

# TRABAJOS DE COLABORACION

## COMPUESTOS DE FOSFITO DE TRIALILO CON IONES METALICOS DE CONFIGURACION $d^8$

Por J. M. SUAREZ CARDESO y RONALD S. NYHOLM

*Laboratorios William Ramsay y Ralph Forster del University College London (Inglaterra).*

### SUMMARY

At the attempts to prepare complexes of triallyl phosphite with Pt (II) were unsuccessful. However, the reactions of this ligand with Rh (I) and Pd (II) take place and synthesis conditions are described. The composition and nature of the insulated complexes was elucidated by elemental analysis, molecular weight measurements and infrared and nuclear magnetic resonance data.

The triallylphosphite reaction with  $RhCl_3$  goes to the synthesis of chloro (triallylphosphite) rhodium (I), with all the olefin groups coordinated to the rhodium, but with  $RhCl(PPh_3)_3$  the trans-chlorocarbonyl bis (Triphenylphosphine) rhodium (I) is insulated. On the other hand, equivalent amounts of  $(C_6H_5CN)_2PdCl_2$  and ligand react to give bisallyldi- $\mu$ -chloropalladium (II).

### INTRODUCCION

A partir del año 1830 en el que Zeiss (1) obtuvo la sal  $K [PtCl_3(C_2H_5)] H_2O$  se sucedieron en rápido avance la preparación e identificación de nuevos compuestos con olefinas y acetileno (2, 3). Este conocimiento se vió particularmente acelerado en las últimas décadas (4,5) como consecuencia de un estudio más profundo sobre la naturaleza del enlace entre el metal y el grupo olefínico (6,7); ello condujo a un mayor interés por los aspectos estructurales de estos com-

puestos, especialmente con vistas a obtener más información sobre las reacciones de los complejos con olefinas metálicas en procesos industriales (8-10).

El enlace en estos compuestos puede ser representado a la luz de la teoría de orbitales moleculares, que ofrece una explicación satisfactoria de la naturaleza del mismo. Esta teoría postula, en esencia, la existencia de un enlace sigma, desde la olefina al metal, junto con un enlace pi del metal a la olefina, tal como se muestra en la figura 1. El enlace sigma, que en el caso de los complejos de platino se crea por solapamiento del orbital pi totalmente ocupado del grupo olefínico con el orbital híbrido  $5d6s p^3$  del platino provoca un aumento de la carga negativa sobre el ión metálico. Pero, a este efecto, se opone la retrodonación efectuada a través del enlace  $\pi$ , obtenido por solapamiento del orbital híbrido ocupado  $5d6p$  del platino con el orbital vacante antienlazante pi de la olefina, de suerte que por esta vía se cancela cualquier acumulación de carga negativa. En el esquema indicado, si se tiene en cuenta las características direccionales de los orbitales atómicos implicados en este enlace, se requiere que el doble enlace carbono-carbono de la olefina se disponga perpendicular al plano que contiene al metal y a los otros átomos ligandos.

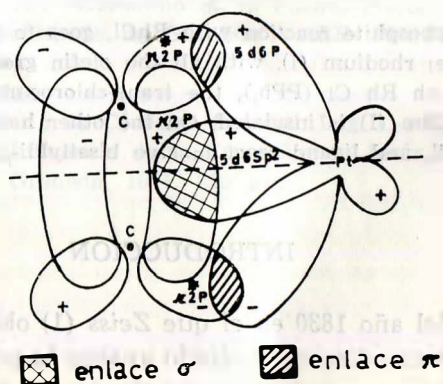


Fig- 1 Enlace metal-olefina

Esta interpretación del enlace se ve confirmada por datos de infrarrojo (11). Así, la frecuencia de vibración del doble enlace carbono-carbono del grupo olefínico se rebaja unos  $140\text{ cm}^{-1}$  cuando este se coordina a un átomo metálico, en concordancia con lo que cabría esperar para una debilitación del doble enlace. De otra parte, y en apoyo de la especial disposición del grupo olefínico postulada por la teoría del orbital molecular, la determinación de la estructura de sal de Zeise por rayos X (12) muestra inequívocamente que el doble enlace olefínico ocupa una posición perpendicular al plano que contiene a los átomos de platino y cloro, y en posición simétrica en torno al platino.

