

- HESS, H. & REISER, B. (1971). *Z. anorg. allgem. Chem.* **381**, 91–102.
- KÖSTER, R., HATTORI, S. & MORITA, Y., (1965). *Angew. Chem.* **77**, 719–720.
- KÖSTER, R., IWASAKI, K., HATTORI, S. & MORITA, Y. (1968). *Liebigs Ann. Chem.* **720**, 23–31.
- KÖSTER, R. & WILLEMSSEN, H.-G. (1974). *Liebigs Ann. Chem.* In the press.
- KRÜGER, C. (1970). *J. Organomet. Chem.* **22**, 697–706.
- MUELLER, U. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 1997–2003.
- NIEDENZU, K., SAWODONY, W., WATANABE, H., DAWSON, J. W., TOTANI, T. & WEBER, W. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 1453–1461.
- PAULING, L. (1962). *Die Natur der Chemischen Bindung*, p. 282. Weinheim/Bergstr: Verlag Chemie GmbH.
- ROBERTS, P. J., PETERSEN, R. C., SHELDRIK, G. M., ISAACS, N. W. & KENNARD, O. (1973). *J. Chem. Soc. Perkin II*, pp. 1978–1984.
- VISWAMITRA, M. A. & VAIDYA, S. N. (1965). *Z. Kristallogr.* **121**, 472–475.

Acta Cryst. (1974). **B30**, 2678

Structure Cristalline de l'Orthofluorobéryllate $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$

PAR J. VICAT, D. TRANQUI, S. ALÉONARD ET P. RICHARD*

CNRS, Laboratoire des Rayons X, B.P. 166, Centre de Tri, 38042 Grenoble-Cedex, France

(Reçu le 15 mai 1974, accepté le 5 juillet 1974)

The crystal structure of sodium lithium orthofluoroberyllate, $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$, has been determined by the symbolic addition method with data collected on a single-crystal diffractometer (Mo $K\alpha$ radiation). The compound is monoclinic, space group $P2_1/c$ with $a = 6.542$ (2), $b = 9.634$ (2), $c = 9.939$ (2) Å, $\beta = 93.83^\circ$ (1), $Z = 4$. A least-squares refinement was carried out with anisotropic temperature factors. The final R value is 0.06 for 2188 reflexions. The structure consists of rings of fluorine tetrahedra filled with Be(1) and Li cations lying on the (100) plane. The rings contain either eight or four tetrahedra and pack together so as to form a two-dimensional framework. Be(2) tetrahedra are linked to the Li tetrahedra of the eight-membered rings. The two-dimensional frameworks are linked by the sodium polyhedra.

Introduction

L'étude du système NaF–LiF– BeF_2 a mis en évidence l'existence des quatre composés $\text{NaLi}(\text{BeF}_3)_2$, $\text{Na}_2\text{LiBe}_2\text{F}_7$, NaLiBeF_4 et $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$. Les trois premiers se sont révélés isotopes respectivement de la diopside $\text{CaMg}(\text{SiO}_3)_2$ (Boucherle, 1973), de l'akermanite (Le Roy, 1970; Brunton, 1972) et de la monticellite (Le Roy, 1970). Quant au dernier, isolé pour la première fois par Jahn (1954), ses caractéristiques cristallographiques n'ont été déterminées que récemment (Pontonnier & Aléonard, 1972).

L'objet du présent travail est la détermination de la structure cristalline de ce composé.

Partie expérimentale

La méthode de préparation des cristaux de $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$ a été décrite précédemment (Pontonnier & Aléonard, 1972): se présentant sous forme d'aiguilles épaisses prismatiques, ils ne s'obtiennent qu'au début de la cristallisation de solutions concentrées (portées à environ 60°C) contenant les deux orthofluorobéryllates de lithium et de sodium en quantité équimoléculaire.

Le cristal choisi pour l'étude cristallographique

n'ayant pu être rendu sphérique, avait la forme d'un cylindre de longueur et diamètre égaux à 0,25 mm.

