

*Journal of Organometallic Chemistry*, 378 (1989) 449–455  
 Elsevier Sequoia S.A., Lausanne – Printed in The Netherlands  
 JOM 20222

## Pentamethylcyclopentadienylruthenium-alkoxo-Komplexe

### III \*. Vergleich der Molekülstrukturen von $[\text{Cp}^* \text{RuOMe}]_2$ und $[(\text{Cp}^* \text{Ru})_3(\mu_3\text{-OMe})_2]\text{PF}_6$

U. Kölle \*, J. Kossakowski

*Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule Aachen (B.R.D.)*

und R. Boese

*Fachbereich Chemie der Universität/Gesamthochschule Essen (B.R.D.)*

(Eingegangen den 23. Juni 1989)

#### Abstract

The formation of a trinuclear dimethoxo cluster cation  $[(\text{Cp}^* \text{Ru})_3(\mu_3\text{-OMe})_2]^+$  through protic degradation of the neutral dimeric methoxo complex  $[\text{Cp}^* \text{RuOMe}]_2$  is described. Both compounds were characterized by an X-ray diffraction study.

#### Zusammenfassung

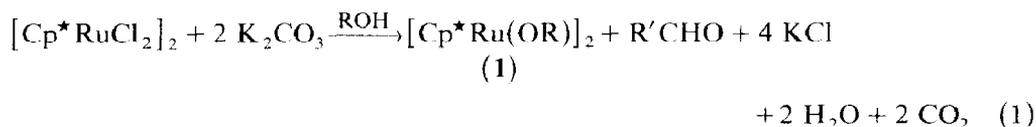
Die Bildung eines dreikernigen doppelt methoxoverbrückten Clusterkations  $[(\text{Cp}^* \text{Ru})_3(\mu_3\text{-OMe})_2]^+$  durch protischen Abbau des zweikernigen Neutralkomplexes  $[\text{Cp}^* \text{RuOMe}]_2$  wird beschrieben. Beide Verbindungen wurden durch eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse charakterisiert.

---

Alkoxo-Komplexe  $L_m \text{M}(\text{OR})_n$  sind unter den metallorganischen Komplexen  $L_m \text{MX}_n$  der Übergangsmetalle, insbesondere aus dem mittleren und rechten Teil des *d*-Blocks, die mit am wenigsten bearbeiteten Verbindungstypen. Systematische Untersuchungen liegen nur für die Komplexe  $\text{Pt}(\text{Pd})\text{OR}(\text{R}')(\text{PR}'_3)_2$  [2] und  $\text{Rh}(\text{Ir})\text{OR}(\text{CO})(\text{PR}'_3)_2$  [3] vor, die z. T. als Katalysatoren für die Hydratisierung ungesättigter Systeme unter milden Bedingungen geeignet sind. Andererseits bietet die Gruppe OR wegen ihrer leichten Substituierbarkeit, insbesondere als Ligand an Pt-Metallen, ein breites Spektrum präparativer Möglichkeiten, die wir versuchen, für  $L_m \text{M} = \text{Cp}^* \text{Ru}$  ( $\text{Cp}^* = \eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5$ ) zu nutzen.

\* II. Mitteilung siehe Lit. 1.

Kürzlich hatten wir gefunden [1,4], daß nach Gl. 1 die Verbindungen  $[\text{Cp}^*\text{Ru}(\text{OR})_2]_2$ , metallorganische Ru-Alkoxide, die außer einem  $\text{Cp}^*$ - keine weiteren Stützliganden enthalten, auf einfache Weise und für  $\text{R} = \text{Me}$  in praktisch quantitativer Ausbeute gebildet werden.

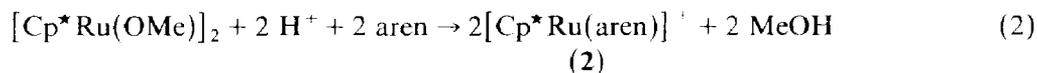


Für  $\text{R} = \text{Me}$  wurde  $\text{CH}_2\text{O}$  als Oxidationsprodukt nachgewiesen.