Dentro de este grupo de compuestos resulta conveniente incluir a los complejos de  $\pi$ -alilo (13) cuyo esquema del enlace se desvía significativamente del que forman las olefinas. En estos el enlace puede ser representado como la suma de un enlace  $\pi$ , análogo al de las olefinas, y un enlace sigma carbono-metal (14, 15).

Paralelamente a la investigación de este tipo de complejos se emprendieron estudios sistemáticos sobre la capacidad de coordinación de ligandos que contienen en la molécula uno o más grupos olefínicos junto con átomos de P, As o Sb como grupos dadores que, dispuestos en posición apropiada, pueden ocupar simultáneamente varias posiciones de coordinación. Con ello se logra la formación de anillos quelato que contribuyen a aumentar la estabilidad del complejo formado. Sobre este tipo de ligandos son de especial interés las publicaciones de NYHOLM y colaboradores que estudian los complejos de diversos ligandos de este tipo con metales de la mena del platino (16-18), así como la reactividad del ligando coordinado (19-20).

Estas condiciones se cumplen en el fosfito de trialilo;  $\text{P}(\text{OCH}_2\text{-CH}=\text{CH}_2)_3$ , que por coordinación a través del átomo de fósforo y de los tres grupos alílicos puede dar lugar a la formación de tres anillos quelatos estables. Es, sin embargo, sorprendente que pese a la potencial capacidad dadora de esta molécula no se ha registrado en la bibliografía ninguna publicación relativa a este ligando. Por este motivo se ha abordado en el presente trabajo el aislamiento y estudio de los complejos con cationes Rh(I), Pd(II) y Pt(II), caracterizados por poseer una configuración  $d^8$ .

## METODOS EXPERIMENTALES

*Preparación de los complejos*

*Complejos con Pt (II).* Se han hecho numerosos intentos para obtener complejos de Pt(II) con fosfito de trialilo usando los halogenuros de platino o el dicloruro de dibencenonitrilo platino (II),  $\text{Cl}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CN})_2$ , como materiales de partida, pero en todos los casos los resultados obtenidos fueron siempre infructuosos. Las reacciones se efectuaron suspendiendo el compuesto de platino en diclorometano, cloroformo o benceno y adición posterior del ligando en la relación molar 1:1 y 1:2. De esta forma se obtienen suspensiones que se tratan a reflujo y con agitación durante seis horas.

Cuando, de la forma indicada, se usan como materiales de partida el cloruro o el bromuro de platino se obtiene como resultado final en líquido siruposo incoloro junto con un precipitado de platino metal. De otra parte, si la reacción se efectúa entre el  $\text{Cl}_2\text{Pt}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CN})_2$  y el fosfito de trialilo sólo se detectan los productos de partida al final de la misma.

*Complejos de Rh(I).* Se procedió a la obtención de un complejo de rodio (I) por adición de  $\text{P}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$  a una disolución de biscicloocto-1, 5-dien-di- $\mu$ -cloro-dirodio (21),  $[(\text{COD})\text{RhCl}]_2$  en diclorometano, pero sólo se obtuvo el complejo original de rodio (I).

*Obtención del cloro (fosfito de trialilo) rodio (I).*— $\text{Cl}(\text{P}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3)\text{Rh}(\text{I})$  0,5 g de tricloruro de rodio trihidratado disueltos en 50 ml de etanol se tratan con un exceso de ligando y la disolución se calienta a reflujo y con agitación durante seis horas. Después de este tiempo el disolvente se evapora a vacío de 15 mm, obteniéndose un líquido rojo que contiene el exceso de ligando. Este se evapora a vacío de 0,001 y el producto resultante se disuelve en metanol. Por adición de agua a la disolución metanólica precipita un sólido rojizo que se lava con benceno. Rendimiento; 0,45 g (70%).

*Análisis.*—Encontrado: C, 31, 50; H, 4, 52; Cl, 10,33; P, 9,08; Peso molecular, 338. Calculado: C, 31, 74; H, 4,43; Cl, 10,42; P, 9,10; peso molecular, 340; punto de fusión, 229°C.

