

C44	0.6714 (4)	0.6288 (3)	0.3530 (4)	0.086 (3)
C45	0.6729 (4)	0.5229 (3)	0.4025 (3)	0.086 (3)
C46	0.6700 (3)	0.4177 (2)	0.3526 (2)	0.0538 (16)

Table 2. Selected geometric parameters (Å)

Te1—Rh2	2.5812 (3)	B6—B10	1.761 (3)
Te1—B3	2.382 (2)	B6—B11	1.780 (3)
Te1—B4	2.293 (3)	B7—B8	1.791 (4)
Te1—B5	2.304 (3)	B7—B11	1.832 (4)
Te1—B6	2.392 (2)	B7—B12	1.776 (4)
Rh2—B6	2.290 (2)	B8—B9	1.776 (4)
Rh2—B7	2.238 (2)	B8—B12	1.774 (4)
Rh2—B11	2.204 (2)	B9—B10	1.785 (4)
Rh2—S1	2.4132 (5)	B9—B12	1.768 (4)
Rh2—S2	2.3577 (6)	B10—B11	1.794 (4)
Rh2—P1	2.4020 (5)	B10—B12	1.783 (4)
B3—B4	1.942 (4)	B11—B12	1.770 (3)
B3—B7	1.766 (4)	S1—C1	1.698 (2)
B3—B8	1.747 (4)	S2—C1	1.710 (2)
B4—B5	1.887 (4)	C1—N1	1.320 (3)
B4—B8	1.763 (4)	N1—C11	1.441 (3)
B4—B9	1.756 (4)	P1—C21	1.842 (2)
B5—B6	1.956 (3)	P1—C31	1.831 (2)
B5—B9	1.756 (4)	P1—C41	1.826 (2)
B5—B10	1.751 (4)		

Data collection and cell refinement: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1989). Data reduction, program used to solve and refine structure and software used to prepare material for publication: *NRCVAX* (Gabe, Le Page, Charland, Lee & White, 1989). The compound crystallized in the triclinic system. The space group $P\bar{1}$ was assumed and was confirmed by the successful refinement. The structure was solved by the heavy-atom method. All H atoms were clearly visible in difference maps; they were positioned geometrically and were included as riding atoms in the structure-factor calculations. Examination of the structure with *PLATON* (Spek, 1992) showed that there were no solvent-accessible voids in the crystal structure.

GF thanks NSERC (Canada) for research grants. We are grateful to EOLAS (Ireland) for a studentship to DO'C and to Johnson Matthey PLC, England, for the loan of rhodium chemicals.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters, H-atom coordinates and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: AB1173). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

- Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.
- Faridooon, Ni Dhubhghaill, O., Spalding, T. R., Ferguson, G., Kaitner, B., Fontaine, X. L. R., Kennedy, J. D. & Reed, D. (1988). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2739–2745.
- Ferguson, G., Faridooon & Spalding, T. R. (1988). *Acta Cryst.* C44, 1368–1371.
- Gabe, E. J., Le Page, Y., Charland, J.-P., Lee, F. L. & White, P. S. (1989). *J. Appl. Cryst.* 22, 384–387.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*. Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.
- Larson, A. C. (1970). *Crystallographic Computing*, edited by F. R. Ahmed, S. R. Hall & C. P. Huber, pp. 291–294. Copenhagen: Munksgaard.

- Sheehan, J. P., Spalding, T. R., Ferguson, G., Gallagher, J. F., Kaitner, B. & Kennedy, J. D. (1993). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 35–42, and references therein.
- Spek, A. L. (1992). *PLATON. Molecular Geometry Program*. Univ. of Utrecht, The Netherlands.
- Wade, K. (1976). *Adv. Inorg. Chem. Radiochem.* 18, 1–66.

