

含氮宾或卡宾的金属羰基簇合物的结构化学研究

I. $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)(\text{CO})_9$ 和 $\text{Fe}_3(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)(\mu_3-\text{CO})(\text{CO})_9$

的合成和结构

刘启旺 胡襄 刘树堂 苏海全

(中国科学院福州结构化学开放研究实验室, 福州 350002)

(内蒙古大学化学系 呼和浩特 010021)

王博义 汪明

(复旦大学分析测试中心, 上海 200433)

含氮宾的两个三核羰基铁簇合物是由 $[\text{Et}_3\text{NH}][\text{HFe}_3(\text{CO})_{11}]$ 与 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NCO}$ 在苯中反应获得。应用四圆衍射仪测定了 $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)(\text{CO})_9$ (I) 和 $\text{Fe}_3(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)(\mu_3-\text{CO})(\text{CO})_9$ (II) 的晶体结构。晶体数据为: $\text{C}_{15}\text{H}_7\text{NO}_9\text{Fe}_3$ (I), 空间群 $P2_1/a$, $a = 18.343(2)$, $b = 9.072(1)$, $c = 11.451(1)\text{\AA}$, $\beta = 102.03(1)^\circ$, $V = 1863.7\text{\AA}^3$, $Z = 4$, $D_c = 2.143\text{g}/\text{cm}^3$; $\text{C}_{16}\text{H}_5\text{NO}_{10}\text{Fe}_3$ (II), 空间群 $P2_1/c$, $a = 8.634(1)$, $b = 13.026(1)$, $c = 17.642(2)\text{\AA}$, $\beta = 97.68(1)^\circ$, $V = 1966.3\text{\AA}^3$, $Z = 4$, $D_c = 1.820\text{g}/\text{cm}^3$ 。结构系用直接法解出, 最后 $R_{(I)}$ 因子为 0.033, $R_{(II)}$ 因子为 0.027。测定结果表明, (I) 和 (II) 分子均具有 C_s 对称性, 且三个 Fe 原子共面, 呈近似等边三角形结构。(I) 中面桥 N 原子以不对称方式与三个 Fe 原子成键; (II) 中面桥羰基以不对称方式与三个 Fe 原子键连。Fe-N 和 Fe-C 键长分别在 1.896–1.938 Å 和 2.006–2.110 Å 之间。

关键词: 羰基铁簇 含氮宾配合物 晶体结构

含复键小分子 ($\text{RN}=\text{C}=\text{O}$, $\text{RN}=\text{C}=\text{S}$, $\text{RN}\equiv\text{C}$ 等) 或其劈开部分的羰基铁簇簇合物, 对一氧化碳加氢催化机理中的 CO 间复键活化、氢的迁移及 C-N, C-C 键的生成具有模型意义^[1]。对一系列含氮宾 (nitrene) 或卡宾 (carbene) 的过渡金属簇合物进行结构分析后, 我们发现了由 $\text{RN}=\text{C}=\text{O}$ 可在 N=C 双键位置劈开生成含氮宾配位基 ($\text{Fcn}=\text{NR}$) 簇合物的单斜晶系晶体。从本文起将报导它们的晶体结构分析结果, 簇骨架与氮宾或卡宾配位基的构型畸变定量描述和反应机理的解释。

实 验 部 分

1. 合成: 全部实验是在避水避氧氮气保护下进行的。在 Schlenk 反应瓶中, 加入 1.0g (1.7mmol) $[\text{Et}_3\text{NH}][\text{HFe}_3(\text{CO})_{11}]$ 与 1.6ml (14.8mmol) PhNCO , 在苯溶剂中回流 12 小时后, 加石油醚溶解, 经酸化、过滤得棕黄色油状物。在硅胶层析柱上分离, 以石油醚—二氯甲烷 (3: 1) 洗出黄棕色溶液, 真空浓缩, -18°C 结晶出黑色棱柱状晶体。随后洗出红棕色带, 浓缩, -18°C 结晶出黑色针状晶体。经元素分析、IR 谱、 ^1H NMR 谱和质谱分析, 证实所得晶体的化学式为 (I) 和 (II)。见表 1。

