

Reaktionen des 3,3-Dichlor-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)-in-S,S'-bis(oxidfluorids), eines cyclischen Phosphornitrilsulfanurhalogenids

Walter Heider, Uwe Klingebiel, Teh-Pei Lin und Oskar Glemser*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen,
D-3400 Göttingen, Hospitalstraße 8–9

Eingegangen am 24. Oktober 1973

(NSOF)₂NPCl₂¹⁾ reagiert mit Ammoniak im Molverhältnis 1:2 zu **1**, mit Silylaminen (CH₃)₃SiNHR (R = CH₃, C₂H₅) im Molverhältnis 1:1 zu **2** und **3**, mit (CH₃)₃SiNR₂ (R = CH₃, C₂H₅) zu **4** und **5**. Schließlich konnten aus (NSOF)₂NPCl₂ und Disilylaminen [(CH₃)₃Si]₂NR (R = H, CH₃, C₂H₅) die Verbindungen **6**, **7** und **8** isoliert werden. Die IR-, Massen- und ¹H-, ¹⁹F- und ³¹P-NMR-Spektren dieser Verbindungen werden mitgeteilt.

Reactions of 3,3-Dichloro-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxide fluoride), of a Cyclic Phosphornitrilsulfanur Halogenide

(NSOF)₂NPCl₂ reacts with ammonia in a molar ratio of 1:2 to give **1**, with silylamines (CH₃)₃SiNHR (R = CH₃, C₂H₅) in a molar ratio 1:1 to yield **2** and **3**, and with (CH₃)₃SiNR₂ (R = CH₃, C₂H₅) to form **4** and **5**. The reaction of (NSOF)₂NPCl₂ with disilylamines [(CH₃)₃Si]₂NR (R = H, CH₃, C₂H₅) yields the compounds **6**, **7**, and **8**. The i.r., mass, ¹H, ¹⁹F, and ³¹P n.m.r. spectra of the above mentioned compounds are reported.

Im Rahmen unserer Untersuchungen der Schwefel-, Stickstoff- und Phosphor-Verbindungen^{1–4)} beschäftigen wir uns mit den ersten monosubstituierten Aminderivaten des sechsgliedrigen Ringes (NSOF)₂NPCl₂. Wie wir kürzlich¹⁾ zeigten, sind Substitutionsreaktionen mit Aminen an dem vollchlorierten Ring (NSOCl)₂NPCl₂^{5–8)}, der aus den beiden *Kirsanow*-Produkten ClSO₂NPCl₃ und SO₂(NPCl₃)₂⁹⁾ dargestellt wird, durchführbar. In Fortsetzung unserer Arbeit gelang der sukzessive Ersatz der am Phosphor gebundenen Chloratome der teilfluorierten Verbindung (NSOF)₂NPCl₂ bereits unter Einwirkung von Silylaminen, was hier auf Grund des stärkeren Elektronenzuges der vorhandenen Fluoratome erklärt werden kann. Ein Angriff der Silylamine am Schwefel¹⁾ konnte selbst bei höheren Temperaturen nicht beobachtet werden.

Die Reaktion zwischen (NSOF)₂NPCl₂ und Ammoniak im Molverhältnis 1:2 führt unter Entstehung des entsprechenden Hydrochlorids zu der Verbindung **1**. Umsetzun-

¹⁾ U. Klingebiel, T. P. Lin, B. Buss und O. Glemser, Chem. Ber. **106**, 2969 (1973).

²⁾ U. Klingebiel und O. Glemser, Chem. Ber. **104**, 3804 (1971).

³⁾ U. Klingebiel und O. Glemser, Chem. Ber. **105**, 1510 (1972).

⁴⁾ U. Klingebiel und O. Glemser, Z. Naturforsch. **27B**, 467 (1972).

⁵⁾ J. C. van de Grampel und A. Vos, Rec. Trav. Chim. Pays-Bas **82**, 246 (1963).

⁶⁾ R. Clipsham, R. M. Hari und M. A. Whitehead, Inorg. Chem. **8**, 2431 (1969).