Nous avons redéterminé ses caractéristiques à partir de 15 observations sur le diffractomètre automatique quatre cercles Hilger & Watts du Laboratoire (la radiation utilisée est celle du molybdène $K\alpha$): groupe spatial $P2_1/c$; $a = 6,542 \pm 0,0015$; $b = 9,634 \pm 0,002$; $c = 9,939 \pm 0,002$ Å; $\beta = 93,83 \pm 0,01^\circ$; $Z = 4$. Elles sont légèrement différentes de celles trouvées par L. Pontonnier à l'aide de clichés de chambre de Guinier.

Les intensités des réflexions ont été enregistrées à l'aide du diffractomètre quatre cercles en utilisant la méthode des mesures rapides indiquée par Bassi (1973).

Elles ont été mesurées directement au maximum de la réflexion, après ajustement pour compenser le manque de rigidité de l'ensemble cristal-tête goniométrique et les légères imprécisions pouvant survenir dans la matrice d'orientation. Cet ajustement n'a pas été fait pour les intensités très faibles ou nulles (au-dessous de 20 c.p.s.). La mesure intégrée de 30 réflexions, dans un domaine angulaire θ allant de $6,5$ à 25° , nous a permis de déterminer expérimentalement la loi de variation du rapport de taux de comptage au maximum de la raie sur l'intensité corrigée des facteurs de Lorentz-polarisation. La détermination de cette loi a permis de calculer directement le facteur de structure au carré (F^2) pour toutes les observations, à partir des mesures au sommet.

* Adresse actuelle: Département de Physique, Université du Québec à Montréal, C.P. 8888, Montréal 101, P.Q., Canada.

Sur un total de 2762 réflexions, mesurées dans $\frac{1}{4}$ de la sphère d'Ewald (angle $\theta_{max} = 35^\circ$), 2188 intensités ont été retenues pour l'affinement de la structure: les raies très faibles ou nulles ont été rejetées. Etant donné le faible coefficient d'absorption ($\mu = 5,3 \text{ cm}^{-1}$) et les faibles dimensions du cristal nous n'avons apporté aucune correction d'absorption aux résultats des mesures. Au cours de l'affinement, aucune correction d'extinction n'a été faite.

sur l'ordinateur IBM 360-65 de l'Institut de Mathématiques Appliquées de Grenoble, au moyen de la programmation X-RAY system (Stewart, 1964).

Aucun renseignement utile n'ayant pu être apporté par la carte tridimensionnelle de Patterson, nous avons procédé à l'étude directe des phases des facteurs de structure. Les moyennes et les distributions statistiques des facteurs de structure normalisés sont les suivantes:

Resolution et affinement de la structure

Les calculs qui ont conduit à la résolution et à l'affinement de la structure de $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$ ont été effectués

	Théoriques		
	Centro-symétrique	Non centro-symétrique	Expérimentales
$\langle E \rangle$	0,798	0,866	0,738
$\langle E^2 - 1 \rangle$	0,968	0,736	1,060
$ E > 3$	0,27 %	0,01 %	0,48 %
$ E > 2$	4,55 %	1,83 %	5,13 %
$ E > 1$	31,73 %	36,79 %	28,61 %

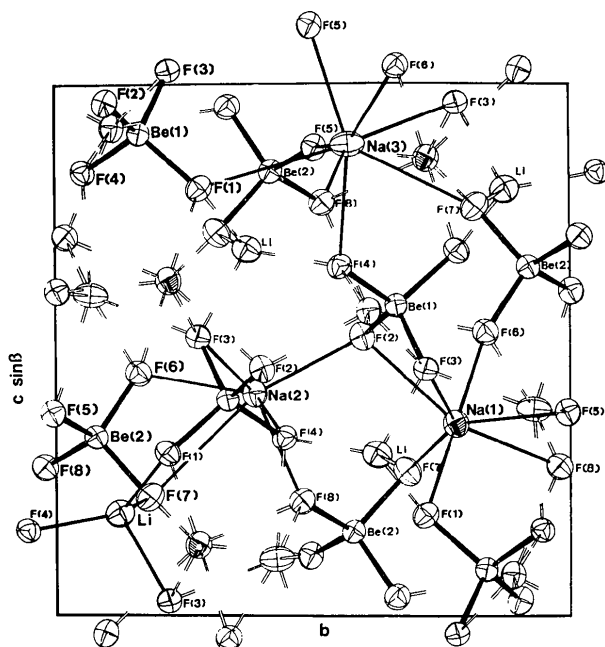


Fig. 1. Structure cristalline de $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$, vue en projection suivant la direction $-a$.

