

(A) than in (B) and the length of the C(phosphorin)—C(phosphorin) bond to be conversely closer to the aromatic value of 1.40 Å in (A) than in (B), which is indeed observed. The C(phosphorin)—C(phenyl) mean bond length has the same value in (A) as in (B) [1.494 (3) vs 1.494 (9) Å].

C—C distances in the phenyl and cyclopentadienyl rings have normal values.

The CPC bond angle has a shorter value in (A) (mean value 98°) or (B) (99°) than in (C) (103°) or uncomplexed phosphorins (ca 102°). The geometry of the P—metal bond is almost the same in (A) and in (B) as indicated by the mean value of the C $\alpha$ —P—metal angle: (A) 60.3, (B) 61.2°. Thus, as the overall geometry of the metal—phosphorin ring bonding appears to be very similar in (A) and (B), the large upfield shift observed in the <sup>31</sup>P NMR spectrum of (A) compared to (B) (ca 50 p.p.m. shielding) could again be due to overall higher electron density on the phosphorin ring and at the P atom, due to the electron-donating properties of the CpMn group as compared to Cr(CO)<sub>3</sub>.

#### References

- BART, J. C. J. & DALY, J. J. (1968). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **7**, 811–815.
- BERNDT, A. F. & MARSH, R. E. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 118–123.
- BLOW, D. M. (1960). *Acta Cryst.* **13**, 168.
- BUSING, W. R. & LEVY, H. A. (1957). *Acta Cryst.* **10**, 180–182.
- ENEMARK, J. H. & IBERS, J. A. (1967). *Inorg. Chem.* **6**, 1575–1581.
- ENEMARK, J. H. & IBERS, J. A. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 2339–2344.
- EVARD, G., THOMAS, R., DAVIS, B. R. & BERNAL, I. (1976). *Inorg. Chem.* **15**, 52–57.
- FISCHER, W., HELLNER, E., CHATZIDAKIS, A. & DIMROTH, K. (1968). *Tetrahedron Lett.* pp. 6227–6230.
- FRENZ, B. A. (1978). *The Enraf-Nonius CAD-4 SDP. Computing in Crystallography*, edited by H. SCHENK, R. OLTROFF-HAZEKAMP, H. VAN KONINGSVELD & G. C. BASSI, pp. 64–71. Delft Univ. Press.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 274–285.
- GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee.
- LAUZON, G. DE, DESCHAMPS, B., FISCHER, J., MATHEY, F. & MITSCHLER, A. (1980). *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 994–1000.
- LEHMANN, M. S. & LARSEN, F. K. (1974). *Acta Cryst.* **A30**, 580–584.
- MATHEY, F., FISCHER, J., MITSCHLER, A. & RICARD, L. (1980). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* pp. 2522–2525.
- MATHEY, F., MITSCHLER, A. & WEISS, R. (1977). *J. Am. Chem. Soc.* **99**, 3537–3538.
- MATHEY, F., MITSCHLER, A. & WEISS, R. (1978). *J. Am. Chem. Soc.* **100**, 5748–5755.
- NIEF, F., CHARRIER, C., MATHEY, F. & SIMALTY, M. (1980). *J. Organomet. Chem.* **187**, 277–280.
- VAHRENKAMP, H. & NÖTH, H. (1972). *Chem. Ber.* **105**, 1148–1157.
- VAHRENKAMP, H. & NÖTH, H. (1973). *Chem. Ber.* **106**, 2227–2235.
- WONG, T. C. & BARTELL, L. S. (1974). *J. Chem. Phys.* **61**, 2840–2849.

