

## COMPLEXATION DU DIMETHYLDICHLOROETAIN PAR LES COMPOSES OXO DU PHOSPHORE ET DE L'ARSENIC: EXISTENCE EN SOLUTION DE COMPLEXES MOLECULAIRES DE L'ETAIN HEPTA- ET OCTACOORDONNE

RENE-JEAN BRAVO et JEAN-PIERRE LAURENT

*Laboratoire de Chimie de Coordination du C.N.R.S. (associé à l'Université Paul Sabatier), 205, route de Narbonne, 31400 Toulouse (France) et Centre Universitaire Antilles Guyane, 97167 Pointe à Pitre (Guadeloupe)*

(Reçu le 20 juin 1979)

### Summary

Several complexes of general formula  $L_2A$  ( $L = R_3PO, R_3AsO, (RO)_3PO, (RO)_3AsO, (R'O)_2RPO$  and  $(R'O)_2RAsO$ ;  $A = SnMe_2Cl_2$ ) have been prepared. In solution they are in a dissociation equilibrium which has been studied by NMR. According to the initial ratio of the components ( $L/A$ ), these equilibria may involve several species  $LA, L_2A, L_3A$  and  $L_4A$ . When  $L = Et_3AsO$ , the four complexes  $L_nA$  ( $n = 1-4$ ) have been isolated and characterized in the solid state.

### Résumé

Un certain nombre de composés de formule  $L_2A$  ( $L$  étant un oxyde de phosphine ou d'arsine aliphatique, un phosphate, un arséniate, un phosphonate ou un arsonate alcoylique et  $A$  le diméthylchloroétain) ont été préparés et isolés. En solution, ces composés donnent lieu à des équilibres de dissociation qui ont été étudiés par spectroscopie de RMN. Suivant les valeurs du rapport initial entre les quantités d'acide et de base de Lewis, on peut mettre en évidence l'intervention de différentes espèces  $LA, L_2A, L_3A$  et  $L_4A$ . Ces complexes ont pu être isolés et caractérisés à l'état solide dans le cas où  $L = Et_3AsO$ .

---

L'étude générale du comportement nucléophile des composés oxo ( $L = X_xY_{3-x}MO$ ) de l'azote ( $M = N$ ), du phosphore ( $M = P$ ) et de l'arsenic ( $M = As$ ) nous a amenés à confronter ces bases de Lewis aux acides du bore  $BF_3$  et  $BCl_3$  [1]. Pour généraliser les résultats ainsi obtenus, nous avons envisagé une étude des composés résultant de l'addition de ces bases oxo au dichlorodiméthylétain ( $A = SnMe_2Cl_2$ ). Le nombre des composés  $L_nA$  connus est relativement faible et essentiellement limité à des composés  $L_2A$  présentant deux molé-

cules d'un donneur monodenté ( $\text{Ph}_3\text{AsO}$ ,  $\text{Ph}_3\text{PO}$ ,  $\text{PyO}$ ...) par molécule d'accepteur [2,3]. Nous nous sommes donc proposés de préparer et d'étudier par RMN un certain nombre de composés  $\text{L}_2\text{A}$  inédits, faisant intervenir comme coordonné L des oxydes de phosphines et d'arsines aliphatiques, des phosphates et des arséniates, des phosphonates et des arsonates. Le comportement en solution des composés  $\text{L}_2\text{A}$  obtenus s'est révélé complexe et ne semblait pouvoir être interprété qu'en admettant l'intervention d'équilibres entre les constituants libres et divers complexes  $\text{L}_n\text{A}$ . La prise en compte d'un complexe  $\text{LA}$  qui a été déjà proposée [4-6] est insuffisante à rendre compte de l'ensemble des résultats obtenus et on doit envisager des systèmes plus complexes formés des espèces  $\text{L}$ ,  $\text{A}$ ,  $\text{LA}$ ,  $\text{L}_2\text{A}$ ,  $\text{L}_3\text{A}$  et  $\text{L}_4\text{A}$  mais ne comportant pas d'édifices ioniques comme certains auteurs l'ont proposé. Il nous a été possible de confirmer définitivement l'existence de tels complexes en préparant et en caractérisant à l'état solide les quatre termes de la série  $(\text{Et}_3\text{AsO})_n \cdot \text{SnMe}_2\text{Cl}_2$  avec  $n = 1-4$ . Une tentative de classification des différentes bases de Lewis ( $\text{L}$ ), examinées au cours de ce travail, est proposée sur la base des données RMN caractérisant les complexes  $\text{L}_2 \cdot \text{SnMe}_2\text{Cl}_2$ .

