

CHIMIE ORGANOMETALLIQUE

XXX *. ETUDE PAR RESONANCE MAGNETIQUE NUCLEAIRE DU PROTON ET PAR RADIOCRISTALLOGRAPHIE DU N-METHYLINDOLECHROME-TRICARBONYLE

JEAN-CHARLES BOUTONNET, JACQUES LEVISALLES, ERIC ROSE *,

Laboratoire de Chimie Organique (ERA 127), Université Pierre et Marie Curie, 75230 Paris Cedex 05 (France)

GILLES PRECIGOUX, CHRISTIAN COURSEILLE,

Laboratoire de Cristallographie et de Physique Cristalline (LA 144), Université de Bordeaux-1, 33505 Talence (France)

et NICOLE PLATZER

Laboratoire de Chimie Organique Structurale (ERA 557), Université Pierre et Marie Curie, 75230 Paris Cedex 05 (France)

(Reçu le 19 avril 1983)

Summary

The structure of *N*-methylindolechromium tricarbonyl (**4**) in the solid state has been determined by X-ray crystallography. The projection of the chromium atom on the *N*-methylindole plane does not coincide with the center of symmetry of the benzene ring; the tripod is distorted and the overall conformation of the complex is gauche rather than eclipsed.

Study of the ¹H NMR spectrum of complex **4** in solution at +20°C and -38°C leads to similar conclusions. The results explain the nucleophilic attack at carbon atoms 4 and 7 of complex **4**.

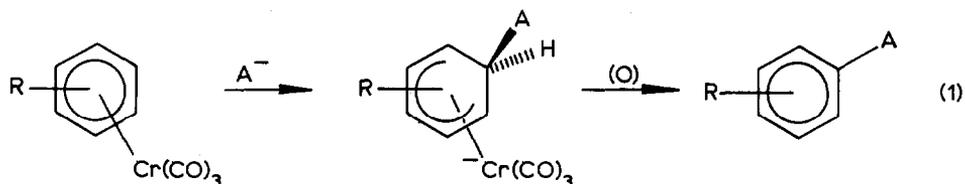
Résumé

La structure du *N*-méthyl indole chrome tricarbonyle (**4**) à l'état solide a été déterminée par radiocristallographie: la projection de l'atome de chrome sur le plan du *N*-méthyl indole ne coïncide pas avec le centre de symétrie du cycle benzénique; le trépied est distordu, et la conformation générale du complexe est décalée plutôt qu'éclipsée.

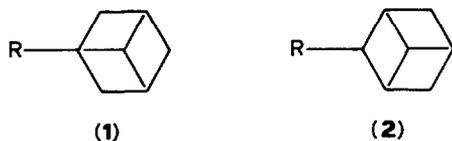
* Pour partie XXIX voir réf. 1.

L'étude du spectre de RMN ^1H du complexe **4** en solution à $+20^\circ\text{C}$ et -38°C conduit à des conclusions analogues. Ces deux résultats expliquent l'attaque nucléophile des atomes de carbone 4 et 7 du complexe **4** décrite dans la littérature.

Les réactions de substitutions nucléophiles (eq. 1) des arène chrome tricarbonyles (ou benchrotrènes) sont utiles pour la synthèse organique [2] dans la mesure où l'on peut remplir les deux conditions suivantes: (a) récupérer le chrome sous forme non oxydée; (b) prédire la régiosélectivité de la substitution.



Les travaux du laboratoire [3] permettent de remplir la première condition. Dans l'état actuel des connaissances il est plus difficile de satisfaire à la deuxième condition. Dans le cas des benchrotrènes monosubstitués par un groupe R, il est établi [2,4,5] que les anions dérivés des esters et des nitriles attaquent sur une position *mé*ta par rapport à R, si R est donneur d'électrons, et sur la position *para*, si R est accepteur d'électrons ou volumineux (t-Bu). Comme il a été montré par ailleurs [6-8] que les benchrotrènes monosubstitués à groupe R donneur adoptent de préférence la conformation *synpériplan*aire **1** et les benchrotrènes monosubstitués à groupe R accepteur la conformation *antipériplan*aire **2** cela revient à dire que l'attaque nucléophile majoritaire se fait sur un atome de carbone éclipsé par un vecteur Cr-CO dans la conformation la plus stable du substrat [7-9].

