

Table 2. *Interatomic distances in Å*

The standard deviations are given in parentheses.

	Bi(1)–			Bi(2)–	
–S(7)	2.562 (4)	1 ×	–S(3)	2.618 (4)	1 ×
–S(9)	2.697 (3)	2 ×	–S(8)	2.663 (3)	2 ×
–S(7)	2.996 (3)	2 ×	–S(3)	3.115 (3)	2 ×
–S(2)	3.533 (4)	1 ×	–S(4)	3.304 (3)	2 ×
	In(1)–			In(2)–	
–S(2)	2.532 (3)	2 ×	–S(4)	2.557 (4)	1 ×
–S(5)	2.573 (4)	1 ×	–S(4)	2.626 (3)	2 ×
–S(8)	2.641 (4)	1 ×	–S(5)	2.650 (3)	2 ×
–S(3)	2.736 (3)	2 ×	–S(1)	2.686 (4)	1 ×
	In(3)–			In(4)–	
–S(6)	2.440 (4)	1 ×	–S(2)	2.489 (4)	1 ×
–S(1)	2.460 (3)	2 ×	–S(6)	2.548 (3)	2 ×
–S(5)	2.574 (4)	1 ×	–S(9)	2.592 (4)	1 ×
–S(9)	3.078 (4)	1 ×	–S(7)	2.819 (3)	2 ×

Three indium atoms are octahedrally coordinated. The angle between In(4) and the two sulphur atoms on the top of the octahedron (on the same mirror plane

as indium) is 149.3° . The corresponding angles are 172.8° for In(1) and 179° for In(2), respectively. On the other hand, the In(3) is tetrahedrally surrounded by S atoms, distorted due to the S(9) atom at a distance of 3.078 Å .

One of us (V.K.) is indebted to the 'Deutsche Forschungsgemeinschaft' for financial support.

References

- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321.
 KRÁMER, V. & NITSCHKE, R. (1971). *Z. Naturf.* **26b**, 1074.
 KUPČIK, V. & VESELÀ-NOVÁKOVÀ, L. (1970). *Tschermak's Mineral. Petrog. Mitt.* **14**, 55.
 STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1967). The X-RAY System of Crystallographic Programs, Computer Science Center, Univ. of Maryland.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 3130

Structure Cristalline et Moléculaire du Diphenyl-2,2 Sila-2 Δ3 Bromo-3 Tetralone-1

PAR J. P. VIDAL, J. L. GALIGNÉ ET J. FALGUEIRETTES

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Université Montpellier II, Chemin des Brusses, 34, Montpellier, France

(Reçu le 15 mai 1972)

The crystal structure of 3-bromo-2,2-diphenyl-2-sila-Δ3-1-tetralone, $C_{21}H_{15}OSiBr$, has been determined from intensities obtained using a Nonius semi-automatic single-crystal diffractometer and Cu $K\alpha$ radiation. The structure has been solved with the aid of the heavy-atom method and refined by full-matrix least-squares calculations including anisotropic thermal parameters. The final R value is 0.06 for 1824 observed reflexions.

La synthèse et l'étude chimique du diphenyl-2,2 sila-2 Δ3 bromo-3 tétralone-1 ont été effectuées dans le laboratoire de M le Professeur Corriu.

La détermination de la structure de ce composé entre dans le cadre de l'étude d'un groupe d'organosilanes cycliques.

Partie expérimentale

Le diphenyl-2,2, sila-2 Δ3 bromo-3 tétralone-1 est purifié par recristallisation lente dans un mélange benzène-hexane. Ces cristaux, de couleur orange, sont essentiellement prismatiques et allongés suivant **a**.

La mesure des paramètres et la détermination du groupe spatial ont été effectuées en utilisant les chambres de Weissenberg et de précession de Buerger.

La valeur des paramètres a été précisée sur le diffractomètre semi-automatique Enraf-Nonius qui a servi à mesurer les intensités de toutes les réflexions.

Les paramètres ont été affinés par la méthode des moindres carrés sur 143 réflexions.

Données cristallographiques

$$\begin{aligned} a &= 15,543 \pm 0,004 \text{ Å} & \beta &= 108,58 \pm 0,05^\circ \\ b &= 10,566 \pm 0,003 & V &= 1787 \text{ Å}^3 \\ c &= 11,486 \pm 0,003 & Z &= 4 \end{aligned}$$

Coefficient linéaire d'absorption $\mu_1 = 41 \text{ cm}^{-1}$.

Groupe spatial: $P2_1/c$ (d'après les extinctions systématiques).

