

sie wurde langsam auf 250 g feingestoßenes Eis gegeben. Die nur wenig getrübe bräunlichgelbe Lösung wurde mit Kaliumhydroxyd und Kaliumcarbonat unter äußerer Kühlung neutralisiert; es fielen schwach gelbe Flocken aus, die, da sie in Äther schwer löslich waren, abgesaugt und i. Vak. getrocknet wurden. Das Rohprodukt war schwach gelb gefärbt, Schmp. 209–210°. Ausb. 4.05 g (76.5% d.Th.). Nach mehrfachem Umkristallisieren aus Alkohol oder Benzol (gegebenenfalls unter Zusatz von Tierkohle) Schmp. 214.5–216°.

$C_{18}H_{14}O_3N_2$ (306.3) Ber. C 70.57 H 4.61 N 9.15 Gef. C 70.55 H 4.59 N 9.16

Die Verbindung ist farblos in Alkohol, Dioxan, Pyridin löslich, jedoch erheblich schwerer als das Nitril, schwer löslich in Äther, Petroläther und Benzol, unlöslich in Wasser und Alkalien.

44. Franz Runge und Wolfgang Zimmermann: Über Chlormethyl-chlorsilane

[Aus dem Institut für Technische Chemie der Universität Halle (Saale)]
(Eingegangen am 19. November 1953)

Es werden die Chlorderivate der drei möglichen Methyl-chlorsilane dargestellt und beschrieben.

Die Chlorierung läßt sich beim Methyl-trichlor-silan leicht bis zum Ersatz aller Wasserstoffatome treiben, ohne daß Zwischenstufen gefaßt werden konnten, beim Dimethyl-dichlor-silan bis zur Substitution von fünf Wasserstoffatomen. Beim Trimethyl-chlorsilan können maximal acht Wasserstoffatome ersetzt werden.

Das Sublimationsvermögen dieser Verbindungen ist an die Anwesenheit einer Trichlormethylgruppe im Molekül gebunden.

Die Chlorierung der Methylgruppen von Methylchlorsilanen im ultravioletten Licht geht stufenweise vor sich; die Reaktionsgeschwindigkeit, mit der die einzelnen Chloratome eingeführt werden, ist recht verschieden. Aus den anfallenden Reaktionsgemischen ist die Isolierung bestimmter Chlorierungsstufen oft schwierig.

Im Gegensatz zum Kohlenstoff in analogen Kohlenstoffverbindungen übt das Silicium in einer siliciumorganischen Verbindung einen stark polarisierenden Einfluß auf das Molekül aus. Die Wasserstoffatome einer am Silicium stehenden Methylgruppe sind daher relativ reaktionsfähig, und zwar um so mehr, einmal, je stärker die Elektronenhülle des Siliciums durch Silicium-Halogen-Bindungen deformiert ist, und, zum anderen, je mehr Wasserstoffatome an dieser Methylgruppe durch Chloratome substituiert sind¹⁾.

Dem entgegen tritt bei mehrfach methylierten Chlorsilanen mit steigendem Chlorierungsgrad ein sterischer Faktor in Erscheinung, welcher eine möglichst gleichmäßige Verteilung der einzuführenden Chloratome auf die verschiedenen Methyl-Gruppen bewirkt.

Die Chlorierung von Methyl-trichlor-silan

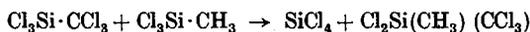
Im Gegensatz zu Andeutungen anderer Autoren^{2, 3)} konnten wir bei der Chlorierung von Methyl-trichlor-silan außer Trichlormethyl-trichlor-silan keine Mono- und Dichlor-Derivate isolieren. Bei den vergeblichen Versuchen, nied-

¹⁾ G. F. Roedel, J. Amer. chem. Soc. 71, 269 [1949].

²⁾ P. A. di Giorgio, L. H. Sommer u. F. D. Whitmore, J. Amer. chem. Soc. 70, 3512 [1948].

³⁾ J. L. Speier (Dow Corn. Corp.). Dtsch. Bundes-Pat. 855709 [1952] (C. 1953. 2520).

riger chlorierte Derivate des Methyl-trichlor-silans aus dem Reaktionsgemisch durch fraktionierte Destillation und auch fraktionierte Adsorption abzutrennen, konnte folgende Reaktion des perchlorierten Silans mit dem Ausgangsprodukt beobachtet werden:



Diese Reaktion wurde dadurch bewiesen, daß wir äquivalente Mengen von Methyl-trichlor-silan und Trichlormethyl-trichlor-silan im Autoklaven bei 120° mit demselben Resultat umsetzen konnten.

