

## 1-브로모실라트란의 SnBr<sub>2</sub>에 대한 산화성 첨가반응 연구

金銘靈 · 魚東善 · 申紆濂 · 金鎮權<sup>†</sup> · 都暎圭\*

한국과학기술원 화학과 및 분자과학연구소

<sup>†</sup>공주대학교 자연과학대학 화학과

(1993. 10. 5 접수)

## Studies on the Oxidative Addition Reactions of 1-Bromosilatrane to SnBr<sub>2</sub>

Myong Woon Kim, Dong Seon Uh, Ho Cheol Shin, Jinkwon Kim<sup>†</sup>, and Youngkyu Do\*

Department of Chemistry and Center for Molecular Science,

Korea Advanced Institute of Science and Technology, Taejon 305-701, Korea

<sup>†</sup>Department of Chemistry, Kongju National University, Kongju 314-110, Korea

(Received October 5, 1993)

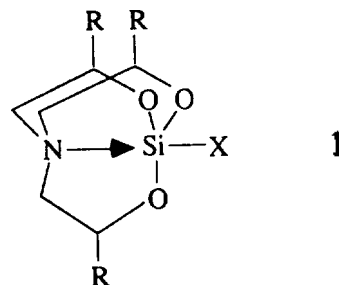
**요약.** 산화성 첨가반응을 이용하여 실라트란(분자내 Si-N고리형단 상호작용을 갖는 5-배위의 규소화합물)의 규소원자와 주족원소간에 Si-M 결합작용이 있는 새로운 이종다핵 화합물을 합성하려고 시도하였다. 1-브로모실라트란(1a)과 SnBr<sub>2</sub>를 반응시켜 노란색(2a)과 흰색(2b)의 고체 혼합물을 얻었고 용해도 차에 의해 각각을 분리하여 <sup>1</sup>H-NMR, <sup>29</sup>Si-NMR, <sup>119</sup>Sn-NMR, Mass 스펙트럼으로 규명한 결과 노란색 화합물만이 Si-Sn 결합을 갖는 것으로 판명되었다. SnBr<sub>2</sub>를 1-브로모-3,7,10-트리메틸실라트란(1b)과도 반응시켜 Si-Sn 결합을 갖는 화합물, N[CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>O)]<sub>3</sub>SiSnBr<sub>3</sub>(CH<sub>3</sub>OH)<sub>2</sub>(3)을 분리하여 여러가지 방법으로 확인하였다.

**ABSTRACT.** The oxidative addition reaction has been employed to synthesize heteropolynuclear compounds containing Si-M bonding interaction between the silicon atom of silatrane, pentacoordinate silicon derivative with transannular Si-N dative bond, and the main group element. The reaction of SnBr<sub>2</sub> with 1-bromosilatrane(1a) in acetonitrile gives the mixture of yellow(2a) and white(2b) solids which were isolated and characterized by <sup>1</sup>H-NMR, <sup>29</sup>Si-NMR, <sup>119</sup>Sn-NMR and Mass spectroscopy. The yellow compound was characterized as 1-tribromotinsilatrane which had Si-Sn bonding interaction. The reaction of SnBr<sub>2</sub> with 1-bromo-3,7,10-trimethylsilatrane(1b) in methanol gives the Sn(IV) complex, N[CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>O)]<sub>3</sub>SiSnBr<sub>3</sub>(CH<sub>3</sub>OH)<sub>2</sub>(3), which was characterized by various means.

### 서 론

트리스(2-옥시알킬)아민(tris(2-oxyalkyl)amine)의 고리형 유기규소화합물인 실라트란(1)<sup>1</sup>은 삼각쌍뿔 구조의 5배위체 화합물로서 N → Si 고리형단 상호작용<sup>2</sup>과 같은 독특한 구조적 특성은 물론, 규소에 결합된 측방향 치환체 X의 종류에 따라 다양한 반응성<sup>3-6</sup> 및 생체활성<sup>7-9</sup>을 나타내기 때문에 지난 수십년간 비상한 관심의 연구대상이 되어왔다.