Densité mesurée: $1,456 \text{ g.cm}^{-3}$.

Densité calculée: $1,453 \text{ g.cm}^{-3}$.

Le cristal était monté suivant **b** et avait un volume de $0,034 \text{ mm}^3$.

L'enregistrement des intensités diffractées a été fait en employant la méthode de balayage $\theta/2\theta$ et la radiation Cu $K\alpha$.

Sur les intensités furent effectuées les corrections d'absorption et de Lorentz-polarisation pour un cristal polyédrique complètement noyé dans le faisceau des rayons X, cette dernière correction à l'aide d'un programme écrit en Fortran par Escande (1971) pour IBM 360-40 64 K.

Les facteurs de diffusion atomique ont été ceux de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour l'hydrogène et ceux de Doyle & Turner (1968) pour les atomes de C, O, Si, Br. La correction de diffusion anormale pour les atomes les plus lourds (Br et Si) a été effectuée en fin d'affinement d'après les données de International Tables for X-ray Crystallography (1962).

Détermination de la structure

La position de l'atome de brome a été immédiatement déterminée par l'étude tridimensionnelle de la fonction vectorielle de Patterson.

Cet atome placé, un calcul initial des facteurs de structure a donné un indice de reliabilité R=0,48 pour

Tableau 1. Facteurs de structure observés et calculés

Table with 24 columns: HKLF, Fo, Fc, A, B, HKLF, Fo, Fc, A, B, HKLF, Fo, Fc, A, B, HKLF, Fo, Fc, A, B. It contains a dense grid of numerical data representing observed and calculated structure factors.

Tableau 1 (suite)

Table with multiple columns of numerical data representing structure parameters for various reflections, including H, K, L, F, C, A, B indices and their corresponding values.

l'ensemble des réflexions [avec R = \sum(|F_o| - |KF_c|) / \sum|F_o|].

Les sections de la fonction densité électronique tridimensionnelle (Vidal & Lapasset, 1970) ont fait apparaître l'ensemble de la molécule, excepté les atomes d'hydrogène. Ces sections ont permis de constater que

l'atome de brome se trouvait en position 3 et non 4 comme admis jusqu'ici.

Une nouvelle densité électronique, calculée en introduisant tous ces atomes affectés de coefficient d'agitation thermique isotrope égaux à 3 Å², abaissait le facteur R jusqu'à 0,28.

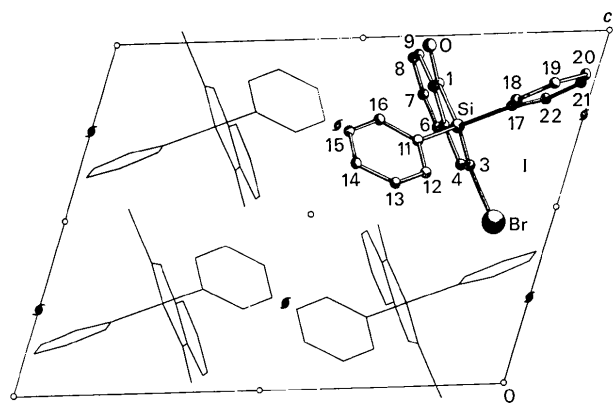


Fig. 1. Projection de la structure du diphenyl-2.2 sila-2.3 bromo-3 tetralone-1 sur le plan xOz .

Nous avons ensuite affiné cette hypothèse, toujours avec agitation thermique isotrope, à l'aide d'un programme de moindres carrés, utilisant la matrice complète des équations normales, écrit au laboratoire par J. Lapasset pour IBM 360-40 64 K. Nous n'avons affiné ni les paramètres de position, ni les facteurs d'agitation thermique des atomes d'hydrogène qui ont été fixés à 4 \AA^2 . Avant chaque cycle d'affinement la position des atomes d'hydrogène était déterminée en fonction des coordonnées de l'atome porteur et des atomes voisins. En trois cycles d'affinement, l'indice de reliabilité est descendu à 0,10.