Parmi les 440 observations pour lesquelles $E > 1,4$ nous avons pu déterminer, à l'aide du programme PHASE, 374 signes. Avec ces 374 réflexions, nous avons réalisé des sections de Fourier parallèles au plan (100) dont l'étude a permis de localiser tous les atomes à l'exception du Li. Les facteurs de diffusion atomique utilisés pour l'affinement de la structure sont ceux donnés par Doyle & Turner (1968) pour les atomes neutres. Aucune correction de diffusion anormale n'a été appliquée.

Après trois cycles d'affinement, sans l'atome de lithium et avec des facteurs d'agitation thermique isotropes, la valeur du facteur $R = \sum |F_o - |KF_c|| / \sum F_o$ est passée de 0,30 à 0,14.

L'atome Li, localisé sans ambiguïté par une synthèse de Fourier différence, a alors été introduit dans l'affinement: en faisant varier les facteurs d'agitation thermique anisotropes de tous les atomes, le facteur R est tombé à 0,06 et le facteur pondéré $R_w = \{ \sum w(F_o - |KF_c|)^2 / \sum w F_o^2 \}^{1/2}$ à 0,049.

Le Tableau 1 indique les positions atomiques et les

Tableau 1. Paramètres atomiques et coefficients d'agitation thermique anisotropes ($U_{ij} \times 10^4$)

$$T = \exp [-2\pi^2(h^2 a^{*2} U_{11} + k^2 b^{*2} U_{22} + l^2 c^{*2} U_{33} + hka^* b^* U_{12} + hla^* c^* U_{13} + klb^* c^* U_{23})].$$

Les déviations quadratiques sont données entre parenthèses.

	x	y	z	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
Li	0,95069 (67)	0,12622 (49)	0,19452 (45)	226 (20)	312 (23)	265 (22)	-28 (18)	-36 (17)	33 (19)
Na(1)	0,63963 (15)	0,77881 (11)	0,36396 (10)	244 (5)	250 (5)	273 (5)	-17 (4)	25 (4)	-25 (4)
Na(2)	0,64749 (15)	0,38905 (11)	0,42196 (10)	216 (5)	224 (5)	278 (5)	18 (4)	8 (4)	-5 (4)
Na(3)	0,16569 (16)	0,56975 (13)	0,89071 (10)	234 (5)	453 (7)	221 (5)	5 (5)	-26 (4)	36 (5)
Be(1)	0,10257 (45)	0,16335 (32)	0,91093 (31)	175 (12)	183 (13)	206 (13)	8 (11)	-12 (10)	-7 (11)
Be(2)	0,62180 (45)	0,08022 (33)	0,33998 (31)	170 (12)	203 (14)	209 (14)	5 (11)	-7 (10)	-24 (11)
F(1)	0,14428 (21)	0,28081 (15)	0,80899 (14)	226 (7)	248 (7)	238 (7)	-1 (6)	-13 (5)	-77 (6)
F(2)	0,30472 (20)	0,09729 (15)	0,96939 (14)	168 (6)	241 (7)	289 (7)	-22 (5)	-23 (5)	-57 (6)
F(3)	-0,01247 (23)	0,22092 (15)	0,03101 (14)	313 (8)	233 (7)	209 (7)	-41 (6)	41 (6)	-2 (6)
F(4)	-0,03927 (21)	0,05394 (5)	0,83797 (14)	218 (6)	221 (7)	218 (7)	28 (6)	-15 (5)	39 (6)
F(5)	0,91794 (21)	-0,00378 (15)	0,38464 (14)	202 (7)	235 (7)	269 (7)	-53 (6)	-28 (5)	18 (6)
F(6)	0,56055 (21)	0,16324 (15)	0,46158 (14)	244 (7)	248 (7)	240 (7)	-33 (6)	15 (5)	35 (6)
F(7)	0,68022 (22)	0,18428 (16)	0,22611 (15)	245 (7)	288 (8)	301 (8)	-9 (6)	21 (6)	-109 (6)
F(8)	0,45786 (21)	-0,01982 (15)	0,28912 (14)	213 (7)	257 (8)	246 (7)	34 (6)	-23 (5)	25 (6)

coefficients d'agitation thermique anisotropes de tous les atomes indépendants de la structure.*

