

Table 2. Bond angles (°) with e.s.d.'s

C(2)—C(1)—C(6)	108.0 (3)	C(4)—C(8)—C(11)	115.1 (3)
C(2)—C(1)—C(7)	107.7 (3)	C(7)—C(8)—C(11)	112.7 (3)
C(6)—C(1)—C(7)	109.0 (3)	C(2)—C(9)—O(1)	111.2 (3)
C(1)—C(2)—C(3)	108.7 (3)	C(2)—C(9)—O(2)	126.7 (3)
C(1)—C(2)—C(9)	111.8 (3)	O(1)—C(9)—O(2)	122.1 (3)
C(3)—C(2)—C(9)	111.4 (2)	C(3)—C(10)—O(3)	110.2 (3)
C(4)—C(3)—C(2)	109.0 (3)	C(3)—C(10)—O(4)	127.2 (3)
C(4)—C(3)—C(10)	114.2 (3)	O(3)—C(10)—O(4)	122.6 (3)
C(2)—C(3)—C(10)	113.4 (3)	C(8)—C(11)—O(5)	110.5 (3)
C(3)—C(4)—C(5)	105.9 (3)	C(8)—C(11)—O(6)	126.9 (4)
C(3)—C(4)—C(8)	111.4 (3)	O(5)—C(11)—O(6)	122.6 (4)
C(5)—C(4)—C(8)	107.4 (3)	C(7)—C(12)—O(7)	109.9 (3)
C(4)—C(5)—C(6)	114.3 (3)	C(7)—C(12)—O(8)	126.8 (3)
C(1)—C(6)—C(5)	113.6 (3)	O(7)—C(12)—O(8)	123.3 (3)
C(1)—C(7)—C(8)	109.1 (2)	C(9)—O(1)—C(13)	118.7 (3)
C(1)—C(7)—C(12)	110.7 (2)	C(10)—O(3)—C(14)	117.8 (3)
C(8)—C(7)—C(12)	111.7 (2)	C(11)—O(5)—C(15)	117.0 (3)
C(4)—C(8)—C(7)	109.0 (2)	C(12)—O(7)—C(16)	117.3 (3)

two *endo* substituents, thus increasing the C(10)···C(11) distance by about 0.6 Å. This effect is coupled with a slight twisting of the bicyclic system from the totally eclipsed conformation around the C(1)—C(4) axis, as described in Table 3. The torsion angles at C(2)—C(3), C(5)—C(6) and C(7)—C(8) are significantly non-zero. In addition, the three cross-ring torsion angles at C(1)···C(4) are evidence for the angular amplitude τ of twisting. A twisting effect has already been observed in a substituted bicyclo[2.2.2]octene (Dykes & Davis, 1977), but in the present case it is perturbed by the contemporary distortion of bond angles at C(4); the net result is a value of τ_3 opposite to those of τ_1 and τ_2 .

Least-squares planes through the region of the molecule which is of particular interest together with interplanar angles are also reported in Table 3. No significant intermolecular contacts are observed in the crystal packing.

Table 3. Conformation of the bicyclo[2.2.2]octene skeleton

(a) Some selected torsion angles

Bond torsion angles (°)	
C(1)—C(2)—C(3)—C(4)	7.1 (3)
C(1)—C(6)—C(5)—C(4)	3.0 (5)
C(1)—C(7)—C(8)—C(4)	-1.0 (3)
O(3)—C(10)—C(3)—C(2)	170.8 (3)
O(5)—C(11)—C(8)—C(7)	174.4 (3)
O(1)—C(9)—C(2)—C(3)	-173.1 (3)
O(7)—C(12)—C(7)—C(8)	-171.1 (3)

Cross-ring torsion angles (°)

$\tau_1 = \text{C}(2)-\text{C}(1)\cdots\text{C}(4)-\text{C}(3)$	4.3 (3)
$\tau_2 = \text{C}(6)-\text{C}(1)\cdots\text{C}(4)-\text{C}(5)$	1.5 (4)
$\tau_3 = \text{C}(7)-\text{C}(1)\cdots\text{C}(4)-\text{C}(8)$	-0.6 (3)

(b) Least-squares planes

Plane	Atoms in plane	Root-mean-square displacement (Å)
I	C(1), C(2), C(3), C(4)	0.033
II	C(1), C(5), C(6), C(4)	0.011
III	C(1), C(7), C(8), C(4)	0.004
Planes	Dihedral angle (°)	
I-II	120.0 (1)	
I-III	118.8 (2)	
II-III	121.1 (2)	