La medida de la conductividad indica que se trata de un compuesto no electrolito.

De otra parte, se procedió a la preparación de complejos de rodio con fosfito de trialilo por reacción de este con el compuesto clo-

rotris(trifenilfosfina) rodio (I), pero la reacción sólo conduce a la sustitución de una molécula de trifetilfosfina por un grupo CO. La síntesis se realizó de la siguiente forma.

*Obtención del trans-clorocarbonil bis (trifenilfosfina) rodio (I).—*  
 $\text{Cl}(\text{CO}) (\text{P Ph}_3)_2 \text{Rh}(\text{I})$ .

0,92 g de  $\text{Cl} (\text{P Ph}_3)_3 \text{Rh} (\text{I})$  se disuelven en 60 ml de metanol y, sobre esta disolución, se adicionan 1.0 g de fosfito de trialilo. La disolución resultante se trata a reflujo durante cinco horas y se concentra hasta un volumen de 5ml. El sólido amarillo microcristalino que precipita se lava con etanol y eter etílico, y se recrystaliza a partir de una disolución de diclorometano-metanol. Rendimiento; 0,35 g (50%).

*Análisis.*—Encontrado: C, 64, 92; H, 4, 61; Cl, 5, 23; P, 9, 08; peso molecular 695. Calculado: C, 64, 30; H, 4, 37; Cl, 5, 14; P, 8, 97; peso molecular 691; punto de fusión 195°C.

El compuesto se comporta como no electrolito.

### *Complejo de Pd(II)*

*Obtención del bisalil di- $\mu$ -cloro paladio (II).*

$[\text{Cl Pd} (\text{C}_6\text{H}_5)]_2$

Se disuelven en diclorometano 0,75 g de dicloruro de dibencenonitrilo paladio (II),  $\text{Cl}_2 \text{Pd}(\text{C}_6\text{H}_5\text{CN})_2$ , y se tratan a reflujo y con agitación con la cantidad equimolecular de fosfito de trialilo. Después de dos horas el color de la disolución, inicialmente rojo, cambia al verde, y el tratamiento se continúa durante cuatro horas. El diclorometano se separa a vacío de 15 mm y el bencenonitrilo se elimina bajo 0,001 mm de presión. El producto obtenido se disuelve en metanol y, por evaporación del disolvente, se obtiene un sólido amarillo verdoso que se cristaliza a partir de metanol. Rendimiento; 0,42 g (60%).

*Análisis.*—Encontrado: C, 19, 61; H, 2, 75; Cl, 19, 12; peso molecular 368. Calculado: C, 19, 68; H, 2, 73; Cl, 19, 41; peso molecular 366.

Punto de fusión, 145°C

El compuesto se comporta como no electrolito

### *Técnicas Experimentales*

Los espectros de infrarrojo se registraron en un espectrofotómetro Grubb - Parsons de doble haz, tipo G S-2 A, y en un aparato Perkin-Elmer, modelo 337. Los espectros de los sólidos se obtuvieron sobre nujol y exaclorobutadieno, y se calibraron frente a poliestireno con una exactitud de  $\pm 3 \text{ cm}^{-1}$ .

Los espectros de resonancia nuclear magnética se han obtenido en un aparato Varian HA 100-Mc, usando disoluciones de deuterio-cloroformo que contenían aproximadamente un 1% de tetrametilsilano como sustancia interna de referencia.

Los puntos de fusión fueron determinados en tubos capilares en un aparato Gallenkamp, y los pesos moleculares se obtuvieron a 25°C en un osmómetro Mechrolab, modelo 301 A, usando cloroformo como agente de calibración.

Los datos de conductividad se determinaron a 25°C, disolviendo el compuesto en acetona o nitrobenzeno en proporción aproximadamente  $10^{-3}$  M. La medida se efectuó en un aparato Wayne - Kerr, tipo B 221, y célula con electrodos de platino. La constante de la célula se determinó con una disolución 1 N de cloruro potásico.