*Acta Cryst.* (1981). **B37**, 1071–1075

## Structure du Tricarbonyl(indènecarboxylate-2 de méthyle)chrome

PAR RENÉ MERCIER

Laboratoire de Chimie-Physique, Faculté des Sciences et des Techniques, Université de Franche-Comté,  
25030 Besançon CEDEX, France

ET JOËL VEBREL

Laboratoire de Chimie-Appliquée, Faculté des Sciences et des Techniques, Université de Franche-Comté,  
25030 Besançon CEDEX, France

(Reçu le 4 mars 1980, accepté le 6 novembre 1980)

#### Abstract

The crystal structure of [Cr(C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>)(CO)<sub>3</sub>] has been determined by a single-crystal X-ray study (Mo K $\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.7107$  Å,  $\mu = 0.95$  mm<sup>-1</sup>). The unit cell is triclinic, *P*1̄, with  $a = 8.244$  (3),  $b = 11.240$  (4),  $c = 7.103$  (2) Å,  $\alpha = 81.17$  (2),  $\beta = 81.28$  (2),  $\gamma =$

0567-7408/81/051071-05\$01.00

87.77 (3)°,  $V = 642.8$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $D_m = 1.60$  (3),  $D_x = 1.61$  Mg m<sup>-3</sup>. The structure was solved by Fourier syntheses and refined to an  $R_w$  value of 0.030 for 1598 independent reflexions ( $\theta \leq 31^\circ$ ). The staggered conformation of the Cr(CO)<sub>3</sub> group [with C—O lengths close to 1.154 (5) Å] results from interactions with the pentagonal ring and the ester group. The Cr atom is

© 1981 International Union of Crystallography

slightly displaced ( $\sim 0.04 \text{ \AA}$ ) from the hexagonal-ring axis and there are three sets of Cr–C(ring) lengths: 2.238 (4), 2.218 (4), 2.198 (4)  $\text{\AA}$ .

### Introduction

La détermination de la structure de ce composé entre dans le cadre d'une étude expérimentale et théorique entreprise pour élucider divers phénomènes d'induction asymétrique observés lors de réactions dipolaires-1,3.

En particulier avec des dipolarophiles du type indénique comportant un cycle benzénique complexé par le trépied chrome tricarbonyle  $\text{Cr}(\text{CO})_3$ , on observe une régiospécificité de l'attaque; le dipôle n'approcherait la double liaison éthylénique que par le demi-espace non encombré. Une discussion théorique des résultats enregistrés est possible à l'aide de la théorie des perturbations de second ordre de Herndon (1972) déjà utilisée pour rationaliser la stéréochimie de l'approche de dipolarophile par le dipôle (Gree, Tonnard & Carrie, 1975, 1976). Il peut être fait appel aussi à la méthode de variation-perturbation de Sustmann, Ansmann & Vahrenholt (1972) ou encore à des calculs *ab initio* déjà utilisés par ailleurs pour préciser la structure de l'état de transition (Leroy & Sana, 1976; Poppinger, 1976). Quelle que soit la voie choisie, il est indispensable de connaître avec précision la géométrie du dipolarophile d'où nécessité d'en établir la structure par diffraction de rayons X.

L'obtention des dérivés indène-chrome tricarbonyle pose quelques difficultés en ce sens qu'il n'est pas possible de complexer directement les substrats indéniques par  $\text{Cr}(\text{CO})_6$  selon la méthode de Nicholls & Whiting (1959). L'indénecarboxylate-2 de méthyle, qui résulte d'une estérification de l'acide correspondant (Graf, 1963) par le diazométhane en milieu étheré à 273 K a été soumis à une complexation en atmosphère contrôlée (azote ou argon) par action du triaminetricarbonylchrome,  $[\text{Cr}(\text{CO})_3(\text{NH}_3)_3]$ , dans des conditions analogues à celles utilisées par Rausch, Moser, Zaiko & Lipman (1970) pour complexer le styrène. Le produit est purifié par chromatographie liquide sur gel de silice Merck (230–400 mesh) avec le mélange hexane– $\text{Et}_2\text{O}$  (6/4) comme éluant. Une cristallisation lente à 273 K dans le même mélange de solvants conduit à de gros cristaux rouges (t.f. 420 K).

L'étude de la conformation du trépied vis-à-vis du cycle aromatique dans le but de déterminer l'influence du coordinaat sur le substrat est fort intéressante car de nombreux travaux récents ont porté sur ce point; par exemple, ceux par radiocristallographie de Dusausoy & Protas (1978) et par spectroscopie ESCA par Azokpota, Limouzin, Maire & Pommier (1976).

