

Available online at www.sciencedirect.com



C. R. Chimie 10 (2007) 552-557



http://france.elsevier.com/direct/CRAS2C/

Mémoire / Full paper

Synthèse et étude par spectroscopies infrarouge, Raman et Mössbauer de complexes de $SnCl_n$ (n = 4, 5) avec Ph_3PO , Ph_3AsO et R_4ZX (R = Me, Et ; Z = N, P et X = Cl, Br, SCN). Structure moléculaire de $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$

Assane Touré^a, Cheikh A.K. Diop^{a,*}, Libasse Diop^a, Umberto Russo^b, Mary F. Mahon^c, Kieran C. Molloy^c

^a Laboratoire de chimie minérale et analytique (Lachimia), faculté des sciences et techniques, université Cheikh-Anta-Diop, Dakar-Fann, Sénégal

^b Dipartimento di Chimica Inorganica Metallorganica ed Analitica, Via Loredan 4, Università degli Studi di Padova, Padova, Italie

^c Department of Chemistry, University of Bath, Claverton Down, Bath BA2 7AY, Royaume-Uni

Reçu le 14 avril 2006 ; accepté après révision le 23 septembre 2006 Available online 30 March 2007

Résumé

Des composés organostanniques contenant $SnCl_4$, $SnCl_5^-$ et $SnCl_6^{2-}$ ont été synthétisés et étudiés par spectroscopies infrarouge, Raman et Mössbauer. L'environnement autour de l'étain est octaédrique dans tous les complexes. Les spectroscopies infrarouge et Mössbauer ont été utilisées pour montrer que l'ion thiocyanate est N-donneur. La structure moléculaire de $[C_6H_5COCH_2$ $NH_3]_2[SnCl_6]$ a aussi été déterminée par diffraction des rayons X; elle consiste en des ions $SnCl_6^{2-}$ octaédriques reliés par des liaisons hydrogène entre les atomes de chlore et les atomes d'hydrogène du groupement NH_3^+ des cations $C_6H_5COCH_2NH_3^+$. *Pour citer cet article : A. Touré et al., C. R. Chimie 10 (2007).*

© 2007 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

Abstract

Synthesis, infrared, Raman and Mössbauer spectroscopic studies of $SnCl_n$ (n = 4, 5) with Ph₃PO, Ph₃AsO and R₄ZX ($\mathbf{R} = \mathbf{Me}$, Et ; $\mathbf{Z} = \mathbf{N}$, P and X = Cl, Br, SCN). Molecular structure of $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$. $SnCl_4^-$, $SnCl_5^-$ and $SnCl_6^2$ -containing compounds have been synthesized, and their Mössbauer and infrared spectroscopic studies undertaken. The environment around the tin centre is octahedral in all compounds. Infrared and Mössbauer spectroscopies show that the thiocyanate anion acts as a N-donor ligand. The X-ray structure determination of $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ has also been reported; this structure consists of octahedral $SnCl_6^2$ - anions connected together into layers via hydrogen bonds between the chlorine and the hydrogen atoms of the NH_3^+ groups of the $C_6H_5COCH_2NH_3^+$ cations. *To cite this article: A. Touré et al., C. R. Chimie 10 (2007).* © 2007 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

* Auteur correspondant.

Adresse e-mail : cakdiop@ucad.sn (C.A.K. Diop).

^{1631-0748/\$ -} see front matter © 2007 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved. doi:10.1016/j.crci.2006.09.020

Mots-clés : SnCl₄ ; SnCl₅⁻ ; SnCl₆⁻⁻ ; Infrarouge ; Raman ; Mössbauer ; Diffraction des rayons X

