

Discussion

La résolution de la structure de ce composé a été entreprise dans le cadre d'une étude sur l'ensemble des dichlorophénols.

Le dichloro-2,5 phénol est isotype du diméthyl-2,5 phénol (Gillier-Pandraud, 1965; Brusset, Gillier-Pandraud & Neuman, 1972).

Les distances interatomiques et les angles de liaison dans la molécule sont données par la Fig. 1; le test de Student indique que les différences obtenues entre ces valeurs et les valeurs généralement admises ne sont pas significatives sauf pour la longueur de la liaison C(7)-C(8). L'équation du plan moyen du cycle benzénique, rapportée à un système d'axes orthonormés est:

$$-0,5637x + 0,7312y - 0,3843z + 1,5884 = 0.$$

Le test de planéité de Pearson permet de conclure que le cycle est plan ($\chi^2 = 4,0$); les atomes Cl(1), Cl(2) et O(9) s'écartent respectivement de 0,05-0,04 et 0,03 Å du plan du cycle. Deux de ces plans sont distants entre eux de 3,573 Å et ils font avec l'axe binaire un angle de 47°.

La Fig. 2 représente la projection de la structure sur le plan (a,b).

Les distances intermoléculaires les plus courtes sont données dans le Tableau 3; à leur propos, on constate que:

1-La distance O-O, de 2,76 Å, est caractéristique d'une liaison hydrogène entre atomes d'oxygène; comme dans le diméthyl-2,5 phénol les molécules s'associent par liaisons hydrogènes et forment des chaînes qui s'enroulent autour des axes hélicoïdaux 2_1 .

2-Les distances Cl-Cl sont $(3,650 \pm 0,005)$ Å pour Cl(1)-Cl(1) et $(3,504 \pm 0,005)$ Å pour Cl(2)-Cl(2); chaque chaîne est liée à 4 chaînes qui lui sont parallèles par les chlores assurant ainsi la cohésion de l'ensemble perpendiculairement à l'axe 2_1 . Les liaisons Cl(2)-Cl(2) sont particulièrement fortes, la distance entre les 2 atomes étant inférieure à la somme de rayons de van der Waals (3,56 Å).

Références

- GILLIER-PANDRAUD, H. (1965). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 3267-70.
 BRUSSET, H., GILLIER-PANDRAUD, H. & NEUMAN, A. (1972). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **274**, 948-51.

Acta Cryst. (1973). **B29**, 668

Structure du Picolate de Magnésium, Dihydraté

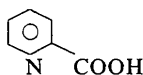
PAR JEAN-PIERRE DELOUME, HENRI LOISELEUR ET GERMAINE THOMAS

*Laboratoire de Chimie Analytique II,
 Université Claude Bernard (Lyon I), 43 boulevard du 11 novembre 1918, 69-Villeurbanne, France*

(Reçu le 11 octobre 1972, accepté le 24 novembre 1972)

Magnesium picolinate dihydrate, $Mg(C_5H_4NCOO)_2 \cdot 2H_2O$, crystallizes in the monoclinic system, space group $P2_1/c$, with $a = 11.68 \pm 0.05$, $b = 8.85 \pm 0.01$, $c = 16.00 \pm 0.05$ Å, $\beta = 115.46 \pm 0.27^\circ$, $Z = 4$. The intensities were collected on $Cu K\alpha$ equi-inclination Weissenberg photographs. The structure was determined by means of the symbolic addition procedure and refined by anisotropic full-matrix least-squares methods ($R = 0.11$ for 1420 observed hkl reflexions). The molecule is dihedral with an angle of about 95° between the two pyridine rings. The Mg atom is coordinated by an unsymmetrical octahedral arrangement of the two N atoms, two chelating carboxylic oxygens and the two molecules of water. The molecules lie around screw binary axes and are hydrogen-bonded by the water molecules.

La détermination de la structure cristalline du picolate de magnésium dihydraté: $Mg(C_5H_4NCOO)_2 \cdot 2H_2O$ s'insère dans une étude des propriétés à l'état solide des chélates d'acides pyridine carboxyliques dont l'acide picolique est un des plus simples représentants:



D'autres structures ont déjà été publiées concernant le pyridyl-2 acétate de zinc dihydraté (Faure & Loiseleur, 1972a), le bis(hydrogénéo pyridine-2,6 dicarboxyl-

ato)nickel(II) trihydraté (Quaglieri, Loiseleur & Thomas, 1972) et le pyridyl-2 acétate de cuivre dihydraté (Faure & Loiseleur, 1972b).

