

Eberhard Amberger und Edwin Gut

Verbindungen des Triboranat-8-Anions

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Universität München

(Eingegangen am 2. November 1967)

Durch Metathese von $(\text{CH}_3)_4\text{N}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und Oniumverbindungen des J, S, Se, Te, P, As, Sb und Bi in wäßriger Lösung bilden sich die entsprechenden schwerlöslichen Triboranate $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{B}_3\text{H}_8]$ sowie $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{P}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Sb}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Bi}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{J}[\text{B}_3\text{H}_8]$. Bei Umsetzung von $\text{TI}[\text{B}_3\text{H}_8]$ mit Alkali- und Erdalkalijodiden in Wasser entstehen neben schwerlöslichem TIJ die entsprechenden sehr leicht löslichen Alkali- und Erdalkali-triboranate $\text{NH}_4[\text{B}_3\text{H}_8]$, $\text{Rb}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $\text{Cs}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $\text{Mg}[\text{B}_3\text{H}_8]_2$, $\text{Ca}[\text{B}_3\text{H}_8]_2$, $\text{Sr}[\text{B}_3\text{H}_8]_2$ und $\text{Ba}[\text{B}_3\text{H}_8]_2$ in Form wäßriger Lösungen. Mit Ausnahme von $\text{NH}_4[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{J}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{B}_3\text{H}_8]$ sind die dargestellten Triboranate bei 20° thermisch stabil.

Durch Umsetzung des in Wasser leicht löslichen Tetramethylammonium-triboranats-8 $(\text{CH}_3)_4\text{N}[\text{B}_3\text{H}_8]$ mit Oniumverbindungen der 7., 6. und 5. Hauptgruppe, wie $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{JCl}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S}[\text{Cl}]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se}[\text{Cl}]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{Br}]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{P}[\text{Cl}]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As}[\text{Cl}]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Sb}[\text{Br}]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Bi}[\text{NO}_3]$, in Wasser bilden sich durch Metathese die entsprechenden, schwerlöslichen Oniumtriboranate:



EVI = S, Se, Te; X = Cl, Br



EV = P, As, Sb, Bi; X = Cl, Br, NO_3

Die gebildeten neuen Triboranate fallen, insbesondere beim Abkühlen auf 0°, als farblose Kristalle aus. Während sich $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{J}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{B}_3\text{H}_8]$ bei 20° langsam zersetzen, sind $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se}[\text{B}_3\text{H}_8]$ stabil; besonders thermisch stabil sind die Verbindungen $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{P}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As}[\text{B}_3\text{H}_8]$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Sb}[\text{B}_3\text{H}_8]$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Bi}[\text{B}_3\text{H}_8]$.

Bemerkenswert ist die hohe Stabilität von Tetraphenylbismutonium-triboranat-8, da die Tetraphenylbismutoniumverbindungen $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Bi}[\text{X}]$ (X = Cl, Br, J, NO_2 , CN) instabil sind und unter Bildung von Triphenylwismut $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Bi}$ und den entsprechenden Phenylverbindungen $\text{C}_6\text{H}_5\text{X}$ zerfallen¹⁾.

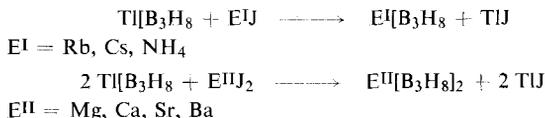
Die Ausbeuten liegen zwischen 90 und 99%, nur bei den vergleichsweise leichter löslichen S- und Se-Verbindungen sind sie niedriger.

Durch Metathese von Tetramethylammonium-triboranat-8 und Thalliumacetat in Wasser bildet sich in 70proz. Ausbeute Thalliumtriboranat-8, $\text{TI}[\text{B}_3\text{H}_8]$ ²⁾. Beim

¹⁾ G. Wittig und F. Clauß, Liebigs Ann. Chem. 578, 142 (1952).

²⁾ F. Klanberg und E. L. Muettterties, Inorg. Chem. 5, 1955 (1966).

