

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

Tableau 1 (suite)

Table with 12 columns of numerical data, grouped into four sets of three columns each (HKL, Fo, Fc). Each row contains a sequence of numbers, some positive and some negative, representing data points for different parameters.

Le cristal utilisé était monté suivant **b** et avait un volume de 0,012 mm³.

L'enregistrement des intensités a été fait sur un diffractomètre semi-automatique Enraf-Nonius en employant la méthode de balayage $\theta/2\theta$ et la radiation Cu K α .

Les intensités mesurées ont été corrigées des facteurs de Lorentz-polarisation et d'absorption. Cette dernière correction a été faite pour un cristal polyédrique complètement noyé dans le faisceau des rayons X à l'aide d'un programme écrit 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 carbone et de silicium.

Détermination de la structure

Recherche de la structure

L'analyse tridimensionnelle de la fonction de Patterson s'est avérée inexploitable. La recherche des coordonnées a été faite en appliquant la méthode directe d'addition symbolique (Karle & Karle, 1966). Les intensités observées corrigées ont été mises à l'échelle absolue par la méthode statistique de Wilson (1942) qui a fourni également le coefficient global de température $B=3,5 \text{ \AA}^2$. A partir de ces deux valeurs, nous avons obtenu les modules des facteurs de structure normalisés. Les signes des facteurs de structure ont été directement recherchés à partir des 225 facteurs de structure normalisés $|E|$ les plus forts ($|E| > 1,46$) en utilisant le programme *LSAM* (Germain, Main & Woolfson, 1970). La recherche des trois réflexions fixant l'origine se fait automatiquement. Les relations de Sayre ont donné 1557 relations pour une probabilité $\geq 0,8$.

Nous avons obtenu cinq solutions pour les signes des 225 $|E|$. Des sections de la fonction densité électronique tridimensionnelles (Vidal & Lapasset, 1970) ont été faites pour les trois solutions ayant les signes les plus probables. La première solution a fait apparaître les atomes (Si et C) à des distances convenables, sans interpénétration des molécules.

Les coordonnées atomiques trouvées ont été introduites dans une nouvelle synthèse de Fourier tridimensionnelle en utilisant tous les facteurs de structure. Nous avons obtenu un indice de reliabilité de 0,40.

Affinements des paramètres atomiques

L'affinement des positions atomiques et des facteurs d'agitation thermique isotropes et individuels a été fait à l'aide d'un programme de moindres carrés utilisant la matrice complète des équations normales. La position des atomes d'hydrogène était déterminée avant chaque affinement en fonction des coordonnées de l'atome porteur et des atomes voisins. Nous n'avons affiné ni les paramètres de position, ni les facteurs

d'agitation thermique des atomes d'hydrogène; ces derniers étaient fixés à 4 \AA^2 .

En trois cycles d'affinement l'indice de reliabilité est descendu à 0,093. Les affinements suivants ont été effectués à l'aide d'une version modifiée du programme d'affinement par la méthode des moindres carrés de Busing, Martin & Levy (1962) avec anisotropie de l'agitation thermique pour les atomes de Si et C. Avant chaque cycle d'affinement la position des atomes d'hydrogène était déterminée par un sous programme en fonction des coordonnées de l'atome porteur et des atomes voisins, chaque atome d'hydrogène étant alors affecté du coefficient d'agitation thermique isotrope de l'atome porteur. Nous n'avons pas affiné les positions des atomes d'hydrogène. Le poids W d'une réflexion (quantité à minimiser $\sum W|F_o - KF_c|^2$ a été gardé égal à 1 jusqu'à $R=0,06$ ($R = \sum|F_o - KF_c|/\sum F_o$). A ce stade, le poids d'une réflexion a été calculé à partir du schéma de pondération suivant $W=1/(a + bF_o + cF_o^2)$ (Cruickshank, 1961) avec $a=0,413$, $b=-0,0035$ et $c=0,0013$. 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. Un cycle complet d'affinement a nécessité deux passages, un pour les cycles phényles, un autre pour le reste de la molécule. En dix cycles d'affinements l'indice R s'est stabilisé à 0,041 pour 1339 réflexions observées.