Keywords: SnCl₄; SnCl₅⁻; SnCl₆²⁻; Infrared; Mössbauer; X-ray diffraction

1. Introduction

Les complexes de SnX_4 (X = Cl, Br et I) ont été largement étudiés par spectroscopies infrarouge, Raman et Mössbauer [1-10]. Des renseignements très précieux peuvent être déduits de l'interprétation des données spectroscopiques, notamment la connaissance de l'isomère qui s'est formé (cis ou trans) et aussi l'atome liant des ligands ambidentates. Tudela et al. [11] ont proposé des intervalles pour les valeurs du déplacement isomérique suivant l'atome donneur dans les complexes du type SnX₄·2L (L étant un ligand O-, N- ou S-donneur). Le ligand SCN⁻ est souvent N-donneur dans les complexes de métaux de la première série d'éléments de transition (Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu et Zn) et S-donneur dans ceux des métaux de la deuxième et de la troisième séries d'éléments de transition (Rh, Pd, Ag, Cd, Ir, Pt, Au et Hg) [12]. D'autres facteurs, tels que l'état d'oxydation du métal, la nature des autres ligands dans le complexe et les effets stériques, influencent aussi le mode de coordination du thiocyanate [13]. Nous avons déjà étudié et publié les complexes $(Me_4N)_2SeO_4 \cdot 3Me_4NSnCl_5$ [7] $(Me_4N)_2C_2O_4 \cdot 2Me_4$ NSnCl₅ [8], ainsi que plusieurs complexes de SnX₄ avec des oxoanions [6,9,10], et montré que l'environnement autour de l'étain était octaédrique. L'obtention de composés hybrides organiques-inorganiques a été pendant longtemps un challenge, du fait de leur structure bidimensionnelle, mais aussi à cause de leurs importantes propriétés magnétiques et électroniques [14-18]. Nous proposons dans ce qui suit l'étude par spectroscopies infrarouge, Raman et Mössbauer de quelques complexes de SnCl₄ et de [SnCl₅]⁻. Nous décrirons en plus la structure de [C₆H₅COCH₂NH₃]₂ [SnCl₆] déterminée par diffraction des rayons X.

2. Partie expérimentale

2.1. Synthèse des complexes

Les spectres infrarouge ont été enregistrés sous forme de poudre en suspension dans le nujol, au moyen d'un spectromètre PerkinElmer 580, dans la région s'étendant de 4000 à 200 cm⁻¹ et d'un spectromètre FTIR-Nicolet (650-50 cm⁻¹). Les faces utilisées sont en iodure de césium ou en polyéthylène. Les spectres Raman ont été enregistrés à l'université de Saint-Jacques-de-Compostelle (Espagne) à l'aide d'un spectrophotomètre Dilors Omars 89. Les spectres Mössbauer ont été enregistrés dans un cryostat à azote liquide à la température de 80 K à l'université de Padoue (Italie). La source $Ca^{119}SnO_3$ est maintenue à la température ambiante et à une accélération constante. Un logiciel adéquat a été utilisé pour affiner les spectres. Les analyses élémentaires ont été effectuées au Service central d'analyses du CNRS (Vernaison, France) et à l'École de chimie de l'université de Bath (Royaume-Uni).

Tous les produits chimiques utilisés sont d'origine Merck. Les complexes $(Et_4N)_2SnCl_4(SCN)_2 A$, $(Et_4N)_2$ SnCl₅(SCN) **B**, $(Me_4N)_2SnCl_5(SCN)$ **C**, $(Ph_4P)_2SnCl_5$ Br **D**, $(Ph_4P)SnCl_5OASPh_3$ **E** et $(Me_4N)_2SnCl_5Br$ **F** sont obtenus en faisant réagir SnCl₄ dissous dans le benzène avec Ph₃PO, Ph₃AsO et R₄ZX (R = Me, Et, Ph ; Z = N, P; X = Cl, Br, SCN) (dissous dans l'éthanol). Si on note L et L' ces bases, les équations des réactions pourront s'écrire :

 $(L + L') + SnCl_4 \rightarrow LSnCl_4L'$

Le mélange (L + L') est agité pendant plusieurs heures ; on y ajoute ensuite la solution de SnCl₄. Il se forme un précipité qui est filtré, lavé à l'thanol et séché à l'étuve (60 °C). Le complexe $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ (G) a été obtenu en faisant réagir des solutions éthanoliques de $C_6H_5COCH_2NH_2 \cdot HCl$ avec SnCl₂. Des monocristaux sont obtenus quelques jours après par évaporation lente.