A ce stade les affinements suivants ont été effectués à l'aide d'une version modifiée au laboratoire du programme Busing, Martin & Levy (1962) en tenant compte :

- de la diffusion anormale pour les atomes de brome et de silicium pour la radiation utilisée;
- de l'anisotropie de l'agitation thermique pour tous les atomes autres que les atomes d'hydrogène, ces derniers étant alors affectés du coefficient d'agitation thermique isotrope de l'atome porteur;

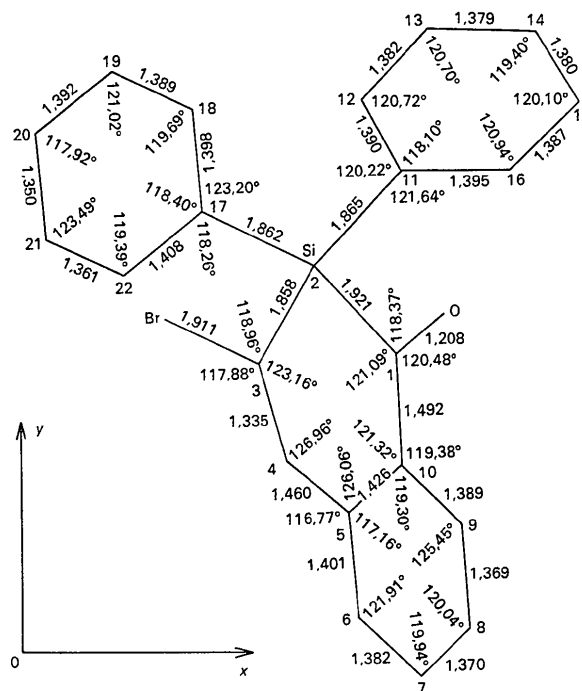


Fig. 2. Distances interatomiques et angles de valence, projection du motif sur le plan xOy .

Tableau 2. Paramètres de position et d'agitation thermique

Les écarts types portant sur la dernière décimale sont donnés entre parenthèses; le facteur d'agitation thermique est égal à : $\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$ sauf pour les atomes d'hydrogène pour lesquels B est isotrope.

	x	y	z	$10^4\beta_{11}$	$10^4\beta_{22}$	$10^4\beta_{33}$	$10^4\beta_{12}$	$10^4\beta_{13}$	$10^4\beta_{23}$
Br	0,12021 (4)	0,41208 (5)	0,46204 (5)	58 (04)	90 (06)	78 (06)	5 (03)	-7 (03)	6 (03)
Si(2)	0,24524 (8)	0,4745 (1)	0,7415 (1)	29 (05)	42 (1)	58 (1)	1 (05)	11 (06)	-2 (07)
O	0,3540 (3)	0,4171 (3)	0,9714 (3)	75 (3)	81 (3)	76 (4)	9 (2)	1 (2)	11 (2)
C(1)	0,3161 (3)	0,3686 (4)	0,8732 (4)	39 (2)	62 (4)	65 (4)	-1 (2)	18 (2)	-1 (3)
C(3)	0,2000 (3)	0,3564 (4)	0,6171 (4)	34 (2)	60 (4)	63 (4)	7 (2)	17 (2)	6 (3)
C(4)	0,2208 (3)	0,2335 (4)	0,6304 (4)	41 (2)	62 (4)	73 (4)	-8 (2)	26 (2)	-15 (3)
C(5)	0,2759 (3)	0,1698 (4)	0,7422 (5)	35 (2)	56 (4)	82 (5)	7 (2)	25 (3)	9 (3)
C(6)	0,2857 (4)	0,0385 (5)	0,7352 (5)	59 (3)	57 (4)	90 (5)	1 (2)	21 (3)	-5 (3)
C(7)	0,3372 (4)	-0,0315 (5)	0,8346 (6)	74 (3)	60 (4)	121 (6)	17 (3)	46 (4)	19 (4)
C(8)	0,3797 (4)	0,0273 (5)	0,9443 (5)	62 (3)	89 (5)	95 (6)	18 (3)	32 (3)	29 (4)
C(9)	0,3720 (3)	0,1555 (5)	0,9549 (5)	43 (2)	75 (4)	80 (5)	6 (2)	23 (3)	16 (3)
C(10)	0,3212 (3)	0,2291 (4)	0,8569 (4)	37 (2)	61 (4)	62 (4)	11 (2)	24 (2)	5 (3)
C(11)	0,3207 (3)	0,5951 (3)	0,7056 (4)	36 (2)	53 (3)	69 (4)	-1 (2)	17 (2)	-9 (3)
C(12)	0,2852 (3)	0,6834 (4)	0,6131 (5)	43 (2)	68 (4)	90 (5)	-5 (2)	21 (3)	-1 (3)
C(13)	0,3412 (4)	0,7692 (5)	0,5817 (5)	74 (3)	63 (4)	102 (6)	-17 (3)	29 (4)	-1 (4)
C(14)	0,4336 (4)	0,7678 (5)	0,6402 (6)	67 (3)	79 (5)	134 (7)	-28 (3)	51 (4)	-27 (5)
C(15)	0,4698 (4)	0,6829 (5)	0,7343 (5)	40 (2)	100 (5)	107 (6)	-17 (3)	26 (3)	-28 (4)
C(16)	0,4139 (3)	0,5970 (4)	0,7668 (5)	36 (2)	86 (5)	80 (5)	0 (2)	16 (2)	-11 (3)
C(17)	0,1507 (3)	0,5441 (4)	0,7873 (4)	33 (2)	68 (4)	63 (4)	7 (2)	12 (2)	-2 (3)
C(18)	0,1445 (3)	0,6730 (4)	0,8104 (6)	41 (2)	74 (4)	117 (6)	10 (2)	20 (3)	-7 (4)
C(19)	0,0755 (4)	0,7162 (6)	0,8528 (6)	55 (3)	109 (6)	119 (7)	26 (3)	4 (4)	-32 (5)
C(20)	0,0107 (4)	0,6334 (8)	0,8695 (7)	52 (3)	184 (9)	129 (8)	35 (5)	35 (4)	-28 (7)
C(21)	0,0196 (4)	0,5090 (7)	0,8494 (6)	56 (3)	175 (9)	100 (7)	4 (4)	52 (4)	1 (5)
C(22)	0,0859 (3)	0,4615 (5)	0,8077 (5)	45 (2)	91 (5)	93 (5)	-1 (2)	27 (3)	8 (4)

