

## CARACTERISATION DES TRIPOLYPHOSPHATES MIXTES D'AMMONIUM ET DE TERRES RARES $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$ (Ln = Nd, Ho, Er)

MOKTAR FERID et NĚJIA KBIR-ARIGUIB

*Centre de Chimie Appliquée, Institut National de Recherche Scientifique et Technique,  
B.P. 95 Hamman-Lif, 2050, Tunis (Tunisia)*

MALIKA TRABELSI-AYEDI

*Ecole Normale Supérieure, Zarzouna, Bizerte (Tunisia)*

(Reçu le 1 août 1988)

### ABSTRACT

Three isotypic monocrystalline tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$  and  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$  were isolated for the first time. Cell parameters are:  $a = 7.04$  (1) Å,  $b = 7.72$  (1) Å,  $c = 8.64$  (1) Å,  $\alpha = 106.4$  (1)°,  $\beta = 106.0$  (1)°,  $\gamma = 82.6$  (2)° for  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ;  $a = 7.03$  (2) Å,  $b = 7.67$  (2) Å,  $c = 8.66$  (3) Å,  $\alpha = 106.3$  (3)°,  $\beta = 105.8$  (3)°,  $\gamma = 82.5$  (4)° for  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$ ;  $a = 6.96$  (4) Å,  $b = 7.68$  (3) Å,  $c = 8.69$  (3) Å,  $\alpha = 106.3$  (4)°,  $\beta = 105.8$  (4)°,  $\gamma = 82.5$  (4)° for  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ . They are triclinic  $\bar{P}1$  ( $Z = 2$ ). They are characterized by their powder X-ray diffraction data, IR absorption spectra and DTA curves. These compounds are isostructural with  $\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$ .

### RESUME

Trois tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$  sont isolés pour la première fois. Ils cristallisent dans le groupe d'espace  $\bar{P}1$  avec  $Z = 2$ . Leurs paramètres de maille sont:  $a = 7,04$  (1) Å,  $b = 7,72$  (1) Å,  $c = 8,64$  (1) Å,  $\alpha = 106,4$  (1)°,  $\beta = 106,0$  (1)°,  $\gamma = 82,6$  (2)° pour  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ;  $a = 7,03$  (2) Å,  $b = 7,67$  (2) Å,  $c = 8,66$  (3) Å,  $\alpha = 106,3$  (3)°,  $\beta = 105,8$  (3)°,  $\gamma = 82,5$  (4)° pour  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$  et  $a = 6,96$  (4) Å,  $b = 7,68$  (3) Å,  $c = 8,69$  (3) Å,  $\alpha = 106,3$  (4)°,  $\beta = 105,8$  (4)°,  $\gamma = 82,5$  (4)° pour  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ . Ces trois phosphates condensés sont caractérisés par leurs spectres de diffraction des rayons X de poudre, leurs spectres d'absorption IR et leurs courbes d'analyse thermique ATD. Ces trois phases sont isotypes avec  $\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$ .

### INTRODUCTION

L'étude des systèmes  $\text{M}^I\text{PO}_3\text{-Ln}(\text{PO}_3)_3$  ( $\text{M}^I$  = monovalent, Ln = élément de terre rare) [1–8] et la synthèse des monocristaux  $\text{M}^I\text{Ln}(\text{PO}_3)_4$  et

$M_2^I \text{Ln}(\text{PO}_3)_5$  ont permis de mettre en évidence un nouveau type de phosphates condensés mixtes de formule  $M^I \text{LnHP}_3\text{O}_{10}$ . Une étude systématique a été entamée concernant ce type de composés où  $M^I = \text{Li}, \text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}, \text{Tl}$ ,

$\text{Ag}$  et  $\text{NH}_4^+$  et  $\text{Ln} =$  un élément lanthanide. L'objet de ce travail est la synthèse et la caractérisation de trois composés monocristallins  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$  et  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ .

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET RESULTATS

### Synthèse

Les cristaux de  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$  ( $\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Ho}, \text{Er}$ ) sont obtenus à partir d'un mélange de 10 g de  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  et 0,7 g de  $\text{LnCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  finement broyé et chauffé à 553 K pendant 5 jours dans un creuset en carbone vitreux. Les cristaux sont extraits du mélange réactionnel par lavage avec une solution chaude d'acide nitrique dilué.

