	554	2	10	-1	-1037	1005	
1	5	2	-635	674	1	4	15	-778	768	1	2	22	453	454	1	1	-15	-10	225	218	2	9	-10	215	199
1	5	1	1560	1494	1	4	18	-172	151	1	2	23	1742	1705	1	1	-8	1175	1184	2	8	-9	-426	430	
1	0	5	130	147	1	3	9	153	146	1	2	3	374	344	1	0	6	105	101	2	10	5	-342	321	
1	0	4	-344	360	1	3	10	317	349	1	2	4	-533	507	1	0	4	-1410	1395	2	10	7	229	214	
1	0	3	-208	208	1	3	11	-308	268	1	2	14	-236	231	1	0	16	-353	354	2	10	8	-362	310	
1	0	2	-112</																						

Tableau 9 (suite)

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO						
2	6	7	392	408	2	4	3	533	545	2	2	11	419	423	2	0	20	-480	494	3	10	-1	430	428	3	8	9	-434	407	
2	6	8	-223	179	2	4	4	873	894	2	2	10	992	967	2	0	18	-234	240	3	10	0	-184	196	3	8	11	-249	234	
2	6	9	-204	205	2	4	5	-1005	1031	2	2	9	-507	485	2	0	16	-729	740	3	10	0	-314	269	3	8	12	-329	223	
2	6	10	-459	472	2	4	6	279	294	2	2	7	-312	344	2	0	14	1063	1106	3	10	2	-713	654	3	8	13	-270	223	
2	6	11	-255	255	2	4	7	-852	882	2	2	6	-727	683	2	0	12	-189	173	3	10	4	-307	285	3	7	13	-370	356	
2	6	13	-449	443	2	4	9	-270	264	2	2	5	-651	654	2	0	10	-866	890	3	10	5	-323	301	3	7	11	-423	415	
2	6	15	190	197	2	4	10	-278	257	2	2	4	-756	673	2	0	9	198	228	3	10	6	-318	280	3	7	10	-163	172	
2	5	15	466	461	2	4	11	671	693	2	2	3	350	270	2	0	6	427	379	3	10	8	332	298	3	7	9	-341	352	
2	5	13	374	356	2	4	13	506	534	2	2	2	-716	690	2	0	4	-1002	1096	3	10	9	-243	220	3	7	8	-398	408	
2	5	11	-427	434	2	4	14	392	404	2	2	1	173	161	2	0	0	-1152	1020	3	9	11	-238	204	3	7	7	-754	738	
2	5	10	-231	204	2	4	16	242	204	2	2	0	522	493	2	0	2	-683	665	3	9	10	-422	383	3	7	5	-297	306	
2	5	9	-213	155	2	4	17	-207	205	2	2	1	-494	466	2	0	1	-245	216	3	9	8	-276	250	3	7	4	-150	199	
2	5	7	-174	192	2	3	18	-182	175	2	2	2	-240	214	2	0	8	-399	420	3	9	7	-246	246	3	7	3	-301	311	
2	5	6	-394	411	2	3	16	-124	196	2	2	3	-989	1044	2	0	14	616	624	3	9	3	-371	368	3	7	0	-340	315	
2	5	5	798	820	2	3	15	-346	359	2	2	4	-989	1044	2	0	14	616	624	3	9	3	-400	404	3	7	1	-341	342	
2	5	4	-667	711	2	3	13	-449	464	2	2	6	-609	596	2	0	16	223	237	3	9	1	-400	404	3	7	-1	-341	342	
2	5	3	749	755	2	3	12	515	502	2	2	7	633	675	2	0	18	-326	342	3	9	0	-613	604	3	7	-3	-675	683	
2	5	2	-983	1050	2	3	11	127	157	2	2	8	432	443	3	10	0	-270	302	3	9	10	-386	376	3	7	4	-365	395	
2	5	1	-627	607	2	3	9	780	815	2	2	10	1136	1147	3	10	2	-155	158	3	9	2	-344	334	3	7	7	-1218	1247	
2	5	0	-518	512	2	3	8	-437	450	2	2	11	-140	149	3	10	3	-251	263	3	9	3	-497	513	3	7	8	-235	232	
2	5	-1	703	688	2	3	7	74	137	2	2	12	347	344	3	10	4	286	298	3	9	4	230	225	3	7	9	683	693	
2	5	-2	607	595	2	3	6	-702	706	2	2	14	-463	472	2	12	10	232	245	3	9	5	-443	452	3	7	10	-414	421	
2	5	-5	1044	1057	2	3	5	-540	577	2	2	17	211	234	3	10	8	540	587	3	9	6	369	378	3	7	11	-326	356	
2	5	-4	181	185	2	3	4	-480	493	2	2	18	182	180	3	10	4	-336	355	3	9	7	-221	191	3	7	12	-281	282	
