

Übergangsmetall-Silyl-Komplexe, 27<sup>1)</sup>Silylsubstituierte Hetero-Mehrkern-Komplexe durch Umsetzung der anionischen Silyl-Komplexe  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiR}_3]^-$  und  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)\text{SiR}_3]^-$  mit Zink-, Cadmium- und Quecksilber-Dihalogeniden

Erika Kunz und Ulrich Schubert\*

Institut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg,  
Am Hubland, D-8700 Würzburg

Eingegangen am 20. Juli 1988

**Keywords:** Heteromultinuclear Fe and Mn complexes with Zn, Cd, Hg / Transition-metal silyl complexes

Die anionischen Silyl-Komplexe  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiMePh}_2]^-$  (1) und  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)\text{SiR}_3]^-$  (4) reagieren mit äquimolaren Mengen  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{CdCl}_2$  oder  $\text{HgBr}_2$  zu den Zweikern-Komplexen  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{SiMePh}_2)\text{MX}$  (2;  $\text{MX} = \text{ZnCl}$ ,  $\text{CdCl}$  oder  $\text{HgBr}$ ) bzw.  $\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)\text{MX}$  (5;  $\text{MX} = \text{CdCl}$  oder  $\text{HgBr}$ ); der Fe-Zn-Komplex ist instabil. Umsetzung der Komplexe 2 und 5 mit einem weiteren Äquivalent 1 bzw. 4 ergibt die symmetrischen Dreikern-Komplexe  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{SiMePh}_2)]_2\text{M}$  (3;  $\text{M} = \text{Cd}$ ,  $\text{Hg}$ ) und  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)]_2\text{Hg}$  (6) bzw. den unsymmetrischen Dreikern-Komplex  $[\text{MeCp}(\text{CO})_2(\text{Ph}_2\text{MeSi})\text{Mn} - \text{Hg} - \text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)]$  (7). Die symmetrischen Komplexe mit Mn-Zn-Mn- bzw. Fe-Cd-Fe-Bindung werden vermutlich aus sterischen Gründen nicht gebildet. Mit überschüssigem Quecksilberhalogenid reagieren 3 ( $\text{M} = \text{Hg}$ ) und 6 unter Halogensilan-Abspaltung.

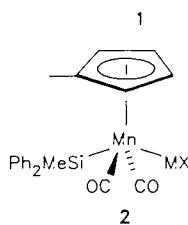
**Transition-Metal Silyl Complexes, 27<sup>1)</sup>.** – Silyl-Substituted Heteromultinuclear Complexes by Reaction of the Anionic Silyl Complexes  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiR}_3]^-$  and  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)\text{SiR}_3]^-$  with Dihalides of Zinc, Cadmium, or Mercury

The anionic silyl complexes  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiMePh}_2]^-$  (1) and  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)\text{SiR}_3]^-$  (4) react with equimolar amounts of  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{CdCl}_2$ , or  $\text{HgBr}_2$  to give the dinuclear complexes  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{SiMePh}_2)\text{MX}$  (2;  $\text{MX} = \text{ZnCl}$ ,  $\text{CdCl}$ , or  $\text{HgBr}$ ) or  $\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)\text{MX}$  (5;  $\text{MX} = \text{CdCl}$  or  $\text{HgBr}$ ); the Fe-Zn complex is unstable. Reaction of 2 and 5 with a second equivalent of 1 or 4 yields the symmetrical trinuclear complexes  $[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{SiMePh}_2)]_2\text{M}$  (3;  $\text{M} = \text{Cd}$ ,  $\text{Hg}$ ) and  $[\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)]_2\text{Hg}$  (6) or the unsymmetrical trinuclear complex  $\text{MeCp}(\text{CO})_2(\text{Ph}_2\text{MeSi})\text{Mn} - \text{Hg} - \text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiR}_3)$  (7). The symmetrical complexes containing Mn-Zn-Mn or Fe-Cd-Fe units are not formed, presumably for steric reasons. With an excess of mercury halides 3 ( $\text{M} = \text{Hg}$ ) and 6 react by silyl halide elimination.

