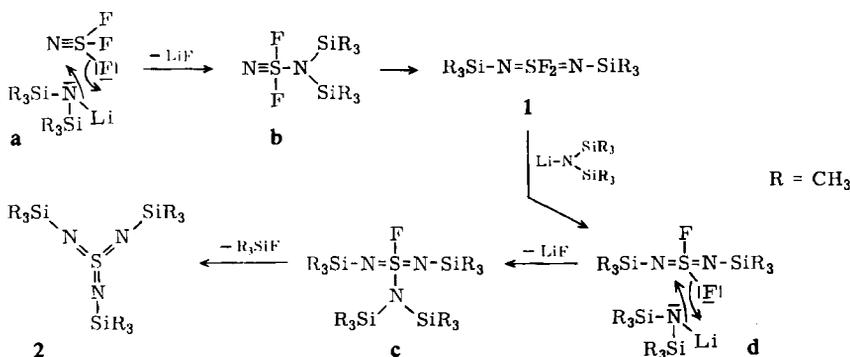




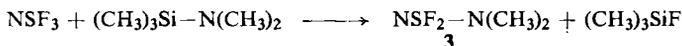
eines  $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ -Restes in **1** übergeht. Weiteres Lithiumsalz bedingt einen neuen Angriff an der S-F-Bindung (**d**). Nach Abspaltung von LiF (**c**) und  $(\text{CH}_3)_3\text{SiF}$  entsteht **2**:



Setzt man  $\text{NSF}_3$  mit Verbindungen des Typs  $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-\text{NR}_2$  um, so wird auch bei einem Überschuß des Silylamins nur ein Fluor-Atom am  $\text{NSF}_3$  ersetzt.

### 1. $\text{N}\equiv\text{SF}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ (**3**)

Läßt man  $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-\text{N}(\text{CH}_3)_2$  mit  $\text{NSF}_3$  im Bombenrohr reagieren, so erhält man **3**. **3** ist eine wasserklare, leichtbewegliche Flüssigkeit, die gegen Hydrolyse relativ beständig ist.



Das Massenspektrum zeigt folgende Bruchstücke in  $m/e$ :

$$128 (\text{M}^+), 84 (\text{NSF}_2^+), 70 (\text{SF}_2^+), 51 (\text{SF}^+), 46 (\text{NS}^+), 44 (\text{N}(\text{CH}_3)_2^+)$$

Das  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektrum zeigt bei  $-71.61$  ppm ein breites Signal, das auch bei Tieftemperaturmessungen nicht aufspaltet (ext.  $\text{CFCl}_3$ ), das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum ein Triplett bei  $-3.01$  ppm,  $J_{\text{H-F}} = 0.4$  Hz (ext. TMS).

Das IR-Spektrum (Kapillar-Film zwischen KBr-Platten) zeigt folgende Banden mit versuchsweiser Zuordnung ( $\text{cm}^{-1}$ ):

$\nu_{\text{CH}_3}$  2940 m,  $\nu_{\text{CH}_3}$  2820 s,  $\nu_{\text{S=N}}$  1480 sst,  $\delta_{\text{s(N-CH}_3)}$  1432 m,  $\delta_{\text{as(N-CH}_3)}$  1409 m,  $\nu_{\text{s(SF)}}$  752 sst,  $\nu_{\text{as(SF)}}$  685 sst, weitere Banden bei 2205 m, 1262 s, 1190 m, 1050 m, 960 sst, 657 st, 620 sch, 525 s, 496 m, 452 st, 415 m, 370 m.

Raman-Spektrum ( $\text{cm}^{-1}$ ): 1480 m, 1419 s, 979 s, 950 s, 666 sst, 505 m, 462 m, 424 m.

### 2. $\text{N}\equiv\text{SF}_2-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ (**4**)

**4** wurde 1965 erstmals aus  $\text{NSF}_3$  und  $\text{HN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$  dargestellt<sup>3)</sup>. Analog zu **3** erhält man es aus der Reaktion von  $\text{NSF}_3$  mit  $(\text{CH}_3)_3\text{Si}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ . Das IR-Spektrum der Substanz entspricht dem früher mitgeteilten.

