

## Übergangsmetallverbindungen mit der Gruppe $=N-TeF_5$

Peter Huppmann und Konrad Seppelt \*

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin,  
Fabeckstr. 34–36, D-1000 Berlin 33

Eingegangen am 21. Januar 1984

$F_4Mo=N-TeF_5$ ,  $F_4W=N-TeF_5$ ,  $F_3V=N-TeF_5$ ,  $Cl_4Mo=N-TeF_5$  und  $Cl_3V=N-TeF_5$  wurden hergestellt. Alle Verbindungen 1–5 enthalten offenbar eine Metall-Stickstoff-Doppelbindung.

### Transition Metal Compounds with the Ligand $=N-TeF_5$

$F_4Mo=N-TeF_5$ ,  $F_4W=N-TeF_5$ ,  $F_3V=N-TeF_5$ ,  $Cl_4Mo=N-TeF_5$ , and  $Cl_3V=N-TeF_5$  have been synthesized. All compounds 1–5 have a metal-nitrogen double bond.

Verbindungen mit Metall-Stickstoff-Mehrfachbindungen haben in den letzten Jahren viel Aufmerksamkeit erhalten. Anfangs galten diese Verbindungen als Kuriosa, mit der Gewöhnung eröffneten sich theoretische Fragestellungen über die besondere Natur der Bindungsverhältnisse. Mittlerweile sind zahlreiche Systeme, vorzugsweise mit den Metallen V, Cr, Mo, W, Mn und Re, bekannt<sup>1)</sup>. Die Metalle liegen dabei meist in auffallend hohen Wertigkeitsstufen vor.

Die  $-OTeF_5$ -Gruppe kann als Ligand Elemente oft in ihren höchsten Wertigkeitsstufen halten<sup>2)</sup>. Uns interessierte nun, ob ähnliche Systeme mit der  $=N-TeF_5$ -Gruppierung an Übergangsmetallen in einem weiteren Rahmen erhältlich sind. Erste Ergebnisse über diese Stickstoffgruppierung sind schon bekannt<sup>3,4)</sup>. Dabei wurde  $Cl_4W=N-TeF_5$  bereits hergestellt und auch kristallstrukturanalytisch untersucht<sup>4)</sup>. Es ergab sich eine weitgehend lineare WNTe-Einheit. Die vier Chloratome am Wolfram und die vier äquatorialen Fluoratome am Tellur sind ekliptisch angeordnet.

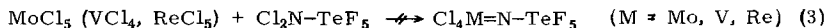
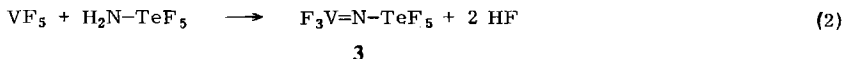
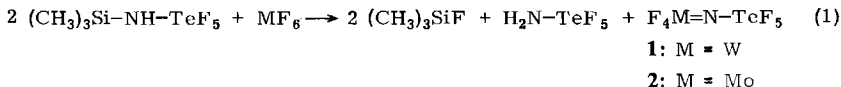
Die einfache Synthese von  $Cl_4W=N-TeF_5$  (aus  $WCl_6$  und  $H_2N-TeF_5$ ) war jedoch nicht auf andere Chloride erweiterbar, weil die höchstvalenten Chloride von Mo, Os und Re offenbar nicht bekannt sind.

Als Übertragungsmittel der Gruppe  $=N-TeF_5$  standen  $H_2N-TeF_5$ <sup>3)</sup>,  $(CH_3)_3Si-NH-TeF_5$ <sup>3)</sup> und  $Cl_2N-TeF_5$ <sup>4)</sup> zur Verfügung.

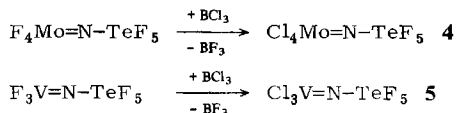
Grundsätzlich sind Chloro-metall-Derivate den Fluoro-metall-Derivaten vorzuziehen. Übergangsmetallgebundene Fluoratome neigen generell sehr viel mehr zur Brückenbildung als die entsprechenden Chloratome. Deshalb sind die Fluoro-metall-Derivate schwerer rein herstellbar, weil sie weniger flüchtig und in fast allen Lösungsmitteln unlöslich sind und Verunreinigungen vermutlich durch Koordination festhalten.

