

*Journal of Organometallic Chemistry*, 131 (1977) 263–271  
 © Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

## KRISTALL- UND MOLEKÜLSTRUKTUR VON NONACARBONYL-BIS( $\mu_3$ -PHENYLARSINIDEN)TRIEISEN( $2Fe-Fe$ )

M. JACOB und E. WEISS \*

*Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität Hamburg, Martin-Luther-King-Platz 6, D 2 Hamburg 13 (B.R.D.)*

(Eingegangen den 7. Oktober 1976)

### Summary

Nonacarbonylbis( $\mu_3$ -phenylarsinidene)triiron( $2Fe-Fe$ ) has been prepared by reaction of  $Na_2[Fe(CO)_4]$  with  $C_6H_5AsCl_2$ . Its X-ray structural study reveals an  $Fe_3As_2$  cluster. Three  $Fe(CO)_3$  groups occupy the equatorial positions of a distorted trigonal bipyramid with two  $\mu_3$ -bridging  $AsC_6H_5$  groups at the axial sites. The  $Fe_3$  triangle contains only two  $Fe-Fe$  bonds as reflected by different atomic distances.

Crystal data: space group  $P2_1/c$ ,  $a = 11.427(9)$ ,  $b = 15.43(1)$ ,  $c = 14.60(1)$  Å,  $\beta = 107.32(3)^\circ$ ,  $Z = 4$ . With 3786 reflections, for which  $F_0 > 3(F_\sigma)$ , the structure has been refined anisotropically (hydrogen atoms isotropically) to  $R = 0.048$ .

### Zusammenfassung

Nonacarbonyl-bis( $\mu_3$ -phenylarsiniden)trieisen( $2Fe-Fe$ ) wurde durch die Reaktion von  $Na_2[Fe(CO)_4]$  mit  $C_6H_5AsCl_2$  dargestellt. Seine Röntgenstrukturuntersuchung lässt einen  $Fe_3As_2$ -Cluster erkennen. Drei  $Fe(CO)_3$ -Gruppen besetzen die äquatorialen Positionen einer verzerrten trigonalen Bipyramide mit zwei  $\mu_3$ - $AsC_6H_5$ -Brückengruppen in den axialen Stellungen. Im  $Fe_3$ -Dreieck sind nur zwei  $Fe-Fe$ -Bindungen enthalten, was auch durch die unterschiedlichen Atomabstände zum Ausdruck kommt.

Kristalldaten: Raumgruppe  $P2_1/c$ ,  $a = 11.427(9)$ ,  $b = 15.43(1)$ ,  $c = 14.60(1)$  Å,  $\beta = 107.32(3)^\circ$ ,  $Z = 4$ . Die Struktur wurde mit 3786 Reflexen ( $F_0 > 3(F_\sigma)$ ) anisotrop (Wasserstoffe isotrop) bis zu einem  $R$ -Wert von 0.048 verfeinert.

### Einleitung

Nonacarbonyl-bis( $\mu_3$ -phenylarsiniden)trieisen( $2Fe-Fe$ ) (vgl. Fig. 1) gehört zu einer Reihe von Verbindungen des Strukturtypes  $(\mu_3-X)_2Fe_3(CO)_9$ , mit  $X = S$  [1],  $Se$  [2],  $NR$  [3,4],  $PR$  [5].

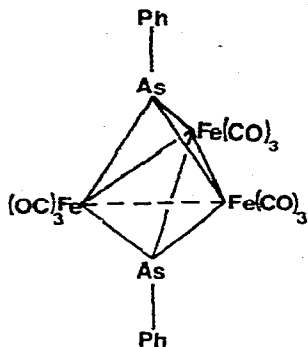


Fig. 1. Schematische Struktur von  $(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$ .