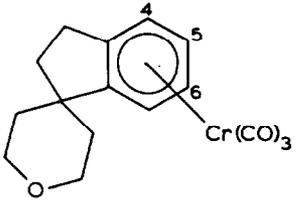
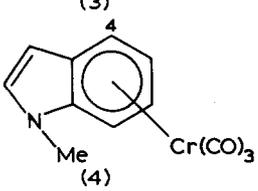
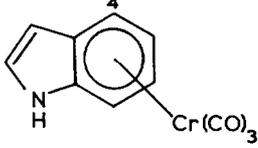
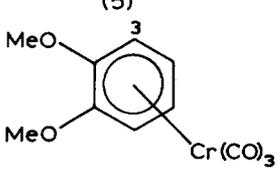
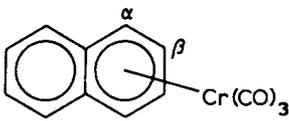


Ce que l'on sait néanmoins des résultats relatifs à certains benchrotrènes *ortho*-disubstitués ne paraît pas en accord avec les indications précédentes. Si le dérivé indanique **3** [9] donne de façon majoritaire la substitution sur le carbone C(5) (voir Tableau 1), comme le laissent prévoir la structure cristalline [9] et les règles valables pour les benchrotrènes monosubstitués, le *N*-méthylindole chrome tricarbonyle **4** [5,10,11], l'indole chrome tricarbonyle **5** [5], le vératrole chrome tricarbonyle [12] et le naphthalène chrome tricarbonyle [12-14] donnent des résultats en désaccord avec ces règles: ils conduisent tous à des produits majoritaires résultant de l'attaque en *ortho* des atomes de carbone des cycles benzéniques portant les substituants (Tableau 1).

Pour tenter de comprendre l'origine de ces désaccords, l'étude de l'un de ces substrats, le *N*-méthyl indole chrome tricarbonyle **4** a été faite par radiocristallographie et par résonance magnétique nucléaire du proton (RMN ^1H).

TABLEAU 1

RÉGIOSELECTIVITÉS OBSERVÉES LORS DE L'ATTAQUE PAR DES ANIONS DE BENCHROTRÈNES *ortho*-DISUBSTITUÉS

Benchrotrène	Anion	Atomes attaqués	Références
	CHMeCN	C(4) (3%) C(5) (79%) C(6) (12%)	9
	CMe ₂ CN	C(4) (97%) C(7) (3%)	11
	CMe ₂ CN	C(4) (97%) C(7) (3%)	5
	CH ₂ CN	C(3) (100%)	12
	CMe ₂ CN	C _α (99%) C _β (1%)	12

Etude radiocristallographique

La maille cristalline $P\bar{1}$ avec a 6.603(2), b 8.439(3), c 10.641(4) Å, α 83.24(1), β 84.47(1) et γ 106.08(2)°, contient deux molécules. La structure a été déterminée par méthode directe, affinée jusqu'à une valeur de R de 0.071, pour 1765 réflexions indépendantes.

La numérotation des atomes, les distances et angles de valence sont rassemblés sur la Fig. 1. Une vue stéréoscopique du complexe 4 est montrée sur la Fig. 2. La molécule de *N*-méthyl indole complexé peut être considérée comme plane: pour les atomes de carbone ou d'azote l'écart maximum du plan moyen des cycles est toujours inférieur à 0.05 Å. Le carbone du groupe méthyle s'écarte de ce plan de 0.07 Å. Les angles interatomique sont en accord avec ceux que l'on rencontre en général pour ce type de molécule. On notera la longueur (1.350 Å) de la liaison C(4)-C(5), nettement plus courte que les autres.

En ce qui concerne le trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$, plusieurs distances ou angles sont respectivement équivalents: c'est le cas des distances $\text{Cr}-\text{CO}$ (1.81 Å) et $\text{C}-\text{O}$ (1.16 Å) et des angles $\text{Cr}-\text{C}-\text{O}$ (178°). En revanche cette symétrie n'est plus respectée