### Etude cristallographique

Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés au moyen d'un diffractomètre Philips PW 1050/70 utilisant la radiation  $\text{Cu } K\alpha$  ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ) et fonctionnant à vitesse lente ( $(1/8)^\circ$  ( $2\theta$ )  $\text{min}^{-1}$ ). L'examen des diffractogrammes X des tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$  ( $\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Ho}, \text{Er}$ ) permet de conclure à une isotypie entre eux et avec  $\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$  dont

TABLEAU 1

Dépouillement du spectre de diffraction des rayons X de  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$

$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$	$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$
0 0 1	8,02	8,03	100	$\bar{2}$ 0 1	3,43	3,44	8
0 $\bar{1}$ 0	7,47	7,40	7	0 1 2	3,19	3,19	23
0 $\bar{1}$ 1	6,32	6,32	8	1 0 2	3,13	3,12	9
$\bar{1}$ $\bar{1}$ 1	5,32	5,31	6	0 2 1	3,07	3,07	9
0 1 1	4,87	4,85	6	$\bar{2}$ 0 2	2,980	2,980	8
1 0 1	4,62	4,62	6	2 $\bar{1}$ 1	2,710	2,714	9
$\bar{1}$ 1 1	4,20	4,17	6	0 0 3	2,669	2,673	6
0 0 2	4,01	4,01	10	1 $\bar{2}$ 2	2,627	2,625	7
$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2	3,95	3,95	6	$\bar{1}$ $\bar{2}$ 3	2,581	2,581	8
1 1 1	3,74	3,74	11	$\bar{1}$ $\bar{3}$ 1	2,490	2,501	6
$\bar{1}$ $\bar{2}$ 1	3,57	3,55	8	$\bar{2}$ 2 1	2,330	2,331	9

<sup>a</sup> Les intensités observées sont les hauteurs des pics au dessus du fond continu.

TABLEAU 2

Dépouillement du spectre de diffraction des rayons X de  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$ 

$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$	$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$
0 0 1	8,01	8,04	100	0 $\bar{2}$ 2	3,15	3,15	18
0 $\bar{1}$ 0	7,34	7,35	3	1 $\bar{1}$ 2	3,08	3,08	4
0 $\bar{1}$ 1	6,28	6,29	4	1 $\bar{2}$ 1	3,05	3,04	4
$\bar{1}$ $\bar{1}$ 1	5,24	5,29	3	$\bar{2}$ $\bar{1}$ 2	3,02	3,02	3
0 1 1	4,83	4,84	3	$\bar{2}$ 1 1	2,92	2,92	4
1 0 1	4,58	4,64	3	1 1 2	2,70	2,72	6
1 $\bar{1}$ 1	4,11	4,12	3	0 0 3	2,66	2,68	3
$\bar{1}$ 0 2	3,91	3,91	3	$\bar{1}$ $\bar{2}$ 3	2,60	2,58	3
1 1 1	3,86	3,74	2	$\bar{2}$ 1 2	2,56	2,55	4
0 $\bar{2}$ 1	3,72	3,72	6	0 $\bar{3}$ 1	2,53	2,53	3
0 2 0	3,67	3,67	3	0 $\bar{3}$ 0	2,44	2,45	2
$\bar{1}$ $\bar{2}$ 1	3,52	3,53	4	$\bar{1}$ 2 2	2,37	2,36	2
2 0 0	3,36	3,37	3	$\bar{3}$ 0 1	2,32	2,32	8
$\bar{1}$ $\bar{2}$ 0	3,30	3,31	5	2 $\bar{1}$ 2	2,29	2,28	3
0 1 2	3,18	3,18	9				

<sup>a</sup> Les intensités observées sont les hauteurs des pics au dessus du fond continu.

la structure est connue [9]. Ce dernier composé présente une maille triclinique appartenant au groupe d'espace  $P\bar{1}$  ( $Z = 2$ ). Il nous a été permis d'indexer les raies des diagrammes de diffraction X (Tableaux 1–3) des