Wir haben in einer Reihe von Arbeiten<sup>2-4)</sup> gezeigt, daß das Synthese-Potential anionischer Silyl-, Germyl- und Stannyl-Komplexe über das einfacher Metallcarbonylate hinausgeht. Da bei der Umsetzung mit Halogenverbindungen nicht nur Substitution erfolgt, sondern auch der  $\text{ER}_3$ -Ligand ( $\text{E} = \text{Si}$ ,  $\text{Ge}$ ,  $\text{Sn}$ ) abgespalten werden kann, ergeben sich interessante Reaktionsmöglichkeiten. Es zeigte sich allerdings, daß Zweikern-Komplexe, die durch Reaktion von  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiR}_3^-$  (1) bzw.  $\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PR}_3)\text{SiR}_3^-$  (4) mit Metallkomplex-Halogeniden gebildet werden, durch die relativ großen  $\text{SiR}_3$ -Reste destabilisiert werden und leichter unter Bruch der Metall-Metall-Bindung zerfallen als vergleichbare Komplexe ohne  $\text{SiR}_3$ -Liganden. Von der Umsetzung von 1 und 4 mit  $\text{MX}_2$  ( $\text{M} = \text{Zn}$ ,  $\text{Cd}$ ,  $\text{Hg}$ ), einer „klassischen“ Reaktion von Metallcarbonylaten<sup>5)</sup>, bei der die Metallhalogenid-Komponente keine sterischen Probleme verursacht, erhofften wir uns weitere Aufschlüsse über die Fraktionen, die die Bildung und Stabilität von Hetero-Mehrkern-Komplexen mit den Fragmenten 1 und 4 beeinflussen.

Umsetzung von  $\text{Na}[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiMePh}_2]$  (1a) mit einer äquimolaren Menge  $\text{ZnCl}_2$  bei Raumtemperatur in THF ergibt in glatter Reaktion den Zweikern-Komplex 2a (Gl. 1), der laut dampfdruckosmetrischer Molekulargewichtsbestimmung in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  monomer vorliegt. Die entsprechenden Cadmium- und Quecksilber-Komplexe 2b bzw. 2c ent-

stehen auf gleiche Weise, wurden aber nur spektroskopisch identifiziert.



	M	X
a	Zn	Cl
b	Cd	Cl
c	Hg	Br

Gl. (1)

Setzt man  $\text{HgBr}_2$  mit zwei Äquivalenten 1a oder 2c mit einem weiteren Äquivalent 1a in THF um, erhält man den Dreikernkomplex 3b (Gl. 2). Während die Bildung von 3b nur wenige Minuten dauert, beobachtet man bei der IR-spektroskopischen Kontrolle der Umsetzung von  $\text{CdCl}_2$  mit zwei Äquivalenten 1a zwar die rasche Bildung von 2b, die Weiterreaktion zur Dreikern-Verbindung 3a nimmt aber zwei Stunden in Anspruch. Die Entstehung von 3a bei dieser Reaktion wird durch die Ähnlichkeit der  $\nu(\text{CO})$ -Banden mit



Tab. 1. IR-Spektren im  $\nu(\text{CO})$ -Bereich,  $^1\text{H-NMR}$ - und  $^{31}\text{P}$ -Spektren der Komplexe 1–7

