

Synthese und Struktur des kationischen Tetrahydrofuran-Eisenkomplexes $[C_5Me_5(CO)(Me_3P)(THF)Fe]^+$

Georg Grötsch^a, Roland Boese^b und Wolfgang Malisch^{*a}

Institut für Anorganische Chemie der Universität Würzburg^a,
Am Hubland, D-8700 Würzburg, und

Institut für Anorganische Chemie der Universität Essen^b,
Universitätsstraße 5–7, D-4300 Essen 1

Eingegangen am 4. Februar 1986

Synthesis and Structure of the Cationic Tetrahydrofuran Iron Complex $[C_5Me_5(CO)(Me_3P)(THF)Fe]^+$

The reaction of $C_5Me_5(CO)(Me_3P)Fe-Me$ (**1**) with $[Ph_3C]PF_6$ in THF leads to the complex salt $[C_5Me_5(CO)(Me_3P)(THF)Fe]PF_6$ (**2**), which exchanges the THF ligand against Me_3P under photochemical conditions to give $[C_5Me_5(CO)(Me_3P)_2Fe]PF_6$ (**3**).

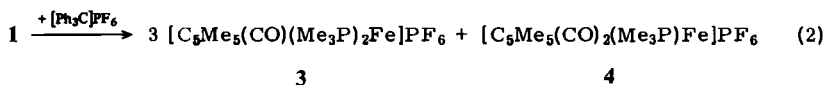
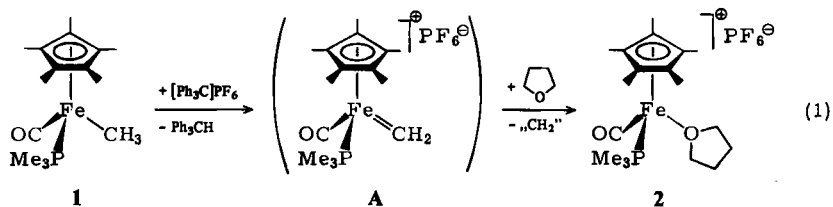
Die Chemie kationischer Alkylden-Eisenkomplexe $[CpL_2Fe=CX_2]^+$ ($L = CO, R_3P$; $X = H, Me, OMe, Ph$) ist Gegenstand umfangreicher Studien¹⁾, die u. a. auf deren Einsatz in der organischen Synthese abzielen. In diesem Zusammenhang wurde für Vertreter mit einer $CH(X)$ -Gruppe ($X = H, Me, Ph$) eine ganz außerordentliche Tendenz zur Abspaltung der Methyliden-Einheit festgestellt, was in Cyclopropanierungsreaktionen synthetisch genutzt wird^{1a,b,f-j)}. Die hierdurch angedeutete hohe Labilität der Eisen-Carben-Bindung macht verständlich, warum es bisher trotz intensiver Bemühungen in der Eisenreihe nicht gelang, einen Methylidenkomplex in Substanz zu fassen^{1f-j)}.

Da bekanntermaßen gute Donoren am Eisen die Eisen-Carben-Bindungsstärke infolge erhöhter Rückbindung vom Metall zum sp^2 -Kohlenstoff steigern^{1f-k)}, haben wir jetzt die Möglichkeit des Aufbaus eines stabilen CH_2 -Eisenkomplexes mit Hilfe der besonders elektronenreichen Ligandensysteme C_5Me_5 und Me_3P überprüft.

Hierzu wurde von der am vorteilhaftesten durch photochemische Reaktion von $C_5Me_5(CO)_2Fe-Me$ mit Me_3P erhältlichen Methyl-Eisenverbindung **1**²⁾ ausgegangen und die Umwandlung der metallgebundenen Methylgruppe in eine Methylen-Einheit durch Hydridabstraktion versucht.

Einwirkung einer äquimolaren Menge $[Ph_3C]PF_6$ ³⁾ auf in THF gelöstes **1** bei $-78^\circ C$ liefert aber nach einer Reaktionszeit von zwei Stunden in 94proz. Ausbeute das komplexe Eisensalz **2**, das laut IR-spektroskopischer Reaktionskontrolle ab $-25^\circ C$ entsteht. Die quantitative Bildung von Ph_3CH legt den primären Aufbau des ursprünglich erhofften Carbenkomplexes **A** aus **1** nahe, dessen CH_2 -Ligand dann in einem raschen Folgeschritt durch ein Solvensmolekül substituiert wird.