2	5	-3	180	183	2	3	3	-232	241	2	2	19	310	325	3	10	3	255	273	3	9	5	-205	175	3	7	13	-481	482	
2	5	-6	333	328	2	3	2	-232	417	2	2	20	147	164	2	10	5	185	185	3	9	6	-527	516	3	7	14	-355	351	
2	5	-9	-855	954	2	3	1	796	816	2	2	14	-150	162	3	12	-1	292	298	3	9	12	-166	166	3	7	15	-241	241	
2	5	-10	-204	197	2	3	-1	247	261	2	2	13	171	188	3	12	0	217	228	3	9	13	-217	225	3	7	17	-300	292	
2	5	-11	692	669	2	3	-2	344	373	2	2	12	-885	870	3	12	2	402	398	3	9	15	180	159	3	6	15	-266	278	
2	5	-12	266	264	2	3	-3	-313	355	2	2	11	214	195	3	12	6	-156	320	3	9	16	345	342	3	6	11	798	817	
2	5	-14	177	186	2	3	-4	482	457	2	2	1	644	642	1	11	7	-195	182	3	8	17	242	239	3	6	9	819	833	
2	5	-15	435	436	2	3	-5	-930	893	2	2	7	612	637	2	11	6	-314	305	3	8	16	-226	214	3	6	8	164	166	
2	5	-18	-304	294	2	3	-6	235	212	2	2	16	484	448	2	11	5	-196	201	3	8	15	209	226	3	6	7	-709	726	
2	5	-19	-303	281	2	3	-7	-761	745	2	2	15	447	475	1	11	4	-538	522	3	8	14	-324	340	3	6	5	-987	1004	
2	4	-27	274	2	3	-8	1097	1074	2	1	4	-692	700	3	11	0	405	426	3	6	12	-310	319	3	6	4	-222	225		
2	4	-19	-300	191	2	3	-9	325	328	2	1	3	-650	696	1	11	-1	-265	267	3	8	11	-273	287	3	6	3	-302	308	
2	4	-16	311	267	2	3	-10	424	418	2	1	2	-834	848	3	11	-2	233	265	3	8	10	-166	205	3	6	2	-186	224	
2	4	-13	393	323	2	3	-11	731	746	2	1	1	-395	351	3	11	-3	-161	159	3	8	9	-336	376	3	6	1	-400	314	
2	4	-13	353	344	2	3	-14	-207	204	2	1	0	-267	264	3	11	-2	-212	212	3	8	8	-418	413	3	6	6	-828	833	
2	4	-12	323	311	2	3	-15	-258	254	2	1	1	-267	268	3	11	-2	-207	207	3	8	7	-607	598	3	6	5	-346	337	
2	4	-11	410	405	2	3	-17	-259	277	2	2	6	-532	530	4	12	-2	-188	165	4	8	5	-326	315	4	5	11	-625	604	
2	4	-9	-107	1039	2	3	-7	631	658	2	2	7	-173	171	4	12	4	-136	143	4	8	6	-296	312	4	5	10	-392	397	
2	4	-7	477	471	2	3	-8	301	326	2	2	8	-182	210	4	12	-6	401	369	4	8	7	-244	280	4	5	9	-244	250	
2	4	-5	719	711	2	3	-6	301	326	2	2	8	-182	217	3	9	2	490	507	4	8	7	-400	400	4	5	7	-751	726	
2	4	-5	335	324	2	3	-3	4	654	663	2	2	12	467	480	4	11	-10	367	374	4	8	12	-171	175	4	5	5	-564	577
2	4	-7	-647	416	2	3	-2	248	242	2	2	13	-325	404	4	11	-4	205	216	4	8	13	-224	224	4	5	2	-316	324	
2	4	-8	-605	590	2	3	-3	1	-176	126	2	1	4	-194	191	3	11	-2	-354	345	4	8	15	-219	219	4	5	1	-707	788
2	4	-10	379	371	2	3	-1	-103	106	2	1	3	-364	377	4	11	0	237	227	4	8	16	-363	333	4	5	12	-210	200	
2	4	-11	392	393	2	3	-2	-956	906	3	1	4	-216	204	4	10	-2	-282	282	4	7	3	-399	436	4	5	13	-276	228	
2	4	-12	311	302	2	3	-13	-426	428	3	1	5	-809	951	4	10	-1	-263	264	4	7	4	-327	343	4	5	14	-483	463	
2	4	-14	-451	438	2	3	-15	-260	167	3	1	3	-179	164	4	10	-7	238	217	4	7	1	-628	617	4	5	8	-125	180	
2	4	-10	-291	392	2	3	-16	464	470	2	1	4	-247	449	4	10	-9	209	188	4	7	2	-368	365	4	6	7	-663	682	
2	4	-8	-479	472	2	3	-17	421	415	1	1	5	-731	728	4	10	-10	521	500	4	7	3	-260	272	4	5	5	-676	T08	
2	4	-7</td																												

