

PHOTOINDUZIERTE UND THERMISCHE REAKTIONEN DER ÜBERGANGSMETALLETHYLVERBINDUNGEN $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ ($\text{Cp} = \eta^5\text{-CYCLOPENTADIENYL}$; $\text{Et} = \text{ETHYL}$; $\text{M} = \text{Mo, W}$)

H.G. ALT * und M.E. EICHNER

Laboratorium für Anorganische Chemie, Universität Bayreuth, Postfach 3008, D-8580 Bayreuth (B.R.D.)

(Eingegangen den 26. November 1980)

Summary

In the compounds $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ ($\text{M} = \text{Mo, W}$) the metal—ethyl σ -bond is photolabile. Upon irradiation of a solution of $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ with UV light mainly $[\text{CpM}(\text{CO})_3]_2$, $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$, ethane, and ethylene are produced. Formation of $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ is indicative of a β -elimination pathway for the photo-induced degradation. In the presence of trimethylphosphane (L) UV-irradiation of a solution of $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ leads to the products $\text{Cp}(\text{CO})(\text{L})_2\text{M—M}(\text{CO})_3\text{Cp}$, $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{Et}$ and $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$, while the thermal reaction produces the propionyl complexes $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})(\text{COEt})$.

Zusammenfassung

Die Metall—Ethyl- σ -Bindung in den Komplexen $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ ($\text{M} = \text{Mo, W}$) ist photolabil. Bei der Bestrahlung einer Lösung von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ mit UV-Licht entstehen vorwiegend $[\text{CpM}(\text{CO})_3]_2$, $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$, Ethan und Ethylen. Das Auftreten von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ spricht für eine β -Eliminierung bei der photoinduzierten Dealkylierung. In Gegenwart von Trimethylphosphan (L) führt die UV-Bestrahlung einer Lösung von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ zu den Produkten $\text{Cp}(\text{CO})(\text{L})_2\text{M—M}(\text{CO})_3\text{Cp}$, $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{Et}$ und $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$; dagegen werden bei thermischer Reaktionsführung die Propionylkomplexe $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})(\text{COEt})$ erhalten.

Einleitung

Die Lichtempfindlichkeit von Übergangsmetall-Methylverbindungen wurde in den letzten Jahren systematisch untersucht [vgl. 1, 2]. Dabei hat die Photolyse verschiedener Übergangsmetall-Methylverbindungen in Lösung gezeigt, dass sich der abgespaltene Methyl ligand fast ausschliesslich unter Methanbildung stabili-

siert [1–3]. In Gegenwart potentieller Liganden kann der Methyliligand jedoch auch intra- oder intermolekular umgelagert werden und in verschiedenen Folgeprodukten als Substituent auftreten [4–8]. Wir haben unsere photochemischen Untersuchungen nun auf die Ethylverbindungen $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ ($\text{M} = \text{Mo}, \text{W}$) ausgedehnt, um zu prüfen, ob sich ein terminaler Ethylligand ähnlich wie ein Methyliligand verhält.

Diskussion der Ergebnisse

(a) UV-Bestrahlung von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ in Lösung

Die Ausgangsverbindungen $\text{CpMo}(\text{CO})_3\text{Et}$ (I) und $\text{CpW}(\text{CO})_3\text{Et}$ (II) sind lichtempfindlich. Die gelben Pentanlösungen von I bzw. II verfärben sich bei Bestrahlung im Verlauf von 1–2 Stunden unter Gasentwicklung rot. Das Photolysegas setzt sich hauptsächlich aus Ethylen und Ethan zusammen, daneben wird wenig Wasserstoff und Kohlenmonoxid gefunden. IR-, ^1H - und ^{13}C -NMR-spektroskopische Untersuchungen des festen Photolyserückstands lassen den dimeren Komplex $[\text{CpM}(\text{CO})_3]_2$, das monomere $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ und ein drittes, bislang noch nicht eindeutig charakterisiertes, Produkt erkennen.