TABLEAU 3

Dépouillement du spectre de diffraction des rayons X de  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ 

$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$	$hkl$	$d_{\text{obs}}$ (Å)	$d_{\text{cal}}$ (Å)	$I_{\text{obs}}^a$
0 0 1	7,92	8,09	100	0 2 1	3,06	3,06	9
0 $\bar{1}$ 0	7,25	7,36	6	1 $\bar{2}$ 1	3,03	3,04	7
0 $\bar{1}$ 1	6,28	6,31	6	$\bar{2}$ $\bar{1}$ 2	3,01	3,01	6
$\bar{1}$ $\bar{1}$ 1	5,19	5,28	7	$\bar{2}$ 1 1	2,90	2,91	8
0 1 1	4,79	4,85	6	0 $\bar{1}$ 3	2,79	2,77	5
1 0 1	4,54	4,62	5	2 1 1	2,71	2,69	5
1 $\bar{1}$ 1	4,07	4,11	5	0 0 3	2,68	2,69	13
0 $\bar{1}$ 2	3,97	4,00	21	$\bar{2}$ $\bar{2}$ $\bar{2}$	2,65	2,64	8
$\bar{1}$ 0 2	3,88	3,91	8	$\bar{1}$ $\bar{2}$ 3	2,58	2,58	5
1 1 1	3,84	3,74	4	0 $\bar{3}$ 1	2,55	2,53	12
0 2 0	3,70	3,68	14	$\bar{2}$ $\bar{1}$ 3	2,51	2,50	4
$\bar{1}$ $\bar{2}$ 1	3,49	3,53	11	0 2 2	2,43	2,43	3
$\bar{2}$ $\bar{1}$ 1	3,33	3,31	7	$\bar{1}$ 1 3	2,36	2,36	4
1 $\bar{2}$ 0	3,28	3,15	13	1 0 3	2,31	2,31	20
1 0 2	3,12	3,13	45	1 $\bar{3}$ 1	2,28	2,27	4

<sup>a</sup> Les intensités observées sont les hauteurs des pics au dessus du fond continu.

TABLEAU 4

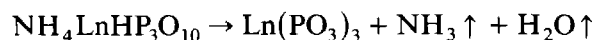
Paramètres cristallins des tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$  tricliniques  $\text{P}\bar{1}$  ( $Z = 2$ )

Composés	Maille (Å)	$D_x$ ( $\text{g cm}^{-3}$ )	Volume de la maille (Å <sup>3</sup> )
$\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$	$a = 7,04(1)$ $b = 7,72(1)$ $c = 8,64(1)$ $\alpha = 106,4(1)^\circ$ $\beta = 106,0(1)^\circ$ $\gamma = 82,6(2)^\circ$	3,22	429,4
$\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$	$a = 7,03(2)$ $b = 7,67(2)$ $c = 8,66(3)$ $\alpha = 106,3(3)^\circ$ $\beta = 105,8(3)^\circ$ $\gamma = 82,5(4)^\circ$	3,39	427,5
$\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$	$a = 6,96(4)$ $b = 7,68(3)$ $c = 8,69(3)$ $\alpha = 106,3(4)^\circ$ $\beta = 105,8(4)^\circ$ $\gamma = 82,5(4)^\circ$	3,44	425,3

espèces isolées et de préciser les valeurs des paramètres cristallins qui sont affinés par la méthode des moindres carrés (Tableau 4).

#### *Etude thermique*

Les analyses thermiques ont été réalisées grâce à un appareil Setaram, modèle 2400K, permettant des analyses thermogravimétriques couplées à l'analyse thermique différentielle (ATD). Les mesures sont effectuées à l'air avec une vitesse de chauffage de  $10 \text{ K min}^{-1}$ ; l'alumine calcinée est utilisée comme référence. Les prises d'essais sont de l'ordre de 50 mg. Les courbes de l'analyse thermogravimétrique (ATG) des composés  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$  présentent un seul palier respectivement à 766, 733 et 771 K. Ces paliers sont confirmés par les courbes DTG. Cette étape se traduit par un pic endothermique sur les courbes ATD (Fig. 1). La courbe d'ATG traduit une perte de masse de l'ordre de 8%. Le recuit des échantillons aux températures de l'accident thermique conduit à la formation des polyphosphates de terres rares  $\text{Ln}(\text{PO}_3)_3$  identifiés par leurs spectres de diffraction X et d'absorption IR. L'effet thermique correspond donc à la décomposition