Tableau 9 (suite)

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	
4	3	-10	-561	545	4	1	-15	-456	456	5	10	-5	-275	243	5	6	-6	-190	223	5	5	5	230	242	
4	3	-1	-1046	121	4	1	-12	-546	497	5	10	-2	-158	170	5	6	-3	-256	274	5	3	3	-416	441	
4	3	-7	-382	4	1	-12	-546	495	5	10	-2	-247	209	5	6	-3	-256	274	5	3	3	-416	441		
4	3	-6	-378	345	4	1	-10	140	140	5	10	0	-532	378	5	6	-1	-498	510	5	3	0	-628	756	
4	3	-5	737	689	4	1	-8	864	902	5	10	2	534	457	5	6	-1	-159	190	5	3	1	142	143	
4	3	-4	675	681	4	1	-7	-357	370	5	9	4	-267	238	5	6	3	511	503	5	3	-1	-269	266	
4	3	-3	-113	137	4	1	-6	-392	451	5	9	3	395	354	5	6	5	629	602	5	3	-2	781	826	
4	3	-2	765	707	4	1	-5	-900	926	5	9	1	337	319	5	6	7	-392	356	5	3	-3	487	504	
4	3	-1	-772	823	4	1	-4	-1142	1124	5	9	0	190	165	5	6	9	-618	567	5	3	-5	623	623	
4	3	0	-255	327	4	1	-3	394	345	5	9	-2	329	299	5	6	11	-218	185	5	3	-7	-693	699	
4	3	1	-115	141	4	1	-2	-755	805	5	9	-3	-293	308	5	5	11	368	333	5	1	-7	-440	470	
4	3	2	-605	650	4	1	-1	567	613	5	9	-5	-376	376	5	5	7	-425	424	5	3	-9	-418	432	
4	3	3	675	675	4	1	0	402	547	5	9	-4	-348	471	5	5	8	210	217	5	3	-10	-516	548	
4	3	4	151	77	4	1	-1	346	302	5	9	-3	-139	371	5	5	9	691	644	5	3	-11	170	186	
4	3	5	729	729	4	1	2	124	1320	5	9	-10	402	390	5	5	1	510	472	5	3	-13	208	243	
4	3	6	760	760	4	1	1	-519	551	5	9	-11	-203	194	5	5	2	357	344	5	3	-16	-476	455	
4	3	8	548	541	4	1	5	-587	612	5	9	-12	-266	227	5	5	3	-682	663	5	3	-17	-173	173	
4	3	9	-266	266	4	1	6	-731	757	5	9	-13	-325	268	5	5	4	320	293	5	3	-19	-295	248	
4	3	11	-202	186	4	1	8	-290	317	5	9	-15	-317	306	5	5	5	-430	451	5	2	-20	-170	158	
4	3	12	-438	416	4	1	9	-179	166	5	8	-11	311	316	5	5	7	403	408	5	2	-12	-719	162	
4	3	13	270	218	4	1	12	345	161	5	8	-8	-160	183	5	5	9	507	518	5	2	-18	-381	355	
4	3	14	-215	218	4	1	15	-184	163	5	8	-7	-450	456	5	5	10	-247	217	5	2	-14	-470	514	
4	3	15	303	265	4	0	14	-413	518	5	5	-6	-286	305	5	5	13	-951	540	5	2	-13	-231	255	
4	2	-15	-206	165	4	0	10	261	301	5	5	-4	323	313	5	5	15	-395	363	5	2	-12	418	432	
4	2	14	321	321	4	0	8	368	355	5	5	-2	224	231	5	5	17	296	238	5	2	-11	-361	191	
4	2	15	231	232	4	0	6	-747	549	5	5	-1	-314	310	5	5	18	-392	244	5	2	-9	-514	410	
4	2	16	-437	637	4	0	4	-213	220	5	5	-2	-114	206	5	5	19	-392	153	5	2	-8	-504	546	
4	2	18	-656	693	4	0	2	299	309	5	8	3	-306	290	5	5	4	-431	416	5	2	-7	-390	404	
4	2	5	-170	197	4	0	0	1096	1134	5	8	5	-323	285	5	5	14	-170	209	5	2	-6	236	239	
4	2	4	980	1025	4	0	-4	-217	157	5	8	6	361	318	5	4	11	339	346	5	2	-5	703	671	
4	2	3	645	677	4	0	-6	-435	406	5	8	8	184	161	5	4	9	-150	166	5	2	-4	506	812	
4	2	2	554	584	4	0	-8	190	169	5	8	9	-294	191	5	4	6	-283	306	5	2	-2	420	431	
4	2	1	585	616	4	0	-10	614	719	5	7	10	-294	166	5	4	-7	-455	446	5	2	-1	-138	201	
4	2	0	-692	771	4	0	-12	375	342	5	7	7	583	530	5	4	-4	-566	581	5	2	0	-535	572	
4	2	-2	-386	394	4	0	-14	-395	407	5	7	5	542	515	5	4	5	895	907	5	2	1	-274	273	
4	2	-3	-223	259	4	0	-16	-803	843	5	7	1	-299	218	5	4	7	-302	323	5	2	2	-949	1012	
4	2	-4	641	676	4	0	-18	-207	206	5	7	3	-494	503	5	4	1	798	652	5	2	3	-277	303	
4	2	-5	-164	344	4	0	-20	152	157	5	7	5	-375	290	5	4	4	275	325	5	2	4	-185	186	
4	2	-6	-130	103	4	0	-22	-131	175	5	7	7	-346	349	5	4	6	-469	511	5	2	5	-245	223	
4	2	-7	669	695	5	11	-12	-20	307	5	7	-1	-353	359	5	4	8	-545	571	5	2	6	561	609	
4	2	-8	215	213	5	11	-5	170	153	5	7	-9	-613	920	5	4	4	-146	170	5	2	8	238	246	
4	2	-10	-855	899	5	11	-6	440	397	5	7	-11	-312	284	5	4	5	-567	577	5	2	9	-292	309	
4	2	-12	605	613	5	11	-10	-252	225	5	7	-13	416	398	5	4	6	-454	441	5	2	10	-178	102	
4	2	-16	392	416	5	10	-12	-166	141	5	7	-15	-229	270	5	4	9	-277	284	5	2	12	-362	333	
4	2	-17	266	267	5	10	-11	-230	173	5	7	-17	-284	224	5	4	12	138	151	5	1	13	145	146	
4	2	-19	399	334	5	10	-10	286	257	5	6	-17	247	216	5	3	13	-247	213	5	1	11	216	205	
4	2	-20	-154	293	5	10	-9	-172	164	5	6	-15	368	324	5	3	11	-413	379	5	1	10	-395	385	
4	4	-11	281	293	5	9	-8	126	326	5	6	-13	-191	207	5	3	10	218	210	5	1	8	-687	660	
4	4	-15	502	546	5	6	-7	199	195	5	6	-11	-576	586	5	3	8	349	373	5	1	7	-191	233	
4	4	-17	-194	220	5	6	-10	-559	545	5	6	-7	589	611	5	3	7	308	329	5	1	6	164	166	
6	8	0	247	211	6	6	3	-294	288	6	5	5	423	305	6	3	11	568	576	6	2	3	-349	350	
6	8	2	119	266	6	6	4	-575	519	6	5	7	-352	305	6	3	10	-610	501	6	2	1	-565	560	
6	8	3	-372	357	6	6	4	-582	572	6	5	9	-409	457	6	2	0	177	211	6	1	-6	143	170	
6	8	4	-5	-308	270	6	6	-6	271	201	6	5	-7	-319	350	6	3	9	-721	259	6	1	-5	-217	276
6	8	6	-156	175	6	6	-5	571	541	6	4	5	-180	177	6	3	7	-343	336	6	2	-2	323	323	
6	8	7	314	314	6	6	-6	-237	214	6	4	4	141	174	6	3	6	-262	222	6	2	-3	158	159	
6	8	9	334	310	6	6	-7	-260	269	6	4	5	-184	201	6	3	4	-242	222	6	2	-4	-461	458	
6	8	10	221	196	6	6	-10	-271	247	6	4	1	206	214	6	3	6	-508	505	6	2	-5	350	350	
6	8	12	246	217	6	6	-13	-421	394	6	4	0	-262	258	6	3	-3	-245	256	6	2	-6	-449	334	
6	8	14	249	249	6	6	-15	-260	252	6	4	-3	-198	220	6	3	2	-367	379	6	2	-7	-339	325	
6	7	15	-601	361	6	6	-17	-518	236	6	4	-3	-509	528	6	3	-1	319	356	6	2	-8	-463	474	
6	7	17	139	140	6	6	-17	360	284	6	4	-5	-219	206	6	3	2	196	155	6	2	-9	-650	648	
6	7	12	243	211	6	6	-15	394	342	6	4	-6	171	183	6	3	3	-721	252	6	2	-10	-237	322	
6	7	11	286	273	6	5	-13	-150	170	6	4	-7	475	494	6	3	4	-							

Tableau 10. Facteurs de structure calculés et observés pour le composé (B)

 $10 F_c$  et  $|F_o|$ .