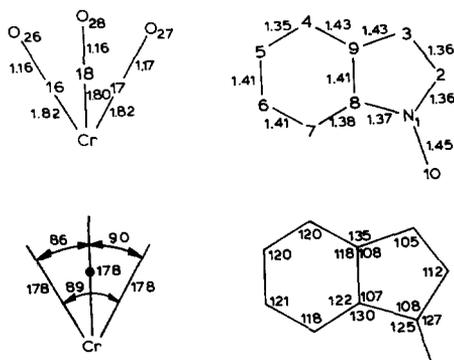


Fig. 1. Numérotation atomique, distances en Å et angles de valence en $^\circ$ ($\bar{\sigma}$ respectivement 0.001 Å et 1°).

dans le cas des angles $\text{OC}-\text{Cr}-\text{CO}$, qui varient de $86(1)$ à $90^\circ(1)$. Cette déformation avait été observé pour d'autres complexes [15-17]. On notera enfin que l'angle $\text{OC}-\text{Cr}-\text{CO}$ le plus grand s'ouvre vers la partie substituée et peut être plus encombrée du cycle benzénique.

Quant au complexe examiné dans son ensemble, une première remarque peut être faite sur la position de l'atome de chrome par rapport aux atomes de carbone du cycle benzénique. Il existe approximativement deux familles de distances interatomiques $\text{Cr}-\text{C}$ (Fig. 3). La première, avec des valeurs de 2.32 à 2.33 Å, concerne les atomes de carbone communs aux deux cycles. La seconde, avec des valeurs de 2.21 à 2.25 Å concerne les quatre autres atomes de carbone du cycle benzénique. Si on projette le trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$ sur le plan du noyau benzénique (Fig. 4), on note un déplacement de l'atome de chrome vers la partie non substituée du cycle: sa projection est décalée de 0.013 Å par rapport au centre de symétrie de ce cycle. Ce déplacement a déjà été observé dans d'autres complexes [18,19].

Une seconde remarque concerne les angles dièdres formés par les liaisons $\text{Cr}-\text{CO}$

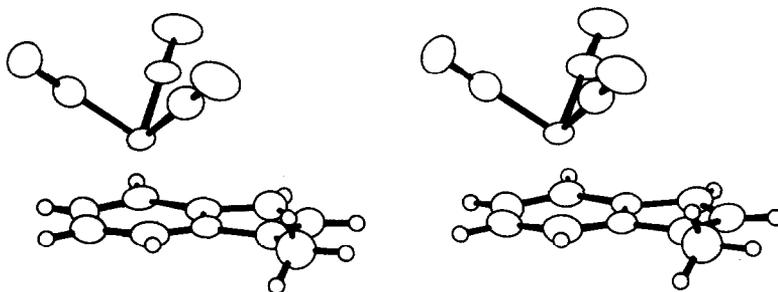


Fig. 2. Vue stéréoscopique du complexe. Les ellipsoïdes thermiques sont représentées avec 50% de probabilité.

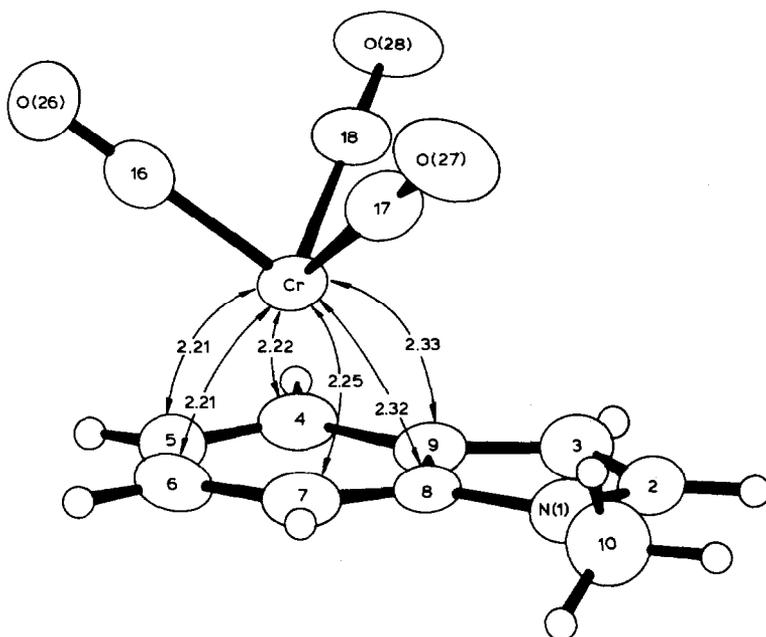


Fig. 3. Distances interatomiques Cr-C en Å ($\bar{\sigma}$ 0.001 Å).

et les vecteurs Cr-C aboutissant aux atomes de carbone du cycle benzénique. Ces angles sont parfois différents de 30° , notamment l'angle C(4)-Cr-C(18) qui est de 15° , alors que les angles C(6)-Cr-C(16) et C(8)-Cr-C(17) sont respectivement égaux à 30° et à 28° .

