

Metallorganische Lewis-Basen, XV¹⁾

Photochemische Synthese von Hetero-Metall-Metall-Bindungen in Carbonyl-Eisen-Komplexen

Winfried Ehrl und Heinrich Vahrenkamp*

Institut für Anorganische Chemie der Universität München, D-8000 München 2, Meiserstr. 1

Eingegangen am 22. März 1973

Photolyse der Komplexe $(\text{CO})_4\text{Fe}-\text{As}(\text{CH}_3)_2-\text{M}'$ [$\text{M}' = \text{Mo}(\text{CO})_3\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{W}(\text{CO})_3\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{Mn}(\text{CO})_5$, $\text{Co}(\text{CO})_4$] in Lösung ergab die Hetero-Zweikernkomplexe mit Metall-Metall-Bindung $(\text{CO})_4\text{Fe}[\mu-\text{As}(\text{CH}_3)_2]\text{M}''$ [$\text{M}'' = \text{Mo}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{W}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{Mn}(\text{CO})_4$, $\text{Co}(\text{CO})_3$] (2a–d). Sie sind orange bis rotbraun, luftstabil und sehr flüchtig.

Organometallic Lewis Bases, XV¹⁾

Photochemical Synthesis of Hetero-Metal-Metal Bonds in Carbonyl Iron Complexes

Photolysis of the complexes $(\text{CO})_4\text{Fe}-\text{As}(\text{CH}_3)_2-\text{M}'$ [$\text{M}' = \text{Mo}(\text{CO})_3\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{W}(\text{CO})_3\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{Mn}(\text{CO})_5$, $\text{Co}(\text{CO})_4$] in solution yielded the hetero-dinuclear complexes with metal-metal bonds $(\text{CO})_4\text{Fe}[\mu-\text{As}(\text{CH}_3)_2]\text{M}''$ [$\text{M}'' = \text{Mo}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{W}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$, $\text{Mn}(\text{CO})_4$, $\text{Co}(\text{CO})_3$] (2a–d). They are orange to red-brown, stable towards air, and very volatile.

Unsere Versuche zur Umwandlung einfach basenverbrückter Komplexe in Komplexe mit Metall-Metall-Bindungen waren bis jetzt erfolglos²⁾. Sie beruhen auf der Hypothese, daß zwei Metalle dann eine Bindung bilden können, wenn man sie nahe beieinander in einen Komplex einbaut und die Metall-Metall-Bindung durch ein basisches Brückenatom unterstützt. Die Hypothese rührt von unseren Erfahrungen mit Schwefelverbrückten Mehrkernkomplexen her^{3,4)}, bei denen sich leicht unter Austritt von Carbonylgruppen Cluster bilden, die von Schwefelatomen überbrückt sind.

Beim Übergang von Schwefel zu Phosphor und Arsen als Brückenatome macht sich aber ein charakteristischer Unterschied bemerkbar. Während die Ausgangsverbindungen für die Cluster-Synthese, nämlich die einfach basenverbrückten Zweikernkomplexe, mit Schwefel als Brückenatom nur in wenigen Fällen isoliert werden konnten⁵⁾, sind sie mit Phosphor und Arsen als Brückenatomen sehr stabil und kaum noch zur Weiterreaktion bereit¹⁾. Ein wesentlicher Grund dafür dürfte sein, daß Sulfane auch nach Ausbildung einer koordinativen Bindung noch ein freies Elektronenpaar und damit eine merkliche Basizität haben, während Phosphane und Arsane nach Betätigung ihrer koordinativen Valenz abgesättigt und unreaktiv sind.

¹⁾ XIV. Mitteil.: W. Ehrl und H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 106, 2556 (1973), vorstehend.

²⁾ W. Ehrl und H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 106, 2550 (1973).

³⁾ P. J. Vergamini, H. Vahrenkamp und L. F. Dahl, J. Amer. Chem. Soc. 93, 6326 (1971).

⁴⁾ H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 103, 3580 (1970).

