

République Algérienne Démocratique et populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la recherche Scientifique

Université Mentouri-Constantine  
Faculté des Sciences Exactes  
Département de Chimie

N° d'ordre :  
Série :

**MEMOIRE**  
Pour l'obtention du diplôme  
**DE MAGISTÈRE EN CHIMIE FINE**  
Option : CRISTALLOCHIMIE

THÈME

*Étude Systématique  
des  
Dérivés Stanniques  
Fluorés et Chlorés*

Présentée par : **Habiba Kechout**  
Epouse: **Mezhoud**

Soutenue le:19/06/2011

Devant le jury:

<b>Président :</b>	<b>S.E. BOUAOUD</b>	<b>Professeur</b>	<b>Université Mentouri - Constantine.</b>
<b>Rapporteur :</b>	<b>H. MERAZIG</b>	<b>Professeur</b>	<b>Université Mentouri - Constantine.</b>
<b>Examineur :</b>	<b>S. BOUACIDA</b>	<b>M. C.</b>	<b>Université Larbi ben M'hidi-Oum El Bouaghi.</b>
<b>Examineur :</b>	<b>B. BOUDINE</b>	<b>Professeur</b>	<b>Université Mentouri - Constantine.</b>

# *Dédicaces*

*A mes parents*

*Et mes beaux parents*

*J'aurais été fière de pouvoir leur donner ce  
document.*

*Je n'y serai pas arrivé sans eux*

*A mon mari*

*Et mon fils Mustapha*

*A*

*Soumia et souad*

*A*

*Samah*

*A mes sœurs et mes belles sœurs*

*A mes frères et mes beaux frères*

*Pour leur soutien et leur encouragement*

*A mes nièces et à mes neveux*

# REMERCIEMENTS

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont été réalisés à l'unité de recherche de chimie de l'environnement et moléculaire structurale de l'université Mentouri de Constantine (UR CHEMS) sous la direction du professeur H. MERAZIG.

Ce mémoire de magister a été dirigé par Monsieur Hocine MERAZIG, professeur à l'Université Mentouri Constantine, qui m'a fait profiter de sa compétence et de ses conseils, je le remercie d'avoir toujours été à mon écoute.

Mes remerciements vont également à Monsieur Bouaoud Salah Eddine, Professeur à l'université Mentouri de Constantine, pour avoir accepté d'examiner mon travail et m'avoir fait l'honneur de présider le jury.

Mes remerciements les plus respectueux à Monsieur S. BOUACIDA, Maître de conférences à l'université Larbi ben M'hidi d'Oum El Bouaghi pour avoir accepté de suivre avec patience et compétence ce travail de recherche. Il a orienté mon travail avec beaucoup d'efficacité et j'ai pu bénéficier de ses conseils quotidiens et de son expérience dans le domaine de la chimie des composés hybrides.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur Boudine Boubaker, Professeur à l'université Mentouri de Constantine, pour avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier les collègues et les amis de ma promotion ainsi que les membres du laboratoire, en particulier Ahlem, Nacira et Assia.

J'associe mes remerciements à toute personne participée de loin ou de près à ce travail.

# Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	01
----------------------------	----

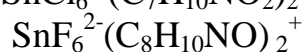
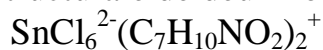
## Chapitre I

### Techniques expérimentales

<b>I-1- La cristallographie et le phénomène de diffraction.....</b>	<b>03</b>
<b>I-2- Diffraction des rayons X sur monocristal.....</b>	<b>03</b>
<b>I-3- Méthode de synthèse.....</b>	<b>06</b>
I-3-1- Produits utilisés.....	06
I-3-2- Synthèse par voie de chimie douce .....	06

## Chapitre II

### Synthèse, étude structurale de deux nouveaux composés



<b>II-Introduction.....</b>	<b>8</b>
<b>II-1-Etude du composé Bis 3hydroxyméthylanilinium</b>	
<b>hexachlorostannate(IV).....</b>	<b>9</b>
<b>II-1-1- Partie expérimentale.....</b>	<b>9</b>
<b>II-1-2-Etude cristallochimique.....</b>	<b>9</b>
II-1-2-1- Enregistrement des intensités.....	9
II-1-2-2- Résolution et affinement de la structure.....	11
<b>II-1-3- Description de la structure.....</b>	<b>11</b>
II-1-3-1- Unité asymétrique.....	12
II-1-3-2- Partie anionique (hexachlorostannate).....	13
II-1-3-3- Partie cationique.....	15
<b>II-1-4- Les liaisons hydrogène.....</b>	<b>16</b>
II-1-4-1- Liaisons cation-cation.....	16
II-1-4-2- Liaisons cation-anion.....	17
<b>II-1-5- Analyse des entités.....</b>	<b>19</b>
II-1-5-1- Analyse des cations.....	19
II-1-5-2- Analyse des anions.....	19

<b>II-2-Etude du composé Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(IV)hydraté.....</b>	<b>20</b>
<b>II-2-1- Partie expérimentale.....</b>	<b>20</b>
<b>II-2-2-Etude cristallographique.....</b>	<b>20</b>
II-2-2-1- Enregistrement des intensités.....	20
II-2-2-2- Résolution et affinement de la structure.....	22
<b>II-2-3- Description de la structure.....</b>	<b>22</b>
II-2-3-1- Unité asymétrique.....	23
II-2-3-2- Partie anionique (hexafluorostannate).....	24
II-2-3-3- Partie cationique.....	26
II-2-3-4- Les molécules d'eau.....	27
<b>II-2-4- Les liaisons hydrogène.....</b>	<b>27</b>
II-2-4-1- Liaisons cation-anion.....	27
II-2-4-2- Liaisons cation-eau.....	28
II-2-4-3- Liaisons eau-cation.....	30
II-2-4-4- Liaisons eau-anion.....	31
<b>II-2-5- Analyse des entités.....</b>	<b>32</b>
II-2-5-1- Analyse des cations.....	32
II-2-5-2- Analyse des anions.....	33
II-2-5-3- Analyse des molécules d'eau.....	34
<b>II-Conclusion.....</b>	<b>34</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>35</b>

### Chapitre III

Synthèse, étude structurale de deux composés



<b>III-Introduction.....</b>	<b>36</b>
<b>III-1-Etude du composé 4-carboxyméthylaniliniumchloride.....</b>	<b>36</b>
<b>III-1-1- Partie expérimentale.....</b>	<b>36</b>
<b>III-1-2-Etude cristallographique.....</b>	<b>36</b>
II-1-2-1- Enregistrement des intensités.....	37
II-1-2-2- Résolution et affinement de la structure.....	38
<b>III-1-3- Description de la structure.....</b>	<b>39</b>
II-1-3-1- Unité asymétrique.....	39
II-1-3-2- Partie anionique.....	40
II-1-3-3- Partie cationique.....	40
<b>III-1-4- Les liaisons hydrogène.....</b>	<b>41</b>
II-1-4-1- Liaisons cation-cation.....	41
II-1-4-2- Liaisons cation-anion.....	43
<b>III-1-5- Analyse des entités.....</b>	<b>44</b>
II-1-5-1- Analyse des cations.....	44
II-1-5-2- Analyse des anions.....	45

<b>III-2-Etude du composé L-phénylalaninium chloride</b> .....	<b>46</b>
<b>III-2-1- Partie expérimentale</b> .....	<b>46</b>
<b>III-2-2-Etude cristalochimique</b> .....	<b>46</b>
II-2-2-1- Enregistrement des intensités.....	<b>46</b>
II-2-2-2- Résolution et affinement de la structure.....	<b>48</b>
<b>III-2-3- Description de la structure</b> .....	<b>48</b>
II-2-3-1- Unité asymétrique.....	<b>50</b>
II-2-3-2- Partie anionique .....	<b>50</b>
II-2-3-3- Partie cationique.....	<b>51</b>
<b>III-2-4- Les liaisons hydrogène</b> .....	<b>51</b>
II-2-4-1- Liaisons cation-cation.....	<b>51</b>
II-2-4-2- Liaisons cation-anion.....	<b>52</b>
<b>III-2-5- Analyse des entités</b> .....	<b>54</b>
II-2-5-1- Analyse des cations.....	<b>54</b>
II-2-5-2- Analyse des anions.....	<b>54</b>
<b>III-Conclusion</b> .....	<b>55</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>56</b>
<b>CONCLUSION GENERALE</b> .....	<b>57</b>
<b>PUBLICATION</b>	
<b>ANNEXE</b>	
<b>RESUMES</b>	

## INTRODUCTION GENERALE

Le domaine des composés hybrides "organique-inorganique" connaît une croissance très importante, à cause de leurs applications très variées dans plusieurs domaines telles que les propriétés électrique [1,2], optique [3,4], magnétique [5,6] et ionique [7,8].

Le principal objectif de ce travail est de développer une nouvelle génération de matériaux hybrides de l'étain avec des matrices organiques à base d'amine aromatique.

L'étain est un élément appartenant au group IV-b du tableau périodique avec une configuration électronique [Kr] 4d10s25p2, son symbole est Sn. Son numéro et sa masse atomique sont respectivement  $Z=50$  et  $M=118,69\text{g/mole}$ .

Dans les composés, l'étain peut prendre la valence II (composés stanneux) ou la valence IV (composés stanniques).

L'ion  $\text{SnCl}_6^{2-}$  est parmi les ions les plus stables à cause de son bas potentiel  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}=0.15\text{V}$  et son arrangement stérique fortement favorisé entre l'atome d'étain et les atomes de chlore.

Dans ce présent travail, nous avons choisi les amines aromatiques à cause de la conjugaison de la double liaison dans ces amines, ce qui nous renvoie directement aux propriétés optiques de ces composés hybrides.

Les amines aromatiques sont déjà engagées avec plusieurs métaux comme le fer [10], le cuivre [11], le cobalt [12] et le manganèse [13].

Nous avons rassemblé les résultats de ce travail dans trois chapitres:

Le premier chapitre est relatif aux méthodes expérimentales utilisées au cours de ce travail.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté l'étude structurale de deux nouveaux composés hybrides à base d'étain et d'alcool aminés (3-hydroxyméthylaniline) et 4-(hydroxy-phénylamine).

Le troisième chapitre rassemble les résultats de la préparation, la caractérisation et l'étude structurale de deux composés à base de deux acides aminés 4-carboxyméthylaniline et L-phenylinine.

Les quatre nouveaux composés à matrice organique à base d'amine dont deux hybrides contenant de l'étain sont:

- Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(VI).
- Bis 4-(hydroxy-phénylamonium) hexafluorostannate(VI) hydraté.
- 4-carboxyméthylanilinium chloride.
- L-phenylininium chloride.

## **Bibliographie:**

- [1] Kagan C. R., Mitzi D. B. & Dimitrakopoulos C. D. (1999) .Science, 286, 945-947.
- [2] Knutson J. L., Martin J. D. & Mitzi D. B (2005). Inorg. Chem. 44, 4699-4705.
- [3] Mitzi, D. B., Dimitrakopoulos, C. D. & Kosbar, L. L. (2001). Chem. Mater. 13, 3728-3740.
- [4] Raptopoulou. C. P., Terzis, A., Mousdis, G. A. & Papavassiliou, G. C. (2002). Z. Naturforsch. Teil B, 57, 645-650.
- [5] Sekine Taketoshi, Okuno Tsunehisa & Awaga Kunio. (1996), Molecular Crystals and Liquid Crystals Science and Technology Section A. 279, 65-72.
- [6] Aruta, C., Licci, F., Zappettini, A., Bolzoni, F., Rastelli, F., Ferro, P. & Besagni, T. (2005). Appl. Phys. A 81, 963-968.
- [7] Tominaga Y, Ohno H. (2000). Electrochimica Acta. 45(19), 3081-3086.
- [8] Sawa Haruo, Shimada Yuka. (2004). Electrochimistry Tokyo Japan. 72, 111-116.
- [9] Chondroudi. K. Mitzi. D. B. (1999). Chem Mater. 11, 3028-3030.
- [10] Held P. (2003). Acta Cryst. E 59, m197- m198.
- [11] Ben Ghazlen. M. H. Daoud. A. Paulus. H. et Pabst I. (1994). Z Kristallogr. 209- 383.
- [12] M. Muto. N. Nakagawa. M. Koikawa and T Tok.. (2007). Acta Cryst. E 63, m64-m66.
- [13] Chaaboun. S. Kamoun, S, Daoud, et Jouini, T. (1996). Acta Cryst. C52, 505- 506.



# CHAPITRE I

## **TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

## **I-1- La cristallographie et le phénomène de diffraction:**

Historiquement la cristallographie est une science naturelle, auxiliaire de la minéralogie. Elle a été créée par les minéralogistes attachés à l'étude des propriétés des matériaux du règne minéral, matériaux qui sont pour la plupart cristallisés. Mais, dépassant son premier objet, elle s'est proposée, d'une façon générale, l'analyse de la constitution des corps à l'état cristallin; à ce titre elle est devenue une branche importante des sciences physico-chimique.

La cristallographie actuelle constitue une des parties fondamentales de la physique de l'état solide, un des grands courants de la physique d'aujourd'hui et son prolongement dans la cristallographie en fait également une des pierres angulaires de la chimie moderne.

Longtemps, on n'a disposé d'aucun moyen d'observation directe de la structure de la matière cristallisée. Jusqu'au début du siècle la découverte des rayons X par Röntgen en 1895 [1-5], les études portèrent, de façon exclusive, sur les propriétés des corps cristallins et en particulier, sur la plus frappante d'entre elles, à savoir la tendance de ces corps à acquérir des formes polyédriques. Elles avaient conduit, de façon presque obligée, à l'hypothèse de la périodicité du milieu cristallin, hypothèse que l'investigation directe de la structure par les rayons X est venue définitivement confirmer. Les chimistes ont ainsi trouvé dans la diffraction des rayons X un outil d'une puissance extraordinaire pour l'investigation des architectures moléculaires.

La diffraction des rayons X par les cristaux [6-7] est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs indices (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace.

La méthode permet ainsi clairement de distinguer les produits amorphes (verres ...) des produits cristallisés.

## **I-2- Diffraction des rayons X sur monocristal:**

Un cristal unique, ou monocristal [8], est un cristal de dimensions suffisantes pour diffracter les rayons X et conduire à un rayonnement diffracté mesurable. A priori, on a intérêt à utiliser un cristal volumineux. Les mesures sont plus rapides et on peut accéder aux faibles intensités. Mais deux difficultés apparaissent:

- 1- l'absorption des rayons X croît très rapidement avec la longueur traversée. Ce phénomène est une source d'erreurs dans les mesures d'intensité, et il s'agit de le minimiser;

2- L'ensemble du cristal doit baigner dans les rayons X afin que les mesures soient quantitatives.

Un cristal volumineux nécessite un faisceau large de rayons X; il en résulte des faisceaux diffractés élargis, ce qui complique singulièrement les mesures.

On retient en général des dimensions relativement faibles (de l'ordre de 1/10 mm) de manière à utiliser un pinceau étroit de rayons X, et à déterminer la sphère d'Ewald avec précision.

Les résolutions structurales des composés synthétisés ont été menées sur diffractomètre automatique à 4 cercles Kappa.



*Figure 1: Diffractomètre Nonius 4 cercles à géométrie Kappa*

Un diffractomètre à quatre cercles est dédié à l'étude de matériaux monocristallins, il permet de mesurer l'intensité diffractée par les différents plans réticulaires d'un cristal.

Il est constitué d'un goniomètre, dont la fonction est d'amener chaque plan en position de diffraction, d'une source de rayons X fixe et d'un détecteur (ponctuelle ou bidimensionnel) pouvant se déplacer dans le plan horizontal autour de l'axe verticale afin de recueillir l'intensité diffractée.

Deux géométries différentes de goniomètres ont été développées: la géométrie Eulerienne par la société Philips et la géométrie Kappa par la société Nonius.

Cette dernière réduit considérablement l'encombrement autour de l'échantillon et permet de modifier plus aisément son environnement via l'installation de fours, de cryostats ou d'enclumes-diamants. Dès lors, la géométrie Kappa a été adoptée dans la majorité des laboratoires.

Ce Kappa CCD est composé des quatre éléments suivants:

- 1- Une source de rayons X.
- 2- Un monochromateur à lame de graphite.

3- Un goniomètre permettant la rotation du cristal autour des quatre axes et qui permet le positionnement des plans réticulaires en position de diffraction dans le plan horizontal (plan du détecteur).

4- Un détecteur.

### **I-2-1-Enregistrement des données:**

La première étape de l'enregistrement des données de diffraction a consisté à sélectionner un bon cristal, de faible mosaïcité, d'une taille convenable et possédant une morphologie la plus isotrope possible.

L'enregistrement des données a été effectué en deux temps, tout d'abord une mesure rapide a permis de déterminer la matrice d'orientation nécessaire pour l'acquisition globale, d'obtenir les paramètres de maille, d'apprécier la qualité du cristal et de déterminer les conditions optimales d'enregistrements des données. Ensuite on lance les mesures.

Chaque image est enregistrée deux fois afin d'éliminer des rayonnements extérieurs à la mesure ou des décharges accidentelles accumulées sur plusieurs pixels successifs du CCD, et l'image résultante ne contient alors que les valeurs communes de deux images.

### **I-2-2-Réduction des données et correction d'absorption:**

L'acquisition des données a été effectuée par l'intermédiaire du programme COLLECT [9].

La mise à l'échelle des intensités intégrées et la moyenne des réflexions équivalentes ont été réalisées ensuite à l'aide de programme SCALEPACK [10], le programme DENZO [10] a été utilisé pour l'indexation des pics de diffraction. Le fichier final contient la liste des intensités des réflexions avec leurs indices de Miller (hkl), les écarts-types et les cosinus directeurs des faisceaux incident et diffracté par rapport au repère cristallographique. Lors de l'intégration de réflexion, une correction de Lorentz polarisation a été appliquée.

### **I-2-3-Résolution structurale:**

Les structures cristallines des composés synthétisés ont été résolues par les méthodes directes à l'aide des programmes SIR92 [11] et SHELXS-97[12].

Les différents paramètres structuraux, position atomiques, paramètres de déplacement isotropes et les occupations statiques des sites cristallographiques ont été affinés par la méthode des moindres carrés à l'aide du programme SHELXL97 [13].

Les positions des atomes d'hydrogène ont été déterminées par analyse des cartes Fourier différence puis calculées géométriquement par l'intermédiaire des programmes CALC-OH [14] et XHYDEX

[15]. Tous ces programmes ont été utilisés par l'intermédiaire de l'interface WinGX[16]. Les représentations structurales ont été réalisés à l'aide des programmes Diamond [17] et Ortep [18]. Les modèles structuraux obtenus ont été validés suivants les deux principaux facteurs d'accord ou de reliabilité pondéré et non pondéré R1 et wR2:

$$R1 = \frac{\sum ||F_o| - |F_c|}{\sum |F_o|}$$

$$wR2 = \left\{ \frac{\sum [w (F_o^2 - F_c^2)^2]}{\sum [w (F_o^2)^2]} \right\}^{1/2}$$

et une estimée de la variance (Godness of Fit)

$$G.O.F = S = \left\{ \frac{\sum [w (F_o^2 - F_c^2)^2]}{(Nobs - Nvar)} \right\}^{1/2}$$

### **I-3- Méthode de synthèse:**

#### ***I-3-1- Produits utilisés:***

Les produits utilisés comme précurseurs lors des différentes synthèses réalisées sont les suivants :

- \* Chlorure d'étain (II) hydraté:  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- \* Fluorure d'étain(II):  $\text{SnF}_2$
- \* 3-hydroxyméthylaniline
- \* 4-hydroxy-phényléthylamine
- \* 4-carboxyméthylaniline
- \* L-phénylalanine
- \* Acide hydrochlorique HCl 37%
- \* Acide fluorhydrique HF 65%

#### ***I-3-2- Synthèse par voie de chimie douce:***

Les composés hybrides étudiés dans ce travail ont été synthétisés par voie aqueuse. Cette méthode de synthèse a été utilisée pour la première fois par Georges Dénes [19]. Elle consiste à dissoudre du  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ou  $\text{SnF}_2$  dans un minimum d'eau bidistillée chaude et d'y ajouter la quantité d'amine nécessaire. La solution saturée obtenue est placée dans un bêcher (bêcher en Téflon pour éviter l'attaque du verre par le fluor). La solution est ensuite acidifiée par quelques gouttes d'acide hydrochlorique (fluorhydrique) afin d'éviter l'hydrolyse de l'étain. Enfin, on laisse la solution s'évaporer à température ambiante.

## **Bibliographie:**

- [1] arons, aronol B. (1965). Development of concepts of physics, Reading, Massachusetts; Addison - wesley.
- [2] Baker, George F, Rontgen Rays. (1899). New york: Harper and Brothers, pub.
- [3] Bowers. (1970). Brian. X-Rays and Their Discovery. London: Her Majesty's stationary office.
- [4] Crowther. (1969). J. G. A. Short History of science. London: Methuem E ducationnal ltd; pp151-161.
- [5] Glasser, otto "Wilhelm Conrad Rsntgen", classical Descriptions in radiology.(Andre J. Bruwe r, ed ), spring field, Illinois, charles C. Thomas. 1964. Shorter vention of this book.. pp. 23-46.
- [6] Jelsch. C, M. Teeter, V, Lamzin, V, Pichon - Pesme, R. H. Blessing and C. Lecomt .(2000). .Accurate. Protein Crystallography at ultra high resolution : Valence Electron distribution in crambin Proc. Nat. Acad. Sci. USA; 97, 3171-5176.
- [7] Morris, V, S. R. S. Z. Douter, K. S. Wilson and M. Teeter, J. (1999). Biol. Chem; 274; 20753-20755.
- [8] Enrico Giannini, Q'est Ce qu'un mondensée: enrico. Giannini@ Physics. Unige.ch.
- [9] Nonius (1998). Kappa Server Softwar. Nonius BV, Delft, The Netherlands.
- [10] Otwinowski, Z. & Miron, W. (1997) . Methods in Enzymology, Vol. 276, Macromolecular Crystallography, Part A, edited by C. W. Carter Jr & R. M. Sweet, pp. 307-326. Naw York: Academic Press,
- [11] Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C. & Guagliardi, A. (1993). J. Appl. Cryst. 26, 343-350.
- [12] Sheldrick, G. M. (2008). Acta Cryst. A 64, 112-122
- [13] G. M. Sheldrick, SHELXL-97: Programs for Crystal Structure Refinement. University of Göttingen. Göttingen (1997).
- [14] M. Nardelli, J. Appl. (1999). Cryst, 32, 563.
- [15] A. G. Orpen, XHYDEX: A Program for Locating Hydride in Metal complexes. School of Chemistry, University of Bristol, England. (1997)
- [16] L. J. Farrugia, J. Appl.Cryst.(1999). 32, 837.
- [17]Brandenburg, K, & Berndt, M. (2001). DIAMOND. Version 3.1e. Crystal Impact, Bonn, Germany.
- [18] Farrugia, L. J. (1997) J. Appl. Cryst. 30, 565.
- [19] G. Denes and K. Tam, J. Can. Ceram. (1988). Soc. 57, 39.

## CHAPITRE II

### SYNTHÈSE ET ÉTUDE STRUCTURALE DE DEUX NOUVEAUX COMPOSÉS



ET



## II-Introduction:

Au cours de notre investigation sur les composés hybrides sur le système  $MX_6$  et les matrices organiques à base d'azote (M: étain et X: Cl ou F), deux nouveaux composés hybrides à base d'alcool aminé ont été isolés.

Le premier composé est le bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannat(IV) a été préparé à partir de chlorure d'étain(II) deux fois hydraté et de l'amine (3-aminophenyl) méthanol. Ce composé de formule  $[\text{SnCl}_6] (\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO})_2$  cristallise dans le groupe d'espace  $P_{21/n}$ . Une recherche bibliographique sur le premier alcool aminé montre qu'il est utilisé comme un intermédiaire pour fabriquer des médicaments[1] et pour synthétiser le dérivé du  $\gamma$ -L - glutamyl-4-nitroanilide pour déterminer le GTP (gamma-glutamyl transpeptides) dans le sérum[2] et comme un produit de départ pour préparer un Heterocyclic Polymers[3].

Le deuxième composé étudié est le bis4-(hydroxy-phénylamonium) hexafluorostannate(VI) hydraté. L'étude cristallographique du composé nous a permis de mettre en évidence la très grande richesse de la liaison hydrogène dans ce système tridimensionnel d'interaction entre les cations, les anions et les molécules d'eau. Nous avons utilisé comme produit de départ le 4-(2-aminométhyl) phénol (la tyramine) et le  $\text{SnF}_2$ . La tyramine est un composé chimique organique de type monoamine. C'est un membre de la famille des phényléthylamines. Il peut être synthétisé à partir d'un acide aminé, la tyrosine, par décarboxylation. On la retrouve donc naturellement dans quelques nourritures humaines[4,5,6] (chocolat, banane, viande...), plantes [7], et animaux [8].



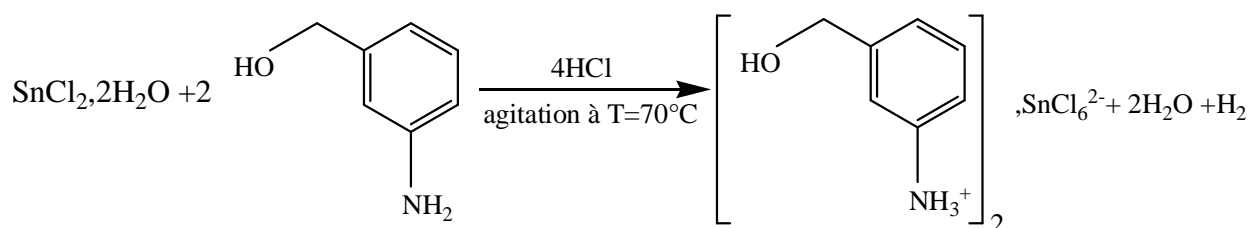
## II-1-Etude du composé Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannat(IV) :

### II-1-1-Partie expérimentale :

Le bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannat(IV) a été préparé à partir d'une quantité de chlorure d'étain deux fois hydraté dissoute dans l'eau distillée avec une quantité de la (3-aminophenyl) méthanol dans un milieu aqueux acidifié par l'acide hydrochlorique.

Après 27 jours d'évaporation lente à la température ambiante, des cristaux marron sous forme de blocs se sont formés.

Le schéma réactionnel de la synthèse est présenté ci-dessous.



### II-1-2-Etude cristallographique:

L'analyse de ce composé par la diffraction des rayons X nous a révélé que l'unité asymétrique est formée de deux entités cristallographiquement indépendantes: un complexe minéral et une entité organique. Ce composé cristallise dans le groupe d'espace  $P_{21/n}$  du système monoclinique et a pour formule générale  $\text{SnCl}_6 (\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO}_2)_2$ .

#### II-1-2-1-Enregistrement des intensités:

Les intensités diffractées ont été mesurées avec un diffractomètre Kappa CCD en utilisant un cristal de dimensions  $(0.46 \times 0.27 \times 0.18) \text{ mm}^3$  dans un domaine angulaire allant de  $3.36^\circ$  à  $27.4^\circ$  en  $\theta$ .

Les données cristallographiques et les conditions d'enregistrement sont consignées dans le tableau (II-1).