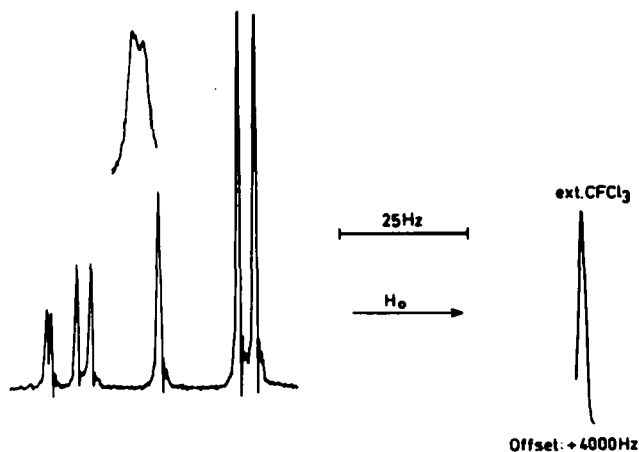
⁷⁾ H. H. Baalman, H. P. Velvis und J. C. van de Grampel, Rec. Trav. Chim. Pays-Bas **91**, 935 (1972).

⁸⁾ H. H. Baalman und J. C. van de Grampel, Rec. Trav. Chim. Pays-Bas **92**, 716 (1973).

⁹⁾ A. V. Kirsanov, J. allg. Chem. **22**, 1346 (1952) [C. A. **47**, 5836 a (1953)].

gen mit Mono- und Disilylaminen verlaufen im Molverhältnis 1:1 zu 2–8. Beim Einsatz des *cis*-Isomeren von $(\text{NSOF})_2\text{NPCl}_2$ ¹⁾ bilden sich *cis/trans*-Substitutionsprodukte. Vergleichbar sind die hier erhaltenen Ergebnisse mit dem von Keat und Shaw¹⁰⁾ untersuchten *cis*-Effekt bei Phosphor-Stickstoff-Verbindungen. Wird ein *cis/trans*-Isomerengemisch zur Reaktion gebracht, zeigen die ¹H- sowie ¹⁹F-NMR-Spektren ebenfalls zwei isomere Aminderivate, die anhand der Monoalkylverbindungen auch in den Protonenspektren gut unterscheidbar sind. Da eine destillative Trennung der Isomeren nicht durchführbar ist, konnten die Produkte 1–8 bisher nur im *cis/trans*-Gemisch erhalten werden.

Sitzen am sechsgliedrigen Ring größere Substituenten, wie z. B. $-\text{NRSi}(\text{CH}_3)_3$ ($\text{R} = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5$) (7, 8), so erscheinen in den ¹⁹F-NMR-Spektren zwei weitere Dubletts. Vorbehaltlich einer eingehenden Prüfung halten wir auf Grund der Kopplungskonstanten das Auftreten von Konformeren für sehr wahrscheinlich (Abb.).



¹⁹F-NMR-Spektrum von $(\text{NSOF})_2\text{NPCl}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ (8) (ohne Lösungsmittel)

Versuche zur Darstellung eines NHC_6H_5 -substituierten Produktes aus $(\text{NSOF})_2\text{NPCl}_2$ und $\text{R}_3\text{SiNHC}_6\text{H}_5$ unter Trimethylchlorosilan-Abspaltung in verschiedenen Lösungsmitteln und bei variierten Badtemperaturen, wie z. B. auch im Eis/Kochsalzbad, führten jeweils zu einer heftigen Reaktion, die ein nicht isolierbares Produkt entstehen ließ.