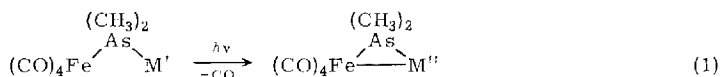
⁵⁾ W. Ehrl und H. Vahrenkamp, Chem. Ber. 105, 1471 (1972).

Andererseits ist aber eine ganze Zahl von Komplexen mit Metall-Metall-Bindung und einfacher Phosphin- bzw. Arsin-Brücke bekannt⁶⁻¹¹⁾, die auf anderen Wegen gewonnen wurden. Es scheint deshalb nur an der Wahl der Ausgangskomplexe zu liegen, ob die gewünschte Umlagerung in Metall-Metall-verbundene Spezies zu erzielen ist oder nicht. Durch Variation der an den einfach basenverbrückten Zweikernkomplexen beteiligten Metalle versuchen wir daher, Regeln zu finden, die den systematischen Aufbau von Metall-Metall-Bindungen erleichtern.

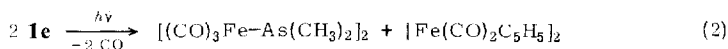
Einen ersten Erfolg in dieser Richtung brachten die Tetracarbonyleisenkomplexe **1**¹⁾. Über ihre photochemische Umwandlung berichtet die vorliegende Arbeit.

Die Metall-Metall-verknüpften Zweikernkomplexe

Bei Bestrahlung in Benzol- oder Cyclohexan-Lösung wandelten sich die Komplexe **1a—d** in guten Ausbeuten in die Zweikernkomplexe **2** mit Metall-Metall-Bindung um, wobei CO entwich:



	M ^I		M ^{II}
1a	Mo(CO) ₃ C ₅ H ₅	2a	Mo(CO) ₂ C ₅ H ₅
b	W(CO) ₃ C ₅ H ₅	b	W(CO) ₂ C ₅ H ₅
c	Mn(CO) ₅	c	Mn(CO) ₄
d	Co(CO) ₄	d	Co(CO) ₃
e	Fe(CO) ₂ C ₅ H ₅		



In den Ausgangskomplexen **1** hat das Eisen die Koordinationszahl 5. Als eine treibende Kraft der Reaktion (1) kann die Erhöhung der Koordinationszahl auf 6 angenommen werden, wobei eine angenähert oktaedrische Umgebung des Eisens resultiert. Falls diese Annahme sich verallgemeinern läßt, dann sollte analog zu (1) die Synthese von weiteren Hetero-Zweikernkomplexen möglich sein. Denn es sind zahlreiche Carbonylverbindungen von Metallen der achten Nebengruppe mit niedrigen Koordinationszahlen bekannt.

Für den Komplex **1e** führte die Photolyse nicht zum gewünschten Produkt **2**. Es trat vielmehr Disproportionierung gemäß (2) ein.

⁶⁾ B. C. Benson, R. Jackson, K. K. Joshi und D. T. Thompson, J. C. S. Chem. Commun. **1968**, 1506.

⁷⁾ K. Yasufuku und H. Yamazaki, J. Organomet. Chem. **28**, 415 (1971).

⁸⁾ R. J. Haines und C. R. Nolte, J. Organomet. Chem. **36**, 163 (1972).

⁹⁾ R. J. Haines, R. Mason, J. Zubietta und C. R. Nolte, J. C. S. Chem. Commun. **1972**, 990.

¹⁰⁾ F. W. B. Einstein und A. M. Svenson, J. Amer. Chem. Soc. **91**, 3663 (1969).

¹¹⁾ F. W. B. Einstein und R. D. G. Jones, J. C. S. Dalton **1972**, 2563.