**Tableau II-1:** Données cristallographiques, conditions d'enregistrement et résultats de l'affinement de la structure.

Formule chimique	$[\text{SnCl}_6]^{2-}, 2(\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO})^+$
Masse molaire (g/mol)	289.86
Système cristallin	Monoclinique
Groupe d'espace, N°	$P_{21/n}$ , 14
a (Å)	7.4785 (11)
b (Å)	11.2959 (16)
c (Å)	12.6153 (18)
B (°)	105.989(5)
V (Å <sup>3</sup> )	1024.5 (3)
Z	4
d <sub>cal</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	1.879
Radiation	MoK $\alpha$
Longueur d'onde (Å)	0.71073
Facteur d'adsorption (mm <sup>-1</sup> )	2.041
F(000)	572
Température (k)	293(2)
Dimension du monocristal (mm <sup>3</sup> )	0.46×0.27×0.18
Forme	bloc
Couleur	marron

**Condition d'enregistrement :**

Diffractomètre	APEX2
Limites de $\theta$ (°)	3.36–27.4
Limites h, k, l	-9→ 5, -10→ 14, -14→ 16
Réflexions mesurées	5916
Réflexions indépendantes	2280
Réflexions $I > 2\sigma(I)$	2028

**Affinement : Affinement en F<sup>2</sup>**

R (%)	2.66
RW (%)	6.95
GOF	1.078
Nombre de paramètre	115

**II-1-2-2-Résolution et affinement de la structure:**

La structure cristalline de ce composé a été résolue par l'intermédiaire de l'interface WinGX [9] à l'aide du programme SIR92 [10] grâce auquel on a pu positionner tous les atomes de la structure (Sn, Cl, N, O, C).

Tous les atomes d'hydrogène ont été localisés à partir de calcul de cartes fourrier différence, au cours de l'affinement de la structure par la méthode des moindres carrés, à l'aide de SHELXL97[11], ensuite ils ont été placés par calcul géométrique (C-H=0.93 Å et N-H=0.89 Å) et leur facteur d'agitation thermique a été définie comme isotrope tel que:  $U_{iso}(H)=1.2U_{eq}(X)$ , X étant l'atome parent auquel est lié l'atome d'hydrogène.

En tenant compte des facteurs d'agitation thermique anisotropes des atomes non hydrogène et après plusieurs cycles d'affinement, nous avons obtenu les facteurs suivants:

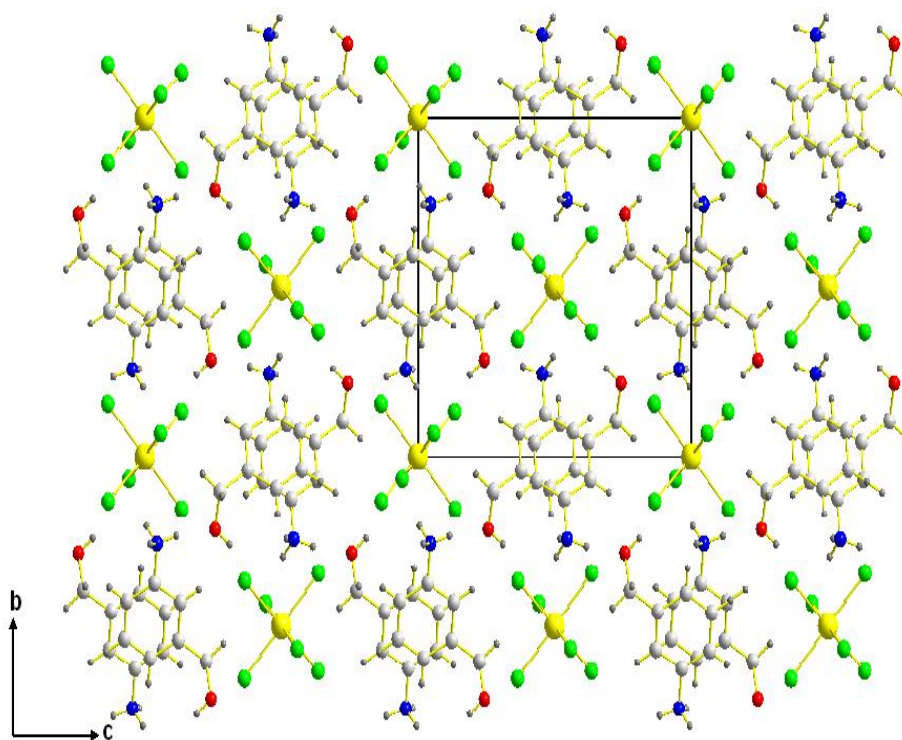
R = 2.66 % et  $R_w = 6.95$  % avec un GOF de 1.078.

Les coordonnées atomiques, les facteurs d'agitation thermique anisotropes, les distances inter atomique, les angles de liaisons et les angles de torsion sont consignés respectivement dans les tableaux 1, 2, 3,4 et 5 (Annexe I).

**II-1-3-Description de la structure:**

La structure de ce composé hybride est formée d'un réseau cationique et d'un réseau anionique. La cohésion dans le cristal est assurée par des liaisons hydrogène inter et intramoléculaires.

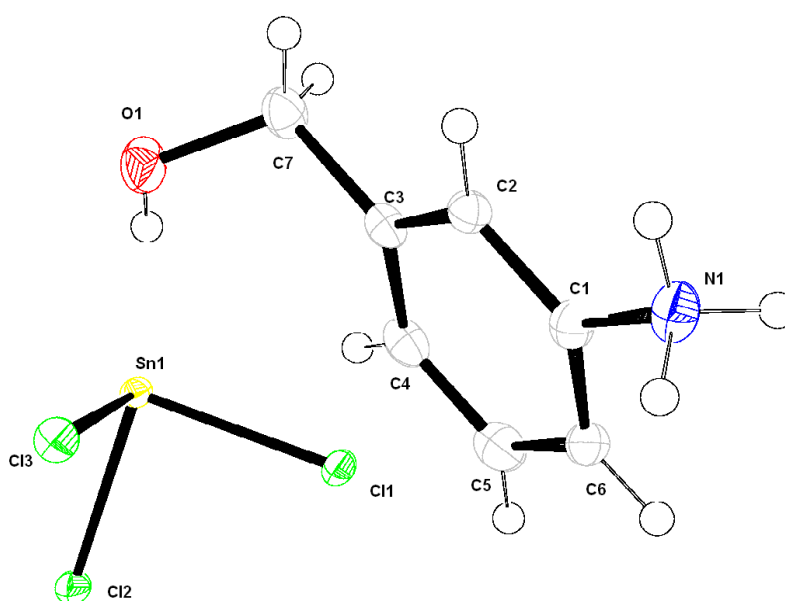
L'édifice cristallin peut être décrit comme une alternance de files d'anions et de cations qui forment des couches perpendiculaires à l'axe b. Les files anioniques se situent à (0,0) et (1/2,1/2); les files cationiques viennent s'insérer entre ces files et se placent à (0,1/2) et (1/2,0) (figures II-1).



**Figure (II-1):** Projection de la structure sur le plan (b, c)

### II-1-3-1-Unité asymétrique:

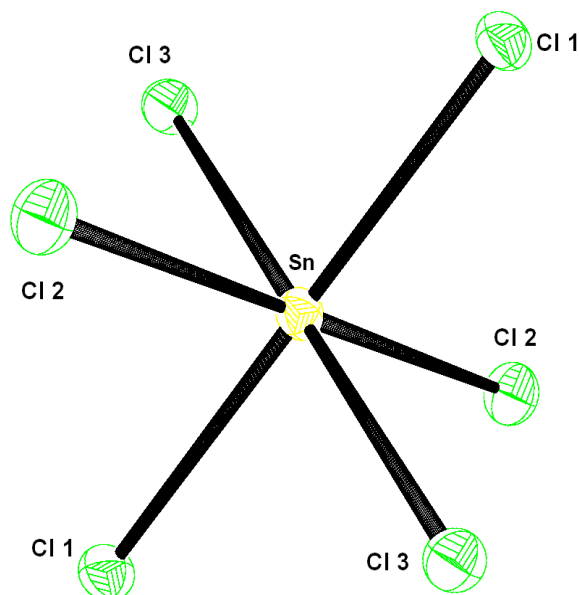
L'unité asymétrique de ce nouveau composé hybride est formée du (3-aminophenyl) méthanol et de la moitié de l'anion minéral (chlorure d'étain) (figure II-2)



**Figure (II-2):** Ortep de l'unité asymétrique du composé

### II-1-3-2-Partie anionique (haxachlorostannate):

La partie anionique est formée par le complexe minéral (haxachlorostannate). L'atome d'étain est en position spéciale 2a (centre de symétrie) du groupe d'espace  $P2_1/n$  (N°:14). La multiplicité de cette position étant de 0,5, ce qui engendre la totalité de l'octaèdre  $SnCl_6$  par symétrie (figure II-3). Les distances et angles de liaisons sont consignés en tableau II-2.



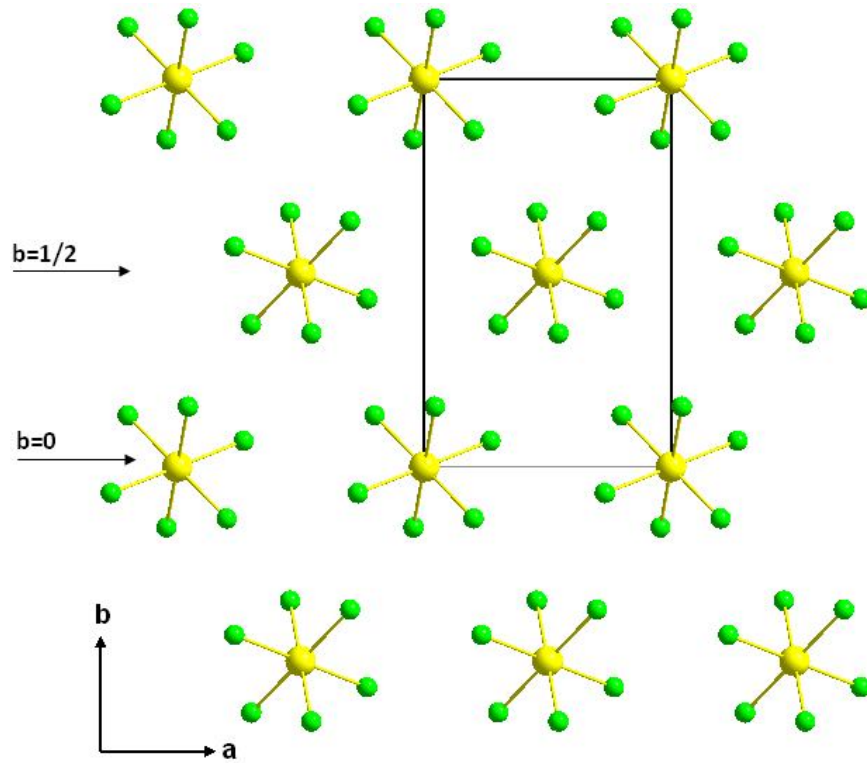
**Figure (II-3):** Environnement octaédrique de l'étain (IV)

**Tableau II-2 :** Distances et angles de liaisons autour de l'étain.

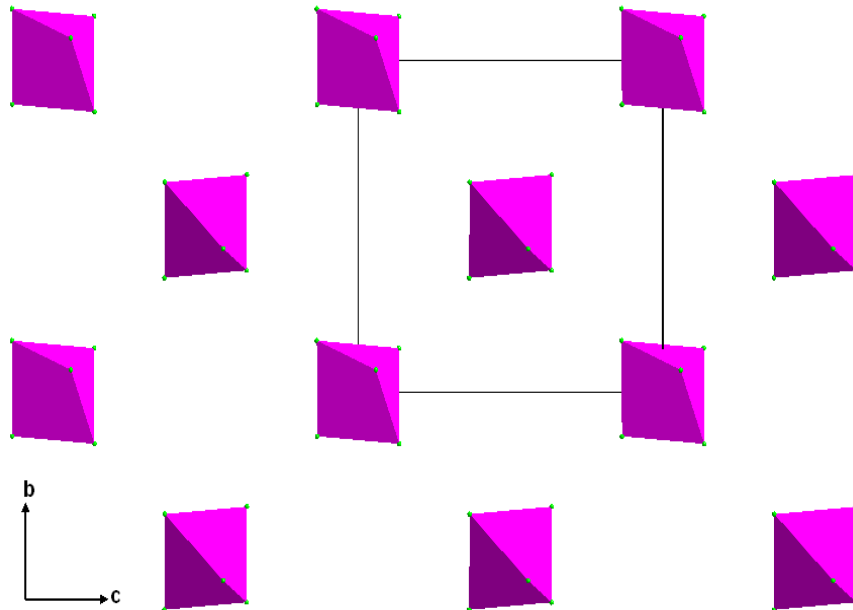
Atome 1	Atome 2	Distance Å	Atome 1	Atome 2	Atome 3	Angles °
Sn	Cl1	2.442(7)	Cl1	Sn	Cl2	91.13(2)
Sn	Cl2	2.409(6)	Cl1	Sn	Cl3	90.07(2)
Sn	Cl3	2.440(7)	Cl2	Sn	Cl3	91.35(2)

Dans la maille élémentaire, l'étain se trouve aux sommets (0, 0, 0) et au centre (1/2, 1/2, 1/2) de la maille (figure II-4).

Les octaèdres  $SnCl_6$  se développent en couches parallèles au plan (a, c) le long de l'axe b, à  $b = 0, 1/2$  (figures II-5 et II-6).

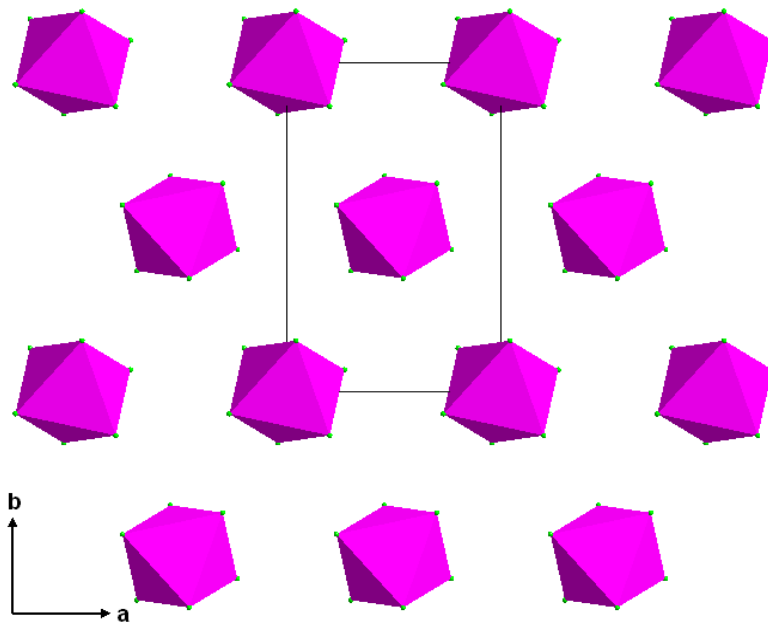


**Figure (II-4):** Projection de la partie anionique sur le plan (a, b)



**Figure (II-5):** Projection des octaèdres sur le plan (b, c)

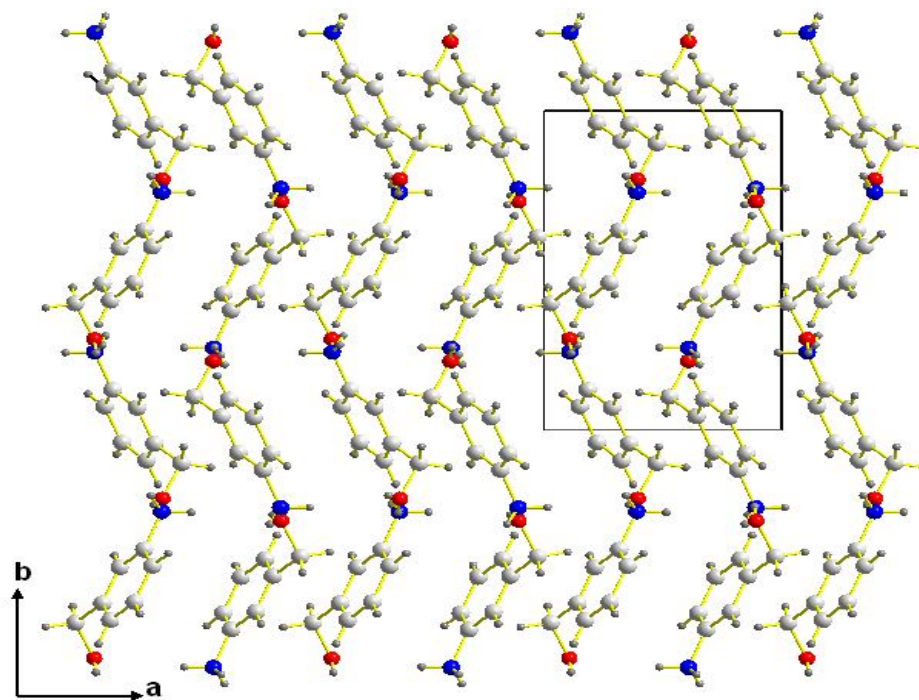
Les octaèdres  $\text{SnCl}_6$  sont isolés et possèdent des orientations différentes dans une même couche (ils sont inclinés vers la droite ou vers la gauche selon leur position dans la couche). Deux couches d'orientation différentes sont séparées d'une distance de  $1/2$  de  $b$ .



**Figure (II-6):** Projection des octaèdres sur le plan (a, b)

### II-1-3-3-Partie cationique:

La partie cationique est formée de couches organiques d'amine protonée. Ces couches se développent dans le réseau sous forme de doubles couches le long de l'axe a. Chaque couche se déploie en zigzag (figure II-7) le long de l'axe b.



**Figure (II-7):** Couches cationiques dans le plan (a, b)

## II-1-4-Les liaisons hydrogène:

Deux types de liaisons hydrogène ont été observés dans l'édifice cristallin de ce composé:

- Cation-cation
- Cation-anion

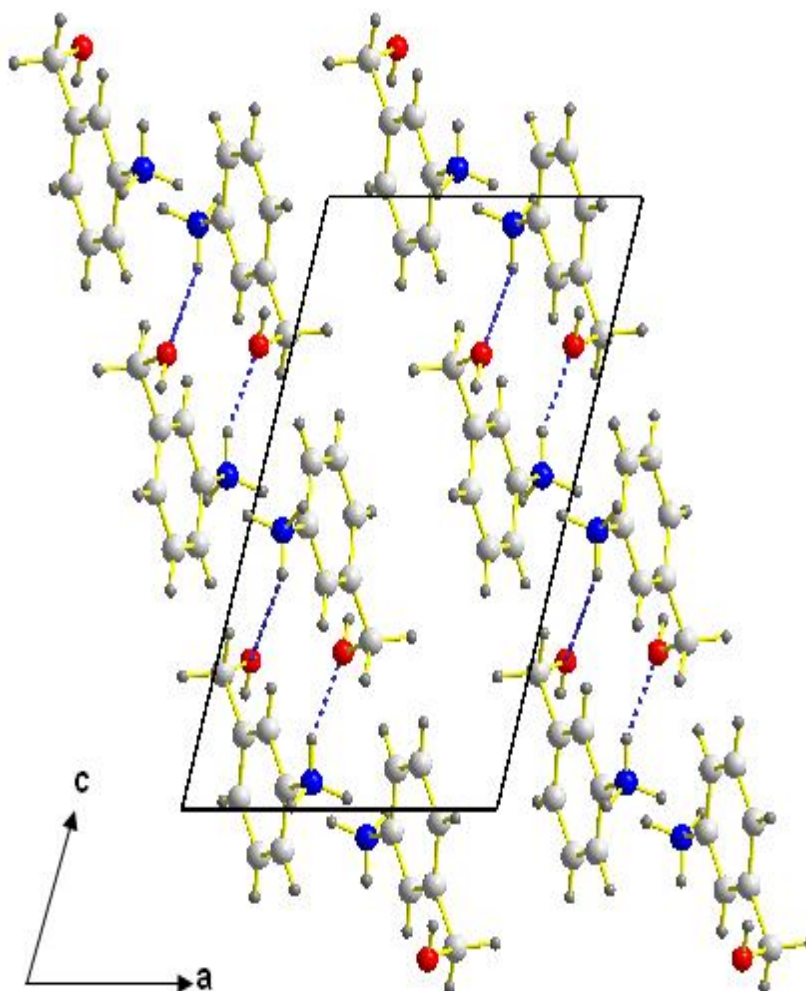
### II-1-4-1- Liaisons hydrogène cation-cation :

Une seule liaison intramoléculaire de type cation-cation a été trouvée dans cet édifice (figures II-8 et II-9). Le tableau II-3 donne la longueur de la liaison hydrogène.

**Tableau II-3:** liaison hydrogène intermoléculaire cation-cation

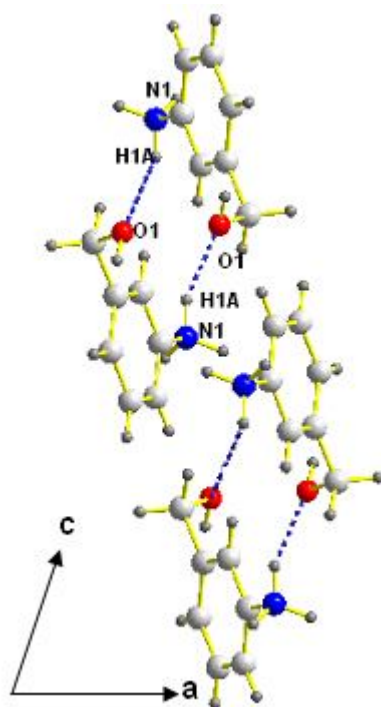
D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
N1-H1A...O1 <sup>(II)</sup>	0.89	1.89	2.72(3)	155

Code de symétrie: (II):  $1/2-x, 1/2+y, 3/2-z$



**Figure (II-8):** Liaisons hydrogène cation-cation





**Figure (II-9):** Interactions intermoléculaires cation-cation

#### II-1-4-2- Liaisons hydrogène cation-anion:

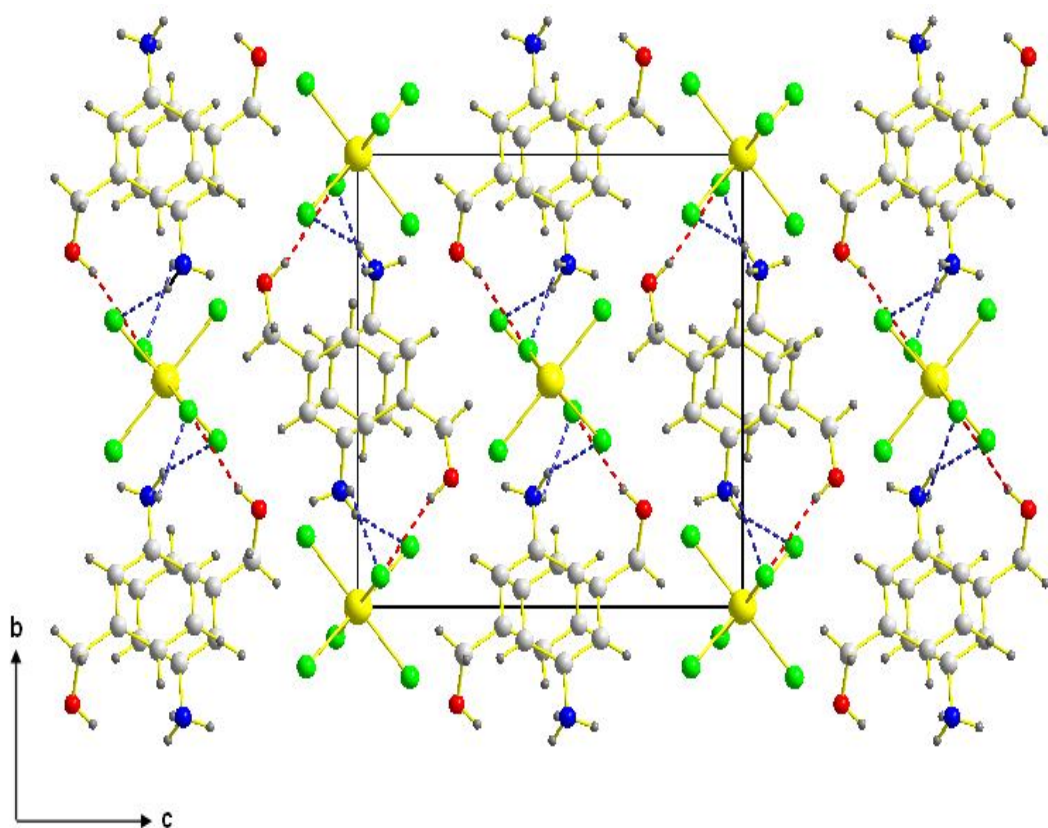
L'entité cationique s'engage avec le complexe  $\text{SnCl}_6$  avec des liaisons hydrogène de type cation-anion via  $\text{N-H}\dots\text{Cl}$  et  $\text{O-H}\dots\text{Cl}$  (figure II-10).

Le tableau II-4 résume les valeurs de ces interactions intermoléculaires et indique que ces dernières sont relativement faibles par rapport à la liaison cation-cation.

**Tableau II-4:** Liaisons hydrogène de type cation-anion

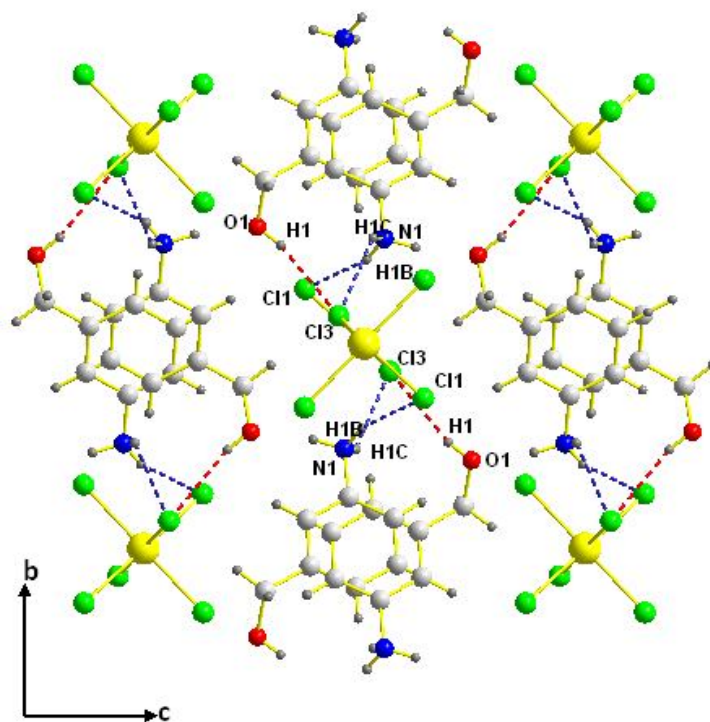
<b>D-H...A</b>	<b>D-H(Å)</b>	<b>H...A(Å)</b>	<b>D...A(Å)</b>	<b>D-H...A(°)</b>
$\text{N1-H1B}\dots\text{Cl1}^{(\text{III})}$	0.89	2.45	3.299(2)	159
$\text{N1-H1C}\dots\text{Cl3}^{(\text{IV})}$	0.89	2.71	3.301(2)	125
$\text{O1-H1}\dots\text{Cl3}^{(\text{I})}$	0.82	2.63	3.373(2)	152

Codes de symétrie: (I):  $1/2-x, y-1/2, 1/2-z$ ; (III):  $1/2-x, 1/2+y, 1/2-z$ ; (IV):  $x-1/2, 1/2-y, 1/2+z$



**Figure (II-10):** Liaisons hydrogène cation-anion

La figure II-11 montre l'engagement du complexe  $\text{SnCl}_6$  dans le réseau cristallin en tant qu'accepteur avec quatre molécules d'amine protonée avec les liaisons covalentes N–H et O–H.