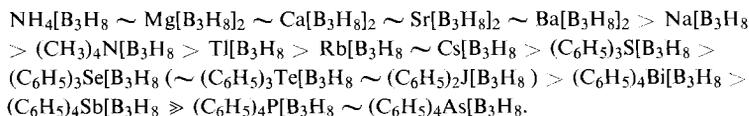
Einengen der Reaktionslösung fällt es farblos, kristallin aus. Thalliumtriboranat-8 eignet sich vorzüglich zur Darstellung der leicht löslichen Triboranate. Durch Metathese von $Tl[B_3H_8]$ und Jodiden, RbJ , CsJ , MgJ_2 , CaJ_2 , SrJ_2 , BaJ_2 , bilden sich in 99proz. Ausbeute wäßrige Lösungen der entsprechenden Triboranate, während schwer lösliches Thalliumjodid TlJ abfiltriert werden kann:



Beim Versuch, Lithiumtriboranat-8 bei 20° analog darzustellen, fällt unter Wasserstoffentwicklung TlJ aus, während sich $Li[B_3H_8]$ nicht isolieren läßt.

Beim Einengen der bei 20° relativ stabilen wäßrigen Lösungen von $Rb[B_3H_8]$ und $Cs[B_3H_8]$ fallen diese kristallin aus. Dagegen fallen aus den ebenfalls stabilen Lösungen von $Mg[B_3H_8]_2$, $Ca[B_3H_8]_2$, $Sr[B_3H_8]_2$ und $Ba[B_3H_8]_2$ auch bei sehr starkem Eindampfen keine festen Triboranate aus. Konzentriert man bis fast zur Trockne, so zerfallen sie. Die wäßrige Lösung von $NH_4[B_3H_8]$ zersetzt sich bei 20° langsam, u. a. in Diboran und Borat.

Die Löslichkeit der Triboranate in Wasser und Methanol nimmt in folgender Reihe vom sehr leicht löslichen Ammoniumtriboranat-8 zum sehr schwer löslichen Tetraphenylarsonium-triboranat-8 ab:

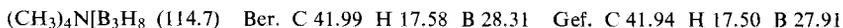


Wir danken der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* und dem *Fonds der Chemischen Industrie* für die Förderung der Arbeit.

Beschreibung der Versuche

1) Ausgangsverbindungen

a) *Tetramethylammonium-triboranat-8* wurde der besseren Ausbeute wegen nach einer abgeänderten Vorschrift von *H. C. Miller*, *N. E. Miller* und *E. L. Muetterties*³⁾ dargestellt. Dazu wurde ein 300-ccm-Autoklav aus hochlegiertem Cr-Ni-Stahl unter Stickstoffatmosphäre mit 19.0 g (0.50 Mol) $NaBH_4$ und 100 ccm über Natrium getrocknetem Monoglyme ($CH_3OC_2H_4OCH_3$) beschickt, evakuiert und dann bei -196° 11.0 l NTP (0.49 Mol) B_2H_6 einkondensiert. Nach Erwärmen auf 60° stieg der Druck anfangs auf 10 at, nach 16 Stdn. auf 26 at. Nun wurden die flüchtigen Borane und bei der Umsetzung gebildetes H_2 langsam über mehrere Fallen von -196° abgeblasen. Die in den Fallen befindlichen Borane, hauptsächlich B_2H_6 , konnten für weitere Darstellungen verwendet werden. Der Inhalt des Autoklaven wurde unter Stickstoff in eine Falle gehiebert, i. Vak. vom Monoglyme befreit und der Rückstand in 500 ccm Wasser und 20 ccm 2n NaOH gelöst. Beim Versetzen der Lösung mit 53.0 g (0.48 Mol) $(CH_3)_4NCl$ in 200 ccm Wasser fielen 52.7 g (0.46 Mol) rohes $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ aus (95%). Aus heißem Methanol kamen 50.5 g, 0.44 Mol (90%, bez. auf B_2H_6). Zersetzung oberhalb 150° , ohne zu schmelzen.