Während  $(CH_3N)_2Fe_3(CO)_9$  bei der Zersetzung von Methylazid oder Nitromethan mit  $Fe_2(CO)_9$  und der Phosphinidenkomplex bei der Umsetzung von Phenylphosphin mit  $Fe(CO)_5$  [6] entstehen, erhält man  $(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$  bei der Reaktion von  $Na_2Fe(CO)_4$  mit  $C_6H_5AsCl_2$ . Bei dieser Reaktion wird das durch Reduktion des Dichlorarsins entstandene und im freien Zustand unbeständige Phenylarsiniden durch Komplexbildung abgefangen. Nach Abschluss unserer Untersuchungen erhielten wir Kenntnis von gleichlaufenden Ergebnissen einer Röntgenstrukturbestimmung des auf anderem Wege erhaltenen Arsiniden-Komplexes (G. Huttner et al., [11]). Die Struktur wurde mit Hilfe von Massenspektroskopie sowie durch Röntgenstrukturanalyse aufgeklärt.

### Röntgenstrukturuntersuchung

$(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$  kristallisiert aus n-Hexan in schwarzen Kristallen aus. Vermessen wurde ein Einkristall von  $0.3 \times 0.3 \times 0.1$  mm. Durch Drehkristall- und Weissenbergaufnahmen erhaltene vorläufige Zellparameter zeigten, dass die Verbindung monoklin mit vier Formeleinheiten pro Elementarzelle kristallisiert (Raumgruppe  $P2_1/c$ ). Die mit Hilfe eines Vierkreis-Einkristalldiffraktometers verfeinerten Zellparameter betragen  $a = 11.427(9)$ ,  $b = 15.43(1)$ ,  $c = 14.60(1)$  Å

TABELLE 1

#### KRISTALLDATEN

Summenformel	$C_{21}H_{10}As_2Fe_3O_9$
Molgewicht	724
Raumgruppe	$P2_1/c$
Berechnete Dichte	$1.96 \text{ g cm}^{-3}$
Moleküle pro Zelle	4
Linearer Absorptionskoeff. (Mo- $K_{\alpha}$ )	$46.4 \text{ cm}^{-1}$
Zellkonstanten bei $18^\circ \text{C}$ , Mo- $K_{\alpha}$ , $\lambda = 0.70926$ Å	
$a$	$11.427(9)$ Å
$b$	$15.43(1)$ Å
$c$	$14.60(1)$ Å
$\beta$	$107.32(3)^\circ$
Zellvolumen	$2457.5 \text{ Å}^3$

und  $\beta = 107.32(3)^\circ$ . Die Kristalldaten sind in Tabelle 1 gesammelt.

Zur Strukturuntersuchung wurden 3786 symmetrieunabhängige Intensitäten ( $\theta/2\theta$ -Scan-Technik, Mo-Strahlung) herangezogen. Auf eine Absorptionskorrektur konnte wegen des kleinen  $\mu R = 0.92$  verzichtet werden.

Durch Anwendung des Programmsystems MULTAN [7] liessen sich die Lagen der fünf Schweratome ermitteln. Die Positionen der Kohlenstoff- und Sauerstoffatome konnten durch dreidimensionale Fouriersynthesen bestimmt werden. Die anisotrope Verfeinerung der schweren Atome ergab einen  $R$ -Wert von 0.052. Anschliessend wurden die Lagen der Wasserstoffatome berechnet und sowohl ihre Positionen als auch ihre isotropen Temperaturfaktoren verfeinert. Der endgültige  $R$ -Wert beträgt 0.048.

### Beschreibung der Molekülstruktur

In den Tabellen 2–4 sind die Atomkoordinaten, ihre Temperaturfaktoren sowie interatomare Abstände und Bindungswinkel aufgeführt. Figur 2 gibt die Molekülstruktur von  $(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$  wieder.

