

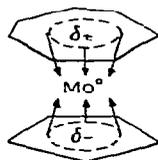
PRELIMINARY COMMUNICATION

Cyclopentadienyl-molybdän(0)-cycloheptatrienyl

Durch zweistündige Umsetzung von MoCl_5 mit $\text{C}_5\text{H}_5\text{MgBr}/\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{MgBr}$ und Cycloheptatrien in Äther bei Raumtemperatur, Methanolyse, Filtration, Abziehen der flüchtigen Bestandteile und Chromatographie an Al_2O_3 ("Woelm", 4% H_2O) mit Benzol erhielten wir neben schon bekanntem, gelbgrünem $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{MoH}_2$ ^{1,2} in 4.8% Ausbeute, in 1.8% Ausbeute als Strukturisomeres des $\text{Mo}(\text{C}_6\text{H}_6)_2$ ³ erstmals braunes, diamagnetisches Cyclopentadienyl-molybdän(0)-cycloheptatrienyl, $\text{C}_5\text{H}_5\text{-Mo}^0\text{C}_7\text{H}_7$ (I). Die äußerst luftempfindliche und in organischen Solvenzien wie Äther, Benzol, n-Hexan nur mäßig lösliche Verbindung sublimiert im Hochvakuum unverändert ab 80° und zersetzt sich ab 250° unter Dunkelfärbung. (I) absorbiert im sichtbaren und ultravioletten Bereich (in Hexan) bei 14.7, 18.5, 24.6, 30.4, 39.20, 41.20 ($\log \epsilon = 4.0$) und 45.2 kK. Es bildet orthorhombische Kristalle ($a = 10.8_8$, $b = 10.5_2$, $c = 8.1 \text{ \AA}$; $V_z = 927 \text{ \AA}^3$)^{*} und reagiert mit J_2 im Unterschub in Benzol zu goldgelbem, lichtempfindlichem, paramagnetischem ($P_{\text{eff}} = 2,2 \text{ B.M.}$) $[\text{C}_5\text{H}_5\text{Mo}^1\text{C}_7\text{H}_7]\text{J}$ (II).

Das ¹H-NMR-Spektrum von (I) weist in *para*-Xylol bei 100° zwei scharfe Signale im Intensitätsverhältnis 5:7 bei $\delta = 2.02$ und 2.17 ppm, bezogen auf das Aromatensignal des Solvens, auf. Die im Vergleich zum homologen $\text{C}_5\text{H}_5\text{Cr}^0\text{C}_7\text{H}_7$ (Fünfring $\tau = 6.25$; Siebenring $\tau = 4.42$) eingetretene Signalinversion dürfte vermutlich von einer anderen Ladungsverteilung der Liganden herrühren.

Das IR-Spektrum (KBr-Preßling) zeigt charakteristische, eindeutig zuzuordnende Banden bei 1418 ($\omega\text{E}_1\text{-CC}$), 1104 ($\omega\text{A}_1\text{-CC}$), 1008/1001 ($\delta\text{E}_1\text{-CH}$), 829 ($\gamma\text{E}_1\text{-CH}$), 805 cm^{-1} ($\gamma\text{A}_1\text{-CH}$) für den π -gebundenen Cyclopentadienylring und solche bei 1428 ($\omega\text{E}_1\text{-CC}$), 1238 ($\omega\text{A}_1\text{-CC}$), 962 ($\delta\text{E}_1\text{-CH}$), 865 ($\gamma\text{E}_1\text{-CH}$), 799 cm^{-1} ($\gamma\text{A}_1\text{-CH}$) für den Tropyliumring. In (I) ist damit zumindest der Fünfring fester am Metall gebunden als in der homologen Chromverbindung, wofür auch das Massen-



spektrum spricht. Es treten hauptsächlich die Ionen $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{Mo}^+$ (rel. Intensität $I_r = 100.0$), $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{Mo}^+$ ($I_r = 5.9$), $\text{C}_8\text{H}_8\text{Mo}^+$ ($I_r = 4.9$), $\text{C}_6\text{H}_6\text{Mo}^+$ ($I_r = 10.8$), $\text{C}_5\text{H}_5\text{-Mo}^+$ ($I_r = 2.0$) und $\text{C}_4\text{H}_4\text{Mo}^+$ ($I_r = 2.5$) auf (Untersuchungen von Dr. J. Müller, Atlas CH 4, 50 eV, Direkt einlaß). Das Massenspektrum von $\text{C}_5\text{H}_5\text{Cr}^0\text{C}_7\text{H}_7$ ist demgegenüber wesentlich einfacher und übersichtlicher⁴. Es zeigt neben dem Molekülpeak ($I_r = 100.0$) hauptsächlich die Ionen $\text{C}_5\text{H}_5\text{Cr}^+$ ($I_r = 17.9$) und Cr^+ ($I_r = 79.5$) sowie u.a. das Fragment $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{Cr}^+$ ($I_r = 4.1$). Ähnliche charakteristische Unterschiede

* Für die Auswertung danken wir Dr. P. F. Lindley.

werden auch an Di-cyclopentadienyl-Verbindungen der Eisengruppe beobachtet⁵. Aufgrund der spektroskopischen Befunde nehmen wir in (I) eine Doppelkegelstruktur mit parallelstehenden symmetrischen Ringen an.

*Anorganisch-chemisches Laboratorium der
Technischen Hochschule, München (Deutschland)*

ERNST OTTO FISCHER
HERMANN WOLFGANG WEHNER

- 1 M. L. H. GREEN, L. PRATT UND G. WILKINSON, *J. Chem. Soc.*, (1958) 3616.
- 2 E. O. FISCHER UND Y. HRISTIDU, *Z. Naturforsch.*, 15b (1960) 135.
- 3 E. O. FISCHER UND H. O. STAHL, *Chem. Ber.*, 89 (1956) 1805.
- 4 J. MÜLLER UND P. GÖSER, *J. Organometal. Chem.*, im Erscheinen.
- 5 J. MÜLLER UND L. D'OR, *J. Organometal. Chem.*, 10 (1967) 313.

Eingegangen am 15. November 1967

J. Organometal. Chem., 11 (1968) P29-P30