表1 化合物(I)和(II)的熔点、元素分析和谱学数据

Table1 Data of Melting Point, Elemental Analysis and Spectra of Compounds(I),(II)

compound	melting point(°C)	elemental analysis(cal.)				IR vco (cm ⁻¹)	¹ HNMR δ (ppm)	MS (m/s)
		C(%)	H(%)	N(%)	Fe(%)			
(I)	115-117	36.10	1.60	2.55	32.45	2105m 2030m(sh)	7.24	FD
		(35.13)	(1.38)	(2.73)	(32.68)	2065vs 2010s	m	513
						2045vs 1988m	-22.45	
						2040s(sh) 1975m	s	
(II)	91.5-93.5	36.20	1.13	2.75	30.41	2100m 1997m	7.34	FD
		(35.67)	(0.94)	(2.60)	(31.10)	2054vs 1988m(sh)	m	539
						2042vs 1734m		
						2019s 2000m		

2. 衍射实验和结构测定: 在 CAD-4 四圆衍射仪上, 以 $\text{MoK}\alpha(\lambda=0.71073\text{\AA})$ 收集衍射强度数据。在 $2^\circ < 2\theta < 50^\circ$ 范围内以 $0-2\theta$ 扫描方式收集到 2694 个和 3751 个衍射点, 其中 $I > 3\sigma(I)$ 的 1796 个和 2679 个用于结构分析, 强度数据均经 LP 因子、衰减以及经验吸收校正。

采用直接法 MULTAN-82 程序结合 Fourier 合成解出全部非氢原子坐标, 用理论加氢确定全部氢原子坐标, 对坐标和各向异性温度因子进行全矩阵最小二乘修正, 最后 R 因子为: $R_{(I)}=0.033$, $R_{(II)}=0.027$ 。全部计算是在 PDP11/44 计算机上用 SDP 程序包完成。晶体数据见摘要。

非氢原子坐标和热参数列于表 2, 主要键长和键角分别列于表 3 和表 4。分子 (I) 和 (II) 的空间构型见图 1。

结 果 和 讨 论

一般认为, 具有 $\text{R}-\ddot{\text{N}}-$ 配位基的金属化合物, 是为金属氮宾 (nitrene)。RN 与一个金属配位时, N 除用 σ 轨道外, 还用 π 轨道与金属的 $d\pi$ 轨道成键。与二或多个金属原子作用, RN 配位基中的 N 除用上述轨道之外, 还用其孤对电子与金属成键, 即为 4e 供体^[1-4]。含氮宾的三核铁簇合物的合成报导已有不少^[3], 但 X 射线晶体结构分析仅有两例, 即 Docdens^[5] 测定的 $(\text{CH}_3\text{N})_2\text{Fe}_3(\text{CO})_9$ 和 Kochi^[6] 测定的 $(\text{C}_6\text{H}_5\text{N})_2\text{Fe}_3(\text{CO})_8[\text{P}(\text{OR})_3]$ 的晶体和分子结构, 都是开口三角形羰基铁簇 (开口 Fe.....Fe 距离分别为 3.044 (8) 和 3.079 (1) $\text{\AA}$)。而含氮宾的闭口三角形羰基铁簇的晶体结构测定还未有人报导, 本文属首例。

我们测定的两个晶体三个 Fe 原子间的键长分别为: (I) $\text{Fe1}-\text{Fe2}=2.577(1)$, $\text{Fe2}-\text{Fe3}=2.510(1)$, $\text{Fe1}-\text{Fe3}=2.573(1)\text{\AA}$; (II) $\text{Fe1}-\text{Fe3}=2.571(1)$, $\text{Fe2}-\text{Fe3}=2.553(1)$, $\text{Fe1}-\text{Fe2}=2.510(1)\text{\AA}$ 。每个铁原子和三个端羰基键合, 羰基呈直线取向, 三个在三 Fe 平面的前方, 三个居后, 三个与三 Fe 平面交角 22.4° 。分子的空间构型见图 1。分子 (I) 中三 Fe