Tableau 2 (suite)

				<i>B</i> isotrope
H(4)	0,194	0,175	0,550	3,1
H(6)	0,252	-0,008	0,650	4,0
H(7)	0,343	-0,131	0,826	4,7
H(8)	0,418	-0,027	1,021	4,5
H(9)	0,406	0,200	1,041	3,6
H(12)	0,214	0,686	0,566	3,6
H(13)	0,312	0,837	0,512	4,6
H(14)	0,477	0,830	0,612	5,0
H(15)	0,540	0,684	0,783	4,2
H(16)	0,443	0,530	0,839	3,6
H(18)	0,192	0,738	0,495	4,1
H(19)	0,071	0,814	0,872	5,4
H(20)	-0,044	0,667	0,897	6,1
H(21)	-0,028	0,444	0,867	5,4
H(22)	0,089	0,362	0,792	4,0

— du schéma de pondération suivant: le poids d'une réflexion est égal à $1/(a+bF_o+cF_o^2)$ (Cruickshank, 1961) avec $a=0,7538$, $b=0,0290$, $c=0,0037$.

L'ordinateur utilisé n'ayant pas une capacité de mémoire centrale suffisante, il a été impossible d'affiner en une seule fois tous les paramètres du motif de base. Nous avons successivement affiné sur les deux phényles

puis le reste du motif. En huit cycles d'affinement, le cycle nécessitant deux passages, l'indice *R* s'est stabilisé à 0,060. Nous n'avons pas affiné les positions des atomes d'hydrogène. En fin d'affinement les variations des paramètres atomiques étaient comprises entre $0,01\sigma$ et $0,3\sigma$, celles des paramètres d'agitation thermique entre $0,2\sigma$ et σ .

Le Tableau 1 donne la liste des facteurs de structure observés et calculés. Le Tableau 2 contient les paramètres de position et d'agitation thermique.

Description de la structure

La Fig. 1 donne la projection de la structure sur le plan *xOz*. Le Tableau 3 donne les distances interatomiques, les angles de liaison et leurs écarts types. Les distances interatomiques et angles de valence sont reportés sur la Fig. 2 qui représente la projection du motif sur le plan *xOy*.

Précision des résultats

L'écart type sur les positions atomiques obtenus en tenant compte de l'ensemble des données de diffrac-