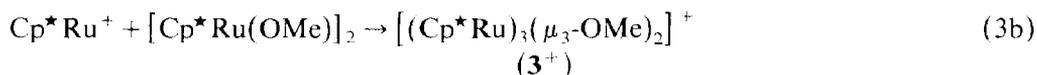
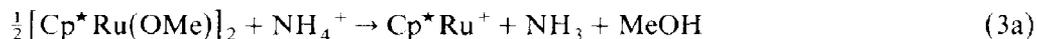
**1** ( $\text{R} = \text{Me}$ ) wird aus Pentanlösung in Form dunkelroter Kristalle erhalten, die es gestattet, die Struktur eines Dimeren, die bereits das Massenspektrum nahelegte [1,4], durch eine Einkristallröntgenstrukturanalyse zu bestätigen.

Mit 2-Elektronen-Akzeptorliganden bildet **1** wenig stabile Addukte  $[\text{Cp}^*\text{RuL}(\mu\text{-OMe})_2]_2$ , die für  $\text{L} = \text{CO}$  (s. Exp. Teil) und  $\text{P}(\text{OMe})_3$  ( $\delta(\text{C}_6\text{D}_6)$  1.69,  $\text{Cp}^*$ , 3.77,  $d(J(\text{PH}) = 11.18 \text{ Hz})\text{POCH}_3$ , 4.17,  $\text{OCH}_3$ ) spektroskopisch nachgewiesen wurden. Nach dem NMR- und Massen- und im Falle des Carbonyls auch dem IR-Spektrum bleibt hierbei die zweikernige Einheit mit den MeO-Brücken erhalten. Verbrückende Koordination beider Ru-Atome zu  $(\text{Cp}^*\text{RuOMe})_2(\text{dppm})$  erfolgt auch durch Bis(dimethylphosphino)methan [1]. Ethylen lagert zu einem offenbar analogen Komplex bei tiefer Temperatur an, der in Methanol schwerlöslich ist, jedoch bei Raumtemperatur wieder in die Ausgangskomponenten dissoziiert.

Mit Protonsäuren wird **1** unter Abspaltung von MeOH und Freisetzung der kationischen  $\text{Cp}^*\text{Ru}$ -Einheit abgebaut. Letztere kann durch 6-Elektronenliganden, z. B. Arene, abgefangen werden [5]. Auf diese Weise sind nach Gl. 2  $\text{Cp}^*\text{Ru}(\text{aren})$ -Kationen **2** ähnlich leicht wie über das Chlorid  $[\text{Cp}^*\text{RuCl}]_4$  [6] zugänglich.



Protonierung einer Methoxogruppe unter zumindest teilweiser Spaltung von **2** tritt auch mit schwächeren Protonsäuren, z. B.  $\text{NH}_4^+$  ( $\text{NH}_4\text{PF}_6$  in MeOH), ein. Dabei wird nach Gl. 3 der kationische Dreikerncluster **3**, formal durch Reaktion eines  $\text{Cp}^*\text{Ru}$ -Kations mit **1**, gebildet.



Im  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum sind die  $\text{Cp}^*$  (1.62 nach 1.80) und auch die OMe-Protonen (4.8 nach 5.06) in **3** gegenüber **1** nach tiefem Feld verschoben.

Das Salz  $[\mathbf{3}]\text{PF}_6$  wurde durch Übersichten einer Methanollösung mit Ether in Form braunroter Kristalle erhalten, die eine Strukturbestimmung ermöglichten.