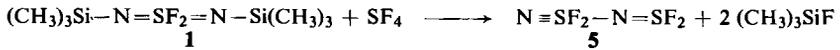
Das  $^1\text{H}$ -Spektrum zeigt ein Triplett und ein Quadruplett, die durch Kopplung der Protonen mit der  $\text{SF}_2$ -Gruppierung weiter aufgespalten sind:

$$\text{CH}_2 \delta -3.56 \text{ ppm}, \text{CH}_3 -1.28 \text{ (ext. TMS)}; J_{\text{CH}_2-\text{F}} = 1.2\text{-Hz}, J_{\text{CH}_3-\text{F}} = 0.6.$$

<sup>3)</sup> O. Glemser, H. Meyer und A. Haas, Chem. Ber. **98**, 2049 (1965).

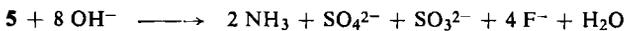
3.  $\text{N}\equiv\text{SF}_2-\text{N}=\text{SF}_2$  (5)

Ein weiteres Derivat von  $\text{NSF}_3$  entsteht bei der Umsetzung von **1** mit  $\text{SF}_4$ <sup>4)</sup>:



*N*-(Difluorthiazyl)-schwefeldifluorimid (**5**) ist die erste Schwefel-Stickstoff-Verbindung mit einer SN-Einfach-, Doppel- und Dreifachbindung im Molekül. **5** polymerisiert bei Raumtemperatur innerhalb einiger Stunden, beim Aufheizen ab 40° sofort, zu einem zähen, braunen Festkörper.

**5** ist sehr hydrolyse-empfindlich. Mit verdünnter Natronlauge reagiert es unter starker Erwärmung gemäß



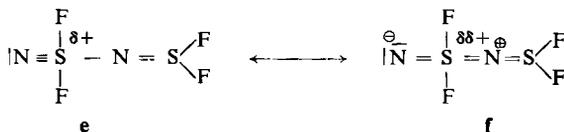
Tab. 1. Vergleich der chem. Verschiebungen  $\delta^{19}\text{F}$  (ext.  $\text{CFCl}_3$ ) und der IR-Absorption  $\nu_{\text{S}\equiv\text{N}}$  der bisher dargestellten  $\text{NSF}_3$ -Derivate

	chem. Verschiebung $\delta^{19}\text{F}$ ( $\text{N}\equiv\text{SF}_2-$ ) (ppm)	$\nu_{\text{S}\equiv\text{N}}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Literatur
$\text{NSF}_3$	-66.9	1515	5)
$\text{NSF}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ( <b>3</b> )	-71.6	1480	diese Arbeit
$\text{NSF}_2-\text{OC}_6\text{H}_5$	-75.0	1480	6)
$\text{NSF}_2-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ ( <b>4</b> )	-79.0	1475	3,6)
$\text{NSF}_2-\text{NC}_5\text{H}_{10}$	a)	1475	6)
$\text{NSF}_2-\text{N}=\text{SF}_2$ ( <b>5</b> )	-101.5 (-25°)	1470	4)

a) Nicht bekannt.

Die in Tab. 1 zu beobachtende Signalverschiebung von  $\delta^{19}\text{F}$  ausgehend von  $\text{NSF}_3$  zum  $\text{NSF}_2-\text{N}=\text{SF}_2$  nach niederen Feldstärken kann unter dem Aspekt abnehmender Polarität der S-F-Bindung wie folgt verstanden werden: Durch die elektronenziehende Wirkung der drei Fluoratome im  $\text{NSF}_3$  erhält der Schwefel eine hohe positive Partialladung und somit die S-F-Bindung hohe ionische Anteile. Durch eine Verminderung der Elektronenakzeptorwirkung der Liganden in den substituierten Verbindungen erniedrigt sich die positive Ladungsdichte am Schwefel, und der kovalente Anteil der S-F-Bindung steigt.

Beim  $\text{NSF}_2-\text{NSF}_2$  ist aufgrund des beobachteten  $\delta^{19}\text{F}$ -Wertes bei sehr niedrigem Feld möglicherweise noch die Grenzstruktur **f** zu berücksichtigen, wodurch der Schwefel noch an Positivierung verliert und der ionische Anteil der S-F-Bindung weiter geschwächt wird.



4) O. Glemser und R. Höfer, *Angew. Chem.* **83**, 890 (1971); *Angew. Chem. internat. Edit.* **10**, 815 (1971).

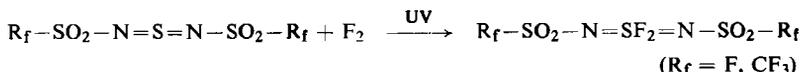
5) H. Richert und O. Glemser, *Z. anorg. allg. Chem.* **307**, 328 (1961).