	$\nu(\text{CO})$ [ $\text{cm}^{-1}$ ]	$\delta(\text{MeC}_5\text{H}_4)$ [ppm]	$\delta(\text{C}_5\text{H}_4)$ [ppm]	$\delta(\text{SiMe})$ [ppm]	$\delta(\text{P})^g$
<b>1a</b>	1852 (s), 1767 (s) <sup>a)</sup>				
<b>2a</b>	1891 (m), 1825 (vs) <sup>b)</sup>	1.53 (s)		1.09 (s, br) <sup>d)</sup>	
<b>2b</b>	1900 (m), 1840 (vs) <sup>a)</sup>	1.47 (s)	4.43 (m), 3.90 (m)	1.14 (s) <sup>e)</sup>	
<b>2c</b>	1954 (m), 1891 (vs) <sup>a)</sup>				
<b>3a</b>	1910 (m), 1847 (vs) <sup>a)</sup>				
<b>3b</b>	1914 (m), 1878 (vs) <sup>a)</sup>	1.43 (s)	4.38 (m), 3.91 (m)	1.06 (s) <sup>f)</sup>	
<b>4a</b>	1916 (w), 1840 (vs), 1790 (vs) <sup>a)</sup>				
<b>5a</b>	1981 (w), 1930 (sh), 1909 (s) <sup>a)</sup>	—	—	0.79 (s) <sup>d)</sup>	
<b>5b<sup>2)</sup></b>	2014 (w), 1965 (sh), 1943 (s) <sup>b)</sup>	—	—	—	
<b>5c</b>	2008 (w), 1985 (sh), 1955 (vs) <sup>a)</sup>	—	—	1.02 (s) <sup>d)</sup>	64.54
<b>6</b>	1983 (w), 1945 (sh), 1925 (s) <sup>a)</sup>	—	—	0.90 (s) <sup>e)</sup>	57.23
<b>7</b>	1983 (w), 1941 (sh), 1922 (s), 1918 (m), 1878 (s) <sup>a)</sup>	1.40 (s)	4.0–4.2 (m, br)	1.07 (s) <sup>e)</sup>	54.25
<b>9</b>	2009 (w), 1970 (sh), 1953 (vs) <sup>a)</sup>	—	—	—	63.88

<sup>a)</sup> THF. — <sup>b)</sup> Nujol. — <sup>c)</sup>  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ . — <sup>d)</sup>  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . — <sup>e)</sup>  $\text{C}_6\text{H}_6$ . — <sup>f)</sup>  $\text{C}_6\text{D}_6$ . — <sup>g)</sup>  $\text{C}_6\text{D}_6$ , ext.  $\text{H}_3\text{PO}_4$  als Standard.

$(\text{SiR}_3)\text{X}$  ( $\text{X} \neq \text{H}$ ) normalerweise beobachtet wird. Bei den Eisen-Komplexen **5** und **6** ergibt sich aus den IR-Daten eine meridionale Anordnung der drei Carbonylgruppen.

Die Ähnlichkeit der Spektren mit denen des Komplexes *mer*- $\text{Fe}(\text{CO})_3(\text{PPh}_3)(\text{SiMePh}_2)\text{AuPPh}_3$ , bei dem durch eine Röntgenstrukturanalyse die *trans*-Anordnung von  $\text{PPh}_3$ - und  $\text{SiMePh}_2$ -Ligand bewiesen wurde<sup>2)</sup>, legt den Schluß nahe, daß in **5** und **6** das Cadmium- bzw. Quecksilberatom ebenfalls *cis* zu  $\text{PPh}_3$  und  $\text{SiMePh}_2$  ist. Das IR-Spektrum von **7** im Carbonylbereich ist eine Überlagerung der Spektren beider Metallkomplex-Fragmente.

Die Lage der  $\nu(\text{CO})$ -Banden nimmt sowohl bei den Mangan- als auch den Eisen-Komplexen mit sinkender Elektro-negativität der Metalle der 2. Nebengruppe in der Reihe  $\text{HgBr} > \text{Hg} > \text{Cd} > \text{CdCl} > \text{ZnCl}$  ab (vgl. Lit.<sup>7)</sup>). Im Zink-Komplex **2a** hat das  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiR}_3$ -Fragment schon starken Metallat-Charakter, wie der Vergleich mit dem IR-Spektrum von **1a** zeigt.

Im  $^{199}\text{Hg-NMR}$ -Spektrum von **3b** beobachtet man bei 251 ppm (rel. zu  $\text{Me}_2\text{Hg}$ ) ein Singulett. Diese starke Tieffeld-Verschiebung ist für Quecksilber in metallischer Umgebung charakteristisch [zum Vergleich:  $\delta(\text{Hg})$  in **8**: 76 ppm,  $J(\text{HgFeP}) = 155$  Hz].