³⁾ *H. C. Miller, N. E. Miller und E. L. Muetterties, Inorg. Chem. 3, 1456 (1964).*

b) *Natriumtriborant-8, ätherische Lösung*: 53.0 g des von Monoglyme befreiten Autoklaveneinhalts (NaB_3H_8 + wenig NaBH_4) aus Versuch 1a) wurden im Soxhlett-Apparat 6 Stdn. mit 750 ccm absol. Äther unter Stickstoff extrahiert. Ausb. 0.45 Mol $\text{Na/B}_3\text{H}_8$ in 720 ccm Diäthyläther (92%, bez. auf B_2H_6).

Wäßrige Lösung (I): 11.46 g (100.0 mMol) $(\text{CH}_3)_4\text{N/B}_3\text{H}_8$ in 1.5 l H_2O und 5 ccm 2n NaOH wurden durch einen Kationenaustauscher (250 g, E. Merck, Darmstadt, Typ „stark sauer“) in seiner Na^{\oplus} -Form geschickt. Die Lösung konnte unzersetzt auf 200 ccm eingengt werden. Bei weiterem Einengen trat Zersetzung ein (Geruch nach Borwasserstoffen). Ausb.: Lösung von 99.0 mMol in 200 ccm Wasser (99%, bez. auf $(\text{CH}_3)_4\text{N[B}_3\text{H}_8]$).

Wäßrige Lösung (II): Bei der Umsetzung von 0.57 g (5.00 mMol) $(\text{CH}_3)_4\text{N/B}_3\text{H}_8$ und 1.71 g (5.00 mMol) $\text{Na/B(C}_6\text{H}_5)_4$ in 20 ccm H_2O bei 50° fiel sehr schwer lösliches $(\text{CH}_3)_4\text{N[B(C}_6\text{H}_5)_4]$ aus. Es resultierte eine 0.1 m $\text{Na[B}_3\text{H}_8]$ -Lösung. Ausb. 100%. Gravimetrische Gehaltsbestimmung: 1 ccm Probelösung wurde mit 100 ccm Wasser versetzt, dann 1 proz. $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{AsCl}$ -Lösung in Wasser in geringem Überschuß zugegeben. Das ausgefallene, nicht hygroskopische $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As[B}_3\text{H}_8]$ war nach Trocknung wägbar. Acidimetrische Gehaltsbestimmung: Die mit überschüss. 0.1 n HCl versetzte Probe wurde mit 0.1 n NaOH zurücktitriert.

c) Nach Literaturvorschriften wurden weiter dargestellt: $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{JCl}^{(4)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S}[\text{Cl}]^{(5)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se}[\text{Cl}]^{(6)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{Br}]^{(7)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{P}[\text{Cl}]^{(8)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As}[\text{Cl}]^{(9)}$, $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Sb}[\text{Br}]^{(10)}$ und $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{Bi}[\text{NO}_3]^{(1)}$.

2) *Triphenylsulfonium-triborant-8*, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S/B}_3\text{H}_8$: 1.49 g (5.00 mMol) $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S}[\text{Cl}]$ in 20 ccm Wasser wurden mit einer warmen Lösung von 0.57 g (5.00 mMol) $(\text{CH}_3)_4\text{N/B}_3\text{H}_8$ in 20 ccm Wasser versetzt, das entstandene farblose, schwer lösliche $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S[B}_3\text{H}_8]$ nach dem Abkühlen filtriert und im Exsikkator über H_2SO_4 getrocknet. Ausb. 1.37 g, 4.00 mMol (80%). Zur Reinigung wurde es in warmem Methanol (worin es leicht löslich ist) gelöst, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S[B}_3\text{H}_8]$ durch Zutropfen von Wasser wieder in farblosen, feinen Nadeln ausgefällt und über H_2SO_4 getrocknet. Schmp. 151° (Zers.). Ausb. 0.82 g, 2.70 mMol (54%).