An Hand der Tabelle 5 werden die wesentlichen Strukturmerkmale der Verbindungen  $(CH_3N)_2Fe_3(CO)_9$ ,  $(C_6H_5P)_2Fe_3(CO)_9$  und  $(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$  miteinander verglichen. Der Abstand zwischen den Atomen Fe(1) und Fe(3) beträgt bei der Stickstoffverbindung 3.044 Å, steigt in der Phosphorverbindung auf 3.551 Å und erreicht im Arsiniden-Komplex 3.705 Å. Gleichzeitig öffnet sich der Winkel Fe(1)–Fe(2)–Fe(3) von  $76.4^\circ$  ( $Y = N$ ), über  $81.94^\circ$  ( $Y = P$ ) bis  $83.82^\circ$  ( $Y = As$ ). Ebenso vergrössern sich die Abstände Fe(1)–Fe(2) und Fe(2)–Fe(3), wenngleich nicht so stark wie der Abstand Fe(1)–Fe(3).

Die durchschnittliche Fe–As-Bindungslänge beträgt 2.325 Å und befindet sich im Bereich einer Einfachbindung [9]. Mit 2.791 Å liegt der As–As-Abstand deutlich über dem Wert für eine As–As-Einfachbindung (2.4–2.5 Å) [9].

Koordination des  $Fe_3As_2$ -Clusters: die beiden Atome Fe(1) und Fe(3) sind 6-fach nach Art eines stark verzerrten Oktaeders koordiniert, denn die Winkel zwischen den drei CO-Gruppen betragen für Fe(1)  $98.7^\circ$ ,  $94.1^\circ$  und  $99.1^\circ$ . Andererseits sind die Winkel zwischen den drei anderen Bindungsrichtungen wesentlich kleiner als  $90^\circ$ :  $73.8^\circ$  [As(1)–Fe(1)–As(2)],  $53.6^\circ$  [As(1)–Fe(1)–Fe(2)] und  $53.1^\circ$  [As(2)–Fe(1)–Fe(2)]. Mit geringen Abweichungen gilt dies auch für die Umgebung von Fe(3).

Das Atom Fe(2) ist im Unterschied zu Fe(1) und Fe(3) 7-fach koordiniert. Wiederum beanspruchen die drei CO-Gruppen einen grösseren Raum als die vier anderen Bindungspartner, die sich mit einem Raumsektor von maximal  $84^\circ$  begnügen (grösste Winkel am Fe(2):  $83.8^\circ$  [Fe(1)–Fe(2)–Fe(3)], ferner  $73.8^\circ$  [As(1)–Fe(2)–As(2)]). Dieses kann durch die gegenseitige Abstossung der CO-Gruppen erklärt werden. Ihre Bindungsabstände zum Fe(2)-Atom (1.79 Å (Fe(2)–C) sind wesentlich kürzer als diejenigen zu den As- und den Fe-Atomen (2.77 Å). Dieser Effekt findet sich häufig in Metallcarbonylverbindungen (vgl. z.B. [10]).

Zum Schluss soll noch auf die Umgebung der beiden As-Atome eingegangen werden. Beide Atome sind 4-fach koordiniert. Eine zusätzliche Bindung zum jeweils zweiten As-Atom kann ausgeschlossen werden und ist auch nicht erforderlich, um an diesen Atomen eine abgeschlossene Elektronenschale zu erreichen.