### Résultats et discussion

La comparaison que nous proposons d'effectuer entre les différents complexes  $\text{L}_2\text{A}$  (mentionnés dans le Tableau 5), sur la base des paramètres caractérisant leurs spectres de résonance  $^1\text{H}$ , s'est heurtée à une difficulté majeure résidant dans une évolution souvent très sensible de ces paramètres en fonction des conditions expérimentales utilisées pour les obtenir. Avant de réaliser cette comparaison, il devenait donc nécessaire de rechercher les causes de l'évolution observée et de déterminer les conditions dans lesquelles un paramètre donné pouvait être considéré comme caractéristique d'un édifice  $\text{L}_2\text{A}$  et, à ce titre, confronté aux autres termes de la série.

Nous rapporterons ici essentiellement les résultats relatifs aux complexes de l'oxyde de triéthylarsine pour lesquels une étude plus complète a été réalisée, mais ces résultats peuvent être généralisés à l'ensemble des complexes étudiés au moins qualitativement.

Nous ne nous attarderons pas sur l'influence exercée par la nature du solvant, dans la mesure où les solvants chlorés ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{CHCl}_3$  et  $\text{CCl}_4$ ) conduisent à des résultats très comparables. Des écarts importants ont été observés avec  $\text{C}_6\text{H}_6$  et  $\text{CH}_3\text{NO}_2$ . Dans ces solvants, le dichlorodiméthylétain présente des constantes de couplage  $^2J(\text{Sn}-\text{H})$  \* anormalement élevées (respectivement 77.0 et 86.0 Hz) par rapport à la valeur observée dans les solvants chlorés (69 Hz). Ces anomalies sont à mettre en rapport avec les phénomènes d'association déjà signalés [5] entre certains solvants et  $\text{SnCl}_2\text{Me}_2$ . Au niveau des complexes, seul le nitrométhane paraît devoir affecter notablement le couplage  $^2J$ . Ce solvant est un donneur potentiel, susceptible d'entrer en concurrence avec la base  $\text{L}$  pour assurer la complexation de l'étain.

\* Dans la suite de ce travail, la notation  $^2J$  désignera la constante de couplage entre l'isotope  $^{119}\text{Sn}$  et le proton  $^1\text{H}$ . Les valeurs de la constante relative à l'isotope  $^{117}\text{Sn}$  se déduisent des précédentes par la relation  $^2J(^{119}\text{Sn}-^1\text{H}) = 1.046 \ ^2J(^{117}\text{Sn}-^1\text{H})$ .