$(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{S[B}_3\text{H}_8]$ (303.9) Ber. C 71.14 H 7.62 B 10.69 Gef. C 71.54 H 7.54 B 10.69

3) *Triphenylselenonium-triborant-8*, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se/B}_3\text{H}_8$: 3.46 g (10.0 mMol) $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se}[\text{Cl}]$ in 50 ccm Wasser wurden mit einer warmen Lösung von 1.15 g (10.0 mMol) $(\text{CH}_3)_4\text{N/B}_3\text{H}_8$ in 50 ccm Wasser versetzt, der Niederschlag abfiltriert und in wenig Methanol klar gelöst. In der Hitze wurde Wasser bis zur beginnenden Trübung zutropft. Beim Abkühlen bildeten sich lange, farblose Nadeln, die über H_2SO_4 getrocknet wurden. Ausb. 2.00 g (57%). Schmp. 116° (Zers.).

$(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Se[B}_3\text{H}_8]$ (350.8) Ber. C 61.62 H 6.61 B 9.29 Gef. C 61.86 H 6.63 B 9.07

4) *Triphenyltelluronium-triborant-8*, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te/B}_3\text{H}_8$: Bei der Umsetzung von 1.00 g (2.30 mMol) $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te}[\text{Br}]$ in 100 ccm Wasser und 0.26 g (2.20 mMol) $(\text{CH}_3)_4\text{N/B}_3\text{H}_8$ in 50 ccm Wasser bei 0° fiel schwer lösliches, farbloses $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Te[B}_3\text{H}_8]$ aus. Nach dem Filtrieren und Trocknen färbte sich die kristalline Substanz schwach gelb. Ausb. 0.83 g (95%, bez. auf $(\text{CH}_3)_4\text{N[B}_3\text{H}_8]$). Beim Versuch, die gelben Zersetzungsprodukte mit Aktivkohle zu entfernen, zersetzte sich die Methanol-Lösung unter Gasentwicklung und Bildung von

4) F. M. Beringer, J. physic. Chem. **60**, 141 (1956).

5) H. A. Potratz und J. M. Rosen, Analytic. Chem. **21**, 1276 (1949).

6) Organic Syntheses, Vol. 2, 5th printing S. 240. John Wiley & Sons, Inc., New York 1948.

7) Ch. Lederer, Ber. dtsh. chem. Ges. **44**, 2287 (1911).

8) H. Gilman und G. E. Brown, J. Amer. chem. Soc. **67**, 824 (1945).

9) F. F. Blicke, H. H. Willard und J. T. Taras, J. Amer. chem. Soc. **61**, 88 (1939).

10) H. H. Willard, L. R. Perkins und F. F. Blicke, J. Amer. chem. Soc. **70**, 737 (1948).

$(C_6H_5)_2Te$. Ohne Zusatz von Kohle zersetzte sich die Lösung langsamer, ungelöstes $(C_6H_5)_3Te[B_3H_8]$ wesentlich langsamer. In feinkristallinem Zustand kann es durch Waschen mit Diäthyläther unter Stickstoff von den gelben Zersetzungsprodukten befreit werden. Zers.-P. bei 57°

$(C_6H_5)_3Te[B_3H_8]$ (399.4) Ber. B 8.13 Gef. B 8.17

5) *Versuch zur Darstellung von Diphenyljodonium-triboranat-8*, $(C_6H_5)_2J[B_3H_8]$: Bei der Umsetzung von 0.316 g (0.10 Mol) $(C_6H_5)_2J[Cl]$ und 0.115 g (0.10 Mol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ nach 4) fiel farbloses $(C_6H_5)_2J[B_3H_8]$ aus. Bei längerem Stehenlassen wurde die feste Verbindung schmierig, später bildete sich unter Gasentwicklung ein Öl. Bei einer ähnlichen Umsetzung in Methanol bildete sich kein $(C_6H_5)_2J[B_3H_8]$, sondern u. a. H_2 , C_6H_5J und $B(OCH_3)_3$.