References

- ALBINATI, A., BRÜCKNER, S. & ALLEGRA, G. (1977). *Acta Cryst.* **33**, 229–231.
- BRÜCKNER, S., ALLEGRA, G., ALBINATI, A. & FARINA, M. (1980). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 523–529.
- CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
- DESTRO, R., FILIPPINI, G., GRAMACCIOLI, C. M. & SIMONETTA, M. (1969). *Tetrahedron Lett.* **29**, 2493–2496.
- DESTRO, R., FILIPPINI, G., GRAMACCIOLI, C. M. & SIMONETTA, M. (1971). *Acta Cryst.* **B27**, 2023–2028.
- DYKES, S. G. & DAVIS, R. E. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 3243–3245.
- GRASSI, M., DI SILVESTRO, G. & FARINA, M. (1981). *Gazz. Chim. Ital.* **111**, 341–345.
- MAIN, P., LESSINGER, L., WOOLFSON, M. M., GERMAIN, G. & DECLERQ, J. P. (1977). *MULTAN77. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- YOKOZUKI, A. & KUCHITSU, K. (1971). *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **44**, 1783–1788.

Acta Cryst. (1983). **C39**, 594–597

Détermination Structurale à 163 K du Monomère Bis[*p*-chlorophényl]carbamate] de Hexadiyne-2,4 Diyl-1,6, C₂₀H₁₄Cl₂N₂O₄

PAR C. BROUTY, P. SPINAT ET A. WHULER

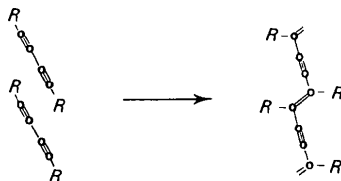
Laboratoire de Minéralogie—Cristallographie, associé au CNRS, Université Pierre et Marie Curie, Tour 16, 4 place Jussieu, 75230 Paris CEDEX 05, France

(Reçu le 16 septembre 1982, accepté le 4 janvier 1983)

Abstract. $M_r = 417.2$, triclinic, $P\bar{1}$, $a = 12.225$ (3), $b = 8.144$ (4), $c = 4.789$ (3) Å, $\alpha = 100.3$ (3), $\beta = 84.0$ (3), $\gamma = 96.5$ (1)°, $V = 464$ Å³, $Z = 1$, $D_x = 1.507$ Mg m⁻³, $F(000) = 214$, $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 1.54178$ Å, $\mu = 3.45$ mm⁻¹, $T = 163$ K, $R = 0.06$ for 1167 *hkl* with $F_o \geq 0.008F_{o(\text{max})}$. The monomer crystal presents

moderate polymerizability. All the molecules are parallel and lie in (110), defining the polymerization plane. Structural criteria for polymerization are discussed.

Introduction. Les composés diacétyléniques ont la propriété de se polymériser à l'état cristallin, soit thermiquement, soit sous irradiation (γ , UV, X), selon un processus de 1-4 *trans-trans* addition.



Des problèmes stériques, liés à la nature du radical R , rendent parfois le mécanisme de polymérisation impossible: c'est le cas, par exemple, des composés de la série triphénylmétal [$R = \text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$] (Brouty, Spinat & Whuler, 1980). Par contre les séries des dérivés phénylesulfonates [$R = \text{CH}_2\text{OSO}_2(\text{C}_6\text{H}_4)\text{Y}$] ou encore des uréthanes [$R = (\text{CH}_2)_n\text{OCONHY}$] sont particulièrement sensibles au phénomène de polymérisation, l'arrangement structural des molécules monomères étant déterminant pour l'activité des monocristaux (Baughman, 1974; Wegner, 1977). Les monomères sont incolores, mais la formation de quelques % de polymères suffit à communiquer au cristal une coloration, sous l'effet de la délocalisation des électrons le long des chaînes polymérisées; c'est pourquoi un monomère actif présente toujours une certaine coloration.