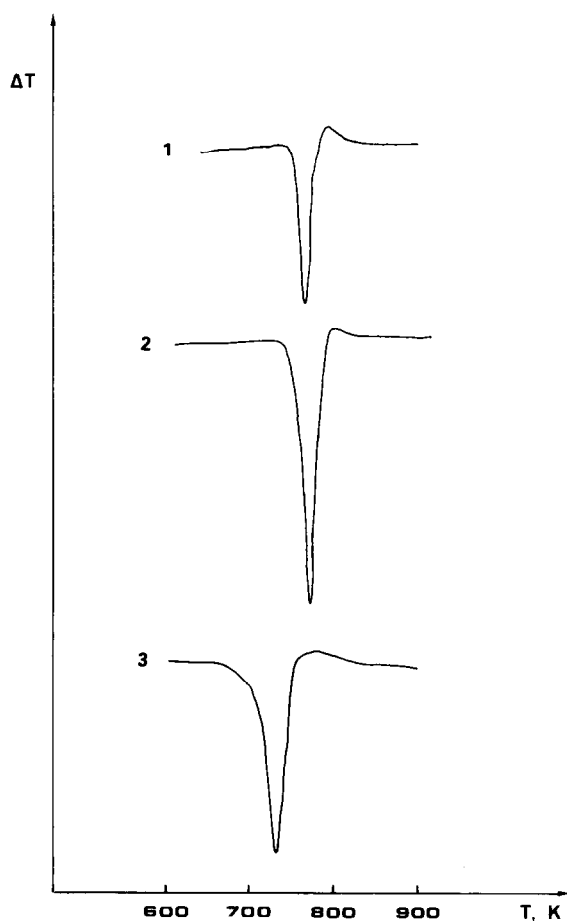


Fig. 1. Courbes ATD de (1)  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ , (2)  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$  et (3)  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$ .

Les pertes de masse, théorique et expérimentale, concordent. Sur le Tableau 5 sont reportées les caractéristiques de l'analyse thermique des différents composés.

### *Spectroscopie infrarouge*

Les spectres d'absorption infrarouge des pastilles de  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$  dilués dans une matrice de KBr, sont enregistrés entre  $4000$  et  $200\text{ cm}^{-1}$  à l'aide d'un spectromètre Perkin-Elmer IR 783.

La Fig. 2 représente les spectres d'absorption IR de  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ ,  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$  et  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ . Dans le Tableau 6 sont rassemblées les valeurs des fréquences des différentes vibrations de l'anion  $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$  dans l'intervalle  $1250\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ :  $\nu_{\text{as}}(\text{POO})$ ,  $\nu_{\text{s}}(\text{POO})$ ,  $\nu_{\text{as}}(\text{POP})$ ,  $\nu_{\text{s}}(\text{POP})$ ,  $\delta(\text{POP})$  et  $\delta(\text{POO})$  [10–20]. Dans l'intervalle  $4000\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$  apparaissent les bandes correspondantes aux vibrations de valence de O–H ( $3280\text{--}3225$

TABLEAU 5

Caractéristiques thermiques des tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$ 

	$\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$	$\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$	$\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$
Température du maximum du pic d'ATD (K)	766	733	771
Intervalle de température de l'effet thermique (K)	749–785	683–753	731–816
Pourcentage expérimental de perte de masse initiale (%)	8,82	8,42	8,56
Pourcentage théorique de perte de masse initiale (%)	8,41	8,01	7,97
Produit de recuit	$\text{Nd}(\text{PO}_3)_3$ (I) C222 <sub>1</sub>	$\text{Ho}(\text{PO}_3)_3$ (II) I <sub>c</sub>	$\text{Er}(\text{PO}_3)_3$ (II) I <sub>c</sub>