Die Fluoroderivate 1–3 konnten gemäß (1) und (2) hergestellt werden. Da die Chloro-metall-Derivate wegen des Fehlens der höchstwertigen Metallchloride nicht ent-

sprechend dargestellt werden konnten, wurden Reaktionen mit  $\text{Cl}_2\text{N}-\text{TeF}_5$  als Chlorierungsmittel versucht, Gl. (3).



Dieses gelang jedoch nicht. Die Chlorometallverbindungen konnten nur durch Umhalogenierung der Fluorometallverbindungen erhalten werden. Die entstehenden (Pentafluortelluroimino)metallchloride **4** und **5** können leicht destilliert bzw. sublimiert werden.



Alle neuen Verbindungen zeigen im IR- und Ramanspektrum neben den typischen Schwingungen der  $\text{TeF}_5$ -Gruppe eine starke Bande im Bereich von 1190 ( $\nu\text{W}=\text{N}$ ), 1138, 1110 ( $\nu\text{Mo}=\text{N}$ ), 1080, 1109  $\text{cm}^{-1}$  ( $\text{V}=\text{N}$ ), die den Metall-Stickstoff-Doppelbindungen zugeordnet werden kann. Die Fluorometallderivate sind wie erwartet stark assoziiert. Molmassebestimmungen und Umkristallisationen scheitern an der Unlöslichkeit in nichtbasischen Lösungsmitteln, im Fall von  $\text{F}_3\text{V}=\text{N}-\text{TeF}_5$  an der Zersetzlichkeit. Nur  $\text{Cl}_3\text{V}=\text{N}-\text{TeF}_5$  ist als Flüssigkeit wohl molekular.

Die neuen Verbindungen können den schon bekannten Verbindungen von *Dehnicke* et al., wie z. B.  $\text{Cl}_3\text{PO}-\text{Cl}_4\text{W}=\text{N}-\text{CCl}_3^5$ ,  $[\text{Cl}_5\text{W}=\text{N}-\text{CCl}_3]^-^5$ ,  $[\text{Cl}_5\text{Mo}=\text{N}-\text{C}_2\text{H}_5]^-^6$  und  $\text{Cl}_3\text{V}=\text{N}-\text{I}^7$ , zur Seite gestellt werden.

Wir danken der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* und dem *Fonds der Chemischen Industrie* für materielle Unterstützung dieser Arbeit. Den Firmen *Kali-Chemie*, Hannover, und *Bayer AG*, Leverkusen, danken wir für die kostenlose Überlassung von Lösungsmitteln.

## Experimenteller Teil

IR-Spektren: Beckman Acculab 10. –  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektren: Gerät EM 360 L der Fa. Varian,  $\text{CFCl}_3$  äußerer Standard. Die chemischen Verschiebungen wurden nach IUPAC angegeben. – Massenspektren: CH 5 der Fa. Varian MAT, 80 eV Anregungsenergie. – Elementaranalysen: Fa. Beller & Co., Göttingen. – Glasvakuumapparaturen wurden bei der Herstellung von  $(\text{CH}_3)_3\text{SiNHTeF}_5$ ,  $\text{H}_2\text{NTeF}_5$  etc. verwendet, die Handhabung von  $\text{VF}_5$  erforderte die Benutzung einer Metallvakuumapparatur.

*Ausgangsverbindungen:*  $\text{WF}_6$  und  $\text{MoF}_6$  wurden von der Fa. Ozark-Mahoning, USA, bezogen. Chlor-Fluor-Kohlenwasserstoffe (Kaltrone) wurden von der Fa. Kali-Chemie bezogen, Perfluorbutansulfonylfluorid wurde von der Fa. Bayer AG, Leverkusen, erhalten.  $(\text{CH}_3)_3\text{SiNHTeF}_5^3$ ,  $\text{H}_2\text{NTeF}_5^3$ ,  $\text{Cl}_2\text{NTeF}_5^4$  wurden nach Literaturangaben hergestellt.