Les composés de la série uréthane se caractérisent par une très grande variété de couleurs, suivant la nature de leur radical R (Patel & Miller, 1981): $R = (\text{CH}_2)_n\text{OCONHCH}_2\text{OCO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$, $n = 1$ incolore, $n = 2$ saumon, $n = 3,4$ bleu; $R = \text{CH}_2\text{OCONH}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ violet, $R = (\text{CH}_2)_4\text{OCONH}(\text{C}_6\text{H}_4)\text{Br}$ rouge brique *etc.* Par ailleurs, un même monomère peut présenter, plusieurs phases de couleurs et d'activités différentes: c'est le cas, par exemple, du bis(*m*-tolyl)carbamate] de hexadiyne-2,4 diyl-1,6 (HD_mTU) qui cristallise sous deux formes, l'une orange modérément active, l'autre bleue très active (Patel, Duesler, Curtin & Paul, 1980), ou encore du bis(phénylcarbamate) de décadiyne-4,6 diyl-1,10 (DDPU) (formes rouge et bleue). Selon Patel, cette diversité de couleurs, spécifique aux uréthanes, serait corrélée à la planéité et à l'état de contraintes des molécules polymères formées au sein du cristal monomère. En fait, seule la connaissance d'un grand nombre de structures des composés uréthanes, monomères et polymères, pourra permettre de confirmer cette hypothèse. C'est pourquoi, nous avons entrepris la détermination structurale du bis(*p*-chlorophényl)-

carbamate] de hexadiyne-2,4 diyl-1,6 (HD_pCPU), monomère modérément actif. Au cours de cette étude, nous comparerons les caractéristiques conformationnelles des molécules de HD_pCPU et HD_mTU , et discuterons les critères établis par Baughman reliant l'activité d'un monomère à ses caractéristiques structurales.

Partie expérimentale. Cristaux préparés par G. N. Patel,* recristallisation dans un mélange THF- CHCl_3 , cristaux monomères incolores marbrés de rose (effet de la polymérisabilité), aucune inclusion de solvant, aiguille $0,7 \times 0,2 \times 0,15$ mm, étude à 163 K, température effective du cristal nécessaire pour bloquer la polymérisation sous irradiation X (car à 293 K, sous 20mA-45kV, diminution globale des intensités diffractées de l'ordre de 40% en moins de 24h); diffractomètre Philips PW 1100, refroidissement par jet d'azote gazeux, monochromateur graphite, méthode 'flying step-scan', 1450 réflexions indépendantes dont 1240 non nulles ($F_o >$ fond continu), $2 \leq \theta \leq 60^\circ$, aucune baisse d'intensités diffractées au cours des 50h d'enregistrement (stabilité contrôlée par retour à trois réflexions de référence toutes les heures); corrections de Lorentz-polarisation et d'absorption, valeurs du coefficient de transmission $0,39 \leq \tau \leq 0,65$ [programme *AGNOSTC* (Rigout, 1978; Blessing, Coppens & Becker, 1972)]; paramètres cristallins affinés par moindres-carrés [programme *LCR-2* (Williams, 1964)] à partir de la position des raies d'un cliché de Seeman-Bohlin $\lambda(\text{FeK}\alpha)$, monochromateur quartz, étalon interne de silicium); méthode de l'atome lourd, affinement en matrice complète basé sur F sans pondération [programme *AFFINE*, dérivé de *ORFLS* (Busing, Martin & Levy, 1962)], facteurs de diffusion atomiques (Cromer & Mann, 1968), $f'_{\text{Cl}} = 0,3$, $f''_{\text{Cl}} = 0,7$ (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962), H affinés après positionnement sur section de Fourier-différence, coefficients d'agitation thermique anisotrope pour tous les atomes sauf H, agitation thermique moyenne de la molécule (3 \AA^2) venant confirmer la quasi-absence de polymérisation à 163 K, au dernier affinement résidu de densité électronique $\frac{1}{3} \text{ e \AA}^{-3}$ en Fourier-différence.†

Discussion. Dans le cristal, la molécule est rigoureusement centrosymétrique, comme l'impose le groupe spatial $P\bar{1}$. Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1. Les caractéristiques de liaisons de la

* Allied Chemical Corporation, PO Box 6, Solvay, New York 13209, USA.