Acta Cryst. (1994). C50, 1434–1437

Sels de *S,S'*-(Alcane- α,ω -diyle)bis-(thiuronium). II. Tétrachloroplatinate(II) de *S,S'*-(Octane-1,8-diyle)bis(thiuronium)

NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Chimie Physique,
Minérale et Bioinorganique, Faculté de Pharmacie,
Université de Paris XI, rue Jean-Baptiste Clément,
92296 Châtenay-Malabry CEDEX, France

BERNARD VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale,
UFR de Médecine et de Pharmacie,
Université de Poitiers, 34 rue du Jardin des Plantes,
BP199 86034 Poitiers CEDEX, France

J. C. LANCELOT

Laboratoire de Chimie Thérapeutique,
UFR de Pharmacie, Université de Caen,
1 rue Vaubénard, 14032 Caen CEDEX, France

(Reçu le 4 octobre 1993, accepté le 31 janvier 1994)

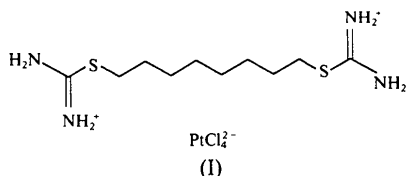
Abstract

The structure of *S,S'*-(1,8-octanediy)bis(thiuronium) tetrachloroplatinate(II), [C₁₀H₂₄N₄S₂]₂[PtCl₄], consists of square-planar PtCl₄²⁻ anions and BTUO²⁺ cations [where BTUO²⁺ is the bis-protonated form of the organic ligand 1,8-octanediybis-(thiourea)]. This cation exhibits a centre of symmetry and packs in a mixed *trans* (*t*) and *gauche* (*g*) configuration, with a *tggtttgt* zigzag sequence which is in contrast to the extended all-*trans* configuration observed in the homologous copper(II) compound [BTUO][CuCl₄]. The C(3) and C(4) atoms of the alkyl chain show statistical disorder. The BTUO²⁺ cations are sandwiched between monomeric planar PtCl₄²⁻ layers.

Commentaire

Les tétrachlorométallates(II) d'(alcane- α,ω -diyle)-bis(ammonium), H₃N—(CH₂)_n—[NH₃][MX₄] (*M* =

Cu, Mn, Fe *etc.*, $X = \text{Cl, Br, I}$), présentant une structure feuilletée de type perovskite ont fait l'objet de nombreuses études structurales car ils sont susceptibles de présenter plusieurs transitions de phases (Tichy, Benes, Kind & Arend, 1980). Par analogie, nous nous sommes intéressés à la synthèse de composés du même type $[\text{LH}_2][\text{MX}_4]$ dans lesquels les deux groupements ammonium $-\text{NH}_3^+$ ont été remplacés par deux groupements thiouronium $-\text{SC}(\text{NH}_2)_2^+$. Le ligand a été obtenu par l'un d'entre nous (Lancelot, 1993); selon le mode opératoire, le paramètre n de la chaîne carbonée peut varier de quatre à douze. Dans un précédent mémoire, nous avons décrit la synthèse et la structure cristalline du tétrachlorocuprate(II) de *S,S'*-(octane-1,8-diyle)bis(thiouronium) ou $[\text{BTUO}][\text{CuCl}_4]$ (Viostat, Nguyen-Huy Dung & Lancelot, 1994). La formation de composés moléculaires feuilletés de type perovskite n'a pas été observée dans ce dernier composé. En effet, l'existence d'entités monomères $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ plan carré localisées au niveau des centres de symétrie exclut la formation de composés de type perovskite où le cuivre(II) doit présenter une coordination octaédrique. Ce mémoire décrit la synthèse et la structure du tétrachloroplatinate(II) de *S,S'*-(octane-1,8-diyle)bis(thiouronium) ou $[\text{BTUO}][\text{PtCl}_4]$ (I).



L'atome de Pt est localisé sur un centre d'inversion, en position 2(a). Les atomes de Cl liés au Pt sont situés aux sommets d'un carré. Les distances sont comparables à celles décrites par Abrams *et al.* (1986) dans la structure du composé $[\text{Rhodamine-123}]_2\text{PtCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Le ligand protoné BTUO^{2+} possède également un centre de symétrie. La protonation au niveau du groupement terminal thiourée rend équivalentes les longueurs de liaisons C(11)—N(12) et C(11)—N(13) [différence $\Delta = 0,012$ (9) Å]. Les distances et angles calculés dans le groupement thiouronium sont légèrement inférieurs aux valeurs indiquées par Kennard & Walker (1963) dans le *p*-chlorobenzoate de *S*-méthylthiouronium [différence maxima $\Delta = 0,029$ (14) Å pour S—C(11)]. On note encore ici l'existence d'un caractère partiel de double liaison dans S—C(11). L'affinement a mis en évidence un désordre statistique des atomes C(3) et C(4) sur des sites C(300) et C(301) d'une part, C(400) et C(401) d'autre part. Les longueurs et les angles de liaisons autour des atomes C(1) et C(2) sont conformes aux valeurs décrites par Mathisen, Norman & Pedersen (1967) dans la structure de l'octane d'une

