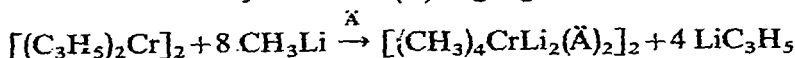


## Lithiumtetramethylochromat(II) aus Diallylchrom(II)

Kürzlich ist über die Darstellung von Lithiumtetramethylochromat(II)<sup>1</sup> und Diallylchrom(II)<sup>2</sup> berichtet worden. Strukturbestimmungen haben in den dimeren, diamagnetischen Chrom(II)-Verbindungen mit  $d^4$ -Konfiguration des Zentralatoms die diskutierte Metall-Metall-Bindung bestätigt. Es ist ein Cr-Cr-Abstand von 1.96 Å im  $[(\text{CH}_3)_4\text{CrLi}_2(\text{THF})_2]_2$ <sup>3</sup> und 2.03 Å im  $[(\text{C}_3\text{H}_5)_2\text{Cr}]_2$ <sup>4</sup> gefunden worden.

Nach weiteren Versuchen können im Diallylchrom die Allyl- durch Methylgruppen ersetzt werden. Durch Einwirkung von Methyllithium auf Diallylchrom ist das Lithiumtetramethylochromat(II) zugänglich nach



Es gibt Hinweise, daß bei der Austauschreaktion  $\sigma$ -Allylmethylchrom-Zwischenstufen gebildet werden. Man kann Methyllithium auch durch andere Alkyl- bzw. Aryllithium-Verbindungen ersetzen. Eingehende Untersuchungen zur Ermittlung des genauen Reaktionsablaufes sind im Gange.

## Versuchsbeschreibung

Sämtliche Arbeiten wurden unter Feuchtigkeitsausschluß und unter gereinigtem Argon ausgeführt.

Eine Lösung von 3 g  $[(\text{C}_3\text{H}_5)_2\text{Cr}]_2$  (11.2 mMol) in 250 ml Äther tropfte langsam unter Rühren bei Raumtemperatur in eine Lösung von 95 mMol  $\text{LiCH}_3$  in 170 ml Äther. Die braunrote Diallylchrom-Lösung wurde sofort gelb. Nach mehrstündigen Rühren wurde wenig schwarzer Rückstand abfiltriert und das dunkelgelbe Filtrat durch Vakuumdestillation auf 50 ml eingengt. Bei  $-15^\circ$  kristallisiert gelbes  $[(\text{CH}_3)_4\text{CrLi}_2(\text{Ä})_2]_2$  aus, das zur Reinigung durch zweimalige Umkristallisation aus Tetrahydrofuran unter Tiefkühlung in das Tetrahydrofuranat umgewandelt wurde. Ausbeute 3.2 g  $[(\text{CH}_3)_4\text{CrLi}_2(\text{THF})_2]_2$  entspr. 54% d. Th. (Gef.: Cr, 19.4; Li, 5.0  $\text{CH}_4/\text{Cr}$ , 4.02.  $\text{C}_{24}\text{H}_{56}\text{Cr}_2\text{Li}_4\text{O}_4$  ber.: Cr, 19.21; Li, 5.14%;  $\text{CH}_4/\text{Cr}$ , 4.0.)

Im Hydrolysegas war Propylen gaschromatographisch nicht nachzuweisen. Das IR-Spektrum war mit dem von  $[\text{Li}_2\text{Cr}(\text{CH}_3)_4(\text{THF})_2]_2$  identisch.

## Dank

Herrn Prof. Dr. Dr. h.c. Fr. HEIN danken wir herzlichst für das fördernde Interesse, Herrn Dipl. Chem. G. MARX, Institut für physikalische Chemie der Friedrich-Schiller-Universität Jena, für die Ausführung der IR-Messungen.

Forschungsstelle für Komplexchemie  
der Deutschen Akademie der Wissenschaften  
zu Berlin, Jena (D.D.R.)

E. KURRAS  
K. ZIMMERMANN

1 E. KURRAS UND J. OTTO, *J. Organometal. Chem.*, 4 (1965) 114.

2 E. KURRAS UND P. KLIMSCH, *Monatsber. Deut. Akad. Wiss. Berlin*, 6 (1964) 735.

3 J. KRAUSE, Institut f. Physik. Chemie, Friedrich-Schiller-Universität Jena, persönliche Mitteilung.

4 G. ALBRECHT, Physik. Institut, Friedrich-Schiller-Universität Jena, persönliche Mitteilung.

Eingegangen den 31. Mai 1966