

$\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$

$\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$  ВР-2689-IX 1964

7 В15. О борогидриде кальция. Михеева В. И.,  
Титов Л. В. «Ж. неорган. химии», 1964, 9, № 4,  
789—793

$\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$  (I) получен обменной р-цией  $\text{NaBH}_4$  и  $\text{CaCl}_2$  в безводн. пиридине при комнатной т-ре с последующей экстракцией твердого продукта р-ции тетрагидрофураном (Thf). При отгонке Thf из экстракта получается  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 2\text{Thf}$  (II). Нагреванием II до 190° под вакуумом получается I, который при нагревании начинает интенсивно разлагаться только при 356°. I при 0° хорошо и практически без разложения растворяется в воде, плохо в пиридине и нерастворим в диоксане и эфире.

Реферат авторов

Х. 1965. 4

$\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$

BP-2689-IX

1464

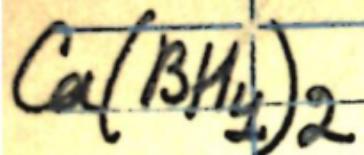
Tm.

Calcium borohydride. V. I. Mikheeva and L. V. Titov. *Zh. Neorgan. Khim.* 9(4), 789-93(1964); cf. *CA* 59, 3364a. Adding 5%  $\text{NaBH}_4$  in pyridine to a suspension of  $\text{CaCl}_2$  in pyridine with stirring, filtering, distg. pyridine *in vacuo* at  $190^\circ$ , sepg.  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$  from  $\text{CaCl}_2$  and  $\text{NaCl}$  with tetrahydrofuran (I), and distg. I *in vacuo* crystd.  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 4\text{I}$  which lost 2 mol. I at room temp. *in vacuo* to give 99.5% pure  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 2\text{I}$ . Heating the latter 2 hrs. at  $190^\circ$  *in vacuo* gave  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$ . The yield, based on initial  $\text{NaBH}_4$ , and the purity of the product obtained from mixts. with mol. ratios of  $\text{NaBH}_4:\text{CaCl}_2 = 2.5, 2$ , and 1.5 were 35 and 86, 50 and 82, and 40 and 76%, resp. The purity was increased to 95% by recrystn. from I.  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$ , white powder, d. 1.12, began to decomp. at  $245^\circ$  and decompd. at  $356^\circ$  before melting evolving H. It was sol. in  $\text{H}_2\text{O}$  and in I. Its solv. in pyridine was only 0.5% at  $20^\circ$ . Stirring with pyridine 8 hrs. at  $20^\circ$  gave  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 7\text{py}$  which on heating exhibited 6 endothermic effects, the 1st of which at  $91-6^\circ$  was due to its incongruent melting.  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$  was less stable than  $\text{KBH}_4$  and  $\text{NaBH}_4$ . These melted at 585 and  $505^\circ$ , resp. GBJR

C.I. 1964 GJ NL 1495 L

1964

Мухеева Б.И., Титов А.В.



ИХХ, 1964, 9, №, 789, 794

О боридриде кальция!

(Теплост. разл. начиная с 450° при 2450° при 250°C - разложение с выделением водорода)

Б922689-1X

$\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$

1964

5 В20. Синтез борогидрида кальция. Титов Л. В.  
«Докл. АН СССР», 1964, 154, № 3, 654—656

Борогидрид кальция (I) синтезирован по р-ции обмена борогидрида Na с безводн.  $\text{CaCl}_2$  в среде пиридина с последующей экстракцией твердого продукта р-ции тетрагидрофураном (Thf). Показано, что I образует с Thf сольваты  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 4\text{Thf}$  и  $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2 \cdot 2\text{Thf}$  с т-рами инконгруэнтного плавления 30 и 142°. Растворимость I в Thf составляет 8,5 и 16 вес.% I соответственно при т-рах 0° и 50°. Несольватированный I разлагается при нагревании при т-ре  $\sim 358^\circ$ ; трудно растворим в пиридине, эфире и диоксане; хорошо растворим в воде и Thf.

Реферат авторов

Х. 1965.5

1968

 $\text{Ca}(\text{BH}_4)_2$ 

1 В5. О синтезе борогидрида кальция Титов Л. В.  
 «Ж. неорган. химии», 1968, 13, № 7, 1797—1800

Исследовано взаимодействие  $\text{NaBH}_4$  (I)  $\text{CaCl}_2$  (II) в среде ТГФ при изменении отношения I:II от 1:1 до 3:1. Установлено, что для получения чистого борогидрида Ca (98% и выше) необходимо вводить в р-цию 50%-ный избыток I. Предполагается, что в процессе обменной р-ции при неполном замещении хлорид-ионов в II образуется борогидрохлорид Ca, снижающий чистоту конечного продукта.

Резюме

Х-1969.

1

Ca(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

1987

5 Б3125. Исследование системы боргидрид кальция — аммиак. Кравченко С. Е., Кравченко О. В. «Химия гидридов. 4 Всес. совещ., Душанбе, 17—18 нояб., 1987. Тез. докл.» Б. м., б. г., 26

Исследовано равновесное давл. насыщ. пара аммиака в системе боргидрид кальция — аммиак при т-рах 0—50° С и максим. соотношении компонентов Ca(BH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>/NH<sub>3</sub>=1/6,5. Установлено существование гекса-, тетра- и диаммиакатов боргидрида кальция. Составы образующихся соединений подтверждены данными хим., рентгенофазового и ИК-спектроскопич. анализа. Получены ур-ния зависимости РNH<sub>3</sub> от т-ры. Проведен ДТА диаммиаката, боргидрида кальция, показавший, что дальнейшее отщепление аммиака наблюдается при т-рах 110—145° С с образованиемmonoаммиаката, а при 230° С с образованием несольватированного боргидрида кальция и одновременным медленным протеканием процессов, приводящих к выделению водорода. Резюме

X. 1988, 19, N 5

$\text{La}(\text{BH}_4)_2$

[OM. 36945]

1992

Кокорин В.Н., Маньчева Н.Н.  
и др.,

Физико-хим.

СВ-8а

Координаты центров химии,  
1992, 18, фев. 12, 1143-1166.

Температурно-дифференциальная



спектроскопия ИК