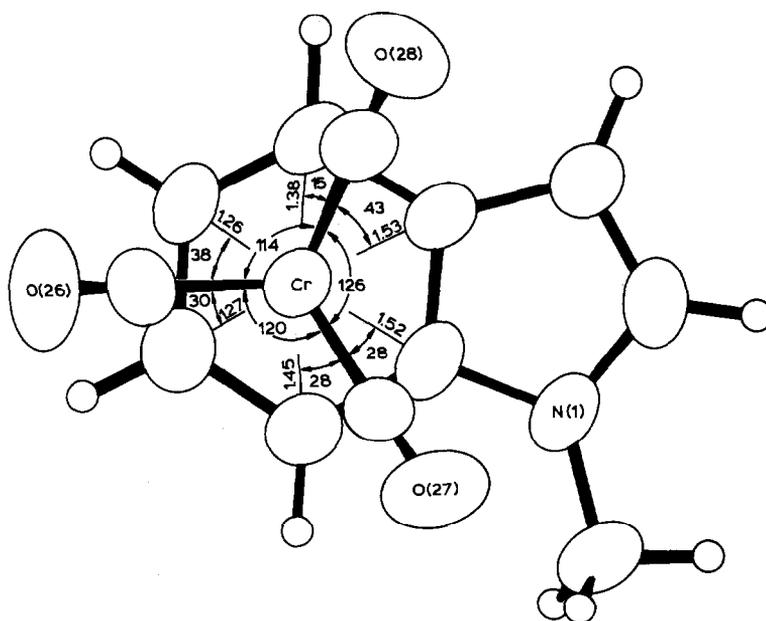


Fig. 4. Projection du trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$ sur l'indole. Les distances sont indiquées en Å et les angles en $^\circ$. ($\bar{\sigma}$ sont respectivement égaux à 0.001 Å et à 1°).

TABLEAU 2
 DÉPLACEMENTS CHIMIQUES ET CONSTANTES DE COUPLAGE D'ARÈNES *ortho*-DISUBSTITUÉS ET DES BENCHROTRÈNES

Composés et formules	Solvants	Déplacements chimiques en ppm		Déplacements chimiques en Hz							Constantes de couplage en Hz							Référence
		H(2) (d)	H(3) (d)	H(4) (d)	H(5) (e)	H(6) (t)	H(7) (d)	H(2) H(3)	H(4) H(5)	H(5) H(6)	H(6) H(7)	H(4) H(6)	H(5) H(7)	H(4) H(6)	H(5) H(7)	H(4) H(7)	H(3) H(7)	
<i>Ligandes</i>																		
Spiro indane	A	7.12	6.41	7.13	7.13	7.13	7.13	3.1	7.9	7.0	8.2	1.2	1.1	0.8	0.8	0.8	ce travail	
N-Méthyl indole	A	6.89	6.43	7.59	7.08	7.17	7.21	3.1	7.8						0.7	0.7	ce travail	
Indole	A	7.27	6.45	7.55	7.00	7.08	7.40	3.1	7.8	7.0	8.0	1.2	1.2	0.9	0.7	0.7	26	
Benzofuranne	A	7.79	6.77	7.64	7.23	7.30	7.52	2.1	7.8	7.3	8.3	1.3	0.9	0.7	0.9	0.9	26	
<i>Benchrotrènes</i>																		
Spiro indane 3	A			5.50	5.74	5.33	5.87										ce travail	
N-Méthyl indole 4	A	7.39	6.40	6.60	5.30	5.60	6.45	3.3	6.7	6.1	7.0	0.9	0.9	0.5	0.9	0.9	ce travail	
	C	7.08	6.34	6.36	5.11	5.40	6.02	3.3	6.7	6.0	7.0	1.0	0.8	0.5	0.9	0.9	ce travail	
Indole ^c 5	A	7.48	6.43	6.57	5.27	5.55	6.48										ce travail	
Benzofuranne 6	A	7.70	6.97	6.52	5.30	5.58	6.47	2.4	6.2	6.2	7.0	1.1	0.8	1.0	1.0	1.0	27	
	A	7.85	6.92	6.57	5.33	5.73	6.52										ce travail	

^a A = acetone-*d*₆, C = CDCl₃, ^b d = doublet, t = triplet, ^c L'attribution des déplacements chimiques de ces protons dans la réf. 27 est erronée.

