

$\mu_{\text{Mo}} = 7.71 \text{ cm}^{-1}$; 4583 gemessene Reflexe; 3514 beobachtete Reflexe ($F_o^2 > 2\sigma F_o^2$); $\theta_{\max} = 25^\circ$; $R1 = 0.050$, $wR2 = 0.141$; max./min. Restelektronendichte 0.46–0.29 e \AA^{-3} . – 26·2CH₂Cl₂·C₆H₇Cl₂Cu₂N₈, $M_r = 1224.19$; Kristalle aus Dichlormethan; Kristallabmessungen 0.45 × 0.35 × 0.28 mm, triklin, Raumgruppe P $\bar{1}$; $a = 11.702(3)$, $b = 12.092(3)$, $c = 22.278(6)$ Å, $\alpha = 80.88(2)$, $\beta = 77.67(2)$, $\gamma = 74.55(2)$, $V = 2950.9(13)$ Å³, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.378 \text{ g cm}^{-3}$, $\rho_{\text{exp.}} = 1.387 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 1280$; $\mu(\text{MoK}\alpha) = 9.50 \text{ cm}^{-1}$; 10357 gemessene Reflexe; 6787 beobachtete Reflexe ($F_o^2 > 2\sigma F_o^2$); $\theta_{\max} = 26^\circ$; $R1 = 0.099$, $wR2 = 0.246$; max./min. Restelektronendichte 1.75–1.85 e \AA^{-3} (evtl. bedingt durch nichtstöchiometrischen Einbau von weiteren Lösungsmittelmolekülen). – Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-179-155“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse angefordert werden: The Director, CCDC, 12 Union Road, GB-Cambridge CB21EZ (Telefax: Int. +1223/336-033; E-mail: deposit@chemcrys.cam.ac.uk).

- [11] W. R. Scheidt, Y. J. Lee, *Struct. Bonding (Berlin)* **1987**, *64*, 1.
- [12] Zur Röntgenstrukturanalyse eines Diethylhexamethylcorrols siehe H. R. Harrison, O. J. R. Hodder, D. Crowfoot Hodgkin, *J. Chem. Soc. B* **1971**, 640.
- [13] W. R. Scheidt, I. Turowska-Tyrk, *Inorg. Chem.* **1994**, *33*, 1314.
- [14] U. Knof, T. Weyhermüller, T. Wolter, K. Wieghardt, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1993**, *726*; F. C. Anson, T. J. Collins, T. G. Richmond, B. D. Santarsiero, J. E. Toth, B. G. R. T. Treco, *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 2974; L. L. Diaddario, W. R. Robinson, D. W. Margerum, *Inorg. Chem.* **1983**, *22*, 1021; K. J. Oliver, T. N. Waters, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1982**, 1111.
- [15] Die magnetischen Suszeptibilitäten von **5** und **6** wurden an polykristallinen Proben im Temperaturbereich 81–293 K auf einer Faraday-Waage bestimmt. Der diamagnetische Anteil der magnetischen Suszeptibilität wurde mit Pascal-Konstanten korrigiert. Wir danken Herrn Prof. K. Wieghardt (Max-Planck-Institut für Strahlenchemie, Mülheim an der Ruhr) für die Durchführung der Messungen.
- [16] Die ESR-Messungen wurden mit einem X-Band-BRUKER-ESR-300E-Spektrometer mit 1-mm-Quartz-Meßröhren durchgeführt.
- [17] D. Chang, T. Malinski, A. Ulman, K. M. Kadish, *Inorg. Chem.* **1984**, *23*, 817; D. Dolphin, T. Niem, R. H. Felton, I. Fujita, *J. Am. Chem. Soc.* **1975**, *97*, 5288; A. Wolberg, J. Manassen, *Inorg. Chem.* **1970**, *9*, 2365.
- [18] P. A. Connick, K. A. Macor, *Inorg. Chem.* **1991**, *30*, 4654; T. J. Collins, T. R. Nichols, E. S. Uffelman, *J. Am. Chem. Soc.* **1991**, *113*, 4708.
- [19] M. W. Renner, K. M. Barkigia, Y. Zhang, C. J. Medforth, K. M. Smith, J. Fajer, *J. Am. Chem. Soc.* **1994**, *116*, 8582; Z. Gross, C. Barzilay, *Angew. Chem.* **1992**, *104*, 1672; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1992**, *31*, 1615; J. Fajer, D. C. Borg, A. Forman, D. Dolphin, R. H. Felton, *J. Am. Chem. Soc.* **1970**, *92*, 3451.
- [20] Die elektrochemischen Untersuchungen wurden in Dichlormethan in Gegenwart von 0.1 mol L⁻¹ Tetrabutylammonium-hexafluorophosphat (TBAPF₆) durchgeführt. Die angegebenen Potentiale wurden mit einer Ag/AgCl-Elektrode gemessen. Als interner Standard diente Ferrocen, das bei +0.48 V (gegen Ag/AgCl) oxidiert wurde.
- [21] S. Will, A. Rahbar, H. Schmickler, J. Lex, E. Vogel, *Angew. Chem.* **1990**, *102*, 1434; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1990**, *29*, 1390.
- [22] E. Vogel, M. Bröring, C. Erben, R. Demuth, J. Lex, M. Nendel, K. N. Houk, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, 363; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, Nr. 4.

