

Références

- AHMED, F. R., HALL, S. R., PIPPY, M. E. & SAUNDERSON, C. P. (1967). *NRC Crystallographic Programs for the IBM 360 System*, National Research Council, Ottawa, Canada.
- CHEYMOL, J. (1972). *Neuromuscular Blocking and Stimulating Agents*, pp. 635–648. Oxford: Pergamon Press.
- CONROY, H. (1957). *J. Amer. Chem. Soc.* **79**, 5551–5553.
- CRAVEN, B. M. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 387–396.
- CRUICKSHANK, D. W. J. (1960). *Computing Methods and the Phase Problem in X-ray Crystal Analysis*, édité par R. PEPINSKY, J. M. ROBERTSON & J. C. SPEAKMAN. Oxford: Pergamon Press.
- DECLERCQ, J. P., GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1973). *Acta Cryst.* **A29**, 231–234.
- DENOËL, A. (1958). *Matière médicale végétale (Pharmacognosie)*, Vol. 1, pp. 362–364. Presse Univ. de Liège.
- GORINSKY, C. & MOSS, D. A. (1973). *J. Cryst. Mol. Struct.* **3**, 299–307.
- JOHNSON, C. K. (1971). *ORTEP II*. Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-3794, revised.
- KOCH, M. H. J. (1974). *Acta Cryst.* **B30**, 67–70.
- MAIN, P. (1970). Program for the reduction of diffractometer data – Univ. of York, England.
- PORTER, L. A. (1967). *Chem. Rev.* **67**, 441–465.

Acta Cryst. (1976). **B32**, 2993

Structure Cristalline d'un Composé Mésomorphogène: le Butyl-2 (Oxo-1 pentyl)-7 Dihydro-9,10 Phénanthrène

PAR MICHEL COTRAIT ET PIERRE MARSAU

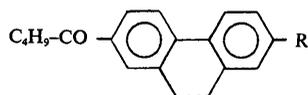
Laboratoire de Cristallographie et de Physique cristalline associé au CNRS et Centre de Recherche Paul Pascal, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence, France

(Reçu le 13 avril 1976, accepté le 3 mai 1976)

The crystal structure of the mesomorphous compound 2-butyl-7-(1-oxopentyl)-9,10-dihydrophenanthrene has been solved. It crystallizes in space group $P2_1/c$ with $a=17.533$, $b=11.826$, $c=9.210$ Å and $\beta=97.54^\circ$. The crystal structure was solved by direct methods applied to a translational function. Aliphatic chains on both sides of the central aromatic group are characterized by very high thermal motions. Molecules are associated in sheets through rather weak van der Waals forces between the aliphatic side chains and the central group. Sheets are linked together through dipole-dipole interactions between close carbonyl groups.

Introduction

On peut penser que les propriétés spécifiques des phases mésomorphes sont directement reliées à la nature des molécules qui les constituent. On peut espérer que la conformation et l'arrangement de ces molécules dans la phase solide préfigure l'organisation de la phase mésomorphe. L'étude cristallographique d'une série de molécules nous est apparue particulièrement intéressante à cet égard, celle des acyl-alkyl-dihydrophénanthrène de formule générale suivante:

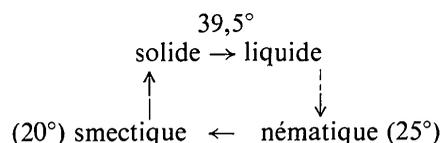


dont la synthèse et l'étude des propriétés physiques ont été réalisées par Jacques et ses collaborateurs, au Collège de France.

L'investigation cristallographique de cette série est en cours. Nous avons d'ores et déjà publié la structure du dérivé pour lequel $R = \text{CH}_2\text{-CH-CH}_2\text{-CH}_3$ smec-



togène (Cotrait, Destrade & Gasparoux, 1975); celle du composé avec $R = \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$, nématogène, pratiquement résolue, sera publiée sous peu. Nous présentons ici la structure cristalline du dérivé avec $R = \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$ qui possède à la fois des phases smectique et nématique monotropes.



Nous désignerons ces trois composés respectivement par DHP1, DHP2 et DHP3.

