

Martin Schmeißer<sup>\*)</sup>, Peter Sartori und Dieter Naumann<sup>\*)</sup>

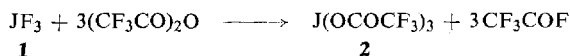
## Notiz über Jod-tris-trifluoracetat

Aus dem Institut für Anorganische Chemie und Elektrochemie der Technischen Hochschule Aachen

(Eingegangen am 6. August 1969)

Wie in vorhergehenden Arbeiten<sup>1,2)</sup> gezeigt, entsteht Jod-tris-trifluoracetat (**2**) durch Oxydation elementaren Jods mit rauchender Salpetersäure oder Peroxotrifluoressigsäure, durch Reduktion von Jodyltrifluoracetat mit Jod, sowie durch Umsetzung von Jodtrichlorid mit Silbertrifluoracetat, jeweils in Gegenwart von Trifluoressigsäureanhydrid.

Bei unseren Untersuchungen des Jodtrifluorids (**1**)<sup>3)</sup> fanden wir, daß auch **1** mit Trifluoressigsäureanhydrid zu **2** reagiert:



Die Umsetzung verlief bei  $-40^\circ$  in Trifluoressigsäureanhydrid als Suspensionsmittel quantitativ, wobei **2** als Festkörper durch Tieftemperaturfiltration isoliert wurde.

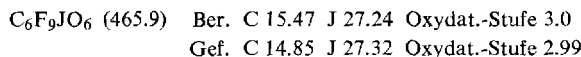
Durch einmalige Sublimation bei  $82^\circ/10^{-2}$  Torr ließ sich **2** als hellgelbe kristalline, äußerst hydrolyseempfindliche Substanz gewinnen. Gemäß Analyse, Schmelzpunkt und IR-Spektrum wurde die Identität mit dem loc. cit.<sup>1,2)</sup> beschriebenen Produkt nachgewiesen.

Versuche, auf analoge Weise das Jod-mono-trifluoracetat durch Umsetzung von Jodmono-fluorid<sup>4)</sup> mit Trifluoressigsäureanhydrid zu erhalten, schlugen bisher fehl. Stattdessen trat eine Disproportionierung ein, und als Endprodukt wurde u. a. auch hier **2** erhalten.

Der Stiftung Volkswagenwerk, dem Landesamt für Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen und der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die großzügige Unterstützung unserer Arbeiten.

## Beschreibung des Versuchs

Jod-tris-trifluoracetat (**2**): 9.10 g (49.5 mMol)  $\text{JF}_3$  wurden in 67.95 g (323.5 mMol) Trifluoressigsäureanhydrid bei  $-40^\circ$  mehrere Tage gerührt. Es bildete sich nach und nach ein hellgelber Festkörper, der durch Tieftemperaturfiltration isoliert, mit  $\text{CCl}_3\text{F}$  gewaschen und bei Raumtemperatur und  $10^{-2}$  Torr getrocknet wurde. Sublimation bei  $82^\circ/10^{-2}$  Torr lieferte hellgelbe, hydrolyseempfindliche Nadeln vom Zers.-P.  $118^\circ$ .



Aus dem Filtrat ließ sich beim Erwärmen auf Raumtemperatur oder beim Zusatz von  $\text{CCl}_3\text{F}$   $\text{CF}_3\text{COF}$  austreiben, identifiziert durch Mol-Gewicht und IR-Spektrum.

<sup>\*)</sup> Neue Anschrift: Lehrstuhl für Anorganische Chemie der Universität Dortmund.

<sup>1)</sup> M. Schmeißer, K. Dahmen und P. Sartori, Chem. Ber. 100, 1633 (1967).

<sup>2)</sup> M. Schmeißer, K. Dahmen und P. Sartori, Chem. Ber. 103, 307 (1970), vorstehend.

<sup>3)</sup> M. Schmeißer, W. Ludovici, D. Naumann, P. Sartori und E. Scharf, Chem. Ber. 101, 4214 (1968).

<sup>4)</sup> M. Schmeißer und E. Scharf, Angew. Chem. 72, 324 (1960).