Arenkomplexe **2** entstehen nach Gl. 2 nicht nur mit starken Protonsäuren, sondern ähnlich rasch auch mit  $\text{NH}_4^+$ . **3<sup>+</sup>** hingegen reagiert mit überschüssigem  $\text{NH}_4^+$  in Gegenwart von Aromaten (Toluol) nur sehr langsam und unvollständig zu den Aromatenkomplexen **2**. Es ist daher nicht als Zwischenprodukt bei der Bildung der Aromatenkomplexe nach Gl. 2 anzusehen, sondern bildet sich immer dann, wenn das durch Deprotonierung entstehende  $\text{Cp}^*\text{Ru}$ - (oder  $(\text{Cp}^*\text{Ru})_2\text{OMe}$ -)Kation nicht durch geeignete Liganden abgefangen wird. Für reine Solvenskomplexe

$\text{Cp}^*\text{Ru}(\text{S})^+$  in Analogie zu den bekannten Rh-Kationen  $\text{Cp}^*\text{Rh}(\text{S})$  [2,7] haben wir NMR-Hinweise in Aceton. Der Säureabbau von **1** mit  $\text{CF}_3\text{COOH}$  in z.B. Methylenchlorid ohne Anwesenheit stabilisierender Coliganden führt allerdings zu Zersetzung.

## Strukturen

Die wichtigsten experimentellen Daten zur Strukturbestimmung von **1** und **3**<sup>+</sup> sind in Tab. 1, die Atomkoordinaten in Tab. 2 und eine Auswahl charakteristischer Bindungsabstände und Winkel in Tab. 3 zusammengefasst. Darstellungen der verfeinerten Modelle geben die Fig. 1 und 2.

### Struktur von **1**

Das Molekül **1** besitzt eine kristallographisch bedingte  $C_{2v}$ -Symmetrie, wobei die zweizählige Drehachse senkrecht auf dem zentralen Vierringgerüst steht, welches zwischen den O–Ru–O-Ebenen einen Diederwinkel von  $119^\circ$  einschliesst. Faltung eines M–X–M–X-Vierlings, unkorreliert mit dem M–M-Abstand, wird oft beobachtet, wenn die Brückenliganden X reine *s*, *p*-Donoren sind (vgl.  $[(\text{CO})_2\text{RhCl}]_2$  [8] oder  $[\text{Cp}^*\text{CoBr}]_2$  [9]).

Nach der Elektronenbilanz und dem Diamagnetismus der Verbindung **1** wäre für eine 18-Elektronen-Valenzschale des Ru eine Ru=Ru-Doppelbindung zu erwarten. Da der Ru–Ru-Abstand mit 295.5(1) pm jedoch selbst für eine Einfachbindung relativ lang ist und sogar in die Nähe nichtbindender zweikerniger  $d^6$ – $d^6$ -Ru-Komplexe (ca. 300 pm [10–12]) fällt, ist keine direkte Ru–Ru Wechselwirkung

Tabelle 1

Experimentelle Daten zur Strukturbestimmung von **1** und **[3]PF<sub>6</sub>**

	$\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{O}_2\text{Ru}_2$ ( <b>1</b> )	$\text{C}_{32}\text{H}_{51}\text{O}_3\text{Ru}_3\text{PF}_6$ ( <b>[3]PF<sub>6</sub></b> )
Kristalldimensionen (mm)	$0.54 \times 0.32 \times 0.29$	$0.28 \times 0.21 \times 0.13$
Zelldimensionen (pm)		
<i>a</i>	1583.6(2)	1300.5(2)
<i>b</i>	665.8(1)	1087.1(2)
<i>c</i>	2148.6(3)	1315.5(2)
(°) $\alpha$	90	90
$\beta$	102.98(1)	99.61(1)
$\tau$	90	90
Z	4	2
$d_{\text{ber}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	1.61	1.57
Raumgruppe	$C2/c$	$P2/n$
$2\theta(\text{max})$ (°)	50	60
Anzahl unabh. Intens.	1838	8648
Intens. mit $4F \geq 4\sigma(F)$	7151	3958
Absorptionskorrektur empirisch		
max/min Transmission	0.926/0.589	–
$R(\text{Merg})$ vor/nach Korrekt.	0.067/0.019	–
Parameter	142	202
$R, R_w$	0.051, 0.075	0.054, 0.054
$w^{-1} = (\sigma^2(F_0) + gF_0^2), g$	0.0068	0.001
max. Restelextronendichte (e/pm <sup>3</sup> ·10 <sup>6</sup> )	1.13	1.12