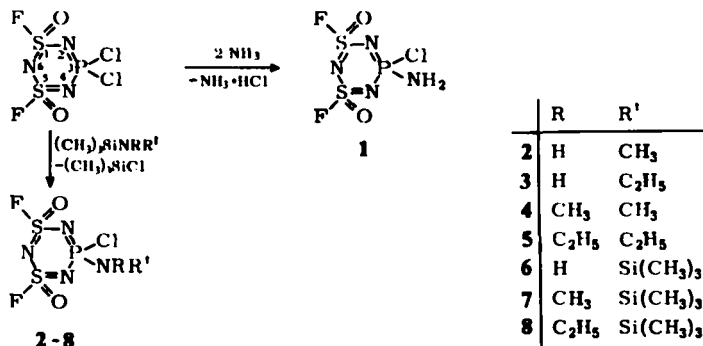
Die Phosphornitrilsulfanurhalogenid-Derivate sind bis auf die NH_2 - und $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ -substituierten Verbindungen 1 und 4, die farblose Festkörper sind, bei Raumtemperatur farblose bis schwach gelbliche Flüssigkeiten, die im Vakuum unzersetzt destillierbar sind. In Gegenwart von Luftfeuchtigkeit tritt langsam Hydrolyse ein. Die Mischbarkeit der Substitutionsprodukte in polaren wie unpolaren Lösungsmitteln ist unbegrenzt. Die Löslichkeit der NH_2 - und $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ -Verbindung nimmt von unpolaren zu polaren Lösungsmitteln hin zu, wobei in CH_3CN schon nach Tagen eine Salzbildung von 1 feststellbar ist.

¹⁰⁾ R. Keat und R. A. Shaw, J. Chem. Soc. A 1966, 908.

Chemische Verschiebungen $\delta^1\text{H}$, $\delta^{19}\text{F}$, $\delta^{31}\text{P}$ und Kopplungskonstanten^{a)} J_{PF} sowie $^3J_{\text{HP}}$ der dargestellten Verbindungen^{b)}

Verbindung	$\delta^{31}\text{P}$ (ppm) ^{c)}	$\delta^{19}\text{F}$ (ppm) ^{d)}	$\delta^1\text{H}$ (ppm) ^{e)}	J_{PF} (Hz)	$^3J_{\text{HP}}$ (Hz)
1 (NSOF) ₂ NPCINH ₂	-18.6	cis: -71.5 trans: -71.7	-5.55 cis	cis: 3.0 trans: 0.9	f)
2 (NSOF) ₂ NPCINHCH ₃	-21.9	cis: -73.0 trans: -73.1	cis: -3.15 (NCH ₃), -4.80 (NH) trans: -3.06 (NCH ₃), -4.47 (NH)	cis: 3.2 trans: 0.7	19.5 (PNH) 18.5 (PCH ₃)
3 (NSOF) ₂ NPCINHC ₂ H ₅	-18.6	cis: -72.7 trans: -72.8	cis: -1.53 (CCH ₃), -3.51 (NCH ₂) trans: -1.50 (CCH ₃), -3.48 (NCH ₂) cis: -4.70 (NH) trans: -4.58 (NH)	cis: 2.85 trans: 0.7	19.5 (PNH) 15.5 (PCH ₂)
4 (NSOF) ₂ NPCIN(CH ₃) ₂	-24.2	cis: -73.1 trans: -73.2	-3.25	cis: 2.0 trans: 0.3	16.1
5 (NSOF) ₂ NPCIN(C ₂ H ₅) ₂	-20.6	cis: -72.3 trans: -72.7	-1.44 (CCH ₃) -3.63 (NCH ₂)	cis: 2.4 trans: 0.55	17.5
6 (NSOF) ₂ NPCINHSi(CH ₃) ₃	trans: -21.8 cis: -18.8	cis: -72.0 trans: -72.6	-0.57 (Si(CH ₃) ₃) -4.57 (NH)	cis: 3.0 trans: 1.0	f)
7 (NSOF) ₂ NPCIN(CH ₃)Si(CH ₃) ₃	cis: -22.5 trans: -24.6	Konformere: cis: -72.3, -72.8 trans: -72.4, -72.9	-0.58 (Si(CH ₃) ₃) -3.02 (NCH ₃)	Konformere: cis: 3.1, 2.5 trans: 0.3, 0.8	19.4
8 (NSOF) ₂ NPCIN(C ₂ H ₅)Si(CH ₃) ₃	cis: -21.9 trans: -24.4	Konformere: cis: -72.1, -72.6 trans: -72.4, -72.8	-0.63 (Si(CH ₃) ₃) -1.53 (CCH ₃) -3.70 (NCH ₂)	Konformere: cis: 3.3, 2.5 trans: 0.4, 0.8	25.2