† Les listes de facteurs de structure, des coefficients d'agitation thermique anisotrope et des coordonnées des atomes H, sont déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 38315: 9 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

chaîne diyne (Tableau 2) sont en bon accord avec celles des molécules de monomères diacétyléniques déjà publiées, que les composés soient polymérisables tels que le HD_mTU (Patel, Duesler, Curtin & Paul, 1980) ou inactifs (Williams, Ando, Bloor & Hursthouse, 1979; Mayerle & Clarke, 1978; Fisher, Ando, Bloor & Hursthouse, 1979; Williams, Ando, Bloor, Hursthouse & Motevalli, 1980; Morosin & Harrah, 1977; Brouty, Spinat & Whuler, 1980). Les longueurs de liaisons du cycle benzénique ne sont plus toutes équivalentes, contrairement au HD_mTU, par effet mésomère dû à l'atome de chlore. La molécule de HD_pCPU (Fig. 1) présente une conformation beaucoup plus développée que la molécule homologue de HD_mTU: l'angle entre le plan amide O(2)–C(1)–O(1) et le plan diacétylénique C(1)–C(2)–C(3)–O(1) n'est que de 15°, alors qu'il vaut 110° dans HD_mTU. Dans ces conditions, l'encombrement total de la molécule monomère de HD_pCPU est de 26 Å. Les autres caractéristiques conformationnelles se traduisent par un angle de 18° entre les plans chlorophényle et diacétylène et de 31° entre les plans chlorophényle et amide. Contrairement au HD_mTU, les chaînes diacétyléniques sont toutes parallèles entre elles (Fig. 2) et contenues dans le plan (110) [écarts au plan <0,1 Å pour C(1), C(2) et C(3)]; elles forment un angle $\gamma_1 = 58,5^\circ$ avec l'axe *c*. Néanmoins, l'ensemble de la molécule n'est pas contenue dans ce plan, les atomes O(1), N et Cl s'écartant de ce dernier respectivement de 0,8, 1,7 et 3,2 Å [angle entre le plan moyen de la molécule et le plan (110) égal à 35°]. Comme dans le HD_mTU, la cohésion intermoléculaire (Fig. 2) est assurée par une liaison hydrogène forte N–H...O entre les groupements amides des molécules voisines [N...O 2,895 (5), H...O 1,82 (6) Å, \angle N–H...O 163 (14)°]. L'environnement d'une chaîne diacétylénique est constitué par les atomes des diacétylènes voisins situés dans le même plan (110) ($4,10 < d < 4,79$ Å) (Fig. 2) et par les atomes des chlorophényles appartenant aux molécules des plans (110) consécutifs ($3,8 < d < 4,2$ Å).

Tableau 1. Positions atomiques ($\times 10^4$) et facteurs d'agitation thermique

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \beta_i / a_i^{*2}$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> _{eq} (Å ²)
C(1)	4603 (4)	5366 (7)	979 (13)	3,0 (0,3)
C(2)	3910 (5)	6005 (7)	2621 (13)	3,1 (0,3)
C(3)	3082 (4)	6780 (8)	4636 (13)	2,9 (0,3)
O(1)	2083 (3)	6673 (5)	3171 (8)	2,8 (0,2)
C(4)	1179 (4)	7046 (7)	4849 (13)	2,6 (0,2)
O(2)	1130 (3)	7339 (5)	7470 (8)	3,0 (0,2)
N	311 (4)	7028 (6)	3265 (10)	2,5 (0,2)
C(P1)	-733 (4)	7523 (7)	4303 (12)	2,6 (0,2)
C(P2)	-1647 (5)	6860 (7)	2808 (13)	2,9 (0,3)
C(P3)	-2669 (5)	7361 (8)	3675 (14)	3,5 (0,3)
C(P4)	-2833 (5)	8508 (7)	6171 (13)	3,1 (0,3)
C(P5)	-1925 (5)	9203 (8)	7668 (13)	3,2 (0,3)
C(P6)	-901 (4)	8712 (7)	6802 (12)	2,8 (0,3)
Cl	-4133 (1)	9097 (2)	7373 (4)	4,0 (0,1)

Tableau 2. Longueurs (Å) et angles (°) de liaisons

C(1)–C'(1)	1,385 (7)	C(P1)–C(P6)	1,412 (6)
C(1)–C(2)	1,192 (7)	C(P1)–C(P2)	1,394 (7)
C(2)–C(3)	1,442 (7)	C(P2)–C(P3)	1,359 (7)
C(3)–O(1)	1,458 (6)	C(P3)–C(P4)	1,391 (7)
O(1)–C(4)	1,327 (5)	C(P4)–C(P5)	1,394 (7)
O(2)–C(4)	1,232 (5)	C(P5)–C(P6)	1,358 (7)
C(4)–N	1,365 (6)	C(P4)–Cl	1,724 (5)
N–C(P1)	1,396 (6)		