En se limitant à l'utilisation d'un seul solvant, le dichlorométhane, on fait apparaître l'influence de la concentration. Cette influence est faible dans le cas de l'acide libre qui conserve une constante  ${}^2J$  égale à 69 Hz dans une très large plage de concentrations. Elle est au contraire marquée dans le cas des complexes, cette constante évoluant par exemple de 98 à 104.5 Hz quand la concentration varie de  $1 \times 10^{-3}$  à  $5 \times 10^{-2}$  mol $^{-1}$ . D'une façon générale  ${}^2J$  diminue quand la dilution augmente sans cependant atteindre la valeur observée (69 Hz) dans l'acide libre. Ces résultats, ainsi que l'évolution des autres paramètres ( $\delta(\underline{\text{CH}}_3\text{Sn})$ ,  $\delta(\underline{\text{CH}}_3)$ ,  $\delta(\underline{\text{CH}}_2)$ ) suggèrent fortement l'existence d'un équilibre de dissociation et l'intervention, à température ambiante, d'un phénomène d'échange rapide entre les différentes espèces contribuant à cet équilibre. Ceci semble confirmé par l'étude de l'influence de l'addition d'un des constituants (A ou L) et des variations de température. Quelques résultats significatifs de cette étude sont rassemblés dans les Tableaux 1 et 2. Pour les solutions renfermant un excès d'acide, une description convenable est obtenue en considérant un système formé des complexes  $\text{L}_2\text{A}$  et  $\text{LA}$  et, éventuellement, des composants, acide et base libres. Les valeurs que l'on est amené à attribuer aux paramètres caractéristiques de ces espèces sont indiquées dans le Tableau 3. Pour les solutions renfermant une plus grande quantité de base  $(\text{L})/(\text{A}) > 2$ , ce modèle simple est tout à fait insuffisant pour rendre compte de l'ensemble des résultats expérimentaux. Il ne peut, en particulier, justifier l'observation de plusieurs jeux de signaux à basse température ( $T < 263$  K). En dépit de la qualité médiocre des spectres due à l'élargissement et au recouvrement partiel des signaux, trois types de protons  $\underline{\text{CH}}_3\text{Sn}$  et deux types de protons  $\underline{\text{CH}}_2\text{As}$  sont en effet nettement visibles. En ce qui concerne les protons  $\underline{\text{CH}}_3\text{Sn}$ , un des trois types présente un déplacement et un couplage  ${}^2J$  très voisins de ceux qui sont observés dans le système résultant de la mise en solution du seul composé  $\text{L}_2\text{A}$ . Les déplacements caractérisant les deux autres ( $\sim 0.8$  et  $0.6$  ppm), sont au contraire nettement plus faibles que les valeurs précédemment rencontrées ( $1.1$ – $1.2$  ppm) dans les systèmes  $\text{L}_2\text{A}$  et  $\text{L}_2\text{A} + \text{A}$ . Par ailleurs, la constante de couplage observée ( ${}^2J \sim 114$  Hz) s'éloigne beaucoup de celles qui caractériseraient l'acide libre (69 Hz), ou le complexe

TABLEAU 1

SYSTEMES  $\text{Et}_3\text{AsO}/\text{SnMe}_2\text{Cl}_2$  à  $30^\circ\text{C}$ ; INFLUENCE DE LA COMPOSITION

Composition initiale <sup>a</sup> L = $\text{Et}_3\text{AsO}$ ; A = $\text{SnMe}_2\text{Cl}_2$			$\delta(\underline{\text{CH}}_3\text{Sn})$ <sup>b</sup>	${}^2J$ <sup>c</sup>	$\Delta(\text{EtAs})$ <sup>b</sup> $\delta(\underline{\text{CH}}_2) - \delta(\underline{\text{CH}}_3)$
$\text{L}_2\text{A}$	A	L			
0	$5 \times 10^{-2}$	0	1.22	69.0	
0	0	$1 \times 10^{-2}$			1.00
$1 \times 10^{-3}$	0	0	1.08	98.0	0.91
$5 \times 10^{-2}$	0	0	1.05	104.5	0.98
$5 \times 10^{-2}$	$1 \times 10^{-3}$	0	1.09	95.0	0.98
$5 \times 10^{-2}$	$5 \times 10^{-2}$	0	1.12	87.5	0.99
$5 \times 10^{-2}$	0	$1 \times 10^{-2}$	0.92	110.0	0.90
$5 \times 10^{-2}$	0	$2 \times 10$	0.84	118.0	0.85
$5 \times 10^{-2}$	0	1	0.82	118.0	0.81

<sup>a</sup> Solutions dans  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ; concentrations en mol  $\text{l}^{-1}$ . <sup>b</sup> En ppm par rapport au TMS interne. <sup>c</sup> En Hz.

TABLEAU 2  
SYSTEMES  $\text{Et}_3\text{AsO/SnMe}_2\text{Cl}_2$  INFLUENCE DE LA TEMPERATURE