part, par Viostat *et al.* (1994) dans celle du composé $[\text{BTUO}][\text{CuCl}_4]$ d'autre part. Le groupement isothiouronium est plan [déviation maximale 0,006 (6) Å]. Le cation BTUO^{2+} possède une configuration mixte *trans-gauche* (*t-g*) suivant la séquence *tgttttgt* comme le montrent la figure et les angles de torsion de la chaîne aliphatique. Cette description peut être comparée à celle observée avec la propanediamine dans le complexe qu'elle forme avec l'acide L-glutamique (Ramaswamy & Murthy, 1992) alors que dans le sel $[\text{BTUO}][\text{CuCl}_4]$, la configuration observée dans le cation est tout-*trans*. Ainsi donc, la nature de l'ion métallique doit jouer un rôle important dans le changement de configuration du cation. D'ailleurs, un tel changement de configuration a déjà été décrit dans la structure du tétrachlorocadmiate de bis-*n*-décylammonium (Kind *et al.*, 1979).

L'empilement moléculaire est constitué de cations BTUO^{2+} pris en sandwich entre les couches d'anions monomères PtCl_4^{2-} . Cette organisation contribue à la formation de liaisons hydrogène entre les groupements isothiouronium et les atomes de Cl des anions PtCl_4^{2-} . Par ailleurs, la cohésion cristalline est assurée par quelques contacts de van der Waals dont le plus court vaut 3,475 (5) Å.

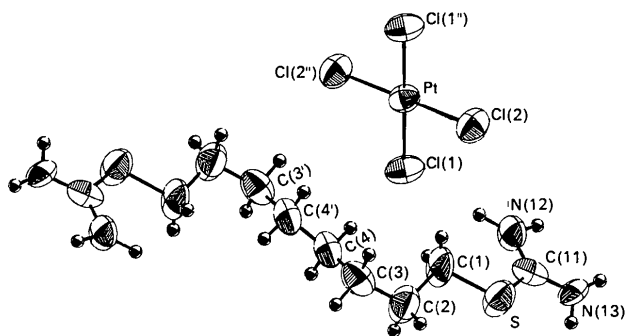


Fig. 1. Vue en perspective de la molécule et numérotation des atomes. Les ellipsoïde d'agitation thermique représentés une probabilité de 74%. [Codes de symétrie: (i) $-2-x, 1-y, -z$; (ii) $-x, -y, -z$.]

Partie expérimentale

La réaction du tétrachloroplatinate de potassium (10^{-4} mol) avec une solution chlorhydrique ($0,5 \text{ mol l}^{-1}$) de *S,S'*-(octane-1,8-diyle)bis(thiouronium) dans un rapport métal/ligand équimolaire conduit à la formation du sel d'anion complexe cité en titre. La cristallisation a été obtenue par évaporation lente de la solution chlorhydrique.

Données cristallines

$[\text{C}_{10}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{S}_2][\text{PtCl}_4]$
 $M_r = 601,34$

Mo $K\alpha$ radiation
 $\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$

Monoclinique

$P2_1/b$
 $a = 7,144$ (4) Å
 $b = 9,417$ (3) Å
 $c = 14,862$ (5) Å
 $\gamma = 100,12$ (3)°
 $V = 984,2$ (6) Å³
 $Z = 2$
 $D_x = 2,03$ Mg m⁻³
 $D_m = 2,00$ (2) Mg m⁻³
 D_m mesurée par flottaison

Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions
 $\theta = 2,9-10,07^\circ$
 $\mu = 7,96$ mm⁻¹
 $T = 293$ (1) K
 Plaquette
 $0,28 \times 0,24 \times 0,08$ mm
 Orange