Tableau 3. Distances interatomiques, angles de liaison et leurs écarts types

Distances		Angles	
Br—C(3)	1,911 (5) Å	Br—C(3)—Si(2)	118,96 (23)°
O—C(1)	1,208 (6)	Br—C(3)—C(4)	117,88 (36)
C(1)—Si(2)	1,921 (5)	Si(2)—C(3)—C(4)	123,16 (38)
Si(2)—C(3)	1,858 (5)	C(3)—C(4)—C(5)	126,96 (45)
C(3)—C(4)	1,335 (6)	C(4)—C(5)—C(6)	116,77 (45)
C(4)—C(5)	1,460 (7)	C(4)—C(5)—C(10)	126,06 (40)
C(5)—C(6)	1,401 (7)	C(10)—C(5)—C(6)	117,16 (45)
C(6)—C(7)	1,382 (9)	C(5)—C(6)—C(7)	121,91 (52)
C(7)—C(8)	1,370 (9)	C(6)—C(7)—C(8)	119,94 (50)
C(8)—C(9)	1,369 (8)	C(7)—C(8)—C(9)	120,04 (55)
C(9)—C(10)	1,389 (7)	C(8)—C(9)—C(10)	121,65 (52)
C(10)—C(5)	1,426 (7)	C(9)—C(10)—C(5)	119,30 (41)
C(10)—C(1)	1,492 (6)	C(9)—C(10)—C(1)	119,38 (43)
		C(5)—C(10)—C(1)	121,32 (41)
		C(10)—C(1)—O	120,48 (44)
		C(10)—C(1)—Si(2)	121,09 (34)
		O—C(1)—Si(2)	118,37 (35)
		C(1)—Si(2)—C(3)	101,30 (20)
		C(1)—Si(2)—C(11)	109,15 (21)
		C(3)—Si(2)—C(17)	110,12 (21)
Si(2)—C(11)	1,865 (5) Å	C(3)—Si(2)—C(11)	113,55 (21)°
C(11)—C(12)	1,390 (7)	C(1)—Si(2)—C(17)	108,26 (22)
C(12)—C(13)	1,382 (8)	C(11)—Si(2)—C(17)	113,63 (20)
C(13)—C(14)	1,379 (9)	Si(2)—C(11)—C(12)	120,22 (37)
C(14)—C(15)	1,380 (9)	C(12)—C(11)—C(16)	118,10 (44)
C(15)—C(16)	1,387 (8)	C(11)—C(12)—C(13)	120,72 (51)
C(16)—C(11)	1,395 (7)	C(12)—C(13)—C(14)	120,70 (55)
Si(2)—C(17)	1,862 (5)	C(13)—C(14)—C(15)	119,40 (58)
C(17)—C(18)	1,398 (7)	C(14)—C(15)—C(16)	120,10 (55)
C(18)—C(19)	1,389 (9)	C(15)—C(16)—C(11)	120,94 (49)
C(19)—C(20)	1,392 (9)	C(16)—C(11)—Si(2)	121,64 (36)
C(20)—C(21)	1,350 (12)	Si(2)—C(17)—C(18)	123,20 (37)
C(21)—C(22)	1,361 (9)	C(17)—C(18)—C(19)	119,69 (51)
C(22)—C(17)	1,408 (7)	C(18)—C(19)—C(20)	121,02 (62)
		C(19)—C(20)—C(21)	117,92 (67)
		C(20)—C(21)—C(22)	123,49 (67)
		C(21)—C(22)—C(17)	119,39 (56)
		C(22)—C(17)—C(18)	118,40 (46)
		C(22)—C(17)—Si(2)	118,26 (38)

tion (Cruickshank & Robertson, 1953) est de 0,0006 Å pour le brome, 0,001 Å pour le silicium et 0,005 Å pour l'oxygène. Pour les atomes de carbone les écarts types sont regroupés dans le Tableau 4.

centres rigides sont ceux qui ont la plus grande agitation thermique.

Géométrie de la molécule

Tableau 4. *Ecart types sur les positions atomiques des atomes de carbone*

	$\sigma(r)$		$\sigma(r)$		$\sigma(r)$
C(1)	0,005 Å	C(9)	0,006 Å	C(16)	0,006 Å
C(3)	0,005	C(10)	0,005	C(17)	0,004
C(4)	0,005	C(11)	0,005	C(18)	0,007
C(5)	0,006	C(12)	0,006	C(19)	0,007
C(6)	0,006	C(13)	0,006	C(20)	0,008
C(7)	0,007	C(14)	0,007	C(21)	0,007
C(8)	0,006	C(15)	0,006	C(22)	0,006

Agitation thermique

Nous remarquons que pour chacune des trois parties de la molécule, les atomes les plus éloignés des

Le Tableau 5 donne les résultats des calculs des plans moyens importants.

Cycles phényles

Les cycles phényles peuvent être considérés comme parfaitement plans.

Les liaisons Si- ϕ entraînent la diminution de l'angle de valence ayant pour sommet l'atome portant le substituant Si.

En outre, pour le cycle phényle qui forme le plan 3, il semblerait que les électrons π , au voisinage des atomes C(20), C(21), C(22) pris dans la molécule I, Fig. 1, subissent une répulsion produite par les élec-

Tableau 5. *Plans moyens importants*

L'espace est rapporté à trois axes orthonormés Ox, Oy, Oz dirigés suivant **a**, **b**, **c*** les distances sont exprimées en Å.