 $(Et_4N)_2SnCl_4(SCN)_2(A)$ [Et₄NSCN (4,99 mmol) + SnCl₄ (2,49 mmol)]. Analyses élémentaires : C = 33,90 (33,64) H = 6,27(6,25) N = 8,79(8,76) S = 10,04 (10,09) Cl = 22,29(22,69) Sn = 18,63(18,71). (Et₄N)₂ **SnCl₅(SCN)** (**B**): [Et₄NCl (1,60 mmol) + Et₄NSCN (1,60 mmol)] + SnCl₄ (1,60 mmol). Analyses élémen*taires* C = 33,13(33,47) H = 6,50(6,32) N = 6,83(6,82) Cl = 28,88(28,78) Sn = 19,31(19,44). (Me₄N)₂SnCl₅ (SCN) (C): Me_4NSCN (1,08 mmol) + $SnCl_4$ (0,54 mmol). Analyses élémentaires : C = 21,53(21,31) H = 4,78(4,85) N = 5,58(5,65) S = 6,38(6,25) Cl = 35,39(35,44) Sn = 23,66(23,54). (Ph₄P)₂SnCl₅Br (D) : [Ph₄ $PBr (1,89 \text{ mmol}) + Ph_4PCl (1,89 \text{ mmol})] + SnCl_4 (1,89 \text{ mmol})$ mmol). Analyses élémentaires: C = 54,64(54,75) H = 3,79(3,80) Cl = 16,84(16,98) Br = 7,59(7,46) Sn = 11,27(11,27). (Ph₄P)SnCl₅OAsPh₃ (E): [Ph₄PCl (3,16 mmol) + OAsPh₃ (3,16 mmol)] + SnCl₄ (3,16 mmol).

554

Tableau 1 Données cristallographiques et méthode d'affinement

Formule empirique	$C_{16}H_{20}Cl_6N_2O_2Sn$		
Poids moléculaire	603,73		
Taille du cristal (mm)	$0,30 \times 0,30 \times 0,25$		
Longueur d'onde (Å)	0,71073		
Système cristallin	triclinique		
Groupe d'espace	$P\overline{1}$		
a (Å)	7,3780(1)		
<i>b</i> (Å)	7,4480(1)		
c (Å)	11,5170(2)		
α	97,624(1)		
β (°)	91,481(1)		
γ	117,389(1)		
$V(\text{\AA}^3)$	554,243(14)		
Ζ	1		
Intervalle de thêta (°)	3,85 à 24,97		
Réfections collectées/uniques	8539/1909		
	[R(int) = 0.0270]		
Facteur de confiance final $[I > 2 \sigma(I)]$	R1 = 0,0154,		
	$wR_2 = 0,0388$		
Facteur de confiance R indices	R1 = 0,0156,		
(toutes les données)	$wR_2 = 0,0390$		
Densité électronique restante (e $Å^{-3}$)	0,285 et -0,702		
Numéro de déposition cristallographique	600587		

Analyses élémentaires : C = 51,84(51,58) H = 3,60(3,63) $Cl = 18,25(18,33) Sn = 12,20(12,26). (Me_4N)_2SnCl_5Br$ (F) : [Me_4NCl (5,77 mmol) + Me_4NBr (5,77 mmol)] + SnCl_4 (5,77 mmol]. Analyses élémentaires : C = 18,32(18,83) H = 4,46(4,46) N = 5,54(5,45) Cl = 33,87(33,76) $Br = 15,26(15,19) Sn = 22,65(22,77).[C_6H_5COCH_2$ $NH_3]_2[SnCl_6] (G) : [5 mmol de C_6H_5COCH_2NH_2 · HC$ $+ 5 mmol de SnCl_2]. Analyses élémentaires : <math>C =$ (31,92)31,80 H = (3,31) 3,31 N = (4,62) 4,63.

2.2. Diffraction des rayons X

2.2.1. Collecte des données cristallographiques

Les données cristallographiques sont reportées sur le Tableau 1. La collecte des intensités a été effectuée à la température de 150(2) K. Les intensités de diffraction ont été mesurées sur un diffractomètre Nonius Kappa CCD, équipé d'un système de refroidissement *Oxford Cryostream*, en utilisant la radiation K α du molybdène. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz, de polarisation et d'absorption. La structure a été résolue en utilisant la méthode directe (SHELXS-90) [19] et affinée par la méthode des moindres carrées basée sur F^2 , en utilisant le programme SHELXL-97 [20].