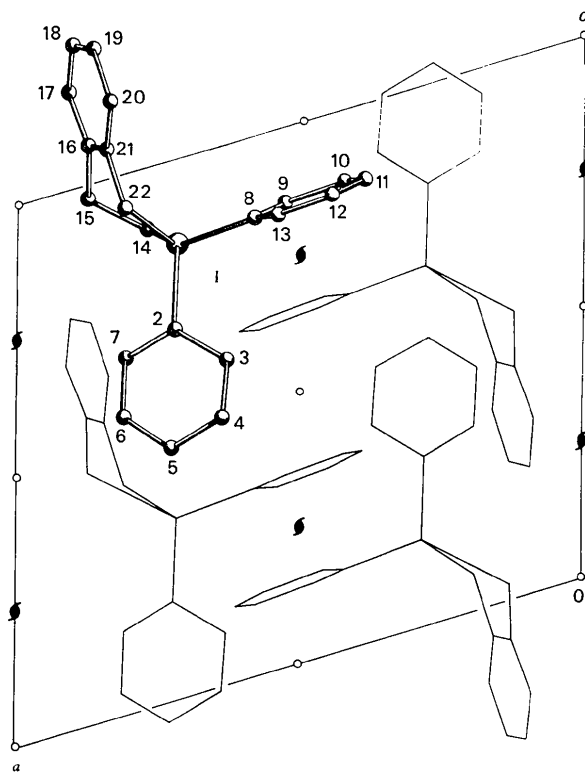


Fig. 1. Projection de la structure du diphenyl-2,2 sila-2 trihydro-1,3,4 naphthalène sur le plan xOz .

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	$10^4\beta_{11}$	$10^4\beta_{22}$	$10^4\beta_{33}$	$10^4\beta_{12}$	$10^4\beta_{13}$	$10^4\beta_{23}$
Si	0,72264 (5)	0,48705 (8)	0,83557 (7)	43 (0)	106 (1)	76 (0)	-3 (0)	12 (0)	5 (0)
C(2)	0,7238 (2)	0,5068 (3)	0,6864 (2)	52 (1)	101 (3)	95 (3)	-13 (2)	18 (1)	0 (2)
C(3)	0,6376 (2)	0,5423 (4)	0,5990 (3)	57 (2)	214 (5)	90 (3)	-13 (2)	12 (2)	27 (3)
C(4)	0,6418 (3)	0,5501 (4)	0,4893 (3)	78 (2)	240 (6)	85 (3)	-30 (3)	0 (2)	29 (3)
C(5)	0,7310 (3)	0,5252 (3)	0,4633 (3)	108 (3)	165 (5)	86 (3)	-35 (3)	33 (2)	-12 (3)
C(6)	0,8183 (3)	0,4945 (3)	0,5477 (3)	98 (2)	170 (5)	94 (3)	5 (3)	44 (2)	-7 (3)
C(7)	0,8137 (2)	0,4839 (3)	0,6564 (3)	69 (2)	150 (4)	92 (3)	13 (2)	22 (2)	2 (3)
C(8)	0,5889 (2)	0,5124 (3)	0,8442 (2)	53 (1)	122 (3)	67 (2)	-4 (2)	12 (1)	6 (2)
C(9)	0,5260 (2)	0,4106 (3)	0,8562 (2)	58 (2)	128 (4)	89 (3)	-11 (2)	16 (2)	-4 (2)
C(10)	0,4261 (2)	0,4313 (4)	0,8598 (3)	62 (2)	167 (5)	98 (3)	-23 (2)	20 (2)	-8 (3)
C(11)	0,3877 (2)	0,5552 (4)	0,8527 (2)	58 (2)	206 (5)	79 (3)	-2 (3)	18 (2)	3 (3)
C(12)	0,4473 (2)	0,6570 (4)	0,8410 (3)	69 (2)	163 (5)	119 (3)	28 (2)	29 (2)	24 (3)
C(13)	0,5478 (2)	0,6355 (3)	0,8368 (3)	63 (2)	132 (4)	117 (3)	6 (2)	27 (2)	28 (3)
C(14)	0,7767 (2)	0,3251 (3)	0,8910 (2)	59 (2)	110 (3)	89 (2)	0 (2)	14 (1)	-2 (2)
C(15)	0,8859 (2)	0,3403 (3)	0,9732 (2)	54 (1)	125 (3)	99 (3)	12 (2)	17 (1)	0 (2)
C(16)	0,8856 (2)	0,4294 (3)	1,0692 (2)	40 (1)	122 (3)	82 (2)	-4 (2)	13 (1)	0 (2)
C(17)	0,9164 (2)	0,3847 (3)	1,1800 (3)	62 (2)	143 (4)	94 (3)	1 (2)	11 (2)	10 (3)
C(18)	0,9126 (2)	0,4652 (4)	1,2674 (3)	74 (2)	201 (6)	81 (3)	-26 (3)	13 (2)	5 (3)
C(19)	0,8798 (2)	0,5901 (4)	1,2464 (3)	79 (2)	195 (5)	92 (3)	-42 (3)	32 (2)	-40 (3)
C(20)	0,8486 (2)	0,6358 (3)	1,1370 (3)	67 (2)	118 (3)	100 (3)	-20 (2)	30 (2)	-20 (3)
C(21)	0,8515 (2)	0,5563 (3)	1,0481 (2)	41 (1)	116 (3)	87 (3)	-16 (2)	16 (1)	-2 (2)
C(22)	0,6041 (3)	0,6041 (3)	0,9272 (2)	57 (1)	108 (3)	89 (2)	-3 (2)	16 (1)	5 (2)

