

Preliminary communication

REAKTIONEN VON KOMPLEXLIGANDEN

VII*. ADDITION VON AMINOCARBENLIGANDEN AN AMINOACETYLENE

KARL HEINZ DÖTZ*

Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Universität, München (Deutschland)
 (Eingegangen den 16. Juli 1976)

Aminoacetylene reagieren mit Alkoxyorganyl(bzw. Diaryl)carben-Komplexen von Metallen der VI. und VII. Nebengruppe unter Einschiebung in die Metall—Carbenkohlenstoff-Bindung [2—4]. Diese Arbeiten wurden nun auch auf Aminocarben-Komplexe ausgedehnt, wobei ein neuer Reaktionstyp aufgefunden wurde.

Setzt man Pentacarbonyl[aminomethyl(bzw. phenyl)carben]chrom(0) (I bzw. II) mit der jeweils äquimolaren Menge an 1-Diäthylaminopropin (III) um, so erhält man in glatter Reaktion Produkte, die durch Analysen und massenspektrometrisch bestimmte Molmassen als 1/1-Verbindungen charakterisiert sind.

Ihre IR-Spektren (Tabelle 1) zeigen, dass das Pentacarbonylmetall-Gerüst erhalten blieb. Jedoch sind die Absorptionsfrequenzen gegenüber den Aminocarben-Komplexen I [5] bzw. II [6] deutlich nach längeren Wellen verschoben.

Die Natur der neuen Verbindungen IV bzw. V lässt sich aus ihren ¹H-NMR-Spektren (Tabelle 1) ableiten. Neben den erwarteten Resonanzen für die

TABELLE 1
 IR- UND NMR-SPEKTREN VON IV UND V

	$\nu(\text{CO})$ -Frequenzen (in n-Hexan (cm^{-1}))			
	$A_1(g)$	B_1	E	$A_1(g)$
IV	2046m	1963w	1923vs	1907s
V	2045m	1963w	1925vs	1909s

	¹ H-NMR-chemische Verschiebungen (in Aceton- <i>d</i> ₆ , rel. i. TMS in δ (ppm))					
	CH ₃	C ₆ H ₅	NCH ₂	NCH ₂ CH ₃	CCH ₂	CCH ₂ CH ₃
IV	2.55(s,3)		3.46(m,4)	1.22(t,6)	2.71(m,2)	1.17(t,3)
V		7.48(s,5)	3.64(q,4) ^a	1.32(t,6)	2.92(q,2) ^a	1.39(t,3)

^aBreit.

*VI. Mitteilung siehe Ref. 1.

Pentacarbonyl(1-diäthylaminopropylidenaminomethylcarben)chrom(0)

Eine Lösung von 0.32 g (1.36 mmol) Pentacarbonyl(aminomethylcarben)chrom(0) [5] in 5 ml Benzol wird tropfenweise mit 0.19 ml (1.36 mmol) 1-Diäthylaminopropin* versetzt. Nach 2 h zieht man das Lösungsmittel im Wasserstrahlvakuum ab, löst den Rückstand in 2 ml Pentan/Methylenchlorid (1/1) und chromatographiert an Kieselgel (Fa. Merck, Darmstadt). Aus der gelborangen Hauptzone erhält man 0.28 g gelbe Kristalle vom Schmp. 42°C (59% bez. auf $(\text{CO})_5\text{CrC}(\text{CH}_3)\text{NH}_2$). (Gef.: C, 48.67; H, 5.27; Cr, 14.72; N, 7.93; Mol.-Masse massenspektrometrisch 346. $\text{CrC}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5$ ber.: C, 48.55; H, 5.24; Cr, 15.02; N, 8.09%; Mol.-Masse 346.3).

Pentacarbonyl(1-diäthylaminopropylidenaminophenylcarben)chrom(0)

0.34 g (1.15 mmol) Pentacarbonyl(aminophenylcarben)chrom(0) [6] und 0.16 ml (1.15 mmol) 1-Diäthylaminopropin werden, wie vorstehend beschrieben, umgesetzt. Man erhält 0.38 g gelbe Kristalle vom Schmp. 56–57°C (81% bez. auf $(\text{CO})_5\text{CrC}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{NH}_2$). (Gef.: C, 55.95; H, 5.05; Cr, 12.47; N, 6.93; Mol.-Masse massenspektrometrisch 408. $\text{CrC}_{19}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_5$ ber.: C, 55.88; H, 4.94; Cr, 12.73; N, 6.86%; Mol.-Masse 408.4).

Dank

Ich danke Herrn Prof. Dr. Dr. h.c. D.Sc. h.c. E.O. Fischer für seine wertvolle Unterstützung mit Institutsmitteln sowie Herrn Wiss. Rat Dr. C.G. Kreiter für die Diskussion der ^1H -NMR-Spektren. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Bonn-Bad Godesberg, bin ich für die Förderung dieser Untersuchungen sehr verbunden.

Literatur

- 1 K.H. Dötz und R. Dietz, Chem. Ber., im Druck.
- 2 K.H. Dötz und C.G. Kreiter, J. Organometal. Chem., 99 (1975) 309.
- 3 K.H. Dötz, Chem. Ber., im Erscheinen.
- 4 K.H. Dötz, unveröffentlichte Ergebnisse.
- 5 U. Klabunde und E.O. Fischer, J. Amer. Chem. Soc., 89 (1967) 7141.
- 6 E.O. Fischer und H.-J. Kollmeier, Chem. Ber., 104 (1971) 1339.
- 7 L. Knauss und E.O. Fischer, Chem. Ber., 103 (1970) 3744.

*Fa. Roth, Laborchemikalien, Karlsruhe.