Plan moyen 1

défini par C(1), Si(2), C(3), C(4), C(5), C(6), C(7), C(8), C(9), C(10).

$$\text{Equation du plan: } -0,948X - 0,137Y + 0,287Z = 0,584$$

Atome	C(1)	Si(2)	C(3)	C(4)	C(5)	C(6)	C(7)	C(8)	C(9)	C(10)
Distance au plan 1	0,018	-0,046	-0,021	0,018	0,0014	0,0014	0,0031	-0,0095	-0,0061	-0,0011 Å

La distance de l'atome de brome à ce plan est -0,094 Å, celle de l'oxygène -0,0004 Å

Plan moyen 2

défini par C(11), C(12), C(13), C(14), C(15), C(16).

$$\text{Equation du plan: } -0,0360X + 0,651Y + 0,667Z = 8,37$$

Atome	C(11)	C(12)	C(13)	C(14)	C(15)	C(16)
Distance au plan 2	0,010	-0,0016	-0,010	0,014	-0,0059	-0,0062 Å

Plan moyen 3

défini par C(17), C(18), C(19), C(20), C(21), C(22).

$$\text{Equation du plan: } +0,296X - 0,132Y + 0,946Z = 7,194$$

Atome	C(17)	C(18)	C(19)	C(20)	C(21)	C(22)
Distance au plan 3	-0,0045	-0,0013	0,012	-0,017	0,012	-0,0009 Å.

Plan moyen 4

défini par Si(2), C(11), C(14).

$$\text{Equation du plan: } 0,662X - 0,509Y + 0,549Z = 2,61.$$

Atome	C(12)	C(13)	C(15)	C(16)
Distance au plan 4	-1,170	-1,168	1,165	1,167 Å

Plan moyen 5

défini par Si(2), C(17), C(20).

$$\text{Equation du plan: } 0,462X + 0,562Y + 0,685Z = 8,863$$

Atome	C(18)	C(19)	C(21)	C(22)
Distance au plan 5	0,854	0,861	-0,790	-0,839 Å.

Plan moyen 6

défini par Si(2), C(11), C(17)

$$\text{Equation du plan: } 0,290X - 0,0042Y + 0,9572Z = 8,023$$

Atome	C(12)	C(16)	C(18)	C(22)
Distance au plan 6	-1,030	0,993	0,181	-0,099 Å.

Angle dièdre aigu des plans	n°1 et 2	63,67°	n°6 et 2	57,88°
	n°1 et 3	89,49°	n°6 et 3	7,37°
	n°2 et 3	63,98°		

trons p du brome de la molécule voisine $-x, 1-y, 1-z$.

Cette action provoquerait le raccourcissement des liaisons C(21)-C(20) et C(21)-C(22) et l'ouverture de l'angle C(20)-C(21)-C(22). Ce phényl est sensiblement parallèle au plan (102). Nous avons réuni dans le Tableau 6 les plus courtes distances entre atomes de molécules différentes. La moyenne des longueurs de liaison pour chaque cycle est 1,384 Å et celle des angles de valence 120°, 0.

Tableau 6. Distances intermoléculaires les plus courtes

Le premier atome est toujours pris dans la molécule I (Fig. 1), les positions équivalentes utilisées sont définies par

i	$-x, 1-y, 1-z$	iii	$x, \frac{3}{2}-y, z+\frac{1}{2}$
ii	$x, \frac{1}{2}-y, z-\frac{1}{2}$	iv	$1-x, y-\frac{1}{2}, \frac{3}{2}-z$
Br-Br(1)	4,50 Å	Br-C(6 ⁱⁱ)	4,23 Å
Br-C(22 ⁱ)	3,91	Br-C(8 ⁱⁱⁱ)	4,15
Br-C(21 ⁱ)	3,64	Br-C(7 ⁱⁱⁱ)	4,27
Br-C(20 ⁱ)	3,73	O-C(13 ⁱⁱⁱⁱ)	3,57
Br-C(10 ⁱⁱ)	3,98	O-C(14 ⁱⁱⁱⁱ)	3,85
Br-C(5 ⁱⁱ)	4,11	O-C(16 ^{iv})	4,21
Br-C(9 ⁱⁱ)	4,00		

Tableau 7. Mouvements d'agitation thermique et orientation des ellipsoïdes d'agitation thermique

L'espace est rapporté à un trièdre orthonormé OX, OY, OZ dont les axes sont dirigés suivant a^*, b, c respectivement. Le tableau donne, pour chaque atome, l'écart quadratique moyen $\sqrt{u^2}$ suivant les trois axes principaux de l'ellipsoïde et les cosinus directeurs de ces axes.