Système <sup>a</sup>	$\delta$ <sup>b</sup> ou $J$ <sup>c</sup>	303 K	283 K	263 K	243 K	223 K	203 K	183 K
$L_2A$ ( $5 \times 10^{-2}$ )	$\delta(\text{CH}_3\text{Sn})$	1.05		1.05	1.06		1.09	1.11
	$\delta(\text{CH}_3)$	1.30		1.29	1.29		1.29	1.30
	$\delta(\text{CH}_2)$	2.28		2.33	2.35		2.40	2.41
	$J$	104.5		110	115.5		116.5	117
$L_2A$ ( $5.5 \times 10^{-2}$ ) +	$\delta(\text{CH}_3\text{Sn})$	1.12		1.15		1.17		1.22
	$\delta(\text{CH}_3)$	1.32		1.33		1.33		1.35
	$\delta(\text{CH}_2)$	2.31		2.37		2.42		2.51
$A$ ( $4.7 \times 10^{-2}$ )	$J$	87.5		86		85		85
$L_2A$ ( $4 \times 10^{-2}$ ) +	$\delta(\text{CH}_3\text{Sn})$	0.84	0.82	0.80	1.07; 0.79; 0.68	1.16; 0.79; 0.56	1.17; 0.80; 0.54	1.17; 0.83; 0.52
	$\delta(\text{CH}_3)$	1.27	1.28	1.26	1.27	1.29	1.30	1.27
$L$ ( $11 \times 10^{-2}$ )	$\delta(\text{CH}_2)$	2.12	2.12	2.14	2.02; 2.36	1.93; 2.36	1.96; 2.35	1.96; 2.33
	$J$	118	118	n.o.	116; n.o.; 113	117; n.o.; 113	118; n.o.; 114	118; n.o.; 114

<sup>a</sup> Solutions dans  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ; concentrations en  $\text{mol l}^{-1}$ . <sup>b</sup> En ppm par rapport au TMS interne. <sup>c</sup> En Hz.

TABLEAU 3

CARACTERISTIQUES RMN DES ESPECES L, A, LA, L<sub>2</sub>A, L<sub>3</sub>A, L<sub>4</sub>A (L = Et<sub>3</sub>AsO, A = SnMe<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)

	L	A	LA	L <sub>2</sub> A	L <sub>3</sub> A	L <sub>4</sub> A
CH <sub>3</sub> Sn <sup>a</sup>		1.21	1.1	1.2	0.8	0.5
Δ(EtAs) <sup>b</sup>	59.5		107	93	95	94
<sup>2</sup> J <sup>b</sup>		69	90	118	116	114

<sup>a</sup> En ppm par rapport au TMS interne; indétermination ±0.1 ppm. <sup>b</sup> En Hz; indétermination ±3 Hz.

LA (~90 Hz). La comparaison des raies des deux signaux attribuables au protons CH<sub>2</sub>As et centrés au voisinage de 2.0 et 2.4 ppm, conduit à une autre remarque intéressante. La valeur 2.4 ppm étant pratiquement égale à celle qui est observée dans la base libre, on peut attribuer le deuxième signal (2.0 ppm) à l'ensemble des formes complexées L<sub>n</sub>A. Si on compare les aires de ces deux signaux, il apparaît que, dans tous les cas, la quantité de ligand libre présente à l'équilibre dans un mélange L<sub>2</sub>A + L, est inférieure à la quantité initialement introduite. On est aussi conduit à donner aux formes complexées une formulation globale L<sub>x</sub>A avec 2 < x < 4, ce qui implique l'intervention de complexes L<sub>n</sub>A présentant des valeurs de n supérieures à 2. En fait, l'intervention de formes ioniques pouvant être rejetée sur la base de mesures de conductibilité électrique (cf. partie expérimentale), une description convenable de ces systèmes L<sub>2</sub>A + L est obtenue en prenant en considération, en plus du complexe initial L<sub>2</sub>A, les formes L<sub>3</sub>A et L<sub>4</sub>A et en leur attribuant les caractéristiques mentionnées dans le Tableau 3.

Cette hypothèse a reçu une vérification ultérieure. Il a en effet été possible d'isoler et de caractériser, à l'état solide les quatre complexes L<sub>n</sub>A (n = 1-4). Par ailleurs, deux de ces formes (n = 1 et 3) restant facilement en surfusion, une mesure directe de leurs paramètres δ et J a pu être réalisée. Pour les formes n = 2 et 4, des mesures effectuées au dessus de la température de fusion, permettent d'estimer les valeurs des déplacements mais non celle de la constante de couplage <sup>2</sup>J. L'ensemble des valeurs ainsi obtenues est en bon accord avec celles que nous avons déduites de l'étude des solutions (cf. Tableau 3). On peut en définitive, conclure que les quatre complexes L<sub>n</sub>A existent aussi bien à l'état solide qu'en solution.

