

**1** (–120°C): aus Pentan in der Kälte: C2/c; Z=4; a=20.972(4), b=9.266(2), c=18.137(5) Å; β=144.01(1)°; V=2071.2(9) Å<sup>3</sup>; ρ<sub>ber</sub>=1.34 g/cm<sup>3</sup>; 3° ≤ 2θ ≤ 60° (MoKα, λ=0.71069 Å, Graphitmonochromator), μ=12.4 cm<sup>-1</sup>; 2469 unabhängige Intensitäten, davon 2320 mit F ≥ 3.5σ(F). Strukturlösung mit Patterson- und Differenz-Fourier-Methoden, Verfeinerung nach der Block-Kaskaden-Methode mit SHELXTL. Die Wasserstoffatome der CH<sub>3</sub>-Gruppen wurden als „riding group“ verfeinert, die Ring-Wasserstoffatome aus einer Differenz-Fourier-Synthese ermittelt und bis R=0.066 verfeinert. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51413, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

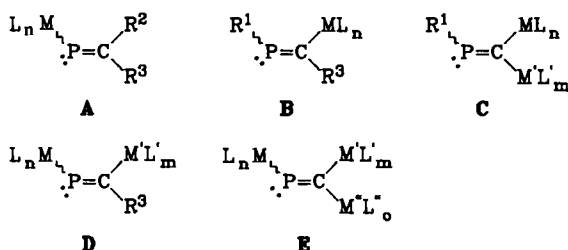
- [4] J. L. Atwood, W. E. Hunter, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1981, 925.  
 [5] P. Jutzi, F. Kohl, P. Hofmann, C. Krüger, Y.-H. Tsay, *Chem. Ber.* 113 (1980) 757.  
 [6] A. H. Cowley, J. G. Lasch, N. C. Norman, C. A. Steward, T. C. Wright, *Organometallics* 2 (1983) 1691.  
 [7] A. H. Cowley, P. Jutzi, F. X. Kohl, J. G. Lasch, N. C. Norman, E. Schlüter, *Angew. Chem.* 96 (1984) 603; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 23 (1984) 616.  
 [8] M. J. Heeg, C. Janiak, J. J. Zuckerman, *J. Am. Chem. Soc.* 106 (1984) 4259.  
 [9] H. Wadehohl, H. Pritzkow, W. Siebert, *Organometallics* 2 (1983) 1899.  
 [10] A. H. Cowley, P. Galow, N. S. Hosmane, P. Jutzi, N. C. Norman, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1984, 1564.  
 [11] G. Schmid, S. Amirkhalili, U. Höhner, D. Kampmann, R. Boese, *Chem. Ber.* 115 (1982) 3830.

## Z-[(η<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)(CO)<sub>2</sub>Fe–P=C(OSiMe<sub>3</sub>)(*t*-Bu)], ein Phosphaalkenylkomplex mit FeP-Einfachbindung\*\*

Von Lothar Weber\*, Klaus Reizig, Roland Boese und Michael Polk

Mehrfachbindungssysteme mit Elementen höherer Perioden (n ≥ 3) sind sowohl präparativ als auch theoretisch sehr interessant<sup>[1]</sup>; auch die Ligandeneigenschaften von Verbindungen mit derartigen Baugruppen wurden untersucht<sup>[1c,2]</sup>. So sind z. B. von Phosphaalkenen und -alkinen η<sup>1</sup>- und η<sup>2</sup>-Komplexe bekannt; Phosphaalkene können terminale oder verbrückende Liganden sein<sup>[3]</sup>. Alle Phosphaalkenkomplexe weisen das intakte R<sup>1</sup>P=CR<sup>2</sup>R<sup>3</sup>-Grundgerüst auf.

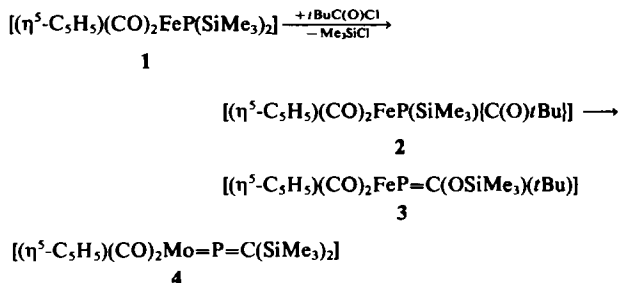
Prinzipiell ist denkbar, die Gruppen R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> eines Phosphaalkens durch Übergangsmetallkomplexfragmente zu ersetzen, was zu den Komplextypen A–E führen würde.