Tableau 2 (suite)

	x	y	z	B isotrope
H(3)	0,567	0,564	0,617	6,1
H(4)	0,574	0,576	0,424	7,1
H(5)	0,733	0,529	0,378	6,3
H(6)	0,889	0,479	0,529	6,2
H(7)	0,881	0,456	0,720	5,4
H(9)	0,555	0,314	0,862	4,9
H(10)	0,379	0,351	0,868	5,7
H(11)	0,311	0,571	0,856	5,8
H(12)	0,417	0,753	0,835	6,1
H(13)	0,594	0,716	0,827	5,5
H(17)	0,943	0,287	1,197	5,4
H(18)	0,935	0,429	1,352	6,1
H(19)	0,878	0,652	1,314	6,2
H(20)	0,821	0,733	1,112	5,0
H ₁ (14)	0,780	0,265	0,822	4,7
H ₂ (14)	0,728	0,281	0,934	4,7
H ₁ (15)	0,935	0,379	0,928	4,9
H ₂ (15)	0,913	0,247	1,006	4,9
H ₁ (22)	0,881	0,613	0,896	4,6
H ₂ (22)	0,779	0,696	0,924	4,6

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.

La Fig. 1 donne la projection de la structure sur le plan xOz , la Fig. 2 les distances interatomiques et les angles de valence. Le Tableau 3 contient les distances interatomiques et les angles de valence avec leurs écarts types.

Précision des résultats

L'écart type sur les positions atomiques est calculé en négligeant les termes non diagonaux de la matrice

de corrélation et en utilisant l'ensemble des données de diffraction (Cruickshank & Robertson, 1953). Ces écarts types sont regroupés dans le Tableau 4.

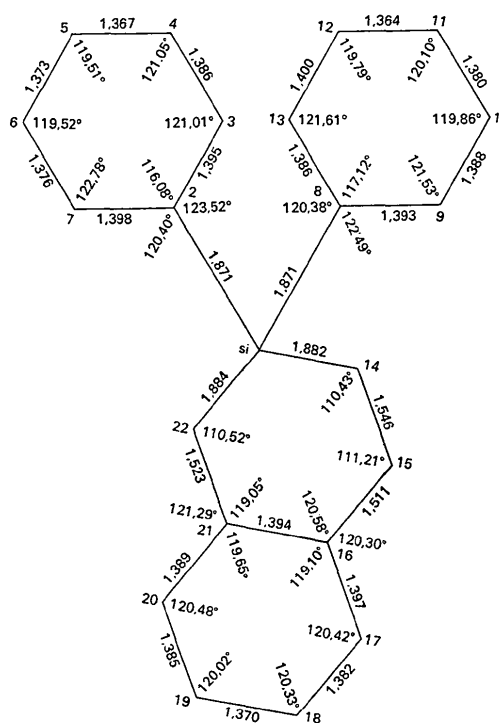


Fig. 2. Distances interatomiques et angles de valence.

