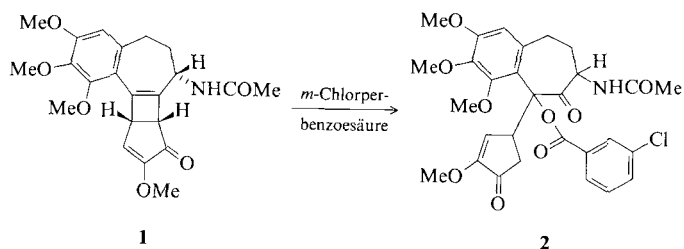


- [5] S. Pohl, W. Saak, Z. *Anorg. Allg. Chem.* 523 (1985) 25.
 [6] W. Saak, S. Pohl, Z. *Anorg. Allg. Chem.* 552 (1987) 186.
 [7] S. A. Koch, L. E. Maelia, *J. Am. Chem. Soc.* 105 (1983) 5944.
 [8] S. Pohl, W. Saak, Z. *Naturforsch. B* 39 (1984) 1236.
 [9] Zur Synthese von FeL_4^0 aus FeCl_4^0 siehe J. L. Ryan, *Inorg. Chem.* 8 (1969) 2058. Die dort beobachtete schnelle Zersetzung von FeL_2^0 bei Normaltemperatur führte zu Syntheseversuchen bei tieferen Temperaturen. Nach unseren Ergebnissen ist diese Zersetzung aber nicht in einer thermodynamischen Instabilität gegenüber Eigenzersetzung, sondern ausschließlich im Verhalten von FeL_2^0 bei Ligandenüberschuß begründet (siehe Text).
 [10] U. Bierbach, W. Saak, S. Pohl, unveröffentlicht.



gestellt. Der Faktor der Intensitätssteigerung bei Verwendung der Sequenz mit zusammengesetzten Pulsen beträgt bis zu drei.

Mit der Sequenz aus zusammengesetzten Pulsen konnte die Struktur des Produkts der Oxidation von **1** mit *m*-Chlorperbenzoesäure und Aufarbeitung unter basischen Bedin-

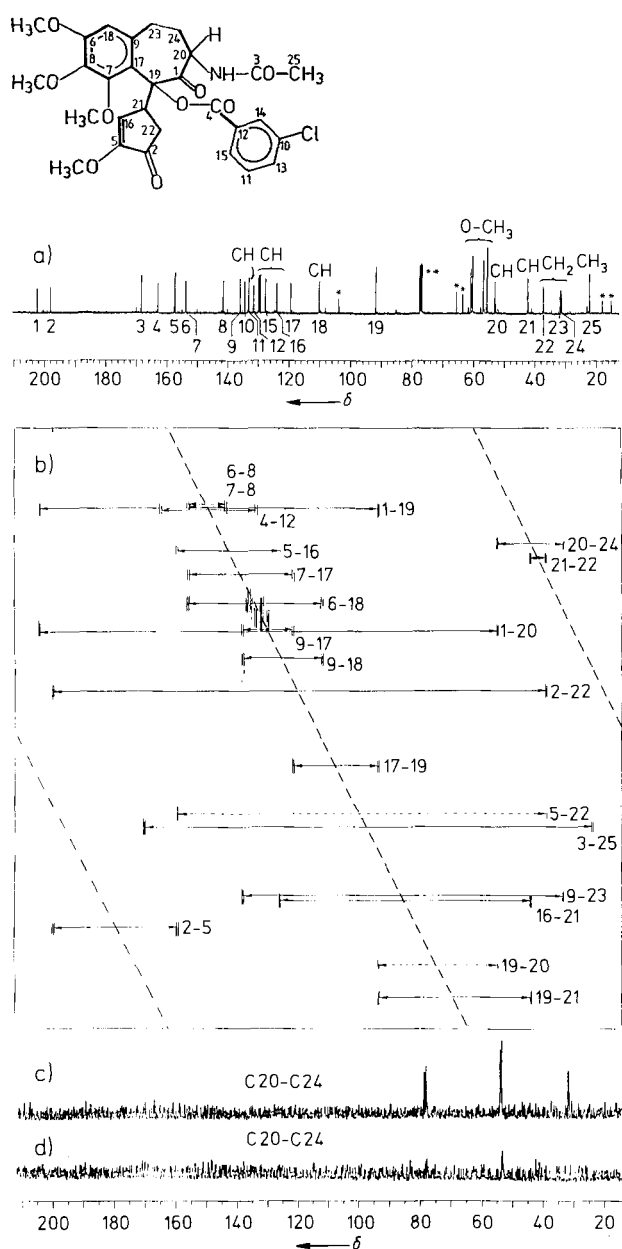


Abb. 3. 100 MHz- ^{13}C -NMR-Spektren von 1.4 g **2** und 5 mg $[\text{Cr}(\text{acac})_3]$ in 3.5 mL CDCl_3 . a) Protonenentkoppeltes Spektrum mit Zuordnung der Signale gemäß der Numerierung in der Formel oben. Signale ohne CH_3 -Angabe rühren von quartären C-Atomen her. * = Signale von Verunreinigungen; ** = Signal von CDCl_3 . b) 2D-INADEQUATE-NMR-Spektrum [13]; Pulsfolge siehe Abbildung 1 c; t_1 -Rauschen des CDCl_3 -Signals aus Gründen der Übersichtlichkeit entfernt. c) Spur der Konnektivität C20–C24 aus a) b). d) Spur der gleichen Konnektivität, jedoch aufgenommen mit der einfachen Pulsfolge nach [2].

gungen aufgeklärt werden (Abb. 3), was weder zweifelsfrei durch NMR-Standard-Techniken^[10] noch durch Röntgenstrukturanalyse (ungeeignete Kristalle) möglich war.