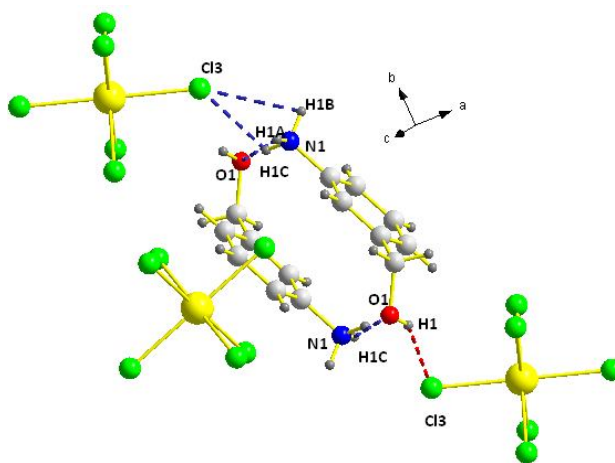


**Figure (II-11):** Environnement de l'anion par les liaisons hydrogène

## II-1-5- Analyse des entités:

### II-1-5-1- Analyse des cations:

Chaque cation engage cinq liaisons hydrogène dans le réseau: trois avec l'ion hexachlorostannate de type N–H...Cl et O–H...Cl et deux avec la molécule d'amine de type N–H...O (figure II-12).



**Figure (II-12):** Environnement du cation par les liaisons hydrogène

### II-1-5-2- Analyse des anions:

L'ion hexachlorostannate s'implique comme un accepteur par six liaisons hydrogène avec quatre cations (figure II-13).



**Figure (II-13):** Les liaisons hydrogène dans les anions

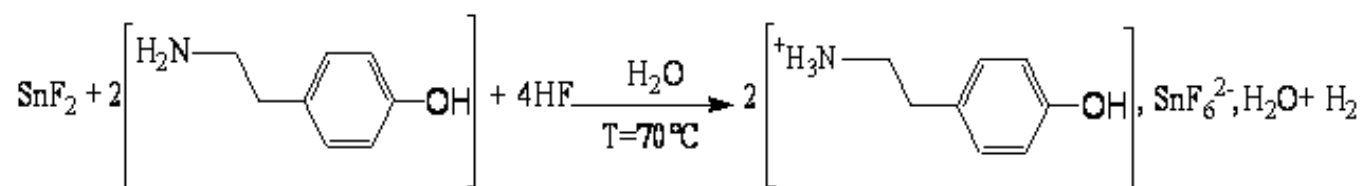
## II-2-Etude du composé Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(IV) hydraté:

### II-2-1- Partie expérimentale:

Ce composé a été obtenu par évaporation lente d'un mélange d'une quantité de fluorure d'étain(II)  $\text{SnF}_2$  dissout dans de l'eau distillée. On ajoute ensuite une quantité de 4-(2-aminoethyl) phénol et quelques gouttes de l'acide fluorhydrique.

Des cristaux sous forme de plaquettes d'une couleur marron se sont formés après deux mois de cristallisation. Ces cristaux ont été isolés sous un microscope optique pour la diffraction des rayons X.

Le composé a été synthétisé selon le schéma réactionnel suivant:



### II-2-2-Etude cristallographique:

L'unité asymétrique est constituée de deux cations organiques  $(\text{C}_8\text{H}_{12}\text{NO})^+$ , d'un anion minéral à base de fluorure d'étain et d'une molécule d'eau. Ces entités interagissent les unes avec les autres via des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires assurant la cohésion du cristal.

Le composé cristallise dans le groupe d'espace  $\text{P}_{21}/\text{C}$  du système monoclinique avec les paramètres de maille suivants:  $a = 7.5294(5) \text{ \AA}$ ,  $b = 23.3824(15) \text{ \AA}$ ,  $c = 11.5388(7) \text{ \AA}$  et  $\beta = 93.190(2)^\circ$

#### II-2-2-1- Enregistrement des intensités:

Les intensités diffractées par un monocristal de dimensions  $(0.53 \times 0.35 \times 0.06) \text{ mm}^3$  ont été mesurées sur un diffractomètre automatique à quatre cercles Kappa CCD. Utilisant la radiation monochromatique  $\text{K}_\alpha$  du Mo ( $\lambda \text{ MoK}_\alpha = 0.71073 \text{ \AA}$ ), dans un domaine angulaire allant de  $3.16^\circ$  à  $27.48^\circ$  en  $\theta$ .

Les conditions d'enregistrement et les données cristallographiques sont consignées dans le tableau II-5.

**Tableau II-5:** Données cristallographiques, conditions d'enregistrement et résultats de l'affinement de la structure.

Formule chimique	$[\text{SnF}_6]^{2-} \cdot 2(\text{C}_8\text{H}_{12}\text{NO})^+, \text{H}_2\text{O}$ .
Masse molaire (g/mol)	527.08
Système cristallin	Monoclinique
Groupe d'espace, $N^\circ$	$P_{21/c}$ , 14
a (Å)	7.5294 (5)
b (Å)	23.3824 (15)
c (Å)	11.5388 (7)
$\beta$ ( $^\circ$ )	93.190 (2)
V (Å <sup>3</sup> )	2028.3 (2)
Z	4
$d_{\text{cal}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1.726
Radiation	MoK $\alpha$
Longueur d'onde (Å)	0.71073
Facteur d'adsorption (mm <sup>-1</sup> )	1.332
F(000)	1056
Température (k)	293 (2)
Dimension du monocristal (mm <sup>3</sup> )	0.53×0.35×0.06
Forme	plaquettes
Couleur	marron

**Condition d'enregistrement:**

Diffractomètre	APEX2
Limites de $\theta$ ( $^\circ$ )	3.16–27.48
Limites h, k, l	-9→ 9, -30→ 30, -14→ 14
Réflexions mesurées	27959
Réflexions indépendantes	4639
Réflexions $I > 2\sigma(I)$	4358

**Affinement : Affinement en  $F^2$** 

R (%)	3.05
RW (%)	6.38
GOF	1.209
Nombre de paramètre	259

**II-2-2-2- Résolution et affinement de la structure:**

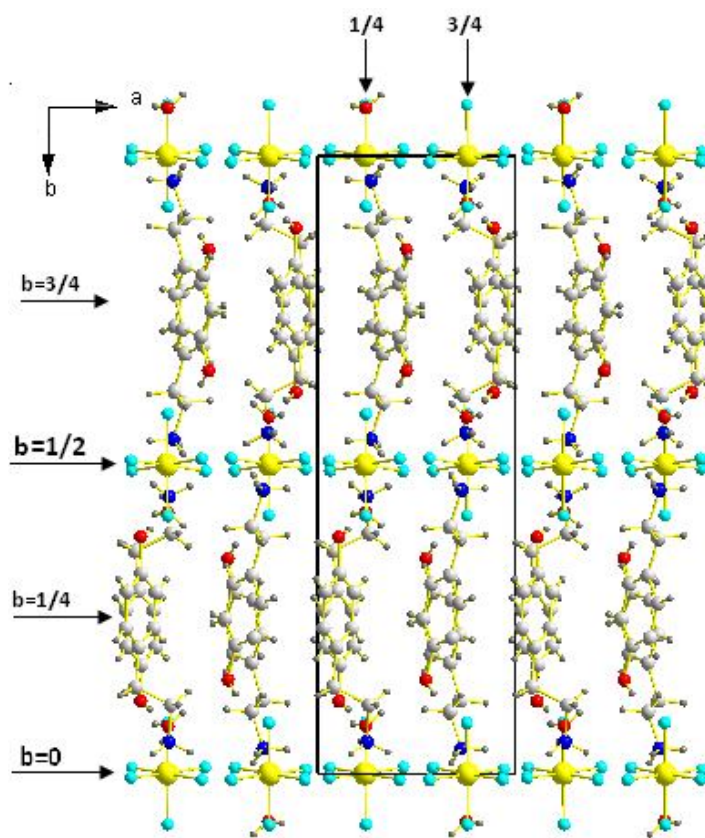
Le modèle structural complet a été obtenu par les méthodes directes à l'aide du programme Sir92, conduisant à un facteur de réalisabilité  $R = 3.05\%$  en utilisant 4639 réflexions indépendantes et 259 paramètres. Les positions atomiques ont été introduites dans le programme SHELXL-97 et affinées par la méthode des moindres carrés.

Tous les atomes d'hydrogène ont été localisés dans les cartes de Fourier différence. Les hydrogènes des molécules d'eau ont été affinés par la méthode des moindres carrés en fixant leurs facteurs d'agitation thermique à 0.05. Pour le reste des hydrogène on les a placés par calcul géométrique avec ( $C-H = 0.93\text{\AA}$   $N-H = 0.89\text{\AA}$  et  $O-H = 0.82\text{\AA}$ ) tandis que leurs facteurs d'agitation thermique a été définie comme isotrope ( $U_{iso}(H) = 1.2U_{eq}(C)$  et  $1.5U_{eq}(N, O)$ ). C, N et O sont les atomes parents auxquels est lié l'atome d'hydrogène.

Les coordonnées atomiques, les facteurs d'agitation thermique anisotropes, les distances inter atomique, les angles de liaisons et les angles de torsion sont consignés respectivement dans les tableaux 1, 2,3 et 4 (Annexe).

**II-2-3- Description de la structure:**

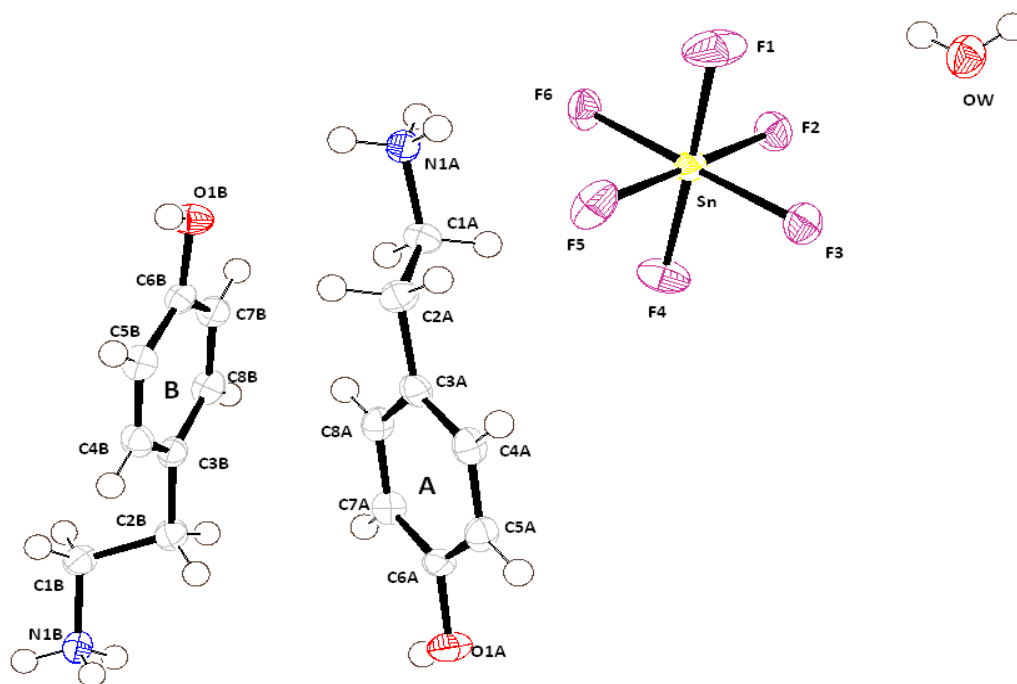
La structure du Bis 4-(2-amoniuméthyl) phénol hexafluorostannate(IV) hydraté peut être décrite comme une alternance de couches anioniques à ( $b=0$  et  $b=1/2$ ) et de couches cationiques à ( $b=1/4$  et  $b=3/4$ ) parallèlement au plan (a,c). Les molécules d'eau se trouvent entre ces couches à ( $a=1/4$  et  $a=3/4$ ) (figure II-14).



**Figure (II-14):** Projection de la structure sur le plan (a,b)

### II-2-3-1- Unité asymétrique:

L'unité asymétrique du Bis 4-(2-amoniométyl)phénol hexafluorostannate(IV) hydraté est formée d'un anion minéral, de deux matrices organiques et d'une molécule d'eau comme le montre le schéma en figure II-15.

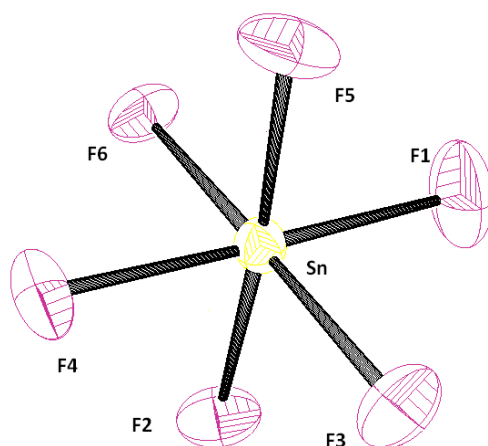


**Figure (II-15):** Ortep de l'unité asymétrique du composé

### II-2-3-2-Partie anionique (hexafluorostannate):

La partie anionique de ce composé est formée par le complexe minéral  $\text{SnF}_6$  (hexafluorostannate). L'atome d'étain occupe une position générale du groupe d'espace  $P_{21/c}$  contrairement à l'étain dans  $\text{SnCl}_6$  (composé étudié précédemment où il occupe des positions spéciales). Il est entouré par six atomes de fluor en position générale formant ainsi un octaèdre légèrement déformé (figure II-16).

Les distances et les angles de liaisons sont consignés dans le tableau II-6.



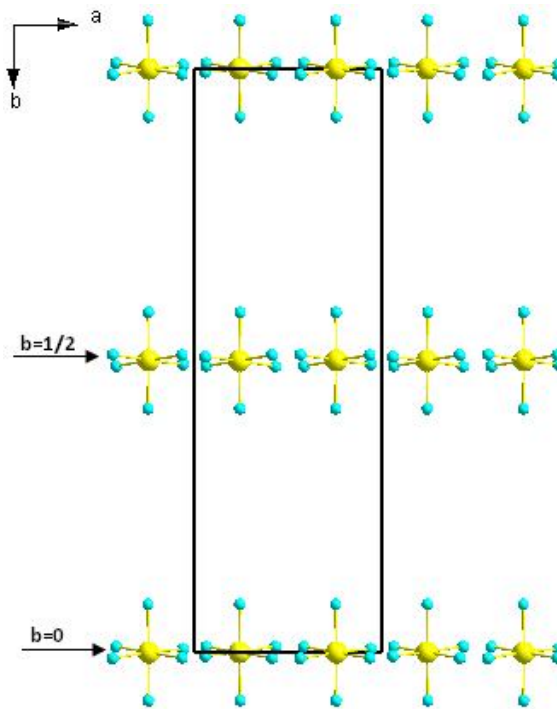
**Figure (II-16):** Environnement octaédrique de l'étain (IV)

**Tableau II-6:** Les distances et les angles de liaisons de l'environnement de l'étain.

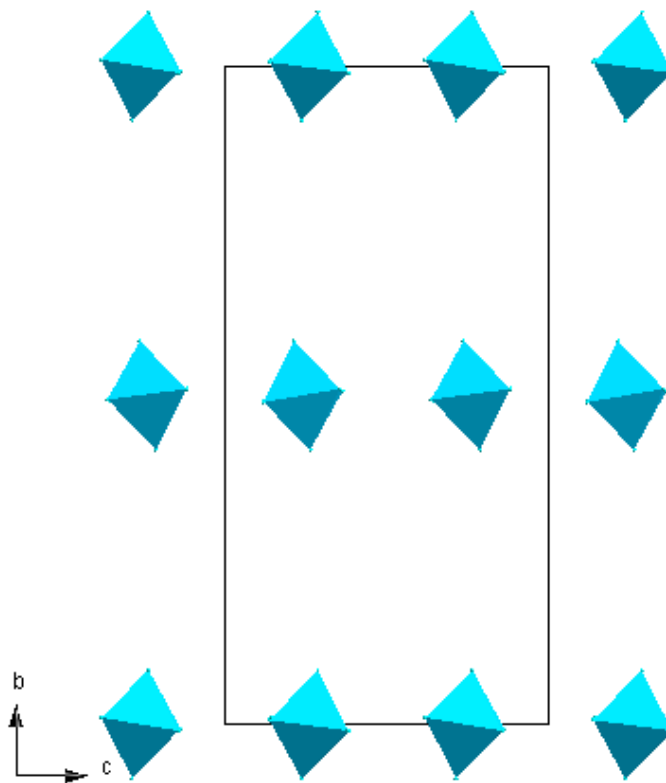
Atome 1	Atome 2	Distance(Å)	Atome 1	Atome 2	Atome 3	Angle(°)
Sn1	F1	1.9495(2)	F1	Sn1	F2	91.6(1)
Sn1	F2	1.955(2)	F1	Sn1	F3	91.3(1)
Sn1	F3	1.953(2)	F1	Sn1	F5	91.0(1)
Sn1	F4	1.953(2)	F1	Sn1	F6	88.4(1)
Sn1	F5	1.950(2)	F4	Sn1	F2	88.3(1)
Sn1	F6	1.972(2)	F4	Sn1	F3	90.8(1)
			F4	Sn1	F5	88.9(1)
			F4	Sn1	F6	89.5(1)



Dans la maille élémentaire, on retrouve l'étain le long de l'axe  $a$  à ( $a=1/4$  et  $a=3/4$ ). Ces octaèdres forment des couches parallèles au plan  $(a,c)$ . Ces couches sont distantes de  $1/2$  de  $b$  (figure II-17). Ces couches de polyèdres sont également représentées en figure II-18.



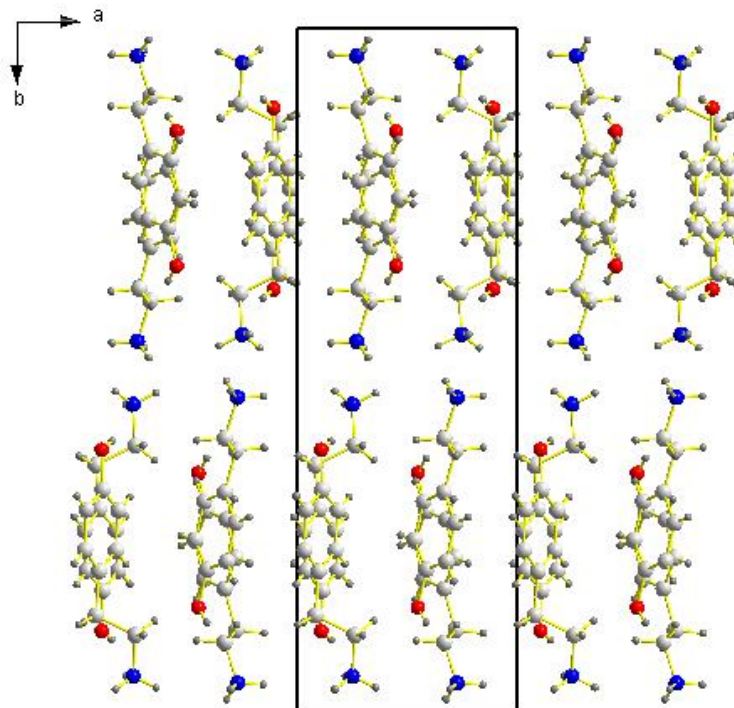
**Figure (II-17):** Projection de la partie anionique sur le plan  $(a, b)$



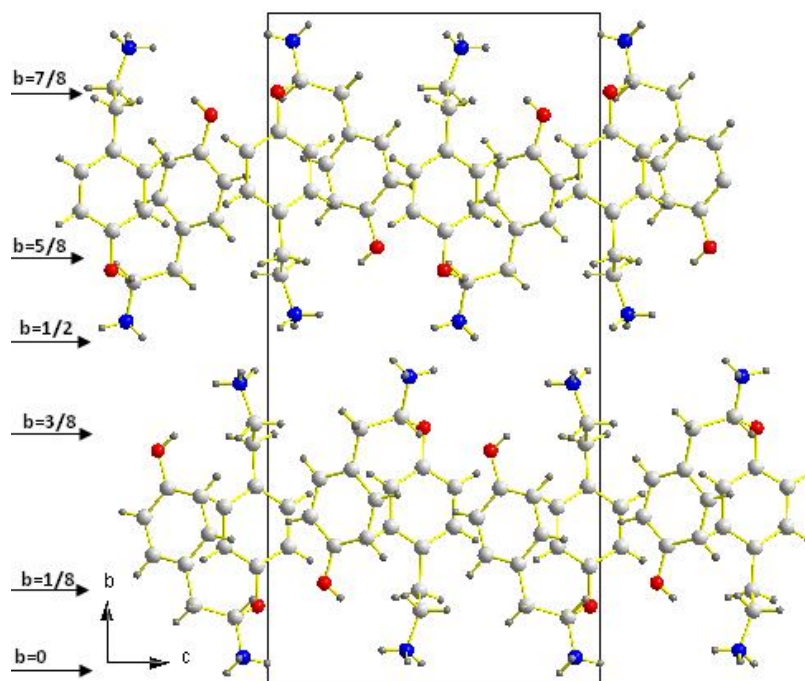
**Figure (II-18):** Projection des octaèdres sur le plan  $(b, c)$

### II-2-3-3- Partie cationique:

La partie cationique est formée de couches organiques d'amine protonée. Ces couches se trouvent à  $b=1/4$  et  $b=3/4$  (figure II-19). La projection sur le plan (b,c) montre clairement la disposition des fonction amine protonée à  $b=0$  et  $b=1/2$  et les fonctions phénol à  $b=1/8, 3/8, 5/8$  et  $7/8$  (figure II-20).



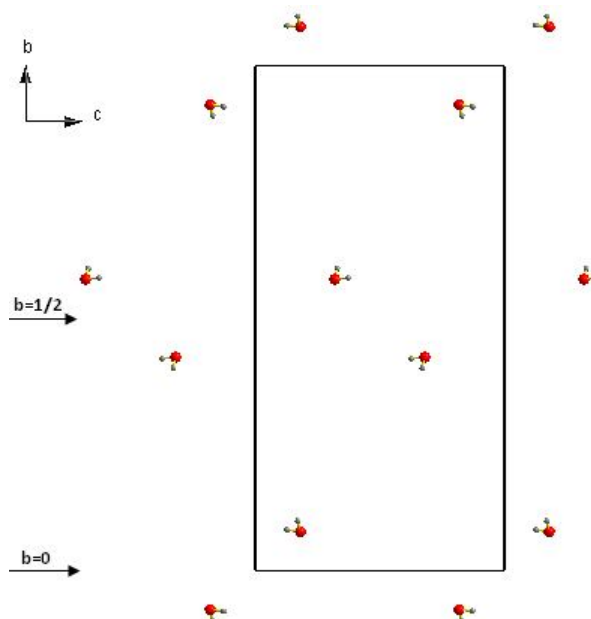
**Figure (II-19):** Projection de la partie cationique sur le plan (a,b)



**Figure (II-20):** Projection de la partie cationique sur le plan (b,c)

### II-2-3-4-Les molécules d'eau:

Les molécules d'eau se déploient deux à deux sur des double files à  $b=0$  et  $b=1/2$  (figure II-21).



**Figure (II-21):** Projection des molécules d'eau sur le plan (b,c)

### II-2-4- Les liaisons hydrogène:

Quatre type de liaisons hydrogène ont été observés dans l'édifice cristallin de ce composé:

- cation-anion
- cation-eau
- eau-cation
- eau-anion

#### II-2-4-1- Liaisons cation-anion:

Le complexe minérale se trouve entre les cations et engagé avec dix interaction, de type O-H...F, N-H...F et C-H...F (figure II-22). Ces liaisons hydrogène assurent la cohésion du cristal.