Diese Disproportionierung ist verwandt mit der Zersetzung der nicht isolierbaren Komplexe $(\text{CO})_4\text{Fe}-\text{SR}-\text{Fe}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$, die zu $[(\text{CO})_3\text{Fe}-\text{SR}]_2$ und $[\text{Fe}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5]_2$ führt⁸⁾. Sie ist aber verschieden von derjenigen der Komplexe $(\text{CO})_5\text{Cr}-\text{As}(\text{CH}_3)_2-\text{M}'^{2)}$. Bei letzteren wird die koordinative Cr—As-Bindung gespalten, und es entstehen $\text{Cr}(\text{CO})_6$ und ein zweikerniger arsenverbrückter Komplex von M' . Bei **1e** dagegen bleibt die koordinative Fe—As-Bindung erhalten, und die M' -Einheit findet sich als einfacher Metall-Carbonyl-Komplex wieder. Ob bei dieser Zersetzung ein Komplex **2** als Zwischenstufe vorkommt, läßt sich nicht entscheiden.

Tab. 1 gibt die wichtigsten Eigenschaften der Komplexe **2** an. Sie sind kristallin und in fester Form luftstabil. Sie sind thermisch wesentlich stabiler als ihre Ausgangskomplexe **1** und lösen sich mäßig in Kohlenwasserstoffen, gut in Benzol, Äthern und Chloroform. Auffallend ist ihre große Flüchtigkeit. **2c** und **d** lassen sich bei Raumtemperatur im Vakuum sublimieren. **2c** bildet beim Lagern unter Normaldruck lange dünne Nadeln aus, die durch den ganzen Kolben wachsen.

Tab. 1. Eigenschaften und NMR-Spektren der Zweikernkomplexe $(\text{CO})_4\text{Fe}[\mu-\text{As}(\text{CH}_3)_2]\text{M}''$

M''		Farbe	Zers.-P.	Ausb. (%)	δAsCH_3 (ppm)	$\delta\text{C}_5\text{H}_5$ (ppm)
$\text{Mo}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$	2a	rot	115°C	73	−1.46	−4.69
$\text{W}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$	2b	rot	120°C	57	−1.47	−4.68
$\text{Mn}(\text{CO})_4$	2c	orange	145°C	52	−1.26	
$\text{Co}(\text{CO})_3$	2d	rotbraun	124°C	86	−1.27	

Die Komplexe **1** und **2** gehorchen der Edelgasregel, wodurch beide Metalle die 18-Elektronen-Schale erreichen. Dies ist in Abwesenheit eines Strukturbeweises das stärkste Argument für die Metall-Metall-Bindung. In den Komplexen **1** ist die Eisen-Arsen-Bindung eine koordinative Bindung, zu der das Arsenatom beide Elektronen beigesteuert hat. Die Edelgasregel erfordert, daß in den Komplexen **2** die As— M'' -Bindung beide Elektronen vom Arsen erhält, wenn zu der Fe— M'' -Bindung je ein Elektron vom Eisen und von M'' beigestragen wird. Die Umwandlung von **1** in **2** setzt demnach eine drastische räumliche und elektronische Veränderung voraus, die durch Gleichung (1) nur unvollständig wiedergegeben wird.

Analysen, Molekülmassen und Spektren (s.u.) lassen für die Komplexe **2** nur eine Formulierung mit Metall-Metall-Bindung zu. Für **2c** erbrachte die Röntgenanalyse¹²⁾ den Strukturbeweis.

Spektroskopische Untersuchungen

Die NMR-Spektren der Komplexe **2** zeigen die erwarteten Signale, vgl. Tab. 1. Gegenüber den Ausgangskomplexen **1** liegen die AsCH_3 -Signale um 0.2—0.3 ppm zu höherem Feld verschoben. Anscheinend wird durch die Ausbildung der Metall-Metall-Bindung die Fe—As— M'' -Gruppierung elektronenreicher, wodurch eine

¹²⁾ H. Vahrenkamp, Chem. Ber. **106**, 2570 (1973), nachstehend.

höhere magnetische Abschirmung der CH_3 -Protonen erreicht wird. Daraus kann gefolgert werden, daß sich die Signallage der Arsen-Methyl-Gruppe gut zur Charakterisierung dieser und noch unbekannter ähnlicher Komplexe eignet. Die Cyclopentadienyl-Signale sprechen nicht auf diesen Effekt an. Sie liegen in den bisher untersuchten arsenverbrückten Komplexen (vgl. ^{1, 2}) praktisch konstant.