C(1)—C(2)—C(301)	114 (1)	S—C(11)—N(13)	116,0 (5)
C(2)—C(300)—C(401)	114	N(12)—C(11)—N(13)	120,6 (7)
N(12)—C(11)—S—C(1)			8,3 (7)
N(13)—C(11)—S—C(1)			-172,6 (6)
C(11)—S—C(1)—C(2)			153,3 (6)
S—C(1)—C(2)—C(300)			157,6 (9)
S—C(1)—C(2)—C(301)			-162 (2)
C(1)—C(2)—C(300)—C(401)			61 (1)
C(1)—C(2)—C(301)—C(400)			-45 (2)
C(2)—C(300)—C(401)—C(401')			-170 (1)
C(2)—C(301)—C(400)—C(400')			-165 (1)

Code de symétrie: (i) $-2 - x, 1 - y, -z$.

Collection des données

Diffractionmètre Syntex—Nicolet $P2_1$ quatre-cercles
 Balayage $\theta-2\theta$
 Correction d'absorption: *ABSCOR* (Coppens, Leiserowitz & Rabinovich, 1965)
 $T_{\min} = 0,065$, $T_{\max} = 0,584$
 4582 réflexions mesurées
 4582 réflexions indépendantes

2252 réflexions observées [$I > 3\sigma(I)$]
 $\theta_{\max} = 35^\circ$
 $h = -11 \rightarrow 11$
 $k = 0 \rightarrow 15$
 $l = 0 \rightarrow 24$
 3 réflexions de référence mesurées toutes les 50 réflexions
 variation d'intensité: $< 0,1\%$

Affinement

Affinement basé sur les F
 $R = 0,034$
 $wR = 0,038$
 $S = 3,5$
 2252 réflexions
 111 paramètres
 $w = 1/\sigma^2(F)$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,2$

$\Delta\rho_{\max} = 1,91$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -1,79$ e Å⁻³
 Correction d'extinction: néant
 Facteurs de diffusion des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974, Tome IV)

Tableau 3. Distances et liaisons hydrogène (Å, °)

D	H	A	D...A	D—H...A
N(12)	H(12a)	Cl(1 ⁱⁱ)	3,282 (6)	141
N(12)	H(12b)	Cl(1 ⁱⁱⁱ)	3,341 (6)	157
N(13)	H(13a)	Cl(2 ^{iv})	3,481 (6)	148
N(13)	H(13b)	Cl(2)	3,308 (7)	151

Codes de symétrie: (i) $-2 - x, 1 - y, -z$;
 (ii) $-x, -y, -z$;
 (iii) $1 - x, y, z$; (iv) $x, \frac{1}{2} + y, -\frac{1}{2} - z$.

Enregistrement des intensités: toutes les intensités ont été corrigées des effets de Lorentz et de polarisation. La structure a été résolue à l'aide des méthodes directes (*MULTAN88*; Debaerdemaeker *et al.*, 1988). L'affinement des paramètres x, y, z pour tous les atomes non-hydrogène sauf C(400) et C(401) et β_{ij} pour tous les atomes non-hydrogène basé sur les F a été effectué à l'aide des programmes *ORXFLS* (Busing, Martin & Levy, 1971) et *CRYSTALS* (Watkin, Carruthers & Betteridge, 1985). L'atome C(3) occupe les positions C(300) et C(301) en désordre statistique avec un facteur d'occupation respectif de 0,61 (4) et 0,39 (4). Il en est de même de l'atome C(4) qui occupe en désordre statistique les positions C(400) et C(401). Les coordonnées x, y, z de C(400) et C(401) ont été maintenues fixes: en effet leur affinement conduit à une déviation trop importante des valeurs des distances et angles autour de ces positions pour des atomes de carbone hybridés sp^3 . Les coordonnées des atomes d'hydrogène ont été déterminées par le programme *FINDH* (Raymond, Corfield & Ibers, 1968). Le dessin de la structure a été obtenu à l'aide du programme *ORTEPII* (Johnson, 1976). Les angles dièdres ont été calculés à l'aide du programme *BEST PLANES* (Ito & Sugawara, 1983).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances des atomes d'hydrogène et des plans moyens ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1084). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Abrams, M. J., Picker, D. H., Fackler, P. H., Lock, C. J. L., Howard-Lock, H. E., Faggiani, R., Teicher, B. A. & Richmond, R. C. (1986). *Inorg. Chem.* **25**, 3980-3983.
 Busing, W. R., Martin, K. O. & Levy, H. A. (1971). *ORXFLS*. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Coppens, P., Leiserowitz, L. & Rabinovich, D. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 1035-1038.
 Debaerdemaeker, T., Germain, G., Main, P., Refaat, L. S., Tate, C. & Woolfson, M. M. (1988). *MULTAN88. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univ. de York, Angleterre, et de Louvain, Belgique.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å²)
$$U_{\text{éq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^*$$