### Détermination de la structure

La densité mesurée par pycnométrie est égale à 1,60 (3)

$\text{Mg m}^{-3}$  ce qui implique la présence de deux molécules par maille. Un monocristal de dimensions  $0,1 \times 0,15 \times 0,3 \text{ mm}$  a été monté sur le diffractomètre automatique Nonius CAD-4 du Centre de Diffraction Automatique de Lyon I. Les paramètres de la maille triclinique (voir *Abstract*) ont été affinés à partir des coordonnées angulaires de 25 réflexions. Les intensités de 4248 réflexions indépendantes ont été mesurées (balayage  $\omega-2\theta$ ) dans la demi-sphère de l'espace réciproque ( $\theta \leq 31^\circ$ ) avec la radiation  $\text{Mo K}\alpha$  ( $\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$ ) d'un tube à anticathode de molybdène avec lame de graphite comme monochromateur. 1598 réflexions satisfaisant au test  $I > 2,5\sigma(I)$  ont été conservées pour la détermination de la structure. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation; l'absorption a été négligée ( $\mu = 0,95 \text{ mm}^{-1}$ ). Une synthèse de Patterson permet de révéler la position de l'atome Cr en position générale dans le groupe  $P\bar{1}$ .

La recherche de la structure a été poursuivie dans ce groupe, le succès final étant une preuve *a posteriori* de la centrosymétrie du groupe d'espace. Une synthèse de Fourier permet ensuite de localiser les trois coordinaats CO et les six atomes de carbone du cycle benzénique. Un affinement des paramètres de ces 13 atomes conduit à un facteur  $R$  de 0,21. Les sept autres atomes (cinq C et deux O) sont ensuite repérés sur une synthèse de Fourier. L'affinement des paramètres de position et des coefficients du tenseur d'agitation anisotrope de ces 20 atomes conduit à l'indice résiduel pondéré  $R_w$  de 0,045  $\{R_w = \sum W^{1/2}(F_o - |F_c|) / \sum W^{1/2} F_o$  avec  $W^{1/2} = 1$  si  $F_o \leq P_1$  et  $W^{1/2} = P_1/F_o$  si  $F_o > P_1$  avec  $P_1 = [F_o^2(\text{max})/10]^{1/2}\}$ .

Une synthèse de Fourier 'différence' met en évidence la position des 10 atomes d'hydrogène de la molécule y compris ceux du groupe  $\text{O}-\text{CH}_3$ . Les coordonnées de ces 10 atomes ont alors été introduites, affectées d'un coefficient d'agitation isotrope de  $4 \text{ \AA}^2$  maintenu constant lors des affinements. L'affinement du facteur d'échelle, des paramètres de position de tous les atomes et des coefficients d'agitation thermique anisotrope  $\{\exp[-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]\}$  des 20 premiers atomes conduit à une valeur finale de l'indice  $R_w$  égale à 0,030.\*

Les facteurs de diffusion atomique utilisés sont ceux des atomes neutres Cr, O, C, H relevés dans *International Tables for X-ray Crystallography* (1974).

### Description et discussion de la structure

Les coordonnées des atomes relatifs à une molécule sont

\* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 35892: 18 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.



Tableau 3. Distances interatomiques (Å) caractéristiques de la molécule

Les écarts types sont donnés entre parenthèses.

Cr—C(1)	1,833 (4)	Cr...O(1)	2,986 (3)
Cr—C(2)	1,823 (4)	Cr...O(2)	2,978 (3)
Cr—C(3)	1,823 (4)	Cr...O(3)	2,978 (3)
Cycle benzénique			
C(1)—O(1)	1,153 (5)	C(4)—C(5)	1,410 (5)
C(2)—O(2)	1,155 (5)	C(5)—C(6)	1,410 (5)
C(3)—O(3)	1,155 (5)	C(6)—C(7)	1,397 (6)
Cr—C(4)	2,240 (4)	C(7)—C(8)	1,411 (5)
Cr—C(5)	2,235 (4)	C(8)—C(9)	1,395 (5)
		C(9)—C(4)	1,406 (5)
Cr—C(6)	2,219 (4)	Moyenne	1,405 (5)
Cr—C(9)	2,218 (4)	Cycle pentagonal	
Cr—C(7)	2,199 (4)	C(4)—C(10)	1,504 (5)
Cr—C(8)	2,197 (4)	C(5)—C(12)	1,466 (5)
C(6)—H(61)	0,94 (4)	C(10)—C(11)	1,469 (5)
C(7)—H(71)	0,99 (4)	C(11)—C(12)	1,361 (5)
C(8)—H(81)	0,91 (4)	Groupe ester	
C(9)—H(91)	0,94 (4)	C(11)—C(13)	1,471 (5)
C(10)—H(101)	0,97 (4)	C(13)—O(4)	1,196 (5)
C(10)—H(102)	1,00 (4)	C(13)—O(5)	1,329 (4)
C(12)—H(121)	0,91 (4)	O(5)—C(14)	1,458 (5)
		C(14)—H(141)	0,88 (4)
		C(14)—H(142)	1,01 (4)
		C(14)—H(143)	1,00 (4)