TABELLE 2  
ATOMPARAMETER UND TEMPERATURFAKTOREN MIT STANDARDABWEICHUNGEN

Atom	x	y	z	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
As(1)	0.35045(7)	0.94686(5)	0.09300(5)	47.3(6)	25.7(4)	33.3(4)	0.8(4)	14.9(4)	-1.7(3)
As(2)	0.15843(7)	0.95948(5)	0.74392(5)	48.1(6)	20.9(3)	37.7(4)	2.3(4)	17.2(4)	-1.1(3)
Fe(1)	0.31698(10)	0.05825(7)	0.75911(8)	59.5(1.0)	21.4(5)	36.4(6)	-4.8(6)	15.9(6)	-3.1(4)
Fe(2)	0.33997(10)	0.88218(7)	0.80574(8)	48.5(9)	23.3(5)	32.5(6)	3.9(5)	11.8(6)	1.9(4)
Fe(3)	0.17491(10)	0.86103(7)	0.62644(8)	46.5(9)	20.2(4)	35.7(6)	2.0(5)	10.3(6)	-2.5(4)
C(1-1)	0.4676(9)	0.1036(6)	0.7760(7)	96(1.0)	41(5)	50(6)	-1.0(6)	12(6)	-5(4)
C(1-2)	0.2300(8)	0.1341(6)	0.6738(7)	77(8)	28(4)	59(6)	-0(6)	22(6)	1(4)
C(1-3)	0.2995(9)	0.1058(6)	0.8666(7)	106(1.0)	33(4)	57(6)	-7(6)	25(6)	-4(4)
C(2-1)	0.2726(8)	0.7811(6)	0.8193(6)	60(8)	32(4)	50(6)	4(4)	12(6)	4(4)
C(2-2)	0.3706(7)	0.9201(5)	0.9250(6)	58(7)	31(4)	44(5)	-7(4)	14(6)	8(3)
C(2-3)	0.4907(9)	0.8415(7)	0.8188(7)	77(9)	45(5)	61(6)	11(6)	24(6)	12(4)
C(3-1)	0.2384(8)	0.7719(5)	0.5796(6)	78(8)	27(4)	45(6)	6(4)	21(6)	2(3)
C(3-2)	0.0456(8)	0.8019(5)	0.6372(7)	66(8)	32(4)	66(6)	0(6)	20(6)	-8(4)
C(3-3)	0.1088(8)	0.9134(6)	0.5160(6)	65(8)	35(4)	40(5)	4(4)	9(6)	2(4)
O(1-1)	0.5599(7)	0.1340(5)	0.7825(6)	81(7)	72(5)	96(6)	-42(5)	21(6)	0(4)
O(1-2)	0.1706(8)	0.1806(5)	0.6207(6)	143(9)	38(3)	90(6)	14(5)	14(6)	19(4)
O(1-3)	0.2580(9)	0.1373(5)	0.9349(6)	224(1.3)	61(5)	62(6)	4(6)	61(7)	-20(4)
O(2-1)	0.2331(7)	0.7157(4)	0.8326(5)	130(6)	32(3)	74(5)	-15(4)	9(5)	8(3)
O(2-2)	0.3871(7)	0.9446(5)	0.0026(5)	146(9)	49(4)	41(4)	-28(5)	23(5)	0(3)
O(2-3)	0.5558(6)	0.8137(6)	0.8331(7)	73(7)	126(7)	78(6)	45(5)	47(6)	38(5)
O(3-1)	0.2746(8)	0.7150(4)	0.5463(5)	197(1.1)	36(3)	73(5)	31(5)	62(6)	-1(3)
O(3-2)	-0.0395(7)	0.7958(5)	0.6417(7)	80(7)	53(4)	143(8)	-20(4)	47(6)	-5(5)
O(3-3)	0.0709(7)	0.9457(5)	0.4431(6)	101(8)	69(5)	62(6)	23(5)	11(5)	14(4)

C(1)	0.4849(7)	0.9251(5)	0.6129(6)	56(7)	34(4)	39(4)	5(4)	20(6)	6(3)
C(2)	0.6022(9)	0.9468(8)	0.6642(7)	61(8)	72(6)	53(6)	2(6)	24(6)	-7(5)
C(3)	0.7019(9)	0.9243(9)	0.6316(9)	60(9)	100(9)	75(8)	15(7)	15(7)	11(7)
C(4)	0.680(1)	0.8829(9)	0.5458(9)	100(11)	86(8)	67(7)	36(7)	44(7)	12(6)
C(5)	0.562(1)	0.8634(8)	0.4924(8)	135(13)	57(6)	61(7)	9(7)	53(8)	-7(5)
C(6)	0.4654(9)	0.8869(6)	0.5258(7)	74(8)	43(4)	46(5)	-2(6)	20(6)	-1(4)
C(7)	0.0328(7)	0.9676(5)	0.9068(6)	52(7)	32(4)	42(4)	0(4)	21(4)	-4(3)
C(8)	0.0021(9)	0.8970(6)	0.8529(8)	87(9)	35(4)	76(7)	0(5)	45(7)	10(4)
C(9)	-0.098(1)	0.9043(8)	0.8967(8)	101(10)	60(6)	69(7)	-12(6)	53(7)	3(5)
C(10)	-0.148(1)	0.9823(8)	0.8957(8)	90(10)	66(6)	75(7)	-2(6)	53(7)	-13(5)
C(11)	-0.0277(9)	0.0444(6)	0.8059(8)	88(9)	32(4)	70(6)	8(6)	41(6)	-2(4)
C(12)	-0.117(1)	0.0505(8)	0.8503(9)	95(10)	52(6)	99(8)	14(6)	58(8)	-17(6)