	x	y	z	$U_{\text{éq}}$
Pt	0	0	0	0,0353 (2)
Cl(1)	0,2813 (3)	0,1389 (2)	0,0439 (1)	0,048 (1)
Cl(2)	0,0995 (3)	0,0084 (2)	-0,1472 (1)	0,053 (1)
S	-0,4273 (3)	0,3907 (2)	-0,2188 (1)	0,060 (1)
C(1)	-0,617 (1)	0,399 (1)	-0,1417 (6)	0,062 (5)
C(2)	-0,654 (1)	0,5494 (8)	-0,1381 (5)	0,051 (4)
C(300)	-0,851 (3)	0,562 (2)	-0,106 (1)	0,053 (9)
C(301)	-0,764 (4)	0,580 (2)	-0,058 (2)	0,06 (2)
C(400)	-0,9335	0,4717	-0,0335	0,08 (2)
C(401)	-0,8943	0,5053	-0,0129	0,07 (1)
C(11)	-0,325 (1)	0,2509 (7)	-0,1837 (4)	0,041 (4)
N(12)	-0,3955 (9)	0,1616 (7)	-0,1203 (4)	0,050 (4)
N(13)	-0,1668 (9)	0,2349 (7)	-0,2253 (4)	0,051 (4)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Pt—Cl(1)	2,292 (2)	C(300)—C(401)	1,49
Pt—Cl(2)	2,298 (2)	C(301)—C(400)	1,49
S—C(1)	1,787 (8)	C(400)—C(400')	1,54
S—C(11)	1,698 (8)	C(401)—C(401')	1,54
C(1)—C(2)	1,48 (1)	C(11)—N(12)	1,305 (8)
C(2)—C(300)	1,51 (2)	C(11)—N(13)	1,317 (9)
C(2)—C(301)	1,49 (3)		
Cl(1)—Pt—Cl(2)	90,95 (7)	C(2)—C(301)—C(400)	117
C(1)—S—C(11)	105,8 (4)	C(300)—C(401)—C(401')	113
S—C(1)—C(2)	109,3 (6)	C(301)—C(400)—C(400')	113
C(1)—C(2)—C(300)	114,3 (8)	S—C(11)—N(12)	123,3 (6)

- Ito, T. & Sugawara, Y. (1983). *BP7C*. Institut de Recherche en Physique et Chimie, Wako-shi, Saitama 351, Japon.
- Johnson, C. K. (1976). *ORTEPII*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Kennard, O. & Walker, J. (1963). *J. Chem. Soc.* pp. 5513–5533.
- Kind, R., Plesko, S., Arend, H., Blinc, R., Zeks, B., Seliger, J., Lozar, B., Slak, J., Levstik, A., Filipic, C., Zagar, V., Lahajnar, G., Milia, F. & Chapuis, G. (1979). *J. Chem. Phys.* **71**, 2118–2130.
- Lancelot, J. C. (1993). Communication privée.
- Mathisen, H., Norman, N. & Pedersen, B. F. (1967). *Acta Chem. Scand.* **21**, 127–135.
- Ramaswamy, S. & Murthy, M. R. N. (1992). *Acta Cryst.* **B48**, 488–492.
- Raymond, K. N., Corfield, P. W. R. & Ibers, J. A. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 1362–1373.
- Tichy, K., Benes, J., Kind, R. & Arend, H. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 1355–1367.
- Viossat, B., Nguyen-Huy Dung & Lancelot, J. C. (1994). *Acta Cryst.* **C50**, 362–364.
- Watkin, D. J., Carruthers, J. R. & Betteridge, P. W. (1985). *CRYSTALS User Guide*. Chemical Crystallography Laboratory, Univ. d'Oxford, Angleterre.