Das 2D-INADEQUATE-NMR-Spektrum mit zusammengesetzten Pulsen (Abb. 3b) zeigt direkt, daß ein **2** entsprechendes Kohlenstoffgerüst vorliegt^[11]. Dagegen sind in dem mit einfachen Pulsen aufgenommenen 2D-INADEQUATE-NMR-Spektrum einige C-C-Konnektivitäten nicht zu erkennen. Wie groß die Unterschiede sein können, zeigen die Spuren in Abbildung 3c und 3d.

Zusammengesetzte Pulse beheben das Problem der ungleichmäßigen Signalintensitäten in 2D-INADEQUATE-NMR-Spektren auch für große Frequenzbereiche ein-drucksvoll und bringen darüber hinaus einen signifikanten Empfindlichkeitsgewinn für diese unempfindliche Technik.

Eingegangen am 23. Dezember 1988,
ergänzte Fassung am 9. März 1989 [Z 3102]

- [1] A. Bax, R. Freeman, T. A. Frenkiel, M. H. Levitt, *J. Magn. Reson.* 43 (1981) 478.
- [2] T. H. Mareci, R. Freeman, *J. Magn. Reson.* 48 (1982) 158.
- [3] Übersicht: J. Buddrus, H. Bauer, *Angew. Chem.* 99 (1987) 642; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 625.
- [4] R. R. Ernst, G. Bodenhausen, A. Wokaun: *Principles of Nuclear Magnetic Resonance in One and Two Dimensions*, Oxford University Press, Oxford 1987, S. 119.
- [5] M. H. Levitt, R. R. Ernst, *Mol. Phys.* 50 (1983) 1109.
- [6] K. V. Schenker, W. von Philipsborn, *J. Magn. Reson.* 66 (1986) 219.
- [7] M. H. Levitt, *Prog. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 18 (1986) 61.
- [8] W. E. Hull, Heidelberg, persönliche Mitteilung.
- [9] Folgt man dem Vorschlag von W. E. Hull (*Methods Stereochem. Anal.* 9 (1987) 198), den letzten 90° -Puls des Lesepulsclusters in Abbildung 1b durch einen 135° -Puls zu ersetzen, erhält man zwar eine die off-resonance-Effekte kompensierende Sequenz, doch erscheinen sämtliche Satellitensignale mit negativen Frequenzen an der Linie $f_1 = 0$ gespiegelt. Diese Spiegelung macht das Spektrum unübersichtlich und damit einen wesentlichen Vorteil der zweidimensionalen Version zunichte.
- [10] J. Buddrus, A. Defoin, C. Krüger, Y.-H. Tsay, H. J. Kuhn, unveröffentlicht.
- [11] Die Konfiguration konnte nicht bestimmt werden, auch nicht aus dem großen NOE-Effekt (^1H -NMR-Spektrum) zwischen der Methoxygruppe an C-5 und der Methylgruppe an C-3.
- [12] Der Offsetparameter ist hier gleich der halben Doppelquantenfrequenz.
- [13] $\tau = 1/(4J)$, ($J = 45 \text{ Hz}$). $f_2 = 19920 \text{ Hz}$ (8K Datenpunkte), $f_1 = 19920 \text{ Hz}$ (64 Datenpunkte). Es wurden 64 Reihen mit je 1536 Akkumulationen aufgenommen. Wiederholungsintervall 4 s (Gesamtmeßzeit 4.5 Tage). Der FID in f_2 wurde mit einer Exponentialfunktion, der FID in f_1 nach Nullenaddition auf 128 mit einer Gauß-Funktion multipliziert. Die Konnektivität 23-24 ist nicht zu erkennen, da ein stark gekoppeltes AB-System vorliegt; Konnektivitäten aus Fernkopplungen sind gestrichelt wiedergegeben. Zuordnung der Signale des Chlorphenylrestes zum Teil durch Vergleich mit Literaturwerten.

Tripeldeckerkomplexe als Zwischenstufen in Ringliganden-Übertragungen**

Von Gerhard E. Herberich*, Barry J. Dunne und Bernd Heßner

Das Prinzip und der präparative Wert von Ringliganden-Übertragungen^[2] sind zuerst von Maitlis et al. an (Cyclobutadien)metall-Komplexen gezeigt worden^[3]. Sie fanden

[*] Prof. Dr. G. E. Herberich, B. J. Dunne, B. Sc., Dr. B. Heßner
Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule
Professor-Pirlet-Straße 1, D-5100 Aachen

[**] Tripeldeckerkomplexe, 7. Mitteilung. Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert. – 6. Mitteilung: [1].