平面被 N 原子帽合, 使这四个原子形成一个三角锥; 分子 (II) 中三 Fe 平面除被 N 原子帽

表 2 原子坐标及等价各向同性热参数

Table 2 Atomic Coordinated and Equivalent Isotropic Thermal Parameters									
(I). $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)$					(II). $\text{Fe}_3(\text{N}-\text{C}_6\text{H}_5)(\mu_3-\text{CO})(\text{CO})_9$				
atom	x	y	z	Beq	atom	x	y	z	Beq
Fe1	1.00134(4)	0.2052(1)	0.71842(7)	2.45(2)	Fe(1)	0.89228(5)	0.18169(4)	0.09737(3)	3.36(1)
Fe2	1.10775(5)	0.2176(1)	0.90480(7)	2.84(2)	Fe(2)	0.84290(5)	0.32888(4)	0.18282(3)	3.45(1)
Fe3	1.10828(5)	0.3927(1)	0.73535(8)	2.67(2)	Fe(3)	0.69100(5)	0.16203(4)	0.19144(3)	3.37(1)
O1	0.9568(3)	-0.1010(6)	0.7488(5)	4.9(1)	O(1)	1.0213(3)	0.1480(2)	0.2628(1)	4.94(6)
O2	0.9708(3)	0.1906(6)	0.4573(4)	4.7(1)	O(2)	1.2303(3)	0.1445(4)	0.1238(2)	9.0(1)
O3	0.8546(3)	0.3265(6)	0.7366(5)	5.6(1)	O(3)	0.9164(4)	0.2775(3)	-0.0517(2)	8.3(1)
O4	1.2679(3)	0.2084(9)	0.9975(5)	7.4(2)	O(4)	0.8256(4)	-0.0222(2)	0.0302(2)	6.61(8)
O5	1.0857(3)	-0.0619(6)	1.0223(4)	4.6(1)	O(5)	0.9618(4)	0.4711(3)	0.0760(2)	6.75(8)
O6	1.0804(4)	0.4275(8)	1.0859(5)	7.6(2)	O(6)	1.0971(4)	0.3824(3)	0.3039(2)	8.79(9)
O7	1.0731(3)	0.6674(6)	0.8470(6)	6.3(2)	O(7)	0.6417(4)	0.4807(3)	0.2449(2)	9.8(1)
O8	1.0962(3)	0.4926(7)	0.4893(5)	5.8(1)	O(8)	0.7313(4)	0.0294(3)	0.3278(2)	9.2(1)
O9	1.2675(3)	0.4554(7)	0.7886(5)	5.6(1)	O(9)	0.4330(4)	0.2710(3)	0.2489(2)	8.12(9)
N	1.1086(2)	0.1838(5)	0.7417(4)	2.3(1)	O(10)	0.5017(3)	0.0031(3)	0.1040(2)	6.68(8)
C1	0.9757(4)	0.0163(8)	0.7367(6)	3.3(1)	N	0.7044(3)	0.2541(2)	0.1089(1)	3.00(5)
C2	0.9818(3)	0.1950(8)	0.5589(5)	3.0(1)	C(1)	0.9229(4)	0.1805(3)	0.2162(2)	4.00(8)
C3	0.9098(4)	0.2793(8)	0.7296(6)	3.4(1)	C(2)	1.0997(4)	0.1568(4)	0.1131(2)	5.5(1)
C4	1.2057(4)	0.215(1)	0.9600(6)	4.4(2)	C(3)	0.9103(5)	0.2423(4)	0.0068(2)	5.05(9)
C5	1.0944(3)	0.0462(8)	0.9759(6)	3.3(1)	C(4)	0.8465(4)	0.0570(3)	0.0567(2)	4.44(8)
C6	1.0911(4)	0.3454(9)	1.0159(6)	4.5(2)	C(5)	0.9162(4)	0.4152(3)	0.1171(2)	4.37(8)
C7	1.0867(4)	0.5622(8)	0.8042(7)	4.0(2)	C(6)	0.9982(5)	0.3614(3)	0.2575(2)	5.3(1)
C8	1.1004(4)	0.4527(8)	0.5849(6)	3.6(2)	C(7)	0.7157(5)	0.4189(4)	0.2207(3)	5.9(1)
C9	1.2061(4)	0.4254(8)	0.7701(6)	3.3(1)	C(8)	0.7173(5)	0.0808(4)	0.2753(2)	5.7(1)
C10	1.1464(3)	0.0783(7)	0.6845(5)	2.5(1)	C(9)	0.5331(5)	0.2286(4)	0.2278(2)	4.98(9)
C11	1.1550(3)	0.0986(8)	0.5683(6)	3.3(1)	C(10)	0.5734(4)	0.0641(3)	0.1369(2)	4.32(8)
C12	1.1914(4)	-0.0037(9)	0.5122(7)	4.5(2)	C(11)	0.5767(4)	0.2828(3)	0.0529(2)	3.27(7)
C13	1.2213(4)	-0.127(1)	0.5727(8)	5.3(2)	C(12)	0.5336(5)	0.2199(3)	-0.0102(2)	4.84(9)
C14	1.2147(4)	-0.1488(9)	0.6877(8)	5.4(2)	C(13)	0.4021(5)	0.2448(4)	-0.0632(2)	5.4(1)
C15	1.1767(4)	-0.0476(8)	0.7434(6)	4.0(2)	C(14)	0.3166(5)	0.3326(4)	-0.0533(2)	5.5(1)
					C(15)	0.3590(5)	0.3941(4)	0.0095(3)	6.6(1)
					C(16)	0.4900(5)	0.3707(3)	0.0628(2)	5.5(1)