Données expérimentales

Ce picolate peut s'obtenir par addition de carbonate de magnésium à une solution diluée chaude d'acide picolique. Deux cristallisations par évaporation lente à l'air suffisent pour obtenir de beaux cristaux prismatiques incolores dont les principales données cristallographiques sont:

$a = 11,68 \pm 0,05$, $b = 8,85 \pm 0,01$, $c = 16,00 \pm 0,05$ Å
 $\beta = 115,46 \pm 0,27^\circ$

Groupe $P2_1/c$, $V = 1493$ Å³, $M = 304,3$

$D_o = 1,38$, $D_c = 1,35$ g cm⁻³, $Z = 4$, $F(000) = 632$
 $\mu = 12,9$ cm⁻¹ pour $\lambda(\text{Cu } K\alpha)$.

La densité observée D_o a été obtenue par flottaison dans des mélanges de bromoforme et d'hexane. La détermination du groupe d'espace et les mesures approchées des paramètres cristallins ont été effectuées au moyen d'une chambre de Weissenberg et d'une chambre de précession. Les extinctions $k = 2n + 1$ et $l = 2n + 1$ respectivement pour les ordres de diffraction $0k0$ et $h0l$ indiquent l'appartenance au groupe $P2_1/c$, l'axe d'allongement des cristaux étant $[010]$. Les paramètres cristallins ont été affinés en minimisant la

quantité $\sum(\sin^2 \theta_o - \sin^2 \theta_c)^2$ pour 35 raies d'un cliché de poudre obtenu en radiation $\lambda(\text{Cr } K\alpha_1)$ à l'aide d'une chambre Seemann-Bohlin. L'incertitude, indiquée sur les paramètres, a été calculée pour une probabilité de 0,1 % de la distribution t de Student.

Nous avons enregistré en équi-inclinaison sur chambre de Weissenberg à l'aide du rayonnement $\text{Cu } K\alpha$ les strates hnl pour $n = 0, 1, 2, 3, 4, 5$ et hkn pour $n = 0, 1, 2, 3$. Les cristaux utilisés rendus cylindriques par abrasion avaient pour diamètre respectif: 0,6 et 0,5 mm. Les intensités mesurées au moyen d'un microdensitomètre Nonius ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation, l'absorption étant négligée. Nous avons ainsi observé 1738 réflexions indépendantes pour les strates hnl et 643 pour les strates hkn dont

