

**Preliminary communication**

**ÜBERGANGSMETALL—CARBEN-KOMPLEXE**

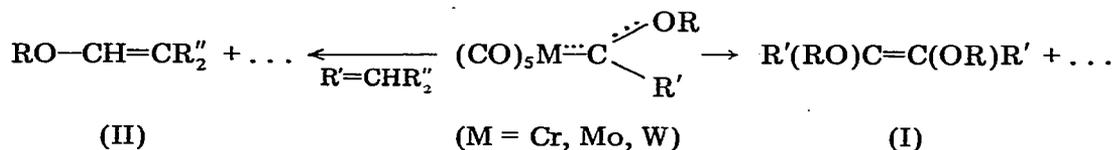
**CXIII\*. ALKOXYCARBEN-KETON-UMLAGERUNG BEI DER ABSPALTUNG DES CARBEN-LIGANDEN AUS TRICARBONYL-TRIPHENYLPHOSPHIN-ETHOXY(PENTAFLUOROPHENYL)CARBEN-EISEN(0)**

ERNST OTTO FISCHER\* and ULRICH SCHUBERT

*Anorganisch-Chemisches Institut der Technischen Universität München, Lichtenbergstr. 4, D-8046 Garching (B.R.D.)*

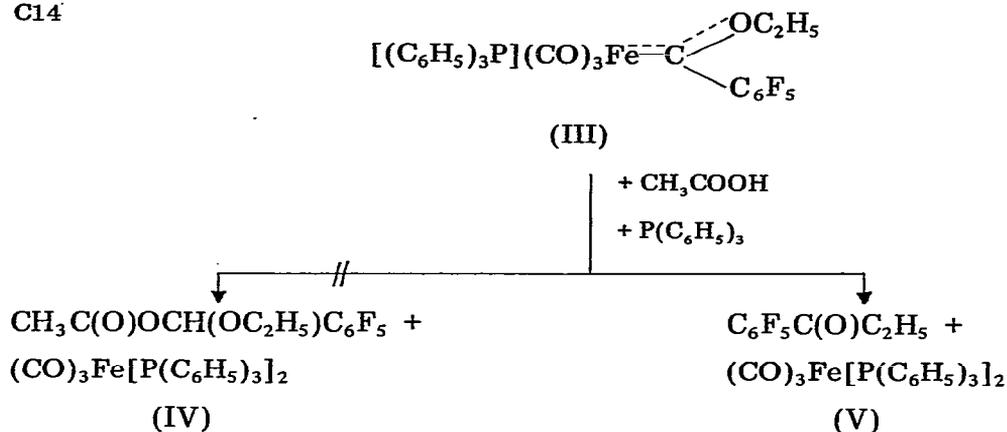
(Eingegangen den 23. Februar 1979)

Übergangsmetall-alkoxycarben-Komplexe können als Carben-Quellen zur Synthese organischer Produkte eingesetzt werden, wenn der Carben-Ligand in Gegenwart geeigneter Substrate vom Metall abgespalten wird [2]. War ein solcher Reaktionspartner nicht vorhanden, liess sich bisher als Folgeprodukt des Carben-Liganden entweder dessen Dimeres I oder bei sek.- oder prim.-Alkyl(alkoxy)-carben-Komplexen der durch baseninduzierte 1,2-Wasserverschiebung entstehende Enolether II isolieren [3].



Eine bei Carben-Komplexen bisher nicht beobachtete Stabilisierungsmöglichkeit des Carben-Liganden fanden wir nun, als wir den Eisen—Carben-Komplex III [4] in Gegenwart von Triphenylphosphin mit Essigsäure in Ether umsetzten. Statt des erwarteten Insertionsproduktes IV [5] konnten wir als einziges Folgeprodukt des Carben-Liganden Ethyl-pentafluorphenyl-keton V isolieren.

\*CXII. Mitteilung siehe Ref. 1.



Da wir das Keton V auch bei anderen von uns versuchten Reaktionen mit dem Eisen—Carben-Komplex III fanden, gehen wir davon aus, dass die Anwesenheit von Säure auf die Entstehung des Ketons ohne entscheidenden Einfluss ist.

### Arbeitsvorschrift

Alle Lösungsmittel sind wasserfrei und von Sauerstoff befreit, alle Arbeiten werden unter  $\text{N}_2$ -Atmosphäre durchgeführt. Je 8 mmol Carben-Komplex III [4] (5.01 g), Triphenylphosphin (2.1 g) und Essigsäure (0.50 ml) werden in 150 ml Ether gelöst und 2.5 Tage unter Rückfluss gehalten. Nach dieser Zeit sind ca. 30% von III umgesetzt, der Rest kann zurückgewonnen werden. Nach Abziehen des Ethers bei 15 Torr wird mit Hexan versetzt und über eine G3-Fritte filtriert. Der Rückstand enthält unumgesetztes III und  $(\text{CO})_3\text{Fe[P}(\text{C}_6\text{H}_5\text{)}_3\text{]}_2$ . Aus dem Filtrat wird das Lösungsmittel im Wasserstrahlvakuum entfernt. Man erhält ein schwach rot gefärbtes Öl, aus dem sich bei  $65^\circ\text{C}/1.5$  Torr V abdestillieren lässt. Ausbeute 450 mg (83% rel. umgesetztes III). Analyse: V: Gef.: C, 48.55; H, 2.64.  $\text{C}_9\text{H}_5\text{F}_5\text{O}$  ber.: C, 48.23; H, 2.64%.

*Spektroskopische Daten.* IR-Spektrum ( $\text{CCl}_4$ ): 2985w, 2940w, 1719s, 1647m, 1517s, 1490vs, 1458w, 1401m, 1379w, 1347m, 1318w(sh), 1308m, 1255vw, 1240vw, 1180w, 1146w, 1090m, 1082m, 1068m, 1032w, 973s, 838m, 730m(br), 682w  $\text{cm}^{-1}$ .  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ( $\text{CD}_3\text{COCD}_3$ , rel.  $\text{CD}_2\text{HCOCD}_3$  ( $\tau$  7.91 ppm)):  $\tau(\text{OCH}_2)$  6.92 (Q, 2H),  $\tau(\text{CH}_3)$  8.79 (T, 3H) ppm. Massenspektrum (Direkteinlass, 50 eV):  $m/e$  (%) 224 (21) ( $[\text{M}]^+$ ), 195 (100) ( $[\text{C}_6\text{F}_5\text{CO}]^+$ ), 167 (21) ( $[\text{C}_6\text{F}_5]^+$ ), 117 (9) ( $[\text{C}_6\text{F}_3]^+$ ).  $m^*$  82.0 (117 +  $\text{CF}_2$ ), 143.0 (167 + CO).

### Dank

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung dieser Arbeit.

### Literatur

- 1 E.O. Fischer und G. Besl. J. Organometal. Chem., 157 (1978) C33.
- 2 (a) E.O. Fischer, Angew. Chem., 86 (1974) 651; (b) K.H. Dötz, Naturwissensch., 62 (1975) 365.
- 3 E.O. Fischer und D. Plabst, Chem. Ber., 107 (1974) 3326 und die dort zit. Lit.
- 4 E.O. Fischer, H.-J. Beck, C.G. Kreiter, J. Lynch, J. Müller und E. Winkler, Chem. Ber., 105 (1972) 162.
- 5 U. Schubert und E.O. Fischer, Chem. Ber., 106 (1973) 3882.