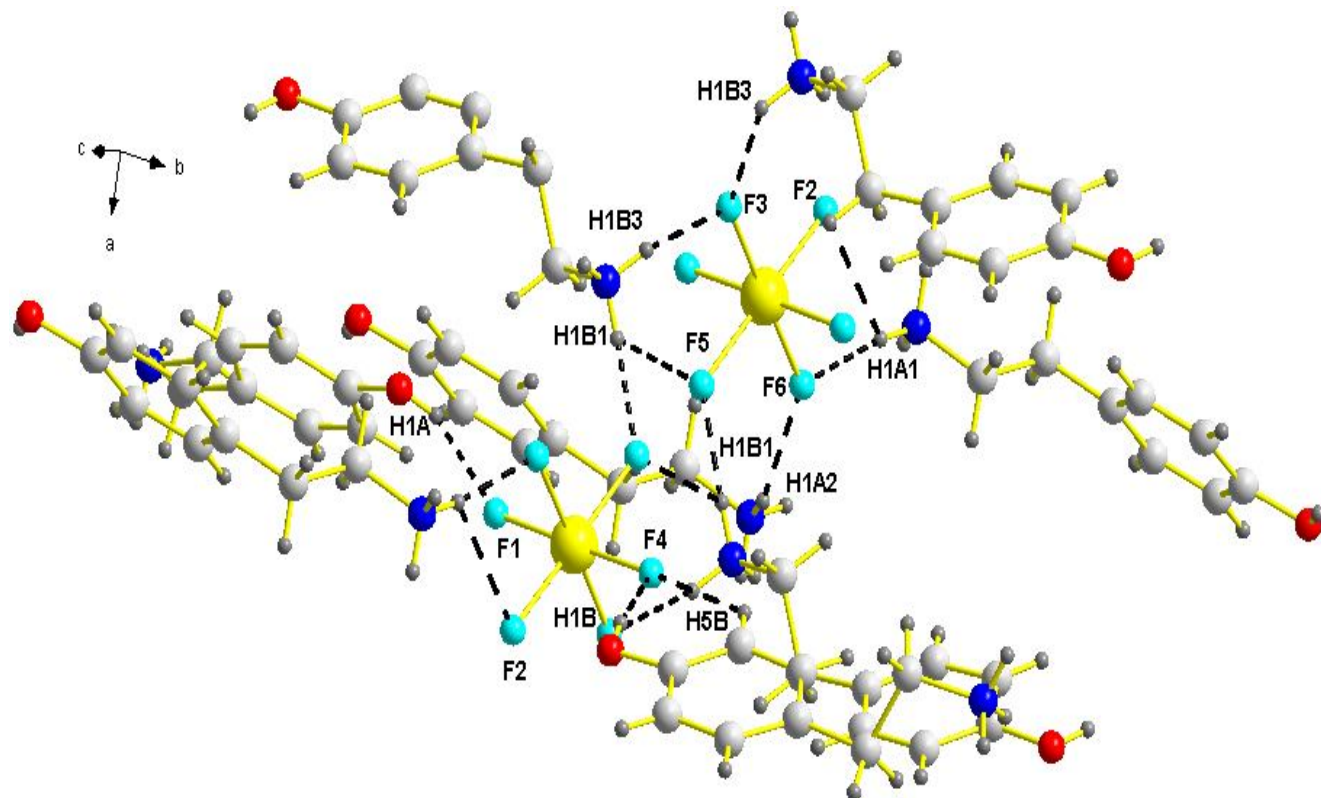
Le tableau II-7 représente les longueurs des liaisons hydrogène

**Tableau II-7 :** liaisons hydrogène cation-anion

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
O1A-H1A...F1 <sup>(I)</sup>	0.82	1.88	2.654(3)	157
O1B-H1B...F4 <sup>(II)</sup>	0.82	1.84	2.659(3)	173
N1A-H1A1...F6 <sup>(IV)</sup>	0.89	1.91	2.790(3)	169
N1A-H1A2...F6 <sup>(III)</sup>	0.89	2.09	2.790(3)	135
N1A-H1A3...F2 <sup>(VI)</sup>	0.89	1.98	2.787(3)	149
N1B-H1B1...F5	0.89	2.45	2.920(3)	113
N1B-H1B1...F5 <sup>(I)</sup>	0.89	1.92	2.785(3)	163

N1B-H1B3...F3	0.89	2.03	2.838(3)	151
N1B-H1B3...F3 <sup>(III)</sup>	0.89	2.27	2.819(3)	120
C5B-H5B...F4 <sup>(II)</sup>	0.93	2.48	3.155(3)	130

Codes de symétrie: (I): 1-x, -y, 1-z; (II) x, 1/2-y, z-1/2; (III) 2-x, -y, 1-z; (IV) 1-x, 1/2+y, 3/2-z; (VI) x-1, 1/2-y, z-1/2



**Figure (II-22):** Liaisons hydrogène cation-anion

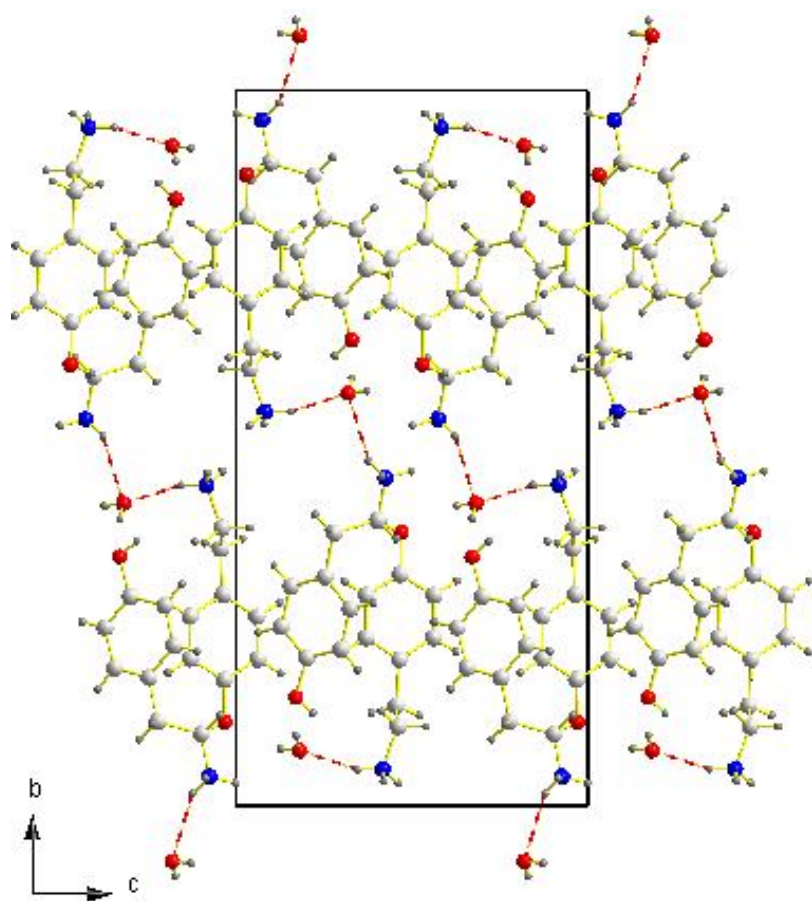
#### II-2-4-2- Liaisons cation-eau:

Deux interactions de type cation-eau ont été observées dans cette structure (figures II-23 et II-24)  
Les valeurs de ces interactions ainsi que les angles de liaisons sont consignées dans le tableau II-8

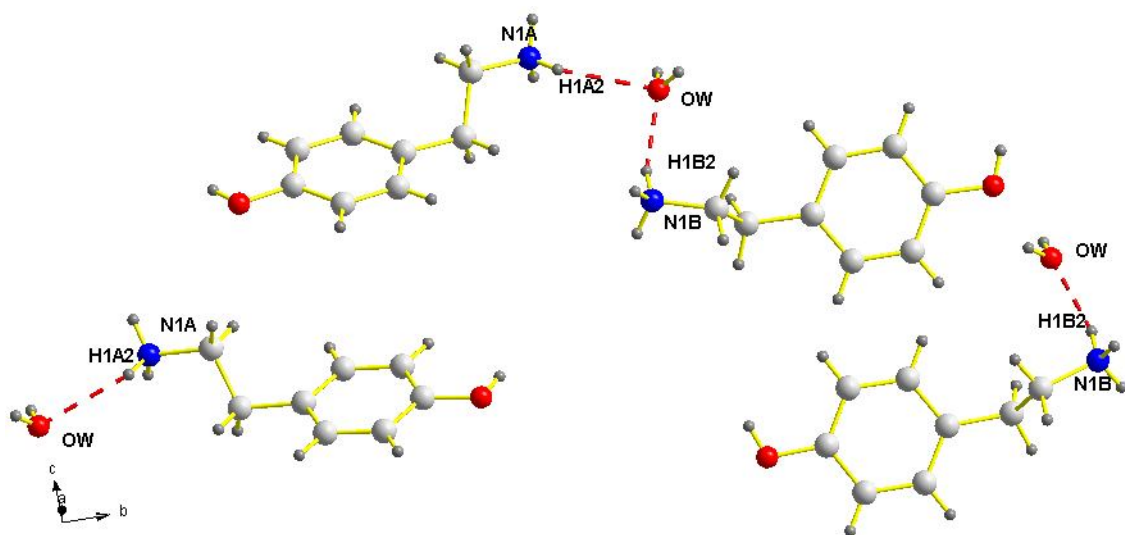
**Tableau II-8:** Interactions cation-eau

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
N1A-H1A2...OW <sup>(V)</sup>	0.89	2.37	3.028(3)	131
N1B-H1B2...OW	0.89	1.98	2.796(3)	152

Code de symétrie : (V): 1-x, 1/2+y, 1/2-z



**Figure (II-23):** Liaisons hydrogène cation-eau dans le réseau



**Figure (II-24):** Liaisons hydrogène cation-eau

### II-2-4-3- Liaisons eau-cation:

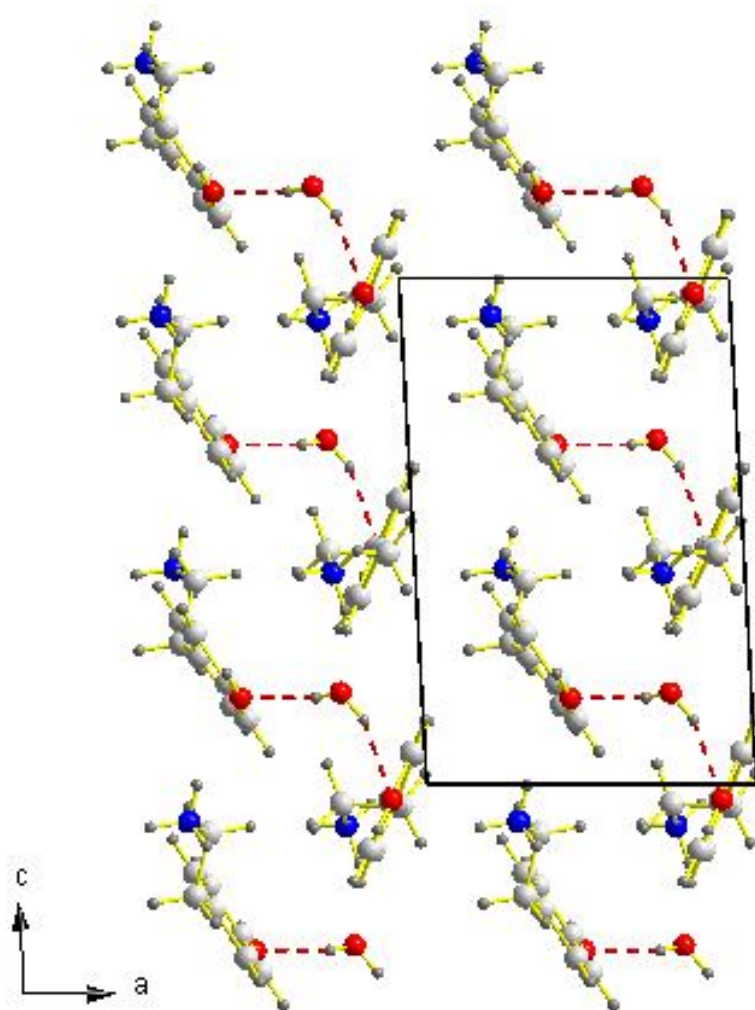
Les molécules d'eau forment des liaisons hydrogène avec les cations. Ces interactions sont plus fortes que celles engagées avec le complexe  $\text{SnF}_6$  (figure II-25, II-26).

Le tableau II-9 donne les longueurs de liaisons hydrogène eau-cation.

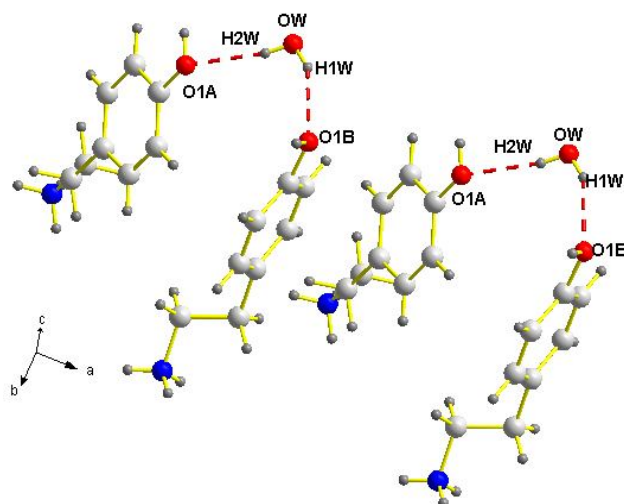
**Tableau II-9:** liaisons hydrogène eau-cation

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
OW-H1W...O1B <sup>(II)</sup>	0.82(5)	2.11(4)	2.86(3)	152(4)
OW-H2W...O1A	0.76(5)	2.12(4)	2.86(3)	170(5)

Code de symétrie: (II) x, 1/2-y, 1-z



**Figure (II-25):** Projection des liaisons hydrogène eau-cation sur le plan (a,c)



**Figure (II-26):** Liaisons hydrogène eau-cation

#### II-2-4-4- Liaisons eau-anion:

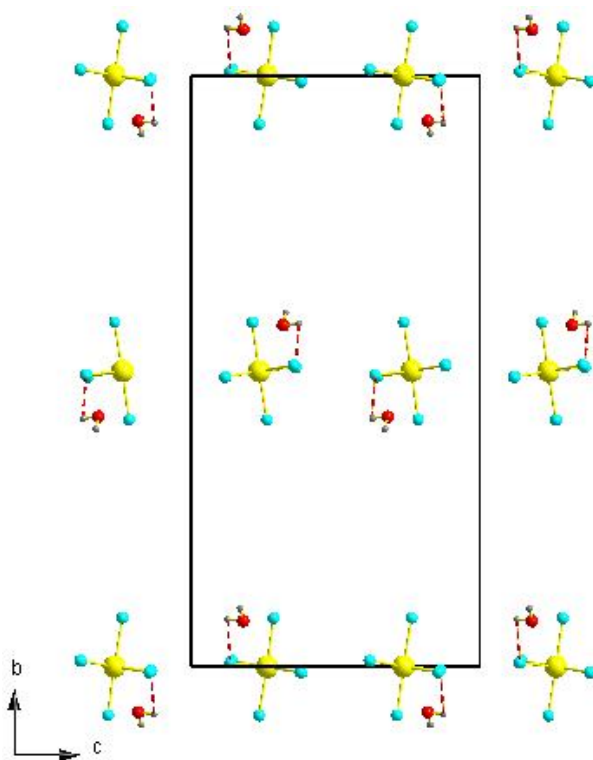
Une seule liaison de type eau-anion a été trouvée dans cet édifice cristallin de type O-H...F (figure II-27, II-28).

Le tableau II-10 donne la longueur de la liaison hydrogène.

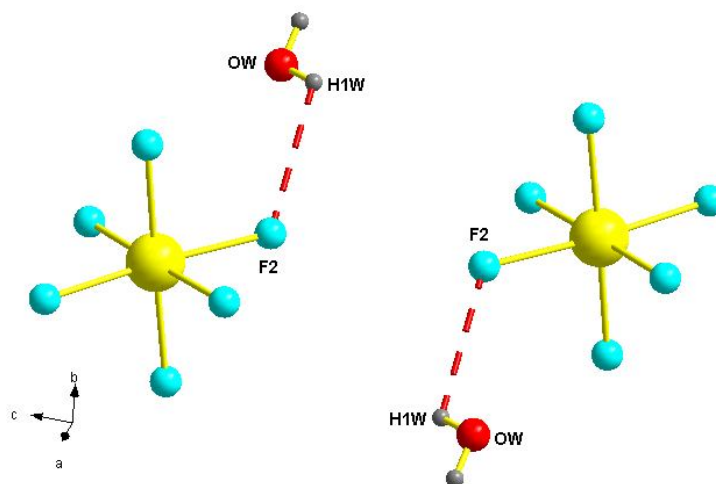
**Tableau II-10:** Liaison hydrogène de type eau-anion

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
OW-H1W...F2 <sup>(III)</sup>	0.82(5)	2.50(4)	2.901(3)	112(3)

Code de symétrie: (III) 2-x, -y, 1-z



**Figure (II-27):** Liaisons hydrogène eau-anion sur le plan (b,c)

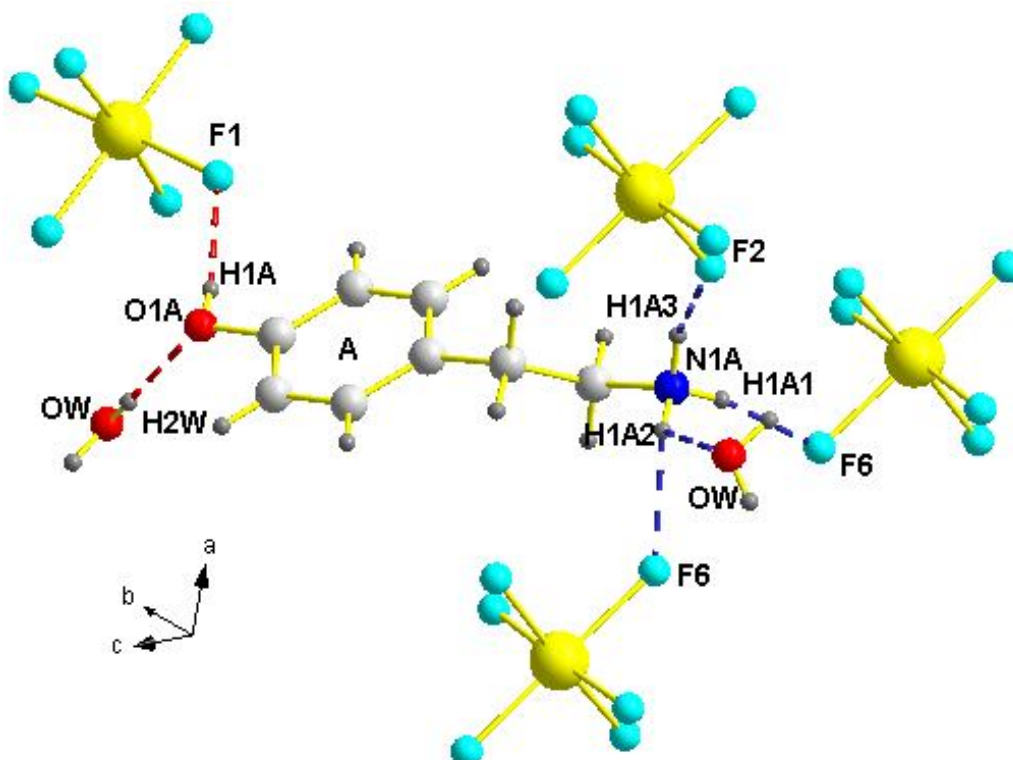


**Figure (II-28):** Liaisons hydrogène eau-anion

## II-2-5- Analyse des entités:

### II-2-5-1- Analyse des cations:

Chaque entité A engage six liaisons hydrogène dans le réseau, quatre avec quatre anions de type N-H...F et O-H...F, et deux avec deux molécules d'eau de type N-H...O et O-H...O (figure II-29).



**Figure II-29:** Liaisons hydrogène dans les cations (entité A).



L'entité B engage huit liaisons hydrogène, six liaisons avec quatre anions et deux liaisons avec deux molécules d'eau (figure II-30).

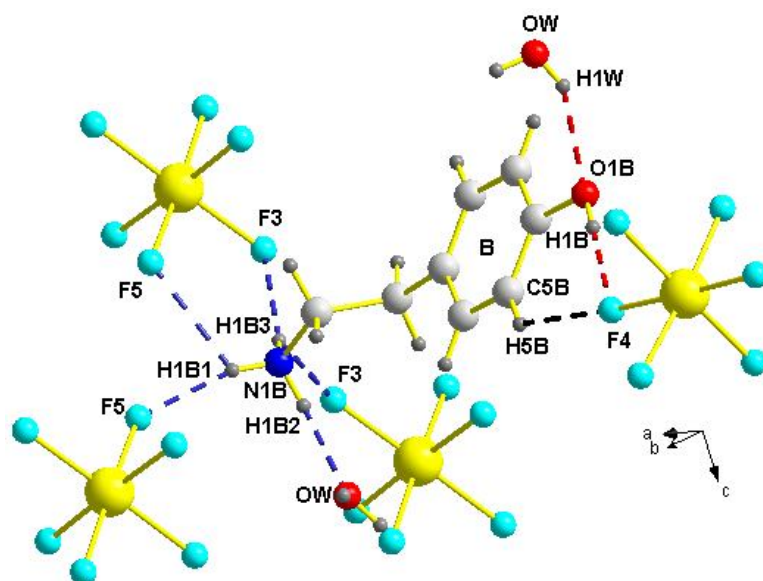


Figure II-30: Liaisons hydrogène dans les cations (entité B).

#### II-2-5-2- Analyse des anions:

L'ion hexafluorostannate s'implique comme un accepteur par onze liaisons hydrogène, dix avec huit cations et une liaison avec la molécule d'eau (figure II-30).

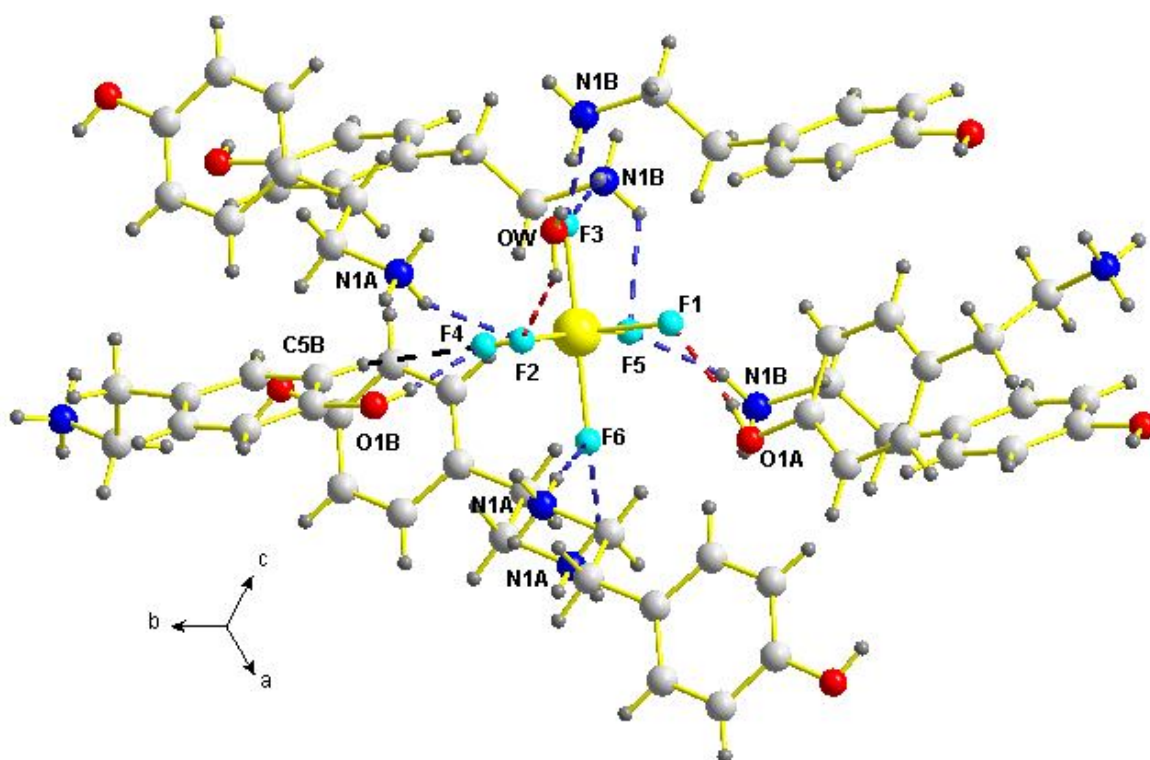
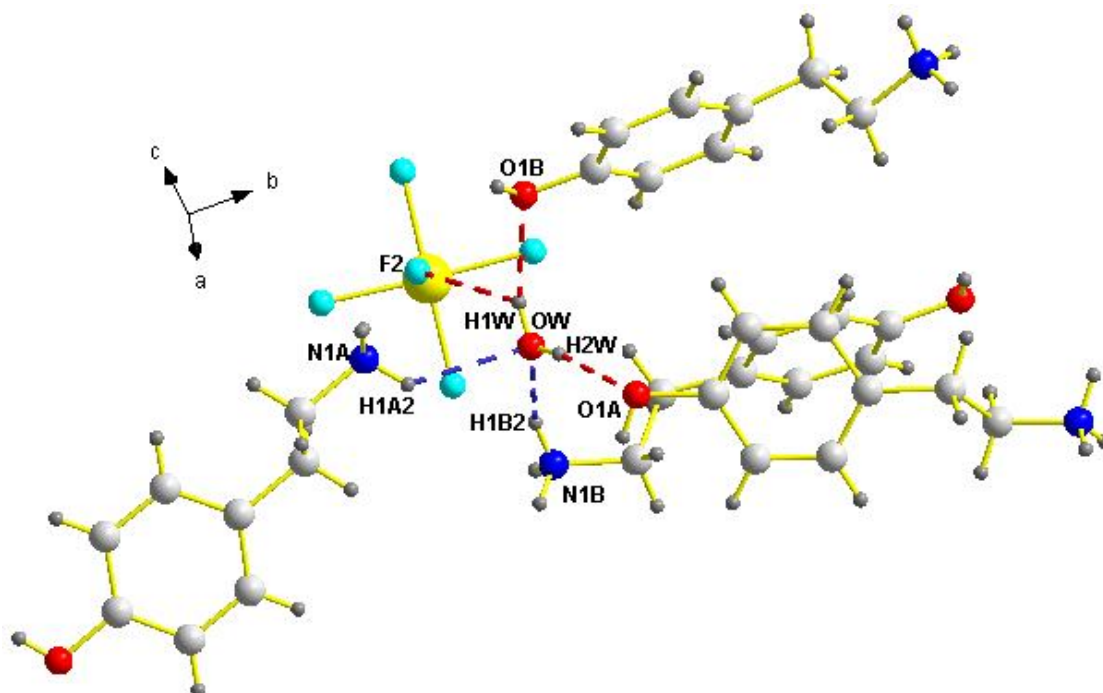


Figure II-30: Liaisons hydrogène dans les anions.

### II-2-5-3- Analyse des molécules d'eau:

L'oxygène de la molécule d'eau engage trois liaisons hydrogène en tant que donneur avec deux cations et un anion, et avec deux cations comme accepteur (figure II-31).



**Figure II-31:** Les liaisons hydrogène dans l'eau

### CONCLUSION:

Ce chapitre rassemble les résultats obtenus lors de la synthèse et de l'étude structurale de deux composés hybrides.

Le premier composé est le Bis 3hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV) de formule  $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ ,  $2(\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO})^+$ . Il cristallise dans le système monoclinique avec le groupe d'espace  $\text{P}_{21/n}$  (N°14). La structure est formée d'un octaèdre  $\text{SnCl}_6$  et d'une matrice organique (3-ammoniumphényl) méthanol. Ces deux entités se déploient dans le réseau cristallin sous forme de couches alternées le long de l'axe b. La structure est stabilisée par des liaisons hydrogène cation-cation de type  $\text{N-H}\dots\text{O}$  et des liaisons cation-anion de type  $\text{N-H}\dots\text{Cl}$  et  $\text{O-H}\dots\text{Cl}$ .

Le deuxième composé est le Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(VI) hydraté. Ce composé possède deux entités organiques, un complexe minéral et une molécule d'eau. Il cristallise dans le groupe d'espace  $\text{P}_{21/c}$  (N°14) du système monoclinique. La détermination structurale nous a permis de mettre en évidence la présence de couches cationiques qui se développent le long de l'axe b et alternées par des couches d'octaèdres  $\text{SnF}_6$ . Les molécules d'eau viennent s'insérer entre ces couches.

## **Bibliographie**

[1] Wiképédia

[2] wikipedia

[3] Zhiyong Liang, Zhixin Yang, Shajing Sun, Bo Wu, and Larry R. Dalton. 1996). Chem. Mater. 8, 2681-2685.

[4] Anon. (1989). Foods interacting with MAOI inhibitors. Med Lett Drug Ther; 31:11-12.

[5] McCabe BJ. (1986). Dietary tyramine and other pressor amines in MAOI regimens: a review. J Am . Diet Assoc; 86:1059-1064.

[6] Da Prada M, Zurcher G, Wuthrich I et al. (1988). On tyramine, food, beverages and the Reversible MAO inhibitor moclobemide. J Neural Transm; 26(Suppl):31-56.

[7] Sqngkyu Pqrk , Kiyoo Kqng , Yong soom Kim , Kyong Whan Back. (2009). 31,911- 915.

[8] R .P. Ahlquist, The Adrenergic Receptor, J.( 1966). Pharmac.55,359 .

[9] L . J . Farrugia , J . (1999) Appl .Cryst . , 32, 8.

[10] A . Altomare , G . Cascarano , C . Giacobazzo , A . Guagliardi , M . C . Burla , G . Polidori et M . Camalli , J. (1994). Appl . Cryst , 27, 435.

[11] G . M . Sheldrick , SHELXL-97 : Programs for Crystal Solution . University of Göttingen , Göttingen(1997)

# CHAPITRE III

## SYNTHÈSE ET ÉTUDE STRUCTURALE DE DEUX COMPOSÉS



ET



### III- Introduction:

Deux composés sont étudiés dans ce chapitre: le premier est original mais le deuxième fait l'objet d'une redétermination structurale.

La première partie de ce chapitre portera sur la synthèse et l'étude structurale d'un nouveau composé, le 4-carboxylméthylanilinium chloride. Ce composé est préparé à partir d'un acide aminé: qui est le 2-(4-aminophényl) éthanoïque acide. Ce dernier est utilisé pour la préparation de quelques composés médicaux [1] antimicrobiens [2] et anti inflammation [3].