Wir danken Fr. J. Kron und Herrn Dr. W. Buchner für die Aufnahme der  $^{31}\text{P}$ - und  $^{199}\text{Hg-NMR}$ -Spektren, der Wacker-Chemie GmbH für Chemikalien-Spenden.

## Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen wurden unter trockenem und von Sauerstoff befreitem Stickstoff durchgeführt. Die verwendeten Lösungsmittel wurden mit den üblichen Methoden absolutiert. Die angegebenen Schmelzpunkte wurden durch Differential-Thermoanalyse bestimmt. Verwendete Geräte: IR: Perkin-Elmer, Modell 283. —  $^1\text{H-NMR}$ : Varian T 60 (60 MHz). —  $^{31}\text{P-NMR}$ : Bruker FT-WM 90 (36.23 MHz). —  $^{199}\text{Hg-NMR}$ : Jeol FX 90 Q (15.97 MHz).

Umsetzung von  $\text{Na}[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiMePh}_2]$  (**1a**) mit  $\text{MX}_2$ : Zu einer Lösung von **1a** in 100 ml THF, dargestellt durch Umsetzung von 5 mmol  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{H})\text{SiMePh}_2$  mit NaH analog Lit.<sup>8)</sup>, gibt man 5 mmol  $\text{MX}_2$  und rührt das Reaktionsgemisch 10 min bei

Raumtemp. Anschließend wird filtriert und das Filtrat auf 10 ml eingengt. Nach Zugabe von 60 ml Toluol wird erneut filtriert, auf 30 ml eingengt und mit Pentan versetzt. Bei  $-30^\circ\text{C}$  fallen die Komplexe als farblose bis schwach gelbe Feststoffe aus. Die Komplexe **2b** und **2c** wurden nur spektroskopisch identifiziert (Ausb. ca. 50% und 70%).

*Dicarbonyl(chlorozink)(methylcyclopentadienyl)(methyl-diphenylsilyl)mangan* (**2a**): Ausb. 1.34 g (55%). Schmp.  $69^\circ\text{C}$  (Zers.); Mol-masse 500 (dampfdruckosmom.).

$\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{ClMnO}_2\text{SiZn}$  (488.2) Ber. C 51.66 H 4.13 Mn 11.2  
Gef. C 51.68 H 4.62 Mn 10.9

*Hg[Mn(CO)<sub>2</sub>(Ph<sub>2</sub>MeSi)MeCp]<sub>2</sub>* (**3b**): a) Zu einer Lösung von 2 mmol **1a** in 40 ml THF gibt man 0.36 g (1 mmol)  $\text{HgBr}_2$  und rührt 15 min bei Raumtemp. (IR-Kontrolle!). Anschließend wird das Lösungsmittel im Hochvak. entfernt, der Rückstand in 30 ml Toluol aufgenommen und die Lösung über Filterflocken filtriert. Das nach Abziehen des Lösungsmittels erhaltene Rohprodukt wird aus Diethylether/Pentan umkristallisiert; Ausb. 0.65 g (67%); Schmp.  $91^\circ\text{C}$ .

$\text{C}_{42}\text{H}_{40}\text{HgMn}_2\text{O}_4\text{Si}_2$  (975.4) Ber. C 51.72 H 4.07  
Gef. C 51.56 H 4.19

Die Cadmium-Verbindung **3a** wird analog dargestellt (Reaktionsdauer ca. 2 h), konnte aber wegen Temperaturempfindlichkeit nicht isoliert werden.

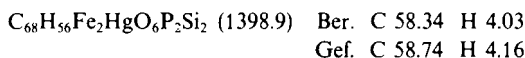
b) Eine Lösung von 0.85 g (1 mmol)  $\text{MeCpMn}(\text{CO})_2(\text{SiMePh}_2)\text{AuPPh}_3$ <sup>4)</sup> in 50 ml THF wird mit 0.18 g (0.5 mmol)  $\text{HgBr}_2$  5 min bei Raumtemp. gerührt; Aufarbeitung wie bei a); Ausb. 0.34 g (70%).