MoCl<sub>5</sub><sup>8)</sup>, ReCl<sub>5</sub><sup>9)</sup> und VCl<sub>4</sub><sup>10)</sup> wurden durch Elementchlorierung bei erhöhten Temperaturen erhalten. VF<sub>5</sub> entsteht durch Fluorierung von Vanadium in einem Hochdruckmonelautoklaven bei 380°C/200 at. Zur Reinigung wurde das viskose, farblose Pentafluorid in einer Edelstahlapparatur sublimiert und in einem Behälter aus Polyperfluorpropen mit Metallventil gelagert.

(Pentafluortelluroimino)molybdäntetrafluorid (2): In einen 100-ml-Edelstahlautoklaven mit magnetischer Innenrührung werden in einem Handschuhkasten unter Argon 10.65 g (34.26 mmol) frisch destilliertes (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNHTeF<sub>5</sub> und 20 ml getrocknetes und sauerstofffreies Frigen 113 (C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub>) gefüllt. Diese Mischung wird gut durchgerührt und auf Stickstofftemperatur abgekühlt. An einer Metallvakuumapparatur werden nun im statischen Vakuum 4.00 g (19.05 mmol) MoF<sub>6</sub> aufkondensiert. Über Nacht wird langsam von –78°C bis Raumtemp. erwärmt und 2 Tage bei Raumtemp. gerührt. Nun werden alle flüchtigen Anteile (R<sub>3</sub>SiF, MoF<sub>6</sub>, H<sub>2</sub>NTeF<sub>5</sub>) abgepumpt. Das Rohprodukt wird jetzt zur fast vollständigen Entfernung des noch vorhandenen H<sub>2</sub>NTeF<sub>5</sub> 20 h bei 40°C im Hochvak. belassen. Reines Produkt fällt schließlich bei der Sublimation im Hochvak. an. Erhalten werden 4.8 g (62%) reiner, farbloser, kristalliner Feststoff, der äußerst luft- und feuchtigkeitsempfindlich ist. Schmp. 137°C (Zers. im abgeschmolzenen Röhrchen), Subl. 125°C/7 · 10<sup>–3</sup> mbar. – IR (Nujol): 1138 (νMo=N, ss), 1130 (Sch), 980 (sschw), 926 (schw), 753 (ss), 738 (ss), 720 (s), 705 (schw), 692 (m), 678 (ss), 653 (ss), 532 cm<sup>–1</sup> (m). – Raman (fest): 1138 (30), 722 (89), 698 (62), 668 (100), 315 (21), 257 (19), 241 (16), 203 (15), 172 (13), 145 cm<sup>–1</sup> (11). – <sup>19</sup>F-NMR (Acetonitril, CFC<sub>3</sub> ext.): Stark entartetes AB<sub>4</sub>-Spektrum der NTeF<sub>5</sub>-Gruppe: δA = δB = –51.13, δ(Mo)F = +179.33. – MS (Massenzahlen bezogen auf <sup>98</sup>Mo und <sup>130</sup>Te; Intensitäten in % schließen alle Isotope ein): m/e = 413 (MoTeNF<sub>9</sub><sup>+</sup>, 3.7), 394 (MoTeNF<sub>8</sub><sup>+</sup>, 100), 260 (Te<sub>2</sub><sup>+</sup>, 10), 225 (TeF<sub>5</sub><sup>+</sup>, 79), 206 (TeF<sub>4</sub><sup>+</sup>, 6), 193 (MoF<sub>5</sub><sup>+</sup>, 5), 187 (TeF<sub>4</sub><sup>+</sup>, 89), 174 (MoF<sub>4</sub><sup>+</sup>, 55), 168 (TeF<sub>3</sub><sup>+</sup>, 55), 155 (MoF<sub>3</sub><sup>+</sup>, 28), 149 (TeF<sup>+</sup>, 43), 136 (MoF<sub>2</sub><sup>+</sup>, 11), 130 (Te<sup>+</sup>, 14), 117 (MoF<sup>+</sup>, 7), 98 (Mo<sup>+</sup>, 5).

F<sub>9</sub>MoNTe (408.5) Ber. F 41.85 Mo 23.48 N 3.43 Gef. F 39.50 Mo 24.96 N 3.44

Tellur konnte neben Molybdän nicht bestimmt werden.