그러나 1의 X가 수소, 하이드록시기, 알킬기, 알콕시기, 아릴옥시기 등의 유기리간드일 경우 풍부한



유도체 화학 및 물성연구가 진행된 것에 비하여<sup>13-6</sup> Si-M(M=전이 금속 또는 주족 금속원자) 결합을

갖는 화합물은 거의 알려져 있지 않다. 다만  $[(\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{SiPt}\{(\text{C}_6\text{H}_5)(\text{CH}_3)_2\text{P}\}_2\text{Cl}]$ 이 실라트란의 Si와 전이금속과의 직접적인 결합을 갖는 유일한 예로써, X-선 단결정 구조 연구에 의한 구조적 성질만이 알려져 있을 뿐인데<sup>10</sup>, 흥미롭게도 이 화합물에서는 Si-N 결합이 제거된 것이다. 따라서 본 연구진은 앞서 보고된 바가 전혀없는 실라트란의 구조에 주족금속을 도입시키는 연구의 일환으로 금속-할로겐 원소 결합 사이에 끼어들기를 잘하는 것으로 알려진 틴(II) 브로마이드( $\text{SnBr}_2$ )<sup>11</sup>에 대한  $\text{BrSi}\{\text{OCH}(\text{R})\text{CH}_2\}_3\text{N}$  ( $\text{R}=\text{H}$ , **1a**;  $\text{Me}$ , **1b**)의 산화성 첨가 반응을 연구하여 Si-Sn 결합을 갖는 실라트란 유도체의 합성연구를 시도하였다.

## 실 험

### 시약 및 기기

모든 실험은 수분과 산소를 제거한 질소분위기 하에서 Schlenk 기술<sup>12</sup>과 glove box를 이용하여 행해졌다. 합성과 물리적 특성 연구를 위해 용매는 사용하기 전에 적당한 건조제<sup>12</sup>를 이용하여 증류하였다. 디에틸에테르는 benzophenone의 존재하에서 나트륨으로부터 환류된 것을 사용하였으며, 아세토니트릴은  $\text{P}_2\text{O}_5$ 로부터 증류된 후, molecular sieve(4A)에 보관하여 사용하였다. 메탄올은 마그네슘(Mg)과 요오드( $\text{I}_2$ )의 존재하에서 증류된 후, molecular sieve(4A)에 보관하여 사용하였다. DMF는 HPLC grade를 4A molecular sieve에 보관 후 사용하였다. 모든 용매는 사용 전후에 degassing되었다. 상업적으로 구매 가능한 시약은 더 이상의 정제과정 없이 바로 사용하였다.

틴(II)브로마이드( $\text{SnBr}_2$ )와 보라트란( $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{B}$ ) 그리고 N-브로모석신이미드(N-bromosuccinimide)은 Aldrich사에서 구매하였고, 트리에톡실란( $\text{HSi}(\text{OEt})_3$ )와 3,7,10-트리메틸실라트란(3,7,10-trimethylsilatrane)은 Petrach사에서 구매하였다. 1-히드로실라트란(1-hydrosilatrane)<sup>1</sup>, 1-브로모실라트란(1-bromosilatrane)<sup>14</sup>과 1-브로모-3,7,10-트리메틸실라트란(1-bromo-3,7,10-trimethylsilatrane)<sup>14</sup>은 문헌에 보고된 방법으로 합성하였다.

C, H, N 원소분석은 한국과학기술연구원(KIST)의

Perkin-Elmer 240DS를 이용하였고, 적외선 흡수 스펙트럼은 Bomem MB-100 FTIR로써 KBr 원판법으로 측정하였으며, 질량 스펙트럼은 HP-5985B 기기에 의해 기록되었다. NMR 스펙트럼은 Varian FT-80A 또는 Bruker AM-300으로 얻어졌는데,  $^1\text{H}$ -NMR은 79.542 MHz 또는 300.13 MHz에서 기록되었고 중수소로 치환된 용매에 남아 있는  $^1\text{H}$  공명을 기준으로 하여 기록되었다.  $^{29}\text{Si}$ -NMR 스펙트럼은 59.628 MHz에서  $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ 의 공명을 외부기준으로 하여 기록하였다.  $^{119}\text{Sn}$ -NMR은 111.922 MHz에서  $\text{Sn}(\text{CH}_3)_4$ 의 공명을 외부기준으로 하여 기록하였다.