Tab. 2. IR-Spektren der Komplexe 2

Komplex	CO-Valenzschwingungen (cm^{-1})				
2a	2070 st 1938 sst	2015 st 1929 s	1988 sst 1874 sst	1980 st	1963 s
2b	2075 st 1931 sst	2021 st 1918 s	1990 sst 1866 sst	1980 st	1958 s
2c	2100 s	2045 sst	2018 sst	1961 Sch	1954 st
2d	2096 st	2037 sst	2010 sst	1980 m	1964 m

Die IR-Daten der Komplexe **2** sind in Tab. 2 aufgeführt. Die geringe Symmetrie und die Neuartigkeit der Verbindungen erlauben keine Zuordnung einzelner Valenzschwingungsbanden. Insbesondere fällt es schwer, die zu einer *cis*-Tetracarbonyl-eisen-Gruppe¹³⁾ gehörenden Schwingungen zu identifizieren. Am ehesten lassen sich noch die beiden sehr starken Banden bei 1935 und 1870 cm^{-1} in **2a** und **b** einer Mo- bzw. $\text{W}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5$ -Gruppe zuordnen, wie ein Vergleich mit $[(\text{CH}_3)_2\text{As}-\text{Mo}(\text{CO})_2\text{C}_5\text{H}_5]_2$ ¹⁴⁾ ergibt. Die große Zahl weiterer CO-Valenzschwingungen in diesen beiden Molekülen läßt kaum eine andere Deutung zu, als daß Isomere vorliegen, die sich durch die Stellung der Liganden am Mo- bzw. W-Atom unterscheiden. Die NMR-Spektren der Komplexe zeigen dies allerdings nicht durch eine Aufspaltung der Signale an. Sind die IR-Spektren von **2a** und **b** recht kompliziert, so sind diejenigen von **2c** und **d** vergleichsweise zu einfach. Ohne Versuch einer Interpretation wird nur die Verwandtschaft der Spektren von **2a, b** einerseits und **2c, d** andererseits konstatiert, die auf die Strukturverwandtschaft innerhalb der beiden Gruppen hindeutet.

Zur Absicherung der Strukturen wurden von allen Verbindungen **2** die Massenspektren aufgenommen (Tab. 3). In allen Fällen taucht das Molekül-Ion auf, und alle Komplexe geben nacheinander die erwartete Zahl von CO-Gruppen ab. Die Cyclopentadienylgruppen sind weitaus fester gebunden als die Carbonylgruppen und werden bis hinab zu niedrigen Massenzahlen nicht abgegeben. Als einfachste Gerüstbruchstücke sind $\text{FeAsMoC}_5\text{H}_5$, FeAsW , FeAsMn und FeAsCo zu beobachten. Unterhalb dieser Bruchstücke wurden nicht alle Peaks zugeordnet, es werden nur noch die wichtigsten Massenzahlen angegeben. Die Bruchstücke FeMn und FeCo bestärken für **2c** und **d** die Annahme einer Metall-Metall-Bindung.

¹³⁾ J. Dalton, I. Paul und F. G. A. Stone, J. Chem. Soc. A **1968**, 1212.

¹⁴⁾ R. G. Hayter, Inorg. Chem. **2**, 1031 (1963).

Tab. 3. Massenspektrum von **2a** (55°C)

Fragment	Masse ^{a)}	Relat. Int.	Fragment	Masse ^{a)}	Relat. Int.
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO) ₆	492	6	FeAsMoC ₅ H ₅	294	22
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO) ₅	464	2	As(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅	268	11
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO) ₄	436	6	AsCH ₃ MoC ₅ H ₅	253	100
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO) ₃	408	9	AsMoC ₅ H ₅	238	24
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO) ₂	380	9	MoC ₅ H ₅	163	22
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅ (CO)	352	56	FeAs	131	13
FeAs(CH ₃) ₂ MoC ₅ H ₅	324	50	Mo	98	13
FeAsCH ₃ MoC ₅ H ₅	309	17	Fe	56	17

^{a)} Bezogen auf die Isotope ⁵⁶Fe und ⁹⁸Mo.Massenspektrum von **2b** (50°C)