Etude par résonance magnétique nucléaire

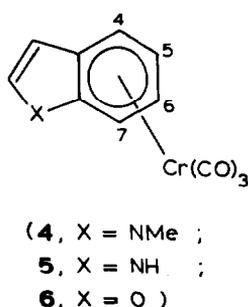
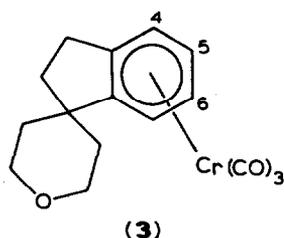
L'étude par RMN ^1H a été entreprise afin de tenter de connaître la conformation adoptée par le trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$ en solution. Dans le cas de benchrotènes monosubstitués il est établi qu'un proton porté par un atome de carbone aromatique éclipsé par un vecteur $\text{Cr}-\text{CO}$ est moins blindé qu'un proton porté par un atome de carbone adjacent, non éclipsé par un vecteur $\text{Cr}-\text{CO}$ [6,7].

C'est bien ce qui est observé dans le cas du complexe spiro-indanique **3** (voir Tableau 2), où les protons fixés en C(5) et C(7) sont les moins blindés par la complexation, ce qui correspond bien aux résultats de l'analyse radiocristallographique. En revanche l'examen des spectres des complexes **4**, **5** et **6**, correspondant au *N*-méthyl indole, à l'indole et au benzofuranne, montre que les protons fixés en C(4) et C(7) sont les moins blindés. L'examen du Tableau 3 montre l'effet de blindage lors de la complexation de l'arène par le trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$ [9,27]. S'il est apparemment anormal que, dans le complexe **4**, les deux protons en positions 4 et 7, situés en *para* l'un par rapport à l'autre, soient les moins blindés, l'examen de la structure de **4** à l'état solide montre qu'effectivement les atomes de carbone correspondant sont bien les plus proches des vecteurs $\text{Cr}-\text{CO}$ (notamment C(4), qui, selon Semmelhack [11] est l'atome attaqué préférentiellement par la plupart des nucléophiles) et sont d'ailleurs dans le complexes **5** ceux qui ont les coefficients les plus forts pour l'orbitale vacante la plus basse [11]. On peut donc en conclure que la conformation en solution du complexe **4** doit être très voisine de celle qui existe à l'état solide: le trépied $\text{Cr}(\text{CO})_3$ doit être distordu et, parmi les angles $\text{OC}-\text{Cr}-\text{CO}$, celui qui est dirigé vers les deux substituants *ortho* doit être le plus grand.

En conclusion, l'étude radiocristallographique et l'étude de RMN ^1H montrent que le *N*-méthyl indole chrome tricarbonyle possède à peu près la même conformation à l'état solide et en solution et que cette conformation est en assez bon accord avec les résultats de la littérature sur la régiosélectivité des attaques nucléophiles.

TABLEAU 3

EFFET DE BLINDAGE DES PROTONS AROMATIQUES LORS DE LA COMPLEXATION PAR $\text{Cr}(\text{CO})_3$ (en ppm)



Benchrotène	H(4)	H(5)	H(6)	H(7)
Spiro indane 3	1.63	1.39	1.80	1.26
<i>N</i> -Méthyl indole 4	0.95	1.72	1.54	0.86
Indole 5	0.98	1.73	1.53	0.92
Benzofuranne 6	1.12	1.93	1.72	1.05

Partie expérimentale

Le *N*-méthyl indole chrome tricarbonyle **4** a été préparé selon Mahaffy et Pauson [21] en chauffant à reflux pendant 72 h une solution équimolaire de *N*-méthyl indole et de chrome hexacarbonyle dans le mélange THF/*n*-Bu₂O (1/10). Les cristaux jaunes sont recristallisés dans l'acétone.