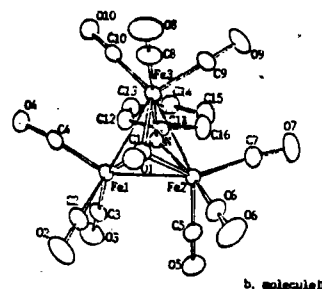
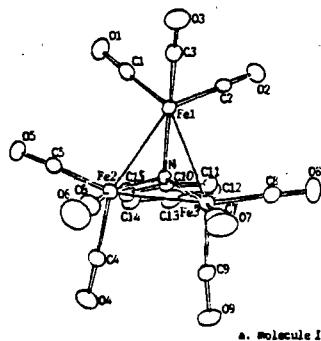


图 1 分子 (I) 和 (II) 的构型

Fig.1 Configuration of molecules (I) and (II)

表 3 重要键长

Table 3 Selected Bond Distances in Angstroms

[I]. $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$			[II]. $\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-CO})(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$		
atom1	atom2	distance	atom1	atom2	distance
Fe1	Fe2	2.577(1)	Fe1	Fe2	2.510(1)
Fe1	Fe3	2.573(1)	Fe1	Fe3	2.571(1)
Fe2	Fe3	2.510(1)	Fe1	N	1.911(2)
Fe1	N	1.938(4)	Fe1	C1	2.077(3)
Fe1	C1	1.801(6)	Fe1	C2	1.804(9)
Fe1	C2	1.789(5)	Fe1	C3	1.808(4)
Fe1	C3	1.838(5)	Fe1	C4	1.797(4)
Fe2	N	1.896(4)	Fe2	Fe3	2.553(1)
Fe2	C4	1.776(5)	Fe2	N	1.914(2)
Fe2	C5	1.795(6)	Fe2	C1	2.110(4)
Fe2	C6	1.794(6)	Fe2	C5	1.790(4)
Fe3	N	1.896(4)	Fe2	C6	1.801(4)
Fe3	C7	1.809(6)	Fe2	C7	1.796(4)
Fe3	C8	1.783(6)	Fe3	N	1.902(3)
Fe3	C9	1.780(5)	Fe3	C1	2.006(3)
N	C10	1.420(5)	Fe3	C8	1.809(4)
C10	C11	1.384(6)	Fe3	C9	1.804(4)
			Fe3	C10	1.823(4)
			N	C11	1.429(4)

表 4 部分键角

Table 4 Selected Bond Angles in Degrees

[I]. $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$							
atom1	atom2	atom3	angle	atom1	atom2	atom3	angle
Fe2	Fe1	Fe3	58.33(3)	N	Fe3	C7	146.3(2)
Fe1	Fe2	Fe3	60.75(3)	N	Fe3	C8	109.9(2)
Fe1	Fe3	Fe2	60.92(3)	N	Fe3	C9	99.4(2)
N	Fe1	C1	99.8(2)	C7	Fe3	C8	100.4(3)
N	Fe1	C2	96.7(2)	C7	Fe3	C9	93.6(2)
N	Fe1	C3	160.5(2)	C8	Fe3	C9	92.3(2)
C1	Fe1	C2	93.9(2)	Fe1	N	Fe2	84.4(1)
C1	Fe1	C3	94.3(2)	Fe1	N	Fe3	84.3(2)
C2	Fe1	C3	95.7(2)	Fe1	N	C10	125.7(3)
N	Fe2	C4	97.7(2)	Fe2	N	Fe3	82.9(2)
N	Fe2	C5	109.7(2)	Fe2	N	C10	131.9(3)
N	Fe2	C6	147.2(2)	Fe3	N	C10	130.8(3)
C4	Fe2	C5	92.8(3)	N	C10	C11	121.2(4)
C4	Fe2	C6	93.8(3)	N	C10	C15	121.2(4)
C5	Fe2	C6	100.3(3)				