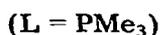
Wir folgern aus diesen Ergebnissen, dass die photoinduzierte Dealkylierung über eine β -Eliminierung unter C_2H_4 -Abspaltung verläuft; aus dem intermediär gebildeten $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ (Ia, $\text{M} = \text{Mo}$; IIa, $\text{M} = \text{W}$) und dem Ausgangsmaterial $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ kann photochemisch das dimere $[\text{CpM}(\text{CO})_3]_2$ (Ib, $\text{M} = \text{Mo}$; IIb, $\text{M} = \text{W}$) entstehen. In einer photochemischen Konkurrenzreaktion können die Hydridverbindungen Ia und IIa offenbar auch unter H_2 -Entwicklung zu den dimeren Produkten Ib und IIb abgebaut werden.

Der zweite Reaktionsschritt lässt sich nicht quantitativ nachvollziehen. Wenn äquimolare Mengen von II und IIa in Pentan bestrahlt werden, kann im Photolysegas nicht nur Ethan, sondern auch Ethylen nachgewiesen werden. Einen ähnlichen Mechanismus hatten wir bereits für die Photolyse von $\text{CpFe}(\text{CO})_2\text{Et}$ vorgeschlagen [8], bei der sich die Zwischenstufe $\text{CpFe}(\text{CO})_2\text{H}$ allerdings nicht isolieren liess. Bei der Photolyse von I bzw. II konnten keine Spezies der Zusammensetzung $[(\text{EtC}_5\text{H}_4)\text{M}(\text{CO})_3]_2$ entdeckt werden, wie sie bei der thermischen Zersetzung von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ -Komplexen beobachtet wurden [9]. Es gibt auch keine Hinweise auf ein Substitutionsprodukt der Zusammensetzung $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{C}_2\text{H}_4)\text{H}$, das im ersten Reaktionsschritt bei der β -Eliminierung gebildet werden sollte.

(b) Photoinduzierte Umsetzungen von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ mit Trimethylphosphan in Lösung

Bei der Belichtung von I bzw. II in Gegenwart von Trimethylphosphan in Pentanlösung fällt ein cremefarbener, luftempfindlicher Niederschlag aus, der als *cis/trans*-Gemisch der dimeren Komplexe $\text{Cp}(\text{CO})(\text{L})_2\text{M}-\text{M}(\text{CO})_3\text{Cp}$ (Ic, $\text{M} = \text{Mo}$, IIc, $\text{M} = \text{W}$) identifiziert wurde. Diese Komplexe waren bereits von der photoinduzierten Umsetzung der Methylverbindungen $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Me}$ ($\text{M} = \text{Cr}, \text{Mo}, \text{W}$) mit PMe_3 in Lösung bekannt [10]. Als Nebenprodukte lassen sich aus der Pentanlösung durch Säulenchromatographie an Kieselgel die beiden Monosubstitutionsprodukte $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{Et}$ (Id, $\text{M} = \text{Mo}$; IIId, $\text{M} = \text{W}$) und $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$ (Ie, $\text{M} = \text{Mo}$; IIe, $\text{M} = \text{W}$) abtrennen und isolieren. Ie und

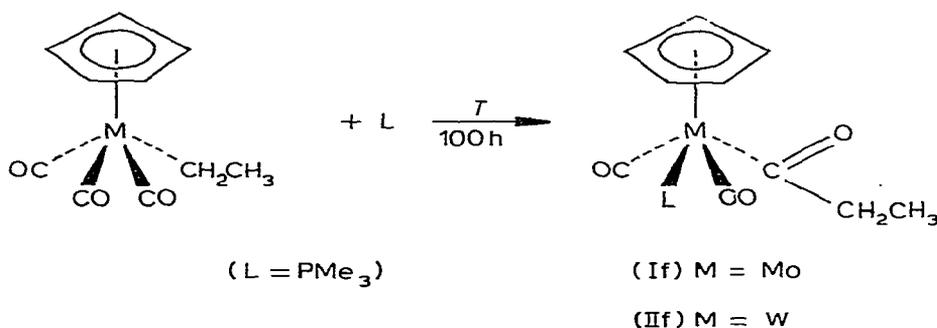
IIe bilden sich auch direkt bei der Dunkelreaktion von Ia bzw. IIa mit PMe_3 .