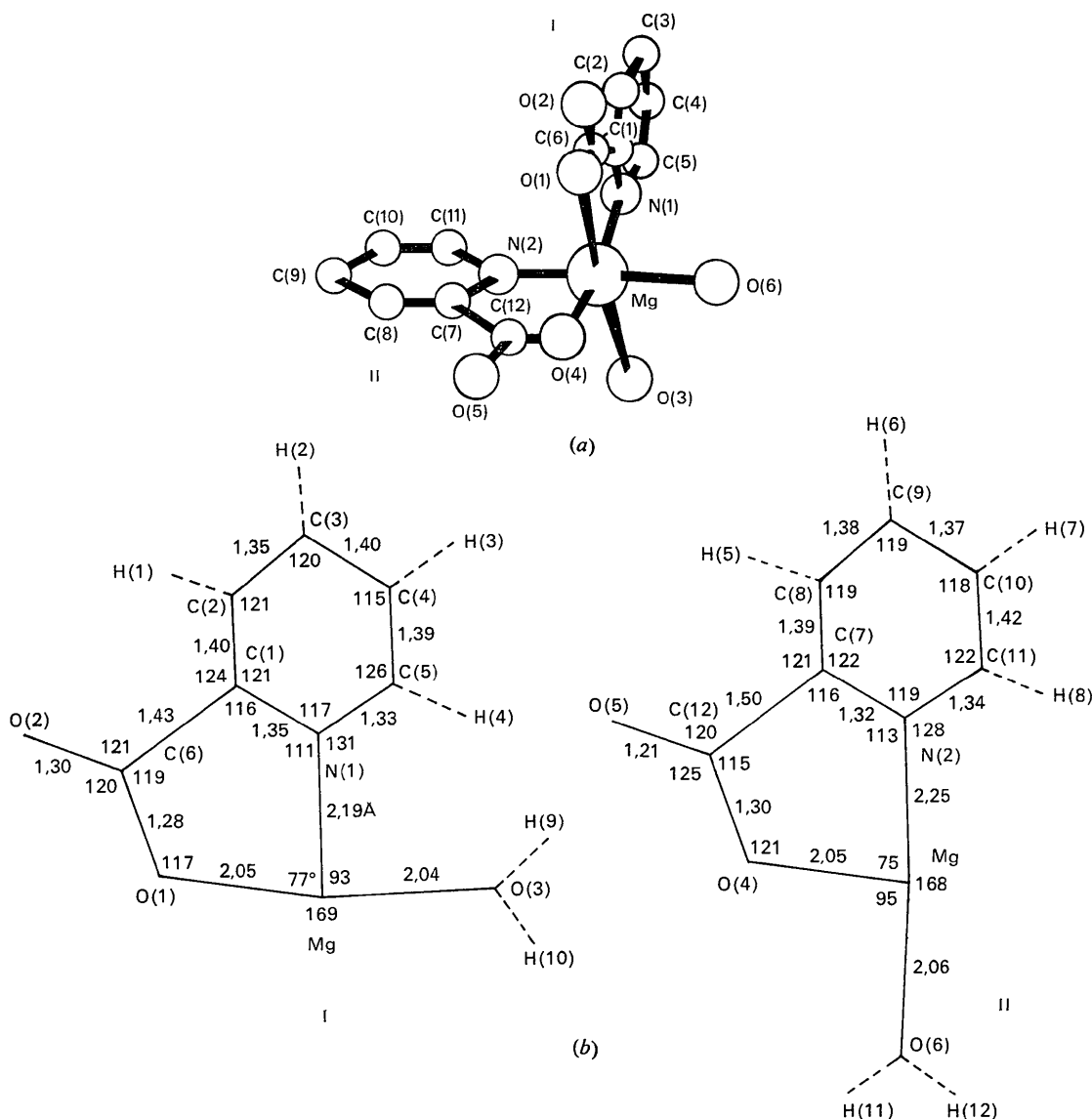


Fig. 1. (a) Molécule de picolate de magnésium dihydraté. Les molécules d'eau [atomes d'oxygène O(3) et O(6)] participent à la formation du complexe. (b) Distances (Å) et angles (°) intramoléculaires.

respectivement 318 et 101 étaient trop faibles pour être mesurées.

Détermination de la structure

La structure a été obtenue par la méthode d'addition symbolique classique telle qu'elle est en particulier décrite par Karle (1964), Karle & Karle (1965) et à l'aide de l'ensemble de programmes *GSR2*, *LSAM1* et *LSAM2* (Germain & Woolfson, 1968).

Chaque groupe de strates *hnl* et *hkn* a été mis séparément à l'échelle absolue par une variante de la méthode de Wilson et les facteurs de structure normalisés E calculés selon la formule usuelle. En réunissant les facteurs E des strates *hnl* à ceux des strates *hkn* tels que $k > 5$, nous avons disposé de 385 facteurs de module supérieurs à 1,30. L'origine et l'affectation de symboles ont été choisies ainsi :

	$ E $	Signe
$\bar{1}$ 2 15	3,30	+
$\bar{8}$ 2 17	3,17	+
$\bar{8}$ 5 14	2,72	-
$\bar{6}$ 0 2	2,82	<i>a</i>
$\bar{5}$ 2 1	2,84	<i>b</i>
4 2 5	2,76	<i>c</i>
0 1 7	2,70	<i>d</i>

Les triplets (h, k, l) indiqués figuraient parmi les 9 premières relations \sum_2 établies au moyen du programme *GSR2*. Nous avons ensuite utilisé les programmes *LSAM1* et *LSAM2* en introduisant comme données l'origine, les symboles et les signes d'invariants de structure déterminés, avec une probabilité supérieure à 0,84, à l'aide des relations \sum_1 et \sum_3 . La prise en considération des triples produits \sum_2 étant réalisée à partir d'une probabilité abaissée à la valeur de 0,84, la solution à plus haute probabilité de véracité est constituée

par une série de signes concernant 288 facteurs E . La synthèse de Fourier a montré assez clairement les positions des 21 atomes du motif asymétrique, autres que ceux d'hydrogène, conduisant à une coïncidence $R = \sum |F_o| - |F_c| / \sum |F_o|$ égale à 0,42. Par rapport à la structure décrite ci-dessous, environ cinq pour cent des signes déterminés étaient faux concernant des facteurs E de module voisin de 1,50.

L'affinement des coordonnées des atomes (Mg, C, N, O), munis au départ de facteur d'agitation thermique isotrope $B = 2 \text{ \AA}^2$, a été réalisé en minimisant la quantité $\sum W(F_o - F_c)^2$ et a conduit en 6 itérations à un indice R égal à 0,15. La pondération, citée par Cruickshank (1961), était :

$$W = (2|F_o|_{\min} + |F_o| + 2F_o^2/|F_o|_{\max})^{-1}.$$

Les facteurs de diffusion atomique utilisés sont ceux publiés par Moore (1963), auxquels nous avons appliqué les corrections réelle et imaginaire figurant dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1962).

