

# CHEMISCHE BERICHTE

In Fortsetzung der

BERICHTE DER DEUTSCHEN CHEMISCHEN GESELLSCHAFT

herausgegeben von der

GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER

111. Jahrg. Nr. 9

S. 3019–3282

## Cyclopropene als Komplexligenanden: Darstellung und Struktur von Komplexen des Typs ( $\eta^3:\eta^1$ -Allylcarbonyl)tricarbonyleisen, ( $\eta^3:\eta^1$ -C<sub>3</sub>R<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>R<sup>3'</sup>CO)Fe(CO)<sub>3</sub>, und Hexacarbonyl- $\mu$ - (phenylallyl)-dieisen(Fe–Fe), (C<sub>3</sub>PhR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>)Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>

Gerd Dettlaf, Ulrich Behrens und Erwin Weiss\*

Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg,  
Martin-Luther-King-Platz 6, D-2000 Hamburg 13

Eingegangen am 14. Dezember 1977

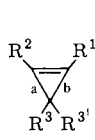
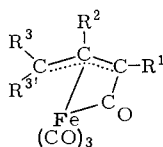
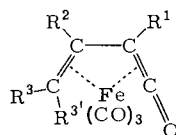
Cyclopropene (**1a–e**) reagieren mit Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> im Molverhältnis 1:1 unter Öffnung des Dreirings und CO-Einschiebung zu ( $\eta^3:\eta^1$ -Allylcarbonyl)tricarbonyleisen-Komplexen (**2a–e**). Die Struktur von Tricarbonyl( $\eta^3:\eta^1$ -1,2,3-triphenylallylcarbonyl)eisen (**2d**) wurde röntgenographisch bestimmt. – 3-Phenylsubstituierte Cyclopropene (**1d–f**) reagieren mit überschüssigem Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> zu Hexacarbonyl- $\mu$ -( $\eta^2$ -phenyl- $\eta^3:\eta^1$ -allyl)-dieisen(Fe–Fe)-Komplexen (**4d–f**). **4d** und **e** entstehen auch aus **2d** und **e** mit weiterem Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub>. Die Kristallstruktur von Hexacarbonyl- $\mu$ -( $\eta^2$ ,2,3-triphenyl- $\eta^3:\eta^1$ -allyl)-dieisen(Fe–Fe) (**4d**) wurde gleichfalls ermittelt.

### Cyclopropenes as Complex Ligands:

Preparation and Structure of Complexes of the Types ( $\eta^3:\eta^1$ -Allylcarbonyl)tricarbonyliron,  
( $\eta^3:\eta^1$ -C<sub>3</sub>R<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>R<sup>3'</sup>CO)Fe(CO)<sub>3</sub>, and Hexacarbonyl- $\mu$ -(phenylallyl)-diiron(Fe–Fe),  
(C<sub>3</sub>PhR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>)Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>

Cyclopropenes (**1a–e**) react with Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> in the molar ratio 1:1 to give ( $\eta^3:\eta^1$ -allylcarbonyl)tricarbonyliron compounds (**2a–e**) with opening of the three-membered ring and insertion of CO. The structure of tricarbonyl( $\eta^3:\eta^1$ -1,2,3-triphenylallylcarbonyl)iron (**2d**) has been determined by X-ray analysis. – 3-Phenyl-substituted cyclopropenes (**1d–f**) react with excess Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> to give hexacarbonyl- $\mu$ -( $\eta^2$ -phenyl- $\eta^3:\eta^1$ -allyl)diiron(Fe–Fe) complexes (**4d–f**). **4d** and **e** are also formed from **2d** and **e** with additional Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub>. The crystal structure of hexacarbonyl- $\mu$ -( $\eta^2$ ,2,3-triphenyl- $\eta^3:\eta^1$ -allyl)-diiron(Fe–Fe) (**4d**) has also been determined.

Cyclopropene können mit Übergangsmetallverbindungen sowohl unter Erhalt des Dreiringes<sup>1,2)</sup> (Ausbildung von Olefinkomplexen) als auch unter Öffnung des Ringes und Ausbildung eines  $\eta^3$ -Allylsystems<sup>3)</sup> reagieren. Bei der Reaktion von 1,3,3-Tri-methylcyclopropen (**1a**) mit  $\text{Fe}_3(\text{CO})_{12}$  in siedendem Benzol erhielt King<sup>4)</sup> in geringer Ausbeute einen Komplex, für den er auf Grund spektroskopischer Befunde die „Vinylketen“-Strukturen **3a** oder **b** vorschlug. Eine „Vinylketen“-Struktur (**3c**) wird ebenfalls für einen bei der Reaktion von 2-Methoxyallylchlorid mit  $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$  entstehenden Komplex<sup>5)</sup> vorgeschlagen.

**1****2**

<b>3</b>	$\text{R}^1$	$\text{R}^2$	$\text{R}^3$	$\text{R}^{3'}$
<b>a</b>	$\text{CH}_3$	H	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$
<b>b</b>	H	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$
<b>c</b>	H	$\text{OCH}_3$	H	H

<b>1,2</b>	$\text{R}^1$	$\text{R}^2$	$\text{R}^3$	$\text{R}^{3'}$
<b>a</b>	$\text{CH}_3$	H	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$
<b>b</b>	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$	$\text{CH}_3$
<b>c</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	H	H
<b>d</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	H
<b>e</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{CH}_3$
<b>f</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$

## Präparative Ergebnisse

Um zu prüfen, ob Cyclopropene auch unter schonenden Bedingungen mit Eisen-carbonylen generell unter Ringöffnung und CO-Einschiebung reagieren, wurden die Cyclopropene **1a–f** mit  $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$  bei 0 bzw. 20°C im Molverhältnis 1 : 1 umgesetzt. Die Cyclopropene **1a–e** lieferten Komplexe der allgemeinen Zusammensetzung  $(\text{C}_3\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{R}^{3'}\text{CO})\text{Fe}(\text{CO})_3$  (**2a–e**) (Ausbeuten 33–91%), deren Strukturen nach der am Komplex **2d** durchgeführten Röntgenstrukturuntersuchung jedoch nicht gemäß **3**, sondern besser nach **2** beschrieben werden.