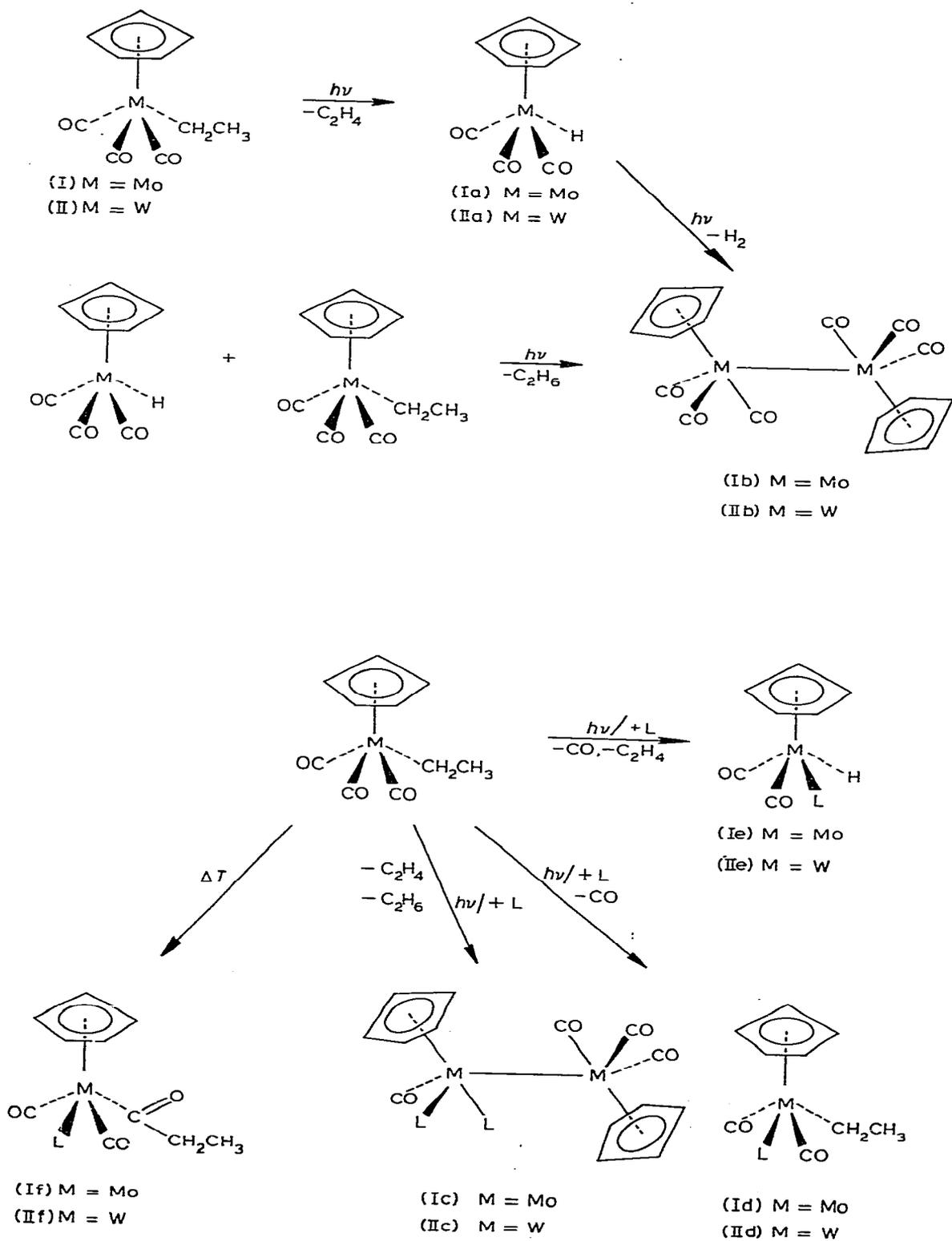
Die Hydridverbindungen Ic und Iic zeigen das von Faller et al. [11] beschriebene Phänomen der "Pseudorotation": In einer raschen, intramolekularen Umlagerung tauschen Carbonyl- und Hydridoliganden ihre Positionen, so dass sich *cis*- und *trans*-Isomere stetig ineinander umwandeln. Die Umlagerungsgeschwindigkeit lässt sich durch Abkühlen verlangsamen, und die beiden Isomeren lassen sich bei -50°C im Verhältnis 1/1 nebeneinander anhand ihrer ^1H -, ^{13}C - und ^{31}P -NMR-Spektren charakterisieren. Mehrfachsubstitutionsprodukte wie $\text{CpM}(\text{CO})(\text{L})_2\text{Et}$ oder $\text{M}(\text{CO})_2(\text{L})_4$, die bei der analogen Reaktion der Methylverbindungen $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Me}$ mit PMe_3 erhalten worden waren, konnten nicht beobachtet werden. Wir vermuten, dass das Fehlen der Disubstitutionsprodukte $\text{CpM}(\text{CO})(\text{L})_2\text{Et}$ und $\text{CpM}(\text{CO})(\text{L})_2\text{H}$ im Reaktionsgemisch darauf zurückzuführen ist, dass diese nach dem Entstehen als starke Lewis-Basen sofort mit unverändertem I bzw. II zu den dimeren Komplexen Ic bzw. Iic abreagieren.

