

Tetrafluorpropoxyamide des Titans

(Kurze Mitteilung)

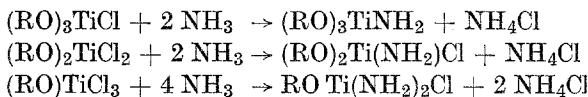
Von

V. Gutmann und A. Meller

Aus dem Institut für Anorganische und Allgemeine Chemie
der Technischen Hochschule Wien

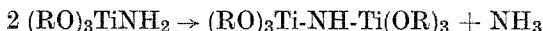
(Eingegangen am 5. März 1964)

Chlor-titanester des 2,2,3,3-Tetrafluorpropanols¹ reagieren in absolutem Chloroform mit Ammoniak ($\text{RO} = \text{HCF}_2-\text{CF}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$)



Die entstehenden Verbindungen neigen zur Eigenkondensation unter Abspaltung von Ammoniak. Die Entfernung des NH_4Cl gelingt nach der Methode von *Klement* und *Koch*².

$(\text{RO})_3\text{TiNH}_2$: gelbe Kristalle aus Diäthylamin enthaltendem Chloroform, die aus Chloroform zu fast farblosen Nadeln umgelöst werden können. Die Verbindung schmilzt bei 110° unter Gasentwicklung und erstarrt wieder bei höherer Temperatur durch Kondensation



zu einem Produkt, das sich bei 235° unter Verkohlung zersetzt. $(\text{RO})_3\text{TiNH}_2$ ist weniger hygroskopisch als die folgenden Verbindungen.

$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{F}_{12}\text{NO}_3\text{Ti}$. Ber.: C 23,65, H 2,43, Ti 10,48, N 3,07 (Cl 0,0)
Gef.: C 23,83, H 2,93, Ti 10,23, N 3,01 (Cl 0,0)

$(\text{RO})_2\text{Ti}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ und $\text{RO Ti}(\text{NH}_2)_2\text{Cl}$ konnten infolge hoher Löslichkeiten in Amin enthaltendem Chloroform und besonders leichter Eigenkonden-

¹ V. Gutmann und A. Meller, Mh. Chem. **92**, 740 (1961).

² R. Klement und O. Koch, Chem. Ber. **87**, 333 (1954).

sation nicht völlig von anhaftendem NH_4Cl getrennt werden. Beide Substanzen sind sehr hygroskopisch und entfärben sich bei Zutritt geringster Mengen Luftfeuchtigkeit.

$(\text{RO})_2\text{Ti}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ ist gelb, amorph, sintert bei 90° und verkohlt oberhalb 200° . $\text{RO}\text{Ti}(\text{NH}_2)_2\text{Cl}$ ist ein gelbes Pulver, das sich beim Erhitzen allmählich zersetzt.

Im Gegensatz zur Umsetzung mit Ammoniak liefert die Umsetzung der Fluorescerchloride des Titans mit Aminen keine definierten Reaktionsprodukte. In manchen Fällen bleibt eine Reaktion überhaupt aus. Bei der Umsetzung von $(\text{RO})_3\text{TiCl}$ und 4 $\text{HN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ wurden mehr als 60% des eingesetzten $(\text{RO})_3\text{TiCl}$ durch Hochvakuumdestillation unverändert zurück erhalten.

Über die vierwertigen Verbindungen des Praseodyms, 3. Mitt.:

Untersuchungen der Praseodym(IV)- und Terbium(IV)-
Fluorkomplexe

(Kurze Mitteilung)

Von

Sw. Pajakoff

Aus dem Institut für Verfahrenstechnik und Technologie der Brennstoffe
an der Technischen Hochschule in Wien

(Eingegangen am 8. April 1964)

Durch Fluorierung von Praseodym(III)- und Terbium(III)-fluorid bei Anwesenheit von Alkalifluoriden und temperaturbeständigen Alkali-fluormetallaten entstehen bei höherer Temperatur gelbe feuchtigkeitsunempfindliche Alkali-fluorpraseodymate(IV) bzw. Alkalifluorterbate. Diese Verbindungen sind durch die Alkali-fluormetallate stabilisiert unter Bildung fester Lösungen.

Bis vor kurzem kannte man als vierwertige Praseodym- und Terbiumverbindungen nur Oxyde¹⁻³, Oxoverbindungen^{4, 5} und Fluorkomplexe der Formeltypen $\text{M}_2[\text{PrF}_6]$, $\text{M}_3[\text{PrF}_7]$ und $\text{M}_3[\text{TbF}_7]$ ^{6, 7}.

¹ V. Prantl und G. Rieder, Z. anorg. allgem. Chem. **233**, 225 (1938).

² J. McCulloug, Journ. Amer. Chem. Soc. **72**, 1368 (1951).

³ E. C. Shears, Transact. Brit. Ceram. Soc. **60**, 775 (1961).

⁴ E. Zintl und V. Morawiec, Z. anorg. allgem. Chem. **245**, 26 (1940).

⁵ R. Hoppe und W. Lidecke, Naturwiss. **49**, 255 (1962).

⁶ W. Klemm und R. Hoppe, XX. IUPAC-Kongreß, München 1959, 13.

⁷ R. Hoppe und V. Liebe, Z. anorg. allgem. Chem. **313**, 221 (1961); **312**,