Führt man die Hydridabstraktion an **1** in Dichlormethan durch, so resultiert ein 3:1-Gemisch der Salze $[C_5Me_5(CO)(Me_3P)_2Fe]PF_6$ (**3**) und $[C_5Me_5(CO)_2(Me_3P)Fe]PF_6$ (**4**). In diesem Fall erfolgt Verdrängung des Methylenteilchens (sein Verbleib wurde hier und in Gl. (1) nicht verfolgt) sowohl durch Kohlenmonoxid als auch durch Trimethylphosphan, die aus dem Edukt **1** oder der Carbenzwischenstufe **A** stammen dürften.



Wie diese Befunde zeigen, gewährleistet auch ein $\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})(\text{Me}_3\text{P})\text{Fe}$ -Fragment keine unter Normalbedingungen existierende Eisen-Methylen-Einheit.

Der nach Gl. (1) gewonnene Tetrahydrofuran-Komplex 2 ist als brauchbares Ausgangsmaterial für die Synthese weiterer Organoeisen-Kationen anzusehen⁴⁾. So ist z. B. der Etherligand gemäß Gl. (3) unter Belichtung glatt gegen Me_3P austauschbar, wobei das zweifach Phosphan-substituierte Eisensalz 3 entsteht.

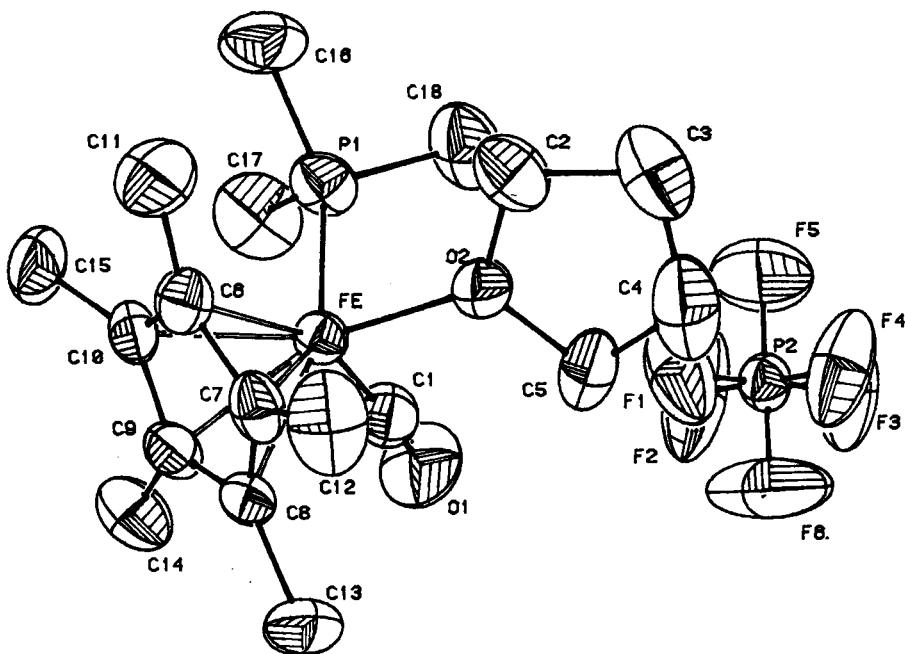


Abb. 1. Kristallstruktur von 2

Einer Röntgenstrukturanalyse zufolge setzt sich **2** aus diskreten Ionen zusammen, die keine speziellen Kontaktwechselwirkungen zeigen. Die Winkel $C(1)-Fe-O(2)$ ($94.3(2)^\circ$) und $P(1)-Fe-O(2)$ ($92.3(1)^\circ$) und $P(1)-Fe-C(1)$ ($87.8(2)^\circ$) weichen nur unwesentlich vom Idealwert von 90° ab, so daß die Anordnung am Eisen als nahezu oktaedrisch zu beschreiben ist. Dabei nimmt der C_5Me_5 -Ligand drei Koordinationsstellen ein, die restlichen drei werden vom THF-, CO- bzw. Me_3P -Liganden besetzt. Die $Fe-C_5Me_5$ -Bindungsabstände variieren wie bei strukturverwandten Pentamethylcyclopentadienyl-Eisenkomplexen⁵⁾ zwischen 2.141 und 2.084 Å; der mittlere $Fe-C_5Me_5$ -Abstand beträgt 2.112 Å. Der $Fe-P$ -Abstand zeigt mit 2.223(2) Å den normalen Wert⁶⁾. Für das lineare Bindungssystem $Fe-CO$ findet sich der $Fe-C$ - bzw. $C-O$ -Abstand zu 1.736(7) bzw. 1.115(9) Å, was gegenüber dem Kation $[Cp(CO)_3Fe]^+$ ⁶⁾ einer Verkürzung um 0.08 Å ($Fe-C$) bzw. Verlängerung um 0.04 Å ($C-O$) entspricht. Die schon am niederen νCO -Frequenzwert von **2** erkennbare ausgeprägte Ladungsübertragung vom Metall auf