(c) Thermische Umsetzungen von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ mit Trimethylphosphan in Lösung

Während von den entsprechenden Methylverbindungen $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Me}$ ($\text{M} = \text{Mo}, \text{W}$) nur das Mo-Derivat thermisch mit Trimethylphosphan zu $\text{CpMo}(\text{CO})_2(\text{L})\text{Me}$ reagiert, setzen sich die Ethylverbindungen I und II mit PMe_3 in einer Additionsreaktion zu den Propionylkomplexen $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})(\text{COEt})$ (If, $\text{M} = \text{Mo}$, IIf, $\text{M} = \text{W}$):um:



Es ist auffallend, dass dabei jeweils nur das Isomere mit *trans*-ständigen CO-liganden gebildet wird. Bei der thermischen Umsetzung von I entsteht neben dem Propionylkomplex If auch das Monosubstitutionsprodukt Id. Die entsprechende Wolframverbindung IId hingegen ist nur photochemisch zugänglich. Id addiert unter den gegebenen Reaktionsbedingungen (siedendes Heptan, CO-Strom) kein Kohlenmonoxid und lässt sich nicht in If überführen. Dieser Befund erhärtet die Vermutung, dass die Bildung von If nicht durch eine direkte Insertion von CO in die Metall-Ethylbindung erfolgt.



Beschreibung der Versuche

Alle Arbeiten wurden unter Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Die verwendeten Lösungsmittel waren über Natrium/Kalium-Legierung getrocknet und dann unter Argon destilliert. Für die Photolysen wurde ein Quecksilber-Hochdruckbrenner Hanovia 450 W eingesetzt; die Reaktionslösung wurde in einem wassergekühlten Schlenkrohr aus Duranglas belichtet.

Die Photolysegase wurden an einem Gaschromatographen Packard, Modell 427, unter Verwendung einer Porapak Q-Säule (für Kohlenwasserstoffe) bzw. einer Carbosieve S-Säule (Für Permanentgase und Wasserstoff) analysiert. Die IR-Spektren wurden mit dem Spektrometer Perkin—Elmer, Modell 297, die ^1H -NMR-Spektren am Gerät Jeol JNM PMX 60, die ^{13}C - und ^{31}P -Spektren am Puls-FT-NMR-Spektrometer Jeol JNM-FX 90 Q aufgenommen. Die charakteristischen IR- und NMR-Daten der Verbindungen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Die Ausgangsverbindungen $\text{CpMo}(\text{CO})_3\text{Et}$ (I) bzw. $\text{CpW}(\text{CO})_3\text{Et}$ (II) wurden nach einer Vorschrift von Piper und Wilkinson [9] dargestellt, Trimethylphosphan nach der Methode von Schmidbaur und Wolfsberger [12].