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO			
-14	2	1	-377	348	9	-2	2	-353	339	-5	2	3	-492	480	-2	2	5	-399	400	11	2	7	228	233	6	2	0
-14	2	2	152	146	9	-2	4	194	166	-5	2	2	604	640	-2	2	7	335	337	11	2	5	114	132	6	2	-1
-14	2	3	363	319	9	-2	5	-189	173	-5	2	0	-212	221	-2	2	9	-196	197	11	2	4	144	156	6	2	-2
-14	2	4	-177	166	8	-2	3	-244	240	5	-2	1	-294	321	-1	2	9	-107	109	11	2	2	-383	384	6	2	-3
-14	2	5	-182	178	8	-2	1	628	630	5	-2	2	473	495	-1	2	7	242	226	11	2	-1	228	233	6	2	-4
-14	2	6	151	147	-8	2	1	-507	513	5	-2	4	-303	317	-1	2	6	331	314	11	2	0	220	222	6	2	-5
-13	2	6	173	177	-8	2	2	84	92	5	-2	6	284	284	-1	2	5	-188	193	11	2	1	-390	389	6	2	-7
-13	2	7	232	232	-8	2	3	637	637	5	-2	7	139	142	-2	2	4	418	362	10	2	3	183	159	6	2	-8
-13	2	8	126	115	-8	2	4	-97	47	4	-2	8	-373	352	-1	2	3	418	362	10	2	2	-163	152	6	2	-9
-13	2	9	378	376	-8	2	5	-288	250	9	-2	7	360	355	-1	2	2	148	147	10	2	0	263	267	6	2	-10
-13	2	10	176	176	-8	2	6	726	407	4	-2	7	207	207	-1	2	6	245	265	10	2	-1	-248	261	5	2	-11
-13	2	11	-376	260	-8	2	8	-14C	147	4	-2	5	-249	247	-1	2	7	156	152	10	2	-2	238	237	5	2	-12
-12	2	2	297	273	-8	2	9	-107	127	4	-2	3	181	190	1	2	5	545	537	10	2	-4	231	227	5	2	-5
-12	2	0	-264	248	-7	2	9	9	104	4	-2	2	324	370	1	2	8	244	243	10	2	-5	-257	258	5	2	-6
-12	2	1	205	211	-7	2	8	-176	174	4	-2	1	-205	318	0	2	8	191	192	10	2	-7	359	366	5	2	-5
-12	2	2	206	204	-7	2	7	-175	183	4	-2	1	-245	251	0	2	7	-265	274	10	2	-9	-290	305	5	2	-3
-12	2	3	-192	145	-7	2	6	407	357	4	-2	2	-645	435	0	2	6	366	369	10	2	-11	259	276	5	2	-2
-12	2	4	-114	119	-7	2	5	-132	123	4	-2	3	-288	293	0	2	5	611	588	9	2	-11	126	151	5	2	-1
-12	2	5	223	228	-7	2	4	-303	314	4	-2	4	-463	458	0	2	4	-406	364	9	2	-10	458	480	5	2	-1
-12	2	7	-187	193	-7	2	3	175	167	4	-2	6	-440	428	0	2	3	-366	342	9	2	-9	-376	381	5	2	3
-12	2	8	93	11	-7	2	2	484	501	4	-2	8	402	357	0	2	2	236	199	9	2	-8	-299	310	5	2	-5
-11	2	2	203	209	-7	2	3	144	156	4	-2	9	-132	118	2	1	0	170	182	9	2	-7	253	259	5	2	6
-11	2	3	-143	139	-7	2	2	-398	293	4	-2	2	-154	209	2	1	0	152	150	9	2	-6	451	449	4	2	-5
-11	2	4	-350	336	-7	2	1	54C	672	4	-2	2	176	182	0	2	3	377	375	9	2	-5	351	366	4	2	-4
-11	2	5	194	170	-7	2	2	444	447	3	-2	7	318	304	0	2	4	-327	325	9	2	-3	440	455	4	2	-5
-11	2	4	154	166	-7	2	3	-293	274	3	-2	6	-355	357	0	2	6	141	150	9	2	-2	91	123	4	2	-1
-11	2	3	-752	246	-7	2	4	-121	124	3	-2	5	-378	355	0	2	4	-133	128	9	2	-1	-382	401	4	2	0
-11	2	2	-125	117	-7	2	5	226	225	3	-2	4	226	216	14	-2	4	-520	510	9	2	-2	-165	149	4	2	-1
-11	2	1	-207	185	-6	2	7	-250	237	3	-2	3	317	314	14	-2	6	-372	378	8	2	-4	127	134	4	2	-5
-10	2	2	109	124	-6	2	6	131	129	3	-2	2	-257	249	14	-2	8	-260	250	8	2	-0	-454	463	4	2	-3
-10	2	3	229	221	-6	2	4	-277	263	3	-2	2	-111	145	13	-2	7	-170	179	8	2	-2	606	632	4	2	-5
-10	2	4	104	96	-6	2	3	-124	134	3	-2	1	161	185	13	-2	6	210	213	8	2	-3	168	154	4	2	-7
-10	2	5	105	96	-6	2	2	273	273	3	-2	1	208	210	13	-2	5	317	310	8	2	-2	-507	550	4	2	-8
-10	2	2	-258	268	-6	2	1	120	120	3	-2	1	303	309	13	-2	6	260	262	8	2	-3	131	134	4	2	-9
-10	2	4	308	313	-6	2	0	-640	629	3	-2	4	204	204	13	-2	3	-278	267	8	2	-2	-152	124	4	2	-11
-10	2	5	-199	174	-6	2	1	47	50	3	-2	5	-253	252	13	-2	2	232	238	8	2	-3	-417	418	3	2	-10
-10	2	6	-290	241	-6	2	2	305	281	3	-2	7	237	228	13	-2	1	151	158	8	2	-10	104	129	3	2	-9
-10	2	8	333	340	-6	2	3	-202	179	2	-2	9	-202	200	12	-2	1	-237	239	7	2	-11	-160	164	3	2	-8
-10	2	9	-209	214	-6	2	4	-190	193	2	-2	7	116	171	12	-2	0	193	190	7	2	-2	-233	219	3	2	-7
-9	2	0	-217	219	-6	2	5	93	106	2	-2	6	165	176	12	-2	1	333	328	7	2	-7	-442	459	3	2	-6
-9	2	1	204	106	-6	2	6	-275	246	2	-2	5	109	112	12	-2	3	-192	194	8	2	-2	168	154	4	2	-5
-9	2	2	202	102	-6	2	7	-104	114	2	-2	4	303	297	12	-2	4	-138	138	8	2	-4	-510	496	3	2	-5
-9	2	4	-99	101	-6	2	9	207	218	2	-2	3	-295	216	12	-2	5	280	281	7	2	-3	-396	400	3	2	-2
-9	2	5	-351	369	-6	2	0	200	200	2	-2	2	-202	238	12	-2	1	-477	488	7	2	-2	-716	752	3	2	-3
-9	2	1	505	514	-5	2	4	290	277	3	-2	5	406	372	12	-2	1	316	316	7	2	-3	355	341	3	2	-4
-9	2	2	-260	245	-5	2	7	-134	142	4	-2	0	41	41	13	-2	1	61	61	12	-2	10	-121	144	3	2	-2
-9	2	1	-186	201	-5	2	6	-140	140	4	-2	1	-617	375	11	-2	10	-175	181	7	2	-2	490	580	3	2	-3
-9	2	0	104	310	-5	2	5	225	210	4	-2	2	109	97	11	-2	9	-163	161	6	2	-3	224	212	3	2	-4
-9	2	-1	364	352	-5	2	4	192	188	4	-2	3	1094	1026	11	-2	8	103	103	6	2	-1	-385	412	3	2	-5

du composé (B) sont instables, et la première étape de la décomposition est l'éclatement de la molécule  $\text{H}_2\text{O}_2$  et son remplacement par une molécule d'eau, ce qui risque d'affecter la précision sur la détermination des positions des deux atomes d'oxygène de la molécule

$\text{H}_2\text{O}_2$ . Signalons toutefois que Pedersen (1964, 1967) a trouvé des distances de 1,44 et 1,46 Å dans certains perhydrates. Chacun des deux atomes d'oxygène de la molécule  $\text{H}_2\text{O}_2$  forme une liaison hydrogène avec une molécule d'eau voisine. Les distances O...O valent

Tableau 10 (suite)