Fragment	Masse ^{a)}	Relat. Int.	Fragment	Masse ^{a)}	Relat. Int.
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO) ₆	580	17	FeAsCH ₃ WC ₅ H ₅	397	24
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO) ₅	552	7	FeAsWC ₅ H ₅	382	31
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO) ₄	524	11	As(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅	356	9
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO) ₃	496	13	AsCH ₃ WC ₅ H ₅	341	13
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO) ₂	468	16	FeAsW	317	5
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅ (CO)	440	100	W	186	1
FeAs(CH ₃) ₂ WC ₅ H ₅	412	37	Fe	56	19

^{a)} Bezogen auf die Isotope ⁵⁶Fe und ¹⁸⁶W.Massenspektrum von **2c** (20°C)

Fragment	Masse	Relat. Int.	Fragment	Masse	Relat. Int.
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₈	440	29	FeAs(CH ₃) ₂	161	4
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₇	412	1	As(CH ₃) ₂ Mn	160	6
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₆	384	24	FeAsCH ₃	146	4
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₅	356	22	AsCH ₃ Mn	145	12
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₄	328	32	FeAs	131	7
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₃	300	74	MnAs	130	5
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO) ₂	272	68	FeMn	111	16
FeAs(CH ₃) ₂ Mn(CO)	244	54	As	75	40
FeAs(CH ₃) ₂ Mn	216	76	Fe	56	17
FeAsCH ₃ Mn	201	16	Mn	55	52
FeAsMn	186	100			

Massenspektrum von **2d** (15°C)

Fragment	Masse	Relat. Int.	Fragment	Masse	Relat. Int.
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₇	416	29	As(CH ₃) ₂ Co	164	9
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₆	388	70	FeAs(CH ₃) ₂	161	11
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₅	360	14	AsCH ₃ Co	149	18
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₄	332	30	FeAsCH ₃	146	17
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₃	304	55	AsCo	134	14
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO) ₂	276	100	FeAs	131	22
FeAs(CH ₃) ₂ Co(CO)	248	100	FeCo	115	71
FeAs(CH ₃) ₂ Co	220	94	As	75	55
FeAsCH ₃ Co	205	61	Co	59	43
FeAsCo	190	100	Fe	56	47

Interessant ist der Vergleich der Massenspektren von **2c** und **1c**¹⁾. Die beiden Komplexe unterscheiden sich nur um eine CO-Gruppe. Der äußerst ähnliche Verlauf der massenspektrometrischen Zersetzung für beide Komplexe läßt es fast als sicher erscheinen, daß **2c** auch im Massenspektrometer unmittelbar aus **1c** nach Abgabe einer CO-Gruppe entsteht. Insbesondere zeigt auch das Massenspektrum von **1c** das FeMn-Fragment, obwohl **1c** keine Fe—Mn-Bindung enthält. Das unterstreicht die Leichtigkeit der Bildung von Komplexen wie **2**, wenn nur die räumlichen Voraussetzungen erfüllt sind.

Weitere Untersuchungen in unserem Arbeitskreis sollen klären, ob die Bildung von Metall-Metall-Bindungen in diesen Komplexen tatsächlich vorwiegend vom räumlichen Aufbau der Verbindungen abhängt und ob mit ähnlichen Überlegungen ein Zugang zu mehrkernigen Gebilden gefunden werden kann.

Wir danken Herrn Prof. Dr. H. Nöth für die Unterstützung dieser Arbeit aus Mitteln des Instituts, Herrn Dr. H. Bachhuber für die Aufnahme der Massenspektren und der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* für eine Sachbeihilfe.

Experimenteller Teil

Die allgemeinen präparativen und apparativen Techniken waren dieselben wie in der vorstehenden Publikation¹⁾. Zu den Photolysen diente ein Hanau-TQ 150-Quecksilber-Hochdruckbrenner in wassergekühlter Quarzapparatur.