Tableau 4. Angles de liaisons (°) dans la molécule

Les écarts types sont donnés entre parenthèses.

Cr—C(1)—O(1)	179,1 (3)	C(1)—Cr—C(2)	88,9 (2)
Cr—C(2)—O(2)	179,4 (3)	C(1)—Cr—C(3)	88,9 (2)
Cr—C(3)—O(3)	178,9 (3)	C(2)—Cr—C(3)	87,6 (2)
O(1)—Cr—O(2)	89,4 (1)	C(5)—C(4)—C(10)	108,5 (2)
O(1)—Cr—O(3)	89,3 (1)	C(4)—C(5)—C(12)	108,0 (2)
O(2)—Cr—O(3)	87,5 (1)	C(4)—C(10)—C(11)	103,3 (2)
C(9)—C(4)—C(5)	120,7 (2)	C(5)—C(12)—C(11)	108,4 (2)
C(4)—C(5)—C(6)	120,5 (2)	C(10)—C(11)—C(12)	111,6 (2)
C(5)—C(6)—C(7)	118,4 (2)	C(10)—C(11)—C(13)	124,7 (2)
C(6)—C(7)—C(8)	121,0 (2)	C(12)—C(11)—C(13)	123,6 (2)
C(7)—C(8)—C(9)	120,8 (2)	C(11)—C(13)—O(4)	124,6 (2)
C(8)—C(9)—C(4)	118,5 (2)	C(11)—C(13)—O(5)	111,0 (2)
Moyenne	120,0	O(4)—C(13)—O(5)	124,3 (2)
Carbone $sp^2$		C(13)—O(5)—C(14)	116,2 (2)
H(61)—C(6)—C(5)	120,0 (1,7)	Carbone C(10) $sp^3$	
H(61)—C(6)—C(7)	121,4 (1,7)	H(101)—C(10)—C(4)	114,0 (1,7)
H(71)—C(7)—C(6)	119,4 (1,6)	H(101)—C(10)—C(11)	114,2 (1,7)
H(71)—C(7)—C(8)	119,5 (1,6)	H(102)—C(10)—C(4)	110,9 (1,7)
H(81)—C(8)—C(7)	112,5 (1,7)	H(102)—C(10)—C(11)	115,1 (1,7)
H(81)—C(8)—C(9)	126,7 (1,7)	H(101)—C(10)—H(102)	99,7 (3,6)
H(91)—C(9)—C(8)	124,4 (1,7)	Groupe O—CH <sub>3</sub>	
H(91)—C(9)—C(4)	117,0 (1,7)	H(141)—C(14)—O(5)	108,4 (1,5)
H(121)—C(12)—C(5)	134,8 (1,8)	H(141)—C(14)—H(142)	116,7 (3,7)
H(121)—C(12)—C(11)	116,8 (1,8)	H(141)—C(14)—H(143)	107,3 (3,8)
		H(142)—C(14)—O(5)	104,6 (1,6)
		H(142)—C(14)—H(143)	108,7 (3,6)
		H(143)—C(14)—O(5)	111,0 (1,7)

Tableau 5. Distances (Å) des atomes au plan moyen défini par les six atomes de carbone du cycle benzénique

Equation du plan:  $0,5633X - 0,7907Y - 0,2396Z + 2,5469 = 0$ ; X, Y et Z sont les coordonnées en Å relatives aux axes orthogonaux a,  $c^* \wedge a, c^*$ .