Für die Atome As, Fe, C und O ist der anisotrope Temperaturfaktor ( $\times 10^{-4}$ ) definiert durch:  $\exp(-\beta_1 h^2 - \beta_2 k^2 - \beta_3 l^2 - 2\beta_4 hk - 2\beta_5 hl - 2\beta_6 kl)$ .  
 Für H-Atome wurde mit einem isotropen Temperaturfaktor [ $\exp(-B \sin^2 \theta / \lambda^2)$ ] gerechnet.

$B (\text{\AA}^2)$

H(1)	0.610(9)	0.975(7)	0.721(7)	1.8
H(2)	0.783(9)	0.950(7)	0.668(7)	2.0
H(3)	0.752(9)	0.863(7)	0.531(7)	5.1
H(4)	0.547(9)	0.833(7)	0.423(7)	3.4
H(5)	0.409(9)	0.869(7)	0.486(7)	2.1
H(6)	0.443(9)	0.850(7)	0.857(7)	2.2
H(7)	0.087(9)	0.852(7)	0.952(7)	3.9
H(8)	0.217(9)	0.992(7)	0.931(7)	4.8
H(9)	0.186(9)	0.101(7)	0.851(7)	2.5
H(10)	0.013(9)	0.081(7)	0.768(7)	5.7

TABELLE 3

## AUSGEWÄHLTE INTERATOMARE ABSTÄNDE

Atome	Abstand (Å)	Atome	Abstand (Å)
<i>a. Eisen-Arsen-Cluster</i>			
Fe(1)—Fe(3)	3.705(2)	Fe(2)—As(1)	2.346(2)
Fe(2)—Fe(3)	2.752(2)	Fe(2)—As(2)	2.330(2)
Fe(1)—Fe(2)	2.796(2)	Fe(3)—As(1)	2.324(2)
Fe(1)—As(1)	2.322(2)	Fe(3)—As(2)	2.335(2)
Fe(1)—As(2)	2.328(2)	As(1)—As(2)	2.791(2)
<i>b. Eisencarbonylsystem</i>			
Fe(1)—C(1-1)	1.806(11)	C(1-1)—O(1-1)	1.13(1)
Fe(1)—C(1-2)	1.782(8)	C(1-2)—O(1-2)	1.12(1)
Fe(1)—C(1-3)	1.797(9)	C(1-3)—O(1-3)	1.15(1)
Fe(2)—C(2-1)	1.776(8)	C(2-1)—O(2-1)	1.15(1)
Fe(2)—C(2-2)	1.769(10)	C(2-2)—O(2-2)	1.16(1)
Fe(2)—C(2-3)	1.789(10)	C(2-3)—O(2-3)	1.13(1)
Fe(3)—C(3-1)	1.792(7)	C(3-1)—O(3-1)	1.14(1)
Fe(3)—C(3-2)	1.788(9)	C(3-2)—O(3-2)	1.14(1)
Fe(3)—C(3-3)	1.756(8)	C(3-3)—O(3-3)	1.14(1)