Tabelle 2

Atomkoordinaten ( $\times 10^4$ ) und äquivalente isotrope atomäre Temperaturfaktoren ( $\text{pm}^2 \times 10^{-1}$ ) für **1** und **[3]PF<sub>6</sub>**

Atom	x	y	z	$U_{\text{eq}}^a$
<b>1</b>				
Ru	5167(1)	1002(1)	3203(1)	32(1)
O	5761(3)	2187(6)	2529(2)	37(1)
C(0)	6676(5)	2076(13)	2559(4)	53(3)
C(1)	6095(5)	108(11)	4041(3)	44(2)
C(2)	5703(5)	-1602(12)	3692(3)	46(2)
C(3)	4791(5)	-1537(13)	3675(4)	43(2)
C(4)	4630(6)	210(11)	3996(3)	50(3)
C(5)	5424(6)	1269(11)	4210(4)	48(3)
C(6)	7059(7)	490(21)	4227(5)	72(4)
C(7)	6206(7)	-3228(13)	3436(5)	63(3)
C(8)	4147(7)	-3123(14)	3364(5)	64(3)
C(9)	3777(11)	796(20)	4120(7)	96(6)
C(10)	5529(9)	3152(13)	4606(4)	73(4)
<b>[3]PF<sub>6</sub></b>				
Ru(1)	2500	1043(1)	2500	38(1)
Ru(2)	2091(1)	3400(1)	3477(1)	49(1)
O	1617(3)	2611(3)	2024(3)	44(1)
C	568(5)	2618(7)	1458(6)	62(2)
C(1)	1446(8)	5061(7)	3907(7)	82(4)
C(2)	2425(7)	4869(9)	4538(8)	85(4)
C(3)	2356(8)	3785(10)	5078(7)	90(4)
C(4)	1344(9)	3312(8)	4792(8)	88(4)
C(5)	768(6)	4107(9)	4064(7)	80(3)
C(6)	1121(12)	6122(10)	3211(12)	162(8)
C(7)	3367(10)	5698(13)	4692(12)	162(7)
C(8)	3212(12)	3295(17)	5894(8)	176(9)
C(9)	896(12)	2185(11)	5206(11)	166(8)
C(10)	-350(8)	4022(14)	3601(11)	146(6)
C(11)	3456(6)	-580(3)	2719(11)	45(1) <sup>b</sup>
C(12)	2733(11)	-580(3)	3429(6)	45(1) <sup>b</sup>
C(13)	1700(8)	-580(3)	2845(11)	45(1) <sup>b</sup>
C(14)	1778(9)	-580(3)	1772(9)	45(1) <sup>b</sup>
C(15)	2865(11)	-580(3)	1698(8)	45(1) <sup>b</sup>
C(16)	4625(6)	-580(3)	2954(16)	104(3) <sup>b</sup>
C(17)	3074(16)	-580(3)	4576(7)	104(3) <sup>b</sup>
C(18)	720(10)	-580(3)	3306(15)	104(3) <sup>b</sup>
C(19)	886(12)	-580(3)	888(12)	104(3) <sup>b</sup>
C(20)	3288(16)	-580(3)	704(10)	104(3) <sup>b</sup>
P	2500	9037(4)	7500	78(1)
F(1)	3470(5)	9049(8)	8369(5)	144(3)
F(2)	2999(7)	8076(9)	6903(6)	198(5)
F(3)	2975(7)	10050(9)	6887(6)	191(5)