den CO-Liganden⁷⁾ findet damit in den Bindungslängen ihre Entsprechung. Die Abstände $C(2)-O(2)$ und $C(5)-O(2)$ des koordinierten Tetrahydrofurans, das eine Twist-Konformation mit annähernder C_2 -Symmetrie einnimmt (Torsionswinkel ($^\circ$): $O(2)-C(2)-C(3)-C(4) -34.3$, $C(3)-C(2)-O(2)-C(5) +17.4$, $C(2)-C(3)-C(4)-C(5) +38.2$, $C(3)-C(4)-C(5)-O(2) -27.8$, $C(4)-C(5)-O(2)-C(2) +5.9$), sind gegenüber denen des freien THF bei $-125^\circ C$ ⁸⁾ fast unverändert, die $C(2)-C(3)$ - und $C(4)-C(5)$ -Bindungen um durchschnittlich 0.03 Å verkürzt.

Tab. 1. Ausgewählte Bindungslängen (Å) und Bindungswinkel ($^\circ$) von **2**

$Fe-P(1)$	2.223(2)	$P(1)-Fe-C(1)$	87.8(2)	$C(4)-C(5)-O(2)$	104.5(6)
$Fe-C(1)$	1.736(7)	$P(1)-Fe-C(6)$	107.0(1)	$Fe-O(2)-C(2)$	127.0(3)
$Fe-C(6)$	2.127(4)	$P(1)-Fe-C(7)$	144.1(1)	$Fe-O(2)-C(5)$	122.5(4)
$Fe-C(7)$	2.141(4)	$P(1)-Fe-C(8)$	157.0(1)	$C(2)-O(2)-C(5)$	110.2(5)
$Fe-C(8)$	2.114(4)	$P(1)-Fe-C(9)$	117.6(1)	$F(1)-P(2)-F(2)$	90.1(4)
$Fe-C(9)$	2.084(4)	$P(1)-Fe-C(10)$	94.0(1)	$F(1)-P(2)-F(3)$	178.7(3)
$Fe-C(10)$	2.092(4)	$P(1)-Fe-O(2)$	92.3(1)	$F(1)-P(2)-F(4)$	90.1(3)
$Fe-O(2)$	2.030(4)	$C(1)-Fe-O(2)$	94.3(2)	$F(1)-P(2)-F(5)$	85.5(4)
$P(1)-C(16)$	1.795(7)	$C(6)-Fe-O(2)$	103.8(2)	$F(1)-P(2)-F(6)$	91.9(4)
$P(1)-C(17)$	1.813(8)	$C(7)-Fe-O(2)$	88.3(2)	$F(2)-P(2)-F(3)$	91.3(4)
$P(1)-C(18)$	1.813(9)	$C(8)-Fe-O(2)$	110.5(1)	$F(2)-P(2)-F(4)$	178.5(4)
$C(1)-O(1)$	1.155(9)	$C(9)-Fe-O(2)$	149.9(1)	$F(2)-P(2)-F(5)$	93.0(4)
$C(2)-C(3)$	1.512(11)	$C(10)-Fe-O(2)$	142.5(2)	$F(2)-P(2)-F(6)$	91.3(4)
$C(2)-O(2)$	1.440(8)	$Fe-P(1)-C(16)$	121.6(3)	$F(3)-P(2)-F(4)$	88.5(3)
$C(3)-C(4)$	1.458(12)	$Fe-P(1)-C(17)$	113.0(3)	$F(3)-P(2)-F(5)$	94.3(4)
$C(4)-C(5)$	1.498(11)	$Fe-P(1)-C(18)$	112.7(2)	$F(3)-P(2)-F(6)$	88.2(4)
$C(5)-O(2)$	1.446(7)	$C(16)-P(1)-C(17)$	103.0(4)	$F(4)-P(2)-F(5)$	85.5(4)
$P(2)-F(1)$	1.544(7)	$C(16)-P(1)-C(18)$	101.8(4)	$F(4)-P(2)-F(6)$	90.2(4)
$P(2)-F(2)$	1.505(7)	$C(17)-P(1)-C(18)$	102.3(4)	$F(5)-P(2)-F(6)$	174.9(5)
$P(2)-F(3)$	1.546(7)	$Fe-C(1)-O(1)$	175.8(6)		
$P(2)-F(4)$	1.552(7)	$C(3)-C(2)-O(2)$	103.4(6)		
$P(2)-F(5)$	1.507(7)	$C(2)-C(3)-C(4)$	103.1(6)		
$P(2)-F(6)$	1.485(8)	$C(3)-C(4)-C(5)$	104.2(6)		