Nichttoxische Silicium-Keramiken über einen wasserfreien Sol-Gel-Prozeß**

Andreas O. Gabriel und Ralf Riedel*

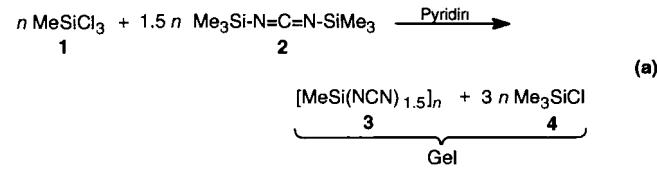
Der Sol-Gel-Prozeß zur Synthese oxidischer Gläser und Keramiken ist seit Jahren Gegenstand intensiver Untersuchungen in der anorganischen Synthesechemie und hat eine breite technische Anwendung erlangt.^[1, 2] Dennoch ist er bislang auf sauer-

* Prof. Dr. R. Riedel, Dipl.-Ing. A. O. Gabriel
Fachbereich Materialwissenschaft der Technischen Hochschule
Fachgebiet Disperse Feststoffe
Petersenstraße 23, D-64287 Darmstadt
Telefax: Int. +6151/16-6346
E-mail: dg9b@hrzpub.th-darmstadt.de

** Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft gefördert. Ein besonderer Dank gilt Dipl.-Chem. S. Storck und Prof. Dr. W. F. Maier, Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim an der Ruhr, für die Porositätsmessungen.

stoffhaltige Systeme beschränkt geblieben.^[2] Hier stellen wir nun den ersten wasserfreien Sol-Gel-Prozeß zur Herstellung sauerstofffreier Silicium-Keramiken vor.

Bei der Umsetzung von Trichlor(methyl)silan **1** mit dem Carbodiimidsynthesebaustein Bis(trimethylsilyl)carbodiimid **2** erhält man unter Pyridinkatalyse einen transparenten, formstabilen Gelkörper [Gl. (a)]. Die Reaktion wird ohne Lösungsmittel



durchgeführt. Die Dauer bis zur Bildung des Gels kann durch Variation des Pyridingehaltes und durch Änderung der Reaktionstemperatur eingestellt werden (Abb. 1). Eine Gelierung des Reaktionsgemisches tritt auch bei Raumtemperatur und ohne Pyridin auf. Die Reaktionszeit bis zum Gelierungspunkt erhöht sich z. B. bei einem Pyridingehalt von 0.25 Äquiv. bezüglich **1** von 6 h (Rückflußtemperatur) auf 24 Tage (Raumtemperatur).