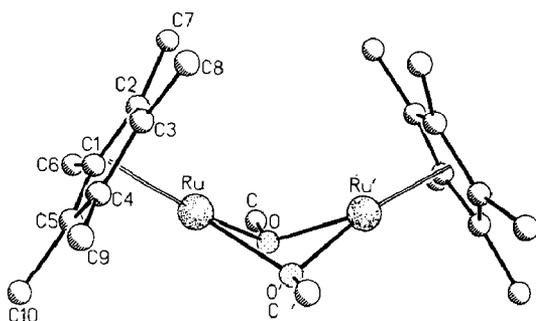
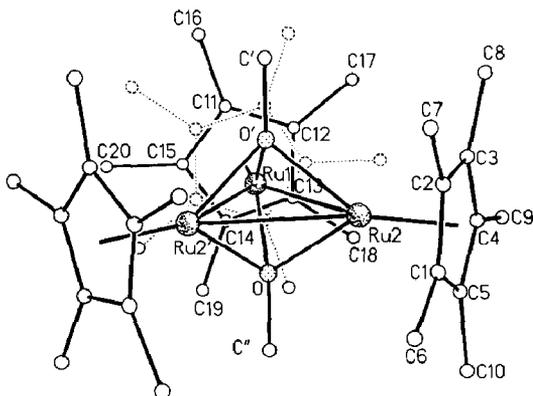
<sup>a</sup> Äquivalente isotrope  $U$  berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalen  $U_{ij}$  Tensors. <sup>b</sup> Atome fehlgeordnet mit halbem Besetzungsfaktor gerechnet.

anzunehmen, d.h. es handelt sich bei **1** um einen 16-Elektronen-Komplex. Dafür sprechen neben den oben angeführten Additionsreaktionen unter Beibehaltung der zweikernigen Einheit von seiten der Strukturparameter die mit 205.5(5) bzw. 205.7(4)

Tabelle 3

Auswahl wichtiger Strukturdaten für 1 und 3<sup>+</sup>

Abstände (pm)		Winkel (°)	
<b>1:</b>			
Ru–O	205.5(5)	O–RuO'	70.9(2)
Ru–O'	205.7(4)	Ru–O–Ru'	91.9(2)
Ru···Ru'	295.5(1)	O–Ru–Zentrum Cp*	145.0
O–C	143.7(10)	O'–Ru–Zentrum Cp*	144.0
Ru–Zentrum Cp*	174.7	Ru–O–C	124.3(4)
Mittel C <sub>Ring</sub> –C <sub>Ring</sub>	142.4	Ru–O'–C'	123.7(4)
Mittel C <sub>Ring</sub> –C <sub>Methyl</sub>	150.7	Ru–O–Ru'–O'	42.6
		Ru'–Ru–Zentrum Cp*	150.0
Interplanarwinkel (Ru,O,O'),(Ru',O,O') 56.2			
<b>3<sup>+</sup>:</b>			
Ru1–Ru2	295.4(1)	Ru1–Ru2–Ru2'	60.1(1)
Ru2–Ru2'	294.2(1)	Ru2–Ru1–Ru2'	59.7(1)
Ru1–O	209.2(4)	Ru1–O–C	125.7(4)
Ru2–O	208.9(4)	Ru2–O–C	125.4(4)
O–C	144.1(7)	Ru1–O–Ru2	89.8(1)
Ru1–Zentrum(C11–C15)	176.5	Ru2–O–Ru2'	89.5(1)
Ru2–Zentrum(C1–C5)	175.5	C–O···O'	179.7
O···O'	242.5		
Interplanarwinkel Zentrum(C11–C15)–Ru1–Ru2–Zentrum(C1–C5) 0.6			

Fig. 1. Struktur von [Cp\**Ru*(OMe)]<sub>2</sub> (**1**).Fig. 2. Struktur von [(Cp\**Ru*)<sub>3</sub>(OMe)<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub> (**3**)PF<sub>6</sub>.

pm relativ kurzen Ru–O-Abstände sowie der kleine Ru–O–Ru'-Winkel von nur  $91.9(2)^\circ$ , der auf einen erhöhten *s*-Charakter und damit auf Ru–O Doppelbindungsanteile hinweist.