(Pentafluortelluroimino)molybdäntetrachlorid (4): In einem 100-ml-Edelstahlautoklaven mit magnetischer Innenrührung werden in einem Handschuhkasten unter Argon 2.76 g (6.76 mmol) F<sub>4</sub>Mo=NTeF<sub>5</sub> in gut getrocknetem und sauerstofffreiem Methylenchlorid suspendiert. Nun werden an einer Glasvakuumapparatur bei –196°C 1.11 g (9.47 mmol) frisch destilliertes BCl<sub>3</sub> aufkondensiert. Der Autoklav wird in eine Methanol/Trockeneis-Kältemischung gestellt und während 40 h auf Raumtemp. gebracht. Entstandenes BF<sub>3</sub> und das Lösungsmittel werden bei Raumtemp. in eine auf –196°C gekühlte Falle abgepumpt. Im Autoklaven verbleibt ein rotbrauner Feststoff, der im Ölpumpenvak. sublimiert wird. Ausb. 1.95 g (61%) rotbrauner kristalliner Feststoff, der äußerst luft- und hydrolyseempfindlich ist. Schmp. 186°C, Subl. 131°C/7 · 10<sup>–1</sup> mbar. – IR (Nujol): 1110 (νMo=N, m), 1010 (schw), 980 (sschw), 908 (schw), 812 (m), 760 cm<sup>–1</sup> (νTe–F, ss). – Die Aufnahme eines Ramanspektrums war nicht möglich, da sich die Substanz im Laserlicht zersetzte. – <sup>19</sup>F-NMR (in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/CH<sub>3</sub>CN 3:1, CFC<sub>3</sub> ext. Standard): Sehr stark entartetes AB<sub>4</sub>-Spektrum der NTeF<sub>5</sub>-Gruppe: δA = δB = –50.93. – MS (wie bei 2): m/e = 442 (MoTeNF<sub>5</sub>Cl<sub>3</sub><sup>+</sup>, 0.5), 423 (MoTeNF<sub>4</sub>Cl<sub>3</sub><sup>+</sup>, 3), 388 (MoTeNF<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub><sup>+</sup>, 1.5), 273 (MoCl<sub>5</sub><sup>+</sup>, 4.7), 260 (TeF<sub>5</sub>Cl<sup>+</sup>, 9), 241 (TeF<sub>4</sub>Cl<sup>+</sup>, 15), 225 (TeF<sub>3</sub><sup>+</sup>, 42), 222 (MoCl<sub>3</sub>F<sup>+</sup>, 95), 206 (TeF<sub>4</sub><sup>+</sup>, 7), 203 (MoCl<sub>3</sub><sup>+</sup>, 88), 187 (TeF<sub>3</sub><sup>+</sup>, MoCl<sub>2</sub>F<sup>+</sup>, 100), 168 (TeF<sub>2</sub><sup>+</sup>, MoCl<sub>2</sub><sup>+</sup>, 8), 165 (TeCl<sup>+</sup>, 19), 152 (MoClF<sup>+</sup>, 15), 149 (TeF<sup>+</sup>, 18), 133 (MoCl<sup>+</sup>, 7), 130 (Te<sup>+</sup>, 10), 117 (MoF<sup>+</sup>, 14), 98 (Mo<sup>+</sup>, 1.3).

Cl<sub>4</sub>F<sub>5</sub>MoNTe (474.4) Ber. Cl 29.90 F 20.03 Mo 20.33 N 2.95 Te 26.90

Gef. Cl 30.21 F 19.84 Mo 19.87 N 2.94 Te 26.33

(Pentafluortelluroimino)wolframtetrafluorid (1): In einem Handschuhkasten werden unter Argon in einen Kel-F (Polychlorotrifluorethylen)-Reaktor mit Edelstahlventil und Magnetrühr-