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO
7	1	4	-376	372	4	1	-6	277	275	1	1	-6	-216	192	-9	1	2	-121	122	5	-1	1	211	194
7	1	3	163	154	4	1	-3	553	491	1	1	-7	-91	88	-9	1	3	-320	319	-5	1	0	-760	747
7	1	2	304	323	4	1	-2	-537	244	1	1	-8	298	291	-9	1	4	-400	404	-5	1	1	234	311
7	0	-8	153	102	4	1	-1	-537	244	1	1	-10	-77	57	-9	1	5	-200	205	5	1	2	-393	359
7	1	-1	335	367	4	1	2	300	291	1	1	7	194	198	-9	1	8	248	256	-5	1	4	-954	919
7	1	-2	85	98	4	1	2	-300	291	1	1	7	194	198	-9	1	9	-123	132	-5	1	4	335	344
7	1	-5	295	304	4	1	3	-610	405	-14	1	5	-277	289	-9	1	10	-137	157	-5	1	5	224	228
7	1	-6	-530	544	4	1	4	160	156	-14	1	6	144	153	-1	1	9	-246	250	-5	1	6	401	414
7	1	-7	-222	217	4	1	5	455	421	-14	1	2	-266	256	-8	1	7	246	254	-5	1	8	-268	268
7	1	-8	353	349	4	1	6	-327	312	13	1	1	148	138	-8	1	5	-263	262	-5	1	9	286	297
7	1	-9	-144	151	3	1	8	118	136	-14	1	2	-110	112	-8	1	6	226	221	-5	1	10	139	154
7	1	-10	-323	331	3	1	7	-124	130	-13	1	3	342	330	-8	1	7	-401	418	-4	1	8	244	242
6	1	-11	192	192	3	1	5	410	407	-13	1	4	-152	145	-8	1	1	-116	111	-4	1	7	-376	383
6	1	-10	-212	216	3	1	4	220	222	-13	1	5	-303	306	-8	1	0	431	433	-4	1	5	-626	609
6	1	-8	346	342	3	1	3	-300	294	-13	1	6	160	159	-8	1	1	-270	280	-4	1	4	-464	414
6	1	-7	280	284	3	1	2	311	304	-13	1	7	211	277	-8	1	3	-247	316	-4	1	4	-494	421
6	1	-6	-693	490	3	1	1	400	608	-13	1	8	-247	272	-8	1	3	334	345	-4	1	2	987	957
6	1	-5	-239	218	3	1	0	-635	432	-12	1	6	-265	278	-8	1	4	236	229	-6	1	1	102	117
6	1	-6	527	527	3	1	-1	-655	672	-12	1	6	511	514	-8	1	5	-268	247	-4	1	0	-254	271
6	1	-3	-114	94	3	1	-2	537	549	-12	1	4	-476	477	-7	1	6	-278	266	-4	1	1	-359	369
6	1	-2	-723	733	3	1	-3	158	105	-12	1	2	355	364	-7	1	5	-132	140	-4	1	2	890	921
6	1	-1	-136	188	3	1	-4	47	85	-12	1	3	-216	218	-7	1	4	218	208	-4	1	1	90	88
6	0	-0	-356	378	3	1	-5	-132	136	-12	1	0	-222	209	-7	1	3	111	116	-4	1	4	-155	149
6	1	-1	226	215	3	1	-6	419	416	-12	1	1	176	138	-7	1	2	-418	419	-4	1	5	-168	172
6	1	-4	355	348	3	1	-7	213	207	-11	1	2	290	275	-7	1	0	445	452	-4	1	6	429	409
6	1	-5	212	191	3	1	-8	-92	47	-11	1	0	-663	450	-7	1	1	-458	446	-4	1	7	-158	166
6	1	-6	-261	284	3	1	-9	109	101	-11	1	1	739	239	-7	1	3	432	411	-3	1	8	-170	151
6	1	-7	117	121	2	1	-10	106	121	-11	1	2	-246	241	-7	1	5	-505	521	-3	1	7	308	309
6	1	-8	158	152	2	1	-11	104	133	-11	1	3	-205	216	-7	1	6	-504	513	-3	1	7	476	567
5	1	-5	-346	378	2	1	-6	-205	276	-11	1	6	237	232	-7	1	8	-508	527	-3	1	4	78	90
5	1	-6	602	394	2	1	-5	194	203	-11	1	7	242	279	-7	1	9	296	307	-3	1	3	636	612
5	1	-7	277	277	2	1	-6	-209	192	-11	1	7	-147	152	-7	1	10	147	153	-3	1	2	-135	175
5	1	-2	-207	216	2	1	-3	-265	247	-11	1	8	-147	133	-6	1	10	246	264	-3	1	1	-620	596
5	1	-3	-223	260	2	1	-4	669	666	-11	1	9	160	177	-6	1	8	-383	306	-3	1	0	-147	165
5	0	-0	750	797	2	1	-2	978	961	-10	1	7	-217	233	-6	1	6	429	436	-3	1	1	890	875
4	1	-1	-576	602	2	1	3	-656	612	-10	1	6	145	129	-6	1	5	-239	236	-3	1	2	329	333
5	1	-2	-556	556	2	1	4	-471	452	-10	1	5	352	365	-6	1	6	-507	489	-3	1	3	-561	577
5	1	-3	352	377	2	1	5	692	663	-10	1	3	-439	459	-6	1	3	807	849	-3	1	4	126	81
5	1	-4	347	337	2	1	6	130	125	-10	1	2	592	572	-6	1	2	153	172	-3	1	5	526	509
5	1	-5	-345	384	2	1	7	-256	261	-10	1	1	168	171	-6	1	1	-502	488	-3	1	6	-151	153
5	1	-6	332	344	2	1	8	-56	54	-10	1	0	-191	196	-6	1	1	-502	492	-3	1	7	-226	226
5	1	-7	346	390	2	1	9	-547	539	-10	1	1	-166	317	-6	1	0	508	508	-3	1	8	356	341
5	1	-8	155	156	1	1	5	118	118	-10	1	2	365	346	-6	1	3	-257	247	-2	1	9	-139	162
5	1	-9	-194	193	1	1	6	856	820	-10	1	3	-222	204	-6	1	6	16	279	-2	1	8	186	219
5	1	-11	194	205	1	1	2	522	513	-10	1	4	-186	166	-6	1	7	-93	104	-2	1	7	151	167
4	1	-10	212	214	1	1	-1	-372	350	9	1	5	-257	238	-5	1	6	191	182	-2	1	6	-115	324
4	1	-1	-170	172	1	1	-2	529	461	9	1	3	567	513	5	1	6	-108	98	2	1	5	-339	327
4	1	-2	366	354	1	1	-3	121	130	9	1	4	-592	564	5	1	5	138	121	2	1	4	107	121
4	1	-3	194	189	1	1	-4	93	81	-9	1	0	163	159	5	1	3	-112	100	2	1	3	-491	502
4	1	-5	-711	677	1	1	-5	235	190	-9	1	0	509	500	5	1	2	147	96	-2	1	2	464	411
13	3	-5	231	243	8	3	-2	-224	220	5	3	-2	149	164	2	3	-7	258	240	-10	3	3	287	300
13	3	-6	-144	144	6	3	0	419	610	5	3	-1	-313	375	2	3	-10	247	183	-10	3	1	-151	151
13	3	-7	144	144	6	3	0	-215	610	5	3	0	-313	375	2	3	-10	147	183	-10	3	7	-135	137
13	3	-2	173	173	4	3	-1	-275	285	5	3	1	-257	293	2	3	-11	184	196	-9	3	8	-249	263
12	3	1	142	136	4	3	-2	-108	327	5	3	3	199	182	1	3	-10	280	286	-9	3	6	163	155
12	3	0	-155	150	4	3	-3	-343	372	5	3	4	-237	238	2	3	-8	-358	354	-9	3	5	-190	194
12	3	-3	-207	204	4	3	-5	-204	222	5	3	6	174	177	3	3	-6	174	177	-9	3	4	-334	334
12	3	-6	307	317	4	3	-7	-391	394	5	3	-14	-533	535	4	3	-3	323	321	-5	3	1	422	458
11	3	-5	-463	493	7	3	-3	-269	265	4	3	-7	-325	317	-14	3	5	677	635	-3	3	6	-319	328
11	3	-6	-472	504	7	3	-4	-174	264	4	3	-7	-324	243	-3	3	5	-216	223	-3	3	4	376	363
11	3	-1	372	361	7	3	3	-175	179	3	3	-10	-253	254	-3	3	6	-155	156	-3	3	4	-190	194
11	3	0	-197	201	7	3	2	-176	175	3	3	-10	-159	170	-3	3	5	207	201	-3	3	2	-806	812
11	3	1	110	112	7	3	3	-165	203	3	3	-9	-165	174	-3	3	4	117	120	-3	3	2	170	170
11	3	2	124	126	7	3	4	-205	208	3	3	-8	-166	166	-3	3	5	324	324	-3	3	2	-109	109
11	3	3																						

