

Preliminary communication

Tétraphosphine nickel(0), Ni(PH₃)₄

M. TRABELSI, A. LOUTELLIER et M. BIGORGNE

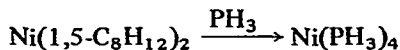
Laboratoire de Chimie de Coordination, Ecole Nationale Supérieure de Chimie, 11 rue P. et M. Curie, Paris 5e (France)

(Reçu le 25 mai 1972)

SUMMARY

Ni(PH₃)₄ has been prepared and isolated as a solid at -40°. It was identified by its low-temperature Raman and IR spectra.

Le complexe Ni(PH₃)₄ a été préparé à -40° par action de PH₃ sous pression sur le di-1,5-cyclooctadiènenickel. Toutes les opérations ont été faites en l'absence rigoureuse d'air, en présence ou non d'éther, dans un tube de verre Pyrex scellé.



Dans une expérience, PH₃ (10 mmole) est condensé à -190° sur Ni(1,5-C₈H₁₂)₂ (0.25 mmole), puis le tube est scellé et porté pendant une heure à -40°: on obtient alors une solution jaune qui laisse déposer des cristaux jaunes par refroidissement à -80°. La pression de vapeur saturante de PH₃ à -40° est 7 atm.

Dans les expériences effectuées en présence d'éther, à Ni(1,5-C₈H₁₂)₂ (0.7 mmole) est ajouté l'éther à -40° (0.5 ml) puis PH₃ (10 mmole). Le temps de réaction est aussi de 1 h: le solide a disparu presque entièrement, recouvert par la solution étherée jaune. Il y a cristallisation par refroidissement à -80°.

Le produit se décompose immédiatement au-dessus de -30° en absence de pression de PH₃: sa stabilité n'a pas été testée à ces températures sous pression de PH₃.

Les cristaux du produit ont pu être séparés du PH₃ en excès; ils ont été lavés à l'éther vers -80°.

L'identification du produit a été faite au moyen du spectre Raman enregistré à -190° sur les cristaux lavés, et par la mesure de la polarisation des bandes du produit en solution dans PH₃ à -40°.

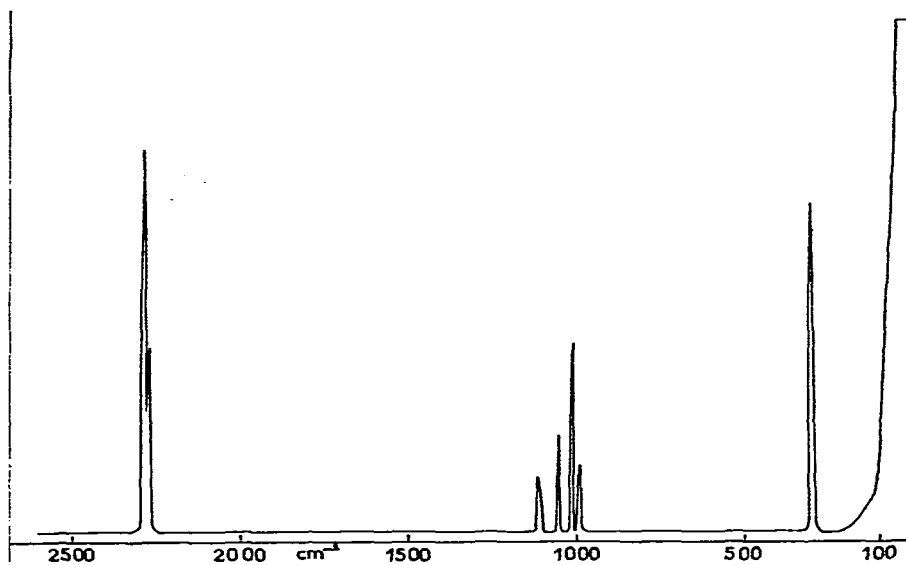


Fig. 1. Spectre Raman à -190° de $\text{Ni}(\text{PH}_3)_4$ solide.

Le spectre du solide, reproduit ci-dessus, montre uniquement les bandes de vibration de PH_3 coordonné¹ (P-H et H-P-H) ainsi qu'une bande forte ayant presque la même fréquence¹ que $\nu(\text{Ni-P})$ dans $\text{Ni}(\text{CO})_3\text{PH}_3$ et une bande très faible à 345 cm^{-1} . Le spectre de la solution indique que la réaction est complète et montre une bande polarisée dans chacun de ces domaines ($\nu(\text{P-H})$ 2299 cm^{-1} ; $\delta(\text{P-H})$ 1057 cm^{-1} ; $\gamma(\text{Ni-P})$ 296 cm^{-1}). Enfin, le spectre IR à -190° du produit dispersé dans le nujol, bien que de moins bonne qualité, confirme la présence des bandes du PH_3 coordonné; en plus il présente une bande forte à 343 cm^{-1} mais aucune à 296 cm^{-1} . Ces résultats permettent d'affirmer que le produit préparé est $\text{Ni}(\text{PH}_3)_4$.

A notre connaissance, ce composé est le premier complexe préparé ne contenant que des ligands PH_3 , les autres dérivés faisant intervenir, outre PH_3 , des ligands tels que CO ou PPh_3 ².

REMERCIEMENTS

Nous remercions vivement Mme D. Simons et Mme J. Hénique pour la prise des spectres Raman et IR.

REFERENCES

- 1 M. Bigorgne, A. Loutellier et M. Pánkowski, *J. Organometal. Chem.*, 23 (1970) 201.
- 2 E.O. Fischer, E. Louis, W. Bathelt, E. Moser et J. Müller, *J. Organometal. Chem.*, 14 (1968) P9.