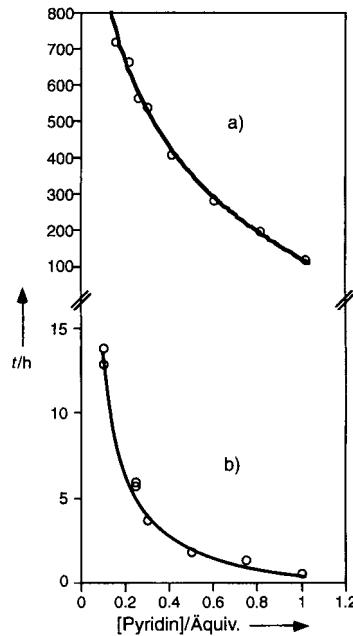
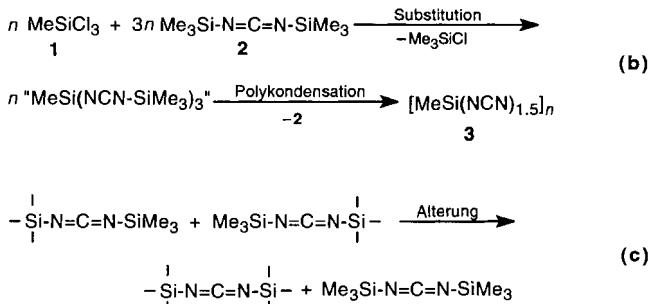


Abb. 1. Reaktionsdauer bis zum Gelierungspunkt in Abhängigkeit von der Pyridinkonzentration bei der Umsetzung von **1** mit **2** ohne Lösungsmittel a) bei Raumtemperatur und b) bei Rückflußtemperatur.

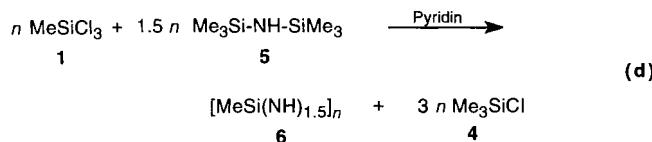
Reaktion (a) verläuft völlig analog zum bekannten wässrigen Sol-Gel-Prozeß, wobei das Carbodiimid **2** die Rolle des Wassers bei der Substitution und der Kondensation übernimmt [Gl. (b)]. Beim Alterungsprozeß wird die Zahl der Bindungen im Gelnetz durch eine fortschreitende Polykondensation erhöht. Die FT-IR-Spektren der nicht gealterten Gele zeigen das Vorliegen von Trimethylsilylendgruppen, welche nach dem Alterungsprozeß spektroskopisch nicht mehr nachweisbar sind [Gl. (c)]. Die Kondensationsreaktionen sind somit beim Gelierungspunkt nicht abgeschlossen, sondern setzen sich bei der Alterung fort. Die Alterungsgeschwindigkeit ist sowohl eine Funktion des Pyridingehaltes als auch der Temperatur: Ein höherer Pyridingehalt und eine höhere Auslagerungstemperatur (20–45 °C) be-



schleunigen die weitere Vernetzung. Während des Alterungsprozesses tritt keine Phasenumwandlung zu einem kristallinen Feststoff auf. Das nach Trocknung (3×10^{-2} mbar, 130 °C) erhaltenen Xerogel 3 ist röntgenamorph. Darüber hinaus zeigen die In-situ-Röntgenpulverdiffraktogramme im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 850 °C keine Reflexe, die auf kristalline Phasen hindeuten.

Die kontrollierte Alterung des Gels zeichnet sich durch eine rißfreie, dreidimensionale Schrumpfung aus. So ist die Schrumpfung bei einem Pyridingehalt von 0.3 Äquiv. bezüglich 1 nach ca. vier Wochen abgeschlossen. Sie ist irreversibel, und die Schrumpfungsgeschwindigkeit ist ebenfalls abhängig von der Temperatur und der Katalysatorkonzentration. Unmittelbar nach der Gelierung ist der Gelkörper transparent. Durch Alterung wird der Gelkörper milchig-trüb. Durch langsames Abkondensieren der flüssigen Phase kann er in das transparente Xerogel 3 überführt werden. Das Gel schrumpft beim Alterungsprozeß auf 25% des ursprünglichen Volumens. Nach Abgießen der flüssigen Phase und langsamem Abkondensieren der restlichen Flüssigkeit schrumpft der Gelkörper nochmals linear um 10%. Porositätsmessungen ergaben, daß der Gelkörper sehr dicht ist; Mikroporen konnten nicht nachgewiesen werden.^[3]