stab 9.14 g (29.40 mmol) frisch destilliertes  $(\text{CH}_3)_3\text{SiNHTeF}_5$  und 15 ml Frigen 113 ( $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$ ), getrocknet und sauerstofffrei, gefüllt. Es wird gut durchgerührt und auf  $-196^\circ\text{C}$  abgekühlt. Dann werden an einer Metallvakuumapparatur im statischen Vakuum 4.38 g (14.70 mmol)  $\text{WF}_6$  aufkondensiert. Es wird über Nacht aus  $-78^\circ\text{C}$  aufgetaut und 9 Tage bei Raumtemp. gerührt. Jetzt werden entstandenes  $(\text{CH}_3)_3\text{SiF}$  und das Lösungsmittel in eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte Falle abgepumpt. Zurück bleibt ein hellbeigefarbener Feststoff und das ebenfalls bei der Reaktion entstandene  $\text{H}_2\text{NTeF}_5$ , das sich auch während 40 h im Hochvak. nicht abpumpen läßt. Zur Entfernung des Amins wird das Rohprodukt aus reichlich Sulfurylfluoridchlorid ( $\text{SO}_2\text{ClF}$ ) in einer abgeschmolzenen Ampulle umkristallisiert. Die hier anfallende Wolframverbindung enthält nur noch Spuren von Pentafluortelluroamin. In der darauffolgenden Ölpumpensublimation fällt reines **1** an. Ausb. 0.72 g (10%), farbloser, kristalliner, luft- und hydrolyseempfindlicher Feststoff. Schmp.  $114.3^\circ\text{C}$  (im abgeschmolzenen Röhrchen), Subl.  $98^\circ\text{C}/7 \cdot 10^{-2}$  mbar. – IR (Nujol): 1190 (vW=N, ss), 1182 (Sch), 733 (ss), 718 (schw), 685 (m), 674 (m),  $546\text{ cm}^{-1}$  (m). – Raman (fest): 1192 (25), 1177 (11), 1054 (3), 1032 (1), 752 (7), 736 (Sch), 723 (94), 705 (15), 668 (100), 657 (Sch), 553 (3), 513 (1), 507 (1), 440 (3), 428 (3), 318 (19), 310 (18), 282 (3), 257 (18), 245 (16), 215 (2), 197 (19), 188 (18), 173 (13), 149 (6), 115 (4),  $95\text{ cm}^{-1}$  (4). –  $^{19}\text{F}$ -NMR (in flüssigem  $\text{SO}_2$ ,  $\text{CFCl}_3$  ext. Standard): Stark entartetes  $\text{AB}_4$ -Spektrum der  $\text{NTeF}_5$ -Gruppe:  $\delta\text{A} = \delta\text{B} = -47.5$ ,  $\delta\text{WF} = +168$ . – MS (bezogen auf  $^{184}\text{W}$ , sonst wie bei **2**):  $m/e = 499$  ( $\text{WTeNF}_9^+$ , 25), 480 ( $\text{WTeNF}_8^+$ , 100), 442 ( $\text{WTeNF}_6^+$ , 1.8), 423 ( $\text{WTeNF}_5^+$ , 1), 404 ( $\text{WTeNF}_4^+$ , 0.3), 279 ( $\text{WF}_4^+$ , 61), 260 ( $\text{WF}_4^+$ , 89), 241 ( $\text{WF}_3^+$ , 55), 225 ( $\text{TeF}_5^+$ , 72), 222 ( $\text{WF}_2^+$ , 36), 206 ( $\text{TeF}_4^+$ , 30), 203 ( $\text{WF}^+$ , 19), 187 ( $\text{TeF}_3^+$ , 98), 168 ( $\text{TeF}_2^+$ , 51), 149 ( $\text{TeF}^+$ , 27), 130 ( $\text{Te}^+$ , 17).