Le deuxième composé est le L-phénylalaninium chloride. Ce composé a déjà été étudié en 1975 [4] ( $R\% = 13$ ,  $R_w = 11,2$  et  $GOF = 1.35$  avec des interactions de type  $N-H\dots Cl$  et  $O-N\dots Cl$ ). Une recherche bibliographique sur cet acide aminé nous a permis de comprendre qu'il a été étudié avec le cuivre (II) [5,6], l'argent [7], le N-tetradecanoyl [8], L-alanyl [9], le L-prolinate [10], les sulfonâtes [11], le salicylaldehyde [12] et l'acetophenone [13].

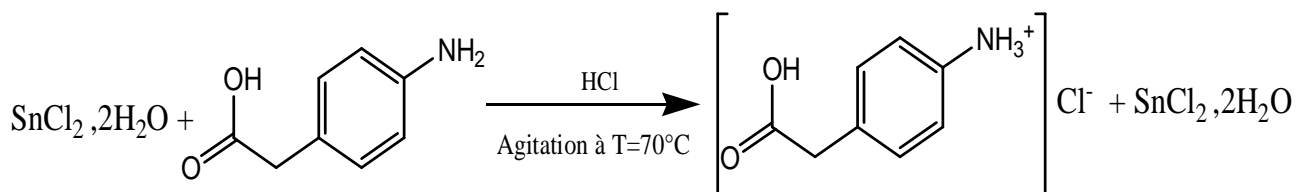
#### III-1-Etude de la structure 4-carboxylméthylanilinium chloride:

##### III-1-1-Partie expérimentale:

A une mole de chlorure d'étain (II) deux fois hydraté ( $SnCl_2, 2H_2O$ ) préalablement dissoute dans l'eau distillée, on a ajouté une mole de 2-(4-aminophényl) éthanoïque acide dans un milieu acide (acide hydrochlorique). Le mélange a été ensuite chauffé en maintenant l'agitation pendant 25mn à une température de  $70^\circ C$ .

Après une évaporation lente d'un 28 jour à température ambiante, de beaux cristaux jaunes en forme d'aiguilles ont été obtenus. Ces derniers ont pu être isolés sous un microscope.

Le schéma réactionnel est présenté ci-dessous:



##### III-1-2-Etude cristallographique :

L'analyse des cristaux par diffraction des rayons X nous a permis d'obtenir la formule générale du composé:  $(C_8H_{10}NO_2)^+$ ,  $Cl^-$ . Ce composé cristallise dans le groupe d'espace  $P_{21}/n$  du système monoclinique.

### III-1-2-1-Enregistrement des intensités:

L'enregistrement de données de diffraction a été effectué sur un diffractomètre Kappa CCD utilisant la radiation monochromatique  $K_{\alpha}$  du Mo ( $\lambda \text{ MoK}_{\alpha}=0.71073 \text{ \AA}$ ) dans un domaine angulaire allant de 2.31 à 27.35 en  $\theta$ .

Les données cristallographiques, les conditions d'enregistrement et d'affinement sont consignées dans le tableau (III-1).

**Tableau III-1:** Données cristallographiques, conditions d'enregistrement et résultats de l'affinement de la structure.

Formule chimique	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NO}_2^+ \text{Cl}^-$
Masse molaire (g/mol)	187.62
Système cristallin	Monoclinique
Groupe d'espace, $N^{\circ}$	$P_{21/n}$ , 14
a ( $\text{\AA}$ )	4.4982 (4)
b ( $\text{\AA}$ )	11.0790 (11)
c ( $\text{\AA}$ )	17.7120 (17)
$\beta$ ( $^{\circ}$ )	95.429(3)
V( $\text{\AA}^3$ )	878.73 (14)
Z	4
$d_{\text{cal}}$ ( $\text{g/cm}^3$ )	1.418
Radiation	MoK $\alpha$
Longueur d'onde ( $\text{\AA}$ )	0.71073
Facteur d'adsorption ( $\text{mm}^{-1}$ )	0.392
F(000)	392
Température (k)	293 (2)
Dimension du monocristal ( $\text{mm}^3$ )	0.44×0.12×0.10
Forme	Aiguilles
Couleur	Jaune

### Condition d'enregistrement :

Diffractomètre	APEX2
Limites de $\theta$ (°)	2.31- 27.35
Limites h, k, l	-5→ 5, -14→14, -22→22
Réflexions mesurées	7552
Réflexions indépendantes	2010
Réflexions $I > 2\sigma$ (I)	1787

### Affinement : Affinement en $F^2$

R (%)	4.94
RW (%)	14.15
GOF	1.067
Nombre de paramètre	109

### III-1-2-2-Résolution et affinement de la structure:

La résolution structurale a été effectuée à l'aide de la chaîne de programmes WinGX.

Les premières solutions ont été proposées par le programme Sir92. L'affinement final de la structure à l'aide du programme SHELXL97 a conduit aux facteurs de reliabilité suivants:  $R(\%) = 4.94$  et  $R_w(\%) = 14.15$  avec une estimée de la variance:  $GOF = 1.067$

Tout les atomes d'hydrogène ont été localisés sur une carte de fourrier différence tridimensionnelle puis affinés par la méthode des moindres carrés à l'aide du programme SHELXL97 en fixant leurs facteurs d'agitation thermique isotrope à 0.05, mis à part l'atome d'hydrogène lié à l'atome d'azote (N1) du 4-carboxylméthylanilinium chloride (placé par calcul géométrique: la distance N-H a été fixée à 0.89 Å et  $u_{iso}(H) = 1.2 U_{eq}(N)$ ).

Les coordonnées atomiques, les facteurs d'agitation thermique anisotropes, les distances inter atomiques, les angles de liaisons ainsi que les angles de torsion sont consignés respectivement dans les tableaux 1, 2, 3,4 et 5 (Annexe II).

### III-1-3-Description de la structure :

Le 4-carboxyméthylanilinium chloride est un composé hybride de formule générale  $(C_8H_{10}NO_2)^+$ ,  $Cl^-$ . Il contient deux entités cristallographiquement bien séparées, l'une minérale et l'autre organique. L'entité minérale et la matrice organique sont stabilisées dans le réseau cristallin par des liaisons hydrogène. Le réseau cristallin peut être alors décrit à partir d'une alternance de cations et d'anions le long de l'axe c (figure III-1).

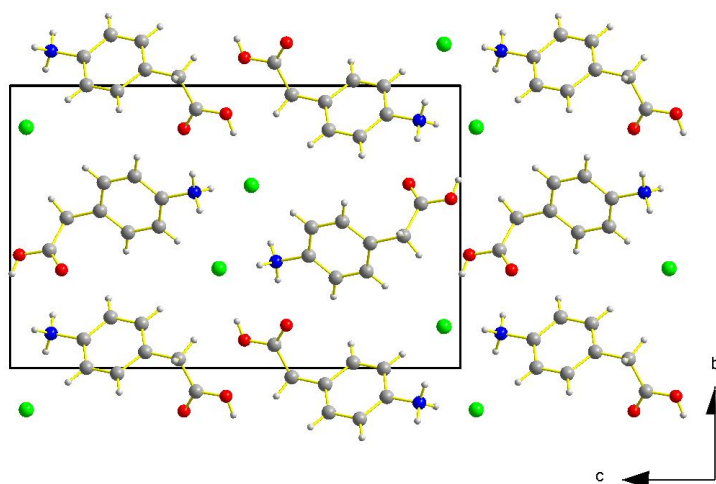


Figure (III-1) : Projection de la structure sur le plan (b,c)

#### III-1-3-1-Unité asymétrique:

L'unité asymétrique du composé 4-carboxyméthylanilinium chloride est formée de deux entités séparées: un ion chlorure libre et une matrice organique dont la fonction amine est protonée (figure III-2).

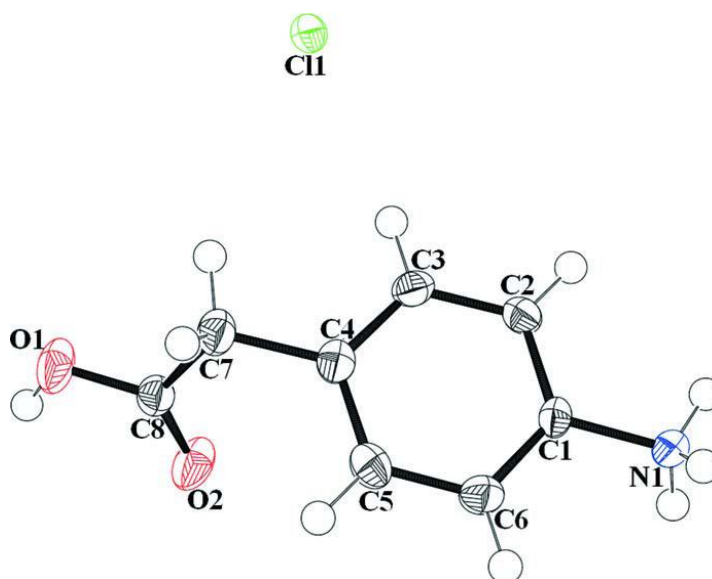


Figure III-2: Ortep de l'unité asymétrique



### III-1-3-2-Partie anionique:

Les ions chlorures constituent la partie anionique. Ils se déploient deux à deux sur des double files à  $c = 0$  et  $c = 1/2$  (Figure III-3).

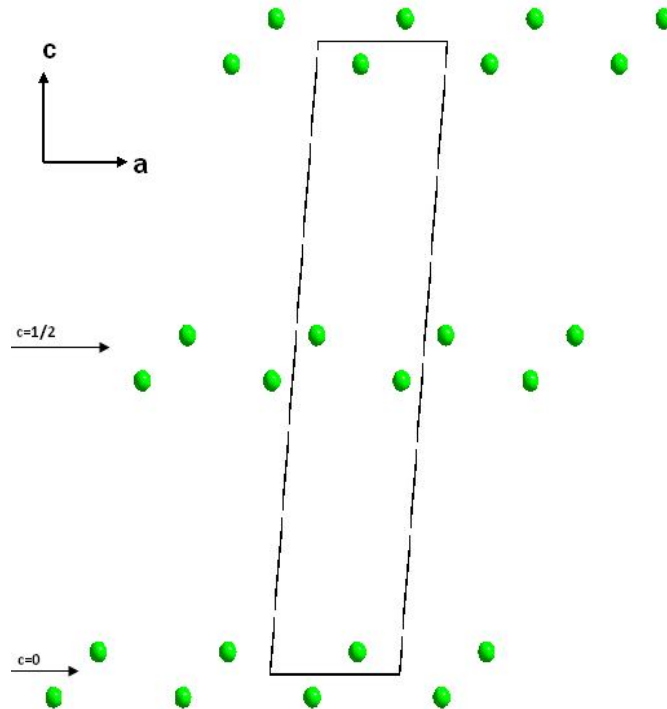


Figure (III-3) : Position des ions chlorures dans le réseau.

### III-1-3-3-Partie cationique :

La partie cationique se développe le long de l'axe  $b$  en formant des couches. Ces couches se situent à  $b = 0$  et  $b = 1/2$  (Figures III-4 et III-5).

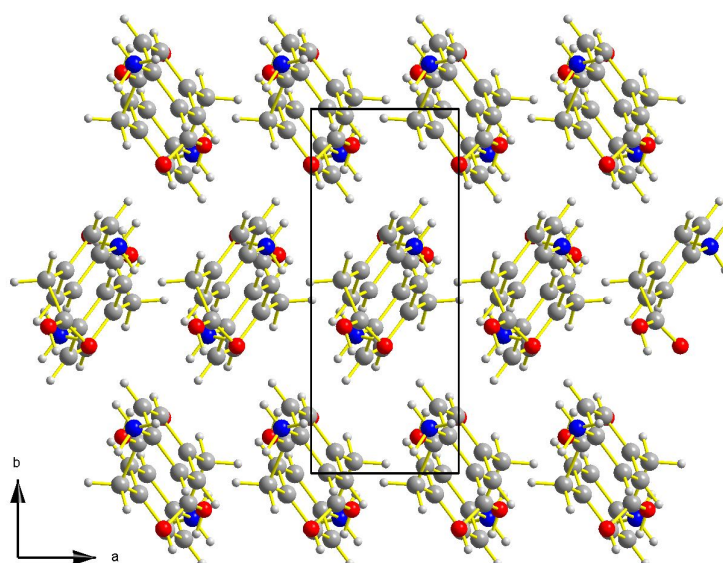
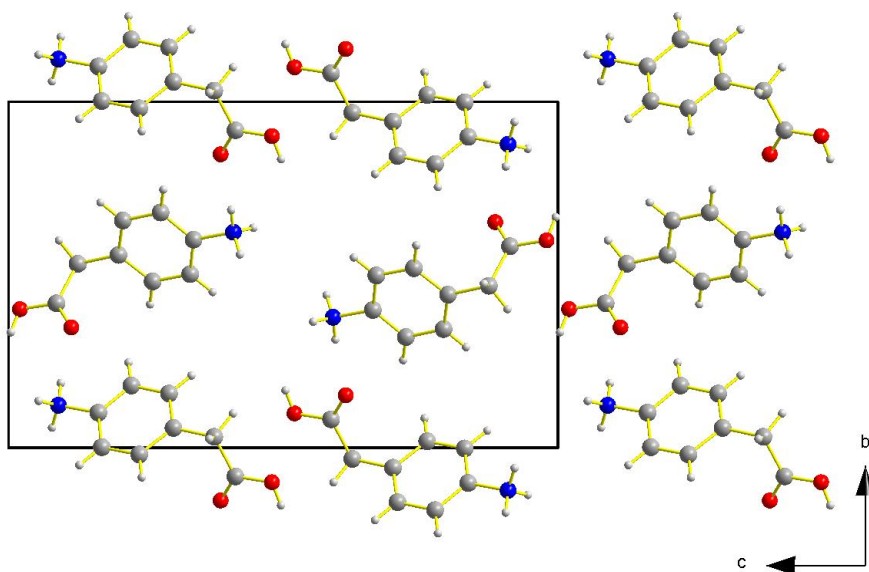


Figure (III-4) : Disposition des couches cationiques dans la maille



**Figure (III-5) :** Projection des couches cationiques sur le plan (b,c)

### III-1-4-Les liaisons hydrogène:

#### III-1-4-1- les interactions cation-cation:

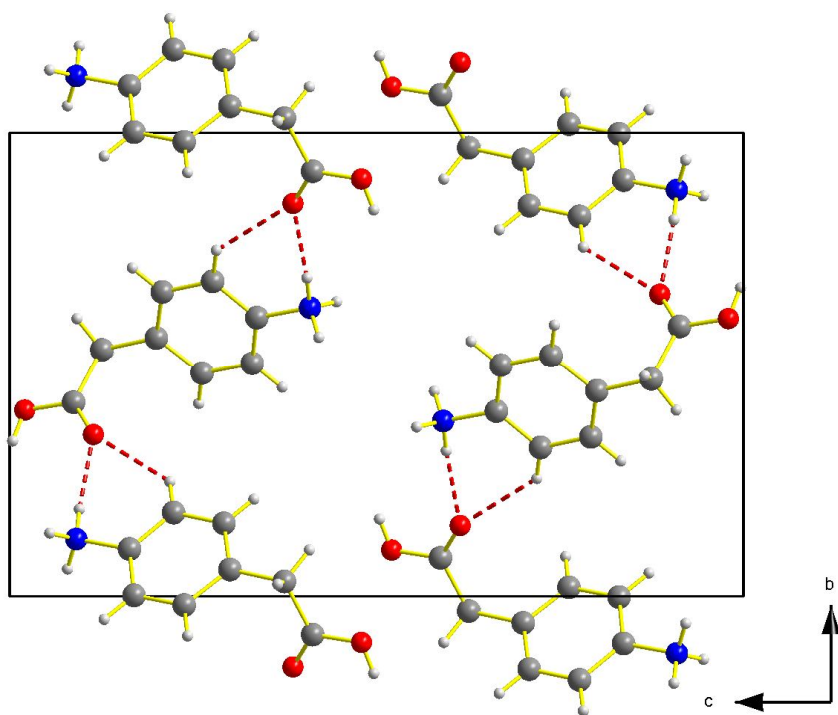
On a deux liaisons hydrogène cation-cation de type N–H...O et C–H...O (figures III-6 et III-7).

Le tableau III-2 résume les longueurs de liaisons cation-anion.

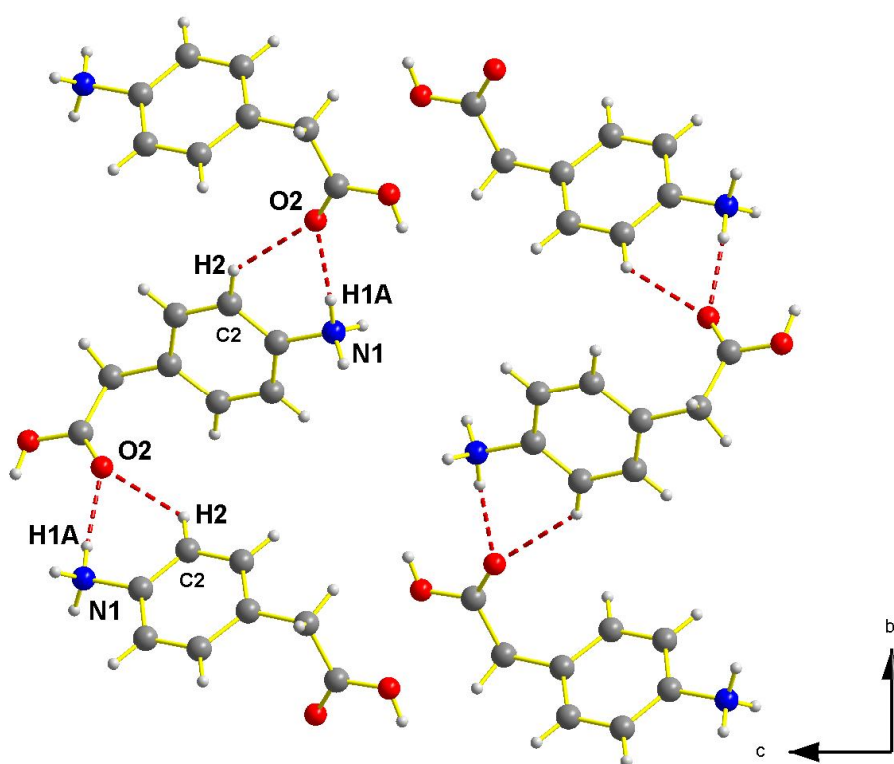
**Tableau III-2:** Liaisons hydrogène de type cation-cation.

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
N1-H1A...O2 <sup>(IV)</sup>	0.89	2.20	2.851(17)	110
C2-H2...O2 <sup>(V)</sup>	0.93	2.49	3.233(18)	175

Codes de symétrie: (IV): 1/2-x, 1/2-y, 1/2-z; (V): 1/2-x, 1/2-y, 1/2-z



**Figure (III-6):** Liaisons hydrogène cation-cation en projection sur le plan (b,c)



**Figure (III-7):** Liaisons hydrogène cation-cation

### III-1-4-2-les interactions cation-anion:

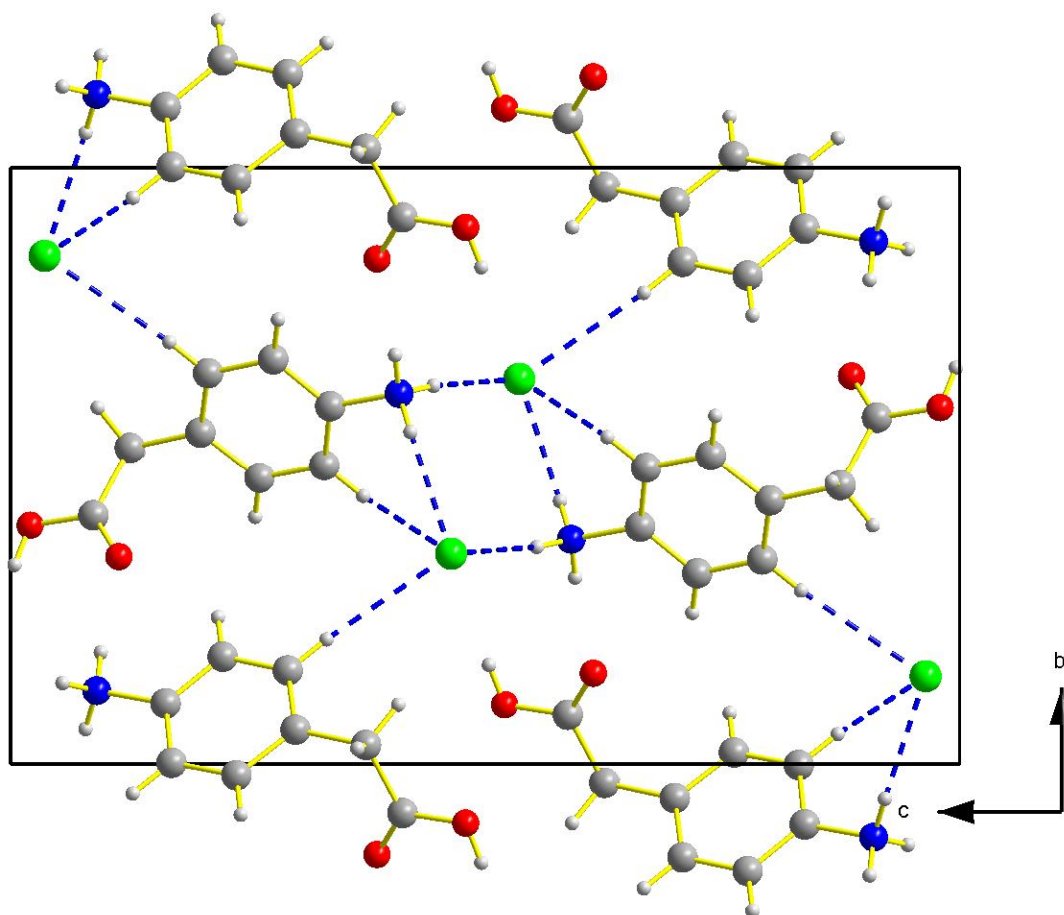
Pour les liaisons hydrogène cation-anion, trois types d'interactions ont été trouvés O-H...Cl, N-H...Cl et C-H...Cl. Ces interactions sont relativement faibles par rapport aux interactions cation-cation (figures III-8 et III-9).

Le tableau III-3 résume les longueurs de liaisons cation-anion.

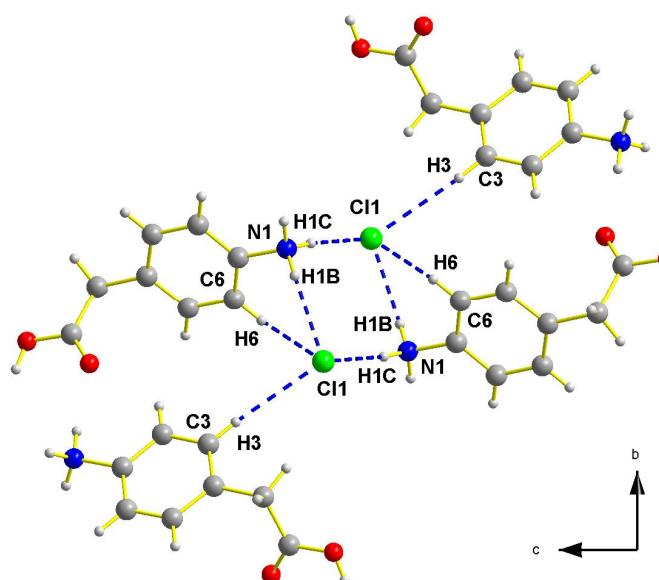
**Tableau III-3:** Liaisons hydrogène de type cation-anion.

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
O1-H1A...Cl1 <sup>(I)</sup>	0.82	2.20	3.008(13)	171
N1-H1A...Cl1 <sup>(II)</sup>	0.89	2.41	3.228(13)	152
N1-H1B...Cl1 <sup>(III)</sup>	0.89	2.26	3.150(13)	174
C3-H3...Cl1	0.93	2.82	3.748(15)	175

Codes de symétrie: (I): 1-x, 1- y, 1- z; (II): 1/2-x, 1/2+y, 1/2-z; (III): 1/2+x, 1/2-y, 1/2-z



**Figure (III-8):** Liaisons hydrogène de type cation-anion

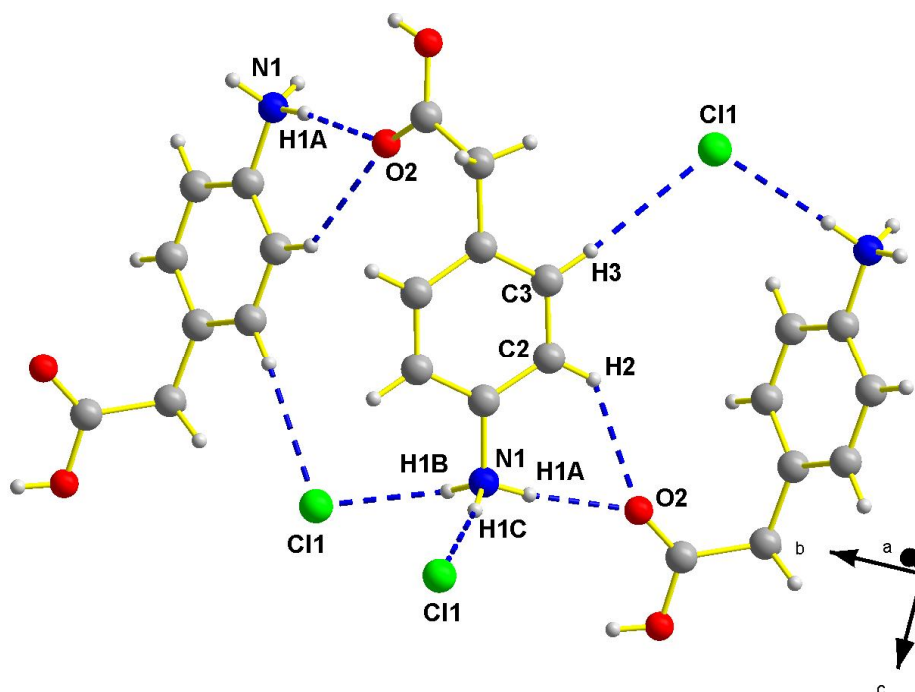


**Figure (III-9):** Interactions cation-anion

### III-1-5- Analyse des entités:

#### III-1-5-1- Analyse des cations :

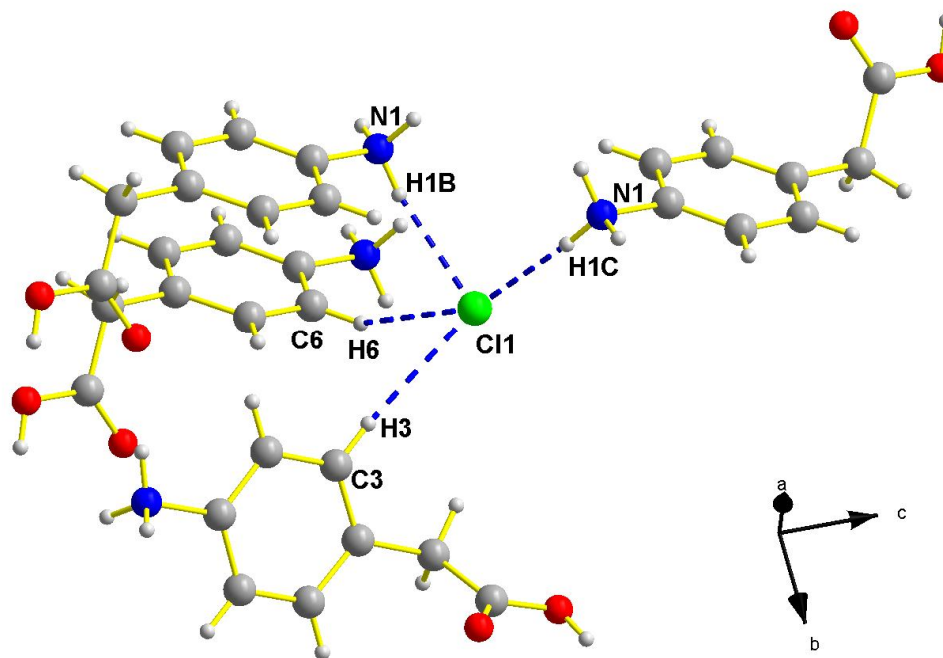
Chaque cation dans la structure présente sept interactions moléculaires: trois avec trois ions chlorure (N–H...Cl, C–H...Cl) et quatre avec deux d'autres cations (N–H...O et C–H...O) (figure III-10).