La série différence calculée a fait apparaître sans difficulté les atomes d'hydrogène liés aux cycles pyridiniques tandis que ceux appartenant aux molécules d'eau se localisaient moins bien. L'affinement des atomes Mg, C, N, O, en anisotropie et des coordonnées des atomes d'hydrogène réalisé en minimisant la même quantité qu'en isotropie (matrice complète) et avec la même sorte de pondération a produit en 6 itérations un indice R égal à 0,11.* Les 1420 réflexions

* La liste des facteurs de structure observés et calculés est disponible à la National Lending Library (Publication Supplémentaire No. SUP 30045). On peut obtenir des copies en s'adressant à : The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, England.

Tableau 1. Coordonnées relatives et facteurs d'agitation thermique

(a) Coordonnées relatives, facteurs d'agitation thermique et déviations standard des atomes de magnésium, carbone, azote et oxygène. Tous les paramètres sont multipliés par 10^4 . L'expression utilisée pour la correction de température est : $\exp(-\beta_{11}h^2 - \beta_{22}k^2 - \beta_{33}l^2 - 2\beta_{12}hk - 2\beta_{13}hl - 2\beta_{23}kl)$.

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
Mg	1142 (2)	8548 (4)	3661 (2)	53 (2)	180 (10)	21 (1)	1 (3)	22 (1)	2 (2)
N(1)	1393 (6)	6452 (14)	4451 (4)	64 (6)	162 (10)	21 (3)	-3 (9)	20 (3)	-4 (7)
C(1)	1668 (7)	6737 (15)	5346 (5)	50 (7)	106 (10)	31 (4)	21 (10)	27 (4)	9 (9)
C(2)	1868 (8)	5552 (18)	5970 (6)	85 (9)	153 (10)	33 (4)	23 (12)	31 (5)	15 (9)
C(3)	1791 (9)	4101 (20)	5693 (7)	75 (9)	148 (10)	49 (5)	22 (13)	35 (5)	10 (11)
C(4)	1510 (8)	3770 (17)	4769 (6)	73 (8)	157 (9)	43 (4)	20 (11)	32 (5)	24 (10)
C(5)	1316 (8)	5017 (18)	4194 (7)	71 (9)	162 (11)	37 (5)	3 (12)	25 (5)	-7 (11)
C(6)	1687 (6)	8292 (16)	5584 (5)	38 (6)	172 (10)	28 (4)	13 (10)	21 (4)	2 (8)
O(1)	1559 (5)	9296 (9)	4973 (3)	82 (6)	149 (10)	24 (2)	-10 (7)	27 (3)	2 (5)
O(2)	1836 (6)	8691 (9)	6405 (3)	90 (6)	249 (10)	19 (2)	-1 (8)	28 (3)	-11 (5)
O(3)	653 (5)	7412 (10)	2444 (4)	64 (5)	180 (10)	23 (2)	1 (7)	24 (3)	-3 (5)
N(2)	3160 (6)	8529 (11)	3842 (5)	51 (6)	151 (10)	38 (3)	3 (10)	19 (4)	6 (7)
C(7)	3510 (7)	9837 (15)	3626 (5)	42 (7)	168 (10)	31 (3)	2 (11)	12 (4)	-3 (8)
C(8)	4718 (9)	10076 (18)	3673 (8)	58 (9)	227 (10)	78 (6)	-10 (14)	37 (6)	-9 (11)
C(9)	5604 (10)	8936 (19)	4000 (10)	49 (9)	199 (10)	117 (10)	2 (15)	37 (7)	22 (14)
C(10)	5264 (11)	7575 (24)	4233 (12)	59 (9)	260 (10)	138 (12)	21 (17)	49 (9)	-1 (18)
C(11)	4011 (10)	7411 (18)	4157 (9)	62 (9)	223 (10)	82 (7)	29 (15)	30 (6)	17 (13)
C(12)	2507 (7)	11037 (15)	3273 (5)	49 (7)	176 (10)	24 (3)	-2 (11)	14 (4)	5 (8)
O(4)	1412 (5)	10644 (9)	3226 (3)	47 (5)	170 (10)	33 (2)	7 (6)	21 (3)	11 (5)
O(5)	2738 (6)	12256 (11)	3039 (5)	65 (6)	209 (10)	66 (4)	-8 (9)	24 (4)	49 (8)
O(6)	-779 (6)	8827 (11)	3256 (4)	59 (5)	192 (10)	38 (3)	-13 (8)	28 (3)	-11 (6)