Tableau 10 (suite)

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	
2	-3	5	543	549	-1	4	8	154	162	4	4	4	-256	260	6	4	1	424	443	
2	-3	4	-122	126	2	4	7	165	160	6	4	4	230	221	5	4	1	592	616	
2	-3	3	-842	854	1	4	7	212	217	-7	4	4	-191	173	5	4	1	209	221	
2	-3	2	-202	210	-2	4	7	-204	199	9	4	4	-174	155	3	4	1	-209	223	
-2	3	0	147	171	7	-2	4	-231	211	7	-2	4	-268	276	7	-2	4	-174	157	
-2	3	1	-159	152	-5	4	7	183	171	7	3	4	100	111	0	4	1	317	230	
-2	3	2	231	215	-8	4	7	-129	114	6	4	3	-416	429	-1	4	1	704	676	
-2	3	3	156	138	-7	4	7	-167	171	5	4	3	-345	349	-2	4	1	405	373	
-2	3	4	195	195	-11	4	7	147	143	4	4	3	-212	223	-4	4	1	-165	143	
-2	3	6	170	160	-12	4	7	170	148	3	4	3	-90	103	-6	4	1	235	224	
-2	3	7	-232	214	-13	4	6	-167	159	2	4	3	-281	248	-7	4	1	489	496	
-2	3	8	-191	196	-11	4	6	199	199	4	3	3	-163	176	-4	4	1	335	349	
-1	3	7	-131	157	-10	4	6	320	294	0	4	3	-303	301	-9	4	1	75	101	
-1	3	5	240	238	-9	4	6	323	302	-1	4	3	-634	623	-10	4	1	-241	243	
-1	3	4	-119	137	-8	4	6	101	119	2	4	3	-408	402	-11	4	1	-280	277	
-1	3	3	-351	363	-7	4	6	-257	244	-4	4	3	-419	343	-14	4	1	304	268	
-1	3	2	180	185	-6	4	6	-337	340	-5	4	3	-317	352	-16	4	1	304	315	
-1	3	1	160	174	-5	4	6	129	129	-3	4	3	-301	297	-16	4	1	156	154	
-1	3	0	-844	871	-4	4	6	300	245	-8	4	3	-279	251	-12	4	1	274	292	
-1	3	-4	-443	435	-3	4	6	311	300	-9	4	3	-151	129	-12	4	1	-108	133	
-1	3	5	504	523	-2	4	6	118	99	-11	4	3	-162	163	-3	4	1	-413	417	
-1	3	6	307	306	0	4	6	-154	152	-13	4	3	-171	169	-6	4	1	341	356	
-1	3	7	-591	649	-2	4	6	251	259	-4	4	3	-205	175	-5	4	1	174	173	
-1	3	8	134	119	3	4	6	324	343	-15	4	3	-118	123	-4	4	1	286	306	
-1	3	9	292	286	4	4	6	186	210	-15	4	2	-169	155	-3	4	1	-441	459	
0	3	-10	218	211	5	4	6	244	245	-13	4	2	-177	160	-2	4	1	-441	425	
0	3	-9	252	246	4	4	6	299	305	-12	4	2	-192	182	-1	4	1	-111	86	
0	3	-8	-194	379	2	4	5	-104	111	-10	4	2	-210	194	0	4	1	305	275	
0	3	-7	-202	212	4	4	5	-154	158	-12	4	2	-170	166	2	4	1	-404	344	
0	3	-6	416	400	-1	4	5	192	191	-8	4	2	-170	166	2	4	1	235	251	
0	3	-5	-431	415	-2	4	5	237	232	-7	4	2	-173	157	3	4	1	-234	263	
0	3	-4	-101	89	-6	4	5	-204	211	-6	4	2	-228	231	6	4	1	-576	606	
0	3	-3	617	592	-6	4	5	-297	292	-4	4	2	-235	228	5	4	1	-307	328	
0	3	-2	-166	195	-7	4	5	311	306	-2	4	2	-185	159	7	4	1	224	242	
0	3	-3	-259	234	-8	4	5	302	294	-3	4	2	-704	671	8	4	1	152	171	
0	3	-2	217	225	-9	4	5	190	178	-2	4	2	-629	593	10	4	0	-276	268	
0	3	-1	234	274	-11	4	5	-262	253	0	4	2	-196	156	11	4	0	-235	241	
0	3	0	135	156	-12	4	5	-148	135	1	4	2	-347	352	13	4	0	155	155	
0	3	-5	-715	218	-14	4	5	165	137	3	4	2	-429	439	13	4	-1	-151	138	
0	3	-4	172	172	-15	4	5	150	131	4	4	2	-442	445	14	4	-1	-248	469	
0	3	-3	163	144	-16	4	5	-155	140	5	4	2	-110	124	11	4	-1	-265	250	
0	3	-2	9	100	119	-17	4	5	-165	173	6	4	2	-122	126	9	4	-1	-279	272
0	3	-1	49	216	236	-6	4	5	198	149	7	4	2	-307	407	8	4	-1	-272	267
-9	4	-9	113	118	-5	4	5	-167	132	9	4	2	-206	293	7	4	-1	-180	182	
-11	4	-8	240	219	-6	4	5	-225	214	10	4	2	-264	252	6	4	-1	-500	519	
-10	4	-7	176	171	-3	4	5	-470	439	11	4	2	-140	124	5	4	-1	-586	609	
-9	4	-6	8	111	114	-2	4	5	-222	213	12	4	2	-200	270	4	4	-1	-74	85
-5	4	-5	176	173	0	4	5	205	196	11	4	1	-264	256	3	4	-1	418	423	
-4	4	-4	-227	237	2	4	5	-362	349	9	4	1	-159	149	2	4	-1	376	360	
-3	4	-3	-135	157	3	4	5	-325	330	8	4	1	-178	185	2	4	-1	288	302	
10	-4	5	114	107	7	-4	3	491	517	4	5	6	-209	229	-5	5	3	96	108	
-4	-5	272	266	6	-4	3	422	452	2	5	6	174	186	-3	5	3	-277	269		
-7	-4	306	310	3	-4	3	51	106	1	5	6	-157	177	-2	5	3	-198	154		
-6	-4	494	443	3	-3	3	-303	318	-1	5	5	-156	168	-1	5	3	-183	145		
-5	-4	333	345	2	-4	3	180	201	-2	5	5	-263	293	0	5	3	-430	430		
-4	-3	244	259	1	-4	3	732	763	-4	5	5	-165	155	1	5	3	-341	340		
-2	-4	261	271	4	-3	3	-144	160	-5	5	5	-196	192	3	5	3	-209	221		
-1	-4	-244	251	5	-4	3	395	396	-7	5	5	-151	152	4	5	3	-192	185		
0	-4	-591	575	6	-5	4	552	565	-8	5	5	-293	283	6	5	3	-279	276		
1	-4	-363	379	7	-4	3	259	261	-1	5	5	-150	150	7	5	3	-255	277		
2	-4	-60	69	8	-4	3	114	121	-12	5	6	-144	120	8	5	3	-147	168		
3	-4	120	95	4	-3	3	-241	256	-15	5	5	-179	172	9	5	3	-227	249		
4	-4	-354	344	11	-4	3	-165	171	-12	5	5	-151	151	8	5	2	-253	271		
5	-4	-179	174	11	-4	3	-127	111	-7	5	5	-188	186	4	5	2	-248	245		
6	-4	-530	511	11	-4	3	-200	200	-7	5	5	-188	186	4	5	2	-160	167		
8	-4	-169	113	12	-4	3	223	225	-6	5	5	-327	303	3	5	2	-255	288		
8	-4	-101	103	14	-4	3	-205	206	-5	5	5	-78	100	2	5	2	505	504		
0	-4	-240	255	13	-4	2	-248	246	-3	5	5	-145	135	1	5	2	-274	270		
10	-4	241	274	11	-6	2	380	301	-1	5	5	-104	101	2	5	2	-108	170		
12	-4	-244	254	10	-4	2	-342	338	-5	5	4	-175	168	-2	5	2	-273	236		
13	-4	-144	146	9	-4	3	-306	320	0	5	5	-199	221	-4	5	2	-440	416		
14	-4	-161	146	7	-4	2	-573	615	1	5	5	-342	340	-5	5	2	-263	246		
15	-4	172	172	6	-4	2	-292	307	3	5	5	-176	180	-7	5	2	-167	140		
16	-4	-294	272	5	-4	2	-503	535	6	5	5	-177	204	-8	5	2	-125	132		
17	-4	-147	147	4	-4	2	-615	634	8	5	5	-164	159	-10	5	2	-306	250		
18	-4	-148	149	3	-4	2	-151	153	7	5	5	-124	130	-11	5	2	-259	244		
19	-4	-120	111	1	-4	2	-427	435	5	5	5	-244	247	-13	5	2	-128	122		
20	-4	-269	270	2	-4	2	-414	415	4	5	4	-141	141	1	5	2	-164	164		
21	-4	-520	510	2	-4	2	-252	253	5	5	4	-105	118	-12	5	2	-302	293		
22	-4	-243	273	2	-4	2	-276	280	-1	5	4	-154	157	1	5	2	-229	212		
23	-4	-738	247	5	-4	2	-722	757	1	5	4	-226	261	-9	5	2	-134	213		
24	-4	-338	320	6	-4	2</														