Prinzipiell können die Komplexe **2** in verschiedenen isomeren Formen auftreten, von denen bei der Reaktion jedoch immer nur eine gebildet wird. Öffnet sich bei der Einschiebung der  $\text{Fe}(\text{CO})_4$ -Gruppe in den Cyclopropenring die Bindung *b*, so entstehen Komplexe gemäß **2**; bei Öffnung der Bindung *a* wären die Substituenten  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  in **2** vertauscht. Ferner kann *syn-anti*-Isomerie der Substituenten  $\text{R}^3$  und  $\text{R}^{3'}$  auftreten, so daß bei verschiedenen Gruppen  $\text{R}^1$  bis  $\text{R}^{3'}$  insgesamt vier Isomere vorkommen können.

<sup>1)</sup> J. P. Visser, A. J. Schipperijn und J. Lukas, J. Organomet. Chem. **47**, 433 (1973).

<sup>2)</sup> J. J. DeBoer und D. Bright, J. Chem. Soc., Dalton Trans. **1975**, 662.

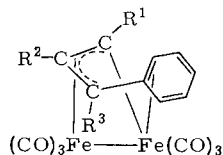
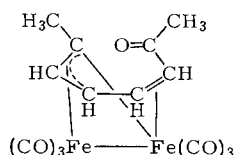
<sup>3)</sup> P. Mushak und M. A. Battiste, J. Organomet. Chem. **17**, P46 (1969).

<sup>4)</sup> R. B. King, Inorg. Chem. **2**, 642 (1963).

<sup>5)</sup> A. E. Hill und H. M. R. Hoffmann, J. Chem. Soc. Chem. Commun. **1972**, 574.

Die in 3-Stellung phenylsubstituierten Cyclopropene **1d–f** reagieren mit einem großen Überschuß an  $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$  zu Komplexen der allgemeinen Zusammensetzung  $(\text{C}_3\text{PhR}^1\text{R}^2\text{R}^3)\text{Fe}_2(\text{CO})_6$  (**4d–f**). Die Komplexe **4d** und **e** erhält man ebenfalls, wenn man die einkernigen Komplexe **2d** und **e** mit weiterem  $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$  umsetzt, der **4f** entsprechende einkernige Komplex **2** konnte bisher nicht isoliert werden.

<b>4</b>	$\text{R}^1$	$\text{R}^2$	$\text{R}^3$
<b>d</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	H
<b>e</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{CH}_3$
<b>f</b>	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$	$\text{C}_6\text{H}_5$

**4****5**

Die Verbindungen **2** können als Zwischenstufen bei der Bildung von **4** aufgefaßt werden; **4** entsteht allerdings nur, wenn in **2** einer der Reste  $\text{R}^3$  und  $\text{R}^{3'}$  eine Phenylgruppe ist. An Stelle der Phenylgruppe kann auch ein anderer Substituent mit einer koordinationsfähigen Doppelbindung treten. Dies ist bei **5** der Fall, welches bei der Photoreaktion von 2,7-Dimethyloxepin mit  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  entsteht<sup>6)</sup>.

## Röntgenographische Untersuchungen

### Röntgenstrukturuntersuchung von $(\text{C}_3\text{Ph}_3\text{HCO})\text{Fe}(\text{CO})_3$ (**2d**)

Der Komplex kristallisiert aus Hexan in Form kleiner Prismen.

**Kristalldaten:**  $\text{C}_{25}\text{H}_{16}\text{FeO}_4$ , triklin, Raumgruppe  $P\bar{1}$ ,  $a = 1241.8(5)$ ,  $b = 989.1(4)$ ,  $c = 1050.8(6)$  pm,  $\alpha = 107.99(2)$ ,  $\beta = 104.35(2)$ ,  $\gamma = 112.74(2)^\circ$ ,  $V = 1028 \cdot 10^6$  pm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{rönt.}} = 1.41$  g · cm<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Mo-K}\alpha) = 7.80$  cm<sup>-1</sup>.

Zur Sammlung der Intensitäten wurde ein Kristall der Größe  $0.25 \times 0.25 \times 0.3$  mm auf einem automatischen Vierkreis-Einkristalldiffraktometer vermessen. 2555 symmetrisch unab-

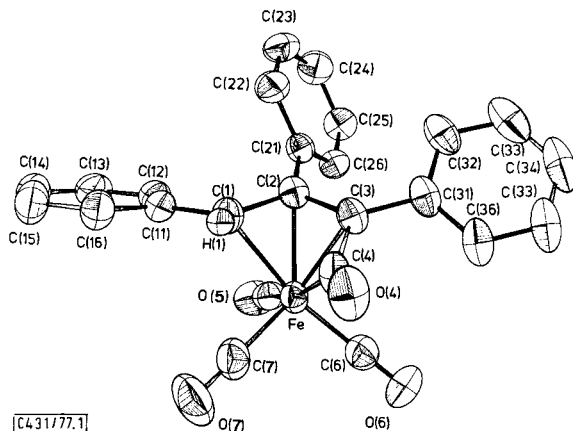


Abb. 1. Molekülstruktur von  $(\text{C}_3\text{Ph}_3\text{HCO})\text{Fe}(\text{CO})_3$  (**2d**)

<sup>6)</sup> R. Aumann, H. Averbek und C. Krüger, Chem. Ber. **108**, 3336 (1975).

hängige Reflexe ( $F > 3\sigma$ ) im Bereich  $2^\circ < \Theta < 25^\circ$  wurden registriert. Die Umwandlung der Intensitäten in Strukturformfaktoren, die Lösung und Verfeinerung der Struktur geschah wie in Lit.<sup>7)</sup> beschrieben (abschließender  $R$ -Wert 3.4%, alle Nichtwasserstoffatome anisotrope Temperaturfaktoren, Wasserstoff isotrope Temperaturfaktoren).

Die Strukturparameter sind in Tab. 1 aufgeführt. Abb. 1 zeigt eine ORTEP-Zeichnung des Moleküls. Die wichtigsten Atomabstände und Bindungswinkel sind in den Tab. 2 und 3 angegeben.