TABELLE 4

## VALENZWINKEL MIT STANDARDABWEICHUNGEN

Atome	Winkel in °	Atome	Winkel in °
Fe(1)—Fe(3)—Fe(2)	48.60(5)	As(1)—Fe(1)—As(2)	73.78(5)
Fe(3)—Fe(1)—Fe(2)	47.58(5)	As(1)—Fe(2)—As(2)	73.31(5)
Fe(1)—Fe(2)—Fe(3)	83.82(5)	As(1)—Fe(3)—As(2)	73.61(5)
Fe(1)—As(1)—Fe(2)	73.58(6)	Fe(1)—As(2)—Fe(2)	73.78(6)
Fe(2)—As(1)—Fe(3)	73.20(6)	Fe(2)—As(2)—Fe(3)	72.30(6)
Fe(1)—As(1)—Fe(3)	105.78(6)	Fe(1)—As(2)—Fe(3)	105.26(6)
As(1)—As(2)—Fe(1)	53.02(5)	As(2)—As(1)—Fe(1)	53.20(5)
As(1)—As(2)—Fe(2)	53.61(5)	As(2)—As(1)—Fe(2)	53.08(5)
As(1)—As(2)—Fe(3)	53.02(5)	As(2)—As(1)—Fe(3)	53.37(5)
Fe(1)—Fe(2)—As(1)	52.82(4)	Fe(1)—Fe(2)—As(2)	53.08(5)
Fe(2)—Fe(3)—As(1)	53.60(5)	Fe(2)—Fe(3)—As(2)	53.76(5)
Fe(2)—Fe(1)—As(1)	54.26(5)	Fe(2)—Fe(1)—As(2)	53.14(5)
Fe(3)—Fe(2)—As(1)	53.53(5)	Fe(3)—Fe(2)—As(2)	53.94(5)
Fe(1)—Fe(3)—As(1)	37.09(4)	Fe(1)—Fe(3)—As(2)	37.30(4)
Fe(3)—Fe(1)—As(1)	37.13(4)	Fe(3)—Fe(1)—As(2)	37.44(4)
Fe(1)—As(1)—C(1)	130.79(25)	Fe(1)—As(2)—C(7)	125.59(25)
Fe(2)—As(1)—C(1)	121.45(25)	Fe(2)—As(2)—C(7)	123.59(25)
Fe(3)—As(1)—C(1)	123.35(25)	Fe(3)—As(2)—C(7)	128.83(25)
<i>Winkel an Fe(1) und Fe(2)</i>			
C(11)—Fe(1)—C(12)	98.7(5)	C(21)—Fe(2)—C(22)	98.4(4)
C(11)—Fe(1)—C(13)	94.1(5)	C(21)—Fe(2)—C(23)	96.6(5)
C(21)—Fe(1)—C(13)	99.1(5)	C(22)—Fe(2)—C(23)	96.2(4)
As(1)—Fe(1)—C(11)	92.8(3)		
As(1)—Fe(1)—C(12)	102.8(3)		
As(1)—Fe(1)—C(13)	155.7(4)		
As(2)—Fe(1)—C(11)	161.9(3)		
As(2)—Fe(1)—C(12)	99.2(3)		
As(2)—Fe(1)—C(13)	93.7(3)		
Fe(2)—Fe(1)—C(11)	109.1(3)		
Fe(2)—Fe(1)—C(12)	143.3(3)		
Fe(2)—Fe(1)—C(13)	102.2(3)		
As(1)—Fe(2)—C(21)	127.7(3)	Fe(1)—Fe(2)—C(21)	150.3(3)
As(1)—Fe(2)—C(22)	133.3(3)	Fe(1)—Fe(2)—C(22)	84.0(3)
As(1)—Fe(2)—C(23)	86.7(3)	Fe(1)—Fe(2)—C(23)	112.6(3)
As(2)—Fe(2)—C(21)	97.3(3)	Fe(3)—Fe(2)—C(21)	78.9(3)
As(2)—Fe(2)—C(22)	96.0(3)	Fe(3)—Fe(2)—C(22)	148.5(3)
As(2)—Fe(2)—C(23)	159.9(3)	Fe(3)—Fe(2)—C(23)	115.2(3)