### 실험방법

**BrSi(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N(1a)과 SnBr<sub>2</sub>와의 반응.**  $\text{BrSi}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$  (253 mg, 1 mmol)과  $\text{SnBr}_2$ (276 mg, 1 mmol)의 고체혼합물에 20 ml의 아세토니트릴을 넣고 상온에서 약 12시간 동안 교반시키면 무색 용액이 연한 노랑색 용액으로 된다. 용액을 celite pad로 여과한 뒤 용액의 부피를 4~5 ml로 줄인 다음 디에틸에테르를 가하면 노랑색 고체(**2a**)와 흰색 고체(**2b**)가 함께 생성된다. 용해도 차이를 이용하여 순수한 노랑색 고체를 분리할 수 있으며 이를  $\text{CH}_3\text{CN}/\text{Et}_2\text{O}$  용매로 재결정하여 순수한 화합물을 얻었다(90 mg, 17%). 위의 반응을 아세토니트릴 대신 DMF를 용매로 사용하면 연한 노랑색의 화합물을 더 높은 수율(31%)로 얻을 수 있다.

### 노랑색고체 화합물(2a)

IR(KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ): 2887(*m*), 1455(*m*), 1344(*m*), 1268(*m*), 1112(*s*), 1087(*vs*), 1021(*s*), 940(*s*), 917(*m*), 823(*s*), 750(*s*), 661(*s*), 592(*s*), 498(*m*)

$^1\text{H}$ -NMR( $\text{CD}_3\text{CN}$ , ppm): 3.81(6H, t,  $J=6$  Hz,  $-\text{OCH}_2$ ), 3.10(6H, t,  $J=6$  Hz,  $-\text{NCH}_2$ ), 1.96(3H, s,  $\text{CH}_3\text{CN}$ )

$^{29}\text{Si}$ -NMR( $\text{CH}_3\text{CN}/10\%$   $\text{CD}_3\text{CN}$ , ppm): -91.8

$^{119}\text{Sn}$ -NMR( $\text{CH}_3\text{CN}/10\%$   $\text{CD}_3\text{CN}$ , ppm): 23( $\Delta_{1/2}$  = 922 Hz); (DMF/10%  $d_6$ -DMSO, pm): 66.7

Mass(*m/e*): 359, 174

### 흰색고체 화합물(2b)

IR(KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ): 2887(*m*), 1455(*m*), 1344(*s*), 1268(*m*), 1112(*s*), 1080(*vs*), 1020(*s*), 937(*s*), 915(*s*), 875(*m*), 838(*s*), 671(*s*), 595(*s*), 460(*m*).

$^1\text{H}$ -NMR( $\text{CD}_3\text{CN}$ , ppm): 3.71(6H, t,  $J=6$  Hz,

-OCH<sub>2</sub>), 2.95(6H, t, *J*=6 Hz, -NCH<sub>2</sub>)

<sup>29</sup>Si-NMR(CH<sub>3</sub>CN/10% CD<sub>3</sub>CN, ppm): -90.8

<sup>119</sup>Sn-NMR(DMF/10% d<sub>6</sub>-DMSO, ppm): -25

Mass(m/e): 174

**BrSi[OCH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>]<sub>3</sub>N(1b)과 SnBr<sub>2</sub>와의 반응.**

BrSi[OCH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>]<sub>3</sub>N(295 mg, 1 mmol)과 SnBr<sub>2</sub> (276 mg, 1 mmol)의 고체혼합물을 20 ml의 메탄올에 녹여 상온에서 48시간 교반시킨다. Celite pad로 용액을 여과한 뒤 감압하여 용매를 모두 제거하면 노란 oil이 된다. 이 oil에 50 ml의 디에틸에테르를 넣어 추출한 뒤 용액을 -10°C에서 24시간 보관하면 옅은 노란색의 결정성 고체(3)를 40 mg(7%) 얻을 수 있다.