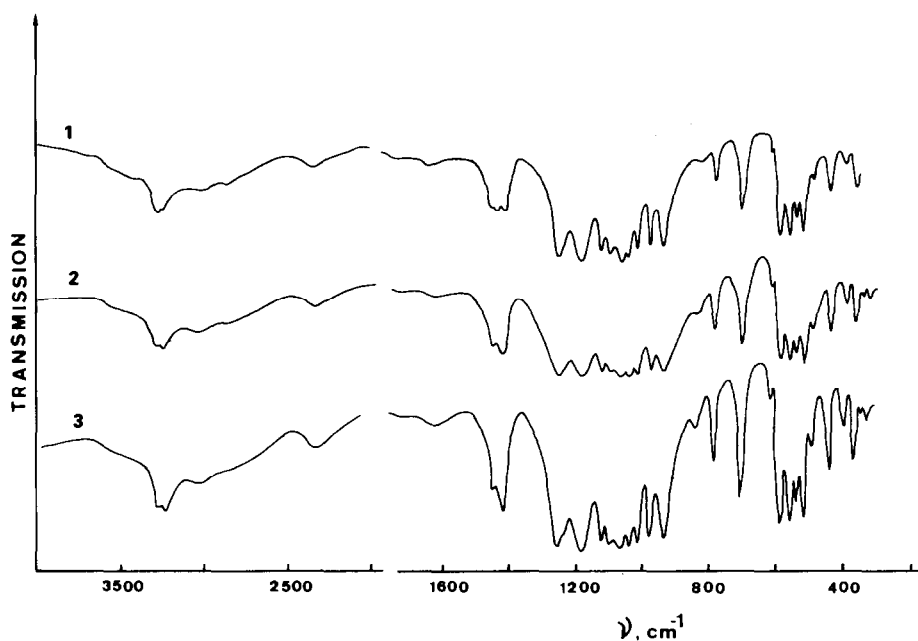
Fig. 2. Spectres d'absorption infrarouge de (1)  $\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$ , (2)  $\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$  et (3)  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ .

TABLEAU 6

Fréquences ( $\text{cm}^{-1}$ ) d'absorption IR observées et attribution des modes de vibration des tripolyphosphates  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$ 

Vibrations	$\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$	$\text{NH}_4\text{HoHP}_3\text{O}_{10}$	$\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$
$\nu_{\text{as}}$ (OPO)	1245	1255	1255
$\nu_{\text{s}}$ (OPO)	1180, 1120, 1095	1180, 1120, 1095	1185, 1120, 1095
$\nu_{\text{as}}$ (POP)	1060, 1035, 1010 970, 930	1060, 1035, 1010 970, 935	1060, 1035, 1010 970, 935
$\nu_{\text{s}}$ (POP)	815, 775	835, 770	835, 780
$\delta$ (OPO)	605, 580, 555 530, 515, 485 430	610, 580, 555 535, 515, 485 435	610, 580, 555 535, 515, 490 435
$\delta$ (POP) +	385, 350, 335 320	390, 360, 340 320	390, 360, 340 320
vibration des chaînes			

TABLEAU 7

Paramètres cristallins des tripolyphosphates isotypes avec  $\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$  triclinique  $\text{P}\bar{1}$  ( $Z = 2$ )

Composés	Maille (Å)	$D_x$ ( $\text{g cm}^{-3}$ )	Volume de la maille (Å) <sup>3</sup>	Référence
$\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$	$a = 7,032(8)$ $b = 7,696(4)$ $c = 8,659(3)$ $\alpha = 106,20(4)^\circ$ $\beta = 105,86(4)^\circ$ $\gamma = 82,78(4)^\circ$	3,694	423,3	9
$\text{NH}_4\text{NdHP}_3\text{O}_{10}$	$a = 7,04(1)$ $b = 7,72(1)$ $c = 8,64(1)$ $\alpha = 106,4(1)^\circ$ $\beta = 106,0(1)^\circ$ $\gamma = 82,6(2)^\circ$	3,22	429,4	Présent travail
$\langle\langle \text{Yb}(\text{PO}_3)_3 \rangle\rangle$	$a = 8,361(3)$ $b = 7,508(1)$ $c = 6,237(5)$ $\alpha = 86,02(3)^\circ$ $\beta = 103,35(6)^\circ$ $\gamma = 90,92(1)^\circ$	3,59	380	24