Tableau 1. (suite)

(b) Coordonnées des atomes d'hydrogène ($\times 10^3$). Le facteur d'agitation thermique isotrope a été pris égal à 5 \AA^2 .

	x	y	z
H(1)	226 (11)	603 (15)	677 (9)
H(2)	218 (12)	308 (17)	624 (9)
H(3)	166 (13)	250 (17)	463 (9)
H(4)	99 (12)	485 (17)	363 (9)
H(5)	505 (12)	1151 (16)	365 (9)
H(6)	673 (12)	904 (15)	402 (8)
H(7)	575 (13)	634 (17)	425 (9)
H(8)	365 (13)	638 (16)	436 (9)
H(9)	96 (15)	686 (22)	236 (11)
H(10)	0 (—)	700 (—)	225 (—)
H(11)	-101 (14)	949 (19)	348 (10)
H(12)	-120 (14)	798 (18)	303 (10)

mesurables des strates *hkl* ont été utilisées au cours de cet affinement et pour le calcul de *R*.

Les coordonnées atomiques et les facteurs d'agitation thermique affinés sont consignés dans le Tableau 1.

Description de la structure

La Fig. 1(a) schématise une molécule de picolate de magnésium dihydraté. Les deux molécules d'eau sont

liées à l'atome de magnésium [atomes O(3) et O(6)]. Les deux parties I et II renfermant chacune un noyau pyridinique et un cycle de chélation peuvent être considérées pratiquement comme planes. Le Tableau 2 groupe les distances des atomes au plan moyen de chaque cycle pyridinique déterminé par moindres carrés. L'angle dièdre calculé entre les deux plans moyens est de 95° environ.

Tableau 2. Distances par rapport aux plans moyens

Distances par rapport au plan moyen du noyau pyridinique défini par les atomes N(1), C(1), C(2), C(3), C(4), C(5).

N(1)	0,003 Å	H(1)	0,165 Å	O(2)	-0,169 Å
C(1)	0,001	H(2)	0,246	Mg	0,011
C(2)	-0,001	H(3)	0,218	O(3)	-0,123
C(3)	-0,001	H(4)	-0,183	O(4)	0,487
C(4)	0,004	C(6)	-0,052	O(6)	-2,032
C(5)	-0,005	O(1)	0,027	N(2)	2,246

Distances par rapport au plan moyen du noyau pyridinique défini par les atomes N(2), C(7), C(8), C(9), C(10), C(11).

N(2)	-0,009 Å	H(5)	0,322 Å	O(5)	-0,028 Å
C(7)	0,013	H(6)	-0,089	Mg	0,005
C(8)	-0,012	H(7)	-0,404	O(1)	2,046
C(9)	0,008	H(8)	0,047	O(3)	-2,003
C(10)	-0,005	C(12)	-0,013	O(6)	-0,239
C(11)	0,005	O(4)	-0,049	N(1)	0,499