*Tricarbonyl(chlorocadmium)(methyl-diphenylsilyl)(triphenylphosphan)eisen* (**5a**): Zu einer Lösung von 0.5 mmol **4a**<sup>2)</sup> in 30 ml THF gibt man 90 mg  $\text{CdCl}_2$ , rührt 10 min bei Raumtemp. und filtriert. Aus dem Filtrat wird das Lösungsmittel am Hochvak. entfernt. Der Rückstand wird mit 30 ml Toluol extrahiert, die Lösung nach Filtration und Einengen auf 5 ml mit Pentan versetzt. **5a** fällt als farbloses Pulver aus; Ausb. 220 mg (59%); Schmp.  $90^\circ\text{C}$  (Zers.).

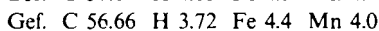
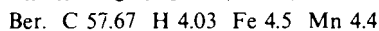
$\text{C}_{34}\text{H}_{28}\text{CdClFeO}_3\text{PSi}$  (747.4) Ber. C 54.64 H 3.78  
Gef. C 55.10 H 3.74

*Hg[Fe(CO)<sub>3</sub>(Ph<sub>2</sub>MeSi)PPh<sub>3</sub>]<sub>2</sub>* (**6**): Eine Lösung von 2 mmol **4a**<sup>2)</sup> in 50 ml THF wird mit 0.36 g (1 mmol)  $\text{HgBr}_2$  versetzt und so lange bei Raumtemp. gerührt, bis die Banden von **4a** im IR-Spek-

trum des Reaktionsgemisches verschwunden sind; Aufarbeitung wie bei **5a**; Ausb. 2.24 g (80%); Schmp. 117°C (Zers.).



$[(\text{CO})_3(\text{Ph}_2\text{MeSi})(\text{PPh}_3)\text{Fe}] - \text{Hg} - [\text{Mn}(\text{CO})_2(\text{Ph}_3\text{Si})\text{MeCp}]$  (**7**): Eine Lösung von 2.16 mmol **4a** in 100 ml THF wird zu 0.78 g (2.16 mmol)  $\text{HgBr}_2$  getropft. Nach 5 min. Rühren bei Raumtemp. sind im IR-Spektrum die  $\nu(\text{CO})$ -Banden von **4a** verschwunden und die von **5c** zu beobachten. Anschließend tropft man eine Lösung von 2.16 mmol  $\text{Na}[\text{MeCpMn}(\text{CO})_2\text{SiPh}_3]$  (**1b**) in 50 ml THF unter Rühren zu. Nach 10 min wird filtriert und das Lösungsmittel im Hochvak. vollständig entfernt. Der Rückstand wird mit wenig  $\text{Et}_2\text{O}$  extrahiert und die erhaltene Lösung über eine 2 cm hohe Schicht an  $\text{SiO}_2$  filtriert. Einengen des Filtrates auf 5 ml und Versetzen mit Pentan ergibt **7** als orangenen Feststoff; Ausb. 2.02 g (75%); Schmp. 93°C (Zers.).

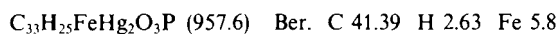


**Umsetzung von 3b mit  $\text{HgBr}_2$** : Rührt man 100 mg (0.1 mmol) **3b** in 10 ml Toluol bei Raumtemp. mit 70 mg (0.2 mmol)  $\text{HgBr}_2$ , so beobachtet man innerhalb von 15 min einen Farbumschlag von Orange nach Zitronengelb und die  $\nu(\text{CO})$ -Banden von **3b** sind verschwunden. Nach Filtration über Filterflocken wird die Lösung im Hochvak. auf 2 ml eingeeengt und mit Pentan versetzt. Dabei fällt ein zitronengelber Feststoff aus, der noch mit  $\text{HgBr}_2$  verunreinigt ist. — IR (Toluol): 1955 (m), 1908 (s). —  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ):  $\delta = 1.10$  (s, 3H,  $\text{MeC}_5\text{H}_4$ ), 4.41 (m) und 4.20 (m) (zus. 4H,  $\text{C}_5\text{H}_4$ ). Bei einem analog durchgeführten Versuch mit  $\text{HgCl}_2$  konnte in der Reaktionslösung  $\text{MePh}_2\text{SiCl}$  gaschromatographisch im Vergleich mit einer authentischen Probe nachgewiesen werden.