Partie expérimentale

Des cristaux ont été obtenus par évaporation de solution dans le méthanol; ils se présentent sous la forme de fines plaquettes assez difficiles à orienter. Les paramètres primitivement déterminés correspondent au groupe spatial triclinique $P\bar{1}$ avec $a=18,704$, $b=9,210$, $c=14,986$ Å, $\alpha=127,89$, $\beta=76,90$, $\gamma=111,68^\circ$, et $Z=4$. Par suite de la décroissance rapide des intensités avec l'angle θ de Bragg, seules les réflexions avec $\theta < 43^\circ$

(environ 3500) ont été collectées avec un diffractomètre Siemens (couplage $\omega-2\theta$; méthode des cinq points) pour la radiation Cu $K\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). Aucune correction d'absorption n'a été effectuée par suite de la petite taille du cristal utilisé.

L'examen des données: hkl, θ, F_o montre que les réflexions peuvent être regroupées par paires ayant même θ et même F_o ; moyennant un changement d'axe correspondant à $h'=k, k'=k+l$ et $l'=h+k$ on trouve que la maille triclincique initiale peut être ramenée à la maille monoclinique suivante: $a=17,533, b=11,826, c=9,210 \text{ \AA}$ et $\beta=97,54^\circ$. Le groupe spatial correspondant est $P2_1/c$ avec $Z=4$.

Le coefficient moyen d'agitation thermique B_M des données ainsi réduites évalué par la méthode de Wilson, égal à $6,1 \text{ \AA}^2$, est relativement élevé.

Détermination de la structure et affinement

L'application de la méthode dite 'de la multiresolution' (Germain, Main & Woolfson, 1971) n'a pas permis de résoudre directement la structure. Elle a toutefois fourni des informations sur l'orientation des noyaux dihydrophénanthrène (DHP) dans la maille.

Tableau 1. Ensemble de départ dans le processus de génération des phases

	hkl	$ E $	$\alpha_{\text{estimé}}$	φ_0
Origine	565	3,05	80	360°
	$\bar{6}14$	3,21	117	360
	302	5,83	357	360
Σ_1	$\bar{6}24$	2,19	61	360
	444	2,17	14	360
Symboles	215	2,83	115	
	13,2,2	3,75	82	180 et 360
	11,0,2	3,76	79	
	$\bar{6}92$	3,58	113	

Les 152 réflexions ayant un facteur de structure normalisé $|E| > 1,44$ constituent l'ensemble de départ parmi lesquelles ont été choisies: les réflexions fixant l'origine, celles dont le signe a été déterminé au moyen de la relation Σ_1 et les réflexions utilisées comme symboles; ces réflexions ainsi que leurs caractéristiques sont rassemblées dans le Tableau 1.

Quatre symboles pouvant prendre les valeurs 180 et 360° sont nécessaires pour assurer le processus de convergence; ils définissent ainsi 16 ensembles de départ, permettant de générer les phases des autres réflexions.

Les sections de Fourier correspondant à l'ensemble le plus probable des phases affinées d'après les figures de mérite ont une allure assez particulière représentée sur la Fig. 1. Tout se passe comme s'il y avait plusieurs molécules superposées, translattées les unes par rapport aux autres, correspondant en plusieurs positions statistiques dont on verrait l'effet moyen. Nous avons déjà

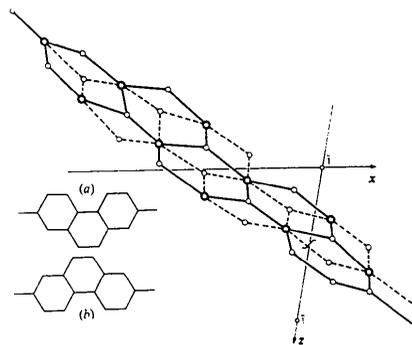


Fig. 1. Représentation schématique des sections de Fourier résultant de la multiresolution. \circ Pic simple. \odot Pic double.