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft und der Fonds der Chemischen Industrie unterstützen diese Untersuchungen. G. G. dankt dem Fonds der Chemischen Industrie für die Gewährung eines Doktorandenstipendiums. Der Fa. Hoechst Aktiengesellschaft, Werk Knap-sack, sei für eine Chemikalienspende gedankt. Unser Dank gilt den Herren Dr. W. Buchner und C. P. Kneis für die Aufnahme der ^{31}P - und ^{19}F -NMR-Spektren, Frau U. Neumann für die analytischen Bestimmungen.

Experimenteller Teil

Alle Operationen wurden in einer Atmosphäre von gereinigtem Stickstoff vorgenommen. Lösungsmittel und Geräte wurden entsprechend vorbehandelt. — $^1\text{H-NMR}$: Varian T 60 (Solv., rel. TMS). — $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR: Bruker WH 90 (H_3PO_4 ext.). — $^{19}\text{F-NMR}$: Varian XL 100 (CFCl_3 ext.). — IR: Gitterspektrometer Perkin-Elmer, Modell 283. — Schmelzpunkte: Cu-Block (geschlossene Kapillare, unkorrigiert).

1. *Carbonyl(methyl)(η^5 -pentamethylcyclopentadienyl)(trimethylphosphan)eisen(II)* (**1**): Ein Gemisch aus 232 mg (0.88 mmol) $\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})_2\text{Fe}-\text{Me}^9$ und 135 mg (1.76 mmol) Me_3P in 10 ml Benzol wird 8 h mit UV-Licht (Hg-Hochdruckbrenner TQ 719, Hanau, 700 W) bei 10°C bestrahlt. Nach Abziehen des Solvens i. Vak. wird der orangefarbene, kristalline Rückstand in 20 ml Pentan aufgenommen und **1** bei -78°C ausgefroren, abgetrennt und durch spektroskopischen Vergleich identifiziert². Ausb. 262 mg (96%).