Diese Umsetzung sowie die Bildung eines azeotropen Gemisches von Methyl-trichlor-silan mit Trichlormethyl-trichlor-silan dürften der Hauptgrund für die von unseren Befunden abweichenden Angaben von P. A. Di Giorgio, L. H. Sommer und F. D. Whitmore²⁾ sein.

Niedere Chlorierungsprodukte des Methyl-trichlor-silans konnten auch nicht durch Umsetzung mit Sulfurylchlorid⁴⁾ erhalten werden; hingegen gelingt in geringer Ausbeute die Darstellung des Monochlormethyl-trichlor-silans durch Umsetzung von Tetrachlor-silan mit Diazomethan⁵⁾. Für diese Verbindung wurde als neue Konstante der Brechungsindex mit n_D 1.4450 ermittelt.

Die Chlorierung von Trimethyl-chlorsilan

Man erhält die höheren Chlorierungsstufen am besten, wenn man sich die niederen Chlorierungsprodukte völlig rein herstellt, und diese Substanzen dann stufenweise vorsichtig weiter chloriert.

Die Reaktionsgeschwindigkeit steigt etwa bis zur Einführung des dritten Chloratoms an, um dann allmählich beim Dichlormethyl-bis-trichlormethyl-chlorsilan zum Stillstand zu kommen. Aus sterischen Gründen (vergl. das Stuart-Modell) ist das letzte Wasserstoffatom nicht mehr durch Chlor zu ersetzen. Die Konstitution von den z.Tl. isomeren Verbindungen kann durch Hydrolyse⁶⁾ und Bestimmung der Spaltprodukte Chlorwasserstoff, Methylchlorid, Methylenchlorid und Chloroform sowie entspr. Siloxanderivate ermittelt werden.

Aus Trimethyl-chlorsilan wurden zunächst Dimethyl-chlormethyl- und Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan erhalten⁶⁾. Bei der Chlorierung von Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan fallen die beiden folgenden isomeren Verbindungen Dimethyl-trichlormethyl-chlorsilan und Methyl-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan im Verhältnis 10 zu 1 an. Bei der systematischen Weiterchlorierung dieser beiden Isomeren konnten folgende Verbindungen isoliert werden:

- Methyl-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan,
- Bis-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan,
- Bis-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan,
- Chlormethyl-bis-dichlormethyl-chlorsilan,
- Chlormethyl-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan,
- Bis-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan und
- Dichlormethyl-bis-trichlormethyl-chlorsilan.

⁴⁾ J. J. McBride, J. u. H. C. Beachell, J. Amer. chem. Soc. **70**, 2532 [1948].

⁵⁾ A. J. Jakubowitsch, S. P. Makarow, W. A. Ginsburg, G. I. Gawrilow u. J. N. Merkulowa, Ber. Akad. Wiss. UdSSR [N. S.] **72**, 69 [1950] (C. 1951 I, 2419).

⁶⁾ R. H. Kriebel u. I. R. Elliott, J. Amer. chem. Soc. **67**, 1810 [1945].

Die Chlorierung von Dimethyl-dichlor-silan

Die Substanz läßt sich bis zur Substitution von 5 Wasserstoffatomen chlorieren. Die erhaltenen Produkte bieten gegenüber dem Bisherigen nichts Neues. Lediglich wären die Angaben von R. H. Krieble und I. R. Elliott⁶⁾ dahingehend zu berichtigen, daß die Verbindung Methyl-trichlormethyl-dichlorsilan in reinsten Form keinen Siedepunkt hat, sondern schon bei Raumtemperatur leicht sublimiert.

Beschreibung der Versuche

Die Chlorierungen werden in einem zylindrischen Kolben von 750 ccm Inhalt aus normalem Geräteglas unter Bestrahlung mit einer Quecksilberlampe ausgeführt. Die Abgase gehen durch einen auf -40° gehaltenen Rückflußkühler in ein mit Wasser im Gegenstrom beschicktes Zehnkugelrohr zum Auffangen und Bestimmen des entweichenden Chlorwasserstoffes.