Bei der Umsetzung von **1** mit Hexamethyldisilazan **5** tritt dagegen keine Gelierung ein, sondern ausschließlich die Präzipitation eines Feststoffes, **6^[4]** [Gl. (d)]. Somit dürfte die Car-



bodiimidgruppe der entscheidende Faktor für den hier vorgestellten nichtwässrigen Sol-Gel-Prozeß sein. Die intakten Carbodiimidgruppen im Produkt **3** wurden FT-IR- ($\bar{v}_{as}(N=C=N) = 2152 \text{ cm}^{-1}$) und Raman-spektroskopisch ($\bar{v}_s(N=C=N) = 1533 \text{ cm}^{-1}$) sowohl im frisch synthetisierten als auch im gealterten Gel nachgewiesen. Dies ist in Einklang mit den Ergebnissen der Umsetzungen von **2** mit Dichlor(dimethyl)-^[5, 6] sowie Tetrachlorsilan^[7]. SiCl_4 reagiert mit **2** analog Gleichung (a) zu einem methylfreien Gel der Zusammensetzung SiC_2N_4 . Nach Calcinierung dieses Xerogels konnten die ersten kristallinen Phasen im ternären Si-C-N-System isoliert und charakterisiert werden.^[7]

Die thermisch induzierte Keramisierung des Xerogels 3 wurde durch simultane Thermoanalyse (STA) zwischen Raumtemperatur und 1500 °C in He untersucht. Demzufolge beträgt die Ausbeute an Keramik 60 %. Zwischen 560 und 590 °C wird ein Massenverlust von 20 % gemessen, der von einer exothermen Reaktion begleitet wird (Abb. 2). Die *in situ* massenspektrometrisch bestimmten Zersetzungprodukte wurden überwie-

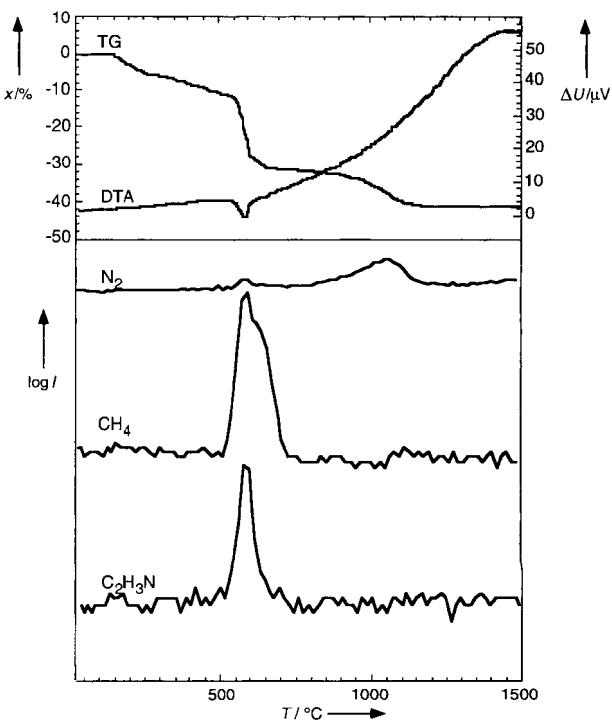


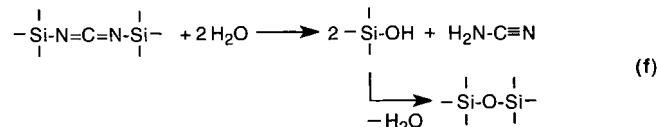
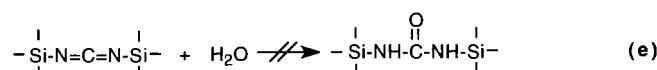
Abb. 2. Thermogravimetrische (TG) Analyse (Massenverlust x [%]) und Differentialthermoanalyse (DTA; ΔU [μ V]) von getrocknetem Xerogel 3 sowie massenspektrometrische Verfolgung der Pyrolyse unter Ar anhand der Ausgasungsprodukte N_2 , CH_4 und C_2H_4N . Aufheizgeschwindigkeit 2 Grad pro min.

gend als Methan (m/z 16) und Acetonitril oder Methylisonitril (m/z 41) und deren Fragmente identifiziert. Zwischen 850 und 1120 °C tritt ein weiterer Massenverlust von ca. 10 % auf, der ausschließlich auf die Abspaltung von Stickstoff zurückzuführen ist (Abb. 2).