2. *Carbonyl(η^5 -pentamethylcyclopentadienyl)(tetrahydrofuran)(trimethylphosphan)eisen(II)-hexafluorophosphat* (**2**): 266 mg (0.85 mmol) **1**, gelöst in 5 ml THF, werden unter Lichtausschluß bei -78°C innerhalb von 45 min mit einer Suspension von 333 mg (0.85 mmol) $[\text{Ph}_3\text{C}]\text{PF}_6$ in 45 ml THF vereinigt. Danach wird das Reaktionsgemisch im Verlaufe von 90 min auf Raumtemp. erwärmt, 3 h gerührt, mit 70 ml Pentan überschichtet und 2 d bei Raumtemp. aufbewahrt. Ausgefallenes **2** wird abgetrennt, dreimal mit je 5 ml Pentan gewaschen und i. Vak. getrocknet. Nach Vereinigen der Filtrate und der Waschlösung wird i. Vak. eingedampft und aus dem zähen Rückstand bei $180-184^\circ\text{C}/2$ Torr 189 mg (91%) $\text{Ph}_3\text{CH}^{10}$ abdestilliert. Ausb. 408 mg (94%). Grüne Nadeln. Schmp. 126°C (Zers.). — $^1\text{H-NMR}$ (CD_3CN): $\delta = 3.64$ (m, 4 H, H_2C), 1.86 (m, 4 H, H_2C), 1.70 (d, $^4J_{\text{HCCMP}} = 0.6$ Hz, 15 H, $(\text{H}_3\text{C})_5\text{C}_5$), 1.37 (d, $^2J_{\text{HCP}} = 9.3$ Hz, 9 H, H_3CP). — $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (CD_3CN): $\delta = 28.01$ (s, P-Fe), -144.98 (sept, $^1J_{\text{PF}} = 706.8$ Hz, P-F). — $^{19}\text{F-NMR}$ (CD_3CN): $\delta = -68.81$. — IR (Nujol): $\nu\text{CO} = 1925$ (s) cm^{-1} .

$\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{F}_6\text{FeO}_2\text{P}_2$ (512.2) Ber. C 42.21 H 6.30 Gef. C 42.57 H 6.43

3. *Carbonyl(η^5 -pentamethylcyclopentadienyl)bis(trimethylphosphan)eisen(II)-hexafluorophosphat* (**3**): 141 mg (0.26 mmol) **2** und 48 mg (0.63 mmol) Me_3P in 7 ml CH_2Cl_2 werden bei 5°C 1 h mit UV-Licht bestrahlt (Quarzlampe Q 150, Hanau, 150 W). Nach Entfernen von Flüchtigem i. Vak. werden aus dem öligen Rückstand mit 20 ml Pentan zunächst 19 mg (11%) $[\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})_2\text{Fe}]_2^{11}$ extrahiert. Zurückbleibendes **3** kristallisiert nach Aufnehmen in 4 ml $\text{CH}_3\text{CN}/\text{Ether}$ (1:6) bei -8°C . Ausb. 139 mg (88%). Gelbe Kristalle, Schmp. 198°C (Zers.). — $^1\text{H-NMR}$ (CH_2Cl_2): $\delta = 1.83$ (t, $^4J_{\text{HCCMP}} = 0.4$ Hz, 15 H, $(\text{H}_3\text{C})_5\text{C}_5$), 1.53 (vt, $N = 19.0$ Hz, 18 H, H_3CP). — IR (CH_2Cl_2): $\nu\text{CO} = 1946$ (s), $\nu\text{PF} = 843$ (s) cm^{-1} .

$\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{F}_6\text{FeOP}_3$ (516.2) Ber. C 39.55 H 6.44 Gef. C 39.95 H 6.06