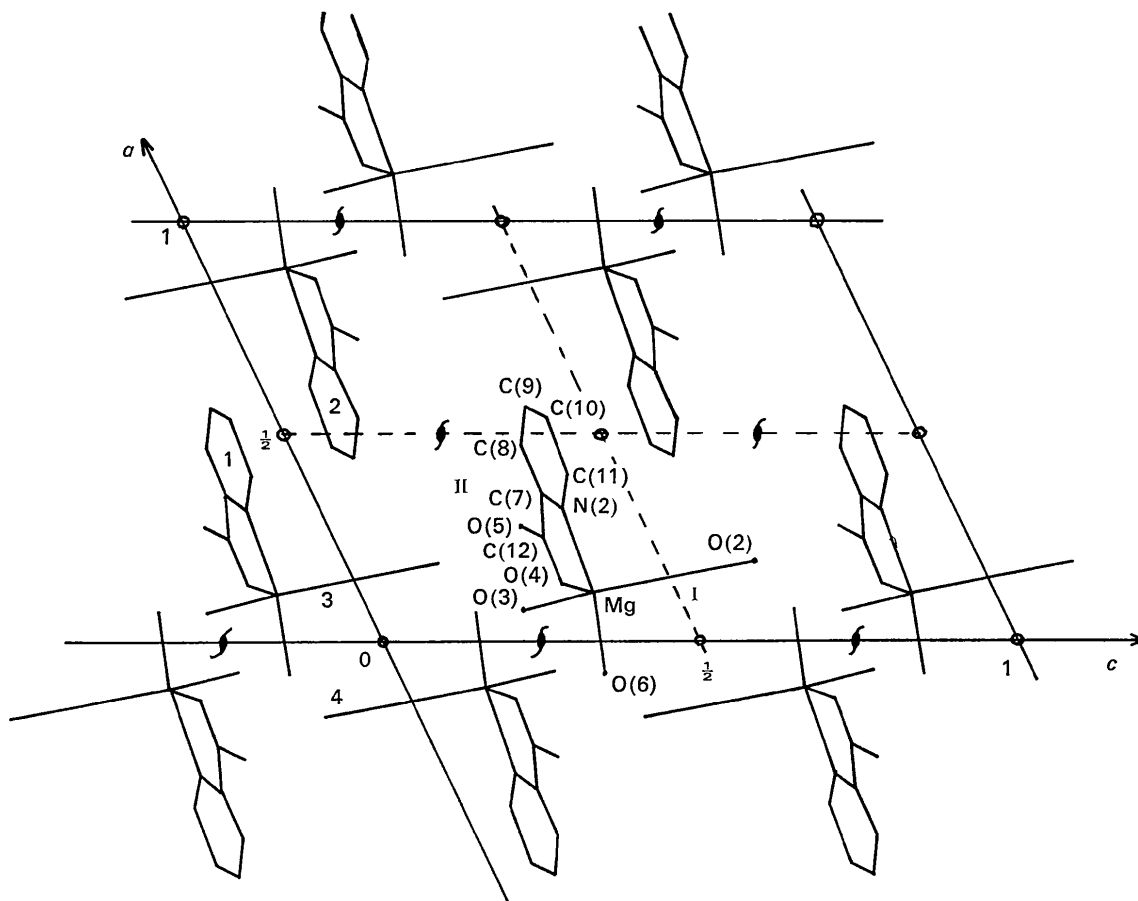


Fig. 2. Projection de la structure sur le plan (010) suivant [010].

L'hexacoordination de l'atome de magnésium est satisfaite sous la forme d'un octaèdre dissymétrique dont la description géométrique est reportée sur le Tableau 3. On note que les deux liaisons Mg-N ($\sim 2,2$ Å) sont nettement plus longues que les quatre liaisons Mg-O ($\sim 2,05$ Å).

La Fig. 1(b) montre les principales distances et les principaux angles intramoléculaires rassemblés respectivement dans les Tableaux 4 et 5. Certaines distances

s'écartent des valeurs auxquelles on pourrait s'attendre. En particulier les distances obtenues pour le groupement carboxylate de la partie I: C(1)-C(6)=1,43, C(6)-O(2)=1,30, C(6)-O(1)=1,28 Å, comparées aux distances analogues de la partie II: C(7)-C(12)=1,50, C(12)-O(5)=1,21, C(12)-O(4)=1,30 Å manifestent une incertitude dans la localisation de l'atome C(6) alors que celle de l'atome C(12) apparaît comme plus logique. Ce phénomène est peut être attribuable à des

Tableau 3. Distances (Å) et angles ($^{\circ}$) dans l'entourage octaédrique de l'atome de magnésium

Mg-N(1)	2,19 (1)	Mg-N(2)	2,25 (1)	Mg-O(1)	2,05 (1)
Mg-O(4)	2,05 (1)	Mg-O(3)	2,04 (1)	Mg-O(6)	2,06 (1)
N(1)-Mg-O(1)	76,6 (3)	N(1)-Mg-O(6)	98,0 (3)	N(1)-Mg-O(3)	92,6 (4)
N(1)-Mg-O(4)	163,4 (3)	N(1)-Mg-N(2)	92,7 (3)	O(1)-Mg-O(6)	91,7 (3)
O(1)-Mg-O(3)	168,8 (4)	O(1)-Mg-O(4)	92,9 (3)	O(1)-Mg-N(2)	95,5 (3)
N(2)-Mg-O(4)	75,3 (3)	N(2)-Mg-O(6)	168,2 (3)	N(2)-Mg-O(3)	88,2 (3)
O(3)-Mg-O(6)	86,5 (3)	O(3)-Mg-O(4)	98,2 (3)	O(4)-Mg-O(6)	95,1 (3)