IR(KBr, cm<sup>-1</sup>): 3420(*m*), 2961(*s*), 1458(*m*), 1381(*w*), 1325(*w*), 1260(*w*), 1108(*vs*), 1050(*vs*), 1024(*s*), 976(*vs*), 882(*s*), 800(*s*), 692(*s*), 541(*s*), 485(*m*)

<sup>1</sup>H-NMR(CD<sub>3</sub>CN, ppm): 3.88(3H, *m*, -OCHCH<sub>3</sub>), 3.26(6H, *s*, CH<sub>3</sub>OH), 2.89(3H, *dd*, *J*=12 Hz, *J*=4 Hz, -NCH<sub>2</sub>H<sub>b</sub>), 2.29(3H, *t*, *J*=12 Hz, -NCH<sub>2</sub>H<sub>a</sub>), 1.12(9H, *d*, *J*=6 Hz, -OCHCH<sub>3</sub>)

<sup>119</sup>Sn-NMR(Acetone/CDCl<sub>3</sub>, ppm): 140

Mass(m/e): 361, 359, 216, 81, 79

Anal. Calc.(%) for C<sub>11</sub>H<sub>26</sub>Br<sub>3</sub>NO<sub>6</sub>SiSn: C 20.69, H 4.08, N 2.19; Found: C 21.2, H 4.01, N 2.33

### 결과 및 고찰

1-브로모실라트란, N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>SiBr과 틴(II)브로마이드(SnBr<sub>2</sub>)를 아세트니트릴에서 당량비로 반응시키면 처음에는 잘 녹지 않던 틴(II)브로마이드가 시간이 지남에 따라 점차 용액속으로 녹아들면서

반용액이 옅은 노란색을 띠기 시작한다. 반응시간이 길어질수록 용액의 색깔은 점점 짙게 변한다. 약 12시간 뒤에 거른액을 과량의 디에틸에테르로 처리하면 옅은 노란색 분말(2a)이 생성되며, 이때 흰색 분말(2b)도 함께 석출되는데, 용해도 차이를 이용하여 반응의 최종 생성물로 여겨지는 노란색 분말을 먼저 분리할 수 있다. 이들 두 생성물의 분광학적 자료를 출발물질인 1-브로모실라트란과 비교하여 Table 1에 요약하였다.

출발물질인 1-브로모실라트란은 380 cm<sup>-1</sup>에서 강한 Si-Br의 신축진동을 보여주는데 SnBr<sub>2</sub>와의 반응생성물인 2a, 2b의 적외선 스펙트럼에서는 이와 같은 신축진동 흡수띠를 관찰할 수 없었다. 또 실라트란 화합물의 특징적인 N-Si 고리횡단 상호작용에 의한 적외선 흡수띠는 2a의 경우 1-브로모실라트란의 해당 흡수띠보다 27 cm<sup>-1</sup> 큰 진동수인 592 cm<sup>-1</sup>에서 관찰되는데, 이 같은 결과는 반응생성물 2a에서는 축상치환기의 위치에 보다 강한 전자끄는기가 도입되어 더욱 강한 고리횡단 상호작용을 초래하고 있음을 의미하는 것이다. 특히 2a의 <sup>1</sup>H-NMR과 <sup>29</sup>Si-NMR 스펙트럼은 이같은 사실을 더욱 입증하고 있다. 즉 <sup>1</sup>H-NMR 스펙트럼은 δ 3.81과 δ 3.10에서 두 쌍의 삼중선(*J*=6 Hz) 피이크를 보여주는데 이들 모두 1-브로모실라트란의 삼중선 피이크들에 비해 낮은 장쪽으로 이동한 것이다. 또한 <sup>29</sup>Si 핵자기 공명은 -91.8 ppm에서 일어나는데 이것은 1-브로모실라트란의 값보다 8.3 ppm만큼 높은 장쪽으로 이동한 것이다. 일반적으로 규소에 결합된 축상치환체의 전기음성도가 클수록 실라트란의 <sup>29</sup>Si-NMR 피이크는 높은 장으로 이동한다<sup>1</sup>.