$\text{F}_8\text{NTeW}$  (496.4) Ber. F 34.44 N 2.82 Te 25.70 W 37.03

Gef. F 34.27 N 2.81 Te 25.43 W 36.90

(Pentafluortelluroimino)vanadiumtrifluorid (**3**): In einem Handschuhkasten werden unter Argon in ein Kel-F (Polychlorotrifluorethylen)-Gefäß mit Edelstahlventil und Magnetrührstab 3.20 g (13.41 mmol) frisch sublimiertes  $\text{H}_2\text{NTeF}_5$  gefüllt und in 10 ml trockenem und sauerstofffreiem Perfluorbutansulfurylfluorid ( $\text{C}_4\text{F}_9\text{SO}_2\text{F}$ ) gelöst. An einer Metallvakuumapparatur werden nun im statischen Vakuum 1.91 g (13.27 mmol)  $\text{VF}_5$  aufkondensiert. Über Nacht wird langsam auf Raumtemp. erwärmt und anschließend noch 24 h bei  $25^\circ\text{C}$  gerührt. Das entstandene HF (Gas-IR) und das Lösungsmittel werden i. Vak. in eine auf  $-196^\circ\text{C}$  gekühlte Falle abgepumpt. Im Kel-F-Reaktor verbleibt ein hellorangefarbener Rückstand, der im Ölpumpenvak. unter Farbvertiefung bei  $70^\circ\text{C}$  an einen auf  $-30^\circ\text{C}$  gekühlten Finger sublimiert wird. Ausb. 3.2 g (71%) orangefarbene, äußerst luft- und feuchtigkeitsempfindliche Kristalle. Schmp.  $159^\circ\text{C}$  (im abgeschmolzenen Röhrchen), Subl.  $70^\circ\text{C}/8 \cdot 10^{-2}$  mbar. – IR (Nujol-Verreibung, KCl): 1080 (vV=N, s), 1055 (s), 988 (sschw), 918 (schw), 736 (ss), 713 (Sch), 675 (schw), 605 (sschw),  $535\text{ cm}^{-1}$  (schw). – Raman (fest): 1120 (6), 1072 (8), 775 (36), 721 (16), 670 (100), 563 (21), 351 (13), 317 (24), 257 (24), 213 (7), 140 (9),  $95\text{ cm}^{-1}$  (10). –  $^{19}\text{F}$ -NMR (Acetonitril/ $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  1:3,  $\text{CFCl}_3$  ext. Standard):  $\text{AB}_4\text{X}_3$ -Spektrum mit  $\delta\text{A} = -34.17$ ,  $\delta\text{B} = -41.20$ ,  $\delta\text{X} = -50.33$ ,  $\text{JAB} = 187$ ,  $\text{J}^{125}\text{TeB} = 3506\text{ Hz}$ . – MS (wie bei **2**):  $m/e = 347$  ( $\text{VTeNF}_6^+$ , 6), 328 ( $\text{VTeNF}_5^+$ , 17), 260 ( $\text{Te}_2^+$ , 6), 225 ( $\text{TeF}_5^+$ , 52), 206 ( $\text{TeF}_4^+$ , 9), 187 ( $\text{TeF}_3^+$ , 100), 168 ( $\text{TeF}_2^+$ , 15), 149 ( $\text{TeF}^+$ , 7), 130 ( $\text{Te}^+$ , 3), 127 ( $\text{VF}_4^+$ , 10), 108 ( $\text{VF}_3^+$ , 39), 89 ( $\text{VF}_2^+$ , 7), 70 ( $\text{VF}^+$ , 4), 51 ( $\text{V}^+$ , 3).

$\text{F}_8\text{NTeV}$  (344.5) Ber. F 44.11 N 4.07 Te 37.04 V 14.79

Gef. F 44.40 N 4.14 Te 36.50 V 14.50

(Pentafluortelluroimino)vanadiumtrichlorid (**5**): 4.11 g (11.93 mmol)  $\text{F}_3\text{V}=\text{NTeF}_5$  werden in einem Handschuhkasten in einen 100-ml-Edelstahlautoklaven mit magnetischer Innenrührung gefüllt und in 25 ml gut getrocknetem und sauerstofffreiem Methylenchlorid suspendiert. An einer Glasvakuumapparatur werden 1.44 g (12.29 mmol)  $\text{BCl}_3$ , das vor Gebrauch bei  $-50^\circ\text{C}$  i. Vak. umkondensiert wird, aufkondensiert. Der Autoklav wird in ein Dewar-Gefäß mit Methanol/