(a) Photolyse von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ ($M = \text{Mo}, \text{W}$) in Pentanlösung

0.96 g (3.5 mmol) $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ bzw. 1.27 g (3.5 mmol) $\text{CpW}(\text{CO})_3\text{Et}$ wurden in ca. 150 ml Pentan gelöst und 30 min lang belichtet. Dabei fiel ein rotbrauner Niederschlag aus, der aus $[\text{CpM}(\text{CO})_3]_2$ und einem unbekanntem Produkt bestand. In der Pentanphase blieb der Hydridokomplex $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ gelöst und konnte nach dem Filtrieren der Lösung über Filterflocken in reiner Form isoliert werden.

(b) Photoinduzierte Umsetzung von $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{Et}$ mit Trimethylphosphan in Pentanlösung

0.63 g (2.3 mmol) $\text{CpMo}(\text{CO})_3\text{Et}$ bzw. 0.85 g (2.3 mmol) $\text{CpW}(\text{CO})_3\text{Et}$ wurden in Pentan gelöst und 90 min lang zusammen mit 1 ml (ca. 10 mmol) PMe_3 bestrahlt. Während der Belichtung wurde als Hauptprodukt das *cis/trans*-Gemisch des Zweikernkomplexes $\text{Cp}(\text{CO})(\text{L})_2\text{M}—\text{M}(\text{CO})_3\text{Cp}$ als cremefarbener Niederschlag gebildet (Ausbeute ca. 75%). Die pentanlöslichen Produkte liessen sich an einer mit Kieselgel gefüllten Säule chromatographieren (Füllhöhe ca. 3 cm). Beim Eluieren mit Pentan wurde die Hydridverbindung $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$, mit einer Pentan/Benzol-Mischung (1/1) das Substitutionsprodukt $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{Et}$ in etwa gleichen Ausbeuten erhalten.

(c) Darstellung von $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$ (Ie, $M = \text{Mo}$; IIe, $M = \text{W}$)

In einer Dunkelreaktion wurden 3 mmol $\text{CpM}(\text{CO})_3\text{H}$ in 150 ml Pentan mit 0.9 ml (9 mmol) PMe_3 umgesetzt. Das Substitutionsprodukt $\text{CpM}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$ bildete sich spontan bei Raumtemperatur; bei -78°C fiel es in Form gelber Kristalle aus und wurde nach dem Dekantieren des Lösungsmittels im Hochvakuum getrocknet.

$\text{CpMo}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$, Schmp. $73—75^\circ\text{C}$ (unter Argon). Ausbeute 0.84 g (95%). (Gef. C, 40.69; H, 5.09; Mo, 32.95. $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_2\text{PMo}$ (294.14) ber.: C, 40.83; H, 5.14; Mo, 32.62%).

$\text{CpW}(\text{CO})_2(\text{L})\text{H}$, Schmp. $79—83^\circ\text{C}$ (unter Argon). Ausbeute 1.10 g (96%).

TABELLE I

CHARAKTERISTISCHE IR- UND NMR-DATEN DER AUSGANGSVERBINDUNGEN UND PRODUKTE ^a
(Abkürzungen: m = Multiplett, d = Dublett, t = Triplett, q = Quartett)