Nous avons également tenté d'évaluer les constantes caractérisant les équilibres en solution L<sub>n</sub>A ⇌ L<sub>n-1</sub>A + L à partir de l'évolution des paramètres RMN observée en fonction de la composition. Les variations relativement faibles de ces paramètres et l'imprécision avec laquelle ils sont connus, ne permettent que de proposer un ordre de grandeur (10<sup>-3</sup>) pour les constantes K<sub>1</sub> = (L)(A)/(LA) et K<sub>2</sub> = (LA)(L)/(L<sub>2</sub>A). Les espèces L<sub>3</sub>A et L<sub>4</sub>A présentent des degrés de dissociation plus élevés, l'intensité des signaux qui leur sont attribuables dans les systèmes L<sub>2</sub>A + L reste toujours faible, mais les données RMN ne permettent pas de donner à cette observation un tour plus quantitatif.

Nous avons enfin vérifié que les autres complexes L<sub>2</sub>A préparés au cours de ce travail (cf. Tableau 5), présentent des comportements semblables à celui du complexe formé par l'oxyde de triéthylarsine.

Le but initial de ce travail était de réaliser une étude comparative des propriétés nucléophiles manifestées par les différents composés oxo du phosphore et

TABLEAU 4

VALEURS DES CONSTANTES DE COUPLAGE  ${}^2J(\text{Sn-H})$  ( ${}^{119}\text{Sn-H}$  et  ${}^{117}\text{Sn-H}$ ) DANS LES COMPLEXES  $\text{L}_2 \cdot \text{SnMe}_2\text{Cl}_2$

		L						
		$\text{Et}_3\text{PO}$	$\text{Me-}(\text{EtO})_2\text{PO}$	$(\text{EtO})_3\text{PO}$	$(\text{MeO})_3\text{PO}$	$\text{Et}_3\text{AsO}$	$\text{Me-}(\text{EtO})_2\text{AsO}$	$(\text{EtO})_3\text{As}$
${}^2J(\text{Sn-H})$ (Hz)	${}^{119}\text{Sn}$	104	101	95	94	118	108	95
	${}^{117}\text{Sn}$	100	97	91	90.5	112	104	91

de l'arsenic vis-à-vis de  $\text{SnMe}_2\text{Cl}_2$ , à travers l'évolution des paramètres RMN caractérisant les espèces  $\text{L}_2\text{A}$ . Comme nous venons de le voir, la détermination de ces paramètres se heurte à de nombreuses difficultés et un seul a pu être atteint avec une précision suffisante, il s'agit de la constante du couplage  ${}^2J(\text{Sn-H})$ . En fait ce paramètre a été déjà envisagé par plusieurs auteurs [8–11] qui ont tenté de le corrélérer à différentes grandeurs caractéristiques de l'état électronique des composés.

C'est ainsi, que cette constante paraît dépendre au premier chef de l'état d'hybridation de l'étain [8,9,11]. En fait, nous constatons que, dans la série  $(\text{Et}_3\text{AsO})_n \cdot \text{SnMe}_2\text{Cl}_2$  (Tableau 3), la constante  ${}^2J$  évolue suivant la séquence:  $({}^2J)_{n=0}(69 \text{ Hz}) < ({}^2J)_{n=1}(90 \text{ Hz}) < ({}^2J)_{n=4}(114 \text{ Hz}) < ({}^2J)_{n=3}(116 \text{ Hz}) < ({}^2J)_{n=2}(118 \text{ Hz})$  compte tenu de l'ignorance où nous nous trouvons sur la géométrie du complexes  $\text{L}_3\text{A}$  et  $\text{L}_4\text{A}$ , il n'est pas possible de rechercher une corrélation entre  ${}^2J$  et, par exemple, le pourcentage de caractère *s* de l'orbitale hybride de liaison  $\text{Sn-C}$  [7] ou l'état d'hybridation de l'étain [8]. La séquence que nous observons et, en particulier, la place du composé  $\text{L}_2\text{A}$ , rendent cependant fort improbable une corrélation simple.

En admettant que dans tous les composés  $\text{L}_2\text{A}$ , l'étain conserve un état d'hybridation pratiquement identique, il est intéressant de remarquer que les valeurs de  ${}^2J$  résumées dans le Tableau 4 conduisent à un classement.:  $\text{Et}_3\text{AsO} > \text{Me-}(\text{EtO})_2\text{AsO} > \text{Et}_3\text{PO} > \text{Me}(\text{EtO})_2\text{PO} > (\text{EtO})_3\text{PO} \approx (\text{EtO})_3\text{AsO} > (\text{MeO})_3\text{PO}$  qui est identique à celui des basicités manifestées par ces mêmes donneurs à l'égard de  $\text{BF}_3$  [1].