6) *Tetraphenylphosphonium-triboranat-8*, $(C_6H_5)_4P[B_3H_8]$: Durch Umsetzung von 3.70 g (10.0 mMol) $(C_6H_5)_4P[Cl]$ in 100 ccm Wasser und 1.15 g (10.0 mMol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ in 50 ccm Wasser nach 2) wurde $(C_6H_5)_4P[B_3H_8]$ dargestellt und gereinigt. Lange, blaßgelbe Nadeln. Ausb. 3.50 g, 9.20 mMol (92%). Schmp. 225° . Sinterung ab 177° .

$(C_6H_5)_4P[B_3H_8]$ (379.9) Ber. C 75.87 H 7.42 B 8.54 Gef. C 74.81 H 7.29 B 8.60

7) *Tetraphenylarsonium-triboranat-8*, $(C_6H_5)_4As[B_3H_8]$: Durch Umsetzung von 2.00 g (4.80 mMol) $(C_6H_5)_4As[Cl]$ in 100 ccm Wasser und 0.57 g (5.00 mMol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ in 50 ccm Wasser nach 2) wurde $(C_6H_5)_4As[B_3H_8]$ dargestellt und gereinigt. Ausb. $> 99\%$, bez. auf $(C_6H_5)_4As[Cl]$. Lange, farblose, in Methanol und Aceton leicht lösliche Nadeln. In Wasser ist $(C_6H_5)_4As[B_3H_8]$ so schwer löslich, daß es sich vorzüglich zur quantitativen Bestimmung von $B_3H_8^-$ eignet. Schmp. 255° . Sinterung ab 250° .

$(C_6H_5)_4As[B_3H_8]$ (423.8) Ber. C 68.00 H 6.66 B 7.66 Gef. C 67.79 H 6.65 B 7.69

IR: 3413 s, 2439 s, 2381 s, 2111 sch, 1479 s, 1437 s, 1383 sch, 1337 sch, 1309 sch, 1214 sch, 1135 m, 1080 s, 1009 m, 997 s, 916 sch, 869 sch, 740 s, 687/cm, s.

8) *Tetraphenylstibonium-triboranat-8*, $(C_6H_5)_4Sb[B_3H_8]$: Beim Zusammengeben der heißen Lösungen von 1.30 g (2.56 mMol) $(C_6H_5)_3Sb[Br]$ in 100 ccm Wasser und 0.30 g (2.62 mMol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ in 50 ccm Wasser fiel festes, farbloses $(C_6H_5)_4Sb[B_3H_8]$ aus. Der abfiltrierte Niederschlag (1.18 g, 96%) wurde bei 40° in Methanol gelöst und mit Wasser bis zur beginnenden Trübung versetzt. Beim Abkühlen fiel kristallines $(C_6H_5)_4Sb[B_3H_8]$ aus. Ausb. 0.775 g (63%, bez. auf $(CH_3)_4N[B_3H_8]$). Beim Umkristallisieren aus Methanol von 50° zersetzte sich das Boranat unter Gasentwicklung und Bildung von $(C_6H_5)_3Sb$.

$(C_6H_5)_4Sb[B_3H_8]$ (469.7) Ber. C 61.24 H 6.00 B 6.90 Gef. C 60.92 H 6.16 B 6.78

9) *Tetraphenylbismutonium-triboranat-8*, $(C_6H_5)_4Bi[B_3H_8]$: Bei der Umsetzung von 1.00 g (1.75 mMol) $(C_6H_5)_4Bi[NO_3]$ in 100 ccm Wasser und 0.20 g (1.75 mMol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ in 50 ccm Wasser bildete sich festes, farbloses $(C_6H_5)_4Bi[B_3H_8]$. Ausb. 0.90 g (92%, bez. auf $(CH_3)_4N[B_3H_8]$). Zers.-P. bei 90° . Bei Versuchen, die Substanz in Methanol/Wasser oder Äthanol/Äther umzukristallisieren, bildete sich stets $(C_6H_5)_3Bi$.

