

CCA-286

546.295:546.16.07
Vorläufige Mitteilung

Über die Synthese von XeF_8

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

Institut »Jožef Stefan«, Ljubljana, Slovenien, Jugoslawien

Eingegangen am 11. April 1963.

Vergleichen wir die Ergebnisse unserer Synthese von XeF_6 ¹ mit den anderen unabhängigen Resultaten über dieselbe Xe-Verbindung^{2,3,4} (die im allgemeinen gut übereinstimmen), so finden wir doch Unterschiede, die unsere Vermutung, dass sich bei unseren Bedingungen der Synthese noch höhere Xe-Fluoride bilden, bestätigen. Während nämlich das Verhältnis F:Xe in den Präparaten über die die amerikanischen Autoren berichteten, zwischen 5,76 und 6,0 variiert, ist das Verhältnis in unseren Präparaten 5,8 bis 6,4!

Um einen besseren Einblick in den Verlauf der Synthese zu gewinnen, haben wir den Druck des Reaktionsgemisches $\text{Xe}:\text{F} = 1:20$ beim Erhitzen gemessen. Die Druckmessungen wurden im Temperaturbereich zwischen 20° und 620°C ausgeführt. Der Anfangsdruck des Reaktionsgemisches war 81 atü. Aus den Ergebnissen, über die wir noch näher berichten werden, konnte berechnet werden, dass mehr Fluor gebunden wurde als der Bildung von XeF_6 entspricht. Das aus den Druckmessungen berechnete F:Xe Verhältnis ist nämlich 6,5.

Das Reaktionsprodukt wurde auf -78°C abgekühlt und das überschüssige Fluor über eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte Falle abgepumpt. In der mit flüssigem N_2 gekühlten Vorlage kondensierte ein gelbes Produkt, das im Vergleich zu F_2 ($p =$ etwa 300 mm Hg) einen sehr geringen Dampfdruck hat und auch bei einstündigem Evakuieren an der Diffusionspumpe in der gekühlten Falle zurückgehalten wurde. Eingeschmolzen in Glasampullen ist das Produkt bei Zimmertemperatur ein blasgelbes Gas, das bei der Kühlung mit flüssigem N_2 wieder zu einer gelben festen Phase kondensiert. Bei Zimmertemperatur ist das Produkt in Glasampullen kaum beständig, schon nach etwa 5 Minuten entfärbt sich das Gas und das Glas wird angegriffen. Das Produkt wurde in verdünnter NaOH-Lösung hydrolysiert. Die Lösung wird deutlich gelb gefärbt, die Farbe ist einige Stunden beständig. Im Produkt wurde das F bestimmt und der Rest als Xe angenommen. Das aus der Analyse berechnete F:Xe Verhältnis ist $8,1 \pm 0,1$, was der Zusammensetzung XeF_8 entspricht.

Massenspektrometrisch konnte das Produkt noch nicht bewiesen werden. Im Gegensatz zu XeF_4 und XeF_6 zeigt sich nur ein sehr intensives Xe-Spektrum, das bei den beschriebenen Synthesenbedingungen jedoch kaum vom nicht umgesetztem Xenon stammen kann.

LITERATUR

1. J. Slivnik u. Mitarb., *Croat. Chem. Acta* **34** (1962) 253.
2. J. G. Malm, I. Sheft und C. L. Chernick, *J. Am. Chem. Soc.* **85** (1963) 110.
3. E. E. Weaver, B. Weinstock und C. P. Knop, *J. Am. Chem. Soc.* **85** (1963) 111.
4. F. B. Dudley, G. Gard und G. H. Cady, *Inorg. Chem.* **2** (1963) 228.

IZVOD

Sinteza XeF₈

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

Fluoriranjem ksenona kod visokih pritisaka u temperaturnom intervalu od 20° do 620°C ustanovljeno je stvaranje viših fluorida ksenona, od kojih je jedan izoliran u obliku žute krutnine (kod temperature tekućeg dušika). Analizom je ustanovljen atomski odnos F:Xe = $8,1 \pm 0,1$. Smatra se, da je taj spoj XeF₈.

NUKLEARNI INSTITUT »JOŽEF STEFAN«
LJUBLJANA

Primljeno 11. travnja 1963.