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

Distances		Angles	
Si—C(2)	1,871 (3) Å	C(2)—Si—C(8)	109,33 (13)°
C(2)—C(3)	1,395 (5)	C(2)—Si—C(14)	110,26 (14)
C(3)—C(4)	1,386 (6)	C(8)—Si—C(14)	112,78 (14)
C(4)—C(5)	1,367 (6)	Si—C(2)—C(13)	123,52 (24)
C(5)—C(6)	1,373 (6)	Si—C(2)—C(17)	120,40 (25)
C(6)—C(7)	1,376 (5)	C(3)—C(2)—C(7)	116,08 (31)
C(7)—C(2)	1,398 (5)	C(2)—C(3)—C(4)	121,01 (32)
Si—C(8)	1,871 (3)	C(3)—C(4)—C(5)	121,05 (36)
C(8)—C(9)	1,393 (5)	C(4)—C(5)—C(6)	119,51 (37)
C(9)—C(10)	1,388 (5)	C(5)—C(6)—C(7)	119,52 (37)
C(10)—C(11)	1,380 (6)	C(6)—C(17)—C(2)	122,78 (34)
C(11)—C(12)	1,364 (6)	Si—C(18)—C(9)	122,49 (25)
C(12)—C(13)	1,400 (5)	Si—C(8)—C(13)	120,38 (24)
C(13)—C(8)	1,386 (5)	C(9)—C(18)—C(13)	117,12 (28)
		C(8)—C(9)—C(10)	121,53 (32)
		C(9)—C(10)—C(11)	119,86 (35)
		C(10)—C(11)—C(12)	120,10 (33)
		C(11)—C(12)—C(13)	119,79 (37)
		C(12)—C(13)—C(8)	121,61 (33)
		C(22)—Si—C(2)	109,23 (14)
Si—C(14)	1,882 (3) Å	C(22)—Si—C(8)	111,82 (14)
C(14)—C(15)	1,546 (4)	C(22)—Si—C(14)	103,27 (14)
C(15)—C(16)	1,511 (5)	Si—C(14)—C(15)	110,43 (21)
C(16)—C(17)	1,397 (5)	C(14)—C(15)—C(16)	111,21 (24)
C(17)—C(18)	1,382 (5)	C(15)—C(16)—C(17)	120,58 (30)
C(18)—C(19)	1,370 (6)	C(15)—C(16)—C(21)	120,30 (29)
C(19)—C(20)	1,385 (5)	C(17)—C(16)—C(21)	119,10 (31)
C(20)—C(21)	1,389 (5)	C(16)—C(17)—C(18)	120,42 (34)
C(21)—C(16)	1,394 (5)	C(17)—C(18)—C(19)	120,33 (35)
C(21)—C(22)	1,523 (5)	C(18)—C(19)—C(20)	120,02 (36)
Si—C(22)	1,884 (3)	C(19)—C(20)—C(21)	120,48 (33)
		C(16)—C(21)—C(20)	119,65 (30)
		C(16)—C(21)—C(22)	119,05 (28)
		C(20)—C(21)—C(22)	121,29 (29)
		C(21)—C(22)—Si	110,52 (22)

Tableau 4. Ecart types sur les positions atomiques

Si	0,0008 Å	C(8)	0,0031 Å	C(15)	0,0032 Å
C(2)	0,0032	C(9)	0,0033	C(16)	0,0031
C(3)	0,0039	C(10)	0,0039	C(17)	0,0036
C(4)	0,0043	C(11)	0,0039	C(18)	0,0040
C(5)	0,0041	C(12)	0,0039	C(19)	0,0041
C(6)	0,0041	C(13)	0,0036	C(20)	0,0034
C(7)	0,0036	C(14)	0,0031	C(21)	0,0031
				C(22)	0,0032

Géométrie de la molécule

Cycles phényles

On constate une diminution de l'angle de valence de l'atome porteur du substituant Si.

Ces cycles peuvent être considérés comme parfaitement plans. L'orientation des cycles phényles par rapport au plan SiC(2)C(8) (plan noté 7) est donnée dans le Tableau 5. La moyenne des longueurs de liaisons est, pour le cycle formant le plan 3 1,382 Å, pour l'autre, 1,385 Å, celle des angles de valence 120,0°.

Double cycle

Les atomes contenus dans le double cycle appartiennent à deux plans différents. Le premier (plan 1 du Tableau 5) contient les atomes Si, C(14), C(15), C(22) et le second (plan 2) les atomes C(16), C(17), C(18), C(19), C(20), C(21).