IR (CHCl₃): 1965 et 1875 cm⁻¹. RMN ¹H: Les spectres ont été enregistrés à 250.13 MHz sur un appareil BRUKER WM 250. Les déplacements chimiques sont mesurés par rapport au TMS référence interne. Les conditions d'enregistrement sont les suivantes: largeur spectrale 2000 Hz, points mémoire 32 K, impulsion 30 μs, transformation de Fourier directe du signal de précession libre.

Des signaux distincts et bien résolus sont obtenus pour tous les protons. L'observation du couplage stéréospécifique ⁵J(H(3)-H(7)) permet l'attribution non équivoque de H(7) [22]. Par découplage sélectif, les autres signaux sont alors identifiés sans ambiguïté (Fig. 5). (Acétone-*d*₆; +20°C): 7.39(H(2),d); 6.60(H(4),d); 6.45(H(7),dd); 6.40(H(3),dd); 5.60(H(6),t); 5.30(H(5),t); 3.80(NCH₃,s). (Acétone-*d*₆; -38°C): 7.49(H(2),d); 6.70(H(4),d); 6.60(H(7),dd); 6.44(H(3),dd); 5.70(H(6),t); 5.37(H(5),t); 3.81(NCH₃,s).

Rayons X. Le cristal utilisé pour les mesures avait des dimensions voisines de 0.1 × 0.3 × 0.4 mm³. Le système cristallin et le groupe d'espace ont été déterminés à partir des clichés de Weissenberg. Les paramètres de la maille ont été affinés à partir de 1765 réflexions à l'aide d'un diffractomètre automatique Siemens utilisant la longueur d'onde K_α du molybdène filtrée par une lame de zirconium. 1765 réflexions ont été mesurées, parmi lesquelles 1208 ont été considérées comme observées (*I* > 3σ(*I*)). L'intensité de la réflexion de référence (enregistrée toutes les 100

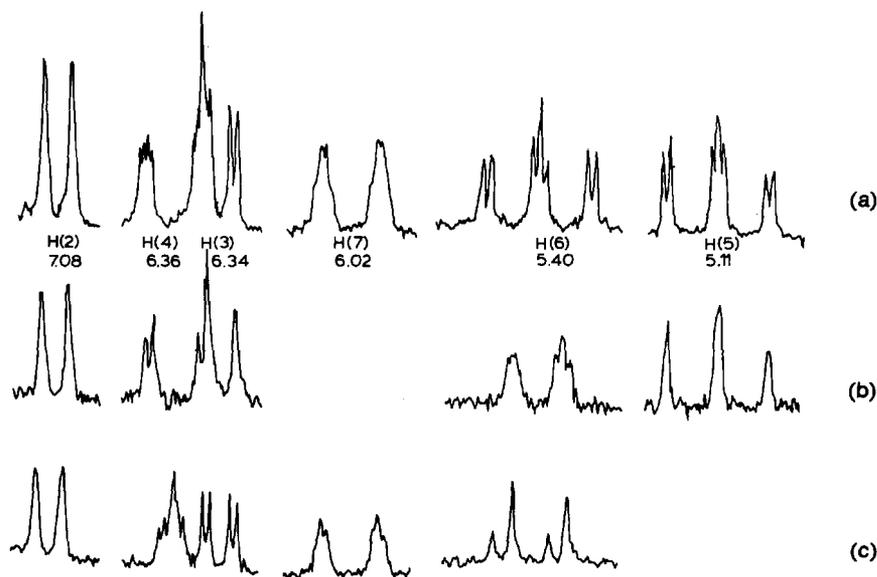


Fig. 5. Spectre de RMN ¹H du *N*-méthyl indole tricarbonyle (CDCl₃). (a) Non découplé, (b) irradiation de H(7), (c) irradiation de H(5).

