

Received: August 27, 1984; accepted: August 28, 1984

PRELIMINARY NOTE

Tetrakis(trifluormethyl)tellur $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ [1]

DIETER NAUMANN und BERND WILKES

Anorganische Chemie, Universität Dortmund, Postfach 500 500,
D-4600 Dortmund 50 (BRD)

SUMMARY

$(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ is formed from the reaction of $(\text{CF}_3)_2\text{TeCl}_2$ with $(\text{CF}_3)_2\text{Cd}\cdot\text{glyme}$ in CH_3CN at -10°C via the intermediate $(\text{CF}_3)_3\text{TeCl}$ as a yellow liquid and identified by n.m.r. and mass spectra.

Bisher existieren keine Verbindungen, in denen mehr als (8-n) CF_3 -Gruppen an ein Element der n-ten Hauptgruppe gebunden sind. Da aber z.B. von Tellur Verbindungen mit vier Alkyl- [2] oder vier Pentafluorphenylgruppen [3] und von Antimon Verbindungen mit vier und fünf Methylgruppen [4] bekannt sind, gibt es keinen plausiblen Grund, warum es keine Tris- oder Tetrakis(trifluormethyl)chalkogen-Verbindungen geben sollte. Als erstes Beispiel einer Chalkogenverbindung mit mehr als zwei CF_3 -Gruppen haben wir nun $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ synthetisieren können.

Als bisher beste Darstellungsmethode hat sich die Umsetzung äquimolarer Mengen von $(\text{CF}_3)_2\text{TeCl}_2$ [5] und $(\text{CF}_3)_2\text{Cd}\cdot\text{Glyme}$ [6] in Acetonitrillösung bei -10°C erwiesen. Die Reaktion kann ^{19}F -NMR-spektroskopisch verfolgt werden; dabei ist als nicht-isolierbare Zwischenstufe die Bildung von $(\text{CF}_3)_3\text{TeCl}$ nachweisbar.

$$(\text{CF}_3)_2\text{TeCl}_2 + (\text{CF}_3)_2\text{Cd}\cdot\text{Glyme} \longrightarrow (\text{CF}_3)_3\text{TeCl} + \text{CF}_3\text{CdCl} \longrightarrow (\text{CF}_3)_4\text{Te} + \text{CdCl}_2 + \text{Glyme}.$$

Nach 5 Stunden haben die Edukte quan-

titativ reagiert. $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ kann nach Tieftemperaturfiltration und anschließender Tieftemperaturvakuumdestillation in 70%iger Ausbeute isoliert werden. Die Ausbeuteverluste beruhen auf partieller Zersetzung von $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ während der Aufarbeitung.

$(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ ist eine bei 0°C unter Lichtausschluß stabile gelbe Flüssigkeit, die bei ca. -45°C in glasklaren langen Nadeln kristallisiert. Im Massenspektrum sind als CF_3Te -haltige Bruchstücke $(\text{CF}_3)_4\text{Te}^+$ ($< 1\%$), $(\text{CF}_3)_3\text{Te}^+$ (50 %), $(\text{CF}_3)_2\text{Te}^+$ (51 %), $\text{CF}_3\text{TeCF}_2^+$ (38 %) und CF_3Te^+ (65 %) nachweisbar.

Bei $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ handelt es sich nach Gillespie [7] um eine Verbindung des Typs AB_4E , für die eine ψ -trigonal-bipyramidale oder auch ψ -quadratisch-pyramidale Anordnung der vier Liganden und des freien Elektronenpaares erwartet wird. Eine Entscheidung sollten die NMR-Spektren ermöglichen. Bis -45°C (Messungen bei tieferer Temperatur waren noch nicht möglich) sind aber alle vier CF_3 -Gruppen magnetisch äquivalent, so daß nicht entschieden werden kann, ob das $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ -Molekül ψ -quadratisch-pyramidal mit axial angeordnetem freien Elektronenpaar aufgebaut ist, oder ob es sich um ein bis -45°C nicht-starres Molekül handelt. NMR-Daten: $\delta(^{19}\text{F})$ -44.5 ppm (Singulett), $\delta(^{13}\text{C})$ $127,6$ ppm (Quartett von Dezetts), $\delta(^{125}\text{Te})$ $796,3$ ppm (Tridezett); $^2\text{J}(\text{Te},\text{F}) = 45$ Hz, $^1\text{J}(\text{F},\text{C}) = 388,6$ Hz, $^3\text{J}(\text{F},\text{C}) = 9,8$ Hz.

Wegen der hohen Lichtempfindlichkeit von $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ konnten IR- und Raman-Spektren nicht ohne Zersetzung aufgenommen werden, so daß hieraus keine Aussagen möglich sind. Die Photolyse einer Lösung von $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ in CH_3CN verläuft bei Tageslicht langsam, bei Bestrahlung spontan unter Bildung von $(\text{CF}_3)_2\text{Te}$, CF_3H und $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CN}$; daneben ist wie bei allen photochemischen Reaktionen von $(\text{CF}_3)_2\text{Te}$ auch $(\text{CF}_3)_2\text{Te}_2$ nachweisbar. In Cyclohexen sind als Zwischenprodukte $\text{o-C}_6\text{H}_{10}(\text{CF}_3)(\text{TeCF}_3)$ und $(\text{CF}_3)_2\text{Te}$ nachweisbar; als Endprodukt werden $\text{o-C}_6\text{H}_{10}(\text{CF}_3)_2$ und elementares Tellur gebildet. Bei der thermischen Zersetzung der Reinsubstanz bis $+60^\circ\text{C}$ sind $(\text{CF}_3)_2\text{Te}$, $(\text{CF}_3)_2\text{TeF}_2$, C_2F_4 und C_3F_6 nachweisbar. Die thermische Zersetzung von $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ in Cyclohexen bei $+40^\circ\text{C}$ ergibt ein Produktgemisch, das nach 15 Stunden neben unzersetztem $(\text{CF}_3)_4\text{Te}$ als fluorhaltige Produkte $(\text{CF}_3)_2\text{Te}$, $(\text{CF}_3)_3\text{TeF}$, $(\text{CF}_3)_2\text{TeF}_2$, $\text{o-C}_6\text{H}_{10}(\text{CF}_3)(\text{TeCF}_3)$, $\text{o-C}_6\text{H}_{10}(\text{CF}_3)_2$ sowie 7,7-Difluornorcaran

enthält. Die thermische Zersetzung verläuft allerdings wesentlich langsamer als die photolytisch induzierte.

Dem Minister für Wissenschaft und Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

- 1 Teil der Dissertation von B. Wilkes, Universität Dortmund, 1984.
- 2 D. Hellwinkel und G. Fahrlach, Chem. Ber. 101, 574 (1968).
- 3 S.C. Cohen, M.L.N. Reddy and A.G. Massey, J. Organomet. Chem. 11, 563 (1968).
- 4 H. Schmidbaur, J. Weidlein und K.-H. Mitschke, Chem. Ber. 102, 4136 (1969); G. Wittig und K. Torssell, Acta Chem. Scand. 7, 1293 (1953).
- 5 S. Herberg und D. Naumann, Z. anorg. allg. Chem. 494, 151 (1982).
- 6 H. Lange und D. Naumann, J. Fluorine Chem. 26, 1 (1984).
- 7 R.J. Gillespie, Angew. Chem. 79, 885 (1967).