Tableau 10 (suite)

H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO	H	K	L	FC	FO						
13	5	-9	-247	243	6	-5	6	-93	111	5	-5	3	-290	318	-6	6	4	-255	256	7	6	1	-308	315	8	6-11	-248	239		
15	5	-9	140	142	7	-5	6	-204	215	4	-5	3	-174	199	-8	6	4	-178	172	8	6	1	-126	146	10	6-10	277	262		
16	5	-8	-163	152	8	-5	6	-10	10	3	-5	3	-195	219	-8	6	4	-237	218	9	6	1	-162	179	9	6-10	276	278		
14	5	-8	-148	148	9	-5	6	-227	226	5	-5	3	-304	362	-10	6	4	-159	164	12	6	0	-137	157	8	6-10	102	111		
13	5	-8	148	131	11	-5	6	106	189	1	-5	3	152	142	-12	6	4	-162	148	11	6	0	-127	137	8	6-10	145	162		
20	5	-8	-273	258	7	-5	6	-281	290	4	-5	3	-249	271	-11	6	3	-162	138	6	6	0	-194	196	6	6-10	-282	246		
9	5	-8	-112	101	5	-5	5	178	187	5	-5	3	171	193	-10	6	3	-266	244	5	6	0	102	105	6	6-10	150	160		
4	5	-8	135	114	1	-5	5	222	252	6	-5	3	204	207	-8	6	3	124	115	4	6	0	340	345	2	6-10	158	159		
7	5	-8	209	209	2	-5	5	-294	312	7	-5	3	-170	181	-5	6	3	-287	273	3	6	0	232	233	2	6	-9	-180	200	
6	5	-8	110	117	1	-5	5	-191	190	9	-5	3	-155	172	-3	6	3	-122	106	-1	6	0	161	155	0	6-9	178	188		
5	5	-8	-181	179	0	-5	5	75	72	10	-5	3	186	190	-2	6	3	176	168	-2	6	0	316	309	1	6-9	334	349		
4	5	-8	-287	273	1	-5	5	260	243	11	-5	3	312	314	-1	6	3	-257	252	-3	6	0	284	282	2	6	-9	242	251	
1	5	-8	182	192	2	-5	5	191	182	12	-5	3	145	192	1	6	3	-250	262	-6	6	0	-146	143	5	6-9	-245	269		
0	5	-8	172	193	4	-5	5	-108	77	14	-5	3	-228	215	2	6	3	-228	215	7	6	-9	345	325	7	6-9	345	345		
2	-5	-8	-141	141	5	-5	5	-407	404	15	-5	3	-211	212	3	6	3	-211	211	-8	6	0	292	287	8	6-9	353	345		
3	5	-6	210	250	4	-5	5	267	261	15	-5	3	142	140	1	6	3	204	210	14	6	-9	-244	230	1	6-9	331	331		
4	-5	6	134	128	7	-5	6	-170	130	12	-5	2	-221	235	10	6	2	-125	140	-12	6	0	-172	193	12	6	-9	137	152	
6	-5	7	193	202	4	-5	6	124	122	-6	6	8	124	143	7	6	2	139	137	13	6	-1	220	216	10	6	-9	-214	198	
7	-5	7	227	215	9	-5	6	311	303	-6	6	8	-110	132	5	6	2	-235	239	10	6	-1	-192	152	9	6-8	-264	253		
5	-5	7	-150	153	11	-5	5	-161	157	-11	6	7	-179	194	4	6	2	-237	242	6	6	-1	158	167	8	6-8	145	144		
4	-5	7	-196	209	12	-5	5	-112	149	-6	6	7	-100	113	3	6	2	-208	291	7	6	-1	299	294	6	6-8	-281	263		
2	-5	7	113	115	15	-5	5	-163	163	-5	6	7	-195	207	2	6	2	-96	97	6	6	-1	265	259	5	6-8	125	114		
1	-5	7	297	301	13	-5	6	-201	1	6	7	-146	165	1	6	2	200	194	5	6	-1	-116	119	3	6	-8	-281	263		
0	-5	7	340	344	11	-5	6	-216	226	3	-5	6	-157	168	0	6	2	132	130	4	6	-1	-162	164	2	6	-8	-281	285	
2	-5	7	-110	121	10	-5	6	-349	385	6	6	6	113	123	-2	6	2	-290	281	3	6	-1	-328	352	0	6-8	145	153		
5	-5	7	268	261	9	-5	6	-275	261	-2	6	6	-146	157	-3	6	2	-306	296	1	6	-1	191	150	1	6-8	205	224		
6	-5	6	235	239	8	-5	6	-146	146	3	-5	6	-296	290	-6	6	2	-185	175	0	6	-1	296	223	3	6-8	-134	140		