Tab. 1. Strukturparameter und Temperaturfaktoren\* von  $(C_3Ph_3HCO)Fe(CO)_3$  (2d)

Atom	x/a	y/b	z/c	$\hat{r}_{11}$	$\hat{r}_{22}$	$\hat{r}_{33}$	$\hat{r}_{12}$	$\hat{r}_{13}$	$\hat{r}_{23}$
Fe	0.8490(1)	0.9925(1)	0.6996(1)	65(1)	115(1)	71(1)	29(1)	25(1)	40(1)
O(4)	0.8205(2)	1.1837(3)	0.5368(3)	140(3)	156(4)	121(3)	32(3)	40(3)	90(3)
O(5)	0.8676(5)	0.7895(5)	0.8529(5)	139(5)	265(6)	197(4)	130(4)	88(5)	158(4)
O(6)	0.8896(5)	0.8027(3)	0.4563(3)	167(4)	288(6)	129(4)	113(4)	87(3)	55(4)
O(7)	1.1086(5)	1.2744(4)	0.8588(3)	105(3)	234(6)	164(4)	-23(3)	9(3)	48(4)
C(1)	0.7851(5)	1.1269(4)	0.8577(3)	85(3)	104(5)	90(4)	41(5)	31(5)	42(4)
C(2)	0.6778(3)	0.9779(3)	0.7163(3)	72(2)	101(5)	89(4)	45(3)	25(3)	44(3)
C(3)	0.6705(5)	0.9645(4)	0.5761(3)	75(3)	105(5)	88(4)	35(3)	19(3)	50(4)
C(4)	0.7900(5)	1.0898(4)	0.5872(2)	102(4)	117(5)	77(4)	32(4)	24(3)	38(4)
C(5)	0.8573(3)	0.8653(4)	0.7955(4)	80(3)	165(6)	113(4)	66(4)	47(3)	68(4)
C(6)	0.8711(5)	0.8747(4)	0.5511(4)	83(4)	168(6)	110(4)	41(4)	37(3)	57(4)
C(7)	1.0089(3)	1.1614(4)	0.7993(4)	101(4)	175(6)	89(4)	39(4)	32(3)	40(4)
C(11)	0.8289(5)	1.1728(4)	0.9975(3)	77(3)	132(5)	84(4)	51(3)	35(3)	49(4)
C(12)	0.8044(5)	1.0616(4)	1.0566(4)	83(5)	148(6)	99(4)	56(4)	42(3)	58(4)
C(13)	0.8528(3)	1.1201(5)	1.2088(4)	105(4)	223(7)	116(5)	80(5)	61(4)	92(5)
C(14)	0.9235(4)	1.2868(5)	1.3022(4)	110(4)	237(8)	93(5)	65(5)	47(4)	42(5)
C(15)	0.9478(4)	1.3971(5)	1.2448(4)	125(4)	186(7)	105(5)	46(4)	45(4)	22(4)
C(16)	0.9010(5)	1.3394(4)	1.0935(4)	102(4)	132(5)	105(4)	45(4)	44(3)	40(4)
C(21)	0.5782(5)	0.8499(4)	0.7348(3)	67(3)	114(5)	83(4)	45(3)	26(3)	48(3)
C(22)	0.5485(3)	0.6875(4)	0.6777(3)	80(3)	112(5)	106(4)	55(3)	45(3)	55(4)
C(23)	0.4480(5)	0.5723(4)	0.6891(4)	100(4)	129(6)	139(5)	52(4)	55(4)	72(4)
C(24)	0.3784(3)	0.6186(5)	0.7966(4)	96(4)	176(7)	161(6)	39(4)	68(4)	77(5)
C(25)	0.4072(5)	0.7796(5)	0.8136(4)	92(4)	200(7)	157(6)	71(4)	70(4)	61(5)
C(26)	0.5066(4)	0.8960(4)	0.8057(4)	92(4)	145(6)	132(6)	67(4)	46(3)	47(4)
C(31)	0.5668(5)	0.8399(4)	0.4283(3)	93(3)	102(5)	97(4)	47(3)	11(3)	51(4)
C(32)	0.4392(5)	0.7550(4)	0.4059(4)	88(4)	145(6)	132(5)	50(4)	7(5)	65(4)
C(33)	0.3459(4)	0.6408(5)	0.2867(5)	98(4)	159(7)	196(7)	51(4)	-5(4)	25(5)
C(34)	0.3782(4)	0.6143(5)	0.1443(4)	152(5)	167(7)	120(5)	65(5)	-33(4)	25(5)
C(35)	0.5024(4)	0.7007(5)	0.1648(4)	163(5)	169(7)	88(5)	65(5)	1(4)	35(5)
C(36)	0.5970(4)	0.6129(4)	0.3063(4)	127(4)	132(6)	93(4)	46(4)	14(3)	47(4)
B									
H(1)	0.815(3)	1.234(3)	0.822(3)						1.1(6)
H(2)	0.750(3)	0.929(4)	0.992(4)						0.3(6)
H(3)	0.832(3)	1.040(4)	1.247(4)						2.9(8)
H(4)	0.955(3)	1.529(4)	1.412(4)						3.7(8)
H(5)	1.001(3)	1.520(4)	1.315(4)						3.4(8)
H(6)	0.919(3)	1.421(4)	1.095(4)						1.9(8)
H(20)	0.598(3)	0.643(4)	0.626(3)						0.1(8)
H(23)	0.433(3)	0.460(4)	0.646(4)						3.2(8)
H(24)	0.511(3)	0.536(4)	0.760(4)						4.4(8)
H(25)	0.561(3)	0.818(4)	0.864(4)						3.3(8)
H(26)	0.529(3)	1.014(4)	0.840(4)						1.4(8)
H(32)	0.411(3)	0.782(4)	0.493(4)						3.5(8)
H(33)	0.262(3)	0.586(4)	0.255(4)						4.5(8)
H(34)	0.309(3)	0.536(4)	0.045(4)						4.0(8)
H(35)	0.527(3)	0.680(4)	0.075(4)						4.0(8)
H(36)	0.691(3)	0.876(4)	0.321(4)						3.1(8)

\* Die anisotropen Temperaturfaktoren

haben die Form:

$$T_{\text{exp}} = (h^2 \hat{r}_{11} + k^2 \hat{r}_{22} + l^2 \hat{r}_{33} + 2hk \hat{r}_{12} + 2hl \hat{r}_{13} + 2kl \hat{r}_{23}) \times 10^{-4}$$

$$2hl \hat{r}_{13} + 2kl \hat{r}_{23} \times 10^{-4}$$

Isotrope Temperaturfaktoren für H-Atome:

$$T_{\text{exp}} = B(\sin^2 \theta / \lambda^2) \times 10^4 \quad B \text{ in } \text{pm}^2$$