	Cosinus directeurs suivant					Cosinus directeurs suivant			
	$\sqrt{u^2}$	OX	OY	OZ		$\sqrt{u^2}$	OX	OY	OZ
Br	0,303	0,709	0,036	-0,705	C(11)	0,200	0,908	0,168	-0,385
	0,229	0,165	0,963	0,214		0,168	0,003	-0,921	-0,389
	0,186	0,686	-0,268	0,676		0,211	0,419	-0,351	0,837
O	0,322	0,810	0,180	-0,558	C(13)	0,223	0,894	-0,393	-0,214
	0,215	0,437	-0,820	0,369		0,192	0,382	0,919	-0,096
	0,198	0,392	0,543	0,743		0,234	0,234	0,005	0,972
Si	0,180	0,974	0,059	0,218	C(14)	0,294	0,953	-0,271	-0,133
	0,153	0,089	-0,987	-0,133		0,178	0,258	0,960	-0,107
	0,190	0,207	0,149	-0,967		0,246	0,157	0,068	0,985
C(1)	0,210	0,983	-0,088	0,164	C(15)	0,318	0,736	-0,391	0,552
	0,188	0,079	0,995	0,061		0,181	0,487	0,873	-0,032
	0,195	0,168	0,047	-0,985		0,232	0,470	-0,293	-0,833
C(3)	0,207	0,600	-0,689	-0,406	C(16)	0,190	0,818	0,573	0,051
	0,162	0,482	0,717	-0,504		0,281	0,402	-0,632	0,662
	0,198	0,638	0,106	0,762		0,220	0,412	-0,521	-0,747
C(4)	0,234	0,724	-0,439	0,531	C(17)	0,200	0,867	-0,338	-0,368
	0,172	0,065	0,811	0,581		0,206	0,498	0,622	0,604
	0,185	0,686	0,386	-0,616		0,237	0,024	-0,707	0,707
C(5)	0,185	0,585	0,491	-0,645	C(18)	0,180	0,698	-0,694	-0,177
	0,167	0,562	-0,819	-0,113		0,215	0,549	0,678	-0,489
	0,230	0,584	0,296	0,755		0,194	0,459	0,244	0,854
C(6)	0,258	0,942	0,060	-0,330	C(19)	0,229	0,786	0,603	0,136
	0,179	0,009	-0,988	-0,153		0,185	0,618	-0,764	-0,185
	0,234	0,335	-0,141	0,931		0,271	0,008	-0,229	0,973
C(7)	0,303	0,857	0,264	0,443	C(20)	0,237	0,728	0,259	0,636
	0,241	0,461	-0,007	-0,887		0,196	0,527	-0,804	-0,276
	0,173	0,232	-0,964	0,128		0,337	0,440	0,535	-0,721
C(8)	0,285	0,764	0,522	0,379	C(21)	0,182	0,723	-0,474	-0,503
	0,190	0,259	-0,786	0,562		0,356	0,307	0,872	-0,380
	0,235	0,591	-0,331	-0,736		0,276	0,618	0,120	0,777
C(9)	0,239	0,584	0,550	0,597	C(22)	0,280	0,817	-0,134	0,561
	0,209	0,806	-0,305	-0,508		0,316	0,126	0,991	0,052
	0,188	0,097	-0,777	0,621		0,169	0,562	-0,029	-0,826
C(10)	0,223	0,801	0,490	0,343		0,206	0,638	0,413	-0,651
	0,162	0,589	-0,544	-0,598		0,229	0,596	-0,799	0,078
	0,181	0,107	-0,681	0,724		0,245	0,488	0,438	0,755

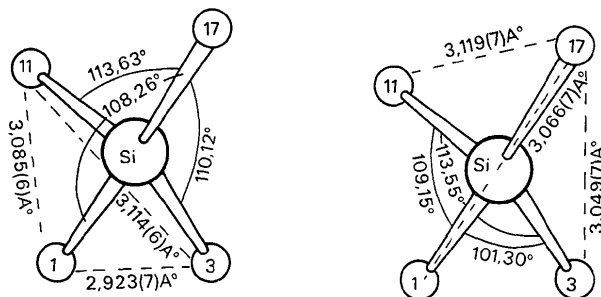


Fig. 3. Angles de valence du silicium et distances entre les atomes de carbone.