Trockeneis-Mischung gestellt und während 30 h auf Raumtemp. gebracht. Der gesamte Autoklaveneinhalt wird nun in eine auf  $-196^{\circ}\text{C}$  gekühlte Falle gezogen, das entstandene Bortrifluorid IR-spektroskopisch nachgewiesen und bei  $-85^{\circ}\text{C}$  abgepumpt. Das Lösungsmittel wird bei  $-40^{\circ}\text{C}$  i. Vak. abdestilliert. Zurück bleibt eine leicht bewegliche, rotbraune Flüssigkeit und wenig brauner Feststoff, der NMR-spektroskopisch als TeF<sub>4</sub> identifiziert wurde. Es wird nochmals bei Raumtemp. i. Vak. in eine auf  $-78^{\circ}\text{C}$  gekühlte Falle umdestilliert. Ausb. 2.8 g (60%) rotbraune, leicht bewegliche Flüssigkeit, die extrem luft- und feuchtigkeitsempfindlich ist. Schmp.  $-68^{\circ}\text{C}$  (im abgeschlossenen Röhrchen), Sdp.  $+84.3^{\circ}\text{C}$ . – IR (flüssig, NaCl): 1109 (vV = N, m), 1049 (sschw), 758 (ss), 746 (s),  $631\text{ cm}^{-1}$  (schw). – Raman (flüssig): 1100 (4, p), 1080 (3, p), 707 (10, p), 657 (37, p), 504 (6, p), 465 (7, p), 465 (7, p), 410 (22, p), 387 (100, p), 274 (12, p), 141 (Sch),  $122\text{ cm}^{-1}$  (66, dp). – <sup>19</sup>F-NMR (reine Flüssigkeit, CFCl<sub>3</sub> ext. Standard): AB<sub>4</sub>-Spektrum der NTeF<sub>5</sub>-Gruppe mit  $\delta\text{A} = -37.17$ ,  $\delta\text{B} = -40.90$ ,  $J^{125}\text{TeB} = 3497\text{ Hz}$ . – MS (wie bei 2):  $m/e = 376$  (VTeNF<sub>4</sub>Cl<sub>3</sub><sup>+</sup>, 1.4), 360 (VTeNF<sub>3</sub>Cl<sub>2</sub><sup>+</sup>, 2.5), 341 (VTeNF<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub><sup>+</sup>, 3.2), 311 (VTeF<sub>3</sub>Cl<sup>+</sup>, 2.1), 260 (TeF<sub>3</sub>Cl<sup>+</sup>, 4.2), 225 (TeF<sub>3</sub><sup>+</sup>, 100), 206 (TeF<sub>4</sub><sup>+</sup>, 16), 187 (TeF<sub>3</sub><sup>+</sup>, 71), 168 (TeF<sub>2</sub><sup>+</sup>, 19), 149 (TeF<sup>+</sup>, 8), 130 (Te<sup>+</sup>, 6.7), 86 (VCl<sup>+</sup>, 15), 70 (VF<sup>+</sup>, 3.2).

Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub>NTeV (393.9) Ber. Cl 27.00 F 24.12 N 3.56 Te 32.39 V 12.93

Gef. Cl 27.31 F 23.87 N 3.47 Te 31.52 V 12.85

- <sup>1)</sup> K. Dehnicke und J. Strähle, *Angew. Chem.* **93**, 451 (1981); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **20**, 413 (1981).
- <sup>2)</sup> K. Seppelt, *Angew. Chem.* **94**, 890 (1982); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **21**, 877 (1982).
- <sup>3)</sup> K. Seppelt, *Inorg. Chem.* **12**, 2837 (1977).
- <sup>4)</sup> H. Hartl, P. Huppmann, D. Lentz und K. Seppelt, *Inorg. Chem.* **22**, 2183 (1983).
- <sup>5)</sup> U. Weiher, K. Dehnicke und D. Fenske, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **457**, 105 (1979).
- <sup>6)</sup> F. Weller, U. Müller, U. Weiher und K. Dehnicke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **460**, 191 (1980).
- <sup>7)</sup> J. Strähle und K. Dehnicke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **338**, 287 (1965).
- <sup>8)</sup> G. Brauer, *Handbuch der präparativen anorganischen Chemie*, Bd. 3, S. 1543, F. Enke Verlag, Stuttgart 1981.
- <sup>9)</sup> Lit.<sup>8)</sup>, S. 1608.
- <sup>10)</sup> Lit.<sup>8)</sup>, S. 1411.

[15/84]