Tab. 2. Abstände in  $(C_3Ph_3HCO)Fe(CO)_3$  (2d)

Atome	Abstand (pm)	Atome	Abstand (pm)
Fe—C(1)	216.8(2)	C(6)—O(6)	113.3(4)
Fe—C(2)	212.9(4)	C(7)—O(7)	113.5(4)
Fe—C(3)	213.5(4)	C(1)—C(2)	143.3(3)
Fe—C(4)	191.7(2)	C(1)—C(11)	148.5(5)
Fe—C(5)	185.6(3)	C(2)—C(3)	141.5(5)
Fe—C(6)	179.0(4)	C(2)—C(21)	149.4(4)
Fe—C(7)	177.6(3)	C(3)—C(4)	146.9(5)
C(4)—O(4)	119.1(3)	C(3)—C(31)	147.9(5)
C(5)—O(5)	112.1(4)		
C—C-Abstände in den Phenylringen 137—140			

<sup>7)</sup> G. Dettlaf, U. Behrens und E. Weiss, J. Organomet. Chem. **152**, 95 (1978).

Tab. 3. Bindungswinkel in  $(C_3Ph_3HCO)Fe(CO)_3$  (**2d**)

Atome	Winkel (°)	Atome	Winkel (°)
C(5)–Fe–C(6)	92.9 (2)	C(2)–C(1)–C(11)	128.4 (4)
C(5)–Fe–C(7)	100.1 (2)	C(1)–C(2)–C(3)	114.4 (3)
C(6)–Fe–C(7)	98.0 (2)	C(1)–C(2)–C(21)	123.2 (3)
C(3)–C(4)–O(4)	137.4 (4)	C(2)–C(3)–C(4)	111.5 (4)
C(3)–C(4)–Fe	76.9 (3)	C(2)–C(3)–C(31)	129.5 (4)
O(4)–C(4)–Fe	145.3 (4)		
Fe–C(5)–O(5)	176.7 (4)		
Fe–C(6)–O(6)	178.5 (4)		
Fe–C(7)–O(7)	175.6 (4)		

Das Molekül enthält eine an die Atome C(1) bis C(4) koordinierte  $Fe(CO)_3$ -Gruppe. Es liegt jedoch kein konjugiertes Dien wie in **3** skizziert vor. Vielmehr bilden die Atome C(1), C(2) und C(3) ein  $\eta^3$ -Allylsystem aus, an das die  $Fe(CO)_3$ -Gruppe gebunden ist. Das Fe-Atom ist weiterhin über eine CO-Brücke C(4)–O(4) an das Allylsystem gebunden. Die Fe–C– $\eta^1(\sigma)$ -Bindung ist mit 191.7(3) pm recht kurz, zeigt also Mehrfachbindungsanteile. Insgesamt entsteht auf diese Weise ein relativ gespanntes System, was besonders am Winkel Fe–C(4)–C(3) (76.9(3)°) deutlich wird.

Die Substituenten an C(1) sind so angeordnet, daß der größere Phenylsubstituent in *trans*-Stellung zum Eisen steht. Auffällig ist, daß der zur Brücken-CO-Gruppe *trans*-ständige Kohlenmonoxid-Ligand mit 185.6(3) pm deutlich weiter vom Eisen entfernt ist, als die anderen beiden CO-Gruppen. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, daß wie oben erwähnt, die  $\sigma$ -Bindung Fe–C(4) Mehrfachbindungscharakter besitzt und dadurch für die Rückbindung Fe–C(5) weniger Elektronendichte zur Verfügung steht als für die Rückbindung zu den anderen beiden CO-Gruppen.

#### Röntgenstrukturuntersuchung von $(C_3Ph_3H)Fe_2(CO)_6$ (**4d**)

Der Komplex kristallisiert aus Hexan in Form kleiner Prismen.

**Kristalldaten:**  $C_{27}H_{16}Fe_2O_6$ , triklin, Raumgruppe  $P\bar{1}$ ,  $a = 856.3$  (9),  $b = 1165.9$  (9),  $c = 1344.2$  (11) pm,  $\alpha = 67.17$  (8),  $\beta = 87.80$  (6),  $\gamma = 77.53$  (7)°,  $V = 1206 \cdot 10^6$  pm<sup>3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{rönt.}} = 1.51$  g · cm<sup>-3</sup>,  $\mu(\text{Mo-K}\alpha) = 12.72$  cm<sup>-1</sup>.

Ein Kristall der Größe 0.2 × 0.2 × 0.3 mm wurde auf einem automatischen Vierkreis-Einkristalldiffraktometer vermessen. 2148 symmetrisch unabhängige Reflexe ( $F > 3\sigma$ ) im Bereich  $2 < \Theta < 25^\circ$  wurden registriert. Die Umwandlung der Intensitäten in Strukturaktoren, die Lösung und Verfeinerung der Struktur erfolgten wie in Lit.<sup>7)</sup> beschrieben. Der abschließende *R*-Wert betrug 2.9% (alle Nichtwasserstoffatome anisotrope, alle Wasserstoffatome isotrope Temperaturfaktoren).

Die Strukturparameter sind in Tab. 4, die wichtigsten Atomabstände und Bindungswinkel in den Tab. 5 und 6 aufgeführt. Die Abb. 2 zeigt eine ORTEP-Zeichnung des Moleküls.