Ces deux plans forment entre eux un angle de 53,04°. La conformation du cycle aromatique C(16), C(17), C(18), C(19), C(20), C(21) est très proche de la conformation normale du phényle.

Conformation de l'atome de Si

Les angles de valence du silicium, la distance des atomes de carbone formant les sommets du tétraèdre de centre Si sont indiqués sur la Fig. 3.

L'angle C(14)—Si—C(22) est égal à 103,27°. Cette valeur est supérieure à celle obtenue pour le diphenyl-2,2 sila-2 43 bromo-3 tétralone-1 (101,30°). Les lon-

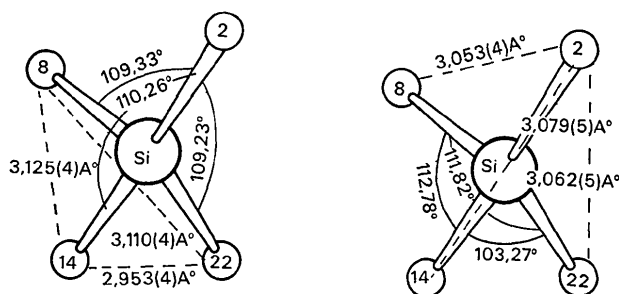


Fig. 3. Angles de valence du silicium et distances entre les atomes de carbone.

guez des liaisons Si-φ sont égales à 1,871 Å et celles Si-C à 1,883 Å.

Dans le composé diphényl-2,2 sila-2 Δ3 bromo-3 tétralone-1, les liaisons Si-φ et Si-C pour le carbone porteur du brome se raccourcissent au bénéfice d'une augmentation de longueur pour la liaison Si-C pour le carbone porteur de l'oxygène, (Vidal, Galigné & Falgueirettes, 1972).

Pour chaque atome, nous avons calculé les valeurs des écarts quadratiques moyens suivant les trois axes principaux des ellipsoïdes d'agitation thermique. Ces résultats figurent dans le Tableau 6.

Conclusion

Cette étude a permis d'obtenir la conformation moléculaire du diphényl-2,2 sila-2 trihydro-1,3,4 na-

phtalène et de préciser la conformation de l'atome de silicium.

Nous remercions Monsieur le Professeur Corriu de nous avoir suggéré cette étude et pour l'intérêt qu'il a apporté aux résultats que nous avons obtenus.

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.

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 Si, C(14), C(15), C(22).

	Equation du plan: $-0,695X - 0,021Y + 0,719Z = 2,378$			
Atome	Si	C(14)	C(15)	C(22)
Distance au plan	0,064	-0,075	0,050	-0,039 Å.

Plan moyen 2

défini par C(16), C(17), C(18), C(19), C(20), C(21).

	Equation du plan: $+0,951X + 0,296Y + 0,091Z = 10,256$					
Atome	C(16)	C(17)	C(18)	C(19)	C(20)	C(21)
Distance au plan	0,0005	0,0017	-0,0041	0,0043	-0,0021	-0,003 Å,

Plan moyen 3

défini par C(2), C(3), C(4), C(5), C(6), C(7).

	Equation du plan: $0,215X + 0,966Y + 0,1440Z = 7,843$					
Atome	C(2)	C(3)	C(4)	C(5)	C(6)	C(7)
Distance au plan	-0,009	0,011	-0,0004	-0,0013	0,015	-0,004 Å,

Plan moyen 4

défini par C(8), C(9), C(10), C(11), C(12), C(13).

	Equation du plan: $0,049X + 0,089Y + 0,995Z = 10,718$					
Atome	C(8)	C(9)	C(10)	C(11)	C(12)	C(13)
Distance au plan	-0,0006	0,0024	-0,0031	0,0020	-0,0001	-0,0006 Å.

Plan moyen 5

défini par Si, C(2), C(5).

	Equation du plan: $0,805X + 0,505Y + 0,310Z = 11,116$			
Atome	C(3)	C(4)	C(6)	C(7)
Distance au plan	-0,827	0,826	0,861	0,840 Å.

Plan moyen 6

défini par Si, C(8), C(11).

	Equation du plan: $0,140X + 0,715Y + 0,685Z = 11,373$			
Atome	C(9)	C(10)	C(12)	C(13)
Distance au plan	-0,782	-0,790	0,778	0,777 Å.

Plan moyen 7

défini par Si, C(2), C(8).