Tableau 2. Coordonnées atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique B_{ij} ($\times 10^4$).

	x	y	z	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
C(1)	7544 (4)	1227 (6)	5695 (7)	69 (3)	141 (7)	286 (12)	-14 (8)	0 (10)	13 (15)
C(2)	6871 (3)	1494 (5)	4550 (7)	63 (3)	110 (6)	290 (12)	18 (7)	2 (9)	47 (14)
C(3)	6322 (3)	515 (5)	4173 (6)	51 (2)	94 (5)	234 (10)	5 (6)	32 (8)	22 (12)
C(4)	5675 (3)	847 (4)	2983 (6)	56 (3)	82 (5)	243 (10)	26 (6)	11 (8)	12 (11)
C(5)	5057 (3)	-41 (4)	2648 (6)	58 (2)	76 (5)	214 (9)	15 (6)	50 (8)	16 (11)
O(6)	5099 (2)	-956 (3)	3288 (4)	72 (2)	86 (3)	286 (7)	19 (4)	17 (6)	57 (8)
C(7)	4383 (3)	219 (4)	1544 (6)	51 (2)	71 (4)	187 (9)	12 (5)	35 (7)	-13 (10)
C(8)	4343 (3)	1210 (4)	701 (5)	48 (2)	65 (4)	181 (8)	-4 (5)	20 (7)	-8 (10)
C(9)	3706 (3)	1453 (4)	-302 (5)	51 (2)	59 (4)	174 (8)	-10 (5)	37 (7)	-17 (10)
C(10)	3074 (3)	692 (4)	-483 (5)	53 (2)	66 (4)	169 (8)	5 (5)	33 (7)	-29 (10)
C(11)	3129 (3)	-297 (4)	364 (6)	68 (3)	67 (5)	221 (10)	-23 (6)	42 (8)	6 (11)
C(12)	3773 (3)	-535 (4)	1347 (6)	59 (3)	81 (5)	214 (9)	-6 (6)	20 (8)	4 (11)
C(13)	3668 (3)	2500 (4)	-1229 (6)	56 (2)	75 (5)	201 (9)	-16 (6)	-6 (8)	15 (11)
C(14)	2865 (3)	2978 (4)	-1522 (6)	57 (3)	79 (5)	224 (10)	-10 (6)	-18 (8)	12 (11)
C(15)	2304 (3)	2044 (4)	-2134 (5)	51 (2)	98 (5)	175 (8)	-19 (6)	-2 (7)	-9 (11)
C(16)	2404 (3)	939 (4)	-1582 (5)	59 (3)	78 (5)	183 (8)	-6 (6)	40 (8)	-23 (11)
C(17)	1864 (3)	132 (5)	-2121 (6)	62 (3)	95 (5)	255 (11)	-42 (6)	-16 (9)	-53 (12)
C(18)	1268 (3)	383 (5)	-3156 (7)	72 (3)	103 (6)	261 (11)	-31 (7)	-12 (10)	-84 (13)
C(19)	1168 (3)	1459 (5)	-3747 (6)	59 (3)	130 (6)	216 (10)	-6 (7)	-30 (8)	-67 (13)
C(20)	1695 (3)	2290 (5)	-3198 (6)	63 (3)	116 (6)	209 (9)	-16 (7)	-12 (8)	-8 (13)
C(21)	489 (4)	1692 (6)	-4911 (8)	92 (4)	163 (8)	316 (14)	6 (10)	-85 (12)	-79 (17)
C(22)	180 (4)	2827 (7)	-5028 (8)	106 (4)	196 (9)	256 (12)	84 (11)	-103 (12)	-42 (17)
C(23)	-568 (4)	2971 (6)	-6057 (8)	95 (4)	152 (8)	294 (13)	17 (9)	-58 (12)	-25 (17)
C(24)	-786 (5)	4169 (7)	-6288 (9)	95 (4)	211 (10)	386 (17)	11 (11)	-103 (14)	-38 (22)