Zwei durch eine Metall-Metall-Bindung verbundene  $Fe(CO)_3$ -Gruppen werden, wie in **4** schematisch dargestellt, über insgesamt fünf C-Atome an den Liganden koordiniert. C(1), C(2) und C(3) bilden ein  $\eta^3$ -Allylsystem, das in der üblichen Weise an Fe(2) koordiniert ist. Das andere Eisenatom, Fe(1), ist über eine  $\sigma(\eta^1)$ -Bindung an das Carbenkohlenstoffatom C(3) und über eine  $\eta^2$ -Bindung an die Atome C(11) und C(12) der

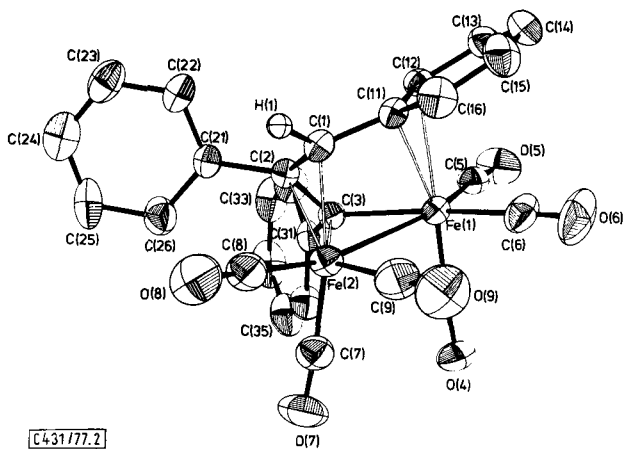


Abb. 2. Molekülstruktur von  $(C_3Ph_3H)Fe_2(CO)_6$  (4d)

Tab. 4. Strukturparameter und Temperaturfaktoren\* von  $(C_3Ph_3H)Fe_2(CO)_6$  (4d)

Atom	x/a	y/b	z/c	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
Fe(1)	0,7862(1)	0,7653(1)	0,1415(1)	104(1)	95(1)	47(1)	-14(1)	-5(1)	-19(1)
Fe(2)	0,6790(1)	0,6794(1)	0,3341(1)	127(1)	67(1)	93(1)	-38(1)	8(1)	-14(1)
O(4)	0,4530(5)	0,8561(5)	0,0697(5)	126(5)	153(4)	87(5)	-26(5)	-39(5)	-44(5)
O(5)	0,8666(4)	0,9701(5)	-0,0901(5)	185(5)	116(4)	79(5)	-34(5)	11(5)	10(4)
O(6)	0,8160(5)	0,5783(4)	0,0404(5)	372(9)	160(5)	156(5)	18(5)	-73(5)	-122(4)
O(7)	0,3340(4)	0,7835(4)	0,3167(5)	125(5)	212(6)	126(6)	-39(4)	26(5)	-45(4)
O(8)	0,6492(5)	0,5392(4)	0,5650(5)	328(4)	266(7)	66(5)	-168(6)	17(4)	7(5)
O(9)	0,6665(5)	0,4569(4)	0,2820(4)	354(4)	140(5)	191(5)	-120(6)	41(5)	-92(5)
C(1)	0,9299(4)	0,6683(5)	0,5359(5)	135(6)	52(4)	41(5)	-17(4)	-14(5)	-6(5)
C(2)	0,8468(4)	0,7746(5)	0,3471(5)	112(6)	51(4)	45(4)	-25(4)	5(5)	-15(5)
C(3)	0,7917(4)	0,8432(5)	0,2301(5)	102(5)	57(4)	39(5)	-20(4)	8(5)	-15(5)
C(4)	0,5835(4)	0,8181(5)	0,1010(5)	137(6)	78(5)	52(4)	-27(4)	1(5)	-28(5)
C(5)	0,8406(4)	0,8921(4)	0,0263(5)	104(6)	98(5)	79(4)	-13(4)	-3(5)	-28(5)
C(6)	0,8077(5)	0,6484(5)	0,0803(4)	181(8)	107(6)	74(4)	-1(5)	-30(4)	-40(4)
C(7)	0,4689(5)	0,7448(4)	0,8183(4)	160(7)	113(6)	72(4)	-60(5)	15(6)	-26(4)
C(8)	0,6612(5)	0,5942(5)	0,4758(4)	191(8)	152(7)	67(4)	-95(6)	23(4)	-22(4)
C(9)	0,6718(6)	0,5439(5)	0,2994(4)	205(8)	155(7)	111(5)	-75(6)	17(5)	-19(5)
C(11)	1,0073(4)	0,6275(5)	0,2645(5)	117(7)	32(4)	46(5)	-8(4)	-7(5)	-16(5)
C(12)	1,0678(4)	0,7232(4)	0,1846(5)	105(6)	56(5)	61(4)	-9(4)	-10(5)	-29(5)
C(13)	1,1674(5)	0,6966(4)	0,1071(5)	130(6)	85(5)	71(4)	-25(4)	13(4)	-15(5)
C(14)	1,2111(5)	0,5745(5)	0,1122(4)	152(7)	129(6)	88(5)	-10(4)	19(4)	-58(4)
C(15)	1,1561(6)	0,4770(4)	0,1936(4)	210(4)	77(5)	95(5)	5(5)	10(5)	-50(4)
C(16)	1,0585(5)	0,5920(4)	0,2660(4)	188(8)	62(5)	73(4)	-22(5)	4(6)	-19(5)
C(21)	0,8573(4)	0,6138(5)	0,4382(3)	148(6)	98(5)	57(4)	-23(4)	1(5)	-10(5)
C(22)	1,0056(5)	0,7951(4)	0,4853(5)	172(7)	101(5)	54(4)	-42(5)	3(4)	-24(5)
C(23)	1,0190(6)	0,8311(5)	0,5714(4)	205(9)	105(6)	66(4)	-83(6)	-12(9)	-23(4)
C(24)	0,8960(7)	0,8843(5)	0,6125(4)	342(4)	115(7)	79(5)	-62(7)	6(6)	-15(4)
C(25)	0,7382(7)	0,9012(5)	0,5660(4)	300(9)	128(6)	61(5)	-15(7)	14(6)	-48(4)
C(26)	0,7255(5)	0,8673(4)	0,4804(4)	190(8)	116(6)	59(4)	-5(5)	4(4)	-50(9)
C(31)	0,6005(4)	0,9829(4)	0,2218(5)	136(6)	64(5)	38(5)	0(4)	0(5)	-20(5)
C(32)	0,5186(5)	1,0585(4)	0,1993(4)	133(7)	76(5)	69(4)	10(4)	-6(4)	-27(5)
C(33)	0,4651(6)	1,1684(5)	0,1712(4)	215(6)	99(6)	81(5)	44(5)	-11(5)	-32(4)
C(34)	0,5667(7)	1,2837(4)	0,1641(4)	313(9)	64(6)	79(5)	34(6)	-4(6)	-23(4)
C(35)	0,7287(6)	1,1933(4)	0,1839(4)	500(9)	39(5)	91(5)	-35(6)	-5(5)	-29(4)
C(56)	0,7845(5)	1,0635(4)	0,2122(4)	193(8)	60(5)	72(4)	-15(5)	-3(4)	-25(5)
B									
H(1)	0,964(4)	0,595(5)	0,429(5)	0,9(8)					
H(12)	1,065(4)	0,795(5)	0,197(5)	0,7(7)					
H(13)	1,209(4)	0,758(5)	0,094(5)	0,9(7)					
H(14)	1,277(4)	0,758(5)	0,059(5)	2,0(8)					
H(15)	1,187(5)	0,402(4)	0,193(5)	2,0(10)					
H(16)	1,017(4)	0,440(5)	0,314(5)	0,9(7)					
H(22)	1,102(4)	0,760(5)	0,451(5)	1,7(8)					
H(25)	1,124(5)	0,817(4)	0,605(5)	4,1(11)					
H(24)	0,893(5)	0,908(4)	0,670(5)	3,2(10)					
H(23)	0,641(5)	0,936(4)	0,604(4)	5,3(12)					
H(26)	0,613(5)	0,875(4)	0,450(5)	3,6(10)					
H(27)	0,440(5)	0,975(4)	0,295(5)	3,8(10)					
H(52)	0,343(5)	1,205(4)	0,148(5)	4,6(11)					
H(54)	0,535(6)	1,341(5)	0,147(4)	6,5(14)					
H(35)	0,801(5)	1,241(4)	0,179(5)	4,3(11)					
H(36)	0,902(5)	1,029(4)	0,220(5)	3,3(10)					