**Umsetzung von 6 mit  $\text{HgBr}_2$** : Eine Lösung von 140 mg (0.1 mmol) **6** in 15 ml Toluol wird mit 40 mg (0.11 mmol)  $\text{HgBr}_2$  versetzt und 15 min bei Raumtemp. gerührt. Danach sind die  $\nu(\text{CO})$ -Banden von **6** verschwunden. Nach Filtration von Unlöslichem wird das Lösungsmittel im Hochvak. entfernt, der Rückstand in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  aufgenommen und erneut filtriert. Zugabe von Pentan zur eingeeengten

Lösung ergibt einen hellgelben Feststoff, der im  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum nur noch Signale aromatischer Protonen zeigt und im IR-Spektrum  $\nu(\text{CO})$ -Banden bei 2029 (w), 1990 (sh) und 1978 (vs) aufweist.

**Tricarbonyl-bis(phenylquecksilber)(triphenylphosphan)eisen (9)**: Zu einer Lösung von 1.17 mmol **1a** in 40 ml THF gibt man 840 mg (2.34 mmol)  $\text{PhHgBr}$  und rührt 10 min bei Raumtemp. Nach Filtration wird das Lösungsmittel im Hochvak. vollständig entfernt und der Rückstand mit 60 ml Toluol extrahiert. Die filtrierte Extraktionslösung wird stark eingeeengt und mit Pentan versetzt. Dabei fällt **9** als hellgelber Feststoff aus; Ausb. 817 mg (73%); Schmp. 66°C (Zers.).



**9** kann auch durch Umsetzung von isoliertem **8** mit einer äquimolaren Menge  $\text{PhHgBr}$  erhalten werden.

#### CAS-Registry-Nummern

**1a**: 107198-70-9 / **1b**: 116840-39-2 / **2a**: 116840-30-3 / **2b**: 116840-31-4 / **2c**: 116840-32-5 / **3a**: 116840-33-6 / **3b**: 116840-34-7 / **4a**: 107514-04-5 / **4b**: 107514-05-6 / **5a**: 116840-35-8 / **5b**: 107514-18-1 / **5c**: 116840-36-9 / **6**: 116840-37-0 / **7**: 116840-40-5 / **8**: 107514-17-0 / **9**: 116840-38-1 / Mn: 7439-96-5 / Fe: 7439-89-6 / Hg: 7439-97-6 / Zn: 7440-66-6 / Cd: 7440-43-9

<sup>1)</sup> 26. Mitteilung: J. Meyer, J. Willnecker, U. Schubert, *Chem. Ber.* **122** (1989) 223, voranstehend.

<sup>2)</sup> U. Schubert, E. Kunz, M. Knorr, J. Müller, *Chem. Ber.* **120**, (1987) 1079.

<sup>3)</sup> U. Kirchgäbner, U. Schubert, *Organometallics* **7** (1988) 784.

<sup>4)</sup> E. Kunz, M. Knorr, J. Willnecker, U. Schubert, *New J. Chem.*, im Druck.

<sup>5)</sup> J. M. Burlitch, in *Comprehensive Organometallic Chemistry* (G. Wilkinson, F. G. A. Stone, E. W. Abel, Hrsg.), Bd. 6, S. 1003, Pergamon Press, Oxford 1982.

<sup>6)</sup> M. Knorr, U. Schubert, *Trans. Met. Chem.* **11** (1986) 268.

<sup>7)</sup> M. C. Baird, *Progr. Inorg. Chem.* **9** (1968) 1.

<sup>8)</sup> E. Colomer, R. J. P. Corriu, A. Vioux, *Inorg. Chem.* **18** (1979) 695.