Tableau 4. Principales distances (Å) intramoléculaires

N(1)-C(1)	1,35 (1)	C(6)-O(2)	1,30 (1)	N(2)-C(7)	1,33 (1)	C(12)-O(5)	1,21 (1)
C(1)-C(2)	1,40 (2)	N(1)-C(3)	2,77 (2)	C(7)-C(8)	1,39 (1)	N(2)-C(9)	2,78 (1)
C(2)-C(3)	1,35 (2)	C(2)-H(1)	1,24 (13)	C(8)-C(9)	1,38 (2)	C(8)-H(5)	1,33 (14)
C(3)-C(4)	1,40 (1)	C(3)-H(2)	1,20 (14)	C(9)-C(10)	1,37 (2)	C(9)-H(6)	1,31 (12)
C(4)-C(5)	1,39 (2)	C(4)-H(3)	1,17 (15)	C(10)-C(11)	1,42 (2)	C(10)-H(7)	1,22 (15)
C(5)-N(1)	1,33 (1)	C(5)-H(4)	0,82 (13)	C(11)-N(2)	1,34 (2)	C(11)-H(8)	1,11 (14)
C(1)-C(6)	1,43 (1)	O(3)-H(9)	0,65 (16)	C(7)-C(12)	1,50 (1)	O(6)-H(11)	0,79 (15)
C(6)-O(1)	1,28 (1)	O(3)-H(10)	0,78 (—)	C(12)-O(4)	1,30 (1)	O(6)-H(12)	0,89 (16)

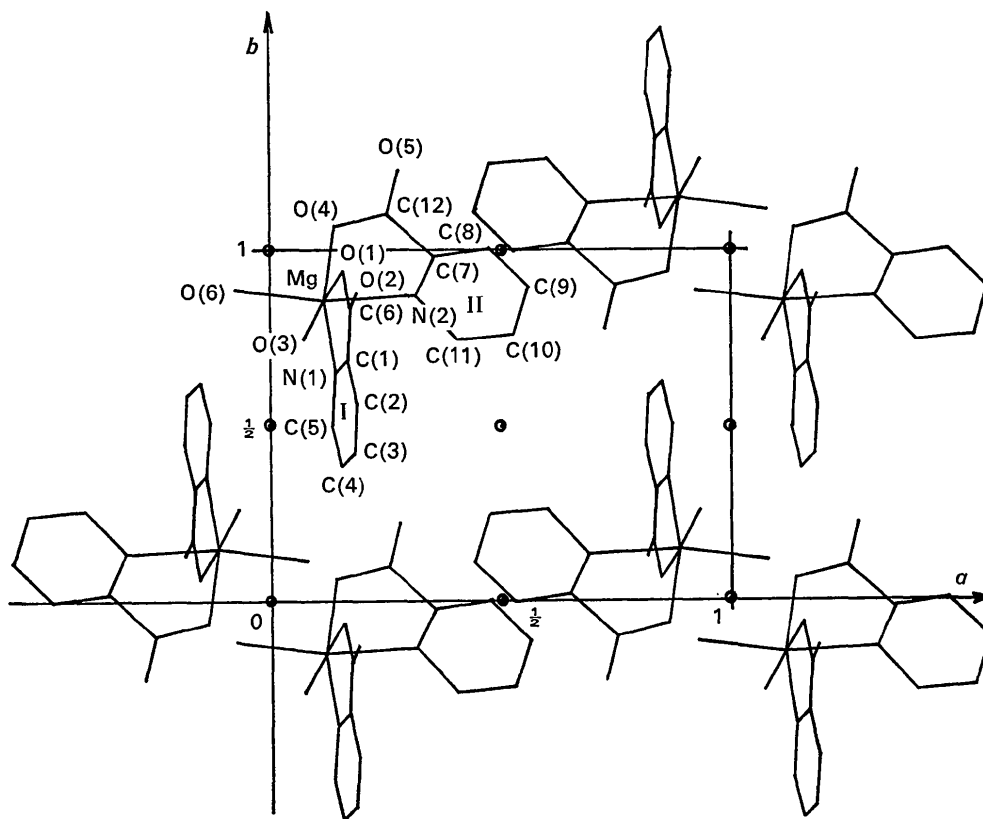


Fig. 3. Projection de la structure sur le plan (001) suivant [001].

Tableau 5. Principaux angles ($^{\circ}$) intramoléculaires

Les déviations standard sont pratiquement de l'ordre du degré.