El análisis de los elementos se realizó en el laboratorio de microanálisis del University College y en el Max Planck Institute für Kohlenforschung, Mülheim, Alemania.

### DISCUSION

En la parte experimental se han indicado las reacciones que transcurren entre el fosfito de trialilo y diversos compuestos de Pt (II), Rh (I) y Pd (II), especificando que solamente con Rh (I) y Pd (II) se han podido aislar complejos definidos. La razón por la que las sales de Pt (II) no reaccionan con el fosfito de trialilo en las condiciones señaladas puede atribuirse a una disminución en la estabilidad relativa entre los productos iniciales y finales de la reacción, estando esta disminución estrechamente vinculada a factores electrónicos que deben establecerse cuando el ligando interactúa con el platino.

Sin embargo, cuando el fosfito de trialilo ejerce su capacidad dadora frente al Rh (I) se han podido obtener dos compuestos diferentes, dependiendo del compuesto de rodio que se usa como material de partida. De esta suerte, cuando el catión Rh (I) se obtiene

por reducción desde su estado de oxidación + 3 y se enfrenta al ligando se aísla un compuesto de color rojo, soluble en metanol y moderadamente soluble en acetona, que puede ser representado mediante la fórmula  $\text{ClRh P (OC}_3\text{H}_5)_3$ .

En apoyo de esta formulación se encuentran los datos del contenido en carbono, hidrógeno, nitrógeno, cloro y fósforo, en buena concordancia con los teóricos para la fórmula propuesta, así como el valor del peso molecular muy próximo al teórico de 340. El compuesto se comporta como monómero en disoluciones de cloroformo y como no conductor en acetona.

El espectro de infrarrojo del sólido, obtenido sobre nujol y exaclorobutadieno, permite apreciar entre otras la presencia de dos absorciones centradas a  $1.488 \text{ cm}^{-1}$  y  $1.267 \text{ cm}^{-1}$ . La primera de ellas es mucho más débil que la segunda, circunstancia bastante general en sistemas de este tipo (22). De otra parte, su posición ha experimentado una disminución estimada en  $139 \text{ cm}^{-1}$  con respecto a la del ligando libre. Siguiendo el criterio de *Hiraishi* (23) se han atribuido ambas absorciones a la vibración de tensión de doble enlace combinado con el modo de vibración de tijera en la olefina coordinada. Estos hechos, unidos a la ausencia de la banda del doble enlace no coordinado que debiera aparecer a  $1.627 \text{ cm}^{-1}$ , permiten deducir que en el complejo investigado los grupos olefínicos se encuentran coordinados al rodio.

En consecuencia, cabe pensar que el ligando establece cuatro enlaces coordinados al catión, a través del átomo de fósforo y cada uno de los tres dobles enlaces alílicos. De esta forma el Rh (I) se

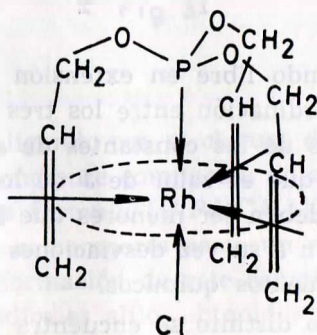


Fig. 2

encontraría pentacoordinado en una estructura de bipirámide trigonal, figura 3, en la que los tres dobles enlaces rodearían al rodio ocupando posiciones aproximadamente coplanares con el mismo (24, 25).

El espectro de resonancia magnética nuclear, registrado a 34°C en  $C DCl_3$ , está de acuerdo con estos hechos. En la región característica del grupo alilo se ha demostrado que los protones vinílicos (16) absorben valores de  $\epsilon$  comprendidos entre 4,11 y 5,11 sin que el espectro se modifique enfriando la disolución a -62°C.

El espectro del complejo aislado en las condiciones descritas en la parte experimental muestra, en efecto, en la región característica del grupo vinilo tres absorciones cuyas áreas están en la relación 1:1:1, circunstancia que pone de manifiesto que todos los protones del ligando de esta naturaleza se encuentran en la misma situación, tabla 1. De otra parte, las posiciones de los picos se encuentran desplazadas con respecto a los valores de  $\epsilon$ .

TABLA I. ABSORCIONES R. M. N.

