

Die Winkel an den  $\text{CF}_3$ -Gruppen zeigen die für diese Gruppen scheinbar typische Streckung des Tetraeders.

Eingegangen am 4. November 1971 [Z 559]

[1] K. Burger, G. Dirnsteiner u. J. Fehn, *Liebigs Ann. Chem.* 747, 45 (1971).

[2] K. Burger, J. Fehn u. A. Gieren, *Liebigs Ann. Chem.*, im Druck.

[3] Programm von K. Zechmeister; W. Hoppe, J. Gassmann u. K. Zechmeister in F. R. Ahmed: *Crystallographic Computing*. Munksgaard, Copenhagen 1970, S. 26.

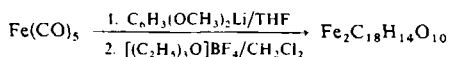
[4] *Tables of Interatomic Distances and Configuration in Molecules and Ions*. The Chemical Society, London 1965, S. 19s.

## Übergangsmetall-Carben-Komplexe als $\pi$ -Liganden —

### [Äthoxy(2,6-dimethoxyphenyl)carben-tetracarbonyl-eisen(0)]tricarbonyl-eisen(0)<sup>[1]</sup>

Von Ernst Otto Fischer, Eberhard Winkler, Gottfried Huttner und Dieter Regler<sup>[\*]</sup>

Bei Untersuchungen zur Darstellung von Carben-carbonyl-eisen-Komplexen setzten wir Pentacarbonyl-eisen mit 2,6-Dimethoxyphenyl-lithium (Molverhältnis 1:1) in Tetrahydrofuran bei tiefer Temperatur um. Nach Äthylierung des dabei gebildeten Acylmetallats ließen sich chromatographisch aus dem Reaktionsprodukt tiefrote Kristalle der durch Totalanalyse gesicherten Bruttozusammensetzung  $\text{Fe}_2\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_{10}$  ( $\text{Fp} = 98^\circ\text{C}$ ) in geringer Ausbeute isolieren.



Damit übereinstimmend tritt im Massenspektrum (50 eV, Atlas- $\text{CH}_4$ ) das Molekül-Ion bei  $m/e = 502$  (bez. auf  $^{56}\text{Fe}$ ) auf. Das Fragmentierungsverhalten der Verbindung beweist das Vorliegen von sieben CO-Liganden. Im IR-Spektrum (KBr) erscheinen hierfür sieben  $\nu_{\text{CO}}$ -Absorptionen bei 2083st, 2025sst, 2004sst, 1981sst, 1965sst, 1935sst, 1895st, die auf eine geringe Symmetrie der  $\text{Fe}_2(\text{CO})_7$ -Gruppierung hinweisen. Die Bande bei 1895  $\text{cm}^{-1}$  läßt auf einen CO-Liganden mit partiellem Brückencharakter schließen.  $^1\text{H}$ -NMR-Untersuchungen lassen jedoch erkennen, daß eine Lösung der Kristalle – unerwartet – zwei Komponenten, vermutlich im Gleichgewicht, enthält. Das Spektrum ( $[\text{D}_6]$ -Aceton) zeigt eine stark aufgespaltene Signalgruppe für Phenylprotonen bei 3.5–4.0  $\tau$ , drei Singuletts bei 5.59, 6.02 und 6.00  $\tau$  im Verhältnis 1:2:1, die den Methoxygruppen zugeordnet werden können, sowie zwei Triplets bei 8.67 und 9.00  $\tau$  im Verhältnis 1:1 für die Methylprotonen der Äthoxygruppe. Die Signale der Methylenprotonen werden durch die sehr intensiven Singuletts der Methoxygruppen verdeckt.

Der Aufbau der neuen Verbindung war anhand dieser Daten noch nicht zu deuten. Die röntgenographische Strukturaufklärung<sup>[2]</sup> führte zu der in der Abbildung wiedergegebenen Geometrie.

[\*] Prof. Dr. E. O. Fischer, Dr. E. Winkler, Dr. G. Huttner und Dipl.-Chem. D. Regler  
Anorganisch-chemisches Laboratorium der Technischen Universität  
8 München 2, Arcisstraße 21