6) O. Glemser und W. Koch, *Z. Naturforsch.* **23b**, 745 (1968).

**1** gehört zur Gruppe der Schwefeldifluoridäimide. Vertreter dieser Verbindungs-klasse wurden erstmals 1965 von *Lustig* und *Ruff* durch die unkatalysierte Reaktion von Schwefeldifluoridimiden mit Fluor dargestellt <sup>7, 7a)</sup>:



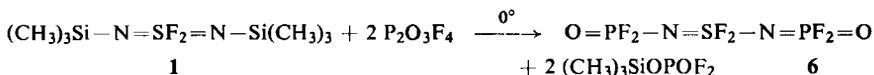
Nach Arbeiten von *Roesky* und Mitarbb. lassen sich Vertreter dieser Verbindungs-klasse, entsprechend der Umsetzung von SO<sub>2</sub> mit Halogenen zu SO<sub>2</sub>X<sub>2</sub>, aus den ent-sprechenden Schwefel(IV)-diimiden mit Fluor darstellen<sup>8,9)</sup>:



Versucht man an **1** Si-N-Spaltungsreaktionen mit Halogeniden durchzuführen, so erhält man nichtsublimierbare Festkörper, die in organischen Lösungsmitteln unlöslich sind. Unter Umständen liegen ionische oder hochpolymere Substanzen vor<sup>10)</sup>.

#### 4. O=PF<sub>2</sub>-N=SF<sub>2</sub>=N-PF<sub>2</sub>=O (**6**)

Mit Pyrophosphoryltetrafluorid reagiert **1** bei 0° unter Abspaltung von Trimethylsi-lyldifluorophosphat zu *N,N'*-Bis(difluorophosphoryl)-schwefeldifluoridäimid (**6**):



**6** ist eine wasserklare, hydrolyse-empfindliche Flüssigkeit, die an der Luft stark raucht. Das Massen- und IR-Spektrum (Versuchsteil) stützen die Struktur.

Das <sup>19</sup>F-NMR-Spektrum zeigt die für <sup>4</sup>J<sub>PP</sub> = 0 Hz zu erwartende Multipllett-Struktur I. Ordnung: Triplets von Quintetts im Verhältnis 1 : 4 : 6 : 4 : 1 für den SF<sub>2</sub>-Teil und Triplets vom Dublett für die POF<sub>2</sub>-Gruppierung:

δ<sup>19</sup>F(SF<sub>2</sub>) -60.4 ppm (ext. CFCl<sub>3</sub>), δ<sup>19</sup>F(POF<sub>2</sub>) -70.9 (ext. CFCl<sub>3</sub>), δ<sup>31</sup>P(POF<sub>2</sub>) +32.6 (ext. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>); <sup>1</sup>J<sub>FP</sub> = 1010 Hz, <sup>3</sup>J<sub>FP</sub> = 2.2, <sup>4</sup>J<sub>FF</sub> = 5.4.

#### 5. (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si-N=SF<sub>2</sub>=N-PF<sub>2</sub>=O (**7**)

Die Reaktion von **1** mit P<sub>2</sub>O<sub>3</sub>F<sub>4</sub> liefert auch beim Molverhältnis 1 : 1 das disub-stituierte Produkt **6**. **7** konnte nur in einer Vorfraktion als „Verunreinigung“ neben (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiOPOF<sub>2</sub> NMR-spektroskopisch nachgewiesen werden.

Die Kopplungskonstanten <sup>4</sup>J<sub>FF</sub> stimmen gut überein mit den bei anderen Schwefel-difluoridimiden gemessenen Werten, während <sup>3</sup>J<sub>FP</sub> nur eine mit O=SF<sub>2</sub>=N-POF<sub>2</sub> vergleichbare Größe hat (Tab. 2).

<sup>7)</sup> M. *Lustig* und J. K. *Ruff*, Inorg. Chem. **4**, 1444 (1965).

<sup>7a)</sup> A. F. *Clifford* und G. R. *Zeilenga*, Inorg. Chem. **8**, 1789 (1969).

<sup>8)</sup> H. W. *Roesky* und D. *Babb*, Angew. Chem. **81**, 494 (1969); Angew. Chem. internat. Edit. **8**, 510 (1969).

<sup>9)</sup> H. W. *Roesky* und G. *Holtschneider*, Z. anorg. allg. Chem. **378**, 168 (1970).

<sup>10)</sup> Vgl. auch: R. *Appel* und E. *Lassmann*, Chem. Ber. **103**, 2548 (1970).