Komplex	IR $\nu(\text{CO})$	¹ H-NMR			
		$\delta(\text{Cp})$ [J(P, H)]	$\delta(\text{PMe}_3)$ [J(P, H)]	$\delta(\text{Et})$ bzw. $\delta(\text{M-H})$ [J(W, H)] bzw. [J(P, H)]	
I	CpMo(CO) ₃ Et	2015/1935	5.49	—	1.57(m) ^f
II	CpW(CO) ₃ Et	2015/1923	5.67	—	1.50(m) ^g
Ia	CpMo(CO) ₃ H	2025/1945	5.60	—	-5.63
IIa	CpW(CO) ₃ H	2025/1935	5.75	—	-7.35[38.0] ^b
Ic	Cp(CO) ₃ Mo—Mo(CO)(L) ₂ Cp	1953/1892 1872/1775 ^j	5.66[2.0] 4.96	1.83[10.4]	—
IIc	Cp(CO) ₃ W—W(CO)(L) ₂ Cp	1942/1885 1860/1775/1755 ^j	5.78[1.2] 4.96	1.91[8.0]	—
Id	CpMo(CO) ₂ (L)Et	1928/1852	5.00[1.9]	1.55[9.0]	1.30(m)
IIId	CpW(CO) ₂ (L)Et	1922/1840	5.11[2.0]	1.64[10.0]	1.40(m)
Ie	CpMo(CO) ₂ L(H)(<i>cis</i>) (<i>trans</i>)	1948/1868 1939/1865	5.38 5.21[1.2]	1.48[9.8] 1.54[9.3]	-6.31[23.4] ^c -6.54[65.0] ^c
IIe	CpW(CO) ₂ (L)H(<i>cis</i>) (<i>trans</i>)	1940/1855 1932/1862	5.46[0.5] 5.26[1.2]	1.66[9.5] 1.60[9.8]	-7.88[24.4] ^c -8.03[67.4] ^c
If	CpMo(CO) ₂ (L)(COEt)	1921/1838/1615 ^j	5.18[1.6]	1.65[8.8]	2.83(q)[7.4] ^c 0.81(t)[7.4] ^c
IIIf	CpW(CO) ₂ (L)(COEt)	1917/1830/1600 ^j	5.32[1.7]	1.75[9.6]	2.78(q)[7.0] ^c 0.78(t)[7.0] ^c

^a ν -Werte in cm^{-1} (Pentanlösung); δ -Werte in ppm (Aceton-*d*₆-Lösung) rel. int. TMS bzw. ext. H₃PO₄; Kopplungskonstanten in Hz. ^b J(W, H). ^c J(P, H). ^d J(W, C). ^e J(P, C). ^f Messungen am FT-NMR-Spektrometer Bruker WP 250 zeigen jeweils ein durch Fernkopplungen J(H, H) \approx 1 Hz aufgespaltenes Quartett bei $\delta(\text{CH}_2)$ 1.70 [8.0] bzw. ein Triplett bei $\delta(\text{CH}_3)$ 1.42 [8.0] ppm. ^g Aufspaltung der Et-Gruppe analog I

(Gef. C, 31.63; H, 4.10; P, 8.25; W, 48.49. C₁₀H₁₅O₂PW (382.05) ber.: C, 31.44; H, 3.96; P, 8.11; W, 48.12%).

(d) Darstellung von CpM(CO)₂(L)(COEt) (If, M = Mo; IIIf, M = W)

Eine Lösung von 3.5 mmol I bzw. II in 150 ml Heptan wurde mit 1 ml (10 mmol) PMe₃ versetzt und 100 Std. am Rückfluss erhitzt. Bei der Umsetzung von I mit PMe₃ wurde die noch heisse Reaktionslösung über Filterflocken filtriert, dann das Solvens abgezogen und der gelbe Rückstand an wenig Kieselgel chromatographiert. Dabei liess sich mit Benzol zunächst CpMo(CO)₂(L)Et (Id), dann mit Chloroform CpMo(CO)₂(L)(COEt) (If) eluieren. Beide Produkte konnten aus wenig Hexan umkristallisiert werden. CpMo(CO)₂(L)(COEt), Schmp. 156°C (unter Argon). Ausbeute 0.57 g (47%). (Gef.: C, 44.59; H, 5.47; Mo, 27.40. C₁₃H₁₉O₃PMo (350.21) ber.: C, 44.81; H, 5.43; Mo, 26.45%).