8	-5	6	-230	239	7	-5	6	322	306	4	-5	6	-141	141	1	6	2	-163	163	1	6	-1	163	153	5	6-8	-190	211		
0	-5	7	-163	165	4	-5	6	-163	165	4	-5	6	-139	135	-9	6	2	-353	325	5	6	-1	127	133	3	6	-8	-237	233	
10	-5	7	-150	159	12	-5	6	-307	306	-7	6	6	-127	139	-9	6	2	-309	297	1	6	-1	127	137	3	6	-8	-341	351	
11	-5	7	127	191	4	-5	6	-304	279	-9	6	6	-173	174	-10	6	2	-200	191	6	6	-1	309	325	2	6	-7	-245	226	
12	-5	7	445	428	3	-5	6	-754	758	-10	6	6	-134	160	-12	6	2	150	134	7	6	-1	152	164	0	6	-7	-341	351	
13	-5	7	122	119	2	-5	5	-498	466	-11	6	5	191	193	-13	6	1	-195	184	10	6	-1	184	177	1	6	-7	-352	356	
15	-5	7	-296	275	1	-5	6	-263	266	-10	6	5	132	128	-11	6	1	-245	248	12	6	-1	202	217	2	6	-7	-173	174	
16	-5	6	234	221	0	-5	6	-306	302	-8	6	5	-172	171	-10	6	1	-268	262	13	6	-1	205	202	4	6	-7	197	103	
14	-5	6	-194	141	2	-5	4	-143	171	-7	6	5	-127	116	-8	6	1	-216	206	12	6	-2	-268	270	5	6	-7	162	141	
11	-5	6	255	257	3	-5	6	-396	424	-5	6	5	-256	256	-7	6	1	-360	358	11	6	-2	-304	297	6	6	-7	-257	252	
10	-5	6	-154	136	4	-5	6	-290	316	-6	6	5	-262	276	-6	6	1	-177	167	10	6	-2	-178	193	7	6	-7	-337	318	
9	-5	6	-102	120	7	-5	6	-234	253	-2	6	5	-143	139	-5	6	1	-116	120	8	6	-2	-245	226	1	6	-7	149	137	
7	-5	6	-194	178	8	-5	6	-121	110	-6	6	5	-131	142	-1	6	1	-217	211	7	6	-2	213	223	11	6	-7	125	107	
5	-5	6	133	126	9	-5	6	-335	333	5	-5	6	-119	133	-2	6	1	-157	105	2	6	-2	-250	251	12	6	-7	-110	110	
4	-5	6	310	297	10	-5	6	-345	335	4	-5	6	-190	213	-1	6	1	-295	299	5	6	-2	253	271	13	6	-7	-270	198	
3	-5	6	277	253	12	-5	3	-146	160	3	-5	6	-203	205	0	6	1	-129	122	6	6	-2	163	155	12	6	-6	-249	222	
2	-5	6	95	72	11	-5	3	-213	195	0	-5	6	-156	164	1	6	1	113	106	7	6	-2	-231	258	11	6	-6	-197	185	
2	-5	6	236	260	10	-5	3	-151	123	-2	6	4	-261	258	2	6	1	222	217	8	6	-2	191	194	9	6	-6	335	317	
3	-5	6	135	152	8	-5	5	-207	217	-4	6	4	-245	225	3	6	1	-245	225	9	6	-2	-144	132	8	6	-6	313	333	
4	-5	6	-108	104	-5	6	-5	-165	186	6	-5	6	-217	221	1	6	-1	-165	225	11	6	-1	-302	287	6	6	-6	-302	281	
6	-5	6	361	373	-6	7	3	-221	213	9	-5	7	-1	-199	209	7	7	-1	-216	217	1	7	-1	-341	347	11	7	-5	162	166
4	-5	6	73	66	-9	7	3	-142	150	5	-5	7	-247	230	6	7	-1	-265	245	2	7	-1	-229	232	12	7	-5	226	233	
3	-5	6	-66	56	-10	7	2	-297	199	4	-5	7	-203	217	6	7	-1	-265	245	3	7	-1	-229	232	11	7	-6	246	237	
2	-5	6	-51	304	-9	7	2	-164	156	3	-5	7	-241	246	9	7	-1	-201	200	3	7	-1	-204	206	10	7	-6	384	384	
1	-5	6	-154	124	-7	7	2	-118	175	2	-5	7	-248	236	10	7	-1	173	174	6	7	-1	-149	149	4	7	-5	203	192	
1	-5	6	235	239	-6	7	2	-142	128	1	-5	7	-378	328	11	7	-10	-174	162	8	7	-7	-221	209	7	7	-6	-318	337	
2	-5	6	132	104	-4	7	2	-136	119	0	-5	7	-152	110	10	7	-10	-114	117	9	7	-7	-135	132	6	7	-6	-221	22	