Description de la structure

La Fig. 1, dessinée à l'aide du programme *ORTEP* (Johnson, 1965), est une projection suivant l'axe $-a$: elle représente l'ensemble des atomes de la maille ainsi que leur environnement et leurs vibrations. La Fig. 2, qui est également une projection suivant l'axe $-a$, met en évidence l'arrangement des différents tétraèdres de la structure ainsi que la coordination des trois atomes de sodium $\text{Na}(1)$, $\text{Na}(2)$ et $\text{Na}(3)$. Les Tableaux 2 et 3 donnent les angles et les distances dans les tétraèdres BeF_4 et LiF_4 d'une part et dans les polyèdres de coordination entourant les trois atomes de sodium d'autre part.

* La liste des facteurs de structure a été déposée à la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 30568: 3 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 13 White Friars, Chester CH1 1NZ, Angleterre.

Tableau 2. Distances (Å) et angles (°) décrivant les tétraèdres BeF_4 et LiF_4

Les déviations quadratiques sont entre parenthèses.

Be(1)-F(1)	1,555 (3)	Be(1)-F(3)	1,555 (3)
Be(1)-F(2)	1,546 (3)	Be(1)-F(4)	1,552 (3)
Moyenne 1,552			
F(1)-Be(1)-F(2)	111,2 (2)	F(1)-F(2)	2,558
F(1)-Be(1)-F(3)	110,8 (2)	F(1)-F(3)	2,560
F(1)-Be(1)-F(4)	108,4 (2)	F(1)-F(4)	2,520
F(2)-Be(1)-F(3)	107,7 (2)	F(2)-F(3)	2,504
F(2)-Be(1)-F(4)	111,5 (2)	F(2)-F(4)	2,560
F(3)-Be(1)-F(4)	107,2 (2)	F(3)-F(4)	2,501
Moyenne 109,46			
Be(2)-F(5)	1,556 (3)	Be(2)-F(7)	1,578 (4)
Be(2)-F(6)	1,525 (4)	Be(2)-F(8)	1,526 (3)
Moyenne 1,546			
F(5)-Be(2)-F(6)	107,6 (2)	F(5)-F(6)	2,486
F(5)-Be(2)-F(7)	107,5 (2)	F(5)-F(7)	2,527
F(5)-Be(2)-F(8)	108,9 (2)	F(5)-F(8)	2,508
F(6)-Be(2)-F(7)	108,9 (2)	F(6)-F(7)	2,525
F(6)-Be(2)-F(8)	114,5 (2)	F(6)-F(8)	2,566
F(7)-Be(2)-F(8)	109,2 (2)	F(7)-F(8)	2,530
Moyenne 109,43			