3. Résultats et discussion

3.1. Étude par spectroscopie infrarouge et Raman

Les attributions des principales bandes des spectres infrarouge et Raman des complexes A-F sont reportées dans le Tableau 2.

Dans le cas des complexes A, B et C, le problème est de déterminer l'atome liant du ligand SCN⁻. Mitchell et al. [21] ont montré que, dans les complexes du thiocyanate, $\nu_{\rm CN}$ apparaît, généralement, vers 2050 cm⁻¹ lorsque le ligand est N-donneur et au-dessus de 2100 cm⁻¹ lorsqu'il est S-donneur. D'autres auteurs [22-24] ont aussi considéré la fréquence de la vibration v_{CS} dans ces complexes pour déterminer l'atome liant du thiocyanate : $\hat{860}-7\hat{80}$ cm⁻¹ (N-donneur) et 720- 690 cm^{-1} (S-donneur); cependant, la bande correspondante est souvent faible ou recouverte par d'autres. La valeur de δ_{NCS} peut aussi être utilisée pour voir si le thiocyanate est N- ou S-donneur; la bande correspondante apparaît vers 408 cm^{-1} (N-donneur) et vers 420 cm^{-1} (S-donneur) [23,24]. Il existe aussi d'autres travaux sur cette question [25-28], mais il est clair qu'une combinaison des différentes propositions permet d'aboutir à des conclusions plus fiables. Dans le cas des complexes que nous étudions, les valeurs de $\nu_{\rm CN}$ (2050 cm⁻¹ (**A**), 2056 cm⁻¹ (**B**) et 2058 cm⁻¹ (**C**)), de $\nu_{\rm CS}$ (787 cm⁻¹ (**A**) et 788 cm⁻¹ (**B**)) et $\delta_{\rm CN}$ $(478 \text{ cm}^{-1} \text{ (A)}, 476 \text{ cm}^{-1} \text{ (B)} \text{ et } 480 \text{ cm}^{-1} \text{ (C)})$

Tableau 2			
Principales bandes des spectres	infrarouge et Raman	des complexes A-F,	en cm ⁻¹

Attributions	*	A	B	С	D	Е	F
VCN	IR	2050 tF	2056 tF	2058tF			
	Raman	2044 m	2045 m	2058 m			
$\nu_{\rm CS}$	IR	787 m	788 m	_			
	Raman	785 f	786	753 m			
$\delta_{\rm CN}$	IR	478 f	476 f	480 f			
ν_{SnCln}^{a}	IR	320 tF	320 tF	309 tF	283 tF	321 F	299 tF
						283 tF	277 m
	Raman	315 tF	309 tF	307 tF	298 tF	313 tF	303 tF

^a n = 4 dans **A** et 5 dans les complexes **B**-**F**. Abréviation : tF = très forte, m = moyenne et f = faible.

Tableau 3 Principaux paramètres Mössbauer des complexes A-G, en mm⁻¹

Composés	IS	QS	Г	A%
A	0,27	_	0,86	100
В	0,35	_	0,87	100
С	0,36	_	0,85	100
D	0,63	_	0,92	100
E	0,41	_	0,82	100
F	0,57	_	0,92	100
G	0,49	_	0,88	100

montrent que le thiocyanate est N-donneur si on s'appuie sur les travaux cités ci-dessus.

Dans le cas du complexe $(Et_4N)_2SnCl_4(SCN)_2$ (**A**), l'apparition d'une bande forte à 315 cm⁻¹ sur le spectre Raman de **A**, due à la vibration de valence d'espèce A₁ de SnCl₄, montre que ce groupement est cis-coordiné (dans le cas d'une trans-coordination, les deux vibrations d'espèce A_{1g} et B_{1g} sont toutes actives en Raman) [6]. Dans les complexes **B**-**F** ν_{SnCl_5} apparaît sous la forme d'une ou de plusieurs bandes, le groupe ponctuel de symétrie du groupement SnCl₅ est C_{4v}, tandis que l'environnement autour de l'étain dans ces complexes est octaédrique.