Bei der entsprechenden Reaktion von II mit PMe₃ konnten aus der filtrierten Reaktionslösung durch Abkühlen direkt gelbe Kristalle des Propionylkomplexes CpW(CO)₂(L)(COEt) (IIIf) erhalten werden, die nach dem Abgiessen des Lösungsmittels im Hochvakuum getrocknet wurden. Schmp. 189–191°C (unter Argon). Ausbeute: 1.3 g (85%) (Gef. C, 35.81; H, 4.38; P, 6.86; W, 42.27. C₁₃H₁₉O₃PW (438.12) ber.: C, 35.64; H, 4.37; P, 7.07; W, 41.96%).

¹³ C-NMR (¹ H-entkoppelt)					³¹ P-NMR
Cp)	δ(PMe ₃) [J(P, C)]	δ(CO) [J(W, C)] ^d bzw. [J(P, C)] ^e	δ(CH ₂) [J(W, C)] ^d	δ(CH ₃)	δ(PMe ₃) [J(W, P)]
4.0	—	241.2/229.1	—3.9	20.3	
3.1	—	230.8/219.5	—17.1[28.1] ^d	20.6	
1.3	—	228.4 ^h			
3.8	—	218.1 ⁱ [147.0] ^d			
3.6	21.7/21.1/20.3	234.3[28.3] ^e			21.8
5.3	19.6/19.0	236.2			
2.1	21.6/21.1/20.3	226.6			19.2[198.0]
4.6	15.9/19.0	226.3[22.2] ^e			
1.9	12.8[30.6]	238.2[23.4] ^e	—5.1[10.7] ^e	20.7	22.0
0.1	21.4[34.2]	230.7[15.6] ^e	—18.6[10.2] ^e	21.2	—17.3[230]
3.3	21.4[31.0]	246.4[25.6] ^e /239.0			19.9
0.6	24.0[33.0]	234.1[22.2] ^e			25.2
5.5	22.1[34.2]	239.3[27.5] ^e /230.9			—12.9[278.0]
3.6	25.0[35.9]	225.9[15.4] ^e			—9.6[229.5]
5.8	21.1[31.6]	239.4[24.8] ^e /209.7	58.2	10.1	22.3
4.8	20.9[35.0]	232.8[17.0] ^e /209.6	60.5[1.7] ^e	10.2	—10.4[214.0]

^f) δ(CH₂) 1.62 [8.0], δ(CH₃) 1.45 [6.6] ppm. ^h Bei —70°C zwei CI-Signale bei δ 235.1 und 225.6 ppm bez. auf δ(Aceton-d₆) 29.75 ppm; Δ*G*[‡] ("Pseudorotation") 38 kJ/Mol. ⁱ Bei —70°C zwei CO-Signale bei δ 225.7 und 215.5 ppm; Δ*G*[‡] 42 kJ/Mol. ^j In THF-Lösung.

Dank

Wir danken Herrn Professor Dr. Max Herberhold für die Bereitstellung von Institutsmitteln sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur

- 1 H. Alt und M.D. Rausch, J. Amer. Chem. Soc., 96 (1974) 5936.
- 2 H.G. Alt, Habilitationsschrift 1979, Universität Bayreuth.
- 3 D.F. Foust, M.D. Rausch und E. Samuel, J. Organometal. Chem., 193 (1980) 209.
- 4 H.G. Alt, Angew. Chem., 88 (1976) 800; Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 15 (1976) 759.
- 5 H.G. Alt, J. Organometal. Chem., 124 (1977) 167.
- 6 H.G. Alt, Chem. Ber., 110 (1977) 2862.
- 7 H.G. Alt, Z. Naturforsch. B, 32 (1977) 1139.
- 8 H.G. Alt, M. Herberhold, M.D. Rausch und B.H. Edwards, Z. Naturforsch. B, 34 (1979) 1070.
- 9 J.A. McCleverty und G. Wilkinson, J. Chem. Soc., (1963) 4096.
- 10 H.G. Alt und J.A. Schwärzle, J. Organometal. Chem., 162 (1978) 45.
- 11 J.W. Faller, A.S. Anderson und C.C. Chen, Chem. Commun., (1969) 719.
- 12 W. Wolfsberger und H. Schmidbaur, Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem., 4 (1974) 149.