Die Methylgruppen von **1** sind nach außen abgewinkelt, so daß die Koordination um den Sauerstoff verzerrt trigonal pyramidal wird. Durch die Abwinkelung der Ru–Cp\*-Zentroid-Achsen kommen sich nächste Wasserstoffe der Cp\*-Methylgruppen bis auf 247 pm nahe. Die Abwinkelung des Ru–O–Ru–O-Vierrings wirkt entgegen dieser Abstossung und muss eine spezielle elektronische Ursache haben. Diese dürfte auch verantwortlich dafür sein, dass **1** nicht wie der analoge Chloro-Komplex  $[\text{Cp}^*\text{RuCl}]_4$  [13] unter elektronischer Absättigung zum Cubangerüst dimerisiert.

### Struktur von **3**

Das trigonal-bipyramidale Kation  $3^+$  stellt ein reguläres Ru–Ru–Ru-Dreieck dar, das durch zwei  $\mu_3$ -OMe-Gruppen überbrückt ist. Die Ru–Ru-Bindungslängen in  $3^+$  entsprechen mit einem Mittel von 295.0 pm dabei dem Wert in **1**. Die Ru–Ru–Ru-Bindungswinkel sind innerhalb der Fehlergrenzen alle  $60^\circ$ , die Ru–O-Abstände sind mit 209 pm deutlich länger als in **1**. Bis auf diese längeren Ru–O-Abstände entspricht die Geometrie des in  $3^+$  enthaltenen Moleküls **1** weitgehend der des isolierten Komplexes **1**.

$\mu_3$ -Hydroxo und Alkoxo-Gruppen in Clustergerüsten wurden bisher nur in einigen Carbonylkomplexen beobachtet [14]. Das Kation  $3^+$  ist das erste Beispiel eines Alkoxo-Clusters mit Cp\*-Liganden. Nach den Wade'schen Regeln ( $2 \times 6 + 3 \times 1 - 1$ ) besitzt  $3^+$  die für einen 5-Vertex *closo*-Körper erforderliche Gerüstelektronenzahl.

## Experimenteller Teil

### *Di(μ-methoxo)di(carbonyl(pentamethylcyclopentadienyl)ruthenium(II))*

Zu einer Lösung von **1** in Pentan wird die stöchiometrische Menge CO mittels einer Spritze zugegeben. Die Lösung färbt sich nach kurzer Zeit braun und beim Kühlen fällt das Produkt in Form gelber, schuppiger Kristalle aus. Die Ausbeute beträgt ca. 60%. IR (Hexan):  $1933\text{ss cm}^{-1}$ .  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CD}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta$  1.59 (s, 15H, Cp\*), 3.45 (s, 6H, OMe). MS (*m/e*(*M*)): 592(*M*<sup>+</sup>), 564(*M* – CO), 536(*M* – 2CO = **1**), 502(**1** – OMe), 470(**1** – 2MeOH), 233(Cp\**Ru*). Wegen der Zersetzlichkeit der Substanz gelang keine zutreffende Elementaranalyse.

### *Di(μ-methoxo)tris(pentamethylcyclopentadienylruthenium(II))-hexafluorophosphat, [3]-PF<sub>6</sub>*

Zu 0.40 g (0.75 mmol) **1** in 20 ml MeOH wird die dreifache stöchiometrische Menge  $\text{NH}_4\text{PF}_6$  gegeben. Innerhalb 1 h bei Raumtemperatur ändert sich die Farbe der Lösung nach braunrot. Das Lösungsmittel wird abgezogen, der Rückstand in Methylenchlorid aufgenommen, filtriert und erneut zu Trockne gebracht. Der feste Rückstand wird aus Methanol/Ether durch Ausfrieren kristallisiert. Ausb. 0.39 g (80% d.Th.)  $^1\text{H-NMR}$  (Aceton-*d*<sub>6</sub>):  $\delta$  1.80 (s, 45H, Cp\*), 5.06 (s, 6H, OMe). Analyse (% ber.(gef.))(C<sub>32</sub>H<sub>51</sub>F<sub>6</sub>O<sub>2</sub>PRu<sub>3</sub>, 915.9) C, 41.96(41.16); H, 5.61(5.37); F, 12.44(12.16).