Cr	1,7245 (6)	C(4)	-0,011 (3)
C(1)	2,747 (3)	C(5)	-0,003 (3)
C(2)	2,834 (3)	C(6)	0,013 (4)
C(3)	2,852 (3)	C(7)	-0,010 (4)
O(1)	3,378 (3)	C(8)	-0,004 (4)
O(2)	3,527 (3)	C(9)	0,015 (4)
O(3)	3,565 (3)	H(61)	0,05 (4)
C(10)	-0,050 (4)	H(71)	-0,01 (4)
C(11)	-0,109 (3)	H(81)	0,02 (4)
C(12)	-0,059 (4)	H(91)	-0,01 (4)
C(13)	-0,228 (4)	H(101)	0,69 (4)
C(14)	-0,667 (4)	H(102)	-0,82 (4)
O(4)	-0,177 (3)	H(121)	-0,05 (4)
O(5)	-0,416 (3)	H(141)	-1,29 (4)
		H(142)	-0,88 (4)
		H(143)	0,15 (4)

Le plan moyen défini par les cinq atomes de carbone du cycle pentagonal a pour équation:  $0,5766X - 0,7697Y - 0,2740Z + 2,4483 = 0$  (planéité à moins de 0,012 Å) et forme un angle dièdre de 2,5° avec le plan du cycle benzénique.

### Le cycle pentagonal

La planéité est excellente (à moins de 0,012 Å); le plan moyen défini par les cinq atomes de carbone (Tableau 5) fait un angle dièdre de 2,5° avec le cycle benzénique de telle sorte que les atomes C(10), C(11) et C(12) soient de l'autre côté du plan benzénique par rapport au trépied. Cette répulsion du trépied est sensible puisque l'atome C(11) est à 0,11 Å du plan benzénique. La liaison C(11)—C(12) a une longueur de 1,361 (5) Å, typique d'une double liaison (1,34 Å dans l'indène: Palmer & Kennedy, 1974).

### Distances Cr—C(cycle)

Les valeurs des distances Cr—C(cycle) sont comprises entre 2,197 (4) et 2,240 (4) Å. La valeur moyenne est de 2,218 (2) Å et est identique à celle du composé (I) mais les écarts par rapport à cette valeur sont beaucoup plus grands que dans (I) (0,02 Å au lieu de 0,01 Å). L'examen du Tableau 3 montre qu'il y a trois groupes de distances Cr—C allant de 2,238 Å pour les atomes de carbone communs aux deux cycles jusqu'à 2,198 Å pour les atomes de carbone les plus éloignés du cycle pentagonal. Compte-tenu de ces écarts systématiques, nous avons calculé que l'atome Cr est déplacé de 0,04 Å de l'axe perpendiculaire au cycle passant par le centre de gravité de celui-ci.

### Le trépied Cr(CO)<sub>3</sub>

Ce trépied est presque symétrique par rapport à un axe ternaire passant par l'atome de Cr. Les trois

liaisons C—O sont équivalentes [entre 1,153 (5) et 1,155 (5) Å] et sont légèrement supérieures aux liaisons C—O de Cr(CO)<sub>6</sub> (1,137 Å) (Whitaker & Jeffery, 1967). Il en est de même pour les trois distances Cr—C [comprises entre 1,823 (4) et 1,833 (4) Å]. La conservation de la distance Cr...O est remarquable comme cela a déjà été signalé dans d'autres molécules [entre 2,978 (3) et 2,986 (3) Å].

Les angles Cr—C—O (Tableau 4) ne sont pas significativement différents de 180° [compris entre 178,9 (3) et 179,4 (3)°]. On note une très légère déformation de la symétrie ternaire au niveau des angles au sommet du trépied car l'angle C(2)—Cr—C(3) de 87,6 (2)° est plus petit que les deux autres angles égaux à 88,9 (2)°. Cette déformation a été observée également dans (I), et de façon similaire, puisque dans les deux cas, le plus petit angle est relatif à deux groupes C—O voisins du substituant du cycle benzénique.