	$H\alpha$	$H\beta$ -cis	$H\beta$ -trans	Jcis	J trans
P $(OCH_2 CH = CH_2)_3$	4,17	5,10	4,95	9,5	17,3
Area	1	1	1		
Cl $(P(OC_3H_5)_3)$ Rh (I)	4,50	5,35	5,81	9,4	16,0
Area	1	1	1		
[Cl Pd (II) $(C_3H_5)_2$ ]	4,47	5,83	6,90	6,9	12,0
Area	1	2	2		

característicos del ligando libre en extensión tal que hace pensar que ha ocurrido la coordinación entre los tres grupos alilo y el rodio (18,25). Los valores de las constantes de acoplamiento, asignadas en el supuesto de que el valor de J de los protones del grupo vinilo en posición cis deben ser menores que la de los protones en posición trans, muestran a su vez desviaciones paralelas con los valores de los desplazamientos químicos.

Un comportamiento distinto se encuentra en la reacción que conduce a la obtención del trans-clorocarbonil bis (trifenilfosfina) rodio (I), preparado en disolución metanólica por adición de fosfito de trialilo sobre clorotris (trifenilfosfina) rodio (I). Los datos de



análisis muestran que el producto aislado en esta reacción se forma por sustitución de la molécula de trifenilfosfina, que ocupa la posición trans con respecto a un átomo de cloro, por un grupo carbonilo, pero sin que la molécula ligando sea capaz de sustituir, ni aun parcialmente, moléculas de trifenilfosfina. El compuesto aislado, que ya había sido descrito previamente (26-29), presenta la estructura que se indica en la figura 3. con las dos moléculas de trifenilfosfina en posición trans.

En apoyo de esta estructura se encuentran la absorción en el infrarrojo a  $1.960\text{ cm}^{-1}$ , característica de la vibración de tensión del grupo carbonilo coordinado, así como las bandas a  $1.090\text{ cm}^{-1}$ ,  $1.084\text{ cm}^{-1}$ ,  $1.056\text{ cm}^{-1}$  y  $1.030\text{ cm}^{-1}$ , indicativos de la presencia de moléculas de trifenilfosfina en el complejo.

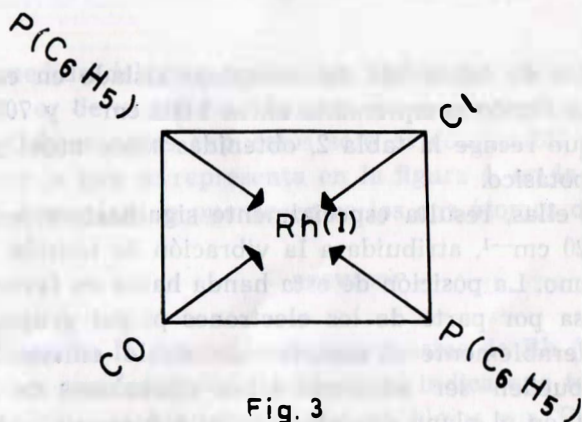


Fig. 3

Por reacción del ligando con el cloruro de bencenonitrilo Pd(II) se obtiene el correspondiente compuesto de  $\pi$ -alilo, al que los datos de análisis asignan la fórmula  $[\text{ClPd}(\text{C}_3\text{H}_5)]_2$ . Se trata de un sólido amarillo verdoso que se comporta como un no electrolito en disolución de acetona. La formación de este compuesto debe estar ligada a la existencia de radicales alilo, obtenidos por ruptura del enlace oxígeno-carbono del ligando, de suerte que el grupo alílico liberado establece con el Pd enlaces  $\sigma$  y  $\pi$  que estabilizan poderosamente el compuesto formado.

TABLA II.—Absorciones en el infrarrojo ( $\text{cm}^{-1}$ ) observadas en el compuesto  $[\text{ClPd}(\text{C}_3\text{H}_5)]_2$ , e indicación de donde procedan

Absorción	Asignación
1.901 (m)	$965 + 942 = 1.907$
1.521 (md)	$1.020 + 508 = 1.528$
1.226 (d)	$\text{CH}_2$ e.p. def.
1.090 (d)	$\text{CH}$ e.p. def.
1.020 (f)	C-C tensión
983 (m)	$\text{CH}_2$ f.p. def.
965 (f)	$\text{CH}_2$ f.p. def.
942 (f)	$\text{CH}_2$ f.p. def.
910 (f)	$\text{CH}$ f.p. def.
763 (d)	$\text{CH}$ f.p. def.