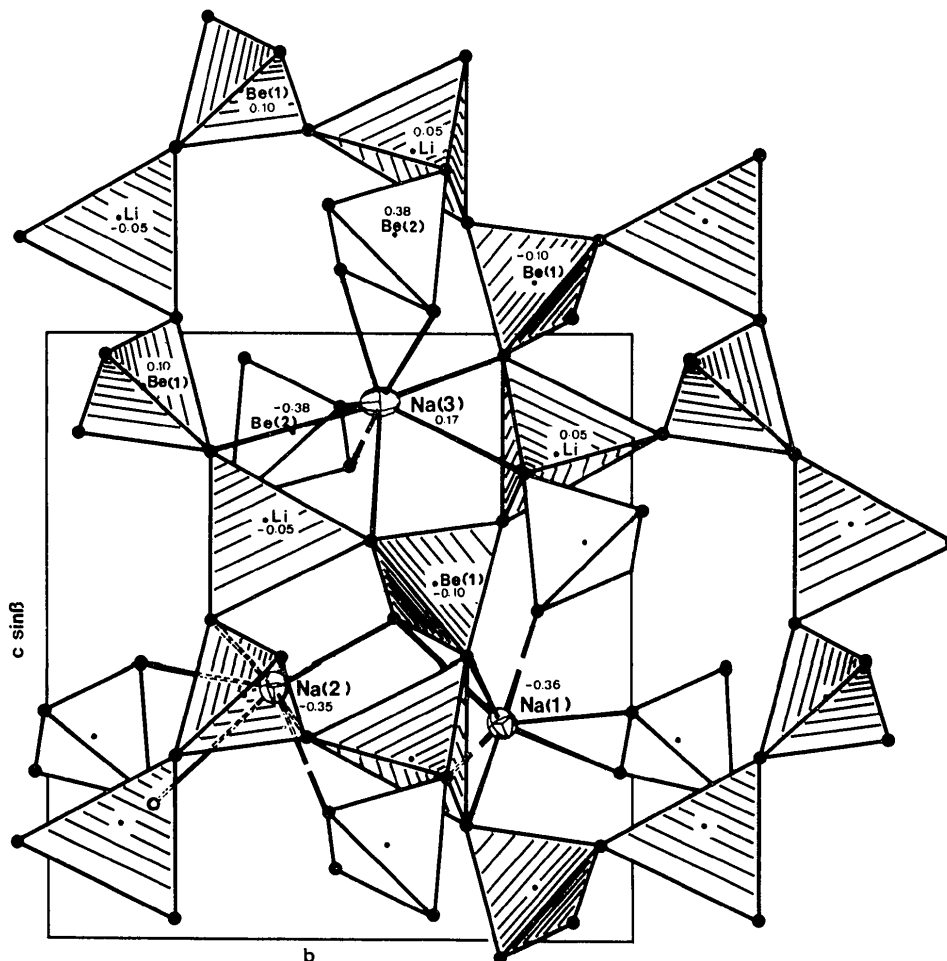


Fig. 2. Arrangement des tétraèdres BeF_4 et LiF_4 et coordination des atomes de sodium, vus en projection suivant la direction $-a$.

Tableau 2 (suite)

Li-F(4)	1,865 (5)	Li-F(3)	1,893 (5)
Li-F(7)	1,902 (5)	Li-F(1)	1,873 (5)
Moyenne 1,883			
F(1)-Li-F(3)	99,9 (2)	F(1)-F(3)	2,882
F(1)-Li-F(4)	110,2 (2)	F(1)-F(4)	3,065
F(1)-Li-F(7)	111,0 (2)	F(1)-F(7)	3,110
F(3)-Li-F(4)	103,9 (2)	F(3)-F(4)	2,960
F(3)-Li-F(7)	99,9 (2)	F(3)-F(7)	2,906
F(4)-Li-F(7)	127,3 (3)	F(4)-F(7)	3,375
Moyenne 108,7			

Tableau 3. Distances (Å) interatomiques des polyèdres de coordination des atomes de sodium

Na(1)-F(1)	2,368 (2)	Na(1)-F(7)	2,400 (2)
Na(1)-F(2)	2,419 (2)	Na(1)-F(8)	2,390 (2)
Na(1)-F(5)	2,399 (2)	Na(1)-F(3)	2,648 (2)
Na(1)-F(6)	2,310 (2)		
Moyenne 2,417			
Na(2)-F(2)	2,290 (2)	Na(2)-F(8)	2,275 (2)
Na(2)-F(2')	2,326 (2)	Na(2)-F(3)	2,630 (2)
Na(2)-F(4)	2,329 (2)	Na(2)-F(7)	2,790 (2)
Na(2)-F(6)	2,289 (2)		
Moyenne 2,418			
Na(3)-F(3)	2,404 (2)	Na(3)-F(6)	2,413 (2)
Na(3)-F(4)	2,371 (2)	Na(3)-F(8)	2,308 (2)
Na(3)-F(5)	2,338 (2)	Na(3)-F(7)	2,852 (2)
Na(3)-F(5')	2,359 (2)	Na(3)-F(1)	2,901 (2)
Moyenne 2,493			

Les tétraèdres LiF_4 et Be(1)F_4 forment, dans le plan moyen (100), des cycles mixtes de huit tétraèdres. Deux cycles d'ordre huit, équivalents par une translation b ou c , sont reliés entre eux de telle sorte que deux tétraèdres de chacun des cycles forment un nouveau cycle mixte d'ordre quatre (Fig. 2). Nous sommes donc en présence d'un arrangement bidimensionnel de cycles comportant huit et quatre tétraèdres: la suite alternée d'anneaux d'ordre huit et quatre se développe de façon infinie dans les directions b et c .