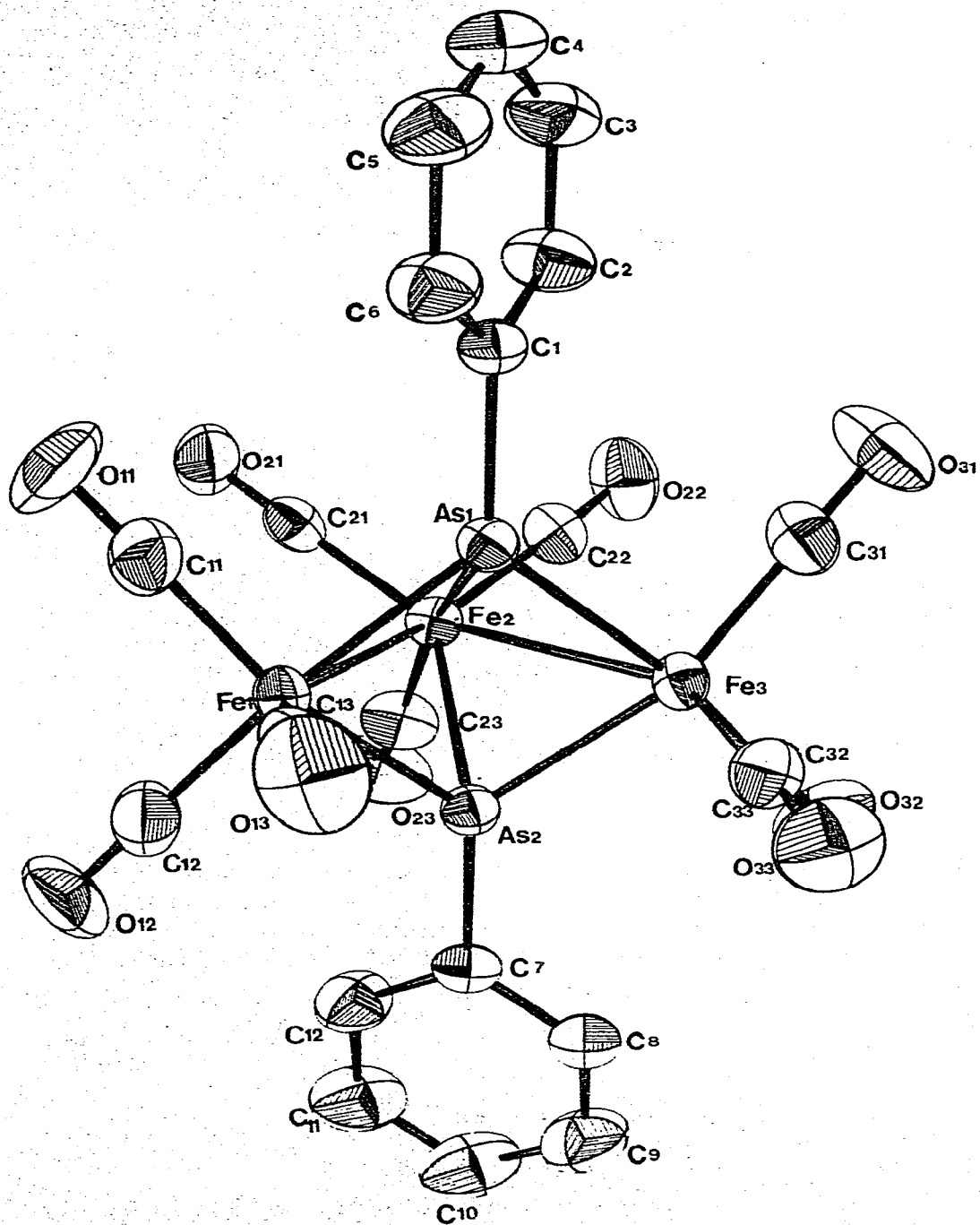


Fig. 2. Die Molekülstruktur von  $\mu_3\text{-(C}_6\text{H}_5\text{As)}_2\text{Fe}_3\text{(CO)}_9$ .