3.2. Étude par spectroscopie Mössbauer

Les spectres Mössbauer de tous les complexes présentent un singulet. Les principaux paramètres Mössbauer des composés A-G sont reportés sur le Tableau 3. Dans ces complexes, comme dans beaucoup de complexes de SnX₄, on note une absence d'éclatement quadripolaire [29,30]. Dans le cas du complexe **A**, l'absence d'éclatement quadripolaire permet de



Fig. 1. Structures des complexes A-F.

conclure à une cis-coordination des groupements SnX_4 (si on se réfère aux travaux de Tudela [31]), ce qui est conforme aux résultats des spectroscopies infrarouge et Raman.

Les valeurs du déplacement isomérique de l'anion $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ (stabilisé par différents cations) varient entre 0,48 et 0,52 mm s⁻¹ [29]. Les valeurs du déplacement isomérique dans les complexes **A**, **B** et **C** (0,27, 0,35 et 0,36 mm s⁻¹, respectivement) sont en accord avec celles proposées par Tudela et col. [11] dans le cas des complexes de SnCl_4 avec des ligands N-donneur. La diminution du déplacement isomérique dans **A**, **B** et **C** par rapport à ceux des complexes de $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ s'explique par le fait qu'un atome de chlore de SnCl_6^2 est substitué par un ligand SCN^- électroattracteur, ce qui entraîne nécessairement une diminution du déplacement isomérique.

Dans le cas du complexe **E**, pour des raisons similaires, on note une diminution du déplacement isomérique. En revanche, l'augmentation du déplacement isomérique dans les complexes **D** et **F** s'explique par une substitution d'un chlore de $[SnCl_6]^{2-}$ par un atome de brome moins électronégatif. Les structures que nous



Fig. 2. Structure de [C₆H₅COCH₂NH₃]₂[SnCl₆], montrant le schéma de numérotation utilisé dans le texte et les tables.

proposons pour ces complexes et qui rendent comptent des données infrarouge, Raman et Mössbauer sont représentées sur les Fig. 1

3.3. Étude cristallographique du complexe $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ (G).

La structure de [C₆H₅COCH₂NH₃]₂[SnCl₆] et le schéma de numérotation cristallographique utilisé dans le texte et les tables sont représentés sur la Fig. 2. Les principaux angles et distances interatomiques sont reportés sur le Tableau 4. L'unité asymétrique contient deux cations $[C_6H_5COCH_2NH_3]^+$ et un anion [SnCl₆]²⁻. Cette structure est constituée d'ions hexachlorostannate connectés par le biais de liaisons hydrogène. Les liaisons Sn-Cl sont deux à deux identiques [Sn-Cl(1) = Sn-Cl(1)#1 = 2,4386(4) Å; Sn-Cl(2) = Sn - Cl(2) #1 = 2,4467(4) Å; Sn - Cl(3) = Sn -Cl(3)#1 = 2,4107(4) Å]. Les angles de liaison sont de l'ordre de 180° entre les liaisons axiales : [Cl(1)#1-Sn-Cl(1) 180,00(3)°; Cl(2)#1-Sn-Cl(2) 180,000 $(19)^{\circ}$; Cl(3)#1-Sn-Cl(3) 180,000(11)°] et 90° entre les liaisons équatoriales successives, et aussi entre une liaison équatoriale et une liaison axiale - parmi de tels angles, on peut citer : Cl(1)-Sn-Cl(2) 91,071(12) ; Cl (1)-Sn-Cl(3) 89,722(13); Cl(2)-Sn-Cl(3) 89,970(13).