FT-IR-Untersuchungen der bei unterschiedlichen Temperaturen getemperten Proben ergaben, daß bei der Zersetzung zwischen 500 und 600 °C die Deformationsschwingungen $\gamma = 1270 \text{ cm}^{-1}$ der Si-CH₃-Gruppen nach der thermischen Behandlung nicht mehr detektiert werden. Nach Auslagerung von 3 oberhalb 800 °C nimmt die Intensität der Carbodiimidschwingungsbande bei 2152 cm^{-1} kontinuierlich ab, ist aber bei 1200 °C FT-IR-spektroskopisch noch nachweisbar.

Die thermoanalytischen und spektroskopischen Ergebnisse korrelieren sehr gut mit den elementaranalytischen Daten von **3** und dessen Folgeprodukten. Die elementare Zusammensetzung von **3**, $\text{SiC}_{2,5}\text{N}_3\text{H}_3$, ändert sich zu $\text{SiC}_{1,23}\text{N}_{2,50}$ und $\text{SiC}_{1,12}\text{N}_{1,63}$ nach dem Tempern bei 700 bzw. 1200 °C.

Das Xerogel **3** ist wegen der Carbodiimidgruppen sehr hydrolyseempfindlich. Anders als die organischen Diimide reagiert **3** nicht unter Bildung eines Harnstoffderivats, sondern unter hydrolytischer Abspaltung der Silylgruppen [Gl. (e) bzw. (f)].^[8] In den FT-IR Spektren sind keine Hinweise auf die Carbonylschwingung des Harnstoffderivates erkennbar. Nach kurzem Kontakt von **3** mit Luft weist das IR-Spektrum eine breite



Banden bei 3272 cm^{-1} ($\text{SiO}-\text{H}$ und $\text{N}-\text{H}$), eine intensive Bande bei 1063 cm^{-1} ($\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$) und eine Bande bei 1578 cm^{-1} ($\text{H}_2\text{N}-\text{CN}$) auf. Auch die Verschiebung der Schwingungsbande von 2152 cm^{-1} (Carbodiimidgruppe) nach 2264 cm^{-1} (Cyanamid) lässt auf eine Hydrolyse nach Gleichung (f) schließen.

Der wasserfreie Sol-Gel-Prozeß ermöglicht die Realisierung einer ganzen Reihe technologisch relevanter Formgebungsverfahren, die von der konventionellen Sol-Gel-Technik her bekannt sind. So beschäftigt man sich derzeit mit der Herstellung von Carbonitrid-Silicium-Keramiken in Form von nanosphärischen Pulvern, monolithischen Formteilen, Fasern und Membranen sowie die Beschichtung und Infiltration poröser Substrate. Darüber hinaus ist die Übertragung des neuartigen Sol-Gel-Verfahrens auf andere Elemente Gegenstand weiterer Untersuchungen.

Experimentelles

Alle Reaktionen wurden in ausgeheizten Glasgeräten in einem wasserfreien Argonstrom durchgeführt. Die Proben für die IR- (KBr) und Raman-Untersuchungen wurden unter Schutzgas präpariert und vermessen. Die STA-Messungen (Netzsch 429, Massenspektrometer: Balzers QMG 420) wurden unter Helium mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 2 Grad pro min durchgeführt.

2: Methode a: Zu 2.5 mol (403 g) Hexamethyldisilazan werden unter starkem Röhren 2.5 mol (105 g) Cyanamid in 150 mL wasserfreiem THF langsam zugetropft. Leichtes Erhitzen lässt die Reaktion anspringen, was sich durch Ammoniakentwicklung bemerkbar macht. Das restliche Cyanamid wird anschließend sehr langsam bei Raumtemperatur zugetropft. Nach Beendigung der Ammoniakentwicklung wird das Reaktionsgemisch ca. 1.5 h unter Rückfluß erhitzt bis auch unter diesen Bedingungen kein Gas mehr entsteht. Die entstandenen festen Bestandteile werden unter Schutzgas abfiltriert und das Filtrat eingengt. Der Rückstand wird zweimal über eine 30 cm Vigreux-Kolonne fraktioniert destilliert. Bei 164°C werden 377 g (2.03 mol , 81% Ausbeute) **2** erhalten. – **Methode b** [10]: Ein Gemisch aus 42 g Dicyandiamid, 177 g Hexamethyldisilazan und 0.2 g Ammoniumsulfat wird 8 h unter Rückfluß erhitzt. Nach zweimaliger Destillation über eine Vigreux-Kolonne erhält man bei 164°C 134 g (72%) **2**. Die spektroskopischen Daten entsprechen den in Lit. [8, 9] angegebenen.