Alle Chlorierungsprodukte, soweit sie die Trichlormethylgruppe enthalten, kristallisieren schön, sublimieren leicht und haben einen scharfen, etwas an Fichtennadeln erinnernden Geruch. Sie neigen u.U. dazu, beim schnellen Erhitzen explosionsartig zu zerfallen, was bei der Aufarbeitung zu beachten ist.

Trichlormethyl-trichlor-silan: 598.0 g (4 Mol) Methyl-trichlor-silan in 50 ccm Chloroform werden bei Zimmertemperatur solange chloriert, bis keine Chlorwasserstoff-Entwicklung mehr zu beobachten ist. Die Temperatur soll 25° nicht übersteigen. Aus dem Reaktionsgemisch wird bei 15 Torr das Chloroform abgetrieben und der Rest bei diesem Druck in einem Säbelkolben drei- bis viermal umsublimiert. Ausb. 95% d.Theorie.

Sehr feuchtigkeitsempfindliche farblose Kristalle. Die Abschirmung der Moleküle nach außen durch die Chloratome bedingt augenscheinlich sehr geringe zwischenmolekulare Kräfte, was sich in hohem Dampfdruck und leichter plastischer Verformbarkeit der Substanz äußert. Der Stoff sublimiert daher schon bei Raumtemperatur und sintert durch seine eigene Schwere zu einer wachsartigen zähen Masse zusammen. Der Schmelzpunkt beträgt unter dem eigenen Dampfdruck 121° . Die Löslichkeit ist in allen inerten Lösungsmitteln sehr groß.

Mit Methyl-trichlor-silan bildet die Verbindung ein azeotropes Gemisch, welches etwa bei 140° siedet.

CCl_3Si (252.8) Ber. C 4.8 Cl 84.1 Si 11.2 Cl an Si geb. 42.1
 Gef. C 4.6 Cl 84.2 Si 11.0 Cl an Si geb. 42.1
 Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 250.3

Die Hydrolyse liefert Kieselsäure, Chlorwasserstoff und Chloroform.

Umsetzung von Trichlormethyl-trichlor-silan mit Methyl-trichlor-silan: 253 g (1 Mol) Trichlormethyl-trichlor-silan werden mit 150 g (1 Mol) Methyl-trichlorsilan unter Stickstoffatmosphäre in einem Autoklaven einige Stunden auf 120° erhitzt. Nach Abkühlung wird das Reaktionsgemisch über eine wirksame Kolonne destilliert. 110 g (66% d.Th.) gehen anfangs als Tetrachlor-silan bei 57° über. Es folgt bei 66° eine geringe Menge nicht umgesetztes Methyl-trichlor-silan und bei etwa 140° ein azeotropes Gemisch von letzterem mit nicht umgesetztem Trichlormethyl-trichlor-silan neben Methyl-trichlormethyl-dichlor-silan. Der Rest in der Kolonne wird mehrmals umsublimiert. Es resultiert ein mit wenig Trichlormethyl-trichlor-silan verunreinigtes Methyl-trichlormethyl-dichlor-silan.

Cl_4Si (169.9) Ber. Cl 83.4 Gef. Cl 84.1
 $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{Si}$ (232.4) Ber. C 10.4 H 1.3 Cl 76.0 Si 12.2 Cl an Si geb. 30.6
 Gef. C 10.0 H 1.3 Cl 83.9 Si 12.9 Cl an Si geb. 34.3
 Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 220.2

Die Hydrolyse liefert neben Chlorwasserstoff Chloroform und Methylsiloxane.

Dimethyl-chlormethyl-chlorsilan und Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan⁶⁾: 543.0 g (5 Mol) Trimethyl-chlorsilan werden nur solange chloriert, bis die laufende Titration der in Wasser aufgefangenen Abgase eine Gesamtmenge von 5 Mol Chlorwasserstoff ergibt. Die anschließende Destillation über eine wirksame Kolonne ergibt folgende Fraktionen: Nach einem Vorlauf von nicht umgesetztem Ausgangsprodukt erhält man bei 114° 350.0 g Dimethyl-chlormethyl-chlorsilan sowie bei 148° 213.0 g Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan.

Dimethyl-chlormethyl-chlorsilan: Ausb. 49% d. Theorie. Sdp.₇₆₀ 114.5°; n_D^{20} 1.4369; d_4^{20} 1.0789; Schmp. unter -75°.