$(C_6H_5)_4Bi[B_3H_8]$ (557.9) Ber. C 51.67 H 5.06 B 5.82 Gef. C 51.04 H 5.18 B 5.88

10) *Thalliumtriboranat-8*, $Tl[B_3H_8]$: 7.10 g (62.0 mMol) $(CH_3)_4N[B_3H_8]$ in 500 ccm Wasser wurden mit 35.0 g (133 mMol) $TlOAc$ in 50 ccm Wasser bei 50° umgesetzt, und im Rotationsverdampfer bis auf 60 ccm eingengt, wobei mehrmals kristallines $Tl[B_3H_8]$ abfiltriert wurde. Rohausb. an schwach grau gefärbtem $Tl[B_3H_8]$ 12.8 g (84%). Umkristallisation in Wasser lieferte farblose Kristalle. Ausb. 10.5 g, 43 mMol (70%, bez. auf $(CH_3)_4N[B_3H_8]$). Die Kristalle färben sich bei 120° grau, bei $165-170^\circ$ schwarz, ohne zu schmelzen.

$Tl[B_3H_8]$ (244.9) Ber. H 3.29 B 13.25 Tl 83.46 Gef. H 3.24 B 13.20 Tl 82.92

11) *Rubidium- und Cäsiumtriboranat-8, Rb/B_3H_8 und Cs/B_3H_8* : Unter Rühren wurden bei 20° 2.12 g (10.00 mMol) RbJ in 5 ccm Wasser bzw. 1.48 g (5.70 mMol) CsJ in 20 ccm Wasser zu 2.42 g (9.80 mMol) Tl/B_3H_8 in 80 ccm Wasser bzw. 1.30 g (5.30 mMol) Tl/B_3H_8 in 150 ccm Wasser gegeben. Das ausgefallene TIJ wurde abfiltriert, die Lösung am Rotationsverdampfer auf 10 ccm eingengt, dann auf 0° gekühlt und die dabei ausgefallenen farblosen Kristalle aus wenig heißem Wasser umkristallisiert. Ausbeuten: 0.85 g (6.74 mMol) Rb/B_3H_8 (69%, bez. auf $Tl[B_3H_8]$) bzw. 0.68 g (3.94 mMol) Cs/B_3H_8 (74%, bez. auf $Tl[B_3H_8]$).

$Rb[B_3H_8]$ (126.0) Ber. H 6.40 B 25.76 Gef. H 6.36 B 25.89

$Cs[B_3H_8]$ (173.4) Ber. H 4.65 B 19.16 Gef. H 4.60 B 19.53

12) *Ammonium- und Erdalkalimetall-triboranat-8, NH_4/B_3H_8 , Mg/B_3H_8 , Ca/B_3H_8 , Sr/B_3H_8 und Ba/B_3H_8* : Unter Rühren wurden 2.90 g (20.00 mMol) NH_4J bzw. 2.78 g MgJ_2 [2.94 g CaJ_2 , 3.41 g SrJ_2 , 3.91 g BaJ_2] (10.00 mMol) in 50 ccm Wasser bei 20° mit 4.89 g (20.00 mMol) Tl/B_3H_8 in 150 ccm Wasser zusammengegeben. Nach 5 min. Rühren wurde vom ausgefallenen TIJ (6.60 g, 19.92 mMol) abfiltriert, mit 50 ccm Wasser nachgewaschen und im Rotationsverdampfer (mit Ausnahme von $NH_4[B_3H_8]$) auf 20 ccm eingengt. Dabei kristallisieren die sehr leicht löslichen Bis-triboranate nicht aus. Beim Versuch, ungelöste, feste Boranate zu gewinnen, explodierten diese, als die Lösung auf etwa 5 ccm eingengt worden war. Ausb. 99% in Form einer konz. wäßrigen Lösung. Die Lösung von $NH_4[B_3H_8]$ zersetzt sich langsam, beim Eindampfen rascher, u. a. unter Bildung von Diboran und Borat.

[481/67]