Longueurs C–H, N–H: 0,91 (6)–1,11 (6)

C(2)–C(1)–C'(1)	179 (2)	C(P2)–C(P1)–C(P6)	118 (1)
C(3)–C(2)–C(1)	179 (2)	C(P6)–C(P1)–N	122 (1)
O(1)–C(3)–C(2)	107 (1)	C(P3)–C(P2)–C(P1)	121 (1)
C(4)–O(1)–C(3)	115 (1)	C(P4)–C(P3)–C(P2)	120 (1)
O(2)–C(4)–O(1)	124 (1)	C(P5)–C(P4)–C(P3)	119 (1)
N–C(4)–O(1)	110 (1)	Cl–C(P4)–C(P3)	121 (1)
N–C(4)–O(2)	125 (1)	Cl–C(P4)–C(P5)	120 (1)
CP(1)–N–C(4)	126 (1)	C(P4)–C(P5)–C(P6)	121 (1)
C(P2)–C(P1)–N	120 (1)	C(P5)–C(P6)–C(P1)	120 (1)

Angles H–C–C, H–C–O, H–N–C, H–C–H: 106 (7)–115 (7)

Angles H–C(P)–C(P), H–N–C(P): 113 (7)–126 (7)

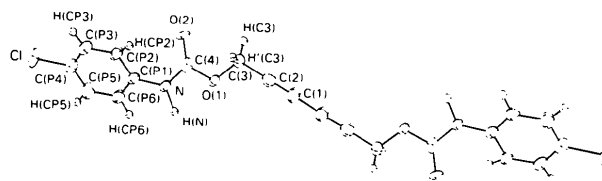


Fig. 1. Représentation de la molécule de HD_pCPU.

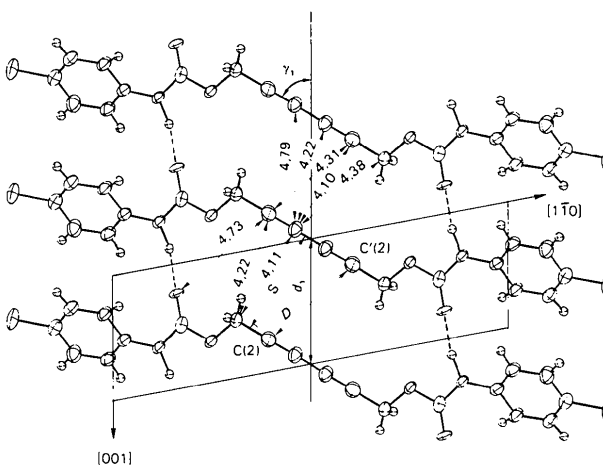


Fig. 2. Plan de polymérisation (110) de HD_pCPU (les atomes autres que les diacétylènes sont projetés sur ce plan). (Distances en Å.)