Dicarbonylcyclopentadienyl-μ-(dimethylarsenido)-(tetracarbonylferrio)molybdän (2a): 0.61 g (0.95 mmol) **1a** wurden in 10 ml Cyclohexan 1 h in einem Duranglasgefäß aus 10 cm Entfernung bestrahlt. Anschließend wurde filtriert und das Lösungsmittel abgezogen. Es verblieb ein rotes Öl, das beim Anreiben mit Hexan kristallisierte. Nach Abfiltrieren, Waschen mit wenig Hexan und Trocknen i. Hochvak. wurden 0.35 g (73%) rotes **2a** vom Schmp. 115°C (Zers.) gewonnen.

$C_{13}H_{11}AsFeMoO_6$ (490.0) Ber. C 31.87 H 2.26 Fe 11.40
Gef. C 31.38 H 2.42 Fe 11.91
Mol.-Masse 490 (massenspektrometr.)

Dicarbonylcyclopentadienyl-μ-(dimethylarsenido)-(tetracarbonylferrio)wolfram (2b): Wie vorstehend aus 0.49 g (0.8 mmol) **1b**. 0.29 g (57%) rote Kristalle, Schmp. 120°C (Zers.).

$C_{13}H_{11}AsFeO_6W$ (577.9) Ber. C 27.02 H 1.92 Fe 9.67
Gef. C 26.71 H 2.05 Fe 10.20
Mol.-Masse 578 (massenspektrometr.)

Tetracarbonyl-μ-(dimethylarsenido)-(tetracarbonylferrio)mangan (2c): 1.20 g (2.56 mmol) **1c** in 100 ml Cyclohexan wurden 4 h bestrahlt. Die dunkle trübe Lösung wurde filtriert und eingedampft. Da das Rohprodukt nicht zur Kristallisation gebracht werden konnte, wurde es über eine 30 cm lange Säule aus Silicagel chromatographiert. Die mit 500 ml Petroläther (80–110°C) eluierte gelbe Lösung wurde bis auf 3 ml eingedampft, mit Eis gekühlt, filtriert, und mit ganz wenig kaltem Hexan gewaschen. Es hinterblieben 0.59 g (52%) orangefarbiges **2c** vom Schmp. 145°C (Zers.).

$C_{10}H_6AsFeMnO_8$ (439.9) Ber. C 27.31 H 1.37 Fe 12.70
Gef. C 27.42 H 1.49 Fe 12.22
Mol.-Masse 440 (massenspektrometr.)

Tetracarbonyl-μ-(dimethylarsenido)-(tricarbonylcobalto)eisen (2d): Wie **2a** aus 0.85 g (1.92 mmol) **1d**. Man erhielt 0.68 g (86%) rotbraunes Kristallpulver vom Schmp. 123–125°C (Zers.).

$\text{C}_9\text{H}_6\text{AsCoFeO}_7$ (415.8) Ber. C 25.99 H 1.45 Fe 13.43

Gef. C 26.27 H 1.59 Fe 13.27

Mol.-Masse 416 (massenspektrometr.)

Photolyse von 1e: 0.83 g (1.85 mmol) **1e** wurden wie **1a** bestrahlt. Danach zeigte das IR-Spektrum der Reaktionslösung kein Ausgangsprodukt mehr an. Das Reaktionsgemisch wurde eingedampft und der Rückstand mit Hexan extrahiert. Aus der Hexanlösung erhielt man orangefarbene Kristalle vom Schmp. 209°C, die NMR- und IR-spektroskopisch mit dem schon beschriebenen Komplex $[(\text{CO})_3\text{Fe}-\text{As}(\text{CH}_3)_2]_2$ ¹⁵⁾ identisch waren. Der in Hexan unlösliche Anteil enthielt laut IR-Spektrum neben anderen nicht identifizierten Produkten die dimere Eisenverbindung $[\text{C}_5\text{H}_5(\text{CO})_2\text{Fe}]_2$ ¹⁶⁾.

¹⁵⁾ R. G. Hayter, Inorg. Chem. **3**, 711 (1964).

¹⁶⁾ T. S. Piper, F. A. Cotton und G. Wilkinson, J. Inorg. Nucl. Chem. **1**, 165 (1956).