Símbolos: f = fuerte; m = moderada; d = débil; md = muy débil; e.p. def. = en el plano de deformación; f.p. def. = fuera del plano de deformación.

El espectro de infrarrojo del complejo aislado en este trabajo presenta en la región comprendida entre  $2.000\text{ cm}^{-1}$  y  $700\text{ cm}^{-1}$  las absorciones que recoge la tabla 2, obtenidas sobre nujol y ventanas de bromuro potásico.

De todas ellas, resulta especialmente significativa la fuerte absorción a  $1.020\text{ cm}^{-1}$ , atribuida a la vibración de tensión del enlace carbono-carbono. La posición de esta banda habla en favor de acción dadora intensa por parte de los electrones pi del grupo alilo, que rebaja considerablemente el carácter de doble enlace. Las demás absorciones pueden ser adscritas a las vibraciones de los grupos  $-\text{CH}_2$  o  $-\text{CH}$ , en el plano de deformación o fuera del mismo.

El espectro de resonancia magnética nuclear, tabla I, pone de manifiesto la existencia de tres absorciones cuyos valores de  $\tau$  se localizan a 4,47; 5,83 y 6,90 con las áreas respectivas en la relación 1:2:2. El primero de estos picos se asocia al desplazamiento químico del protón del grupo  $-\text{CH}$ , mientras que los dos últimos darían cuenta de la resonancia de los protones terminales que, respectivamente, ocupan las posiciones cis o trans con respecto al hidrógeno del grupo CH (30-31).

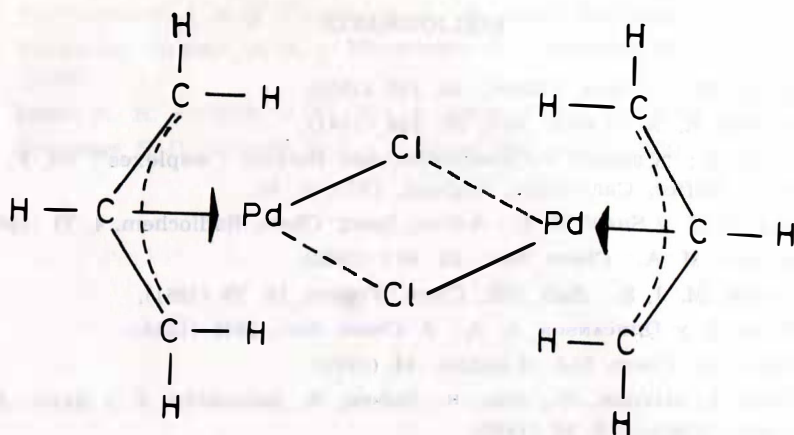


Fig. 4

La medida del peso molecular deduce un valor de 368, que habla en favor de una forma dímica. En consecuencia, el conjunto de todos los datos antes expuestos sólo es compatible con una estructura como la que se representa en la figura 4, en la que dos átomos de cloro actuarían de puente entre los dos átomos de paladio.

## RESUMEN

Se describe la obtención de compuestos de Rh (I) y Pd (II) que se obtienen con fosfito de trialilo, y se indica que todos los intentos encaminados a la preparación de complejos con Pt (II) resultaron infructuosos. La composición y naturaleza de los complejos aislados se ha dilucidado mediante análisis elemental, determinación del peso molecular, espectros de infrarro y de resonancia magnética nuclear.

La reacción del fosfito de trialilo con tricloruro de rodio y con clorotris (trifenilfosfina) rodio (I), conduce, respectivamente, a la obtención de cloro (fosfito de trialilo) rodio (I), con los tres grupos olefínicos coordinados al rodio, y a la preparación del trans-clorocarbonil bis (trifenilfosfina) rodio (I). De otra parte, la reacción entre el ligando y el dicloruro de dibencenonitrilo paladio (II) transcurre con formación del compuesto de bis alil-di- $\mu$ cloro paladio (II).