\* Die anisotropen Temperaturfaktoren haben die Form:  
 $T_{exp} = (h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23}) \times 10^{-4}$   
 Isotrope Temperaturfaktoren für B-Atome:  
 $T_{exp} = B(\sin^2\theta/\lambda^2) \times 10^4$  B in pm<sup>2</sup>.

Phenylgruppe koordiniert. Der Abstand von Fe(1) zu den beiden C-Atomen der Phenylgruppe ist mit 240 pm größer als üblicherweise gefunden wird (210–220 pm<sup>8,9</sup>). Die Koordination des Fe-Atoms an den Phenylring hat zur Folge, daß dessen aromatischer Charakter gestört wird, was durch die alternierenden kürzeren und längeren Bindungsabstände dieser Phenylgruppe zum Ausdruck kommt.

Tab. 5. Bindungsabstände in (C<sub>3</sub>Ph<sub>3</sub>H)Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub> (**4d**)

Atome	Abstand (pm)	Atome	Abstand (pm)
Fe(1)—Fe(2)	260,2(2)	C(6)—C(6)	112,8(5)
Fe(1)—C(5)	199,7(3)	C(7)—C(7)	114,3(4)
Fe(1)—C(4)	174,3(3)	C(8)—C(8)	115,2(5)
Fe(1)—C(5)	180,5(5)	C(9)—C(9)	115,7(4)
Fe(1)—C(6)	182,2(3)	C(1)—C(2)	144,2(5)
Fe(1)—C(11)	240,4(4)	C(1)—C(11)	146,0(4)
Fe(2)—C(12)	240,1(4)	C(2)—C(3)	141,4(4)
Fe(2)—C(1)	208,4(3)	C(2)—C(21)	147,7(4)
Fe(2)—C(2)	207,9(3)	C(3)—C(31)	148,8(4)
Fe(2)—C(5)	208,0(3)	C(11)—C(12)	139,6(4)
Fe(2)—C(7)	179,0(3)	C(12)—C(13)	140,6(4)
Fe(2)—C(8)	178,5(3)	C(13)—C(14)	136,9(5)
Fe(2)—C(9)	178,1(3)	C(14)—C(15)	139,0(5)
C(4)—C(4)	114,0(4)	C(15)—C(16)	133,6(4)
C(5)—C(5)	115,2(4)	C(11)—C(16)	142,9(4)

C—C-Abstände in den Phenylgruppen (2) und (3)  
156,3(5) bis 140,0(5).

Tab. 6. Bindungswinkel in (C<sub>3</sub>Ph<sub>3</sub>H)Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub> (**4d**)

Atome	Winkel (°)	Atome	Winkel (°)
Fe(2)—Fe(1)—C(5)	51,7(2)	Fe(1)—Fe(2)—C(9)	83,0(2)
Fe(2)—Fe(1)—C(4)	83,7(2)	C(7)—Fe(1)—C(8)	90,2(2)
Fe(2)—Fe(1)—C(5)	132,4(2)	C(7)—Fe(2)—C(9)	97,8(2)
Fe(2)—Fe(1)—C(6)	110,1(2)	C(8)—Fe(2)—C(9)	95,9(2)
C(4)—Fe(1)—C(5)	92,5(3)	C(11)—C(1)—C(2)	121,0(5)
C(4)—Fe(1)—C(6)	90,6(2)	C(1)—C(2)—C(21)	120,3(5)
C(5)—Fe(1)—C(6)	97,2(2)	C(1)—C(2)—C(3)	112,9(4)
Fe(1)—Fe(2)—C(7)	105,3(3)	C(2)—C(3)—C(31)	119,4(5)
Fe(1)—Fe(2)—C(8)	164,5(2)	Fe(1)—C(3)—C(2)	114,0(4)

Winkel der CO-Gruppen von 174,6(4) bis 177,7(5)<sup>9</sup>  
Winkel in den Phenylgruppen 116,4 bis 122,3(4)<sup>9</sup>

Zu der von *Aumann* et al.<sup>6</sup>) beschriebenen Verbindung **5** zeigen sich bis auf eine etwas kürzere Fe—Fe-Bindung und deutlich längere Fe—Olefin(Phenyl)-Abstände keine wesentlichen Unterschiede.

In dem als Zwischenprodukt auftretenden Komplex **2d** nimmt die Phenylgruppe am terminalen C-Atom des η<sup>3</sup>-Allylsystems die *syn*-Stellung ein. In dem hier untersuchten Komplex steht sie dagegen in *anti*-Stellung. Bei der Bildung des zweikernigen Komplexes **4d** aus **2d** erfolgt also eine Umorientierung dieser Phenylgruppe.