Tableau 2 (suite)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B_i</i>
H(31)	7340	910	6690	10
H(41)	7890	1990	5960	11
H(51)	7900	580	5270	11
H(32)	6550	2190	4950	9,5
H(42)	7090	1760	3550	8,5
H(33)	6640	-200	3790	7,6
H(43)	6080	260	5150	6,8
H(34)	5410	1620	3330	9,4
H(44)	5920	1020	1980	8,6
H(38)	4820	1790	840	6,4
H(61)	2660	-880	240	8,6
H(62)	3800	-1310	1960	8,3
H(53)	4050	3140	-670	7,1
H(63)	3860	2290	-2270	8,1
H(54)	2690	3300	-510	8,8
H(64)	2850	3670	-2310	8,5
H(47)	1920	-710	-1700	8,5
H(48)	860	-270	-3530	9,1
H(50)	1620	3140	-3610	8,2
H(71)	770	1530	-5880	12
H(81)	140	960	-4710	12
H(72)	80	3100	-3940	11
H(82)	610	3380	-5410	12
H(73)	-500	2590	-7110	12
H(83)	-1030	2530	-5590	12
H(74)	-1270	4260	-7160	14
H(84)	-320	4640	-6680	13
H(94)	-920	4540	-5270	13

bonne. Les sections de Fourier effectuées à partir des phases correspondantes permettent de mettre en évidence les atomes appartenant aux chaînes latérales.

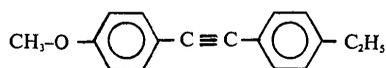
L'affinement de la structure a été effectué en utilisant le programme d'abord avec les coefficients d'agitation thermique B_i puis anisotrope B_{ij} : l'indice R est alors de 0,123. Tous les atomes d'hydrogène ont alors été introduits en position théorique;* l'affinement des coordonnées x, y, z et B_{ij} pour les atomes C et O et du seul facteur B_i pour les atomes H a alors été poursuivi. L'indice de reliabilité final est $R=0,060$;† les paramètres atomiques sont rassemblés dans le Tableau 2; les projections de la structure suivant les axes Oy et Ox sont représentées sur la Fig. 2.‡

* Les distances C-H ont été prises égales à 1,05 Å pour les carbonnes sp^2 et 1,09 Å pour les carbonnes sp^3 , les angles C-C-H étant pris égaux à 120 et 109° respectivement, conformément aux résultats de la diffraction neutronique.

† La liste des facteurs de structure a été déposée au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 31870: 8 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.

‡ Par souci de clarté les atomes d'hydrogène n'ont pas été représentés sur ces projections (voir Fig. 3 pour leur numérotation).

observé ce phénomène pour d'autres molécules mésomorphes; notamment pour le tolane suivant:



dont la structure n'a pu encore être complètement résolue (Cotrait, 1975). L'orientation des molécules est probablement correcte à 180° près et en bon accord avec la fonction de Patterson. Dans le cas présent la structure a pu être résolue de la manière suivante: Tout d'abord, la géométrie du noyau '9,10-dihydro-phénanthrène' ou DHP a été régularisée puis ce dernier translaté dans la maille.

Nous avons écrit pour cela un programme de translation calculant le facteur R' en chaque point d'un réseau dont les limites vont de 0 à $\frac{1}{2}$ suivant les trois axes et avec des pas de 0,5 Å, pour un petit nombre de réflexions convenablement choisies. Le programme rejette les positions entraînant des distances trop courtes entre molécules équivalentes: 3,5 Å dans le premier essai. Par suite de l'ambiguïté d'orientation du cycle DHP nous avons fait le calcul pour les deux orientations possibles de ce cycle (voir Fig. 1).

Pour chacune d'elle la fonction $R'(x, y, z)$ présente un minimum global et correspond sensiblement à la même translation avec une valeur R' respectivement égale à 0,47 et 0,42, ainsi qu'un certain nombre de minimums locaux compris entre 0,55 et 0,60. Un affinement sur l'ensemble des réflexions permet de vérifier que la position du cycle DHP correspondant à $R=0,42$ est la

Tableau 3. Longueurs de liaisons (Å) et écarts types ($\times 10^3$), et angles de valence (°) et écarts types ($\times 10^2$)