$C_3H_8Cl_2Si$ (143.1) Ber. C 25.1 H 5.6 Cl 49.5 Si 19.6 Cl an Si geb. 24.4

Gef. C 25.0 H 5.4 Cl 49.5 Si 19.5 Cl an Si geb. 24.4

Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 143.0

Die alkalische Hydrolyse ergibt neben Chlorwasserstoff Methylchlorid und Dimethylsiloxane.

Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan: Ausb. 24% d. Theorie; Sdp.₇₆₀ 148.5°; n_D^{20} 1.461; d_4^{20} 1.2369; Schmp. -48°.

$C_3H_7Cl_3Si$ (177.5) Ber. C 20.3 H 4.0 Cl 60.6 Si 15.8 Cl an Si geb. 20.0

Gef. C 19.9 H 3.9 Cl 60.7 Si 15.8 Cl an Si geb. 20.1

Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 177.0

Die Hydrolyse liefert Chlorwasserstoff, Methylenchlorid und Dimethylsiloxane.

Dimethyl-trichlormethyl-chlorsilan und Methyl-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan: In eine Mischung von 355.0 g (2 Mol) Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan mit ca. 50 cm Chloroform werden 2 Mol Chlor eingeleitet. Das Reaktionsgemisch zweier solcher Ansätze wird in einer hochwirksamen Kolonne im Ölbad destilliert. (Vorsicht wegen Explosionsgefahr!). Aus dem bei 155° übergehenden azeotropen Gemisch von Dimethyl-dichlormethyl-chlorsilan und Dimethyl-trichlormethyl-chlorsilan kristallisiert letzteres in der Kälte aus. Die Kristalle werden schnell unter Luft- und Feuchtigkeitsschluss von der Mutterlauge abgesaugt und durch mehrmaliges Umsublimieren bei 15 Torr gereinigt. Die Mutterlaugen werden zusammengefaßt, in weiteren Ansätzen nochmals chloriert und in gleicher Weise aufgearbeitet. Ausb. 49% d. Theorie. Sublimierende Kristalle mit den gleichen Eigenschaften wie Trichlormethyl-trichlor-silan, jedoch etwas geringer feuchtigkeitsempfindlich⁷⁾. Schmp. 122° (unter eigenem Dampfdruck).

$C_3H_6Cl_4Si$ (211.9) Ber. C 17.0 H 2.9 Cl 66.9 Si 13.2 Cl an Si geb. 16.7

Gef. C 16.9 H 2.9 Cl 67.0 Si 13.2 Cl an Si geb. 16.7

Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 210.3

Die Hydrolyse ergibt Dimethylsiloxane, Chlorwasserstoff und Chloroform.

Aus den Destillationsnachläufen bzw. -rückständen von 10 entsprechenden Chlorierungsansätzen kann bei 195° siedendes reines Methyl-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan in 5-proz. Ausbeute isoliert werden. Sdp.₇₆₀ 195°; n_D^{20} 1.4920; d_4^{20} 1.3920; Schmp. -45°.

$C_3H_6Cl_4Si$ (211.9) Ber. C 17.0 H 2.9 Cl 66.9 Si 13.2 Cl an Si geb. 16.7

Gef. C 16.9 H 3.0 Cl 66.7 Si 13.3 Cl an Si geb. 16.6

Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 213.0

Die alkalische Hydrolyse ergibt Methylsiloxane, Chlorwasserstoff, Methylchlorid und Methylenchlorid.

Methyl-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan und die höheren Chlorierungsprodukte von Dimethyl-trichlormethyl-chlorsilan: 212 g (1 Mol) Dimethyl-trichlormethyl-chlorsilan, gelöst in wenig Chloroform, werden in der üblichen Weise, jedoch vorsichtiger und unter stärkerer Kühlung, mit 1 Mol Chlor umgesetzt. Das Reaktionsgemisch wird anschließend durch eine mit trockener Aktivkohle gefüllten Säule gegeben. Nach einem Vorlauf von etwa $\frac{1}{4}$ des Gesamtvolumens wird die Hauptfraktion aufgefangen, welche anschließend bei 5 Torr und Zimmertemperatur vom

⁷⁾ Vergl. J. L. Speier, J. Amer. chem. Soc. **73**, 824 [1951].

Lösungsmittel befreit wird. Nach dreimaligem Umsublimieren liegt die Substanz analysenrein vor. Ausb. 62% d.Theorie. Farblose Kristalle, sublimieren bei etwa 40°; Schmp. unter eigenem Dampfdruck 62°.