**Figure (III-10):** Les liaisons hydrogènes dans les cations

### III-1-5-2- Analyse des anions :

L'ion chlorure est impliqué dans quatre liaisons hydrogène en tant qu'accepteur avec quatre entités organiques différentes (figure III-11).



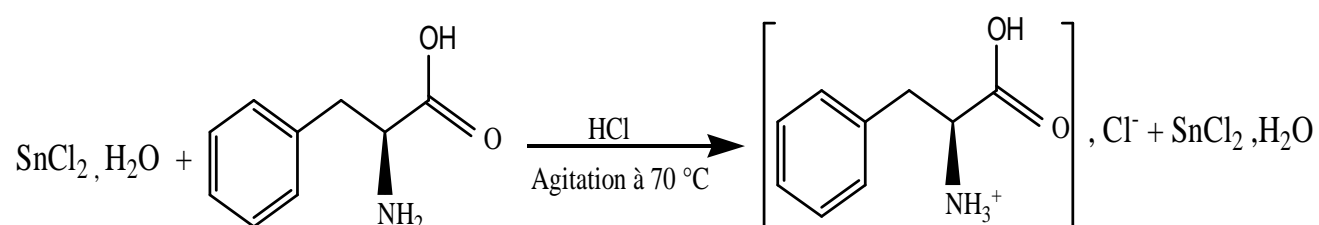
**Figure (III-11):** Liaisons hydrogènes dans les anions

### III-2-Etude de la structure L-phénylalaninium chloride:

#### III-2-1-Partie expérimentale :

Le L-phénylalaninium chloride a été préparé à partir d'une solution aqueuse de chlorure d'étain et de 2-amino-3-phenylpropanoïque acide dans un milieu acidifié par du HCl. Après 13 jours d'une évaporation lente, des cristaux sous forme d'aiguilles transparentes ont été obtenus.

Le schéma réactionnel est présenté ci-dessous:



#### III-2-2-Etude cristallographique :

Des cristaux transparents sous forme d'aiguilles ont été choisis pour l'étude par la diffraction des rayons X. Cette étude a révélé que la formule générale est  $(\text{C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_2)^+$ ,  $\text{Cl}^-$ .

Ce composé cristallise dans le groupe d'espace  $P_{21} 21 21$  du système orthorhombique avec les paramètres de maille  $a = 5.3967(4) \text{ \AA}$ ;  $b = 7.0244(5) \text{ \AA}$ ;  $c = 27.082(2) \text{ \AA}$ .

##### III-2-2-1-Enregistrement des intensités:

On sélectionne un bon cristal sous un microscope et on le colle sur une tige en verre. L'ensemble est ensuite monté sur une tête goniométrique qui sera placée sur un diffractomètre automatique à quatre cercles Kappa CCD. On utilise la radiation monochromatique  $K_\alpha$  du molybdène ( $\text{MoK}_\alpha = 0.71073$ ) dans un domaine angulaire en  $\theta$  allant de  $3$  à  $27.39^\circ$ . Les données cristallographiques, les conditions d'enregistrement et d'affinement sont consignées dans le tableau (III-4).

**Tableau III-4:** Données cristallographiques, conditions d'enregistrement et résultats de l'affinement de la structure.

Formule chimique	$C_9H_{12}NO_2^+ Cl^-$
Masse molaire (g/mol)	201.65
Système cristallin	Orthorhombique
Groupe d'espace N°	$P_{212121}, 19$
a (Å)	5.3967 (4)
b (Å)	7.0244 (5)
c (Å)	27.082 (2)
V(Å <sup>3</sup> )	1026.64 (13)
Z	4
d <sub>cal</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	1.305
Radiation	MoK $\alpha$
Longueur d'onde (Å)	0.71073
Facteur d'adsorption (mm <sup>-1</sup> )	0.34
F(000)	424
Température (k)	293 (2)
Dimension du monocristal (mm <sup>3</sup> )	0.55×0.22×0.12
Forme	aiguilles
Couleur	transparente

**Condition d'enregistrement :**

Diffractomètre	APEX2
Limites de $\theta$ (°)	3– 27.39
Limites h, k, l	-7→ 4, -9→ 9, -35→ 34
Réflexions mesurées	11693
Réflexions indépendantes	2341
Réflexions $I > 2\sigma(I)$	2305



### **Affinement : Affinement en $F^2$**

R (%)	3.23
RW (%)	10.11
GOF	1.287
Nombre de paramètre	118

#### **III-2-2-2-Résolution et affinement de la structure:**

La structure a été résolue à l'aide du programme SIR92 par l'intermédiaire de la chaîne de programmes WinGX. L'affinement final du modèle cristallin par le programme SHELXL97 nous a conduit aux facteurs de fiabilité suivants:  $R = 3.23\%$  et  $R_w = 10.11\%$  avec  $GOF = 1.287$ .

Tous les atomes d'hydrogène ont été localisés sur des cartes de densité électronique tridimensionnelles puis ont été positionnés par calcul géométrique.

Les coordonnées atomiques, les facteurs d'agitation thermique anisotropes, les distances interatomiques, les angles de liaisons ainsi que les angles de torsion sont consignés respectivement dans les tableaux 1, 2, 3, 4, et 5 (Annexe III).

#### **III-2-3-Description de la structure:**

Le composé L-phénylalaninium chlorure peut être décrit comme étant une alternance de couches des parties organiques et anioniques. En réalité, les couches cationiques et anioniques sont constituées de doubles couches parallèles au plan (a,b). L'apparition de ces doubles couches est engendrée par le centre de symétrie (figures III-12 et III-13).

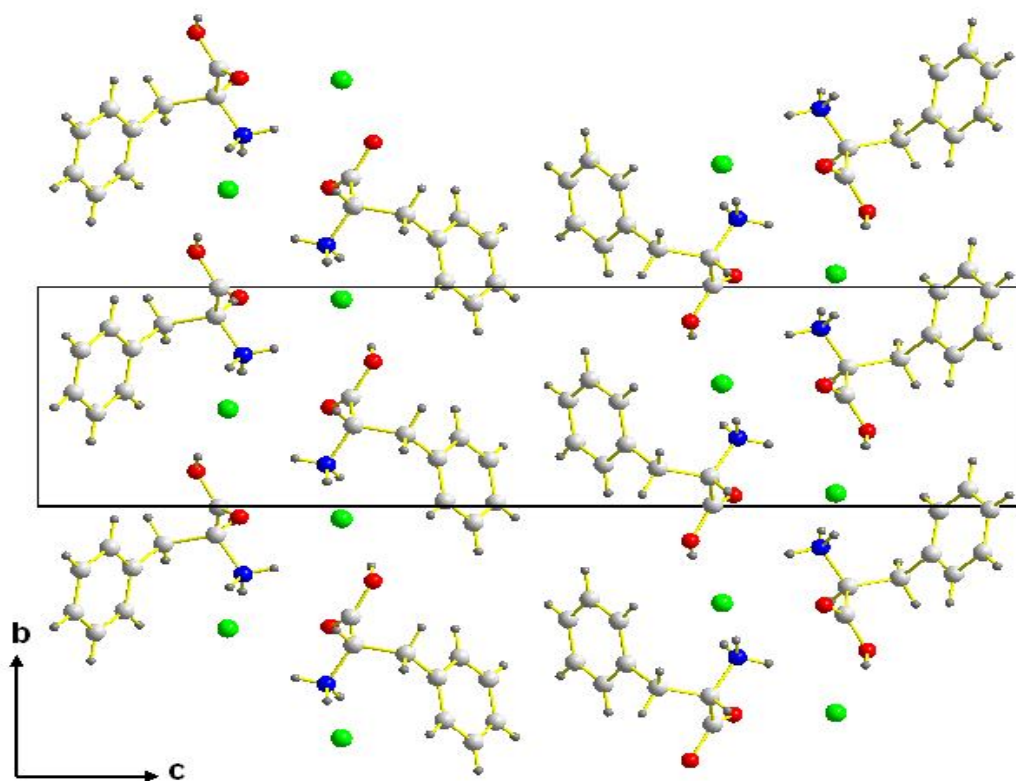


Figure (III-12): Projection de la structure sur le plan (b, c)

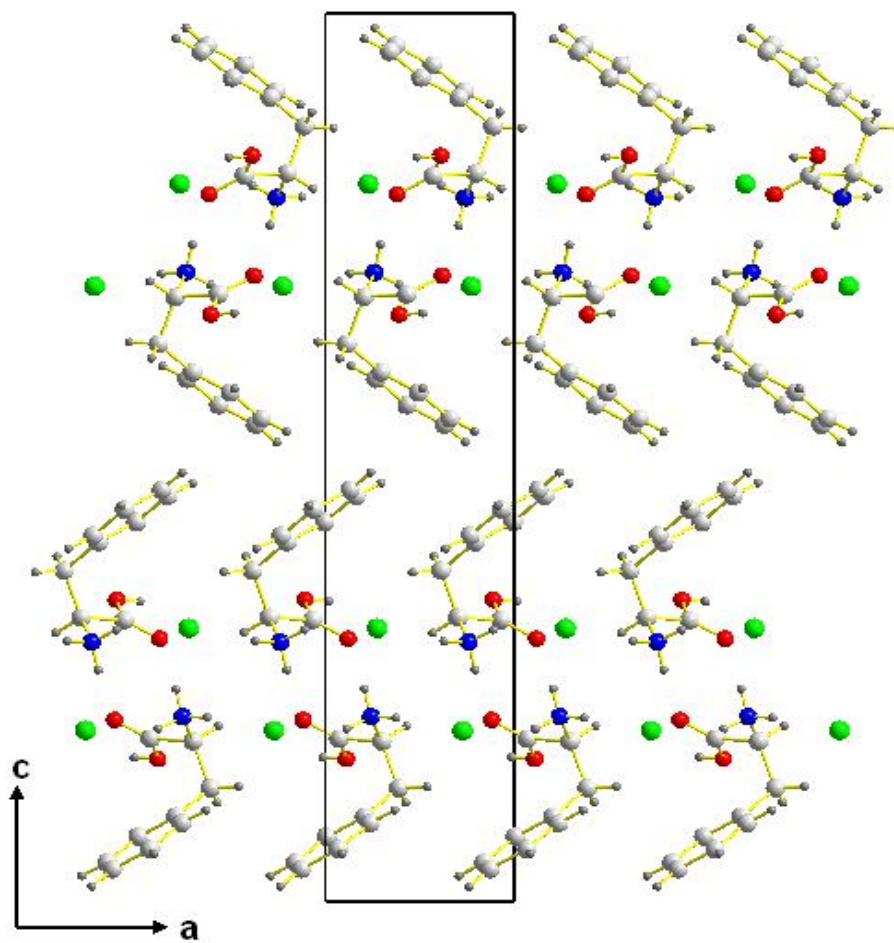


Figure (III-13): Projection de la structure sur le plan (a, c)

### III-2-3-1-Unité asymétrique :

L'unité asymétrique est formée d'une matrice organique (L-phénylalaninium chloride protonée) et d'un ion chlorure (figure III-14).

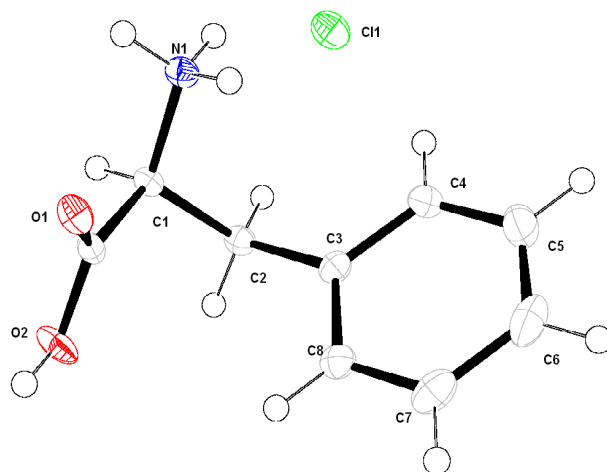


Figure (III-14): Unité asymétrique du L-phénylalaninium chloride

### III-2-3-2-Partie anionique :

Les ions chlorures constituent la partie anionique. Ils se déploient deux à deux sur des doubles files à  $c = 1/4$  et  $c = 3/4$  (figure III-15).

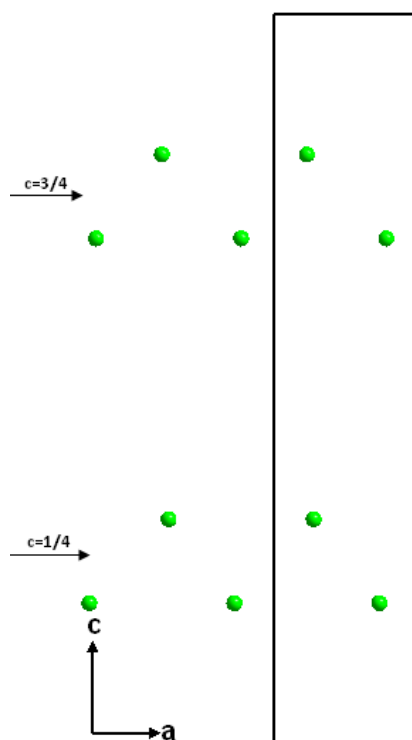


Figure (III-15): Projection de la partie anionique sur le plan (a, c)

### III-2-3-3-Partie cationique:

La partie organique se déploie sous forme de doubles couches à orientations contraires à  $c = 0$  et  $c = 1/2$ . Les doubles couches cationiques sont parallèles au plan (a, b) (figure III-16).

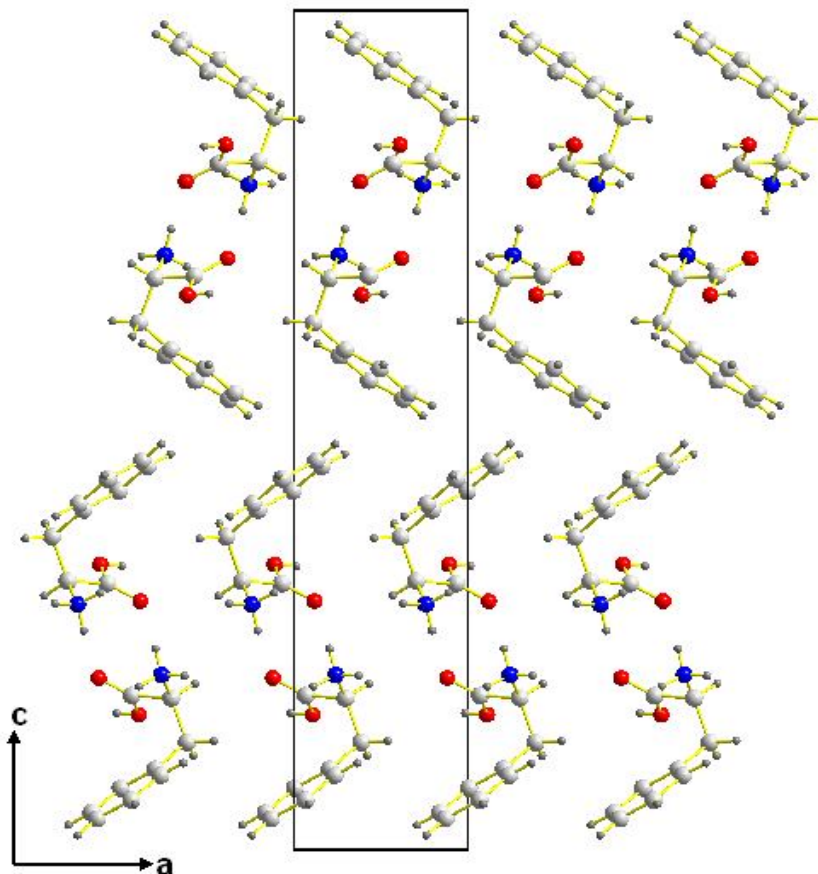


Figure (III-16): Projection de la partie organique sur le plan (a, c)

### III-2-4-La liaison hydrogène:

#### III-2-4-1-liaison cation-cation:

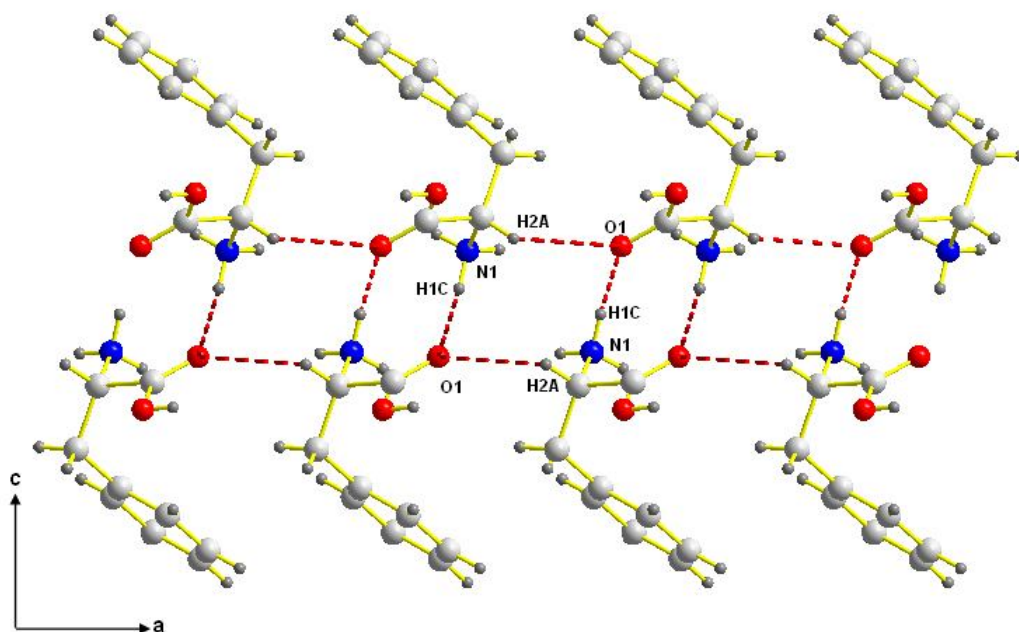
Des liaisons inter et intramoléculaires relient les molécules d'amine entre elles en formant des plans de liaisons hydrogène qui consolident la structure (figure III-17).

Les longueurs et les angles de liaisons sont représentés dans le tableau III-5

Tableau III-5: Liaisons hydrogène de type cation-cation.

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
N1-H1C...O1 <sup>(III)</sup>	0.89	2.46	2.982(2)	117
C2-H2A...O1 <sup>(I)</sup>	0.98	2.43	3.266(2)	143

Codes de symétrie:(I): 1+x, y, z (III):1+x, y-1/2, 1/2-z



**Figure (III-17):** Interactions cation-cation

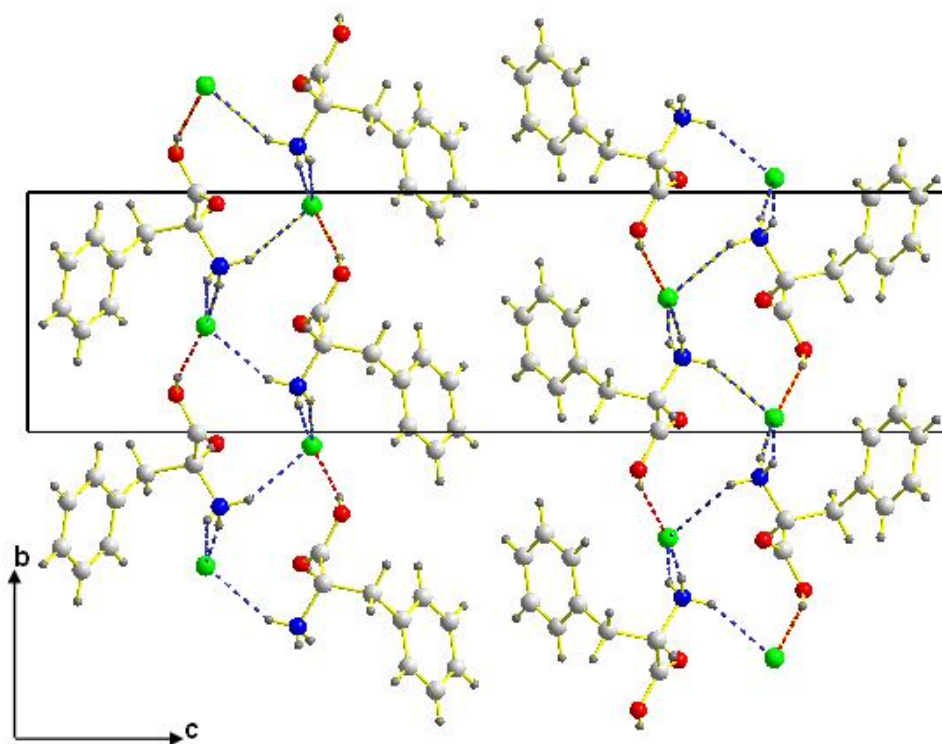
### III-2-4-2-liaison cation-anion:

Pour les liaisons hydrogène cation-anion deux types d'interaction ont été observés N–H...Cl et O–H...Cl (figures III-18 et III-19). Le tableau III-6 résume les longueurs de liaisons cation-anion.

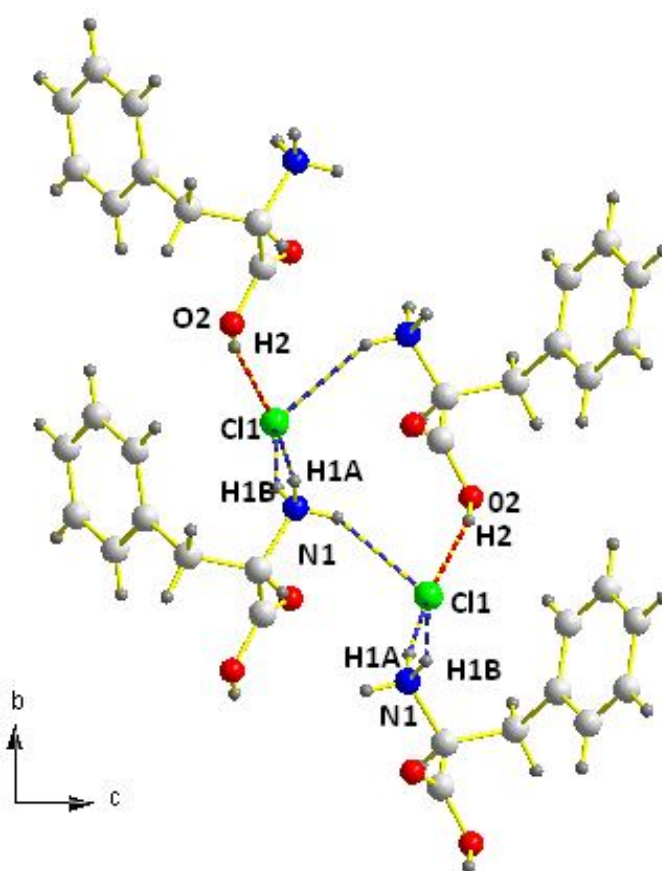
**Tableau III-6:** Liaisons hydrogène de type cation-anion.

D-H...A	D-H(Å)	H...A(Å)	D...A(Å)	D-H...A(°)
N1-H1A...Cl1 <sup>(I)</sup>	0.89	2.29	3.171(16)	170
N1-H1B...Cl1	0.89	2.47	3.301(16)	156
N1-H1C...Cl1 <sup>(II)</sup>	0.89	2.46	3.233(17)	146
O2-H2...Cl1 <sup>(IV)</sup>	0.82	2.22	2.998(16)	158

Codes de symétrie: (I): 1+x, y, z; (II): 1+x, y-1/2, 1/2-z; (IV): x, 1+y, z.



**Figure (III-18):** Interactions cation-anion



**Figure (III-19):** Interactions cation-anion

### III-2-5- Analyse des entités:

#### III-2-5-1- Analyse des cations:

Chaque cation participe avec huit liaisons hydrogène. Quatre de type N–H...O, C–H...O avec trois cations et quatre autres de type N–H...Cl et O–H...Cl avec trois anions chlorure (figure III-20)

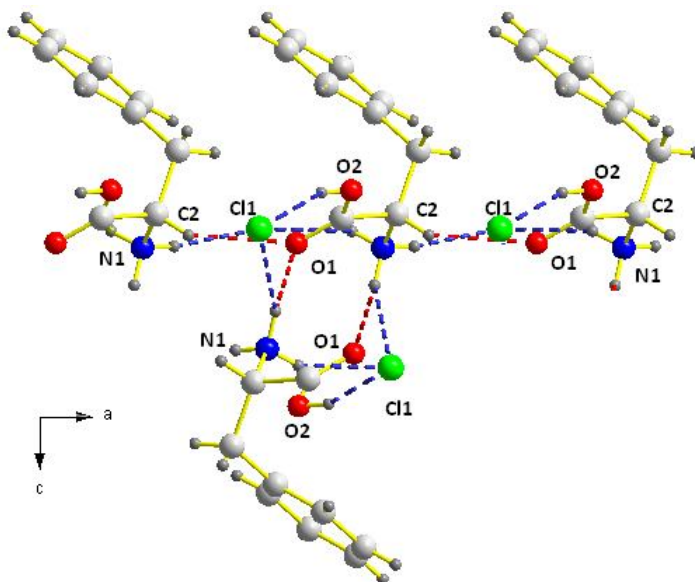


Figure (III-20): Interactions cation-anion

#### III-2-5-2- Analyse des anions:

Chaque ion chlorure dans la structure présente quatre interactions moléculaires de type N–H...Cl et O–H...Cl avec trois cations (figures III-21 et III-22).