a) $^3J_{\text{HH}} \approx 7$ Hz.b) 1 wurde als gesättigte Lösung in CH₃CN gemessen; 2-8: ^1H - und ^{19}F -Spektren wurden als reine Verbindung, ^{31}P -Spektren als 20-proz. Lösung in CH₂Cl₂ gemessen (bezogen auf 85-proz. Phosphorsäure e), CFCl₃ d), TMS e).c) $^3J_{\text{PNH}}$ auf Grund starker Linienverbreiterung nicht bestimmbar.



In den IR-Spektren beobachtet man im Bereich $1380\text{--}1070\text{ cm}^{-1}$ die intensivsten Absorptionen, die den Valenzschwingungen $\nu_{\text{as}}, \nu_{\text{s}}(\text{S}=\text{O})$, $\nu_{\text{as}}, \nu_{\text{s}}(\text{P}=\text{N})$ und $\nu_{\text{as}}(\text{S}=\text{N})$ zuzuordnen sind. Auf Grund ihrer Kontur sollten die Banden um 1370 cm^{-1} $\nu_{\text{as}}(\text{S}=\text{O})$, die um 1210 cm^{-1} den beiden $\text{P}=\text{N}$ -Valenzschwingungen sowie die um 1170 cm^{-1} $\nu_{\text{as}}(\text{S}=\text{N})$ und $\nu_{\text{s}}(\text{S}=\text{O})$ angehören.

Die den NMR-Spektren zu entnehmenden Parameter $\delta^1\text{H}$, $\delta^{19}\text{F}$, $\delta^{31}\text{P}$ sowie J_{PF} und $^3J_{\text{HP}}$ sind in der Tabelle aufgeführt.

Entsprechend einer Wechselwirkung erster Ordnung zeigt das ^1H -NMR-Spektrum die Signale der Methylprotonen in **3**, **5** und **8** als Triplett, in **2**, **4** und **7** als Dublett. Die Methylenprotonen in **3**, **5** und **8** zeigen dementsprechend Dubletts von Quartetts. Eine Kopplung der NH-Protonen mit dem Ringphosphor in **1** und **6** konnte auf Grund von Linienverbreiterung nicht beobachtet werden, während die NH-Protonen der Monoalkylverbindung **2** ein Dublett von Quartetts und die von **3** ein Dublett von Triplets aufweisen.

In den ^{19}F -NMR-Spektren der Verbindungen **1**–**8** treten Kopplungen des ^{19}F - mit dem ^{31}P -Kern auf (Tab.), wobei in **7** und **8** noch zwei konformere Formen nachgewiesen werden konnten.

Erwartungsgemäß sind in den ^{31}P -NMR-Spektren die entsprechenden Multipletts zu beobachten.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemie danken wir für apparative und finanzielle Unterstützung.

Experimenteller Teil

Die Versuche wurden unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit in einer N_2 -Atmosphäre ausgeführt. Die IR-Spektren wurden mit einem Perkin-Elmer-Gitterspektrometer, Modell 125, aufgenommen. Für die Massenspektren stand ein Atlas CH-4 Gerät, für die ^{19}F -NMR-Messungen ein Varian A 65-60 Spektrometer zur Verfügung (als externer Standard diene CFCl_3). Die ^1H - und ^{31}P -NMR-Spektren wurden an einem hochauflösenden Bruker 60 E Kernresonanzgerät in CW-Betrieb (externer Standard TMS und 85proz. Phosphorsäure) vorgenommen.