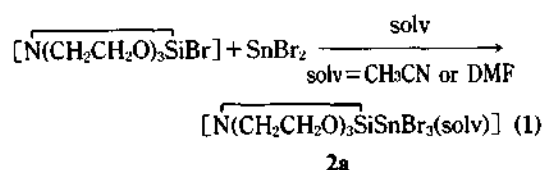
Table 1. Comparison of spectral data for reactant, 1-bromosilatrane(1a), and products, 2a and 2b<sup>a,b</sup>

Compound	IR(cm <sup>-1</sup> )		<sup>1</sup> H-NMR(ppm)		<sup>29</sup> Si-NMR(ppm)	<sup>119</sup> Sn-NMR(ppm)	Mass(m/e)
	<i>v</i> <sub>SiBr</sub>	<i>v</i> <sub>SiN</sub>	δ(OCH <sub>2</sub> )	δ(NCH <sub>2</sub> )			
1a	380	565	3.78( <i>t</i> )	3.03( <i>t</i> )	-85.5 <sup>c</sup>	-	255
							253
							174
2a	Absent	592	3.81( <i>t</i> )	3.10( <i>t</i> )	-91.8	66.7	359
							174
2b	Absent	595	3.71( <i>t</i> )	2.95( <i>t</i> )	-90.8	-25	174

<sup>a</sup>See the experimental section for the conditions of physical measurement, <sup>b</sup>*t*=triple, *J*<sub>C-H</sub>=6 Hz, <sup>c</sup>in DMF-10% d<sub>6</sub>-DMSO solution.

위 반응에서 틴(II)브로마이드( $\text{SnBr}_2$ )가 1-브로모실라트란의 Si-Br 결합을 끊고 삽입되는 반응이 일어났을 것으로 믿어지는 또 다른 근거는  $^{119}\text{Sn}$ -NMR과 질량 스펙트럼으로부터 얻어졌다. **2a**의  $^{119}\text{Sn}$ -NMR 피이크는 DMF 용매에서 66.7 ppm에서 관찰되며 이 값은 같은 용매에서 +2의 산화상태에 있는  $\text{SnBr}_2$ 의  $^{119}\text{Sn}$  원자핵이 -250 ppm에서 핵자기 공명을 일으키는 것과 비교할 때 매우 큰 변화를 일으킨 것으로 주석이 보다 높은 산화상태인 +4로 산화되었음을 의미한다<sup>15</sup>. 또 질량 스펙트럼에서  $[\text{SnBr}_3]$  moiety에 해당되는 피이크로 Br의 isotope인  $^{79}\text{Br}$ 와  $^{81}\text{Br}$ 에 의하여 생기는 가능한 조합의 355, 357, 359, 361(m/e)를 얻었으며, 이중  $^{81}\text{Br}$ 이 두 개일 때의  $[\text{SnBr}_3]$ 에 해당하는 359(m/e) 피이크의 intensity가 가장 크게 나타났다.  $[\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}]$  moiety에 해당되는 174(m/e) 피이크도 확인할 수 있었다.

이상의 결과들을 종합해 볼 때 **2a**는 아래 반응식 (1)에 나타낸 바와 같이 1-브로모실라트란의 Si-Br이  $\text{SnBr}_2$ 에로의 산화성 첨가반응에 의한 생성물로 생각된다. 용매 1분자가 용매화되어 있는 것은  $^1\text{H}$ -NMR로부터 쉽게 확인할 수 있었다.