[II]. $\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-CO})(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$

atom1	atom2	atom3	angle	atom1	atom2	atom3	angle
Fe2	Fe1	Fe3	60.32(2)	Fe(2)	Fe1	C4	152.1(1)
Fe2	Fe1	N	49.03(7)	Fe(3)	Fe1	N	47.45(8)
Fe2	Fe1	C1	53.8(1)	Fe(3)	Fe1	C1	49.74(9)
Fe2	Fe1	C2	106.8(1)	Fe(3)	Fe1	C2	128.7(1)
Fe2	Fe1	C3	103.8(1)	Fe(3)	Fe1	C3	139.4(1)
Fe3	Fe1	C4	92.1(1)	C1	Fe3	C10	131.9(2)
N	Fe1	C1	83.8(1)	Fe1	N	Fe2	82.04(9)
Fe1	Fe2	Fe3	61.02(2)	Fe1	N	Fe3	84.8(1)
Fe1	Fe2	N	48.93(7)	Fe1	N	C11	130.0(2)
Fe1	Fe2	C1	52.55(9)	Fe2	N	Fe3	84.0(1)
Fe3	Fe2	N	47.80(8)	Fe2	N	C11	133.8(2)
N	Fe2	C1	82.8(1)	Fe3	N	C11	125.1(2)
C1	Fe2	C5	128.7(2)	Fe1	C1	Fe2	73.7(1)
C1	Fe2	C6	80.1(2)	Fe1	C1	Fe3	78.1(1)
C1	Fe2	C7	133.5(2)	Fe1	C1	O1	133.6(3)
Fe1	Fe3	Fe2	58.66(2)	Fe2	C1	Fe3	76.7(1)
Fe1	Fe3	N	47.75(7)	Fe2	C1	O1	134.5(3)
Fe1	Fe3	C1	52.2(1)	Fe3	C1	O1	135.6(3)
N	Fe3	C1	86.0(1)	N	C11	C12	119.9(3)
C1	Fe3	C8	83.1(2)	N	C11	C16	120.4(3)
C1	Fe3	C9	130.2(2)				

合外, 另一面又被面羰基复盖, 使 N、三 Fe 和 C 原子形成不对称三角双锥。从表 4 和扭角计算得知, 键角 $\text{N}-\text{C10}-\text{C11}$ 、 $\text{N}-\text{C10}-\text{C15} = 121.2^\circ$; 键角 $\text{N}-\text{C11}-\text{C12} = 119.9^\circ$, $\text{N}-\text{C11}-\text{C16} = 120.4^\circ$, 分子 (I) 和 (II) 均呈近似 C_s 点群对称。

在 (I) 的 $(\mu_3\text{-NPh})$ 中, 面桥 N 原子以不对称方式和三个 Fe 原子成键, 使 $\text{Fe1}-\text{N} = 1.938(4)$, $\text{Fe2}(\text{Fe3})-\text{N} = 1.896(4)\text{\AA}$ 。按照 Lauher⁽⁷⁾ 理论, 成桥 N 原子对金属为 4 电子供体, N 原子和三 Fe 原子形成正常 σ 键用去 3 个电子, N 原子还余的一个电子流动于 $\text{Fe2}-\text{N}-\text{Fe3}$ 之间, 使簇分子的 $\text{Fe2}(\text{Fe3})-\text{N}$ 键缩短, 这和 $\text{Ru}_3(\text{CO})_9(\mu_2\text{-H})_2(\mu_3\text{-S})$ 晶体结构的报导相类似⁽⁸⁾。Johnson 指出, 桥 H 的存在撑长了有桥 H 的那个边⁽⁹⁾。因此, 两个桥 H 应位于两个较长的 $\text{Fe1}-\text{Fe2}$ 和 $\text{Fe1}-\text{Fe3}$ 边。

在 (II) 的 $(\mu_3\text{-NPh})$ 中, 面桥 N 原子对称地与三 Fe 原子成键, 使 $\text{Fe1}-\text{N} = 1.911(2)$, $\text{Fe3}-\text{N} = 1.902(3)$, $\text{Fe2}-\text{N} = 1.914(2)\text{\AA}$ 。这可解释为 N 原子余下的电子平均地分配给三

