

Sämtliche Schmelzpunkte wurden nach *Kofler* bestimmt und sind korrigiert.

Die Analysen wurden im Mikrochemischen Laboratorium des I. Chemischen Universitätsinstitutes von Herrn Dr. *W. Padowetz* und Herrn *J. Zak* durchgeführt.

Über die pharmakologische Untersuchung der von uns hergestellten Verbindungen wird an anderer Stelle von Herrn Doz. Dr. *J. Schmid*⁶ berichtet werden.

Auch an dieser Stelle sei besonders den *Österreichischen Heilmittelwerken* gedankt, durch deren Unterstützung diese Arbeit ermöglicht wurde.

Nähere Einzelheiten siehe Dissertation *K. P. Berger*, Universität Wien, 1957.

⁶ Doz. Dr. *J. Schmid*, Wien, XIX., Scheibengasse 13.

Hydroxylammonium-fluorborat $(\text{NH}_3\text{OH})\text{BF}_4$

(Kurze Mitteilung)

Von

A. Engelbrecht und E. Nachbaur

Aus dem Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Universität Innsbruck

(Eingegangen am 22. Januar 1958)

Leitet man in eine absolut wasserfreie, alkohol. Lösung von Hydroxylamin unter Eiskühlung Bortrifluorid bis zur Sättigung ein, so färbt sich die Lösung orange. Auf Zusatz von Benzol scheidet sich ein hellgelbes Öl ab, welches bei Eiskühlung allmählich kristallisiert. Nach Abfiltrieren der farblosen, sehr hygroskopischen Kristalle, Waschen mit Benzol und Trocknen im Vakuumexsikkator geben sie die qualitativen und quantitativen Reaktionen, welche von einem Hydroxylammonium-fluorborat zu erwarten sind. Dieses Salz ist unseres Wissens in der Literatur noch nicht beschrieben, weshalb wir diese mit praktisch quantitativer Ausbeute verlaufende Darstellung hier mitteilen.

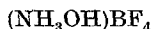
Hydroxylammonium-fluorborat ist extrem hygroskopisch und sehr leicht löslich in Wasser und Alkohol, unlöslich in Äther und Benzol. Die auch bei Siedehitze stabile, wäßrige Lösung gibt die zu erwartenden

Reduktionsreaktionen des Hydroxylammoniumkations, sowie eine Fällung mit Nitron. Beim Erhitzen beginnt das Präparat bei etwa 45°C zu schmelzen und ist bei etwa 60° vollkommen durchgeschmolzen. Bei etwa 150°C beginnt anscheinend Zersetzung der Verbindung unter starker Gasentwicklung.

Analyse: NH_2OH , manganometr. gef. 29,0%, F (als CaF_2) gef. 62,2%. Ber. für NH_3OHBF_4 : NH_2OH 27,33%, F 62,88%. Die mangelhafte Übereinstimmung des gefundenen NH_2OH -Wertes mit dem berechneten Wert ist damit begründet, daß es infolge der ungünstigen Lösungseigenschaften der Substanz nicht gelang, eine Reinigung der primär anfallenden Kristalle durch Umkristallisation durchzuführen. Wahrscheinlich liegt als Verunreinigung etwas $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HF}$ vor.

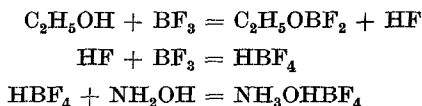
Das scheinbare Molekulargewicht in wäßriger Lösung, gemessen an der Gefrierpunktserniedrigung, ergab für eine ungefähr 0,1 molare Lösung einen Wert von 64,4. Der theoretische Wert unter Annahme vollständiger Dissoziation in die Ionen NH_3OH^+ und BF_4^- wäre 60,4.

Röntgenaufnahmen. Aufnahmebedingungen: Cu- $K\alpha$ -Strahlung, Kamera-durchmesser 57,3 mm, Präparat in Markröhren 0,2 mm, 40 kV, 15 mA, Belichtungszeiten 20 Min.



d/2 mm	Intensität 1-10	d/2 mm	Intensität 1-10	d/2 mm	Intensität 1-10	d/2 mm	Intensität 1-10
9,60	2	14,53	7	18,81	3	24,30	1
10,80	9	16,77	3	19,31	9	25,85	2
11,83	2	17,44	2	20,55	3	26,85	1
12,38	8	18,16	1	22,65	2	27,41	1

Folgender Mechanismus würde die Bildung von NH_3OHBF_4 unter den angeführten Darstellungsbedingungen erklären:



Primär wird sich vielleicht ebenso wie aus BF_3 -Ätherat und $(\text{NH}_3\text{OH})\text{Cl}$ das Addukt $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{OH}$ bilden, wie *Muetterties*¹ kürzlich berichtete. In weiterer Reaktion wird sich jedoch diese Additionsverbindung mit den Reaktionsprodukten aus Alkohol und überschüssigem BF_3 quantitativ in Hydroxylammonium-fluorborat umwandeln.

¹ *E. L. Muetterties, Z. Naturforsch. 12 b, 265 (1957).*