$C_3H_5Cl_5Si$ (246.4) Ber. C 14.6 H 2.1 Cl 71.9 Si 11.4 Cl an Si geb. 14.4
Gef. C 14.1 H 2.1 Cl 71.2 Si 12.2 Cl an Si geb. 14.5
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 243.1

Die alkalische Hydrolyse ergibt außer Methyl-siloxan und Chlorwasserstoff Methylchlorid und Chloroform, die saure Hydrolyse nur stöchiometrische Mengen von Chloroform neben Chlorwasserstoff und Chlormethyl-methyl-siloxanen.

Die nächstfolgenden Chlorderivate werden analog dargestellt: Bis-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan aus Methyl-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan: Ausb. 29% d.Theorie. Farblose Kristalle, sublimieren bei Raumtemperatur.

$C_3H_4Cl_6Si$ (280.9) Ber. C 12.8 H 1.4 Cl 75.8 Si 10.0 Cl an Si geb. 12.6
Gef. C 13.0 H 1.9 Cl 74.6 Si 9.8 Cl an Si geb. 12.3
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 271.2

Die saure Hydrolyse liefert Chlorwasserstoff, Chloroform und Chlormethyl-siloxane; der Rest, anschließend alkalisch behandelt, Methylchlorid.

Chlormethyl-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan aus Bis-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan: Ausb. 38% d.Theorie. Farblose Kristalle, sublimieren bei ca. 50°; Schmp. unter eigenem Dampfdruck 73°.

$C_3H_3Cl_7Si$ (315.3) Ber. C 11.4 H 1.0 Cl 78.7 Si 8.9 Cl an Si geb. 11.2
Gef. C 11.8 H 1.3 Cl 77.6 Si 9.3 Cl an Si geb. 11.5
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 311.6

Die saure Hydrolyse ergibt neben Chlorwasserstoff und Chlormethyl-siloxanen Chloroform; anschließend alkalisch behandelt noch Methylchlorid, Methylenchlorid sowie Kieselsäure.

Bis-chlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan aus Chlormethyl-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan: Ausb. 42% d.Theorie. Farblose Kristalle, sublimieren bei ca. 55°; Schmp. unter eigenem Druck 67°.

$C_3H_2Cl_8Si$ (349.8) Ber. C 10.3 H 0.6 Cl 81.1 Si 8.0 Cl an Si geb. 10.1
Gef. C 11.0 H 0.8 Cl 80.5 Si 8.3 Cl an Si geb. 9.8
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 344.7

Die Substanz liefert bei der alkalischen Hydrolyse Chlorwasserstoff, Chloroform, Methylenchlorid und Kieselsäure.

Dichlormethyl-bis-trichlormethyl-chlorsilan aus Bis-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan: Ausb. 75% d.Theorie. Farblose Kristalle, sublimieren bei ca. 60°; Schmp. unter eigenem Druck 85°.

C_3HCl_9Si (384.2) Ber. C 9.4 H 0.3 Cl 82.8 Si 7.3 Cl an Si geb. 9.2
Gef. C 9.9 H 0.6 Cl 82.4 Si 7.7 Cl an Si geb. 9.2
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 375.5

Die Hydrolyse ergibt Chlorwasserstoff, Kieselsäure, Chloroform und Methylenchlorid im stöchiometrischen Verhältnis.

Bis-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan und höhere Chlorierungsstufen aus Methyl-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan: 212 g (1 Mol) Methyl-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan, verdünnt mit etwas Chloroform werden wie üblich mit 1 Mol Chlor umgesetzt. Die Aufarbeitung des Reaktionsgemisches geschieht über eine Adsorptionssäule. Das flüssige reine Reaktionsprodukt destilliert bei 215°. Ausb. 33% d.Theorie. Sdp.₇₆₀ 215°; n_D^{20} 1.5320; d_4^{20} 1.546; Schmp. ca. -36°.

$C_3H_5Cl_5Si$ (246.4) Ber. C 14.6 H 2.1 Cl 71.9 Si 11.4 Cl an Si geb. 14.4 Mol.-Refr. R_D 49.4
Gef. C 14.8 H 1.9 Cl 72.2 Si 11.1 Cl an Si geb. 14.1 Mol.-Refr. R_D 49.4⁸⁾
Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 250.4

Die alkalische Hydrolyse ergibt Chlorwasserstoff, Kieselsäure, Methylchlorid und Methylenchlorid, jedoch kein Chloroform.