TABLEAU 4

COORDONNÉES ATOMIQUES FINALES ET PARAMÈTRES D'AGITATION THERMIQUE. LES COORDONNÉES ONT ÉTÉ MULTIPLIÉES PAR 10^4 POUR C, 10^3 POUR C, N ET O ET 10^2 POUR H. LES COEFFICIENTS B_{ij} SONT EN $\text{Å}^2 \times 10^4$ POUR Cr ET $\times 10^3$ POUR C, N ET O

	x/a	y/b	z/c	B_{iso}	B_{11}	B_{22}	B_{33}	B_{12}	B_{13}	B_{23}
Cr(15)	4900(2)	7571(1)	7191(1)	3.0	149(3)	121(2)	89(1)	114(4)	-48(3)	-50(3)
N(1)	282(1)	1036(1)	849(1)	4.0	23(2)	13(1)	13(1)	17(2)	-90(2)	-94(2)
C(2)	255(1)	975(1)	975(1)	4.2	19(2)	21(2)	11(1)	17(3)	-61(3)	-13(2)
C(3)	215(1)	807(1)	997(1)	3.7	16(2)	15(2)	10(1)	7(3)	-1(2)	-4(2)
C(4)	180(1)	601(1)	826(1)	3.7	15(2)	12(1)	14(1)	9(3)	-6(2)	-7(2)
C(5)	172(1)	594(1)	700(1)	3.9	19(2)	15(2)	12(1)	13(3)	-11(3)	-13(2)
C(6)	218(1)	742(1)	611(1)	4.3	21(2)	21(1)	12(1)	19(3)	-13(3)	-10(2)
C(7)	267(1)	899(1)	653(1)	4.1	21(2)	16(2)	12(1)	18(3)	-10(3)	-4(2)
C(8)	257(1)	903(1)	782(1)	3.4	15(2)	14(1)	12(1)	15(3)	-8(2)	-9(2)
C(9)	214(1)	757(1)	872(1)	3.2	13(2)	12(1)	11(1)	9(3)	-4(2)	-4(2)
C(10)	343(2)	1209(1)	791(1)	5.4	39(4)	13(2)	16(1)	20(4)	-14(4)	-4(2)
C(16)	635(1)	679(1)	599(1)	4.1	23(2)	20(2)	9(1)	15(3)	-7(2)	-8(2)
C(17)	710(1)	948(1)	696(1)	3.7	22(2)	14(1)	8(1)	11(3)	0(2)	1(2)
C(18)	624(1)	661(1)	832(1)	3.7	13(2)	16(2)	11(1)	10(3)	-2(2)	3(2)
O(26)	731(1)	630(1)	524(1)	7.0	31(2)	40(2)	17(1)	30(4)	-8(2)	-32(2)
O(27)	849(1)	1072(1)	684(1)	6.3	28(2)	18(1)	20(1)	-3(3)	-10(2)	2(2)
O(28)	705(1)	597(1)	906(1)	5.6	21(2)	29(2)	13(1)	20(3)	-6(2)	5(2)
H(102)	27(1)	105(1)	104(1)	6.4						
H(103)	19(1)	73(1)	108(1)	4.7						
H(104)	16(1)	49(1)	89(1)	4.0						
H(105)	14(1)	49(1)	67(1)	5.3						
H(106)	21(1)	73(1)	52(1)	4.6						
H(107)	31(1)	100(1)	59(1)	4.7						
H(110)	48(1)	126(1)	74(1)	6.4						
H(210)	25(1)	123(1)	73(1)	6.4						
H(310)	34(1)	127(1)	87(1)	7.1						

mesures) n'a pas varié de façon significative au cours de l'enregistrement de toutes les réflexions comprises dans un domaine s'étendant de 2 à $25^\circ(\theta)$.

Les intensités diffractées ont seulement été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation.

La structure a été résolue par méthode directe à l'aide du programme MULTAN 1978 [23]. La meilleure figure de mérite, calculée à partir des $168 E_{\max}$ a permis de déterminer tous les atomes lourds de la molécule. Les atomes d'hydrogène ont été introduits en positions théoriques ou localisés sur section différence.

L'affinement par moindres carrés (bloc diagonal) a porté sur tous les atomes et a conduit à un indice résiduel $R = 0.071$. Le schéma de pondération utilisé est le suivant: $\sqrt{W} = 1$ si $|F_0| < P$ et $\sqrt{W} = P/F_0$ si $|F_0| > P$, avec $P = [F_{0\max}^2/10]^{1/2}$. Les atomes Cr, O, N, C ont été affectés d'un tenseur d'agitation thermique anisotrope et les atomes d'hydrogène d'un coefficient d'agitation thermique isotrope de départ égal à 4\AA^2 . Les positions atomiques finales et les facteurs d'agitation thermique sont reportés sur le Tableau 4. Les facteurs de diffusion utilisés sont tirés des International Tables for X-Ray Crystallography [24] pour les atomes lourds ou de Stewart, Davidson et Simpson [25] pour les atomes légers.