4. *Umsetzung von 1 mit $[\text{Ph}_3\text{C}]\text{PF}_6$ in Dichlormethan*: Eine auf -50°C gekühlte Lösung von 261 mg (0.84 mmol) **1** in 20 ml CH_2Cl_2 wird tropfenweise mit 327 mg (0.84 mmol) $[\text{Ph}_3\text{C}]\text{PF}_6$, gelöst in 10 ml CH_2Cl_2 , versetzt. Nach Erwärmen auf Raumtemp. werden 91 mg eines schwarzen, in allen gängigen Lösungsmitteln unlöslichen Niederschlags abgetrennt und im Filtrat $^1\text{H-NMR}$ -spektroskopisch die Salze **3** und $[\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})_2(\text{Me}_3\text{P})\text{Fe}]\text{PF}_6$ (**4**) (Verhältnis 3:1) sowie Spuren von $\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})_2\text{Fe}-\text{Me}^9$ und $[\text{C}_5\text{Me}_5(\text{CO})_2\text{Fe}]_2^{11}$ nachgewiesen. **4** wird durch spektroskopischen Vergleich ($^1\text{H-NMR}$, IR) mit dem BF_4 -analogen Salz identifiziert¹²: $^1\text{H-NMR}$ (CH_2Cl_2): $\delta = 1.90$ (d, $^4J_{\text{HCCMP}} = 0.8$ Hz, 15 H, $(\text{H}_3\text{C})_5\text{C}_5$), 1.58 (s, $^2J_{\text{HCP}} = 10.2$ Hz, 9 H, H_3CP). — IR (CH_2Cl_2): $\nu\text{CO} = 2024$ (vs), 1988 (vs), $\nu\text{PF} = 843$ (s) cm^{-1} .

Röntgenstrukturanalyse von 2

Grüne, nadelförmige Kristalle von 2 wurden nach Übersichten einer fast gesättigten THF-Lösung von 2 mit Pentan (1:1) und 2tägigem Stehenlassen bei Raumtemp. gewonnen. Kristallgröße $0.32 \times 0.24 \times 0.21$ nm.

$C_{18}H_{32}F_6FeO_2P_2$, $M = 512.2$, monoklines System, $a = 8.234(3)$, $b = 22.784(11)$, $c = 13.109(8)$ Å, $\beta = 104.86(4)^\circ$, $V = 2377(2)$ Å³; $D_x = 1.47$ g/cm³; Raumgruppe $P2_1/c$, $Z = 4$, $\mu(Mo-K_{\alpha})$ Graphitmonochromator) = 8.6 cm⁻¹ (keine Absorptionskorrektur); $F_{000} = 1076$; $2\Theta:\omega$ -scan-Datensammlung (scan-Breite in $\omega = 0.8^\circ$) von 4184 unabhängigen und davon 2782 beobachteten ($F_o \geq 3.5 \cdot \sigma_{F_o}$) Reflexen ($3^\circ \leq 2\Theta \leq 45^\circ$) ($(hkl)_{max} = \pm 9/+25/+15$) mit variabler scan-Geschwindigkeit von $2-30^\circ/\text{min}$ (Minimum bei $I < 150$ counts/s, Maximum bei $I > 2500$ counts/s) und einem Verhältnis der Meßzeit Peak zu Untergrund wie 1:1. Die Strukturlösung nach Direkten Methoden, die Verfeinerung nach der Block-Kaskadenmethode und die Darstellung erfolgten mit den SHELXTL-Programmen¹³) auf einem NOVA 3/12-Rechner von Data General. Die Wasserstoffatome der Methyl- und Methylengruppen wurden als starre Gruppen verfeinert (H-C-H-Winkel 109.5° , C-H-Abstand 0.96 Å) mit einem gemeinsamen isotropen Temperaturfaktor von $U = 0.131(6)$ Å² bzw. $U = 0.121(10)$ Å². 291 Parameter. $R = 0.063$; $R_w = 0.062$, $w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0006(F^2)$. Die maximale Restelektronendichte betrug 0.71 e/Å³ *).

Tab. 2. Atomkoordinaten ($\cdot 10^4$) und anisotrope Temperaturfaktoren (Å² $\cdot 10^3$) von 2. Der anisotrope Temperaturfaktor ist definiert: $T = \exp[-2\pi^2(U_{11}a^{*2}h^2 + U_{22}b^{*2}k^2 + U_{33}c^{*2}l^2 + 2U_{12}a^*b^*hk + 2U_{13}a^*c^*hl + 2U_{23}b^*c^*kl)]$