Double cycle

La valeur du dièdre aigu formé par le plan du cycle aromatique et le plan de l'autre cycle est 0,48°. L'ensemble de cette partie de la molécule peut être considéré comme parfaitement plan et a une direction sensiblement parallèle au plan (20 $\bar{1}$). La distance C(13)-C(14), égale à 1,335 Å, est caractéristique d'une double liaison. La liaison C(5)-C(10), 1,492 (6) Å, se rapprocherait du type liaison simple. La moyenne des

longueurs de liaison dans le cycle aromatique est 1,389 Å et celle des angles de valence 120°,0.

Conformation de l'atome de Si

Les angles de valence du silicium sont indiqués sur la Fig. 3. Il est à noter la diminution de l'angle de valence C(3)-Si-C(1) par rapport à la valeur théorique 109,40°. Les autres angles sont assez proches de cette valeur. La longueur des liaisons Si-φ est comprise entre 1,862 et 1,865 Å. La longueur Si-C pour la carbone porteur du brome est 1,858 Å, celle du carbone porteur de l'oxygène 1,921 Å.

Dans le Tableau 7, nous donnons, pour chaque atome de la molécule, les valeurs des écarts quadratiques moyens suivant les trois axes principaux des ellipsoïdes d'agitation thermique.

Conclusion

Cette étude a permis d'obtenir la conformation moléculaire du diphenyl-2,2 sila-2 A3 bromo-3 tetralone-1

et de constater que l'atome de brome est en position 3 et non 4 comme admis jusqu'ici.

Nous remercions Monsieur le Professeur Corriu de nous avoir suggéré cette étude.

Références

- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS*. Report ORNL-TM-305, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). In *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*. Oxford: Pergamon Press.
- CRUICKSHANK, D. W. J. & ROBERTSON, A. P. (1953). *Acta Cryst.* **6**, 698.
- DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390.
- ESCANDE, A. (1971). Thèse de spécialité, Montpellier.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, p. 214. Birmingham: Kynoch Press.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175.
- VIDAL, J. P. & LAPASSET, J. (1970). *Rev. Chim. Min.* **7**, 611.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 3137

Structure Cristalline et Moléculaire du Diphenyl-2,2 Sila-2 Trihydro-1,3,4 Naphtalène

PAR J. P. VIDAL, J. LAPASSET ET J. FALGUEIRETTES

Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie, Université Montpellier II, Chemin des Brusses, 34, Montpellier, France

(Reçu le 15 mai 1972)

The compound 2,2-diphenyl-2-sila-1,3,4-trihydronaphthalene crystallizes in the monoclinic space group $P2_1/c$ with cell parameters $a=13,594$, $b=10,361$, $c=12,439$ Å, $\beta=106,87^\circ$, $Z=4$. Three-dimensional intensity data were collected on a Nonius semi-automatic single-crystal diffractometer using $\text{Cu K}\alpha$ radiation. The crystal structure was solved by the symbolic addition method and refined by full-matrix least-squares calculations including anisotropic thermal parameters. The final R value is 0,041 for 1339 observed reflexions.

La synthèse et l'étude chimique du diphenyl-2,2 sila-2 trihydro-1,3,4 naphtalène ont été effectuées dans le laboratoire de M le Professeur Corriu.

La détermination de la structure de ce composé entre dans le cadre de l'étude d'un groupe d'organo-silanes cycliques afin d'établir le mode d'agencement des molécules et la conformation de l'atome de Si.

Partie expérimentale

Le diphenyl-2,2 sila-2 trihydro-1,3,4 naphtalène est purifié par recristallisation dans l'hexane. Par évaporation, on obtient des cristaux incolores rhombiques de symétrie monoclinique de faces naturelles $\{110\}$, $\{001\}$.

La mesure des paramètres et la détermination du groupe spatial ont été effectuées en utilisant des chambres de Weissenberg et de précession de Buerger.

Les paramètres ont été précisés sur un diffractomètre semi-automatique Enraf-Nonius par affinement de moindres carrés en employant les angles de diffraction de 146 réflexions.

Données cristallographiques

$$\begin{aligned} a &= 13,594 \pm 0,005 \text{ \AA} & \beta &= 106,87 \pm 0,05^\circ \\ b &= 10,361 \pm 0,004 & V &= 1676 \text{ \AA}^3 \\ c &= 12,439 \pm 0,004 & Z &= 4. \end{aligned}$$

Coefficient linéaire d'absorption pour $\text{Cu K}\alpha$ $\mu_1 = 11,40 \text{ cm}^{-1}$.

Groupe spatial: $P2_1/c$ (d'après les extinctions systématiques).

Densité mesurée: $1,193 \pm 0,007 \text{ g.cm}^{-3}$.

Densité calculée: $1,190 \text{ g.cm}^{-3}$.