个 Fe 原子, 使电子流动于 $\text{Fe3}-\text{N} < \begin{smallmatrix} \text{Fe1} \\ \text{Fe2} \end{smallmatrix}$ 之间。还应指出的是, 分子 (II) 中的 $\mu_3\text{-CO}$ 不对称地和 Fe 原子键连, 使 $\text{Fe1}-\text{C} = 2.077(3)$, $\text{Fe2}-\text{C} = 2.110(4)$, $\text{Fe3}-\text{C} = 2.006(3)\text{\AA}$, 后者明显地短于前二者, 这是因为 Fe3 从 $\mu_3\text{-CO}$ 获得较多的电子密度, 正好补足了三 Fe 非等边三角形 Fe3 原子电子密度较少 (由三个 Fe-Fe 键长可判断) 的缺陷。

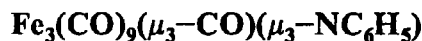
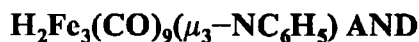
参 考 文 献

- (1) Andrews, M.A., Kaesz, H.D. et al., *J. Amer. Chem. Soc.*, **101**, 7245(1979).
- (2) Dehher, M., Knox, G.R., *Chem. Comm.*, 1243(1967).
- (3) Sappa, E., Milone, L., *J. Organomet. Chem.*, **61**, 383(1973).

- (4) Cotton, F.A., Wilkinson, G., *Adv. Inorg. Chem.*, 4th. ed., Wiley, N.Y., p.125-6(1980).
 (5) Doedens, R.J., *Inorg. Chem.*, 570-4(1969).
 (6) Kochi, J.K., *J. Am. Chem. Soc.*, 7725(1987).
 (7) Lauher, J.W., *J. Amer. Chem. Soc.*, 100, 5305(1978).
 (8) Adams, R.D. et al., *Organometallics*, 1, 53(1982).
 (9) Johnson, B.F.G. et al., *J. Chem. Soc. Chem. Comm.*, 920(1978).

STRUCTURAL CHEMISTRY OF NITRENE OR CARBENE CONTAINING METAL CARBONYL CLUSTER

I. SYNTHESSES AND CRYSTAL STRUCTURES OF



Liu Qiwan Hu Xiang Liu Shutang Su Haiquan

(Fuzhou Laboratory of Structure Chemistry, Academia Sinica, Fuzhou, 350002)

(Department of Chemistry, Inner Mongolia University, Huhehaote 010021)

Wang Boyi Wang Ming

(Center of Analysis and Measurement, Fudan University, Shanghai 200433)

The nitrene containing trinuclear iron carbonyl clusters were prepared by reacting $(\text{Et}_3\text{NH})(\text{HFe}_3(\text{CO})_{11})$ with $\text{C}_6\text{H}_5\text{NCO}$ in benzene.

The crystal structure of $\text{H}_2\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$ and $\text{Fe}_3(\text{CO})_9(\mu_3\text{-CO})(\mu_3\text{-NC}_6\text{H}_5)$ have been determined by single crystal diffractometry. Crystal data: (I) $\text{C}_{15}\text{H}_7\text{NO}_9\text{Fe}_3$, space group $P2_1/a$, $a = 18.343(2)$, $b = 9.072(1)$, $c = 11.451(1)\text{\AA}$, $\beta = 102.03(1)$, $V = 1863.7\text{\AA}^3$, $Z = 4$, $D_c = 2.143\text{gcm}^{-3}$; (II) $\text{C}_{16}\text{H}_5\text{NO}_{10}\text{Fe}_3$, space group $P2_1/c$, $a = 8.634(1)$, $b = 13.026(1)$, $c = 17.642(2)\text{\AA}$, $\beta = 97.68(1)$, $V = 1966.3\text{\AA}^3$, $Z = 4$, $D_c = 1.820\text{gcm}^{-3}$. Based on observed $\text{MoK}\alpha$ data, the structures were solved by direct method and refined to $R_{01} = 0.033$ for 1796 reflections, and $R_{02} = 0.027$ for 2679 reflections. All three iron interactions are bonding ((I) 2.577, 2.573, 2.510 $\text{\AA}$; (II) 2.571, 2.553, 2.510 $\text{\AA}$) and define a nearly equilateral triangle. The molecular configurations and Fe-N, Fe-Fe distances are discussed together with the electron distribution relationships.

Keywords: iron carbonyl cluster nitrene containing complex crystal structure