Atom	x	y	z	U*	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₂₃	U ₁₃	U ₁₂
Fe	4432(1)	944(1)	7428(1)	36(1)	37(1)	36(1)	35(1)	1(1)	10(1)	1(1)
P(1)	2789(2)	1237(1)	5879(1)	55(1)	66(1)	54(1)	39(1)	4(1)	3(1)	0(1)
P(2)	10336(2)	1632(1)	1728(2)	64(1)	67(1)	63(1)	59(1)	0(1)	9(1)	-10(1)
C(1)	5948(7)	763(3)	6773(5)	58(3)	58(4)	50(4)	69(5)	-4(3)	22(4)	2(3)
C(2)	4390(9)	2286(3)	7936(6)	72(3)	83(5)	42(4)	89(6)	-11(4)	23(4)	2(4)
C(3)	5611(12)	2786(3)	7974(7)	89(4)	115(7)	53(5)	102(7)	-3(5)	34(6)	-12(5)
C(4)	7231(11)	2523(4)	8505(7)	91(4)	106(7)	76(6)	88(6)	-5(5)	22(5)	-37(5)
C(5)	7118(8)	1906(3)	8081(7)	75(3)	52(4)	71(5)	102(6)	-4(5)	18(4)	-20(4)
C(6)	2835(4)	796(2)	8446(3)	46(2)	45(3)	50(4)	49(4)	4(3)	20(3)	-3(3)
C(7)	4537(4)	810(2)	8063(3)	46(2)	45(3)	45(4)	35(3)	6(3)	14(3)	-10(3)
C(8)	5430(4)	357(2)	8693(3)	45(2)	43(3)	43(3)	45(3)	16(3)	3(3)	0(3)
C(9)	4279(4)	62(2)	7846(3)	45(2)	53(4)	35(3)	45(3)	6(3)	7(3)	0(3)
C(10)	2675(4)	334(2)	7694(3)	47(2)	45(3)	40(3)	53(4)	10(3)	9(3)	-10(3)
C(11)	1411(8)	1163(3)	8614(6)	76(3)	65(5)	64(5)	94(6)	9(4)	49(4)	14(4)
C(12)	5227(10)	1195(3)	9991(5)	77(3)	102(8)	88(5)	41(4)	-10(4)	17(4)	-29(5)
C(13)	7233(7)	192(3)	9174(6)	78(3)	53(4)	89(6)	80(5)	37(4)	-2(4)	11(4)
C(14)	4631(10)	-473(3)	7273(6)	78(3)	101(6)	45(4)	91(6)	1(4)	29(5)	9(4)
C(15)	1059(8)	87(3)	7035(6)	78(3)	51(4)	86(5)	83(5)	14(4)	-3(4)	-26(4)
C(16)	694(8)	1511(4)	5755(6)	86(3)	68(5)	94(6)	90(6)	-17(4)	-8(4)	22(4)
C(17)	2467(12)	670(4)	4870(5)	97(4)	129(7)	102(6)	45(5)	-17(4)	-3(5)	-5(6)
C(18)	3718(11)	1830(3)	5292(6)	90(4)	114(7)	89(6)	64(5)	24(5)	15(5)	-17(5)
O(1)	6916(6)	608(2)	6329(4)	96(3)	82(3)	109(4)	119(5)	-17(4)	63(3)	10(3)
O(2)	5334(4)	1771(2)	7805(3)	49(2)	41(2)	42(2)	64(3)	-3(2)	32(2)	1(2)
F(1)	9119(8)	1373(2)	2333(5)	151(4)	188(6)	94(4)	222(7)	-1(4)	143(5)	-19(4)
F(2)	9861(9)	1149(3)	917(6)	205(4)	208(7)	231(8)	216(7)	-185(6)	127(6)	-139(6)
F(3)	11562(8)	1905(3)	1141(5)	161(3)	201(6)	188(6)	126(4)	-55(4)	101(4)	-112(5)
F(4)	10793(7)	2142(3)	2545(5)	156(3)	129(4)	190(6)	187(5)	-102(5)	74(4)	-80(4)
F(5)	8867(9)	2014(3)	1175(6)	216(4)	180(6)	197(7)	215(8)	87(6)	-51(6)	32(6)
F(6)	11770(9)	1279(4)	2363(7)	225(5)	156(6)	275(9)	239(9)	104(7)	45(6)	123(6)

* Weitere Angaben zur Kristallstrukturbestimmung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 51772, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