$\text{cm}^{-1}$ ), N-H ( $3030 \text{ cm}^{-1}$ ), P-OH ( $2830 \text{ cm}^{-1}$ ), P-H ( $2330 \text{ cm}^{-1}$ ); les vibrations de déformation de O-H se situent autour de  $1650 \text{ cm}^{-1}$ . La bande très faible, située au voisinage de  $1760 \text{ cm}^{-1}$  pourrait être attribuée à  $\text{H}_3\text{O}^+$  [21]. Le doublet apparaissant autour de  $1400 \text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration de déformation de l'ion  $\text{NH}_4^+$  [10,15].

## DISCUSSION

Lors de l'étude du système  $\text{K}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Ln}_2\text{O}_3-\text{H}_2\text{O}$ , il a été signalé la formation de composés du type  $\text{KLnHP}_3\text{O}_{10}$  ( $\text{Ln} = \text{Pr}, \dots, \text{Yb}$ ) [22]. Les auteurs présentent dans leur travail les spectres de diffraction X de  $\text{KNdHP}_3\text{O}_{10}$  et  $\text{KYbHP}_3\text{O}_{10}$  ainsi que les spectres d'absorption IR de  $\text{KYbHP}_3\text{O}_{10}$  et  $\text{KTbHP}_3\text{O}_{10}$  dans le domaine  $1400-400 \text{ cm}^{-1}$ . Par ailleurs,

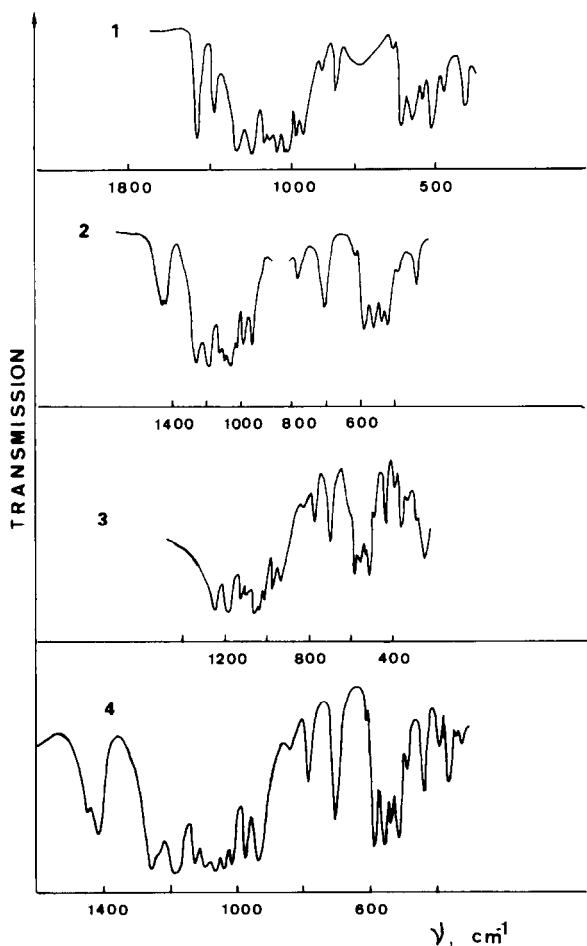


Fig. 3. Spectres d'absorption infrarouge de (1)  $\text{YbKHP}_3\text{O}_{10}$ , (2)  $\text{CeNH}_4\text{HP}_3\text{O}_{10}$ , (3)  $\text{Yb}(\text{PO}_3)_3$  (ces spectres sont pris, respectivement, des références 22, 23 et 24) et (4)  $\text{NH}_4\text{ErHP}_3\text{O}_{10}$ .



le tripolyphosphate mixte  $\text{NH}_4\text{CeHP}_3\text{O}_{10}$  a été obtenu sous forme de poudre [23].