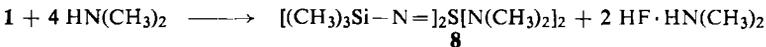
Tab. 2. Kopplungskonstanten einiger Schwefeldifluoridimide

	$^4J_{FF}$	$^3J_{FP}$	Literatur
$O=PF_2-N=SF_2=N-PF_2=O$ (6)	5.4 Hz	2.2 Hz	diese Arbeit
$(CH_3)_3Si-N=SF_2=N-PF_2=O$ (7)	5.5 Hz	6 Hz	diese Arbeit
$O=SF_2=N-PF_2=O$	5.9 Hz	4.6 Hz	11)
$F_2S=N-PF_2=O$	4.5 Hz	28 Hz	12)
$F_2S=N-P_3N_3F_5$	5 Hz	26 Hz	13)

Substituiert man die beiden Fluor-Atome in Schwefeldifluoridimiden durch sekundäre Amine, so erhält man kovalente Schwefel-Stickstoff-Verbindungen, bei denen ein Schwefel-Atom von vier Stickstoff-Atomen umgeben ist. Als erste Verbindung dieser Art wurde von *Roesky* und *Babb*<sup>14)</sup> Bis(dimethylamido)-bis(floursulfonylimido)-schwefel,  $(FSO_2N=)_2S-[N(CH_3)_2]_2$ , dargestellt. Ionische Verbindungen mit einem  $SN_4$ -Gerüst sind auch von *Appel* und *Ross*<sup>15,16)</sup> erhalten worden.

### 6. $[(CH_3)_3Si-N=]_2S[N(CH_3)_2]_2$ (8)

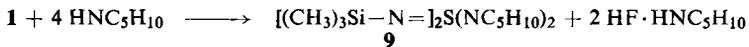
Leitet man bei  $-74^\circ$  Dimethylamin in eine ätherische Lösung von **1**, so bildet sich beim Auftauen **8**:



**8** ist eine farblose Flüssigkeit, die gegen Hydrolyse relativ beständig ist. Die Spektren sind mit der Struktur in Einklang.

### 7. $[(CH_3)_3Si-N=]_2S(NC_5H_{10})_2$ (9)

**9** ist eine schwach gelb gefärbte Flüssigkeit, die bei Raumtemperatur teilweise fest wird. Man erhält **9** bei der Reaktion von **1** mit Piperidin.



Dem Herrn Bundesminister für wissenschaftliche Forschung, der Stiftung Volkswagenwerk und der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für apparative und finanzielle Hilfe. Herrn Dr. E. Niecke danken wir für die Messung der NMR-Spektren, Herrn Dr. D. Böhler für die Aufnahme der Massenspektren.

<sup>11)</sup> O. Glemser, H. Saran und R. Mews, Chem. Ber. **104**, 696 (1971).

<sup>12)</sup> O. Glemser, H. W. Roesky und P. Heinze, Angew. Chem. **79**, 723 (1967); Angew. Chem. internat. Edit. **6**, 710 (1967).

<sup>13)</sup> E. Niecke, O. Glemser und H. Thamm, Chem. Ber. **103**, 2864 (1970).

<sup>14)</sup> H. W. Roesky und D. Babb, Angew. Chem. **81**, 705 (1969); Angew. Chem. internat. Edit. **8**, 674 (1969).

<sup>15)</sup> R. Appel und B. Ross, Chem. Ber. **102**, 1020 (1969).

<sup>16)</sup> R. Appel und B. Ross, Angew. Chem. **80**, 561 (1968); Angew. Chem. internat. Edit. **7**, 546 (1968).

## Beschreibung der Versuche

1. *Schwefeldifluoridnitrid-dimethylamid (Thiazylidifluorid-dimethylamid) (3)*: 10.3 g (0.1 Mol)  $NSF_3$  werden mit 11.7 g (0.1 Mol)  $(CH_3)_3SiN(CH_3)_2$  in einer Glasbombe bei Raumtemp. zur Reaktion gebracht. Nach 3 Tagen wird aufgearbeitet. *Trimethylfluorsilan* siedet als erste Fraktion ab. 3 destilliert bei 73° i. Wasserstrahlvak., Ausb. 2.00 g (20%).

$C_2H_6F_2N_2S$  (128.1) Ber. C 18.79 H 4.68 F 29.61 N 21.88 S 25.01  
Gef. C 18.9 H 4.7 F 29.4 N 21.9 S 24.9

2. *Schwefeldifluoridnitrid-diäthylamid (Thiazylidifluorid-diäthylamid) (4)*: Analog 3, Ausb. 5.00 g (32%). Die Substanz stimmt in allen Eigenschaften mit der früher<sup>3)</sup> beschriebenen überein. Sdp.<sub>0,01</sub> 33°.