한편 **2b**의 경우는 분광학적 자료로부터 그 구조를 예측하기가 매우 어렵다. 적외선 스펙트럼에서 1-브로모실라트란의 Si-Br 신축진동 흡수띠가 사라진

것은 **2b**에서도 이 결합이  $\text{SnBr}_2$ 에 의해 활성화된 것을 의미한다. 또  $^{119}\text{Sn}$  핵자가 공명이 DMF 용매에서 -25 ppm에서 관찰되는 것으로 미루어 주석의 산화상태에도 큰 변화가 일어났음을 알 수 있다. 그러나 아쉽게도 금번 연구에서 사용한 질량분석기로는 **2b**에 존재하는 주석 moiety의 이온 피이크를 관찰할 수 없었다. 단지 주어진 반응을 DMF 용매 하에서 약 이틀 동안 120°C에서 반응시키면 **2b**를 관찰할 수 없고 오직 **2a**만이 얻어지는 것으로 보아 **2b**는 아마도 **2a**가 생성되는 과정에서 만들어지는 중간체일 것으로 추측된다. 화합물 **2a**, **2b**의 구조를 단결정 X-선 회절연구로 확인하기 위해 이들의 단결정을 키우려 시도하였으나 성공하지 못했다.

목적한 반응 (1)의 산화성 첨가 생성물의 결정구조를 확인하기 위하여 1-브로모실라트란 대신 1-브로모-3,7,10-트리메틸실라트란을 반응계에 도입시켰다. 이 경우 역시 여러 가지 분광학적 자료(Table 2)를 토대로 산화성 첨가반응 생성물로 판단되는 옅은 노랑색의 결정성 고체(3)를 얻었는데, X-선 회절연구에 적합한 단결정을 얻는다는 아직 성공하지 못하였다.

3의  $^{119}\text{Sn}$  핵자기 공명 피이크 역시 **2a**와 마찬가지로 반응물질보다 225 ppm만큼 낮은 장에서 관찰되며, 질량 스펙트럼에서도  $[\text{SnBr}_3]$  moiety와  $[\text{N}\{\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}\}_3\text{Si}]$  moiety에 해당되는 피이크가 명확히 관찰되었다.

3의  $^1\text{H}$ -NMR은  $\text{ABXM}_3$ (A와 B는  $\text{NCH}_2$ , X는 OCH 그리고 M은 메틸기의 수소원자에 해당된다) 형태의 복잡한 스펙트럼을 보여 주는데, 메탄올의  $\text{CH}_3$ 에 해당되는 단일선 피이크가 실라트란과 메탄올의 적분비 1:2로 나타나며, 원소분석의 탄소, 수

Table 2. Spectral data for 1-bromo-3,7,10-trimethylsilatrane (**1b**) and **3**<sup>a</sup>

Compound	IR( $\text{cm}^{-1}$ )		$^1\text{H}$ -NMR(ppm)			$^{119}\text{Sn}$ -NMR(ppm)	Mass(m/e)
	$\nu_{\text{SiBr}}$	$\nu_{\text{SiN}}$	$\delta(\text{OCHMe})$	$\delta(\text{NCH}_2)$	$\delta(\text{CH}_3)$		
<b>1b</b>	360	548	4.08(m)	3.07(dd) 2.48(dd)	1.95(d)	—	216 81 79 361
<b>3</b>	Absent	541	3.88(m)	2.89(dd) 2.29(t)	1.12(d)	140	359 216

<sup>a</sup>See the experimental section for the conditions of physical measurement.

소, 질소비도 메탄올이 Sn에 두 개 배워진 상태의 화합물과 일치한다. 이러한 사실은 Sn(IV) 화합물이 4-배워 화합물보다는 5-배워 또는 6-배워 화합물을 선호한다는 보고와 일치하는 결과이다. 또한 용매화 분자로서의 메탄올의 존재는 적외선 스펙트럼 3420 cm<sup>-1</sup>에서 나타나는 OH band로서도 확인할 수 있다.