Cependant, les paramètres cristallins de ces différentes espèces ne sont pas donnés.

Par la suite et lors de l'étude du système  $(\text{NH}_4)_2\text{O}-\text{Yb}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5$  [24], une espèce nouvelle a été signalée comme étant une nouvelle phase  $\text{Yb}(\text{PO}_3)_3$ . L'examen des spectres d'absorption IR et de diffraction RX laisse penser que cette espèce pourrait être  $\text{NH}_4\text{YbHP}_3\text{O}_{10}$ . En effet, le spectre IR ( $1400-200\text{ cm}^{-1}$ ) (Fig. 3) et le spectre de diffraction X de ce dernier composé sont très proches de ceux de  $\text{KLnHP}_3\text{O}_{10}$  [22],  $\text{NH}_4\text{CeHP}_3\text{O}_{10}$  [23],  $\text{NH}_4\text{BiHP}_3\text{O}_{10}$  [9] et  $\text{NH}_4\text{LnHP}_3\text{O}_{10}$  (Ln = Nd, Ho, Er) (produits objets de ce travail). Dans le Tableau 7 sont rassemblés les paramètres cristallins de différents composés, à titre comparatif.

## REFERENCES

- 1 M. Ferid, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *J. Solid State Chem.* 38 (1981) 130.
- 2 D. ben Hassen, N.K. Ariguib, M. Dabbabi et M. Trabelsi, *C.R. Acad. Soc. Paris*, 294 (1982) 375.
- 3 D. ben Hassen, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *Thermochim. Acta*, 65 (1983) 35.
- 4 M. Ferid, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *Mater. Chem. Phys.*, 10 (1984) 175.
- 5 M. Ferid, M. Dogguy, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *J. Solid State Chem.*, 53 (1984) 149.
- 6 D. ben Hassen, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *Thermochim. Acta*, 79 (1984) 251.
- 7 M. Ferid, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *Thermochim. Acta*, 81 (1984) 175.
- 8 M. Ferid, N.K. Ariguib et M. Trabelsi, *J. Solid State Chem.*, 69 (1987) 1.
- 9 M.T. Averbuch-Pouchot et M. Bagieu-Beucher, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 552 (1987) 171.
- 10 D.E.C. Corbridge et E.J. Lowe, *J. Chem. Soc.*, (1954) 493.
- 11 W. Bues et H-W. Gehrke, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 288 (1956) 291.
- 12 K.I. Petrov, Yu.B. Kirillov et S.M. Petushkova, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 7(6) (1971) 1081.
- 13 Kh. Muldagaliev, A.N. Lazarev et A.P. Mirgorodskii, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 10(4) (1974) 661.
- 14 N.N. Chudinova, G.M. Balagina et L.P. Shklover, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 13(11) (1977) 2075.
- 15 M.A. Vaivada et Z.A. Konstant, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 15(5) (1979) 824.
- 16 M. Tshako, S. Ikeuchi, T. Matsuo, I. Motooka et M. Kobayashi, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 52(4) (1979) 1034.
- 17 B.N. Litvin, K. Byrappa, V.A. Masloboev, N.N. Chudinova et N.V. Vinogradova, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 17(8) (1981) 1438.
- 18 K. Byrappa, I.I. Plyusnina et G.I. Dorokhova, *J. Mater. Sci.*, 17 (1982) 1847.
- 19 M. Malinowski et W. Wolinski, *Electron Technol.*, 16 (1983) 73.
- 20 K. Byrappa et B.N. Litvin, *J. Mater. Sci.*, 18 (1983) 2056.
- 21 P. Rémy, J. Fraissard et A. Boullée, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 6 (1972) 2222.
- 22 N.N. Chudinova et N.V. Vinogradova, *Izv. Akad. Nauk SSR, Neorg. Mater.*, 14(11) (1978) 2049.
- 23 M.A. Vaivada et Z.A. Konstant, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater.*, 22(12) (1985) 2026.
- 24 M. Rezaigwi et N. Kbir Ariguib, *Bull. Soc. Chim. Belg.*, 94(8) (1985) 619.