Kürzlich haben wir über die Synthese und Struktur von Rheniumkomplexen des Typs B berichtet<sup>[4]</sup>, während von Cowley et al. der erste Phosphavinylidenkomplex 4 beschrieben wurde<sup>[5]</sup>. Hier soll nun erstmals ein Phosphaal-

kenylkomplex von Eisen, der dem Typ A angehört, vorgestellt werden.

Wir haben hierzu die von Becker entwickelte Synthese von Phosphaalkenen aus Disilylphosphanen und Pivaloylchlorid<sup>[6]</sup> auf den Disilylphosphido-eisenkomplex 1<sup>[7]</sup> übertragen. 1 reagiert mit Pivaloylchlorid zur braunen Titelverbindung 3<sup>[8]</sup>. <sup>31</sup>P-NMR-spektroskopisch ist dabei von –70 bis 22°C keine Zwischenstufe wie 2 nachweisbar.



Konstitution und Konfiguration des isolierten Komplexes 3 wurden durch Elementaranalyse und spektroskopische Methoden gesichert<sup>[8]</sup>. Die Fe(CO)<sub>2</sub>-Gruppe gibt sich im IR-Spektrum durch zwei intensive ν(CO)-Banden zu erkennen. Die charakteristischen Tieffeldverschiebungen der Resonanzen der (C=P)-Einheit und das M<sup>+</sup>-Ion im Massenspektrum sind mit dem monomeren Bau des Komplexes vereinbar. Die Konfiguration an der P=C-Bindung wurde durch Analyse der <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-NMR-Spektren ermittelt. Die Protonen der Me<sub>3</sub>SiO-Einheit wurden als Singulett bei δ=0.44 registriert, während die Resonanzen der *tert*-Butylprotonen wegen der Kopplung mit dem Phosphoratom als Dublett auftreten. Das Dublett bei δ=4.15 wird dem Cyclopentadienylliganden zugeordnet. Aufgrund von Vergleichsdaten<sup>[9]</sup> und der Tatsache, daß Kopplungen zu Resten, die ekliptisch zum freien Elektronenpaar des Phosphoratoms angeordnet sind, größer sind, muß für 3 Z-Konfiguration angenommen werden. Dieser Befund wird durch die Röntgen-Strukturanalyse von 3 bei

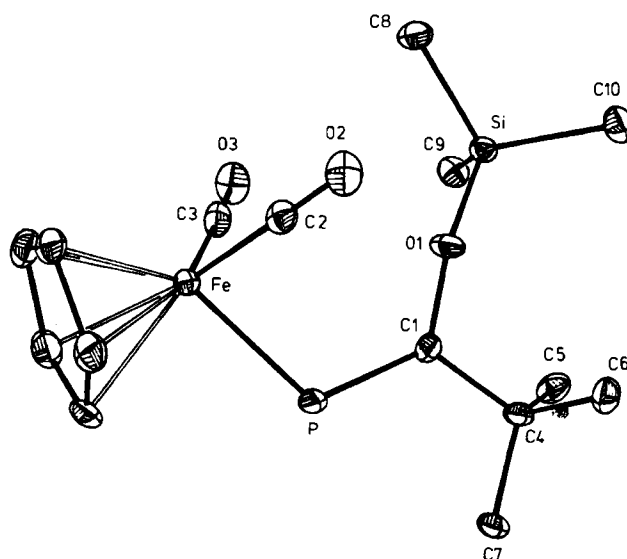


Abb. 1. Struktur von 3 im Kristall. Ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel [°]: Fe–P 229.8(1), P–Cl 170.1(4), C1–O1 136.5(5), C1–C4 152.9(6), Fe–C2 175.3(5), Fe–C3 178.3(5), C2–O2 115.1(6), C3–O3 110.8(7), Fe–C(Ring) 211.2(3) bis 211.9(3); C2–Fe–P 86.2(1), P–Fe–C3 88.8(2), C2–Fe–C3 96.5(2), Fe–P–C1 113.8(2), P–C1–O1 123.9(3), P–C1–C4 120.5(3), O1–C1–C4 115.3(4), C1–O1–Si 144.7(3).

[\*] Priv.-Doz. Dr. L. Weber, Dipl.-Chem. K. Reizig, Dr. R. Boese, Dipl.-Chem. M. Polk  
 Institut für Anorganische Chemie der Universität  
 Universitätsstraße 5–7, D-4300 Essen 1

[\*\*] Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie und von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt.