Deux tétraèdres Be(2)F_4 viennent se loger à l'intérieur des cycles mixtes d'ordre huit, avec mise en commun d'un de leurs atomes de fluor avec celui d'un tétraèdre LiF_4 de ces cycles. L'un des tétraèdres se trouve au-dessus de la couche des cycles, l'autre au-dessous. Il est à noter qu'ils ne lient pas entre elles, les couches auxquelles ils sont greffés.

Quant aux atomes de sodium, deux atomes Na(1) et deux atomes Na(3) se logent dans les cavités formées par les cycles d'ordre huit, et deux atomes Na(2) se trouvent dans les cavités formées par les cycles d'ordre quatre. Ce sont eux qui assurent la cohésion entre les différentes couches de tétraèdres, comme le montre la Fig. 2 où sont représentées les différentes liaisons Na-F . (Les liaisons interrompues indiquent qu'il faut considérer l'atome F translaté de $\pm a$ par rapport à l'atome dessiné.)

Etude des tétraèdres BeF_4 et LiF_4

Les tétraèdres Be(1)F_4 (Tableau 2) sont assez réguliers: les distances Be-F s'écartent très peu de la distance moyenne de 1,552 Å. Les angles F-Be(1)-F varient de 107,2 à 111°, avec une valeur moyenne de 109,46°. Les tétraèdres Be(2)F_4 sont beaucoup plus déformés puisque les distances Be(2)-F varient de 1,527 à 1,578 Å (valeur moyenne 1,546 Å) et les angles F-Be(2)-F de 107,5 à 114,5° (valeur moyenne 109,43°). Deux distances Be(2)-F(6) et Be(2)-F(8) sont nettement plus courtes que les autres. Dans la structure de $\gamma\text{-Na}_2\text{BeF}_4$ (Tranqui, Vicat & Aléonard, 1973; Deganello, 1973), une distance Be-F est également plus courte que les autres et Deganello émet les hypothèses suivantes: ou bien elle traduit une augmentation du caractère s d'une orbitale sp^3 du béryllium, ou bien elle est due à un effet de répulsion de l'atome Be par un atome de sodium relativement proche ($\text{Na-Be} = 2,92$ Å). Cette dernière hypothèse peut expliquer les déformations du tétraèdre Be(2)F_4 dans $\text{Na}_3\text{Li(BeF}_4)_2$. En effet, l'atome Be(2) a un proche voisin Li à une distance de 2,708 Å (Fig. 1). La répulsion électrostatique exercée par l'atome de lithium sur Be(2) aurait tendance à éloigner F(7) et à rapprocher légèrement F(6) et F(8) de Be(2) .

Bien que les distances Li-F varient relativement peu (de 1,863 à 1,905 Å), les tétraèdres LiF_4 sont encore beaucoup plus déformés que les tétraèdres Be(2)F_4 : les angles F-Li-F varient de 100 à 127° et les distances F-F de 2,882 à 3,375 Å. Le fait que les angles F(3)-Li-F(1) du tétraèdre sont tous inférieurs à 109°, montre que l'atome de Li se rapproche du plan formé par les atomes F(1) , F(4) , et F(7) . Ceci peut s'expliquer par une attraction électrostatique qu'exercerait sur lui, l'atome F(5) , distant seulement de 2,472 Å (Fig. 1).

Etude des polyèdres de coordination des atomes de sodium

Nous avons considéré les atomes voisins de Na(1) , Na(2) et Na(3) jusqu'à une distance de 3,0 Å. Les atomes Na(1) et Na(2) , situés pratiquement à la même cote x ($x = -0,36$ et $x = -0,35$ respectivement), présentent le même environnement de sept atomes de fluor avec la même distance moyenne Na-F de 2,42 Å. Ils relient les couches de tétraèdres entre elles. Ces deux atomes Na(1) et Na(2) sont liés à cinq atomes de fluor appartenant à la couche de tétraèdres supérieure (x moyen = 0) et à deux atomes de fluor faisant partie de la couche inférieure (x moyen = -1) (Fig. 2).

