

## PRELIMINARY COMMUNICATION

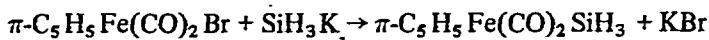
---

### REAKTIONEN DER HYDRYLANIONEN VIII\*. SYNTHESE VON $\pi\text{-C}_5\text{H}_5\text{Fe}(\text{CO})_2\text{SiH}_3$

EBERHARD AMBERGER, ERNST MÜHLHOFER und HELMUTH STERN  
*Institut für Anorganische Chemie der Universität München (Deutschland)*  
(Eingegangen den 12. März 1969)

Silylkalium  $\text{SiH}_3\text{K}$  bewährte sich bei der Einführung der  $\text{SiH}_3$ -Gruppe durch Substitution von Halogen in Halogeniden der Hauptgruppenelemente. Die hier mitgeteilte Reaktion zeigt, dass diese Silylierungsmethode auch für Komplexverbindungen der Übergangselemente geeignet ist.

In glatter, stark exothermer Reaktion bildet Silylkalium mit  $\pi$ -Cyclopentadienylbromodicarbonylisen in Monoglyme das entsprechende  $\pi$ -Cyclopentadienylsilyldicarbonylisen:



$\pi$ -Cyclopentadienylsilyldicarbonylisen kristallisiert in gelben Kristallen. Es ist bei  $20^\circ$  ziemlich beständig, überraschend wenig luftempfindlich und im Hochvakuum bei  $-40^\circ$  sublimierbar. Die Intensitäten der beiden (scharfen) Protonenresonanz-Signale bei 6.48 und 6.57 ppm (in  $\text{C}_6\text{D}_6$ ) verhalten sich wie 3:5. Das Infrarotspektrum zeigt die  $\text{SiH}_3$ -, CO- und  $\pi\text{-C}_5\text{H}_5$ -Banden.

#### EXPERIMENTELLES

Zu 4.56 g (17.8 mMol)  $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2\text{Br}$  in 70 ml Monoglyme wurde bei  $-40^\circ$  unter magnetischem Rühren innerhalb von 1 Stunde 22 mMol  $\text{SiH}_3\text{K}$  (dargestellt aus 492.8 ml NTP (22 mMol)  $\text{SiH}_4$  und K-Na-Legierung) in 50 ml Monoglyme getropft (exotherme Reaktion). Danach wurde weitere 2 Stunden bei  $24^\circ$  gerührt, dann fraktioniert kondensiert.

Fraktionierung A (8 Stunden). Reaktionsgefäß,  $20^\circ$ ; Falle 1,  $-40^\circ$  ( $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2\text{SiH}_3$ , wenig  $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2\text{H}$ , wenig Monoglyme); Falle 2,  $-196^\circ$  (Monoglyme, sehr wenig  $\text{SiH}_4$ ); Falle 3,  $-196^\circ$ , (4.1 mMol  $\text{SiH}_4$ ).

Fraktionierung B (2.5 Stunden). Falle 1 (Inhalt A 1),  $20^\circ$ , (Rückstand: wenig [ $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2$ ]<sub>2</sub>); Falle 2,  $-40^\circ$  ( $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2\text{SiH}_3$ , sehr wenig  $\pi\text{-CpFe}(\text{CO})_2\text{H}$ ); Falle 3,  $-196^\circ$  (wenig Monoglyme).

---

\*VII. Mitteilung *Chem. Ber.*, (1969) im Druck.

Thermolyse von  $\pi\text{-CpFe(CO)}_2\text{H}$ : Das infrarotspektroskopisch nachgewiesene  $\pi\text{-CpFe(CO)}_2\text{H}$  in B 2 wurde bei  $0^\circ$  innerhalb von 13 Stunden in rotbraunes, infrarotspektroskopisch identifiziertes  $[\pi\text{-CpFe(CO)}_2]_2$  und  $\text{H}_2$  übergeführt.

Fraktionierung C (2 Stunden). Falle 1 (Inhalt B 2),  $20^\circ$  (Rückstand  $[\pi\text{-CpFe(CO)}_2]_2$ ; Falle 2,  $-40^\circ$  ( $\pi\text{-CpFe(CO)SiH}_3$ ); Falle 3,  $-196^\circ$  (leer). Ausbeute: 0.486 g tensionsreines  $\pi\text{-CpFe(CO)}_2\text{SiH}_3$  (13% bez. auf  $\pi\text{-CpFe(CO)}_2\text{Br}$ ), das nach dem Infrarotspektrum kein  $\pi\text{-CpFe(CO)}_2\text{H}$  und  $[\pi\text{-CpFe(CO)}_2]_2$  enthielt.

Gef.: Fe, 27.53; Si, 13.32.  $\text{C}_7\text{H}_8\text{FeO}_2\text{Si}$  ber.: Fe, 26.85; Si, 13.49.

$\pi\text{-C}_5\text{H}_5\text{Fe(CO)}_2\text{SiH}_3$  kristallisiert in gelben, bei  $20^\circ$  ziemlich beständigen Nadeln. In Wasser hydrolysiert der Komplex wegen Nichtbenetzbarkeit nicht, erst beim Ansäuern mit HCl tritt Hydrolyse ein. 2 PMR-Signale bei 6.48 ppm und 6.57 ppm. Infrarotbanden (w, schwach; m, mittel; s, stark): 2921 w, 2103 s (SiH-Valenzschwingung), 2006 s, 1950 s, 1424 w, 1410 w, 1014 w, 1006 w, 941 m, 892 s, 835 m ( $\text{cm}^{-1}$ ).

DANK

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für die finanzielle Förderung der Arbeit.

*J. Organometal. Chem.*, 17 (1969) P5–P6