Critères de polymérisabilité. Baughman (1974) a proposé des critères permettant de justifier et prévoir l'activité d'un monomère à l'état cristallin dans les cas structuraux simples où les chaînes diacétyléniques, toutes parallèles entre elles, définissent un plan dans lequel la polymérisation est susceptible de se produire. Ces critères dépendent des caractéristiques d'empilement (d_1 , D et γ_1) des molécules monomères dans le plan de polymérisation: d_1 représente (Fig. 2) la distance entre les centres des molécules voisines, D la distance entre les atomes C(2) et C'(2) se reliant au cours de la polymérisation, et γ_1 l'angle entre la direction des chaînes diacétyléniques et leur vecteur translatore. Par ailleurs, il est possible de calculer les caractéristiques homologues d_2 et γ_2 du polymère susceptible de se former. Pour rendre compte des déplacements que subissent les atomes de carbone diacétyléniques au cours de la polymérisation, Baughman calcule à partir de d_1 , γ_1 , d_2 , γ_2 les valeurs prises par deux fonctions r.m.s.d. (1) et r.m.s.d. (2). A partir d'un échantillonnage de cinq structures monomères présentant divers degrés d'activité, il en déduit les valeurs limites de D , r.m.s.d. (1) et r.m.s.d. (2) au-delà desquelles la polymérisation à l'état cristallin serait impossible. Si nous comparons les résultats obtenus ici pour le HD_pCPU aux critères établis par Baughman (Tableau 3), il s'avère que ce composé devrait être quasiment inactif [critères r.m.s.d. (1), r.m.s.d. (2)], voir même totalement inactif (critère D). Or l'évolution du HD_pCPU sous irradiation X à température ambiante montre qu'il se polymérise notablement, et pour rendre compte d'une telle activité, les valeurs attendues par Baughman devraient être $d_1' \sim 5,3$ Å et $\gamma_1' \sim 50^\circ$ [en respectant la caractéristique géométrique d'empilement $S = d_1 \sin \gamma_1 = d_1' \sin \gamma_1'$ imposée par l'encombrement stérique de la molécule (Fig. 2)]. On peut donc se demander si la structure à température ambiante ne présente pas des valeurs d_1 et γ_1 sensiblement différentes de celles discutées ici et établies à 163 K, température à laquelle il n'y a plus polymérisation. Pour répondre à cette question, nous avons réalisé, sur le même monocristal, des études structurales complémentaires à 213 et 293 K. Par élévation de la température sous rayonnement, nous observons l'apparition progressive de molécules polymères; cela se traduit par l'existence, sur les sections de série-différence, de pics résiduels correspondant à la molécule polymère coexistant sous forme de solution-solide avec la molécule monomère. Mais dans tous les cas, nous constatons que la polymérisation partielle n'affecte pas les caractéristiques d'empilement du monomère qui conserve toujours, quelle que soit la température, des valeurs $D \sim 4,3$ Å, $d_1 \sim 4,8$ Å, $\gamma_1 \sim 58^\circ$. La baisse en température n'a donc bien pour effet que de freiner la cinétique de polymérisation, sans modifier les données géométriques du monomère.

Tableau 3. Critères de polymérisabilité

	Critères de Baughman		HD _p CPU $d_1 = 4,79$ Å $\gamma_1 = 58,5^\circ$
	Activité forte	Activité nulle	
D (Å)	< 3,54	> 4,02	4,31
r.m.s.d. (1) (Å)	< 0,72	> 1,08	1,10
r.m.s.d. (2) (Å)	< 1,26	> 1,80	1,83

Dans ces conditions, il semble que l'activité d'un monomère ne soit pas uniquement conditionnée par des critères géométriques, mais que la nature et la conformation du radical R interviennent également dans ce phénomène. Par ailleurs, l'étude actuellement en cours de la solution-solide polymère-monomère de HD_pCPU devrait nous permettre de déterminer l'état de planéité du polymère et de discuter ainsi les hypothèses de Patel.

Nous remercions très vivement Dr Patel de nous avoir fourni un grand nombre de composés de la série uréthane. Nous remercions également M. B. Bacht pour sa contribution efficace aux mesures diffractométriques.

Références

- BAUGHMAN, R. H. (1974). *J. Polym. Sci.* **12**, 1511–1535.
 BLESSING, R. H., COPPENS, P. & BECKER, P. (1972). *J. Appl. Cryst.* **7**, 488–492.
 BROUTY, C., SPINAT, P. & WHULER, A. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2624–2628.
 BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *ORFLS Report ORNL-TM-305*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 FISHER, D. A., ANDO, D. J., BLOOR, D. & HURSTHOUSE, M. B. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 2075–2079.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Tome III. Birmingham: Kynoch Press.
 MAYERLE, J. J. & CLARKE, T. C. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 143–147.
 MOROSIN, B. & HARRAH, L. (1977). *Acta Cryst.* **B33**, 1760–1764.
 PATEL, G. N., DUESLER, E. N., CURTIN, D. Y. & PAUL, I. C. (1980). *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 461–466.
 PATEL, G. N. & MILLER, G. G. (1981). *J. Macromol. Sci. Phys.* **B20**(1), 111–131.
 RIGOULT, J. (1978). Thèse de doctorat de 3ème cycle, Paris.
 WEGNER, G. (1977). *Chemistry and Physics of One-Dimensional Metals*, édité par H. J. KELLER, pp. 297–314. New York: Plenum.
 WILLIAMS, D. E. (1964). *LCR-2. A Fortran Lattice-Constant Refinement Program*. USAEC Report IS-1052.
 WILLIAMS, R. L., ANDO, D. J., BLOOR, D. & HURSTHOUSE, M. B. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 2072–2074.
 WILLIAMS, R. L., ANDO, D. J., BLOOR, D., HURSTHOUSE, M. B. & MOTEVALLI, M. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2155–2157.