Les quatre atomes de chlore coplanaires de l'ion $[SnCl_6]^{2-}$, à savoir Cl(1), Cl(1)#1, Cl(2) et Cl(2)#1, sont liés par de très fortes liaisons hydrogène, et les

Tableau 4

Longueur de liaison et angles dans [C₆H₅COCH₂NH₃]₂[SnCl₆]

Longueur de liaison (Å)	Angles (°)
Sn-Cl(3)#1 2,4107(4)	Cl(3)#1-Sn-Cl(3) 180,000(11)
Sn-Cl(3) 2,4107(4)	Cl(3)#1-Sn-Cl(1)#1 89,722(13)
Sn-Cl(1)#1 2,4386(4)	Cl(3)-Sn-Cl(1)#1 90,278(13)
Sn-Cl(1) 2,4386(4)	Cl(3)#1-Sn-Cl(1) 90,278(13)
Sn-Cl(2) 2,4467(4)	Cl(3)-Sn-Cl(1) 89,722(13)
Sn-Cl(2)#1 2,4467(4)	Cl(1)#1-Sn-Cl(1) 180,00(3)
O(1)-C(2) 1,215(2)	Cl(3)#1-Sn-Cl(2) 90,030(13)
N(1)-C(1) 1,483(2)	Cl(3)-Sn-Cl(2) 89,970(13)
N(1)-H(10A) 0,83(3)	Cl(1)#1-Sn-Cl(2) 88,929(13)
N(1)-H(10B) 0,86(3)	Cl(1)-Sn-Cl(2) 91,071(12)
N(1)-H(10C) 0,87(3)	Cl(3)#1-Sn-Cl(2)#1 89,970(13)
C(1)-C(2) 1,524(2)	Cl(3)-Sn-Cl(2)#1 90,030(13)
C(2)-C(3) 1,478(2)	Cl(1)#1-Sn-Cl(2)#1 91,071(13)
C(3)-C(8) 1,394(2)	Cl(1)-Sn-Cl(2)#1 88,929(13)
C(3)-C(4) 1,399(2)	Cl(2)-Sn-Cl(2)#1 180,000(19)
C(4)-C(5) 1,381(2)	
C(5)-C(6) 1,386(2)	
C(6)-C(7) 1,388(2)	
C(7)-C(8) 1,386(2)	

Opération de symétrie utilisée pour générer les atomes équivalents : #1 - x + 1, -y, -z.

valeurs des distances Cl···H sont : [Cl(1)-H(10A) = Cl(1)#1-H(10A) = 2,486 Å et Cl(2)-H(10B) = Cl(2) #1-H(10B) = 2,486 Å]. L'atome d'oxygène de l'ion $[C_6H_5COCH_2NH_3]^+$ n'est pas coordiné à l'atome d'étain ; cependant, on peut considérer qu'il est lié par liaison hydrogène à H(10C) [O(1)-H(10C) =2,093 Å]. Les différents motifs constitués de molécules de $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ sont liés par un pont hydrogène de type N-H(10C)···Cl(2), la distance entre H(10C) et Cl(2)) étant de 2,730 Å, ce qui permet de dire que la structure globale de la molécule est constituée de molécules de $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ connectées entre elles par des ponts hydrogène.

4. Conclusion

Cette étude a permis de synthétiser de nouveaux complexes de SnCl₄, SnCl₅⁻ et de SnCl₆²-avec des bases de Lewis ambidentates ayant deux sites donneurs (azote et soufre) et, sur la base des spectroscopies infrarouge, Raman et Mössbauer, nous avons pu montrer que l'atome donneur de la base de Lewis SCN⁻ est l'azote. Nous avons, en outre, déterminé par diffraction des rayons X la structure de $[C_6H_5COCH_2NH_3]_2[SnCl_6]$ et avons montré qu'elle est une bande infinie contenant des anions SnCl₆²⁻ octaédriques liés entre eux par des liaisons hydrogène entre le chlore et l'hydrogène de l'ion ammonium stabilisateur.

Remerciements

Nous remercions le Pr. M. Vidali (université de Padoue, Italie) pour avoir enregistré pour nous les spectres infrarouge.

Matériel supplémentaire

Les fichiers CIF ont été déposés au Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC) sous le numéro de dépôt 600587 ; ils peuvent être obtenus gratuitement, sur demande auprès du CCDC : www.ccdc.cam.ac.uk/ data_request/cif.

Les feuilles de calcul sont données en tant que matériel supplémentaire à cet article. Suivre le lien : 10.1016/j.crci.2006.09.020.