3. *N-(Difluorthiazyl)-schwefeldifluoridimid (5)*: 16.1 g (0.066 Mol) *N,N'*-Bis(trimethylsilyl)-schwefeldifluoridimid (1) werden im Autoklaven vorgelegt und 18.0 g (0.167 Mol)  $SF_4$  vorsichtig zukondensiert. Nach Auftauen wird 24 Stdn. bei Raumtemp. gerührt und anschließend i. Hochvak. abgezogen. Ausb. 6.0 g (56%), Schmp. -25°.

$F_4N_2S_2$  (168.1) Ber. F 45.40 N 16.68 S 38.09 Gef. F 45.6 N 16.6 S 37.9

4. *N,N'*-Bis(difluorophosphoryl)-schwefeldifluoridimid (6): In einem 100-ccm-Einhalskolben mit Magnetrührer befinden sich 9.5 g (0.039 Mol)  $[(CH_3)_3SiN=]_2SF_2$  (1). Unter  $N_2$ -Atmosphäre werden 19.5 g (0.103 Mol)  $P_2O_3F_4$  bei 0° zugetropft. Anschließend wird noch 2 Stdn. gerührt und dann i. Wasserstrahlvak. fraktioniert destilliert.  $(CH_3)_3SiOPOF_2$  destilliert bei 23° und wird anhand der IR- und NMR-Spektren<sup>17)</sup> identifiziert. In dieser Fraktion ist *N-Difluorophosphoryl-N'-trimethylsilyl-schwefeldifluoridimid (7)* als „Verunreinigung“ enthalten (NMR-Spektrum).

NMR von 7 (int.  $(CH_3)_3SiOPOF_2$ ):  $\delta^{19}F(SF_2)$  -67.2 ppm,  $\delta^{19}F(POF_2)$  -73,  $\delta^1H(SiR_3)$  -0.41;  $^1J_{FP} = 995$  Hz,  $^3J_{FP} = 6$ ,  $^4J_{FF} = 5.5$ .

$(OPF_2N=)_2SF_2$  (6), eine wasserklare, hydrolyse-empfindliche, an der Luft stark rauchende Flüssigkeit, destilliert bei 48°, Ausb. 6.2 g (60%, bez. auf eingesetztes 1).

$F_6N_2O_2P_2S$  (268.0) Ber. F 42.60 N 10.43 P 23.08 S 12.00  
Gef. F 42.9 N 10.5 P 23.0 S 12.1

MS:  $m/e$  268  $M^+$  (0%), 184  $(M - NSF_2)^+$  (38%), 169  $OPF_2NSF_2^+$  (0.5%), 164  $OPF_2NSFN^+$  (4%), 150  $OPF_2NSF^+$  (11%), 134  $PF_2NSF^+$  (4%), 104  $OPF_3^+$  (100%), 85  $OPF_2^+$  (100%), 70  $SF_2^+$  (4%), 69  $PF_2^+$  (30%), 66  $OPF^+$  (7%), 51  $SF^+$  (7%), 50  $PF^+$  (7%), 47  $OP^+$  (6%), 46  $NS^+$  (15%).

IR (kapillar zwischen KBr-Platten): 3100 m, 1390 sst, 1270 sch, 945 sst, 915 sst, 863 sst, 817 st, 775 sch, 732 s, 670 m, 555 m, 510 sch, 492 sst, 460 sch, 429 m, 417/cm sch.

5. *Bis(dimethylamido)-bis(trimethylsilylimido)-schwefel (8)*: 8.6 g (0.0355 Mol) 1 werden in 350 ccm absol. Äther gelöst. 7.4 g (0.164 Mol) *Diäthylamin* werden in 1 Stde. unter Stickstoffatmosphäre bei -74° langsam eingeleitet. Beim Erwärmen auf Raumtemp. fällt das Hydrofluorid als weißer Niederschlag aus und wird abfiltriert. Der Äther wird i. Wasserstrahlvak. abgezogen und die verbleibende Flüssigkeit i. Ölpumpenvak. fraktioniert destilliert. Die Dampfdruckkurve gehorcht der Gleichung  $\lg p = -2640/T + 5.638$ . Die Verdampfungswärme beträgt  $H = 12075$  cal/Mol, die Troutonsche Konstante  $S = 25.79$  cal/Mol·Grad.