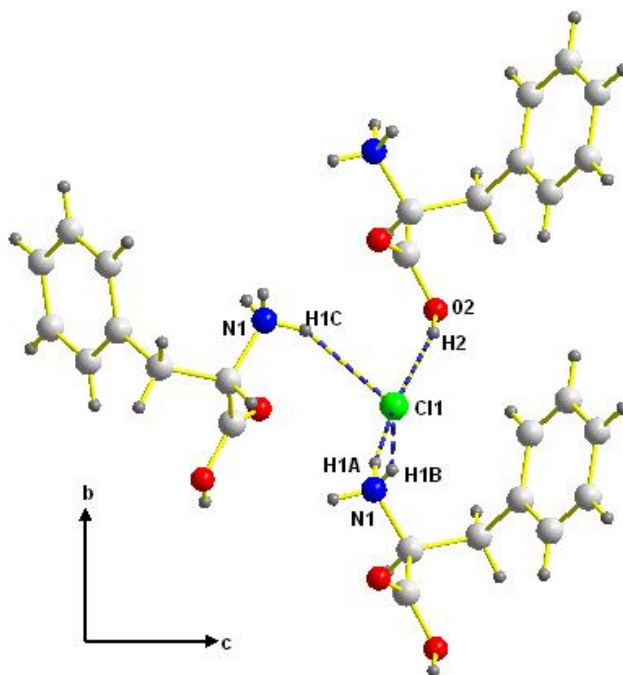
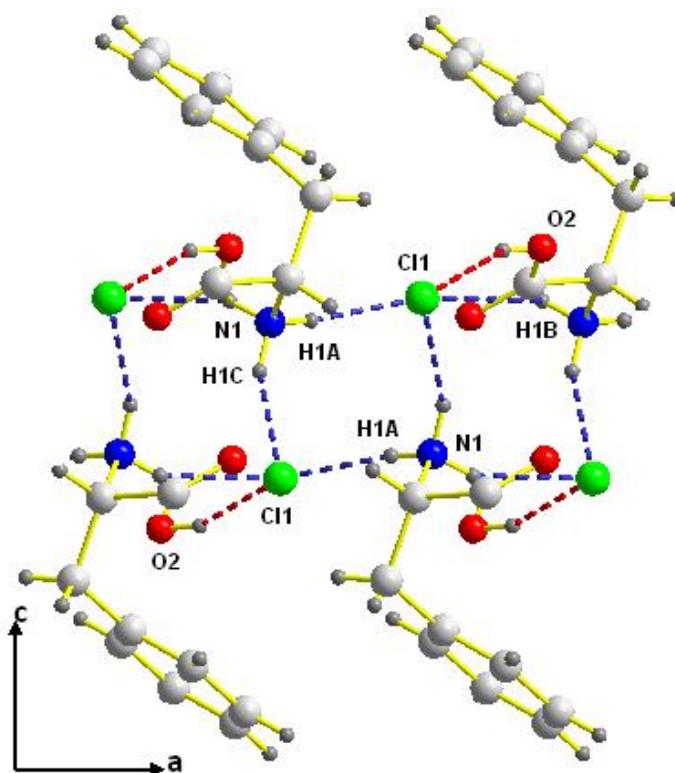


Figure (III-21): Interactions cation-anion



**Figure (III-22):** Interactions cation-anion

## CONCLUSION:

Dans ce dernier chapitre, nous avons présenté deux composés dont un est original. Les différentes étapes ont été discutées: préparation et étude structurale par diffraction des rayons X.

Le premier composé est le 4-carboxylméthylanilinium chloride. Ce composé a un cation organique et un anion (ion chlorure libre). Il cristallise dans le groupe d'espace  $P2_1/n$  (N° 14) du système monoclinique. La détermination structurale nous a permis de mettre en évidence la présence de couches cationiques parallèles au plan (a, c). Ces couches sont séparées par des couches d'ions chlorures. L'édifice cristallin possède des liaisons hydrogène de plusieurs types: N-H...O, O-H...O, C-H...O, N-H...Cl et C-H...Cl.

Le deuxième composé étudié est le L-phénylalaninium chloride de formule  $(C_9H_{12}NO_2)^+$ ,  $Cl^-$ . Il cristallise dans le système orthorhombique avec le groupe  $P2_1 2_1 2_1$  (N°19). Sa structure est décrite par l'alternance des doubles couches cationiques et anioniques parallèles au plan (a, b). L'édifice cristallin de ce composé est stabilisé par des liaisons hydrogène de type cation-cation et cation-anion inter et intramoléculaires.



## **Bibliographie:**

- [1] Ahmed H. Bedair Fawzy M. Ali1Ahmed M. EL-Agrody Fathy A. EID Mohammed A. A. EL-Nassagi Gamal EL-Sherbeny . (2006).Acta Pharm. 56, 273–284
- [2] Bedair Ahmed H. ; Ali Fawzy M. ; EL-Agrody Ahmed M. ; EID Fathy A. ; EL-Nassag Mohammed A. A.; EL-Sherbeny Gamal. (2006). Acta pharmaceutica, vol. 56, no3, pp. 273-284
- [3] Mcvey, Douglas<sup>1</sup>; Liddle, Rodger<sup>1</sup>; y, Jennifer<sup>2</sup>; Ekwuribe, Nnochiri<sup>2</sup>.(2005).Vigna, Digestive Diseases and Sciences, Volume50 , . 565-573.
- [4] A.R.AL-Karagouli ., T.F.Koetzle. (1975).Acta Cryst. B31,2461.
- [5] Butcher, R. J., Mockler, G. M. & McKern, O. (2003). Acta Cryst. E59, m61-m63.
- [6] Gonzalez, R., Suescun, L., Mombru, A.W. & Kremer, E. (2006). Acta Cryst. E62, m3459-m3461.
- [7] Warg, L. & Pei, Y. (2006). Acta Cryst. E62, m1487-m1488.
- [8] Ogawa, T., Ohta, A., Hata, Y., Miyagishi, S. & Kunimoto, K.-K. (2006). Acta Cryst. E62, o153-o155.
- [9] Gorbitz, C. H. & Sagstuen, E. (2004). Acta Cryst. E60, o860-o862.
- [10] Gonzalez, R., Suescun, L., Mombru, A.W. & Kremer, E. (2006). Acta Cryst. E62, m3459-m3461.
- [11] Yang, E & Yang, F.-F. (2006). Acta Cryst. E62, o3895-o3896.
- [12] Butcher, R. J., Mockler, G. M. & McKern, O. (2003). Acta Cryst. E59, m61-m63.
- [13] Zhang, S., Wang, Y., Li, B., Zhang, G. & Luo, S. (2009). Acta Cryst. E65, o888.

## CONCLUSION GENERALE:

Dans ce travail, quatre composés à base d'amines aromatiques ont été étudiés avec objectif principal l'étude structurale par diffraction des rayons X sur monocristal de ces nouveaux composés hybrides. La préparation de ces composés a été réalisée par voie aqueuse.

Le premier composé est le bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV). Il se distingue par une unité asymétrique formée de la moitié du complexe minérale  $\text{SnCl}_6$  et de l'entité (3-aminophényl) méthanol. Sa structure est stabilisée par des liaisons hydrogène de type N-H...Cl, N-H...O, O-H...Cl entre les cations et les anions.

Le deuxième composé est le bis4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(VI) hydraté. Il a été préparé par voie aqueuse. Sa structure présente une richesse de liaisons hydrogène donnant des interactions inter et intramoléculaires entre les différentes entités cationiques, anioniques et les molécules d'eau.

Les deux derniers composés étudiés sont à base d'acide aminé. Le 4-carboxylméthylanilinium chloride a été préparé par voie aqueuse. Sa structure est décrite par l'alternance de couches cationiques et anioniques parallèles au plan (a, c) et des liaisons hydrogène de type cation-cation, cation-anion.

La dernière structure est de formule  $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_2^+$ ,  $\text{Cl}^-$ . Les ions chlorures se trouvent dans les zones hydrophiliques qui sont engagées avec des liaisons hydrogène de type N-H...Cl, O-H...Cl en formant des couches qui intercalent les doubles couches cationiques et participant ainsi à la stabilité du réseau cristallin avec d'autres interactions cation-cation de type N-H...O, C-H...O.

**PUBLICATION**

# **ANNEXES**

## Annexes I

### Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV)

**Table 1**

**Les coordonnées atomiques ainsi que leurs facteurs de déplacement isotropes équivalents (Å)**

	x/a	y/b	z/c	U
SN(1)	0.50000	0.50000	0.50000	0.014
CL(1)	0.70018(9)	0.63280(5)	0.63422(5)	0.019
CL(2)	0.54335(10)	0.34439(5)	0.63535(5)	0.019
CL(3)	0.76858(10)	0.43266(6)	0.44209(5)	0.022
O(1)	0.6067(3)	0.2154(2)	0.2572(2)	0.030
H(1)	0.61383	0.25903	0.31014	0.043
N(1)	0.8912(3)	-0.2437(2)	0.4549(2)	0.023
H(1A)	0.85912	-0.26571	0.38442	0.033
H(1B)	0.84512	-0.29495	0.49404	0.033
H(1C)	1.01466	-0.24226	0.48036	0.033
C(2)	0.7134(4)	-0.0700(2)	0.3697(2)	0.017
H(2)	0.69211	-0.10755	0.30181	0.020
C(1)	0.8166(4)	-0.1251(2)	0.4645(2)	0.019
C(4)	0.6737(4)	0.0955(2)	0.4807(2)	0.022
H(4)	0.62463	0.17005	0.48661	0.025
C(7)	0.5265(4)	0.1038(2)	0.2754(2)	0.023
H(7A)	0.51616	0.05292	0.21198	0.028
H(7B)	0.40227	0.11716	0.28249	0.028
C(3)	0.6412(4)	0.0428(2)	0.3769(2)	0.019
C(5)	0.7768(4)	0.0391(3)	0.5743(2)	0.026
H(5)	0.79802	0.07601	0.64249	0.030
C(6)	0.8501(4)	-0.0739(2)	0.5670(2)	0.021
H(6)	0.91940	-0.11306	0.62975	0.025

**Table 2**

**Les paramètres de vibrations dans l'expression de calcul de Ueq:**

$$U_{eq} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	U11	U22	U33	U12	U13	U23
SN(1)	0.0160(2)	0.0125(1)	0.0115(1)	0.0001(1)	0.0025(1)	-0.0001(1)
CL(1)	0.0233(4)	0.0170(3)	0.0136(3)	-0.0037(3)	0.0019(3)	-0.0007(2)
CL(2)	0.0238(4)	0.0161(3)	0.0144(3)	-0.0011(3)	0.0017(3)	0.0029(2)
CL(3)	0.0194(3)	0.0226(3)	0.0217(3)	0.0023(3)	0.0074(3)	0.0003(3)
O(1)	0.046(1)	0.016(1)	0.024(1)	-0.005(1)	0.013(1)	-0.002(1)
N(1)	0.021(1)	0.021(1)	0.025(1)	0.003(1)	0.009(1)	0.006(1)
C(2)	0.018(1)	0.016(1)	0.016(1)	-0.002(1)	0.005(1)	-0.002(1)
C(1)	0.017(1)	0.018(1)	0.020(1)	0.000(1)	0.007(1)	0.002(1)
C(4)	0.021(1)	0.020(1)	0.026(1)	-0.004(1)	0.011(1)	-0.004(1)
C(7)	0.020(2)	0.018(1)	0.030(2)	0.001(1)	0.005(1)	0.004(1)
C(3)	0.018(1)	0.017(1)	0.022(1)	-0.004(1)	0.007(1)	-0.001(1)
C(5)	0.027(2)	0.030(1)	0.021(1)	-0.009(1)	0.012(1)	-0.006(1)
C(6)	0.019(1)	0.026(1)	0.016(1)	-0.006(1)	0.004(1)	0.003(1)

**Table 3**  
**Les distances inter atomiques (Å)**

O(1) - H(1)	0.820(2)	N(1) - H(1A)	0.890(3)
N(1) - H(1B)	0.890(3)	N(1) - H(1C)	0.890(3)
N(1) - C(1)	1.469(4)	C(2) - H(2)	0.930(3)
C(2) - C(1)	1.380(4)	C(2) - C(3)	1.396(4)
C(1) - C(6)	1.375(4)	C(4) - H(4)	0.930(3)
C(4) - C(3)	1.397(4)	C(4) - C(5)	1.376(4)
C(7) - H(7A)	0.970(3)	C(7) - H(7B)	0.970(3)
C(7) - C(3)	1.499(4)	C(5) - H(5)	0.930(3)
C(5) - C(6)	1.401(5)	C(6) - H(6)	0.930(3)

**Table 4**  
**Les angles de liaisons (°)**

H(1A)-N(1)-H(1B)	109.5(3)	H(1A)-N(1)-H(1C)	109.5(3)
H(1A)-N(1)-C(1)	109.5(3)	H(1B)-N(1)-H(1C)	109.5(3)
H(1B)-N(1)-C(1)	109.5(3)	H(1C)-N(1)-C(1)	109.5(3)
H(2)-C(2)-C(1)	120.3(3)	H(2)-C(2)-C(3)	120.3(3)
C(1)-C(2)-C(3)	119.3(3)	N(1)-C(1)-C(2)	118.3(3)
N(1)-C(1)-C(6)	119.1(3)	C(2)-C(1)-C(6)	122.5(3)
H(4)-C(4)-C(3)	119.4(3)	H(4)-C(4)-C(5)	119.4(3)
C(3)-C(4)-C(5)	121.2(3)	H(7A)-C(7)-H(7B)	107.9(3)
H(7A)-C(7)-C(3)	109.2(3)	H(7B)-C(7)-C(3)	109.2(3)
C(2)-C(3)-C(4)	118.6(3)	C(2)-C(3)-C(7)	120.3(3)
C(4)-C(3)-C(7)	121.1(3)	C(4)-C(5)-H(5)	119.9(3)
C(4)-C(5)-C(6)	120.2(3)	H(5)-C(5)-C(6)	119.9(3)
C(1)-C(6)-C(5)	118.1(3)	C(1)-C(6)-H(6)	120.9(3)
C(5)-C(6)-H(6)	120.9(3)		

**Table 5**  
**Les angles de torsion (°)**

H(1A) - N(1) - C(1) - C(2)	0.7
H(1A) - N(1) - C(1) - C(6)	180.0
H(1B) - N(1) - C(1) - C(2)	-119.3
H(1B) - N(1) - C(1) - C(6)	60.0
H(1C) - N(1) - C(1) - C(2)	120.7
H(1C) - N(1) - C(1) - C(6)	-60.0
H(2) - C(2) - C(1) - N(1)	0.0
H(2) - C(2) - C(1) - C(6)	-179.2
H(2) - C(2) - C(3) - C(4)	179.0
H(2) - C(2) - C(3) - C(7)	0.8
C(3) - C(2) - C(1) - N(1)	-180.0
C(1) - C(2) - C(3) - C(4)	-1.0
C(1) - C(2) - C(3) - C(7)	-179.2
C(3) - C(2) - C(1) - C(6)	0.8
N(1) - C(1) - C(6) - C(5)	-179.7
N(1) - C(1) - C(6) - H(6)	0.3
C(2) - C(1) - C(6) - C(5)	-0.5
C(2) - C(1) - C(6) - H(6)	179.5
H(4) - C(4) - C(3) - C(2)	-179.0
H(4) - C(4) - C(3) - C(7)	-0.9

H(4) - C(4) - C(5) - H(5)	-0.7
H(4) - C(4) - C(5) - C(6)	179.3
C(5) - C(4) - C(3) - C(2)	1.0
C(5) - C(4) - C(3) - C(7)	179.1
C(3) - C(4) - C(5) - H(5)	179.3
C(3) - C(4) - C(5) - C(6)	-0.7
H(7A) - C(7) - C(3) - C(2)	-0.1
H(7A) - C(7) - C(3) - C(4)	-178.2
H(7B) - C(7) - C(3) - C(2)	117.7
H(7B) - C(7) - C(3) - C(4)	-60.4
C(4) - C(5) - C(6) - C(1)	0.4
C(4) - C(5) - C(6) - H(6)	-179.6
H(5) - C(5) - C(6) - C(1)	-179.6
H(5) - C(5) - C(6) - H(6)	0.4

## Annexes II

### Bis 4-hydroxyméthylamonium hexafluorostannat(IV) hydraté

**Table 1**  
**les coordonnées atomiques ainsi que leurs facteurs de déplacement**  
**isotropes équivalents (Å)**

	x/a	y/b	z/c	U
SN	1.75869(2)	0.00027(1)	-0.26369(1)	0.012
F(6)	1.58394(19)	-0.00973(7)	-0.14421(13)	0.019
F(5)	1.5662(2)	0.0102(1)	-0.3822(1)	0.023
F(4)	1.7562(2)	0.0827(1)	-0.2364(1)	0.021
F(2)	1.9409(2)	-0.0064(1)	-0.1369(1)	0.021
F(3)	1.9359(2)	0.0095(1)	-0.3796(1)	0.021
F(1)	1.7546(3)	-0.0822(1)	-0.2867(2)	0.031
O(1A)	1.4505(3)	0.3485(1)	-0.3296(2)	0.020
H(1A)	1.41232	0.37035	-0.28134	0.030
OW	2.2462(3)	-0.0772(1)	-0.1810(2)	0.024
O(1B)	0.8915(3)	0.1173(1)	-0.0305(2)	0.018
H(1B)	0.84474	0.10461	-0.09100	0.027
N(1B)	0.7491(3)	0.4488(1)	-0.0828(2)	0.015
H(1B1)	0.64314	0.46543	-0.07982	0.023
H(1B2)	0.78183	0.44866	-0.15569	0.023
H(1B3)	0.82878	0.46814	-0.03836	0.023
N(1A)	1.2720(3)	0.0411(1)	-0.0746(2)	0.015
H(1A1)	1.30381	0.03170	-0.00160	0.022
H(1A2)	1.32310	0.01723	-0.12275	0.022
H(1A3)	1.15428	0.03870	-0.08559	0.022
C(3A)	1.3308(3)	0.1795(1)	-0.2467(2)	0.014
C(4B)	0.8265(3)	0.2649(1)	-0.1303(2)	0.016
H(4B)	0.78116	0.28482	-0.19514	0.019
C(8A)	1.4245(3)	0.1930(1)	-0.3437(2)	0.016
H(8A)	1.46052	0.16371	-0.39157	0.019
C(6A)	1.4123(3)	0.2928(1)	-0.2997(2)	0.015
C(7B)	0.9605(3)	0.2054(1)	0.0622(2)	0.015
H(7B)	1.00476	0.18536	0.12726	0.018
C(4A)	1.2809(3)	0.2243(1)	-0.1754(2)	0.015
H(4A)	1.21954	0.21630	-0.10957	0.018
C(8B)	0.9677(3)	0.2647(1)	0.0602(2)	0.016
H(8B)	1.01642	0.28426	0.12460	0.019
C(7A)	1.4658(3)	0.2492(1)	-0.3710(2)	0.016
H(7A)	1.52843	0.25740	-0.43622	0.019
C(2A)	1.2785(3)	0.1183(1)	-0.2218(2)	0.016
H(2A1)	1.33592	0.09295	-0.27477	0.019
H(2A2)	1.15089	0.11418	-0.23578	0.019
C(3B)	0.9032(3)	0.2953(1)	-0.0365(2)	0.015
C(2B)	0.9181(3)	0.3598(1)	-0.0440(2)	0.018
H(2B1)	0.97143	0.36999	-0.11572	0.022
H(2B2)	0.99578	0.37347	0.01998	0.022
C(6B)	0.8871(3)	0.1762(1)	-0.0332(2)	0.014
C(5B)	0.8160(3)	0.2058(1)	-0.1295(2)	0.016
H(5B)	0.76229	0.18627	-0.19230	0.019
C(1A)	1.3302(3)	0.1007(1)	-0.0976(2)	0.017
H(1A4)	1.45819	0.10344	-0.08418	0.020



	x/a	y/b	z/c	U
H(1A5)	1.27563	0.12662	-0.04440	0.020
C(5A)	1.3212(3)	0.2806(1)	-0.2012(2)	0.016
H(5A)	1.28740	0.31007	-0.15292	0.019
C(1B)	0.7385(3)	0.3888(1)	-0.0398(2)	0.016
H(1B4)	0.65076	0.36780	-0.08751	0.020
H(1B5)	0.70124	0.38886	0.03933	0.020
H(2W)	2.322(6)	-0.098(2)	-0.171(4)	0.050
H(1W)	2.181(6)	-0.080(2)	-0.127(4)	0.050

**Table 2**

Les paramètres de vibrations dans l'expression de calcul de Ueq:

$$U_{eq} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i a_j$$

	U11	U22	U33	U12	U13	U23
SN	0.0126(1)	0.0119(1)	0.0115(1)	-0.0007(1)	0.0026(1)	-0.0012(1)
F(6)	0.0139(7)	0.0264(9)	0.0158(7)	0.0031(6)	0.0036(6)	0.0027(6)
F(5)	0.0194(8)	0.0358(10)	0.0150(8)	-0.0102(7)	-0.0034(6)	0.0021(7)
F(4)	0.0322(9)	0.0136(8)	0.0161(8)	0.0013(6)	-0.0050(6)	-0.0021(6)
F(2)	0.0145(7)	0.0260(9)	0.0233(8)	0.0027(6)	-0.0029(6)	0.0067(7)
F(3)	0.0197(8)	0.0250(9)	0.0199(8)	0.0043(7)	0.0092(6)	0.0039(6)
F(1)	0.048(1)	0.014(1)	0.031(1)	-0.004(1)	0.016(1)	-0.005(1)
O(1A)	0.026(1)	0.014(1)	0.020(1)	-0.002(1)	0.005(1)	0.003(1)
OW	0.020(1)	0.028(1)	0.023(1)	0.003(1)	0.008(1)	0.004(1)
O(1B)	0.025(1)	0.014(1)	0.015(1)	-0.002(1)	-0.002(1)	-0.001(1)
N(1B)	0.012(1)	0.017(1)	0.018(1)	-0.001(1)	0.001(1)	-0.001(1)
N(1A)	0.014(1)	0.018(1)	0.014(1)	0.000(1)	0.000(1)	0.003(1)
C(3A)	0.013(1)	0.016(1)	0.012(1)	0.002(1)	-0.002(1)	0.001(1)
C(4B)	0.015(1)	0.020(1)	0.014(1)	0.001(1)	-0.001(1)	0.002(1)
C(8A)	0.015(1)	0.019(1)	0.013(1)	0.003(1)	0.002(1)	-0.002(1)
C(6A)	0.013(1)	0.014(1)	0.016(1)	-0.001(1)	-0.002(1)	0.004(1)
C(7B)	0.015(1)	0.020(1)	0.011(1)	-0.001(1)	0.000(1)	0.003(1)
C(4A)	0.014(1)	0.020(1)	0.011(1)	0.001(1)	0.002(1)	0.000(1)
C(8B)	0.015(1)	0.019(1)	0.013(1)	-0.003(1)	0.000(1)	-0.004(1)
C(7A)	0.014(1)	0.022(1)	0.012(1)	0.001(1)	0.003(1)	0.002(1)
C(2A)	0.018(1)	0.016(1)	0.014(1)	-0.002(1)	0.001(1)	0.000(1)
C(3B)	0.012(1)	0.016(1)	0.017(1)	-0.001(1)	0.003(1)	0.000(1)
C(2B)	0.015(1)	0.014(1)	0.024(1)	-0.002(1)	0.001(1)	-0.001(1)
C(6B)	0.013(1)	0.015(1)	0.014(1)	-0.001(1)	0.003(1)	0.000(1)
C(5B)	0.016(1)	0.018(1)	0.013(1)	-0.001(1)	0.001(1)	-0.003(1)
C(1A)	0.018(1)	0.015(1)	0.016(1)	0.001(1)	-0.001(1)	0.002(1)
C(5A)	0.015(1)	0.017(1)	0.014(1)	0.000(1)	0.001(1)	-0.002(1)
C(1B)	0.016(1)	0.016(1)	0.018(1)	-0.001(1)	0.003(1)	0.000(1)

**Table 3**

Les distances inter atomiques(Å)

SN - F(6)	1.972(2)	SN - F(5)	1.950(2)
SN - F(4)	1.953(2)	SN - F(2)	1.955(2)
SN - F(3)	1.953(2)	SN - F(1)	1.947(2)
O(1A) - H(1A)	0.820(2)	O(1A) - C(6A)	1.381(4)
OW - H(2W)	0.76(5)	OW - H(1W)	0.82(5)
O(1B) - H(1B)	0.820(2)	O(1B) - C(6B)	1.378(4)
N(1B) - H(1B1)	0.890(3)	N(1B) - H(1B2)	0.890(3)

N(1B) - H(1B3)	0.890(3)	N(1A) - H(1A1)	0.890(3)
N(1A) - H(1A2)	0.890(3)	N(1A) - H(1A3)	0.890(3)
C(3A) - C(8A)	1.393(4)	C(3A) - C(4A)	1.397(4)
C(3A) - C(2A)	1.515(4)	C(4B) - H(4B)	0.930(3)
C(4B) - C(3B)	1.393(4)	C(4B) - C(5B)	1.383(4)
C(8A) - H(8A)	0.930(3)	C(8A) - C(7A)	1.390(4)
C(6A) - C(7A)	1.383(4)	C(6A) - C(5A)	1.389(4)
C(7B) - H(7B)	0.930(3)	C(7B) - C(8B)	1.389(4)
C(7B) - C(6B)	1.384(4)	C(4A) - H(4A)	0.930(3)
C(4A) - C(5A)	1.387(4)	C(8B) - H(8B)	0.930(3)
C(8B) - C(3B)	1.391(4)	C(7A) - H(7A)	0.930(3)
C(2A) - H(2A1)	0.970(3)	C(2A) - H(2A2)	0.970(3)
C(2A) - C(1A)	1.521(4)	C(3B) - C(2B)	1.514(4)
C(2B) - H(2B1)	0.970(3)	C(2B) - H(2B2)	0.970(3)
C(2B) - C(1B)	1.516(4)	C(6B) - C(5B)	1.392(4)
C(5B) - H(5B)	0.930(3)	C(1A) - H(1A4)	0.970(3)
C(1A) - H(1A5)	0.970(3)	C(5A) - H(5A)	0.930(3)
C(1B) - H(1B4)	0.970(3)	C(1B) - H(1B5)	0.970(3)

**Table 4**  
**Les angles de liaisons(°)**

F(6)-SN-F(5)	90.3(1)	F(6)-SN-F(4)	89.5(1)
F(6)-SN-F(2)	86.3(1)	F(6)-SN-F(3)	178.7(1)
F(6)-SN-F(1)	88.4(1)	F(5)-SN-F(4)	88.9(1)
F(5)-SN-F(2)	175.7(1)	F(5)-SN-F(3)	90.9(1)
F(5)-SN-F(1)	91.0(1)	F(4)-SN-F(2)	88.3(1)
F(4)-SN-F(3)	90.8(1)	F(4)-SN-F(1)	177.9(1)
F(2)-SN-F(3)	92.5(1)	F(2)-SN-F(1)	91.6(1)
F(3)-SN-F(1)	91.3(1)	H(1A)-O(1A)-C(6A)	109.5(3)
H(2W)-OW-H(1W)	107.7(43)	H(1B)-O(1B)-C(6B)	109.5(2)
H(1B1)-N(1B)-H(1B2)	109.5(3)	H(1B1)-N(1B)-H(1B3)	109.5(3)
H(1B2)-N(1B)-H(1B3)	109.5(3)	H(1A1)-N(1A)-H(1A2)	109.5(3)
H(1A1)-N(1A)-H(1A3)	109.5(3)	H(1A2)-N(1A)-H(1A3)	109.5(3)
C(8A)-C(3A)-C(4A)	117.8(3)	C(8A)-C(3A)-C(2A)	121.1(3)
C(4A)-C(3A)-C(2A)	121.1(3)	H(4B)-C(4B)-C(3B)	119.1(3)
H(4B)-C(4B)-C(5B)	119.1(3)	C(3B)-C(4B)-C(5B)	121.7(3)
C(3A)-C(8A)-H(8A)	119.1(3)	C(3A)-C(8A)-C(7A)	121.8(3)
H(8A)-C(8A)-C(7A)	119.1(3)	O(1A)-C(6A)-C(7A)	118.3(3)
O(1A)-C(6A)-C(5A)	121.1(3)	C(7A)-C(6A)-C(5A)	120.6(3)
H(7B)-C(7B)-C(8B)	120.2(3)	H(7B)-C(7B)-C(6B)	120.2(3)
C(8B)-C(7B)-C(6B)	119.6(3)	C(3A)-C(4A)-H(4A)	119.4(3)
C(3A)-C(4A)-C(5A)	121.1(3)	H(4A)-C(4A)-C(5A)	119.4(3)
C(7B)-C(8B)-H(8B)	119.5(3)	C(7B)-C(8B)-C(3B)	121.0(3)
H(8B)-C(8B)-C(3B)	119.5(3)	C(8A)-C(7A)-C(6A)	119.0(3)
C(8A)-C(7A)-H(7A)	120.5(3)	C(6A)-C(7A)-H(7A)	120.5(3)
C(3A)-C(2A)-H(2A1)	109.2(3)	C(3A)-C(2A)-H(2A2)	109.2(3)
C(3A)-C(2A)-C(1A)	112.2(3)	H(2A1)-C(2A)-H(2A2)	107.9(3)
H(2A1)-C(2A)-C(1A)	109.2(3)	H(2A2)-C(2A)-C(1A)	109.2(3)
C(4B)-C(3B)-C(8B)	118.2(3)	C(4B)-C(3B)-C(2B)	119.5(3)
C(8B)-C(3B)-C(2B)	122.3(3)	C(3B)-C(2B)-H(2B1)	109.2(3)
C(3B)-C(2B)-H(2B2)	109.2(3)	C(3B)-C(2B)-C(1B)	112.0(3)
H(2B1)-C(2B)-H(2B2)	107.9(3)	H(2B1)-C(2B)-C(1B)	109.2(3)
H(2B2)-C(2B)-C(1B)	109.2(3)	O(1B)-C(6B)-C(7B)	117.8(3)
O(1B)-C(6B)-C(5B)	121.6(3)	C(7B)-C(6B)-C(5B)	120.6(3)
C(4B)-C(5B)-C(6B)	118.9(3)	C(4B)-C(5B)-H(5B)	120.6(3)
C(6B)-C(5B)-H(5B)	120.6(3)	C(2A)-C(1A)-H(1A4)	109.4(3)
C(2A)-C(1A)-H(1A5)	109.4(3)	H(1A4)-C(1A)-H(1A5)	108.0(3)