	Equation du plan: $0,147X + 0,976Y + 0,159Z = 7,512$			
Atome	C(3)	C(7)	C(9)	C(13)
Distance au plan	0,067	-0,093	-1,139	1,153 Å

Angle dièdre aigu des plans

n°1 et 2	53,04°	n°3 et 4	76,11°	n°7 et 3	4,03°
n°1 et 3	86,16°	n°2 et 3	59,71°	n°7 et 4	75,36°
n°1 et 4	47,25°	n°2 et 4	80,53°		

Tableau 6. *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 respectivement, suivant $\mathbf{a}^*, \mathbf{b}, \mathbf{c}$. 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
Si	0,193	0,994	0,101	0,041	C(12)	0,222	0,897	-0,440	-0,029
	0,248	0,102	-0,729	-0,677		0,324	0,397	0,778	0,487
	0,231	0,038	-0,677	0,735		0,279	0,192	0,448	-0,873
C(2)	0,198	0,848	0,521	-0,098	C(13)	0,231	0,984	-0,114	-0,136
	0,246	0,529	-0,821	0,214		0,244	0,014	0,811	-0,584
	0,264	0,031	-0,233	-0,972		0,312	0,177	0,573	0,800
C(3)	0,218	0,990	0,111	0,091	C(14)	0,225	0,975	0,077	0,209
	0,354	0,137	-0,926	-0,353		0,246	0,101	-0,989	-0,111
	0,248	0,045	0,362	-0,931		0,261	0,198	0,130	-0,972
C(4)	0,223	0,748	-0,012	0,664	C(15)	0,209	0,942	-0,334	-0,025
	0,387	0,318	-0,871	-0,375		0,263	0,297	0,797	0,525
	0,269	0,583	0,492	-0,647		0,275	0,155	0,503	-0,851
C(5)	0,341	0,730	-0,683	0,000	C(16)	0,186	0,996	0,089	-0,027
	0,259	0,679	0,725	-0,113		0,259	0,082	-0,980	-0,182
	0,243	0,077	0,083	0,994		0,246	0,043	-0,179	0,983
C(6)	0,297	0,901	-0,189	0,390	C(17)	0,226	0,941	-0,104	0,322
	0,307	0,245	0,964	-0,099		0,289	0,123	-0,780	-0,613
	0,232	0,357	-0,185	-0,915		0,266	0,315	0,617	-0,721
C(7)	0,236	0,939	-0,340	-0,051	C(18)	0,232	0,808	0,163	0,567
	0,291	0,339	0,940	-0,035		0,344	0,331	-0,920	-0,207
	0,259	0,059	0,015	0,998		0,254	0,488	0,355	-0,797
C(8)	0,209	0,902	0,037	0,431	C(19)	0,226	0,730	0,524	0,439
	0,263	0,180	-0,937	-0,298		0,357	0,444	-0,852	0,279
	0,224	0,393	0,346	-0,852		0,242	0,520	-0,008	-0,854
C(9)	0,216	0,942	0,320	0,102	C(20)	0,217	0,780	0,626	0,002
	0,270	0,320	-0,947	0,018		0,291	0,497	-0,621	0,606
	0,258	0,102	0,016	-0,995		0,244	0,381	-0,472	-0,795
C(10)	0,219	0,937	0,348	-0,019	C(21)	0,177	0,938	0,336	-0,089
	0,311	0,349	-0,937	0,018		0,259	0,312	-0,927	-0,210
	0,268	0,011	0,024	1,000		0,253	0,153	-0,170	0,974
C(11)	0,225	0,999	0,032	-0,031	C(22)	0,222	0,977	0,209	0,033
	0,335	0,030	-0,998	-0,055		0,240	0,173	-0,882	0,439
	0,239	0,032	-0,054	0,998		0,262	0,121	-0,423	-0,898

GERMAIN, G. MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* B26, 274.

KARLE, J. & KARLE, I. L. (1966). *Acta Cryst.* 21, 849.

STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. I. (1965). *J. Chem. Phys.* 42, 3175.

VIDAL, J. P., GALIGNÉ, J. L. & FALGUEIRETTES, J. (1972). *Acta Cryst.* B28, 3130.

VIDAL, J. P. & LAPASSET, J. (1970). *Rev. Chim. Min.* 7, 611.

WILSON, A. J. C. (1942). *Nature, Lond.* 150, 152.