CAS-Registry-Nummern

1: 88251-03-0 / 2: 101653-01-4 / 3: 92618-86-5 / 4: 88251-00-7 / $C_5Me_5(CO)_2Fe-Me$: 52409-66-2

Chem. Ber. 119 (1986)

- ¹⁾ ^{1a)} G. H. Kuo, P. Helquist und R. C. Kerber, *Organometallics* **3**, 806 (1984). — ^{1b)} M. Brookhart, J. R. Tucker und R. G. Husk, *J. Am. Chem. Soc.* **105**, 258 (1983). — ^{1c)} C. P. Casey, W. H. Miles und H. Tukada, *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 2924 (1985). — ^{1d)} T. W. Bodnar und A. R. Cutler, *Organometallics* **4**, 1558 (1985). — ^{1e)} D. J. Bates, M. Rosenblum und S. B. Samuels, *J. Organomet. Chem.* **209**, C55 (1981). — ^{1f)} V. Guerschais und D. Astruc, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1985**, 835. — ^{1g)} M. Brookhart, J. R. Tucker, T. C. Flood und J. Jensen, *J. Am. Chem. Soc.* **102**, 1203 (1980). — ^{1h)} P. E. Riley, C. E. Capshaw, R. Pettit und R. E. Davis, *Inorg. Chem.* **17**, 408 (1978). — ¹ⁱ⁾ P. W. Jolly und R. Pettit, *J. Am. Chem. Soc.* **88**, 5044 (1966). — ^{1j)} S. Brandt und P. Helquist, *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 6473 (1979). — ^{1k)} G. Grötsch und W. Malisch, *J. Organomet. Chem.* **246**, C42 (1983); **262**, C38 (1984), und Publikationen in Vorbereitung.
- ²⁾ W. Angerer, K. Fiedering, G. Grötsch und W. Malisch, *Chem. Ber.* **116**, 3947 (1983).
- ³⁾ ^{3a)} P. E. Riley, R. E. Davis, N. T. Allison und N. M. Jones, *Inorg. Chem.* **21**, 1321 (1982). — ^{3b)} S. G. Davies und T. R. Maberly, *J. Organomet. Chem.* **296**, C37 (1985). — ^{3c)} A. R. Cutler, *J. Am. Chem. Soc.* **101**, 604 (1979).
- ⁴⁾ Zur Synthese und Reaktivität des Kations $[C_5Me_5(CO)_2FeTfH]^+$: D. Catheline und D. Astruc, *Organometallics* **3**, 1094 (1984).
- ⁵⁾ ^{5a)} W. Angerer, W. S. Sheldrick und W. Malisch, *Chem. Ber.* **118**, 1261 (1985). — ^{5b)} W. Malisch, W. Angerer, A. H. Cowley und W. Norman, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1985**, 1811.
- ⁶⁾ M. E. Gress und R. A. Jacobson, *Inorg. Chem.* **12**, 1746 (1973).
- ⁷⁾ ^{7a)} M. J. S. Dewar, *Bull. Soc. Chim. Fr.* **18**, C71 (1951). — ^{7b)} J. Chatt und L. Duncanson, *J. Chem. Soc.* **1953**, 2939.
- ⁸⁾ P. Luger und J. Buschmann, *Angew. Chem.* **95**, 423 (1983); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **22**, 410 (1983); *Angew. Chem., Suppl.* **1983**, 537.
- ⁹⁾ R. B. King, W. M. G. Douglas und A. Efraty, *J. Organomet. Chem.* **69**, 131 (1974).
- ¹⁰⁾ G. W. H. Cheeseman, *J. Chem. Soc.* **1957**, 115.
- ¹¹⁾ R. B. King und M. B. Bisnette, *J. Organomet. Chem.* **8**, 287 (1967).
- ¹²⁾ A. Stasunik und W. Malisch, *J. Organomet. Chem.* **247**, C47 (1983).
- ¹³⁾ G. M. Sheldrick, SHELXTL, Komplettes Programm zum Lösen, Verfeinern und Darstellen von Kristallstrukturen aus Beugungsdaten, 1983, Universität Göttingen.

[23/86]