### Partie expérimentale

D'une façon générale, tous les composés d'addition sont obtenus en mettant en présence, en solution chloroformique, les quantités stœchiométriques de  $\text{SnMe}_2\text{Cl}_2$  et du coordinat L. La réaction est toujours légèrement exothermique. Après évaporation du solvant les solides résultant sont lavés plusieurs fois à l'éther puis séchés sous vide, tandis que les composés liquides sont purifiés par distillation fractionnée. Les principales caractéristiques de ces composés sont réunies dans le Tableau 5: Les résultats d'analyse (effectuée par le Laboratoire Central d'Analyse du C.N.R.S.) confirment les formulations retenues pour ces différents composés. L'existence des quatre espèces  $\text{L}_n\text{A}$  ( $n = 1-4$ ;  $\text{L} = \text{Et}_3\text{AsO}$ ;  $\text{A} = \text{SnMe}_2\text{Cl}_2$ ) a été également établie par comparaison des spectres de diffraction X sur poudres.

TABLEAU 5  
 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DES COMPLEXES  $L_n \cdot SnMe_2Cl_2$

	F. (°C)	Eb. (°C/mmHg)
$(Et_3PO)_2 \cdot A$	$52 \pm 2$	130/1
$[Me(EtO)_2PO]_2 \cdot A$		98/1.5
$[(MeO)_3PO]_2 \cdot A$		77/1.5
$[(EtO)_3PO]_2 \cdot A$		105/2
$[Me(MeO)_2AsO]_2 \cdot A$	$50 \pm 2$	120/2 (dec.)
$[Me(EtO)_2AsO]_2 \cdot A$		122/2 (dec.)
$[(EtO)_3AsO]_2 \cdot A$		110/0.8 (dec.)
$(Et_3AsO) \cdot A$	$75 \pm 2$	
$(Et_3AsO)_2 \cdot A$	$147 \pm 2$ (dec.)	
$(Et_3AsO)_3 \cdot A$	$140 \pm 2$ (dec.)	
$(Et_3AsO_4) \cdot A$	$158 \pm 0$ (dec.)	

La non intervention de formes ioniques a été vérifiée par des mesures de conductibilité électrique effectuées sur des solutions des différents complexes dans le nitrobenzène et l'acétonitrile à des concentrations voisines de  $10^{-3} \text{ mol l}^{-1}$ . Les conductibilités observées sont toujours bien inférieures à celle que présenterait un électrolyte 1/1.

Les spectres de RMN ont été obtenu soit à 60 MHz en mode normal, soit à 90 MHz en mode pulsé avec transformation de Fourier. Les déplacements chimiques exprimés en ppm sont repérés par rapport au signal du TMS interne.

### Bibliographie

- 1 R. Bravo, M. Durand, J.P. Laurent et F. Gallais, C.R. Acad. Sci. Paris, Sér. C, 278 (1974) 1489; R. Bravo, M. Durand et J.P. Laurent, Org. Magn. Res., 5 (1973) 357.
- 2 W. Kitching, Tetrahedron Lett., (1966) 3689.
- 3 V.G. Kumar Das et W. Kitching, J. Organometal. Chem., 13 (1968) 382.
- 4 J.R. Beattie, Quart. Rev., 17 (1963) 382.
- 5 G.E. Matsulayashi, M. Okunaka et T. Tanaka, J. Organometal. Chem., 56 (1973) 215.
- 6 M. Gielen et H. Moktar-Jamai, J. Organometal. Chem., 129 (1976) 221 et Bull. Soc. Chim. Belg., 84 (1975) 1037.
- 7 J.R. Holmes et H.D. Kaesz, J. Amer. Chem. Soc., 83 (1961) 3903.
- 8 G.P. Van der Kelen, Nature, 193 (1962) 1069.
- 9 E.V. van der Berghe et G.P. van der Kelen, J. Organometal. Chem., 11 (1968) 479.
- 10 T.N. Mitchel et G. Walter, J. Organometal. Chem., 121 (1976) 177.
- 11 B.K. Hunter et L.W. Reeves, Can. J. Chem., 46 (1968) 1399.