### Strukturbestimmung

Nicolet R3m/Vierkreisdiffraktometer, Mo- $K_{\alpha}$ -Strahlung, Graphitmonochromator. Strukturlösung mit Patterson-Methoden. Strukturverfeinerung mit SHELXTL-Plus (1988). Die Wasserstoffatome wurden als starre Gruppen ( $d(\text{C-H})$  96 pm,  $\text{H-C-H}$  109.5°) in die Verfeinerung einbezogen. Ausgenommen hiervon ist der um die  $C_2$ -Achse fehlgeordnete  $\text{Cp}^*$ -Ring von  $3^+$ , dessen C-Atome mit halbem Besetzungsfaktor und jeweils gleichen isotropen Temperaturfaktoren für die ringständigen und die Methylkohlenstoffatome gerechnet wurden. Die relativ grossen Temperaturfaktoren des  $\text{PF}_6$ -Anions lassen ebenfalls auf Fehlordnung schliessen. Eine Verfeinerung von  $3^+$  in der azentrischen Raumgruppe  $Pn$  liess keine Aufhebung der Fehlordnung erkennen.

### Dank

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und vom Fonds der Chemischen Industrie unterstützt. Der Fa. Johnson-Matthey, Reading, England, sind wir für eine Leihgabe  $\text{RuCl}_3$  zu Dank verpflichtet.

### Literatur

- 1 H. Mitteilung siehe U. Kölle, J. Kossakowski, J. Organomet. Chem., 362 (1989) 383.
- 2 (a) D.P. Arnold, M.A. Bennett, J. Organomet. Chem., 199 (1980) 119; (b) H.E. Brzyndza, J.E. Calabrese, M. Marsi, D.C. Roe, W. Tam, J.E. Bercaw, J. Am. Chem. Soc., 108 (1986) 4805.
- 3 W.M. Rees, J.C. Fettinger, M.R. Churchill, J.D. Atwood, Organometallics, 4 (1985) 2179; (b) K.A. Bernard, J.D. Atwood, *ibid.*, 6 (1987) 1133.
- 4 U. Kölle, J. Kossakowski, J. Chem. Soc., Chem. Commun., (1988) 549.
- 5 Ü. Kölle, M.H. Wang, Organometallics, (1989), im Druck.
- 6 B. Chaudret, A. Jalon, J. Chem. Soc., Chem. Commun., (1988) 711.
- 7 C. White, S.J. Thompson, P.M. Maitlis, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1977) 1654.
- 8 L.F. Dahl, C. Martell, D.L. Wampler, J. Am. Chem. Soc., 83 (1961) 1761; vgl. jedoch  $[\text{CODRhCl}]_2$ : J.A. Ibers, R.G. Snyder, J. Organomet. Chem., 84 (1962) 495.
- 9 (a) U. Kölle, B. Fuss, M. Belting, E. Raabe, Organometallics, 5 (1986) 980; (b) U. Kölle, B. Hessner, unveröffentlicht.
- 10 R.A. Jones, G. Wilkinson, A.M.R. Galas, M.B. Hursthouse, K.M.A. Malik, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1980) 1771.
- 11 D.F. Jones, P.H. Dixneuf, A. Benoit, J.-Y. Le Marouile, Inorg. Chem., 22 (1983) 29.
- 12 R.O. Gould, C.L. Jones, T.A. Stephens, D.A. Tochter, J. Organomet. Chem., 264 (1984) 365.
- 13 s. Referenz 2 in: P.J. Fagen, M.D. Ward, J.V. Caspar, J.C. Calabrese, P.J. Krusic, J. Am. Chem. Soc., 110 (1988) 2981.
- 14 E.W. Abel, G. Farrow, I.D.H. Towle, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1979) 71.