C(1)-C(2)	1,509 (9)	C(1)-C(2)-C(3)	114,54 (4)
C(2)-C(3)	1,516 (8)	C(2)-C(3)-C(4)	111,02 (4)
C(3)-C(4)	1,522 (8)	C(3)-C(4)-C(5)	114,51 (4)
C(4)-C(5)	1,512 (7)	C(4)-C(5)-C(6)	121,11 (4)
C(5)-O(6)	1,231 (6)	C(4)-C(5)-C(7)	118,73 (4)
C(5)-C(7)	1,485 (8)	O(6)-C(5)-C(7)	120,14 (4)
C(7)-C(8)	1,403 (7)	C(5)-C(7)-C(8)	121,98 (4)
C(8)-C(9)	1,383 (7)	C(5)-C(7)-C(12)	119,14 (4)
C(9)-C(10)	1,420 (7)	C(8)-C(7)-C(12)	118,86 (4)
C(10)-C(11)	1,402 (7)	C(7)-C(8)-C(9)	121,45 (4)
C(11)-C(12)	1,381 (8)	C(8)-C(9)-C(10)	119,71 (4)
C(7)-C(12)	1,387 (7)	C(8)-C(9)-C(13)	121,57 (4)
C(9)-C(13)	1,500 (7)	C(10)-C(9)-C(13)	118,70 (4)
C(13)-C(14)	1,509 (7)	C(9)-C(10)-C(11)	117,86 (4)
C(14)-C(15)	1,536 (7)	C(9)-C(10)-C(16)	119,60 (4)
C(16)-C(10)	1,475 (7)	C(11)-C(10)-C(16)	122,48 (4)
C(15)-C(16)	1,404 (8)	C(10)-C(11)-C(12)	121,77 (4)
C(15)-C(20)	1,382 (8)	C(11)-C(12)-C(7)	120,30 (4)
C(20)-C(19)	1,398 (8)	C(9)-C(13)-C(14)	112,40 (4)
C(19)-C(18)	1,386 (8)	C(13)-C(14)-C(15)	109,50 (4)
C(18)-C(17)	1,352 (8)	C(14)-C(15)-C(20)	120,40 (4)
C(17)-C(16)	1,389 (8)	C(14)-C(15)-C(16)	119,48 (4)
C(19)-C(21)	1,519 (9)	C(16)-C(15)-C(20)	120,09 (4)
C(21)-C(22)	1,446 (11)	C(15)-C(16)-C(10)	118,88 (4)
C(22)-C(23)	1,524 (10)	C(15)-C(16)-C(17)	117,56 (4)
C(23)-C(24)	1,476 (11)	C(10)-C(16)-C(17)	123,55 (4)
		C(15)-C(20)-C(19)	121,34 (4)
		C(15)-C(16)-C(17)	117,56 (4)
		C(20)-C(19)-C(18)	117,39 (4)
		C(20)-C(19)-C(21)	123,17 (4)
		C(18)-C(19)-C(21)	119,40 (5)
		C(19)-C(18)-C(17)	121,66 (5)
		C(18)-C(17)-C(16)	121,90 (5)
		C(19)-C(21)-C(22)	118,17 (5)
		C(21)-C(22)-C(23)	115,72 (5)
		C(22)-C(23)-C(24)	112,57 (5)

Description de la molécule

(a) Distances et angles

Les longueurs de liaisons et angles de valence sont rassemblés avec leurs écarts types dans le Tableau 3. Ils sont en bon accord avec ceux observés à l'état