Références

- D. Cunningham, M.J. Frazer, J.D. Donaldson, J. Chem. Soc. A (1971) 2049.
- [2] A.J. Carty, T. Hinsperger, L. Mihichuk, H.D. Sharma, Inorg. Chem. 9 (1970) 2573.

- [3] P.A. Yeats, J.R. Sams, F. Aubke, Inorg. Chem. 9 (1970) 740.
- [4] D. Tudela, A.J. Maria, D. Cunningham, B. Timmins, Inorg. Chim. Acta 232 (1995) 195.
- [5] D. Tudela, M.A. Khan, J.J. Zuckerman, Struct. Chem. 2 (31) (1990) 239.
- [6] M. Sidibé, S. Bassène, L. Diop, B. Mahieu, J. Soc. Ouest-Afr. Chim. 16 (2003) 97.
- [7] A. Diassé-Sarr, C.A.K. Diop, D. De Barros, L. Diop, B. Mahieu, J. Soc. Afr. Chim. 14 (2002) 149.
- [8] O. Gueye, H. Qamar, L. Diop, C.A. Diop, U. Russo, Polyhedron 12 (1993) 1245.
- [9] M. Sidibé, H. Allouch, L. Diop, J. Soc. Ouest-Afr. Chim. 005–006 (1998) 131.
- [10] M. Sidibé, L. Diop, J. Soc. Ouest-Afr. Chim 007 (1999) 33.
- [11] D. Tudela, L.M. Rodriguez-Lorenzo, N. Mendez, J.D. Tornero, Inorg. Chim. Acta 206 (1993) 83.
- [12] G. Griffiths, D.A. Thornton, J. Mol. Struct. 52 (1979) 39.
- [13] B.R. James, R.H. Morris, Spectrochim. Acta 34A (1978) 577.
- [14] I.B. Koutselas, L. Ducasse, G.C. Papavassiliou, J. Phys. Condens. Matter 8 (1996) 1217.
- [15] B.D. Mitzi, K. Liang, S. Wang, Inorg. Chem. 37 (1998) 321.
- [16] C.P. Raptopoulou, A. Terzis, G.A. Mousdis, G.C. Papavassiliou, Z. Naturforsch. Teil B 57 (2002) 645.
- [17] M. Ben Ghozlen, A. Daoud, I. Pabst, J. Solid State Chem. 93 (1991) 77.

- [18] M. Rademeyer, Acta Crystallogr. C60 (2004) m55.
- [19] G.M. Sheldrick, SHELXS 90, Program for Crystal Structure Determination, University of Göttingen, Germany, 1990.
- [20] G.M. Sheldrick, SHELXL 97, Program for Crystal Structure Refinement, University of Göttingen, Germany, 1997.
- [21] M. Tranquille, M.T. Forel, Spectrochim. Acta 28A (1972) 1305.
- [22] P.W.N.M. Van Leeuwen, W.L. Groeneveld, Recl. Trav. Chim. Pays-Bas 86 (1967) 201.
- [23] S.K. Madan, C.M. Hull, L.J. Herman, Inorg. Chem. 7 (1968) 491.
- [24] K.A. Jensen, K. Krishnan, Scand. Chim. Acta 21 (1967) 1988.
- [25] A.G. Sharp, The Chemistry of Cyano Complex of the Transition Metals, Academic Press, New York, 1976.
- [26] L.H. Jones, B.I. Swanson, Acc. Chem. Res. 9 (1976) 128.
- [27] H. Stammreich, B.M. Chadwick, S.G. Frankiss, J. Mol. Struct. 1 (1968) 191.
- [28] B.M. Chadwick, S.G. Frankiss, J. Mol. Struct. 31 (1976) 1.
- [29] P.A. Cusack, B.N. Patel, Inorg. Chim. Acta 86 (1984) 1.
- [30] G.M. Brancroft, R.H. Platt, in : H.J. Emeleus, A.G. Sharpe (Eds.), Mössbauer Spectra in Inorganic Compounds: Structure and Bonding, Advanced Inorganic Chemistry and Radiochemistry, vol. 15, Academic Press, New York, 1972, p. 110.
- [31] D. Tudela, E.G. Puebla, A. Monge, J. Chem. Soc., Dalton Trans. (1992) 1069.