Acta Cryst. (1994). **C50**, 1437–1439

Tétrachlorocuprate(II) de Metformine†

PASCALE LEMOINE ET ALAIN TOMAS

Laboratoire de Physique, Faculté des Sciences
Pharmaceutiques et Biologiques de Paris V, 4 avenue
de l'Observatoire, 75270 Paris CEDEX 06, France

BERNARD VIOSSAT

Laboratoire de Chimie Générale,
UFR de Médecine et de Pharmacie,
Université de Poitiers, 34 rue du Jardin des Plantes,
BP199 86005 Poitiers CEDEX, France

NGUYEN-HUY DUNG

Laboratoire de Chimie Physique,
Minérale et Bioinorganique, Faculté de Pharmacie,
Université de Paris XI, rue Jean-Baptiste Clément,
92296 Châtenay-Malabry, France

(Reçu le 1 novembre 1993, accepté le 16 mars 1994)

Abstract

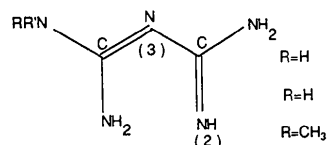
The structure of metformine tetrachlorocuprate(II), $(C_4H_{13}N_5)[CuCl_4]$, consists of an *N,N*-dimethylbiguanidium cation and a squashed tetrahedral $CuCl_4^{2-}$ anion, which has Cl—Cu—Cl bond angles equal to 136 and 96°. The two guanide groups are

† *N,N*-Dimethylimidodicarbonimidic diamide.

not coplanar; the angle between the two guanide planes is 132.7(5). There are several N—H...Cl hydrogen bonds between the organic cation and the tetrachlorocuprate anion.

Commentaire

La biguanide et ses dérivés *N*-substitués sont des ligands intéressants car ils forment de nombreux composés de coordination avec des métaux de transition; ces complexes sont fortement colorés (Ray, 1961). De plus, plusieurs biguanides présentent des propriétés hypoglycémiantes actives par voie orale. Citons la phenformine, la butformine et la metformine dont les effets secondaires sont plus faibles qu'avec les deux précédentes (Herrnstadt, Mootz, Wunderlich & Mohrle, 1979).



Phenformine	$R = H, R' = Ph-CH_2CH_2$
Buformine	$R = H, R' = {}^tBu$
Metformine	$R = Me, R' = Me$

Les structures de ces biguanides peuvent être décrites par plusieurs formes tautomères. Les études par diffraction de rayons X ont montré que, à l'état de base, les biguanides, qu'elles soient ou non substituées, se présentent sous la forme tautomère ci-dessus dans laquelle l'atome d'azote N(3) n'est jamais porteur d'hydrogène (Ernst & Cagle Jr, 1977).

L'étude radiocristallographique des chlorures de différentes biguanides a montré que la protonation s'effectue à partir de cette forme tautomère au niveau du groupement imino terminal N(2): ceci permet une délocalisation maximale des doubles liaisons C=N et de la charge positive (Brown & Sengier, 1984; Amigo, Martinez-Calatayud & Debaerdemaeker, 1985). Dans le cadre d'une étude générale des composés de coordination formés par la metformine et les oligoéléments susceptibles de présenter une activité biologique, nous avons cherché à effectuer la synthèse de composés doublement protonés au niveau des atomes N(2) et N(3) simultanément.

La réaction du chlorure de cuivre dihydraté (10^{-4} mol) avec une solution chlorhydrique (1 mol l^{-1}) de chlorhydrate de metformine (2×10^{-4} mol) conduit à la formation du sel d'anion complexe cité en titre. La cristallisation a été obtenue par évaporation lente de la solution chlorhydrique. Les cristaux recueillis de couleur jaune s'abiment peu à peu à l'air ce qui nous a conduits à placer l'échantillon étudié en tube de Lindemann.