L'atome Na(3) , lui, a huit voisins: six proches voisins à une distance inférieure à 2,5 Å et deux autres, les fluors F(7) et F(1) distants de 2,85 et 2,92 Å (Fig. 1). Cet atome, tout proche du plan moyen d'une couche de tétraèdres est relié à cette dernière par sept fluors et à la couche supérieure par une seule liaison Be-F .

La liaison entre couches, donc la rigidité de la structure dans la direction a , est par suite principalement assurée par les atomes Na(1) et Na(2) : les atomes

$\text{Na}(3)$ peuvent plutôt être considérés comme occupant les cavités des cycles d'ordre huit.

Discussion

Jusqu'à présent, dans les orthofluorobéryllates alcalins mixtes comportant un atome Li tétracoordonné, deux types d'enchaînements de tétraèdres BeF_4 et LiF_4 ont été observés:

– Celui présenté par les composés MLiBeF_4 avec $\text{M} = \text{K}, \text{Rb}$ et Tl (type tridymite) (Le Roy & Aléonard, 1970; Chung & Hahn, 1972).

– Celui présenté par les composés MLiBeF_4 avec $\text{M} = \text{NH}_4$ et Cs ('type *Icmm*') (Le Roy & Aléonard, 1972; Chung & Hahn, 1972).

Dans les deux types d'enchaînements, les tétraèdres occupés alternativement par les atomes Li et Be, forment des cycles de six tétraèdres partageant trois de leurs sommets pour former des couches reliées entre elles par le quatrième sommet. Les deux cycles se différencient par l'orientation relative des tétraèdres successifs dans les anneaux.

Le type d'enchaînements présenté par $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$ est différent. Il se rapproche de celui trouvé dans le paracelsian $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ par Smith (1953). Le silicoaluminat possède aussi des couches constituées par des cycles de huit et quatre tétraèdres $(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_4$. Mais ces couches sont reliées entre elles par les sommets libres des tétraèdres pointant de part et d'autre du plan des cycles.

Ainsi, l'étude de la structure du composé $\text{Na}_3\text{Li}(\text{BeF}_4)_2$ révèle l'existence d'un autre type de réseau de tétraèdres BeF_4 et LiF_4 dans les orthofluorobéryllates alcalins mixtes. L'arrangement des tétraè-

dres dans les couches est semblable à celui du paracelsian avec la différence que dans $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, la liaison entre couches conduit à un enchaînement tridimensionnel.

Les auteurs tiennent à remercier M. E. F. Bertaut, Directeur du Laboratoire des Rayons-X, pour l'encouragement et l'intérêt qu'il porte à leurs travaux.

Références

- BASSI, G. C. (1973). *J. Appl. Cryst.* **6**, 280–284.
 BOUCHERLE, G. (1973). Thèse de Doctorat de 3e Cycle. Université de Grenoble.
 BRUNTON, G. (1972). *Mat. Res. Bull.* **7**, 641–645.
 CHUNG, S. J. & HAHN, T. (1972). *Mat. Res. Bull.* **7**, 1209–1218.
 DEGANELLO, S. (1973). *Acta Cryst.* **B29**, 2593–2597.
 DOYLE, P. A. & TURNER, P. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 390–397.
 JAHN, W. (1954). *Z. anorg. allgem. Chem.* **277**, 274–286.
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
 LE ROY, J. (1970). Thèse de Doctorat de 3e Cycle. Université de Grenoble.
 LE ROY, J. & ALÉONARD, S. (1970). *Mat. Res. Bull.* **7**, 409–418.
 LE ROY, J. & ALÉONARD, S. (1972). *Acta Cryst.* **B28**, 1383–1387.
 PONTONNIER, L. & ALÉONARD, S. (1972). *Bull. Soc. fr. Minér. Crist.* **95**, 507–510.
 SMITH, J. V. (1953). *Acta Cryst.* **6**, 613–620.
 STEWART, J. M. (1964). X-RAY 63, version juillet 1971. Technical Report TR-64-6, N56-398, Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 TRANQUI, D., VICAT, J. & ALÉONARD, S. (1973). *Cryst. Struct. Commun.* **2**, 339–342.