C(6A)-C(5A)-C(4A)	119.6(3)	C(6A)-C(5A)-H(5A)	120.2(3)
C(4A)-C(5A)-H(5A)	120.2(3)	C(2B)-C(1B)-H(1B4)	109.6(3)
C(2B)-C(1B)-H(1B5)	109.6(3)	H(1B4)-C(1B)-H(1B5)	108.1(3)

**Table 5**  
**Les angles de torsion (°)**

H(1A) - O(1A) - C(6A) - C(7A)	179.8
H(1A) - O(1A) - C(6A) - C(5A)	0.3
H(1B) - O(1B) - C(6B) - C(7B)	-180.0
H(1B) - O(1B) - C(6B) - C(5B)	-1.7
C(4A) - C(3A) - C(8A) - H(8A)	179.0
C(8A) - C(3A) - C(4A) - H(4A)	-179.2
C(4A) - C(3A) - C(8A) - C(7A)	-1.0
C(8A) - C(3A) - C(4A) - C(5A)	0.8
C(2A) - C(3A) - C(8A) - H(8A)	-3.3
C(2A) - C(3A) - C(8A) - C(7A)	176.7
C(8A) - C(3A) - C(2A) - H(2A1)	8.8
C(8A) - C(3A) - C(2A) - H(2A2)	-108.9
C(8A) - C(3A) - C(2A) - C(1A)	130.0
C(2A) - C(3A) - C(4A) - H(4A)	3.2
C(4A) - C(3A) - C(2A) - H(2A1)	-173.6
C(4A) - C(3A) - C(2A) - H(2A2)	68.7
C(4A) - C(3A) - C(2A) - C(1A)	-52.4
C(2A) - C(3A) - C(4A) - C(5A)	-176.8
H(4B) - C(4B) - C(3B) - C(8B)	179.0
H(4B) - C(4B) - C(3B) - C(2B)	-2.5
H(4B) - C(4B) - C(5B) - C(6B)	178.8
H(4B) - C(4B) - C(5B) - H(5B)	-1.2
C(5B) - C(4B) - C(3B) - C(8B)	-1.0
C(5B) - C(4B) - C(3B) - C(2B)	177.5
C(3B) - C(4B) - C(5B) - C(6B)	-1.2
C(3B) - C(4B) - C(5B) - H(5B)	178.8
C(3A) - C(8A) - C(7A) - C(6A)	0.0
C(3A) - C(8A) - C(7A) - H(7A)	-180.0
H(8A) - C(8A) - C(7A) - C(6A)	-180.0
H(8A) - C(8A) - C(7A) - H(7A)	0.0
O(1A) - C(6A) - C(7A) - C(8A)	-178.5
O(1A) - C(6A) - C(7A) - H(7A)	1.5
O(1A) - C(6A) - C(5A) - C(4A)	178.3
O(1A) - C(6A) - C(5A) - H(5A)	-1.7
C(5A) - C(6A) - C(7A) - C(8A)	1.0
C(7A) - C(6A) - C(5A) - C(4A)	-1.1
C(5A) - C(6A) - C(7A) - H(7A)	-179.0
C(7A) - C(6A) - C(5A) - H(5A)	178.9
H(7B) - C(7B) - C(8B) - H(8B)	-0.4
H(7B) - C(7B) - C(8B) - C(3B)	179.6
H(7B) - C(7B) - C(6B) - O(1B)	-3.6
H(7B) - C(7B) - C(6B) - C(5B)	178.1
C(8B) - C(7B) - C(6B) - O(1B)	176.4
C(6B) - C(7B) - C(8B) - H(8B)	179.6
C(6B) - C(7B) - C(8B) - C(3B)	-0.4
C(8B) - C(7B) - C(6B) - C(5B)	-1.9
C(3A) - C(4A) - C(5A) - C(6A)	0.2
C(3A) - C(4A) - C(5A) - H(5A)	-179.8
H(4A) - C(4A) - C(5A) - C(6A)	-179.8
H(4A) - C(4A) - C(5A) - H(5A)	0.2
C(7B) - C(8B) - C(3B) - C(4B)	1.8
C(7B) - C(8B) - C(3B) - C(2B)	-176.6
H(8B) - C(8B) - C(3B) - C(4B)	-178.2
H(8B) - C(8B) - C(3B) - C(2B)	3.4

C(3A) - C(2A) - C(1A) - H(1A4)	-60.9
C(3A) - C(2A) - C(1A) - H(1A5)	57.3
H(2A1) - C(2A) - C(1A) - H(1A4)	60.2
H(2A1) - C(2A) - C(1A) - H(1A5)	178.4
H(2A2) - C(2A) - C(1A) - H(1A4)	177.9
H(2A2) - C(2A) - C(1A) - H(1A5)	-63.9
C(4B) - C(3B) - C(2B) - H(2B1)	-50.2
C(4B) - C(3B) - C(2B) - H(2B2)	-168.0
C(4B) - C(3B) - C(2B) - C(1B)	70.9
C(8B) - C(3B) - C(2B) - H(2B1)	128.2
C(8B) - C(3B) - C(2B) - H(2B2)	10.4
C(8B) - C(3B) - C(2B) - C(1B)	-110.7
C(3B) - C(2B) - C(1B) - H(1B4)	-42.1
C(3B) - C(2B) - C(1B) - H(1B5)	76.5
H(2B1) - C(2B) - C(1B) - H(1B4)	79.1
H(2B1) - C(2B) - C(1B) - H(1B5)	-162.4
H(2B2) - C(2B) - C(1B) - H(1B4)	-163.2
H(2B2) - C(2B) - C(1B) - H(1B5)	-44.7
O(1B) - C(6B) - C(5B) - C(4B)	-175.6
O(1B) - C(6B) - C(5B) - H(5B)	4.4
C(7B) - C(6B) - C(5B) - C(4B)	2.7
C(7B) - C(6B) - C(5B) - H(5B)	-177.3

**Annexes III**  
4-carboxyméthylanilinium chloride

**Table 1**  
**les coordonnées atomiques ainsi que leurs facteurs de déplacement**  
**isotropes équivalents (Å)**

	x/a	y/b	z/c	U
CL(1)	0.33999(7)	0.14718(3)	0.03582(2)	0.016
O(1)	0.7756(3)	0.5994(1)	0.0205(1)	0.028
H(1)	0.72384	0.66603	0.00398	0.040
O(2)	0.5016(3)	0.6521(1)	0.1140(1)	0.026
N(1)	0.3016(3)	0.3771(1)	0.4093(1)	0.015
H(1A)	0.18242	0.31277	0.40512	0.022
H(1B)	0.19694	0.44139	0.42119	0.022
H(1C)	0.44940	0.36415	0.44548	0.022
C(4)	0.6631(3)	0.4426(1)	0.1998(1)	0.015
C(1)	0.4271(3)	0.3984(1)	0.3367(1)	0.013
C(6)	0.6098(3)	0.4981(1)	0.3305(1)	0.017
H(6)	0.65222	0.54995	0.37140	0.020
C(3)	0.4803(3)	0.3431(1)	0.2080(1)	0.016
H(3)	0.43734	0.29107	0.16723	0.019
C(7)	0.7903(3)	0.4682(1)	0.1256(1)	0.018
H(7A)	0.74555	0.40060	0.09156	0.022
H(7B)	1.00603	0.47436	0.13473	0.022
C(8)	0.6709(3)	0.5825(1)	0.0871(1)	0.016
C(5)	0.7279(3)	0.5191(1)	0.2621(1)	0.018
H(5)	0.85243	0.58526	0.25761	0.021
C(2)	0.3601(3)	0.3201(1)	0.2766(1)	0.015
H(2)	0.23767	0.25346	0.28169	0.018

**Table 2**  
**Les paramètres de vibrations dans l'expression de calcul de Ueq:**  
**Ueq= (1/3) ΣiΣjUi<sub>i</sub>\* a<sub>j</sub>\* a<sub>i</sub>a<sub>j</sub>**

	U11	U22	U33	U12	U13	U23
CL(1)	0.0197(2)	0.0138(2)	0.0135(2)	0.0004(1)	0.0018(1)	0.0019(1)
O(1)	0.0393(7)	0.0206(6)	0.0239(6)	0.0128(5)	0.0181(5)	0.0103(5)
O(2)	0.0361(7)	0.0226(6)	0.0203(6)	0.0151(5)	0.0123(5)	0.0061(5)
N(1)	0.0169(6)	0.0146(6)	0.0124(6)	-0.0011(5)	0.0034(5)	-0.0013(5)
C(4)	0.0141(6)	0.0146(7)	0.0150(7)	0.0054(6)	0.0026(5)	0.0034(6)
C(1)	0.0131(6)	0.0142(7)	0.0108(6)	0.0021(5)	0.0025(5)	0.0023(5)
C(6)	0.0173(7)	0.0163(7)	0.0159(7)	-0.0025(6)	0.0003(5)	-0.0027(6)
C(3)	0.0190(7)	0.0138(7)	0.0137(7)	0.0024(6)	0.0011(5)	-0.0020(6)
C(7)	0.0200(7)	0.0173(7)	0.0178(7)	0.0043(6)	0.0071(6)	0.0034(6)
C(8)	0.0156(7)	0.0161(7)	0.0157(7)	0.0003(6)	0.0034(5)	0.0007(6)
C(5)	0.0153(7)	0.0173(7)	0.0206(8)	-0.0039(6)	0.0032(5)	0.0013(6)
C(2)	0.0161(7)	0.0123(7)	0.0159(7)	-0.0021(6)	0.0014(5)	0.0000(6)

**Table 3**  
**Les distances inter atomiques(Å)**

O(1) - H(1)	0.820(2)	O(1) - C(8)	1.323(2)
O(2) - C(8)	1.212(2)	N(1) - H(1A)	0.890(2)
N(1) - H(1B)	0.890(2)	N(1) - H(1C)	0.890(2)
C(4) - C(3)	1.390(3)	C(4) - C(7)	1.510(2)
C(4) - C(5)	1.401(3)	C(1) - C(6)	1.388(3)
C(1) - C(2)	1.384(3)	C(6) - H(6)	0.930(2)
C(6) - C(5)	1.387(3)	C(3) - H(3)	0.930(2)
C(3) - C(2)	1.399(2)	C(7) - H(7A)	0.970(2)
C(7) - H(7B)	0.970(2)	C(7) - C(8)	1.512(3)
C(5) - H(5)	0.930(2)	C(2) - H(2)	0.930(2)

**Table 4**  
**Les angles de liaisons(°)**

H(1)-O(1)-C(8)	109.5(2)	H(1A)-N(1)-H(1B)	109.5(2)
H(1A)-N(1)-H(1C)	109.5(2)	H(1B)-N(1)-H(1C)	109.5(2)
C(3)-C(4)-C(7)	121.1(2)	C(3)-C(4)-C(5)	118.6(2)
C(7)-C(4)-C(5)	120.3(2)	C(6)-C(1)-C(2)	121.7(2)
C(1)-C(6)-H(6)	120.6(2)	C(1)-C(6)-C(5)	118.8(2)
H(6)-C(6)-C(5)	120.6(2)	C(4)-C(3)-H(3)	119.5(2)
C(4)-C(3)-C(2)	121.0(2)	H(3)-C(3)-C(2)	119.5(2)
C(4)-C(7)-H(7A)	108.8(2)	C(4)-C(7)-H(7B)	108.8(2)
C(4)-C(7)-C(8)	113.7(2)	H(7A)-C(7)-H(7B)	107.7(2)
H(7A)-C(7)-C(8)	108.8(2)	H(7B)-C(7)-C(8)	108.8(2)
O(1)-C(8)-O(2)	123.3(2)	O(1)-C(8)-C(7)	112.3(2)
O(2)-C(8)-C(7)	124.4(2)	C(4)-C(5)-C(6)	121.2(2)
C(4)-C(5)-H(5)	119.4(2)	C(6)-C(5)-H(5)	119.4(2)
C(1)-C(2)-C(3)	118.7(2)	C(1)-C(2)-H(2)	120.7(2)
C(3)-C(2)-H(2)	120.7(2)		

**Table 5**  
**Les angles de torsion (°)**

H(1) - O(1) - C(8) - O(2)	6.4
H(1) - O(1) - C(8) - C(7)	-172.7
C(7) - C(4) - C(3) - H(3)	0.6
C(3) - C(4) - C(7) - H(7A)	-7.8
C(3) - C(4) - C(7) - H(7B)	-124.8
C(3) - C(4) - C(7) - C(8)	113.7
C(7) - C(4) - C(3) - C(2)	-179.4
C(3) - C(4) - C(5) - C(6)	-1.0
C(5) - C(4) - C(3) - H(3)	-179.3
C(3) - C(4) - C(5) - H(5)	179.0
C(5) - C(4) - C(3) - C(2)	0.7
C(7) - C(4) - C(5) - C(6)	179.1
C(5) - C(4) - C(7) - H(7A)	172.2
C(5) - C(4) - C(7) - H(7B)	55.1
C(5) - C(4) - C(7) - C(8)	-66.4
C(7) - C(4) - C(5) - H(5)	-0.9
C(2) - C(1) - C(6) - H(6)	179.9
C(6) - C(1) - C(2) - C(3)	-0.2
C(2) - C(1) - C(6) - C(5)	-0.1

C(6) - C(1) - C(2) - H(2)	179.8
C(1) - C(6) - C(5) - C(4)	0.7
C(1) - C(6) - C(5) - H(5)	-179.3
H(6) - C(6) - C(5) - C(4)	-179.3
H(6) - C(6) - C(5) - H(5)	0.7
C(4) - C(3) - C(2) - C(1)	-0.1
C(4) - C(3) - C(2) - H(2)	179.9
H(3) - C(3) - C(2) - C(1)	179.9
H(3) - C(3) - C(2) - H(2)	-0.1
C(4) - C(7) - C(8) - O(1)	-177.0
C(4) - C(7) - C(8) - O(2)	3.9
H(7A) - C(7) - C(8) - O(1)	-55.5
H(7A) - C(7) - C(8) - O(2)	125.3
H(7B) - C(7) - C(8) - O(1)	61.6
H(7B) - C(7) - C(8) - O(2)	-117.6

**Annexes IV**  
**L-phénylalaninium chloride**

**Table 1**  
**Les coordonnées atomiques ainsi que leurs facteurs de déplacement isotropes équivalents (Å)**

	x/a	y/b	z/c	U
CL(1)	0.77343(8)	-0.05792(7)	0.30753(2)	0.017
O(1)	0.6195(3)	0.4507(2)	0.2958(1)	0.017
O(2)	0.3903(3)	0.6586(2)	0.3395(1)	0.023
H(2)	0.51504	0.72496	0.33772	0.035
N(1)	0.2590(3)	0.1891(2)	0.2920(1)	0.015
H(1A)	0.12811	0.11210	0.29303	0.023
H(1B)	0.38859	0.13132	0.30571	0.023
H(1C)	0.29376	0.21747	0.26073	0.023
C(2)	0.2026(3)	0.3677(3)	0.3197(1)	0.013
H(2A)	0.06807	0.43290	0.30228	0.016
C(4)	0.2939(4)	0.2188(3)	0.4044(1)	0.016
C(1)	0.4304(4)	0.4940(3)	0.3168(1)	0.014
C(3)	0.1126(4)	0.3267(3)	0.3725(1)	0.016
H(3A)	0.07486	0.44689	0.38844	0.019
H(3B)	-0.04016	0.25433	0.37058	0.019
C(9)	0.2655(5)	0.0229(3)	0.4119(1)	0.022
H(9)	0.13423	-0.04146	0.39716	0.027
C(6)	0.6608(4)	0.2106(4)	0.4563(1)	0.026
H(6)	0.79306	0.27373	0.47107	0.031
C(8)	0.4331(5)	-0.0755(4)	0.4412(1)	0.031
H(8)	0.41260	-0.20569	0.44595	0.037
C(5)	0.4936(4)	0.3102(3)	0.4271(1)	0.019
H(5)	0.51505	0.44039	0.42256	0.023
C(7)	0.6294(5)	0.0165(4)	0.4634(1)	0.029
H(7)	0.74009	-0.05117	0.48300	0.035

**Table 2**  
**Les paramètres de vibrations dans l'expression de calcul de Ueq:**  
**Ueq= (1/3) ΣiΣjUijai\*aj\*aiaj**

	U11	U22	U33	U12	U13	U23
CL(1)	0.0158(2)	0.0148(2)	0.0218(2)	-.0050(2)	-.0002(2)	-.0007(2)
O(1)	0.0119(6)	0.0151(7)	0.0244(7)	-.0013(6)	0.0016(5)	0.0016(6)
O(2)	0.0231(8)	0.0126(7)	0.0336(8)	-.0070(7)	0.0112(7)	-.0048(6)
N(1)	0.0128(8)	0.0152(7)	0.0178(7)	-.0036(7)	0.0008(7)	-.0017(6)
C(2)	0.0112(8)	0.0119(9)	0.0173(8)	0.0003(7)	0.0005(7)	-.0012(7)
C(4)	0.0158(9)	0.0198(10)	0.0130(8)	0.0006(8)	0.0027(8)	-.0006(7)
C(1)	0.0149(9)	0.0115(9)	0.0166(9)	-.0012(7)	-.0017(7)	0.0020(7)
C(3)	0.0145(9)	0.0153(10)	0.0174(9)	-.0017(8)	0.0019(8)	-.0011(8)
C(9)	0.029(1)	0.017(1)	0.020(1)	-0.001(1)	0.000(1)	-0.003(1)
C(6)	0.018(1)	0.040(1)	0.019(1)	-0.001(1)	-0.001(1)	0.000(1)
C(8)	0.047(1)	0.021(1)	0.025(1)	0.006(1)	0.003(1)	0.002(1)
C(5)	0.020(1)	0.021(1)	0.016(1)	-0.004(1)	0.003(1)	0.000(1)
C(7)	0.031(1)	0.038(1)	0.019(1)	0.015(1)	0.001(1)	0.005(1)



**Table 3**  
**Les distances inter atomiques (Å)**

O(1) - C(1)	1.207(3)	O(2) - H(2)	0.820(2)
O(2) - C(1)	1.328(3)	N(1) - H(1A)	0.890(2)
N(1) - H(1B)	0.890(2)	N(1) - H(1C)	0.890(2)
C(2) - H(2A)	0.980(2)	C(2) - C(1)	1.518(3)
C(2) - C(3)	1.536(3)	C(4) - C(3)	1.510(3)
C(4) - C(9)	1.399(3)	C(4) - C(5)	1.397(3)
C(3) - H(3A)	0.970(3)	C(3) - H(3B)	0.970(3)
C(9) - H(9)	0.930(3)	C(9) - C(8)	1.388(4)
C(6) - H(6)	0.930(3)	C(6) - C(5)	1.389(4)
C(6) - C(7)	1.387(4)	C(8) - H(8)	0.930(3)
C(8) - C(7)	1.379(4)	C(5) - H(5)	0.930(3)
C(7) - H(7)	0.930(3)		

**Table 4**  
**Les angles de liaisons (°)**

H(2)-O(2)-C(1)	109.5(2)	H(1A)-N(1)-H(1B)	109.5(2)
H(1A)-N(1)-H(1C)	109.5(2)	H(1B)-N(1)-H(1C)	109.5(2)
H(2A)-C(2)-C(1)	107.5(2)	H(2A)-C(2)-C(3)	107.5(2)
C(1)-C(2)-C(3)	114.5(2)	C(3)-C(4)-C(9)	120.4(2)
C(3)-C(4)-C(5)	121.4(2)	C(9)-C(4)-C(5)	118.2(2)
O(1)-C(1)-O(2)	125.1(2)	O(1)-C(1)-C(2)	124.2(2)
O(2)-C(1)-C(2)	110.7(2)	C(2)-C(3)-C(4)	114.9(2)
C(2)-C(3)-H(3A)	108.5(2)	C(2)-C(3)-H(3B)	108.5(2)
C(4)-C(3)-H(3A)	108.5(2)	C(4)-C(3)-H(3B)	108.5(2)
H(3A)-C(3)-H(3B)	107.5(2)	C(4)-C(9)-H(9)	120.0(3)
C(4)-C(9)-C(8)	120.1(3)	H(9)-C(9)-C(8)	120.0(3)
H(6)-C(6)-C(5)	120.2(3)	H(6)-C(6)-C(7)	120.2(3)
C(5)-C(6)-C(7)	119.6(3)	C(9)-C(8)-H(8)	119.5(3)
C(9)-C(8)-C(7)	121.1(3)	H(8)-C(8)-C(7)	119.4(3)
C(4)-C(5)-C(6)	121.4(3)	C(4)-C(5)-H(5)	119.3(3)
C(6)-C(5)-H(5)	119.3(3)	C(6)-C(7)-C(8)	119.6(3)
C(6)-C(7)-H(7)	120.2(3)	C(8)-C(7)-H(7)	120.2(3)

**Table 5**  
**Les angles de torsion (°)**

H(2) - O(2) - C(1) - O(1)	-1.4
H(2) - O(2) - C(1) - C(2)	179.7
H(2A) - C(2) - C(1) - O(1)	-116.2
H(2A) - C(2) - C(1) - O(2)	62.6
H(2A) - C(2) - C(3) - C(4)	177.7
H(2A) - C(2) - C(3) - H(3A)	-60.6
H(2A) - C(2) - C(3) - H(3B)	56.0
C(3) - C(2) - C(1) - O(1)	124.4
C(3) - C(2) - C(1) - O(2)	-56.8
C(1) - C(2) - C(3) - C(4)	-62.9
C(1) - C(2) - C(3) - H(3A)	58.8
C(1) - C(2) - C(3) - H(3B)	175.4
C(9) - C(4) - C(3) - C(2)	-100.3
C(9) - C(4) - C(3) - H(3A)	138.0
C(9) - C(4) - C(3) - H(3B)	21.4

C(3) - C(4) - C(9) - H(9)	-0.1
C(3) - C(4) - C(9) - C(8)	179.9
C(5) - C(4) - C(3) - C(2)	79.5
C(5) - C(4) - C(3) - H(3A)	-42.2
C(5) - C(4) - C(3) - H(3B)	-158.8
C(3) - C(4) - C(5) - C(6)	-179.8
C(3) - C(4) - C(5) - H(5)	0.2
C(5) - C(4) - C(9) - H(9)	-179.9
C(9) - C(4) - C(5) - C(6)	0.1
C(5) - C(4) - C(9) - C(8)	0.1
C(9) - C(4) - C(5) - H(5)	-179.9
C(4) - C(9) - C(8) - H(8)	180.0
C(4) - C(9) - C(8) - C(7)	0.0
H(9) - C(9) - C(8) - H(8)	0.0
H(9) - C(9) - C(8) - C(7)	180.0
H(6) - C(6) - C(5) - C(4)	179.8
H(6) - C(6) - C(5) - H(5)	-0.2
H(6) - C(6) - C(7) - C(8)	-179.8
H(6) - C(6) - C(7) - H(7)	0.2
C(7) - C(6) - C(5) - C(4)	-0.2
C(5) - C(6) - C(7) - C(8)	0.2
C(7) - C(6) - C(5) - H(5)	179.8
C(5) - C(6) - C(7) - H(7)	-179.8
C(9) - C(8) - C(7) - C(6)	-0.1
C(9) - C(8) - C(7) - H(7)	179.9
H(8) - C(8) - C(7) - C(6)	179.9
H(8) - C(8) - C(7) - H(7)	-0.1

# **RESUME**

## RESUMES:

L'objectif poursuivi au cours de ce travail était d'étudier des nouveaux composés hybrides organiques-inorganiques formés à base d'hexachlorure et hexafluorure d'étain et des matrices organiques à base d'amine aromatique. L'étude structurale de ces composés a été réalisée en utilisant la diffraction des rayons X.

Nous avons utilisé la synthèse par voie de chimie en solution comme méthode de synthèse.

On a obtenu trois nouveaux composés et on a redéterminé un autre.

Les quatre composés sont:

- ❖ Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV)
- ❖ Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(IV)hydraté
- ❖ 4-carboxyméthylanilinium chloride
- ❖ L-phénylalaninium chloride

### Mots- clés:

\*Composés hybrides

\*Diffraction des rayons X

\*Amines

## ABSTRACT

The objective pursued during this work was to study new organic-inorganic hybrid compounds formed to basis of hexachlorure and hexafluorure of tin and the organic matrixes to basis of amino aromatic. The structural survey of these compounds has been achieved while using the diffraction of the X-rays.

We used the synthesis by chemistry way in solution as method of synthesis.

One got three new compounds and one has redéterminé another.

The four compounds are

- ❖ Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV)
- ❖ Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(IV)hydraté
- ❖ 4-carboxyméthylanilinium chloride
- ❖ L-phénylalininium chloride

### key words:

\*Hybrid compounds

\*X-rays diffraction

\*Amines

## ملخص

الهدف المتبع في هذا العمل هو دراسة مركبات جديدة هجينة عضوية-غير عضوية تتكون في الاساس من سداسي كلور و فليور القصدير و من مصفوفات عضوية للامين العطري. لدراسة هذه المركبات استعملنا الاشعة السينية ( RX ) لتحضير هذه المركبات استعملنا التحضير باستعمال محاليل كيميائية. حصلنا على ثلاثة مركبات جديدة و اعدنا دراسة مركب تمت دراسته من قبل. المركبات الاربعة هي

- ❖ Bis 3-hydroxyméthylanilinium hexachlorostannate(IV)
- ❖ Bis 4-hydroxy-phényléthylamonium hexafluorostannate(IV)hydraté
- ❖ 4-carboxyméthylanilinium chloride
- ❖ L-phénylalininium chloride

## الكلمات المفتاحية

- مركبات هجينة
- انعراج الاشعة السينية
- الامينات