3-Amino-3-chlor-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (**1**): In 0.02 mol $(\text{NSOF})_2\text{NPCI}_2$ in 500 ml Diäthyläther werden bei -70°C unter Rühren 0.04 mol NH_3 einkondensiert. Anschließend wird die Lösung langsam auf Raumtemp. gebracht und 24 h

bei dieser Temp. gehalten. Das entstandene Hydrochlorid wird mittels einer N_2 -Filtrationsapparatur abgetrennt und das Lösungsmittel i. Vak. abgezogen. Das monosubstituierte Aminderivat wird mittels einer Molekulardestille i. Vak. gereinigt. Man erhält farblose Kristalle, deren Schmp. auf Grund des Vorliegens eines *cis/trans*-Isomerengemisches nicht exakt bestimmbar ist. Versuche zur Trennung der Isomeren durch Flüssigkeitschromatographie werden vorgenommen. Ausb. 3.6 g (72%).

MS: m/e 258 = M^+ , 239 = (NSOF)NSONPCl₂, 223 = (NSOF)₂NPCl, sowie weitere Bruchstücke. — IR (KBr): 3420 s, 3320 s, 3150 s, 1910 m, 1840 m, 1530 s, 1390 sw, 1350 s, 1320 s, 1215 sb, 1190 m, 1165 sw, 1140 m, 1120 sw, 1085 sw, 1070 sw, 1050 m, 1025 m, 960 s, 843 s, 825 s, 785 s, 740 m, 710 m, 700 m, 658 m, 633 s, 540 sb, 510 m, 455 m, 405 cm^{-1} m.

$H_2ClF_2N_4PS_2$ (258.6) Ber. H 0.77 Cl 13.72 F 14.70 N 21.64 P 11.99 S 24.77
Gef. H 0.84 Cl 14.11 F 14.31 N 21.52 P 11.94 S 24.63

Bis(oxidfluoride) 2–5: Zu 0.01 mol (NSOF)₂NPCl₂ werden unter Rühren und Eisbadkühlung langsam 0.011 mol (CH₃)₃SiRR' getropft. Das Gemisch wird langsam auf 80°C Ölbadtemp. gebracht und weitere 2 h gerührt. Anschließend wird das gebildete Trimethylchlorosilan i. Ölpumpenvak. entfernt. Der Rückstand besteht aus einer gelb-braunen Flüssigkeit, aus dem das Produkt durch zweifache Destillation bei 0.02 Torr und 70–90°C Ölbadtemp. als farblose bis schwach gelbliche Flüssigkeit analysenrein erhältlich ist. 4 kristallisiert nach längerem Aufbewahren bei 20°C aus.

3-Chlor-3-methylamino-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (2): Sdp. 90°C/0.05 Torr, Ausb. 2.2 g (81%). — MS: m/e 272 = M^+ , 253 = (NSOF)NSONPCINHCH₃, 242 = (NSOF)₂NPCl, 237 = (NSOF)₂NPNHCH₃, 208 = (NSOF)₂NPH sowie weitere Bruchstücke. — IR: 3360 s, 2950 m, 2020 sw, 1920 m, 1865 sw, 1610 sw, 1370 sb, 1215 sb, 1165 s, 1095 s, 1070 m, 945 sw, 910 sw, 855 m, 815 s, 743 s, 705 m, 638 s, 580 m, 550 s, 520 m, 445 cm^{-1} m.

$CH_4ClF_2N_4O_2PS_2$ (272.6) Ber. C 4.41 H 1.45 Cl 13.02 F 13.95 N 20.55 P 11.38 S 23.48
Gef. C 4.35 H 1.59 Cl 13.32 F 13.76 N 20.49 P 11.12 S 23.37

3-Äthylamino-3-chlor-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (3): Sdp. 120°C/0.01 Torr, Ausb. 2.3 g (78%). — MS: m/e 286 = M^+ , 271 = (NSOF)₂NPCINHCH₂, 251 = (NSOF)(NSO)NPCINCH₂, 242 = (NSOF)₂NPCl sowie weitere Bruchstücke. — IR: 3360 s, 2980 m, 2900 sw, 2020 sw, 1935 m, 1865 sw, 1450 sw, 1370 sb, 1275 sw, 1215 sb, 1165 s, 1108 s, 1070 m, 960 m, 885 m, 850 sw, 820 s, 780 m, 745 s, 705 m, 670 sw, 640 s, 580 m, 555 m, 540 m, 520 s, 455 cm^{-1} m.