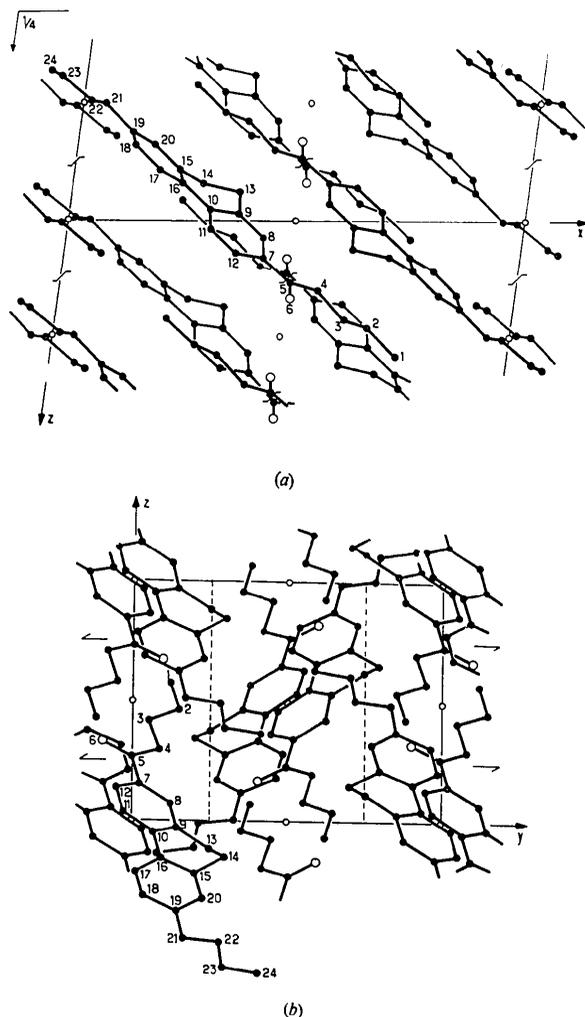


Fig. 2. (a) Projection de la structure suivant l'axe Oy . (b) Projection de la structure suivant l'axe Ox .

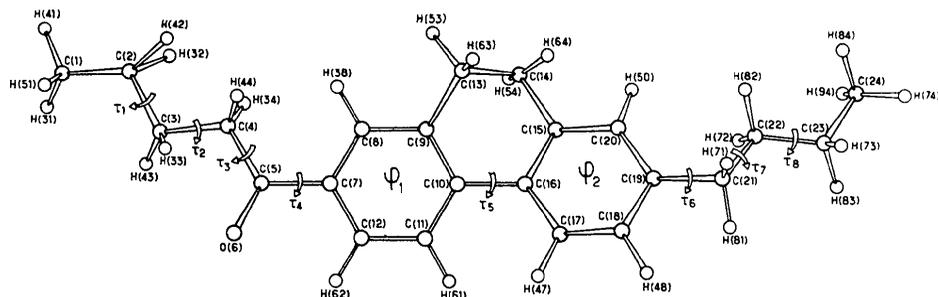


Fig. 3. Projection de la molécule sur le plan moyen du cycle φ_1 .

solide pour des molécules du même type notamment le composé nématogène: (méthoxybenzylidène-4')-4 α -méthyl cinnamate de propyle (Cotrait, Sy & Ptak, 1975).

(b) Plans moyens

Les deux cycles benzéniques φ_1 et φ_2 du noyau DHP sont parfaitement plans mais ne sont évidemment pas coplanaires par suite de la distorsion de la liaison C(10)-C(16): l'atome C(16) s'écarte de 0,05 Å du plan moyen du cycle φ_1 et réciproquement pour l'atome C(10) par rapport au cycle φ_2 . Le groupe d'atomes C(4)-C(5)-C(7) est également plan.

O(6)

(c) Conformation

La projection de la molécule sur le plan moyen du cycle φ_1 est représentée sur la Fig. 3. La conformation est définie par les angles de torsion τ_1 à τ_8 . La chaîne C_4H_9CO adopte une configuration étendue ttt avec $\tau_1 = -178,3$; $\tau_8 = -174,0$; $\tau_3 = +178,1^\circ$ analogue à celles des deux molécules indépendantes *A* et *B* du dérivé smectogène DHP1. On observe toutefois une rotation globale de pratiquement 180° de cette chaîne autour de la liaison C(5)-C(7) entre les deux composés: $\tau_4 = -173,2^\circ$ présentement. La conformation du noyau DHP est sensiblement la même dans les deux cas: $\tau_5 = -16,5^\circ$ ici au lieu de -14 et -18° pour DHP1. La chaîne butyle adopte une configuration approximativement ttt avec $\tau_7 = -171,5$ et $\tau_8 = -171,7$ mais toutefois $\tau_6 = 152,9^\circ$. Il en résulte notamment que, bien qu'ayant le même nombre de chaînons, la molécule est plus courte dans le cas présent: 21,0 au lieu de 21,7 Å pour la molécule *A* de DHP1 (voir Fig. 4).