TABELLE 5

ABSTÄNDE IN DEN STRUKTURVERWANDTEN VERBINDUNGEN DES TYPUS  $X_2Fe_3(CO)_9$  FÜR  
 $X = NCH_3, C_6H_5$  und  $AsC_6H_5$  [3,5]

	Fe(1)—Fe(2) Fe(3)—Fe(2) Å	Fe(1)—Fe(3) (Å)	Gemittelte Abstände Fe(1-3)—Y (Å)	Y—Y <sup>a</sup> (Å)
$NCH_3$	2.436(7) 2.488(7)	3.044(8)	1.928(11)	2.24(2)
$C_6H_5$	2.706(2) 2.711(2)	3.551(2)	2.22(1)	2.598(3)
$AsC_6H_5$	2.795(2) 2.751(2)	3.705(2)	2.325(2)	2.791(1)

<sup>a</sup> Y = N, P, As.

### Arbeitsvorschrift

Alle Operationen sind unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluss auszuführen. 1 g (2.9 mmol)  $Na_2(Fe(CO)_4) \cdot 1.5$  Dioxan wird mit 50 ml Diethylether versetzt und auf  $-25^\circ C$  abgekühlt. Unter vorsichtigem Rühren (exotherme Reaktion) fügt man langsam 0.84 g (2.9 mmol)  $C_6H_5AsCl_2$  hinzu. Die etherische Phase färbt sich sofort unter Gasentwicklung dunkelrot. Nach zwei Stunden entfernt man die Kühlung und rührt das Gemisch bei Raumtemperatur während 12 Stunden. Die filtrierte Lösung wird bei vermindertem Druck eingedampft und der schwarzbraune Rückstand mit 100 ml n-Hexan ausgelaugt. Das eingeeengte Extrakt chromatographiert man am Kieselgel 60 (Merck, Korngrösse 0.063-02 mm). Mit Hexan wird zuerst eine gelbe Substanz und dann mit Hexan/Toluol (10 : 1) dunkelrotes  $(C_6H_5As)_2Fe_3(CO)_9$  eluiert. Ausbeute 83 mg (4%). Molmasse ber.: 724.3, massenspektroskopisch:  $M^+$  bei  $m/e$  724.

### Dank

Für die Vermessung des Kristalls auf dem Einkristalldiffraktometer danken wir Herrn Dr. J. Kopf, Universität Hamburg. Weiterhin sei der deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung eines rechnergesteuerten Vierkreisdiffraktometers sowie dem Fonds der Chemischen Industrie für Sachmittel gedankt.

### Literatur

- 1 a W. Hieber und J. Gruber, Z. Anorg. Allg. Chem., 296 (1958) 91.  
b C.H. Wei und L.F. Dahl, Inorg. Chem., 4 (1965) 493.
- 2 L.F. Dahl und P.W. Sutton, Inorg. Chem., 2 (1963) 1067.
- 3 R.J. Doedens, Inorg. Chem., 7 (1968) 2323 und 8 (1969) 570.
- 4 P.E. Baikie und O.S. Mills, Chem. Commun., (1967) 1228.
- 5 J.R. Huntsman, Ph.D. Thesis, University of Wisconsin (Madison), U.S.A., und J.R. Huntsman und L.F. Dahl, im Druck.
- 6 P.M. Treichel, W.K. Dean und W.M. Douglas, Inorg. Chem., 11 (1974) 1609.
- 7 MULTAN 74, Modifiziertes Programmsystem nach G. Germain, P. Main und M.M. Woolfson, Acta



- Crystallogr. A 27 (1971) 368 von P. Main, M.M. Woolfson und L. Lessinger, University of York, England und G. Germain, J.-P. Declercq, Université de Louvain, Belgien.
- 8 C.K. Johnson, "ORTEP, A Fortran Thermal Ellipsoid Program for Crystal Structure Illustrations", U.S. Atomic Energy Commission Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tenn., 1965.
  - 9 B.M. Gatehouse, J. Chem. Soc. D, (1969) 948.
  - 10 K. Hoffmann und E. Weiss, J. Organometal. Chem., 131 (1977) 273.
  - 11 G. Huttner et al., Vortrag bei XVII. International Conference on Coordination Chemistry, Hamburg, Sept. 1976.