$C_2H_6ClF_2N_4O_2PS_2$ (286.6) Ber. C 8.38 H 2.09 Cl 12.39 F 13.27 N 19.54 P 10.82 S 22.35
Gef. C 8.58 H 2.05 Cl 12.54 F 13.35 N 19.31 P 10.68 S 21.89

3-Chlor-3-dimethylamino-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (4): Sdp. 95°C/0.05 Torr, Ausb. 2.4 g (85%). — MS: m/e 286 = M^+ , 267 = (NSOF)(NSO)NPCIN(CH₃)₂, 251 = (NSOF)₂NPN(CH₃)₂, 242 = (NSOF)₂NPCl sowie weitere Bruchstücke. — IR: 2980 m, 2940 s, 2830 sw, 2040 m, 1955 m, 1915 sw, 1860 sw, 1480 sw, 1455 m, 1370 sb, 1315 m, 1210 sb, 1155 s, 1070 s, 1010 s, 883 s, 830 s, 740 s, 705 m, 620 s, 575 sw, 545 s, 535 s, 520 s, 470 m, 430 cm^{-1} s.

$C_2H_6ClF_2N_4O_2PS_2$ (286.6) Ber. C 8.38 H 2.09 Cl 12.39 F 13.27 N 19.53 P 10.82 S 22.35
Gef. C 8.57 H 2.16 Cl 12.30 F 13.53 N 19.35 P 10.57 S 22.13

3-Chlor-3-diäthylamino-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (5): Sdp. 113°C/0.01 Torr, Ausb. 2.5 g (80%). — MS: m/e 315 = M^+ , 299 = (NSOF)₂NPCIN(CH₂)₂CH₃, 271 = (NSOF)₂NPCINCH₃, 242 = (NSOF)₂NPCl sowie weitere Bruchstücke. — IR:

2980 s, 2940 m, 2900 m, 2030 m, 1940 s, 1855 m, 1465 m, 1448 m, 1360 sb, 1290 m, 1210 sb, 1150 s, 1095 m, 1070 s, 1035 s, 970 m, 925 m, 880 s, 820 sb, 790 s, 740 s, 710 s, 630 m, 623 s, 550 s, 530 s, 520 s, 490 sw, 465 m, 435 cm⁻¹ sw.

C₄H₁₀ClF₂N₄O₂PS₂ (314.7) Ber. C 15.26 H 3.18 Cl 11.29 F 12.09 N 17.80 P 9.85 S 20.36
Gef. C 15.57 H 3.22 Cl 11.48 F 12.58 N 17.55 P 9.49 S 20.37

Bis(oxidfluoride) 6–8: Zu 0.01 mol (NSOF)₂NPCl₂ werden unter Rühren langsam 0.012 mol [(CH₃)₃Si]₂NR getropft. Zwischen 80 und 100°C Ölbadtemp. tritt nach ca. 2 h Trimethylchlorsilan-Abspaltung ein. Bei dieser Temp. wird die Reaktion weitere 24 h gehalten. Anschließend wird das (CH₃)₃SiCl i. Ölpumpenvak. abgezogen. Der Rückstand besteht aus einer zähflüssigen, gelben Substanz, aus dem das Produkt durch zweifache Destillation bei 0.01 Torr und 120–130°C Ölbadtemp. als schwach gelbliche Flüssigkeit analysenrein erhältlich ist. Wird 6 im Ölbad über 120°C erhitzt, tritt spontane Polymerisation ein.