<sup>17)</sup> H. W. Roesky, Chem. Ber. 100, 2147 (1967).

Aus der Dampfdruckkurve ergibt sich der Siedepunkt zu 192.0°, während experimentell 195.0°/742 Torr gefunden wurden. Ausb. 5.8 g (55%, bez. auf eingesetztes **1**).

$C_{10}H_{30}N_4SSi_2$  (294.2) Ber. C 40.86 H 10.21 N 19.00 S 10.90  
 Gef. C 40.8 H 10.2 N 18.8 S 10.0  
 Mol.-Gew. 293.0 (kryoskop. in Benzol)

MS: *m/e* 294 M<sup>+</sup> (3%), 279 [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN]<sub>2</sub>SN<sub>2</sub>CH<sub>3</sub><sup>+</sup> (0.5%), 250 [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN]<sub>2</sub>SN(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> (100%), 207 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNS[N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>2</sub><sup>+</sup> (1%), 191 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN<sub>3</sub>SN(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> (15%), 177 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN<sub>2</sub>SN(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> (0.5%), 119 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNS<sup>+</sup> (0.5%), 73 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si<sup>+</sup> (40%), 44 N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> (20%).

IR (kapillar zwischen KBr-Platten): 3000 sch, 2950 st, 2880 st, 2810 sch, 2790 sch, 1475 m, 1435 m, 1425 m, 1400 m, 1328 st, 1265 st, 1248 sst, 1150 sch, 1042 s, 952 m, 930 st, 863 sst, 835 sst, 752 m, 705 s, 683 s, 625 m, 613 s, 512/cm s.

Raman: 3000 dp, 2895 p, 2815 p, 1475 dp, 1433 dp, 1428 dp, 1398 dp, 1248 dp, 1233 dp, 1032 p, 999 p, 827 dp, 752 dp, 709 p, 682 dp, 625 p, 512 p, 350 p, 244 dp, 199 dp, 179/cm dp.

<sup>1</sup>H-NMR: Zwei Singulettis im Flächenverhältnis 2 : 3 (ext. TMS): δ (SiR<sub>3</sub>) -0.26 ppm, δ (NR<sub>2</sub>) -2.76.

6. *Bis(piperidino)-bis(trimethylsilylimido)-schwefel* (**9**): 6.6 g (0.0269 Mol) **1** und 9.6 g (0.113 Mol) *Piperidin* werden analog der vorigen Reaktion umgesetzt. Die schwach gelbe Flüssigkeit wird bei 10<sup>-2</sup> Torr fraktioniert destilliert. Ausb. 1.4 g (15%, bez. auf eingesetztes **1**). Der experimentell ermittelte Sdp.<sub>754</sub> beträgt 221.0°.

$C_{16}H_{38}N_4SSi_2$  (374.2) Ber. C 51.21 H 10.18 N 14.95 S 8.54  
 Gef. C 51.0 H 10.1 N 14.9 S 8.7  
 Mol.-Gew. 372.0 (kyroskop. in Benzol)

MS: Neben den Abbauprodukten des Piperidins treten folgende Bruchstücke auf: *m/e* 374 M<sup>+</sup> (3.5%), 290 [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN]<sub>2</sub>SNC<sub>5</sub>H<sub>10</sub><sup>+</sup> (90%), 200 S(NC<sub>5</sub>H<sub>10</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> (3%), 191 [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiN]<sub>2</sub>S<sup>+</sup> (10%), 147 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNSNCH<sub>2</sub><sup>+</sup> (15%), 119 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiNS<sup>+</sup> (3%), 116 SNC<sub>5</sub>H<sub>10</sub><sup>+</sup> (20%), 84 NC<sub>5</sub>H<sub>10</sub><sup>+</sup> (100%), 73 (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Si<sup>+</sup> (100%), 43 SiCH<sub>3</sub><sup>+</sup> (10%).

IR (kapillar zwischen KBr-Platten): 3000 sst, 2900 st, 2790 sch, 1683 s, 1660 m, 1360 m, 1340 m, 1300 m, 1260 sch, 1245 sst, 1210 sch, 1155 m, 1040 st, 970 sch, 920 st, 860 st, 840 sst, 760 st, 690 s, 640 s, 620 s, 460/cm s.

<sup>1</sup>H-NMR (ext. TMS): Si(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> δ -0.20 ppm, CH<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> -1.60, N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> -3.30.

[394/71]