[$\text{MeSi}(\text{NCN})_{1.5}\text{n}$] (Gelkörper): Unter Schutzgas wurden 20.0 g (107 mmol) **2** mit 10.7 g (71.6 mmol) **1** versetzt. Nach Zugabe von 566 mg (10.7 mmol) Pyridin wird auf 90°C erhitzt. Nach 13 h wird der Gelierungspunkt erreicht. Zur Alterung wird der Reaktionsansatz bei 45°C ausgelagert. Der Gelierungspunkt kann durch den Pyridingehalt und die Synthesetemperatur variiert werden. Bei Raumtemperatur geliert das Reaktionsgemisch mit einem Pyridingehalt von 10.7 mmol nach 50 d . Nach abgeschlossenem Alterungsprozeß wird die überstehende Flüssigkeit abgegossen und die restliche flüssige Phase bei 50°C unter Schutzgas abkondensiert, wobei man einen transparenten Formkörper erhält. FT-IR (KBr): $\tilde{\nu} = 2965\text{ (SiMe)}$, 2152 (NCN) , 1270 (SiMe) , 748 cm^{-1} (SiN); Raman: $\tilde{\nu} = 2974\text{ (SiMe)}$, 2906 (SiMe) , 1533 cm^{-1} (NCN); ^{29}Si -CP/MAS-NMR (300 MHz): $\delta = -62.3$; Elementaranalyse [11] (ber. für $\text{C}_{2.5}\text{H}_3\text{N}_3\text{Si}$ (103.16): C 29.11, N 40.73, O 0.00, Si 27.23); C 28.75, N 38.3, O 0.28, Si 26.9; Pyrolysat (700°C): C 19.0, N 44.8, O 0.26; Pyrolysat (1200°C): C 21.1, N 34.4, O 0.32.

Eingegangen am 3. September 1996 [Z 9520]

Stichworte: Keramiken · Silicium · Sol-Gel-Verfahren · Thermolyse

- [1] C. J. Brinker, G. W. Scherer, *Sol-Gel Science*, Academic Press, San Diego, CA, 1990.
- [2] R. Corriu, D. Leclercq, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 1524–1540; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 1420–1436.
- [3] Die Porosität des Xerogels **3** wurde durch Stickstoffadsorption (BET) zu $<1\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ ermittelt. Im Unterschied hierzu weisen oxidische Gele Porositäten $>100\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ auf.
- [4] G. E. Legrow, T. F. Lim, J. Lipowitz, R. S. Reaoch, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **1987**, *66*(2), 363–367.
- [5] A. Kienzle, A. Obermeyer, R. Riedel, F. Aldinger, A. Simon, *Chem. Ber.* **1993**, *126*, 2569–2571.
- [6] A. Obermeyer, A. Kienzle, J. Weidlein, R. Riedel, A. Simon, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1994**, *620*, 1357–1363.
- [7] R. Riedel, A. Greiner, G. Miche, W. Dreßler, H. Fueß, J. Bill, F. Aldinger, *Angew. Chem.* **1997**, *109*, im Druck; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1997**, *36*, im Druck.
- [8] J. Pump, U. Wannagat, *Justus Liebigs Ann. Chem.* **1962**, *652*, 21–27.
- [9] R. Lechner, H.-D. Hausen, J. Weidlein, *J. Organomet. Chem.* **1989**, *359*, 1–12.
- [10] I. A. Vostokov, Yu. I. Dergunov, A. S. Gordetsov, *Zhurnal Obshchei Khimii* **1977**, *47*(8), 1769–1771.
- [11] Si,C,N,O-Analyse: Mikroanalytisches Labor Pascher, Remagen.