Bibliographie

- 1 L. Hamon et J. Levisalles, *J. Organomet. Chem.*, 253 (1983) 259; articles précédents sur le même sujet: ref. 9 et 26.
- 2 M.F. Semmelhack, *Ann. N.Y. Acad. Sci.* 295 (1977) 36.
- 3 J.C. Boutonnet, J. Levisalles, J.M. Normant et E. Rose, *J. Organomet. Chem.*, Sous presse.
- 4 M.F. Semmelhack et G.R. Clark, *J. Amer. Chem. Soc.*, 99 (1977) 1675.
- 5 M.F. Semmelhack, G.R. Clark, J.L. Garcia, J.J. Harrison, Y. Thebtaranonth, W. Wulff, et A. Yamashita, *Tetrahedron*, 23 (1981) 3957.
- 6 A. Solladie-Cavallo et J. Suffert, *Organ. Magn. Res.*, (1980) 426.
- 7 A. Solladie-Cavallo et G. Wipff, *Tetrahedron Lett.*, (1980) 3047.
- 8 T.A. Albright et B.K. Carpenter, *Inorg. Chem.*, 19 (1980) 3092.
- 9 J.C. Boutonnet, L. Mordenti, E. Rose, O. Le Martret et G. Precigoux, *J. Organomet. Chem.*, 221 (1981) 147.
- 10 (a) A.P. Kozikowski et K. Isobe, *J. Chem. Soc., Chem. Comm.*, (1978) 1076; (b) A.P. Kozikowski, *Heterocycles*, 16 (1981) 267.
- 11 M.F. Semmelhack, W. Wulff et J.L. Garcia, *J. Organomet. Chem.*, 240 (1982) C5.
- 12 M.F. Semmelhack, G.R. Clark, R. Farina et M. Seaman, *J. Amer. Chem. Soc.*, 101 (1979) 217.
- 13 V. Desobry et E.P. Kündig, *Helv. Chim. Acta*, 64 (1981) 1288.
- 14 V. Kunz et W. Novachi, *Helv. Chim. Acta*, 50 (1967) 1052.
- 15 F. Van Meurs et H. Van Koningsveld, *J. Organometal. Chem.*, 118 (1976) 295.
- 16 J.Y. Saillard et D. Grandjean, *Acta Cryst. B*, 32 (1976) 2285.
- 17 R. Mercier et J. Vebrel, *Acta Cryst. B*, 37 (1981) 1071.
- 18 P. Le Maux, J.Y. Saillard, D. Grandjean et G. Jaouen, *J. Org. Chem.*, 45 (1980) 4524.
- 19 J.W. Hull, Jr et W.L. Gladfelter, *Organometallics*, 1 (1982) 264.
- 20 W.R. Jackson, W.B. Jennings, S.C. Renningson et R. Spratt, *J. Chem. Soc. B*, (1969) 1214.
- 21 C.A. Mahaffy et P.L. Pauson, *Inorg. Synth.*, 19 (1979) 154.
- 22 (a) J.A. Elvidge et R.G. Foster, *J. Chem. Soc.*, (1964) 981; (b) P.J. Black et M.L. Heffernan, *Aust. J. Chem.*, 18 (1965) 353; (c) J.Y. Lallemand et T. Bernath, *Bull. Soc. Chim. France* (1970) 4091.
- 23 P. Main, M.H. Woolfson, L.Y. Lessinger, G. Germain et J.P. Declercq, MULTAN, A system of computer programs for the automatic solution of crystal structures from X-ray diffraction data, Universities of York (England) and Louvain (Belgium), 1978.
- 24 International Tables for X-ray crystallography, Birmingham, Kynoch Press, 4 (1974) 202.
- 25 F. Stewart, E.R. Davidson et W.J. Simpson, *J. Chem. Phys.*, 42 (1965) 3175.
- 26 C. Guimon, G. Pfister-Guillouzo et E. Rose, *J. Organomet. Chem.*, 224 (1982) 125.
- 27 E.O. Fischer, H.A. Goodwin, C.G. Kreiter, H.D. Simmons, Jr, K. Sonogashira, et S.B. Wild, *J. Organomet. Chem.*, 14 (1968) 359.