## Spektroskopische Untersuchungen

Tab. 7 zeigt die Lagen der <sup>1</sup>H-NMR-Resonanzen sowie die Lagen der ν(CO)-Banden im IR-Spektrum.

**2a** kann in zwei isomeren Formen vorkommen (analog **3a** oder **b**). Das Signal des einzelnen Protons erscheint bei δ = 5.62 und liegt damit im Bereich der chemischen Verschiebung für mittlere Allylprotonen<sup>10</sup>). Es ist somit der Position R<sup>2</sup> zuzuordnen (Öffnung der Bindung b in **1**). Ersetzt man das Proton durch eine CH<sub>3</sub>-Gruppe, wie es bei Verbindung **2b** der Fall ist, so erscheint das Signal dieser CH<sub>3</sub>-Gruppe bei δ = 2.72. Sie ist von allen CH<sub>3</sub>-Gruppen am stärksten entschirmt und besetzt die Position R<sup>2</sup>.

Verbindung **2c** kann nur in einer isomeren Form vorkommen. Die Resonanz bei höchstem Feld (δ = 1.74) ist dem *anti*-Proton R<sup>3</sup> zuzuordnen, die Kopplungskonstante J = 1.8 Hz liegt in der Größenordnung geminaler Kopplungen.

<sup>8</sup>) F. A. Cotton und P. Lahuerta, *Inorg. Chem.* **14**, 116 (1975).

<sup>9</sup>) U. Behrens, *J. Organomet. Chem.* **107**, 103 (1976).

<sup>10</sup>) A. N. Nesmeyanov, Y. A. Ustynuk, I. I. Kritskaya und G. A. Shchembelov, *J. Organomet. Chem.* **14**, 395 (1968).

Tab. 7.  $^1\text{H}$ -NMR- und IR-Daten der Komplexe **2a–e** und **4d–f** (NMR in  $\text{CDCl}_3$  gegen TMS, IR in Hexan)

Verbindung	Chemische Verschiebung $\delta$	$\nu(\text{CO})$ in $\text{cm}^{-1}$
<b>2a</b>	1.16 (s, 3H), 1.76 (s, 3H), 1.86 (s, 3H), 5.62 (s, 1H)	2057, 1993 1785 (Brücken-CO)
<b>2b</b>	1.14 (s, 3H), 1.76 (s, 3H), 1.88 (s, 3H), 2.72 (s, 3H)	2057, 1993, 1988 1774 (Brücken-CO)
<b>2c</b>	1.74 (d, 1H, $J = 1.8$ Hz), 3.20 (d, 1H, $J = 1.8$ Hz), 7.1–7.4 (m, 10H)	2068, 2012, 1998 1783 (Brücken-CO)
<b>2d</b>	3.28 (s, 1H), 7.1–7.5 (m, 15H)	2062, 2006, 1995 1783 (Brücken-CO)
<b>2e</b>	2.31 (s, 3H), 7.1–7.6 (m, 15H)	2060, 2000, 1993 1781 (Brücken-CO)
<b>4d</b>	4.90 (s, 1H), 7.3 (m, 15H)	2060, 2023, 1995 1986, 1969, 1963
<b>4e</b>	1.89 (s, 3H), 7.1 (m, 15H)	2060, 2020, 1995 1985, 1965, 1960
<b>4f</b>	7.0 (m)	2060, 2018, 1995 1985, 1971, 1963

**2d** kann wiederum in zwei isomeren Formen auftreten ( $\text{R}^3 = \text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{R}^{3'} = \text{H}$  oder  $\text{R}^3 = \text{H}$ ,  $\text{R}^{3'} = \text{C}_6\text{H}_5$ ). Röntgenographisch wurde das erste Isomere nachgewiesen. Die Resonanz bei  $\delta = 3.28$  rührt folglich vom *anti*-Proton her und ist durch die gleichzeitige Phenylsubstitution an dem Kohlenstoffatom gegenüber **2c** um 1.54 ppm zu tieferem Feld verschoben. Ersetzt man das Proton in **2d** durch eine  $\text{CH}_3$ -Gruppe (**2e**), so liegt deren Resonanz bei  $\delta = 2.31$ . Die NMR-Spektren der Komplexe vom Typ **4** zeigen das erwartete Aussehen.

Im IR-Spektrum zeigen die Komplexe des Typs **2** zwei  $\nu(\text{CO})$ -Banden der Rassen  $A_1$  und E, wobei die Bande der Rasse E bei den Verbindungen **2b–e** leicht aufgespalten ist, wie es für  $\text{Fe}(\text{CO})_3$ -Komplexe typisch ist. Die Brücken-CO-Gruppe in **2a–e** erscheint als breitere, schwächere Bande im Bereich von  $1780 \text{ cm}^{-1}$ .

Bei den Verbindungen **4d–f** findet man in Lösung sechs  $\nu(\text{CO})$ -Banden. Die Ähnlichkeit dieser drei IR-Spektren deutet darauf hin, daß alle Verbindungen zum röntgenographisch untersuchten Strukturtyp gehören.

Wir danken Herrn Dr. J. Kopf für die Vermessung der Kristalle auf dem von der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* bereitgestellten Einkristalldiffraktometer sowie der *BASF AG*, Ludwigshafen, für Pentacarbonylisen und dem *Fonds der Chemischen Industrie* für Sachmittel.



## Experimenteller Teil

Die Umsetzungen wurden unter Schutzgas und in getrockneten (Na/K-Legierung) und N<sub>2</sub>-gesättigten Lösungsmitteln durchgeführt. Die eingesetzten Cyclopropene wurden nach bekannten Literaturvorschriften<sup>11-14)</sup> dargestellt.

*Darstellung der Komplexe des Typs 2:* Äquimolare Mengen (ca. 25 mmol) des Cyclopropens und Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> werden in 150 ml Pentan bei Raumtemp. 3 Tage (Cyclopropene **1a-c**) bzw. in 150 ml THF bei 0°C 24 h (**1d** und **e**) gerührt. Im Vak. werden Lösungsmittel und entstandenes Fe(CO)<sub>5</sub> abgezogen. Der Rückstand wird an 50 cm Kieselgel (Säulendurchmesser 3 cm, Kieselgel 60 der Fa. Merck) chromatographiert. Mit Hexan läßt sich zuerst grünes Fe<sub>3</sub>(CO)<sub>12</sub> eluieren. Mit Hexan/Toluol (5:1) lassen sich dann die gelben Komplexe **2** von der Säule waschen. **2a-c** werden aus Pentan, **2d, e** aus Ether/Hexan umkristallisiert.