C(1)–C(2)–C(3)	121	C(2)–C(3)–C(4)	120	C(3)–C(4)–C(5)	115	C(4)–C(5)–N(1)	126
C(5)–N(1)–C(1)	117	N(1)–C(1)–C(2)	121	C(2)–C(1)–C(6)	124	N(1)–C(1)–C(6)	116
C(1)–C(6)–O(2)	121	O(2)–C(6)–O(1)	120	C(1)–C(6)–O(1)	119	C(6)–O(1)–Mg	117
Mg–N(1)–C(3)	171	Mg–N(1)–C(1)	111	Mg–N(1)–C(5)	131	C(7)–C(8)–C(9)	119
C(8)–C(9)–C(10)	119	C(9)–C(10)–C(11)	118	C(10)–C(11)–N(2)	122	C(11)–N(2)–C(7)	119
N(2)–C(7)–C(8)	122	C(8)–C(7)–C(12)	121	N(2)–C(7)–C(12)	116	C(7)–C(12)–O(5)	120
O(5)–C(12)–O(4)	124	C(7)–C(12)–O(4)	115	C(12)–O(4)–Mg	121	Mg–N(2)–C(7)	113
Mg–N(2)–C(11)	128	Mg–N(2)–C(9)	172				

effets d'absorption ou d'extinction secondaire. Différents types de pondération et des essais de correction d'extinction appliqués lors de l'affinement en anisotropie n'ont pas changé les résultats d'une manière concluante. Il semble aussi que la position parallèle à [010] de la partie I (Fig. 2) de la molécule ne soit pas favorable pour un affinement à l'aide des strates *hnl*. Cependant les distances Mg–N et Mg–O n'ont jamais varié de plus d'un centième d'Å autour des valeurs indiquées dans le Tableau 3.

On note d'autre part une distorsion pour chaque partie de la molécule analogue à celle qui se produit dans le picolate de nickel (Loiseleur, 1972), se traduisant par des angles Mg–N(1)–C(3) et Mg–N(2)–C(9) inférieurs à 180° (Tableau 5), les atomes C(3) et C(9) s'orientant du côté de la chélation.

Les Figs. 2 et 3, représentant les projections respectives de la structure suivant les axes [010] et [001] sur les plans (010) et (001), donnent un aperçu de la disposition des molécules. Les cycles pyridiniques des parties I et II (Fig. 2) font respectivement des angles calculés de 90° et de 71° avec (010). La partie I peut ainsi être pratiquement considérée comme parallèle à [010]; la distance entre le cycle pyridinique et le cycle translaté du paramètre *b* suivant [010] est de $0,07 \text{ \AA}$. Par ailleurs, la distance entre deux cycles pyridiniques de la partie II le long de [010] est de $2,89 \text{ \AA}$. La Fig. 2 montre aussi que l'on peut décrire la structure comme un empilement des molécules groupées le long des axes 2, coupant l'axe [001] et liées entre elles par liaisons hydrogène. Les distances entre cycles pyridiniques parallèles 1,2 et 3,4 sont de l'ordre de $3,6 \text{ \AA}$. Malgré la localisation peu précise des atomes d'hydrogène aqueux H(9–12), des liaisons hydrogène existent prob-

ablement d'une part entre molécules d'eau et d'autre part, comme il arrive souvent, entre molécules d'eau et atomes d'oxygène carboxylique non liés au métal. Les distances suivantes observées entre ces atomes d'oxygène semblent confirmer cette supposition: O(6)–O(2) ($-x, 2-y, 1-z$) = $2,69 (1) \text{ \AA}$; O(6)–O(5) ($-x, y-\frac{1}{2}, \frac{1}{2}-z$) = $2,72 (1)$; O(3)–O(4) ($-x, y-\frac{1}{2}, \frac{1}{2}-z$) = $2,68 (1)$ et O(3)–O(2) ($x, 1,5-y, z-\frac{1}{2}$) = $2,756 (8)$.

Les calculs ont été effectués sur ordinateur IBM 360–67 à l'IMAG et sur IBM 370–165 au CIRCE à Orsay, à l'aide de programmes écrits en Fortran dont la liste a déjà été mentionnée dans une publication récente (Quaglieri *et al.*, 1972).

Références

- CRUICKSHANK, D. W. J. (1961). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, p. 45. Oxford: Pergamon Press.
- FAURE, R. & LOISELEUR, H. (1972a). *Acta Cryst.* **B28**, 811–815.
- FAURE, R. & LOISELEUR, H. (1972b). *Acta Cryst.* **B28**, 2733–2740.
- GERMAIN, G. & WOOLFSON, M. M. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 91–96.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III, Birmingham: Kynoch Press.
- KARLE, J. (1964). In *Advances in Structure Research by Diffraction Methods*, Vol. 1, p. 55. New York: Interscience.
- KARLE, J. & KARLE, I. L. (1965). In *Computing Methods in Crystallography*. Edited by J. S. Rollett, p. 151. Oxford: Pergamon Press.
- LOISELEUR, H. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 816–820.
- MOORE, F. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 1169–1175.
- QUAGLIERI, P., LOISELEUR, H. & THOMAS, G. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 2583–2590.