⁸⁾ R. O. Sauer, J. Amer. chem. Soc. 68, 954 [1946].

Chlormethyl-bis-dichlormethyl-chlorsilan aus Bis-chlormethyl-dichlormethyl-chlorsilan: Das Produkt wird wie oben erhalten. Ausb. 50% d.Theorie. Farblose Kristalle, Schmp. 47–52°; der Sdp. liegt etwa 1–2° über dem Schmp.

$C_3H_4Cl_6Si$ (280.9) Ber. C 12.8 H 1.4 Cl 75.8 Si 10.0 Cl an Si geb. 12.6

Gef. C 12.4 H 1.5 Cl 75.9 Si 10.1 Cl an Si geb. 12.4

Mol.-Gew. Gef. 284.2

Die Hydrolyse ergibt Methylchlorid und Methylenchlorid im Verhältnis 1:2 sowie Chlorwasserstoff und Kieselsäure.

Bis-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan aus Chlormethyl-bis-dichlormethyl-chlorsilan: Durch Chlorierung des Ausgangsproduktes mit 1 Mol Chlor wird nach der üblichen Aufarbeitung ein Isomerengemisch von Chlormethyl-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan und Tris-dichlormethyl-chlorsilan erhalten. Beweis durch alkalische Hydrolyse, bei welcher u.a. neben viel Methylenchlorid auch Chloroform und Methylchlorid erhalten wird. Das Isomerengemisch wird nach einmaliger Umsublimation bei 15 Torr weiter mit 1 Mol Chlor behandelt. Nach Aufarbeitung über eine Adsorptionssäule und wiederholter Umsublimation liegt die Verbindung rein vor. Ausb. 50% d.Theorie. Farblose, sublimierende Kristalle; Schmp. und Mischschmp. mit dem aus Chlormethyl-dichlormethyl-trichlormethyl-chlorsilan erhaltenen Produkt unter dem eigenen Dampfdruck 67°.

$C_3H_4Cl_6Si$ (349.8) Ber. C 10.3 H 0.6 Cl 81.1 Si 8.0 Cl an Si geb. 10.1

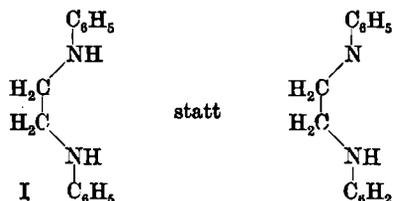
Gef. C 10.8 H 0.7 Cl 81.5 Si 8.3 Cl an Si geb. 10.4

Mol.-Gew. (kryoskop.) Gef. 352.8

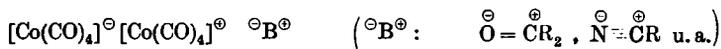
Die Hydrolyse ergibt Chlorwasserstoff, Kieselsäure, Chloroform und Methylenchlorid.

Berichtigungen

Jahrg. 86 [1953], Heft 11, S. 1463, lies



Jahrg. 87 [1954], Heft 1, S. 30, 12. Zeile v. o. muß heißen:



Verantwortlich für den Inhalt: Prof. Dr. Clemens Schöpf, Darmstadt. Redaktion: Dr. Wilhelm Merz, Tübingen.
Verantwortlich für den Anzeigenteil: W. Thiel, Verlag Chemie, GmbH. (Geschäftsführer Eduard Kreuzhage),
Weinheim/Bergstr.; Druck: Druckerei Winter, Heidelberg.

Copyright 1954 by Verlag Chemie, GmbH., Weinheim/Bergstr. Printed in Germany. Alle Rechte vorbehalten, insbesondere die der Übersetzung. Kein Teil dieser Zeitschrift darf in irgendeiner Form — durch Photokopie, Mikrofilm oder irgendein anderes Verfahren — ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert werden. — All rights reserved (including those of translations into foreign languages). No part of this issue may be reproduced in any form, by photostat, microfilm, or any other means, without written permission from the publishers. — Preis jährlich DM 100.—; Einzelheft DM 8.50. Abbestellungen nur bis spätestens 6 Wochen vor Ablauf eines Halbjahres. Gerichtsstand und Erfüllungsort Weinheim/Bergstr. Lieferung erfolgt auf Rechnung und Gefahr des Empfängers.