Arrangement moléculaire

Les molécules sont allongées suivant une direction oblique par rapport aux axes Ox et Oy pratiquement dans le plan xOz , l'axe d'allongement faisant un angle de 10° seulement avec ce plan (voir Fig. 2a). Les interactions dans la direction Oy sont du type chaîne-chaîne pour les molécules se déduisant l'une de l'autre par les axes 2_1 situés en $x = \frac{1}{2}$, et de type chaîne-chaîne pour

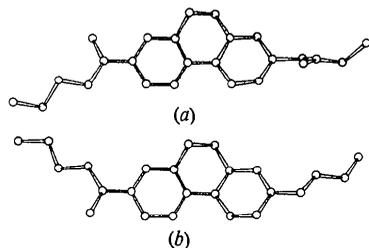


Fig. 4. Conformations. (a) Molécule *A* de DHP1. (b) Molécule étudiée dans cet article.

les molécules reliées par les centres $\bar{1}$ appartenant à yOz . Elles forment ainsi un arrangement bidimensionnel parallèlement à Oy et correspondant au plan $(\bar{3}02)$; ceci est en accord avec l'intensité de la réflexion $\bar{3}02$, qui est de loin la plus forte de toutes les réflexions observées. La distance moyenne entre ces plans est de l'ordre de 3,8 Å. La périodicité le long de l'axe d'allongement des molécules est voisin de 20,2 Å. Rappelons que pour le cristal de DHP2 les molécules *A* et *B* sont approximativement allongées suivant le plus grand axe c ($c = 20,594$ Å).

La cohésion cristalline résulte en partie d'un grand nombre d'interactions faibles dues aux forces de dispersion. Dans le Tableau 4 toutes les distances intermoléculaires inférieures à la somme des rayons de van der Waals sont représentées.

Tableau 4. Distances intermoléculaires les plus courtes (Å)

Liaison	Distance	Homologue
O(6, i) \cdots H(53, iii + a)	2,70	
O(6, i) \cdots H(63, ii + a)	2,67	(iii): $\bar{x}, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$
C(18, i) \cdots H(51, ii + a)	2,82	(ii): $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$
C(16, i) \cdots H(33, ii + a)	2,93	
C(8, i) \cdots H(63, iv)	2,79	
H(48, i) \cdots H(81, ii - a - c)	2,37	(iv): $x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$
H(81, i) \cdots H(81, ii - a - c)	2,37	
H(72, i) \cdots H(73, iv)	2,23	

Rayons de van der Waals: $r_H = 1,17$, $r_O = 1,51$ et $r_C = 1,80$ Å (Kitaigorodsky, 1973).

Les dipôles des groupements carbonyle semblent cependant jouer un rôle important dans la cohésion cristalline en assurant la liaison entre les arrangements bidimensionnels décrits précédemment; en effet la distance entre les dipôles C=O antiparallèles est de 3,85 Å seulement pour les molécules se déduisant des centres de symétrie $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$ (voir Fig. 2b).

Conclusion

La structure cristalline du butyl-2 (oxo-1 pentyl)-7 dihydro-9,10 phénanthrène, composé présentant des phases nématique et smectique monotropes, présente les caractéristiques suivantes:

Association bidimensionnelle de molécules résultant d'interactions de faible énergie (forces de dispersion) du type cycle-chaîne et chaîne-chaîne et absence d'interactions fortes de recouvrement cycle-cycle:

Association assez forte entre couches résultant des forces d'attraction entre dipôles antiparallèles de groupes carbonyles voisins, assez analogues à celles présentées par son homologue smectogène butyl-2 (oxo-2 butyl)-7 dihydro-9,10 phénanthrène.

Nous tenons à remercier, ici, les Professeurs J. Bilard et J. Jacques du Collège de France grâce à qui nous avons pu disposer du composé dont la structure vient d'être présentée ici, ainsi que M le Professeur Gasparoux et M. C. Destrade avec qui nous avons eu de fructueuses discussions concernant ce travail.

Références

- COTRAIT, M. (1975). Résultats non publiés.
 COTRAIT, M., DESTRADE, C. & GASPAROUX, H. (1975). *Acta Cryst.* B31, 2704-2706.
 COTRAIT, M., SY, D. & PTAK, M. (1975). *Acta Cryst.* B31, 1869-1874.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* A27, 368-376.
 KITAIGORODSKY, A. I. (1973). *Molecular Crystals and Molecules*, pp. 11-19. New York: Academic Press.