

Received: February 21, 1980

SHORT COMMUNICATION

Die Bildung von CF_3IF_2 durch Tieftemperaturfluorierung von CH_3I mit elementarem Fluor

DIETER NAUMANN und HEINZ RUDI FEIST

Anorganische Chemie, Universität Dortmund, Postfach 500500,
4600 Dortmund 50 (Bundesrepublik Deutschland)

In jüngster Zeit sind mehrere Reaktionen bekannt geworden, in denen Organo-Element-Verbindungen ohne Spaltung der Kohlenstoff-Element-Bindung mit elementarem Fluor umgesetzt wurden. So konnten wir durch Tieftemperaturfluorierung von Organojod-Verbindungen die Organojod-difluoride und -tetrafluoride darstellen [1]; Ruppert erhielt in entsprechender Weise z.B. Diorganoschwefel-difluoride, -oxiddifluoride und -tetrafluoride [2]. Bei den Fluorierungen von $(\text{CH}_3)_2\text{Hg}$ und $(\text{CH}_3)_4\text{M}$ ($\text{M} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}$) konnten Lagow et al. die Bildung entsprechender Tri-fluormethyl-Verbindungen nachweisen [3].

In der vorliegenden Arbeit beschreiben wir die Reaktion von CH_3I mit elementarem Fluor bei tiefer Temperatur. Hierzu wurden 1,15 g CH_3I in ca. 1000 ml CCl_3F bei -110°C bei intensiver Durchmischung mit einem vorgekühlten Gasgemisch aus F_2 und N_2 im ungefähren Verhältnis 1:20 in der schon früher beschriebenen Apparatur [4] umgesetzt. Das Ende der Reaktion – nach etwa 10 Minuten – wurde durch das Auftreten einer schwachen Rosafärbung angezeigt, die auf die Bildung von elementarem Jod durch Zersetzungreaktionen hindeutete. Der entstandene schwach gelb gefärbte Festkörper wurde durch Tieftemperaturfiltration isoliert. Im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum wurde kein Signal beobachtet. Das $^{19}\text{F-NMR}$ -Spektrum ergab zwei Signale bei 34,7 ppm und 175,7 ppm gegen CCl_3F als innerem Standard, die dem CF_3IF_2 zuzuordnen sind [1]. Die Eigenschaften sind identisch mit denen des durch Fluorierung von CF_3I erhaltenen CF_3IF_2 .

Bei der Reaktion von CH_3I mit elementarem Fluor entsteht also unter schonenden Bedingungen CF_3IF_2 . Es wird ohne Spaltung der C-I-Bindung sowohl die CH_3 -Gruppe durchfluoriert als auch Jod zu einem Jod(III)-fluorid autoxidiert. Erst bei langerer Fluorierungs dauer tritt Zersetzung ein; mit zunehmendem Fluorüberschuß nimmt der Anteil der Zersetzungsprodukte zu.

DANK

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung unserer Arbeiten.

LITERATUR

- 1 M. Schmeißer und E. Scharf, Angew. Chem. 71, 524 (1959); D. Naumann, M. Schmeißer und L. Deneken, J. inorg. nucl. Chem. Supplement 1976, 13; D. Naumann und G. Rüther, J. Fluorine Chem. im Druck.
- 2 I. Ruppert, Chem. Ber. 112, 3023 (1979); Angew. Chem. 91, 941 (1979); J. Fluorine Chem. 13, 81 (1979).
- 3 E.K.S. Liu und R.J. Lagow, J. Organomet. Chem. 145, 167 (1978); Inorg. Chem. 17, 618 (1978).
- 4 E. Lehmann, D. Naumann und M. Schmeißer, Z. anorg. allg. Chem. 388, 1 (1972).