## BIBLIOGRAFIA

1. ZIEISE, W. C.: *Mag. Pharm.*, 35, 105 (1830).
2. KELLER, R. N.: *Chem. Rev.* 28, 229 (1941).
3. CHATT, J.: "Cationic Polymerisation and Related Complexes". Ed. P. H. Plesh, Heffer, Cambridge, England, 1953, p. 40.
4. GUY, R. G. y SHAW, B. L.: *Advan. Inorg. Chem. Radiochem.* 4, 77 (1962).
5. BENNET, M. A.: *Chem. Rev.*, 62, 611 (1962).
6. DEWAR, M. J. S.: *Bull. Soc. Chem. France*, 18, 79 (1951).
7. CHATT, J. y DUNCANSON, L. A.: *J. Chem. Soc.*, 2939 (1953).
8. SMIDT, J.: *Chem. Ind. (London)*, 54 (1952).
9. SMIDT, J., HAFNER, W., JIRA, R., SIEBER, R., SELDMER, J. y SABEL, A.: *Angew. Chem.*, 74, 93 (1962).
10. BAILAR, J. C., ITANI, H., CRESPI, M. J. y GELDARD, J.: *Advances in the Chemistry Series*, n.º 62. American 1967, p. 103.
11. POWELL, D. B. y SHEPPARD, N.: *J. Chem. Soc.*, 2519 (1960).
12. WUNDERLICH, J. A. y MELLOR, D. P.: *Acta Cryst.*, 7, 130 (1954); 8, 57 (1955).
13. GREEN, M. L. H., NAGY, P. L. I.: *Advan. Organometal. Chem.*, 2, 325 (1968).
14. KOHL, F. J. y LEWIS, J.: *Ann. Rept. Progr. Chem. (Chem. Soc. London)*, 63, 233 (1966).
15. SHAW, B. L.: *Chem. Brit.*, 4, 361 (1968).
16. BENNETT, M. A., KNEEN, W. R. y NYHOLM, R. S.: *Inorg. Chem.*, 7, 552 (1968); 7, 556 (1968).
17. BENNETT, M. A., NYHOLM, R. S. y SAXBY, J. D.: *J. Organometal.* 10, 301 (1967).
18. HALL, D. I. y NYHOLM, S. R.: *J. Chem. Soc.*, 1491 (1971); 804 (1972).
19. BENNETT, M. A., CHATT, J., ERSKINE, G. J., LEWIS, J., LONG, R. F. y NYHOLM, R. S.: *J. Chem. Soc.* 501 (1967).
20. BROOKES, P. R. y NYHOLM, R. S.: *Chem. Communi.*, 169 (1970).
21. THOMAS, J. M., EVANS, J. R. N. y LEWIS, T. J.: *Discuss. Faraday Soc.*, 51, 73 (1971).
22. KNEEN, W. R.: Ph. D. Thesis, University of London (1967).
23. HIRAISHI, J., FINSETH, D. y HILLER, F. A.: *Spectrochim.* (1969).
24. VAN DER ENT, A. y VAN SOEST, T. C.: *Chem. Comm.*, 225 (1970).
25. HALL, D. I. y NYHOLM, R. S.: *Chem. Comm.*, 488 (1970).
26. VALLARINO, L.: *J. Chem. Soc.*, 2287 (1957).

27. HIEBER, W., HEUSINGER, H. y VOHLER, O.: Chem. Ber., 90, 2425 (1957).
28. Mc CLEVERTY, J. A. y WILKINSON, G.: Inorganic Syntheses, 8, 214 (1966).
29. EVANS, D., OSBORN, J. A. y WILKINSON, G.: Inorganic Syntheses, 11, 99 (1968).
30. DEHM, C. H. y CHIEN, J. C. W.: J. Amer. Chem. Soc.: 82, 4429 (1960).
31. ROBINSON, S. D. y SHAW, B. L.: J. Chem. Soc., 4809 (1963).