3-Chlor-3-trimethylsilylamino-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (6): Sdp. 100°C/0.01 Torr, Ausb. 3.1 g (90%). — MS: *m/e* 330 = M⁺, 315 = (NSOF)₂NPCINHSi(CH₃)₂, 258 = (NSOF)₂NPCINH₂¹¹⁾, 223 = (NSOF)₂NPNH₂ sowie weitere Bruchstücke. Die Bildung von NH- sowie NH₂-Bruchstücken im Massenspektrometer ist mit einer Mc Lafferty-Umlagerung zu erklären. — IR: 3300 s, 2960 m, 2900 sw, 2500 sw, 2020 m, 1875 s, 1835 m, 1540 m, 1380 sb, 1260 m, 1220 s, 1165 s, 1073 s, 1048 s, 870 sw, 850 s, 820 s, 770 sw, 745 s, 708 m, 635 s, 605 m, 570 s, 520 m, 460 sw, 435 m, 410 cm⁻¹ sw.

C₃H₁₀ClF₂N₄O₂PS₂Si (330.8)

Ber. C 10.89 H 3.03 Cl 10.74 F 11.49 N 16.95 P 9.38 S 19.36
Gef. C 10.78 H 3.01 Cl 10.92 F 11.33 N 17.06 P 9.27 S 19.63

3-Chlor-3-[N-(trimethylsilyl)methylamino]-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (7): Sdp. 105°C/0.01 Torr, Ausb. 2.6 g (80%). — MS: *m/e* 344 = M⁺, 329 = (NSOF)₂NPCINSi(CH₃)₃, 272 = (NSOF)₂NPCINHCH₃¹¹⁾ sowie weitere Bruchstücke. — IR: 2960 m, 2900 sw, 2020 sw, 1930 sw, 1870 sw, 1460 sw, 1435 sw, 1365 sb, 1260 sw, 1215 s, 1165 m, 1080 s, 1050 m, 950 m, 883 sw, 850 m, 820 s, 765 sw, 742 s, 705 m, 637 s, 580 s, 540 sw, 520 m, 468 sw, 450 cm⁻¹ m.

C₄H₁₂ClF₂N₄O₂PS₂Si (344.8)

Ber. C 13.93 H 3.48 Cl 10.30 F 11.33 N 16.25 P 9.00 S 18.59
Gef. C 13.69 H 3.35 Cl 10.65 F 11.50 N 16.05 P 9.04 S 18.68

3-Chlor-3-[N-(trimethylsilyl)äthylamino]-1,5,2,4,6,3-dithiatriazaphosphor(V)in-S,S'-bis(oxidfluorid) (8): Sdp. 100°C, Ausb. 2.7 g (76%). — MS: *m/e* 358 = M⁺, 343 = (NSOF)₂NPCl-NCH₂Si(CH₃)₃, 327 = (NSOF)₂NPCINCHSi(CH₃)₂, 314 = (NSOF)₂NPCINSi(CH₃)₂, 286 = (NSOF)₂NPCINHC₂H₅¹¹⁾, 271 = (NSOF)₂NPCINHCH₂, 251 = (NSOF)₂NSONPCl-NCH₂, 242 = (NSOF)₂NPCl, 147 = PNC₂H₅Si(CH₃)₃ sowie weitere Bruchstücke. — IR: 2980 s, 2900 sw, 2010 sw, 1930 m, 1860 sw, 1475 m, 1455 sw, 1370 sb, 1310 sw, 1258 m, 1213 s, 1162 s, 1080 s, 1055 m, 990 s, 910 m, 880 sw, 850 m, 820 s, 781 m, 765 sw, 740 m, 705 m, 635 s, 580 s, 542 sw, 510 m, 480 sw, 460 cm⁻¹ m.

C₅H₁₄ClF₂N₄O₂PS₂Si (358.8)

Ber. C 16.73 H 3.90 Cl 9.90 F 10.60 N 15.63 P 8.65 S 17.86
Gef. C 16.62 H 3.81 Cl 9.99 F 10.32 N 15.63 P 8.72 S 18.06

¹¹⁾ F. W. Mc Lafferty, Mass Spectrometry of Organic Ions, Academic Press, New York 1963.