Ungewöhnliche Reaktionswege bei der Photolyse von Diazido(phosphoran)nickel(II)-Komplexen: Bildung von Nickel(0)-Komplexen über Nitrenintermediate**

Horst Hennig,* Katrin Hofbauer, Katrin Handke und Rainer Stich

Professor Derk J. Stufkens zum 60. Geburtstag gewidmet

Die photochemische Spezifität von Azidliganden beruht auf ihrem Redoxverhalten:^[1] In Abhängigkeit vom Zentralion wird die Bildung von Nitridokomplexen,^[2] Azidylradikalen^[3] oder von Nitrenintermediaten beobachtet.^[4] Während für Photo-redoxreaktionen unter Beteiligung des Zentralions detailliertere Erkenntnisse vorliegen,^[1] ist bislang nur für Azidokomplexe von Iridium(III),^[5] Rhodium(III)^[6] sowie für Diazidonickel(II)-Komplexe mit Azamakrocyclen als Liganden^[7] ein photochemischer Nitren-Reaktionsweg indirekt über eine sekundäre Hydrazinbildung gefunden worden. Wir konnten nun zeigen, daß die primäre Photoreaktion nach Charge-Transfer(CT)-Anregung von Nickel(II)-Komplexen des Typs $[\text{Ni}^{+2}\text{P}_2^-(\text{N}_3)_2]$ (P_2^- : Mono- oder Diphosphanliganden; **1–4**) auf eine intermediäre Nitrenbildung zurückgeführt werden kann.

Für die Komplexe $[\text{Ni}(\text{Et}_3\text{P})_2(\text{N}_3)_2]$ **1**, $[\text{Ni}(\text{dppe})(\text{N}_3)_2]$ **2** (dppe = 1,2-Bis(diphenylphosphino)ethan), $[\text{Ni}(\text{dppp})(\text{N}_3)_2]$ **3** (dppp = 1,3-Bis(diphenylphosphino)propan) und $[\text{Ni}(\text{vpp})(\text{N}_3)_2]$ **4** (vpp = 1,2-Bis(diphenylphosphino)ethen)^[10] wurden in CH_2Cl_2 oder EtOH photoinduzierte Redoxreaktionen mit Quantenausbeuten von $\Phi^{313} \approx 0.5 \times 10^{-1}$ mit geringfügigen Schwankungen in Abhängigkeit von ihrer Konstitution nachgewiesen (Abb. 1). Als Endprodukte der stationären Photolyse

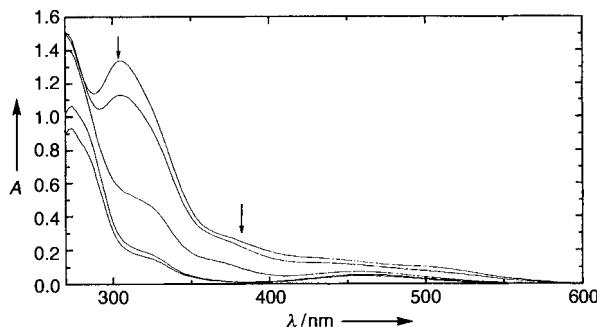
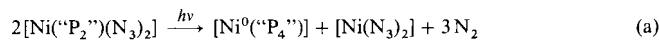


Abb. 1. UV/Vis-spektroskopische Kontrolle der Photolyse von **2** in CH_2Cl_2 ; Bestrahlungszeiten 10, 30, 60, 120 s; Einstrahlungswellenlänge $\lambda^{\text{irr}} = 313\text{ nm}$. A = Absorption (willkürliche Einheiten).

wurden $[\text{Ni}(\text{N}_3)_2]$ (Nachweis mit IR-Spektroskopie und Elementaranalyse), N_2 sowie Tetrakis(phosphoran)- und Bis(diphosphoran)nickel(0)-Komplexe (**1c** bzw. **2c**, **3c**, **4c**; Elementaranalyse, UV/Vis-, IR- und NMR-Spektroskopie im Vergleich zu unabhängig synthetisierten Nickel(0)-Komplexen^[11]) gemäß Gleichung (a) gefunden (Schema 1).



[*] Prof. Dr. H. Hennig, Dr. K. Hofbauer, Dipl.-Chem. Katrin Handke, Dr. Rainer Stich
Institut für Anorganische Chemie der Universität
Talstraße 35, D-04103 Leipzig
Telefax: Int. + 341/960 460 00
E-mail: hennigho@sonne.tachemie.uni-leipzig.de

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert.