

CCA-275

546.295:546.16

Über die Synthese von XeF_6

J. Slivnik, B. Brčić, B. Volavšek, J. Marsel, V. Vrščaj, A. Šmalc, B. Frlec
und Z. Zemljič.

Institut »Jožef Stefan«, Ljubljana, Slovenien, Jugoslawien

Eingegangen am 14. Dezember 1962.

Claassen und Mitarb.¹ berichten über die Synthese von XeF_4 , R. Hoppe und Mitarb.² über die Synthese von XeF_2 . Wir haben die Synthese von XeF_4 ³ reproduziert und konnten bei der massenspektrometrischen Analyse des Produktes schwache Andeutungen für die Anwesenheit höherer Fluoride feststellen. Hierauf haben wir versucht Xenon (*L'air liquide*, pur) mit reinstem Fluor (mit fraktionierter Kondensation nachgereinigtes elektrolytisches F_2) im Ueberschuss ($\text{Xe} : \text{F} = 1 : 20$) bei 700°C und etwa 200 atü zu fluorieren. Das Reaktionsprodukt wurde auf -78°C abgekühlt und das überschüssige Fluor abgepumpt. Der Rückstand wurde im Vakuum sublimiert. Als erste Fraktion konnte ein Produkt isoliert werden, das bei ca 25°C zu einer blassgelben Flüssigkeit schmilzt, die unter Vakuum in Glasampullen eingeschmolzen zwar beständig ist, an der Luft oder bei Anschlag aber äusserst heftig explodiert. Im Produkt wurde das F bestimmt und der Rest als Xe angenommen. Das aus der Analyse berechnete Verhältnis $\text{F} : \text{Xe}$ ist $6,1 \pm 0,3$, was ungefähr der Zusammensetzung XeF_6 entspricht. Massenspektrometrisch konnte das um 124 Massen versetzte charakteristische Xe-Spektrum, das der Verbindung XeF_6 entspricht, eindeutig bewiesen werden. Es ist möglich, dass sich noch andere höheren Xenon Fluoride in geringen Mengen bilden, jedoch konnten sie massenspektrometrisch noch nicht mit Sicherheit bewiesen werden, da sie mit dem W-Fluorid-Ionen Spektrum nahe zusammenfallen. Wolframfluorid-Ionen bilden sich in der Ionenquelle des Massenspektrometers. Weitere Untersuchungen sind im Gang.

LITERATUR

1. H. H. Claassen, H. Selig und J. F. Malm, *J. Am. Chem. Soc.* **84** (1962) 3593.
2. R. Hoppe, W. Dähne, H. Mattauch und K. M. Rödder, *Angew. Chem.* **74** (1962) 903.
3. J. Slivnik und Mitarb., *Croat. Chem. Acta* **34** (1962) 187.
4. J. Marsel und V. Vrščaj, *ibid.* **34** (1962) 191.

IZVLEČEK

Sinteza XeF_6

J. Slivnik, B. Brčić, B. Volavšek, J. Marsel, V. Vrščaj, A. Šmalc, B. Frlec
i Z. Zemljič

Pri fluoriranju ksenona z elementarnim fluorjem pod visokim pritiskom pri 700°C nastane rumenkasta tekočina, ki smo jo na osnovi kemijske in masnospektrometrične analize okarakterizirali kot XeF_6 .