*Tricarbonyl( $\eta^3$ :  $\eta^1$ -1,3,3-trimethylallylcarbonyl)eisen (**2a**):* Ausb. 33%, Schmp. 69–71°C (Pentan).

C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>FeO<sub>4</sub> (250.0) Ber. C 48.03 H 4.04 Fe 22.34  
Gef. C 48.09 H 4.14 Fe 21.82 Molmasse 248 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

*Tricarbonyl( $\eta^3$ :  $\eta^1$ -1,2,3,3-tetramethylallylcarbonyl)eisen (**2b**):* Ausb. 41%, Schmp. 61–63°C (Pentan).

C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>FeO<sub>4</sub> (264.1) Ber. C 50.03 H 4.58 Fe 21.15  
Gef. C 50.06 H 4.69 Fe 21.57 Molmasse 273 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

*Tricarbonyl( $\eta^3$ :  $\eta^1$ -1,2-diphenylallylcarbonyl)eisen (**2c**):* Ausb. 60%, Schmp. 88–89°C (Pentan).

C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>FeO<sub>4</sub> (360.15) Ber. C 63.36 H 3.36 Fe 15.51  
Gef. C 63.61 H 3.40 Fe 15.33 Molmasse 352 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

*Tricarbonyl( $\eta^3$ :  $\eta^1$ -1,2,3-triphenylallylcarbonyl)eisen (**2d**):* Ausb. 89%, Schmp. 142–144°C (Zers.).

C<sub>25</sub>H<sub>16</sub>FeO<sub>4</sub> (436.3) Ber. C 68.83 H 3.69 Fe 12.80  
Gef. C 68.40 H 3.63 Fe 12.71 Molmasse 431 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

*Tricarbonyl( $\eta^3$ :  $\eta^1$ -3-methyl-1,2,3-triphenylallylcarbonyl)eisen (**2e**):* Ausb. 91%, Schmp. 120 bis 122°C (Zers.).

C<sub>26</sub>H<sub>18</sub>FeO<sub>4</sub> (450.3) Ber. C 69.35 H 4.03 Fe 12.40  
Gef. C 69.76 H 4.04 Fe 12.34 Molmasse 434 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

Die isolierten Komplexe sind gelbe, kristalline Substanzen. Sie sind im festen Zustand luftstabil. Die Löslichkeit in polaren, organischen Lösungsmitteln ist gut. In unpolaren Lösungsmitteln lösen sich die phenylsubstituierten Verbindungen weniger gut.

*Darstellung von **4d** und **e**:* Etwa 6 mmol der Komplexe **2d** bzw. **2e** werden mit etwa 20 mmol Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> 2 h in 100 ml Benzol bei 60°C gerührt. Von dem filtrierten Reaktionsgemisch wird i. Vak. das Lösungsmittel und entstandenes Fe(CO)<sub>5</sub> abgezogen. Der Rückstand wird, wie vorher beschrieben, an 50 cm Kieselgel chromatographiert. Hexan eluiert zunächst grünes Fe<sub>3</sub>(CO)<sub>12</sub>, Hexan/Toluol (20:1) dann die roten Komplexe **4d** bzw. **4e**, die noch aus Hexan umkristallisiert werden.

<sup>11)</sup> G. L. Closs, L. E. Closs und W. A. Böll, J. Am. Chem. Soc. **85**, 3796 (1963).

<sup>12)</sup> H. H. Stechl, Chem. Ber. **97**, 2681 (1964).

<sup>13)</sup> W. C. Perkins und D. H. Wadsworth, J. Org. Chem. **37**, 800 (1972).

<sup>14)</sup> R. Breslow und P. Dowd, J. Am. Chem. Soc. **85**, 2729 (1963).

Hexacarbonyl- $\mu$ -(1 $\eta^2$ ,2,3-triphenyl- $\eta^3$ : $\eta^1$ -allyl)-dieisen(Fe–Fe) (**4d**): Ausb. 58%, Schmp. 138–139°C (Zers.).

C<sub>27</sub>H<sub>16</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>6</sub> (548.1) Ber. C 59.17 H 2.99 Fe 20.38  
Gef. C 59.53 H 2.97 Fe 19.61 Molmasse 549 (osmometr. in CHCl<sub>3</sub>)

Hexacarbonyl- $\mu$ -(1-methyl-1 $\eta^2$ ,2,3-triphenyl- $\eta^3$ : $\eta^1$ -allyl)-dieisen(Fe–Fe) (**4e**): Ausb. 57%, Schmp. 151–153°C (Zers.).

C<sub>28</sub>H<sub>18</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>6</sub> (562.2) Ber. C 59.82 H 3.23 Fe 19.87  
Gef. C 60.06 H 3.29 Fe 19.20 Molmasse 562 (MS)

Hexacarbonyl- $\mu$ -(1,2,3,3 $\eta^2$ -tetraphenyl- $\eta^3$ : $\eta^1$ -allyl)-dieisen(Fe–Fe) (**4f**): 3.0 g (8.7 mmol) Tetraphenylcyclopropen (**1f**)<sup>14)</sup> werden mit 8.0 g (22.0 mmol) Fe<sub>2</sub>(CO)<sub>9</sub> 3 Tage in 500 ml Pentan gekocht. Die Aufarbeitung erfolgt wie vorstehend. Ausb. 6%, Schmp. 139–145°C (Zers.).

C<sub>33</sub>H<sub>20</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>6</sub> (624.2) Ber. C 63.50 H 3.23 Fe 17.89  
Gef. C 63.71 H 3.28 Fe 17.20 Molmasse 624 (MS)

Die Komplexe **4d–f** sind in Lösung dunkelrot, im festen Zustand fast schwarz. In unpolaren Solventien lösen sie sich mäßig, in polaren Lösungsmitteln gut. Die kristallinen Substanzen sind über mehrere Tage luftstabil, in Lösung tritt an der Luft allmählich Zersetzung ein.

[431/77]