La conformation du trépied est exactement décalée vis-à-vis des atomes de carbone du cycle benzénique; les angles d'éclipse de 30,1, 29,9 et 30,2° par rapport aux atomes C(8), C(4) et C(6) ne sont pas significativement différents de la valeur théorique de 30°. Le plan des atomes O(1), O(2) et O(3) forme un angle de 2,8° avec le plan du cycle benzénique, l'atome O(1) étant le plus proche de celui-ci [3,377 (3) au lieu de 3,54 Å pour les oxygènes O(2) et O(3)]. L'influence du cycle pentagonal et du groupe ester a donc pour effet de repousser le trépied qui se place en position décalée de telle sorte que les branches CrC(2)O(2) et CrC(3)O(3) soient les plus éloignées du cycle (Tableau 5) et il semble bien que le déplacement du Cr de 0,04 Å de sa position centrale habituelle résulte également de la présence de ces substituants. Cette conformation décalée du trépied se retrouve dans les diastéréoisomères *endo* et *exo* du tricarbonyl(indanol)chrome (Gentric, 1976) dans lesquels un cycle pentacarboné saturé semble également repousser au maximum les branches du trépied sans que dans ces deux cas on puisse mettre en évidence un déplacement de l'atome de chrome de l'axe du cycle aromatique.

#### Le groupement ester

Les atomes C(13), C(14), O(4) et O(5) du groupe ester sont coplanaires et forment un angle de 11,0° avec le cycle benzénique et de 9,3° avec le cycle pentagonal de telle sorte que ces atomes soient de

l'autre côté du plan aromatique par rapport au trépied. La liaison C=O est en *syn* de la liaison C=C du cycle pentagonal. Les longueurs et angles de liaison de ce groupe sont comparables aux grandeurs observées dans le composé (I).

#### Conclusion

L'interaction répulsive entre le trépied Cr(CO)<sub>3</sub> et les substituants du cycle benzénique se traduit par l'inclinaison et le décalage du trépied de sa position apicale habituelle et par un effacement du cycle pentagonal et du groupe ester par rapport au plan du cycle benzénique.

Les programmes d'affinement ont été fournis par M. Marsau du Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline de l'Université de Bordeaux, les programmes relatifs aux synthèses de Fourier ayant été fournis par Immirzi (1973).

#### Références

- AZOKPOTA, C., LIMOUZIN, Y., MAIRE, J. C. & POMMIER, C. (1976). *J. Microsc. Spectrosc. Electron.* **1**, 273–282.
- DUSAUSOY, Y. & PROTAS, J. (1978). *Acta Cryst.* **B34**, 1714–1716.
- GENTRIC, E. (1976). Thèse 3ème Cycle, Univ. de Rennes, France.
- GRAF, R. (1963). *Justus Liebigs Ann. Chem.* **661**, 111–157.
- GREE, R., TONNARD, F. & CARRIE, R. (1975). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 1325–1330.
- GREE, R., TONNARD, F. & CARRIE, R. (1976). *Tetrahedron*, **32**, 675–682.
- HERNDON, W. C. (1972). *Chem. Rev.* **72**, 157–179.
- IMMIRZI, A. (1973). *J. Appl. Cryst.* **6**, 246–249.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Tome III. Birmingham: Kynoch Press.
- LEROY, G. & SANA, M. (1976). *Tetrahedron*, **32**, 709–717.
- NICHOLLS, B. & WHITING, M. C. (1959). *J. Chem. Soc.* pp. 551–556.
- PALMER, W. H. & KENNEDY, S. M. F. (1974). *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, pp. 1893–1903.
- POPPINGER, D. (1976). *Aust. J. Chem.* **29**, 465–472.
- RAUSCH, M. D., MOSER, G. A., ZAIKO, E. J. & LIPMAN, A. L. (1970). *J. Organomet. Chem.* **23**, 185–192.
- SAILLARD, J.-Y. & GRANDJEAN, D. (1976). *Acta Cryst.* **B32**, 2285–2289.
- SUSTMANN, R., ANSMANN, A. & VAHRENHOLT, F. (1972). *J. Am. Chem. Soc.* **94**, 8099–8105.
- WHITAKER, A. & JEFFERY, J. W. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 977–984.