지금까지의 연구결과를 종합하여 볼 때 틴(II)브로마이드(SnBr<sub>2</sub>)는 실라트란의 Si-Br 결합에 끼어들기를 하여 여지껏 알려진 바 없는 Si-Sn 결합을 형성하는 것으로 판단된다. 앞으로 남은 과제는 Si-Sn 결합의 정량적인 자료를 얻는 것이며, 새롭게 얻어진 화합물의 유도체 화학을 확장시켜 새로운 물성을 갖는 실라트란 화합물을 합성하는 것이다.

본 연구를 위해 재정적으로 지원해준 한국과학재단에 깊은 감사를 드립니다.

### 인 용 문 헌

- Voronkov, M. G.; Dyakov, V. M.; Kirpichenko, S. V. *J. Organomet. Chem.* **1982**, *223*, 1.
- Gordon, M. S.; Carroll, M. T.; Jensen, J. H. *Organometallics* **1991**, *10*, 2657.
- (a) Kim, M. W.; Uh, D. S.; Kim, S.; Do, Y. *Inorg. Chem.* **1993**, *32*, 5883; (b) Uh, D. S.; Do, Y.; Lee, J.-H.; Suh, I.-H. *Main Group Met. Chem.* **1993**, *16*, 131.
- (a) Carré, F.; Cerveu, G.; Chuit, C.; Corriu, R. J. P.; Nayyar, N. K.; Reye, C. *Organometallics* **1989**, *9*, 1889; (b) Nasim, M.; Saxena, A. K.; Pande, L. M. *Polyhedron* **1988**, *7*, 2189.
- Garant, R. G.; Daniels, L. M.; Das, S. K.; Janakiraman, M. N.; Jacobson, R. A.; Verkade, J. G. *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 5728.
- Oh, A.-S.; Chung, Y. K.; Kim, S. *Organometallics* **1992**, *11*, 1394. and references cited there in; (b) Cerveau, G.; Chuit, C.; Colomer, E.; Corriu, R. J. P.; Reyé, C. *Organometallics* **1990**, *9*, 2415.
- Voronkov, M. G.; *Top. Curr. Chem.* **1979**, *84*, 77.
- Tandura, S. N.; Voronkov, M. G.; Alekseev, N. V. *Top. Curr. Chem.* **1986**, *131*, 99.
- Haiduc, I.; Silvestru, C. *Coord. Chem. Rev.* **1990**, *99*, 253.
- Eaborn, C.; Odell, K. J.; Pidcock, A.; Scollary, G. R. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1976**, 317.
- Chan, D. M. T.; Mayder, T. B. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1988**, *27*, 442.
- Shriver, D. F. *The Manipulations of Air-Sensitive Compounds*; McGraw-Hill: New York, 1969.
- Perrin, D. D.; Armarego, W. L. F.; Perrin, D. R. *Purification of Laboratory Chemicals*, 2nd Ed.; Pergamon: New York, 1980.
- Frye, C. L.; Vincent, C. A.; Finzel, W. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1971**, *93*, 6805.
- Kennedy, J. D.; McFarlane, W. *Multinuclear NMR*; Mason, J., Ed.; Plenum: New York, 1987, Chap. 11.
- V. *Top. Curr. Chem.* **1986**, *131*, 99.
- Haiduc, I.; Silvestru, C. *Coord. Chem. Rev.* **1990**, *99*, 253.
- Eaborn, C.; Odell, K. J.; Pidcock, A.; Scollary, G. R. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1976**, 317.
- Chan, D. M. T.; Mayder, T. B. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1988**, *27*, 442.
- Shriver, D. F. *The Manipulations of Air-Sensitive Compounds*; McGraw-Hill: New York, 1969.
- Perrin, D. D.; Armarego, W. L. F.; Perrin, D. R. *Purification of Laboratory Chemicals*, 2nd Ed.; Pergamon: New York, 1980.
- Frye, C. L.; Vincent, C. A.; Finzel, W. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1971**, *93*, 6805.
- Kennedy, J. D.; McFarlane, W. *Multinuclear NMR*; Mason, J., Ed.; Plenum: New York, 1987, Chap. 11.