

Über Reaktionen von *N*-Halogen-Stickstoff-Schwefel-Fluor-Verbindungen mit Hexafluorpropen und Bis(trifluormethyl)-diazomethan

Jürgen Varwig, Rüdiger Mews und Oskar Glemser*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen,
D-3400 Göttingen, Hospitalstr. 8/9

Eingegangen am 1. März 1974

Die radikalische Addition von CINSOF₂ an Hexafluorpropen führt zu F₃C–CFCl–CF₂NSOF₂ (**1a**) und F₃C–CF(NSOF₂)–CF₂Cl (**1b**); ClN(SO₂F)₂ ergibt nach einem vermutlich polaren Mechanismus ausschließlich F₃C–CFCl–CF₂N(SO₂F)₂ (**2**). Mit (CF₃)₂CN₂ gelingt der Einschub von (CF₃)₂C in die N–Halogen-Bindungen von CINSF₂, BrNSF₂, CINSOF₂ und ClN(SO₂F)₂ unter Bildung von (CF₃)₂CCINSF₂ (**3**), (CF₃)₂CBrNSF₂ (**4**), (CF₃)₂CCINSOF₂ (**5**) und (CF₃)₂CCIN(SO₂F)₂ (**6**).

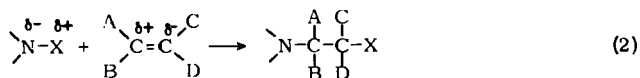
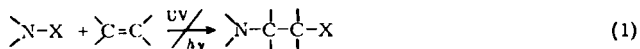
Reactions of *N*-Halogeno-Nitrogen-Sulphur-Fluorine Compounds with Hexafluoropropene and Bis(trifluoromethyl)diazomethane

The radical addition of CINSOF₂ to hexafluoropropene yields F₃C–CFCl–CF₂NSOF₂ (**1a**) and F₃C–CF(NSOF₂)–CF₂Cl (**1b**); ClN(SO₂F)₂ reacts by a presumably polar mechanism to give exclusively F₃C–CFCl–CF₂N(SO₂F)₂ (**2**). With (CF₃)₂CN₂ insertion of (CF₃)₂C into the N–halogen bond of CINSF₂, BrNSF₂, CINSOF₂, and ClN(SO₂F)₂ is possible with formation of (CF₃)₂CCINSF₂ (**3**), (CF₃)₂CBrNSF₂ (**4**), (CF₃)₂CCINSOF₂ (**5**), and (CF₃)₂CCIN(SO₂F)₂ (**6**), respectively.

Die Chemie der *N*-Halogen-Stickstoff-Schwefel-Fluorverbindungen X–NRR' (Halogen = Chlor, Brom) ist gekennzeichnet durch die relativ schwache, z. T. auch stark polare N–X-Bindung^{1–3)}. Präparativ lassen sich diese Eigenschaften allgemein für zwei verschiedene Reaktionstypen ausnutzen⁴⁾:

a) Zur homolytischen Spaltung der N–X-Bindung und Addition der entstehenden Radikale an ungesättigte Systeme gemäß (1).

b) Zur polaren Addition gemäß (2).



1) J. K. Ruff, Inorg. Chem. **5**, 732 (1966).

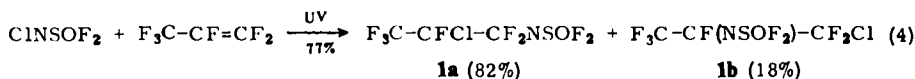
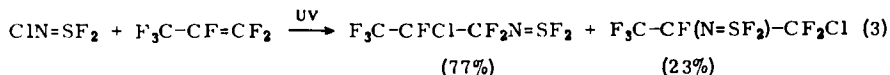
2) R. Mews und O. Glemser, Chem. Ber. **102**, 4188 (1969).

3) R. Mews und O. Glemser, Inorg. Nucl. Chem. Lett. **5**, 321 (1969).

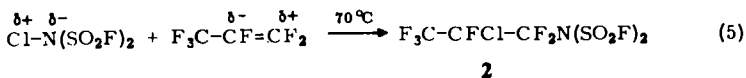
4) R. Mews und O. Glemser, Chem. Ber. **104**, 645 (1971).

$\text{ClN}(\text{SO}_2\text{F})_2$, in dem eine besonders stark polare $\overset{\delta^-}{\text{N}}-\overset{\delta^+}{\text{Cl}}$ -Bindung vorliegt, kann auch Reaktionen in der Art eingehen, wie sie für Hypochlorite bekannt sind¹⁾.

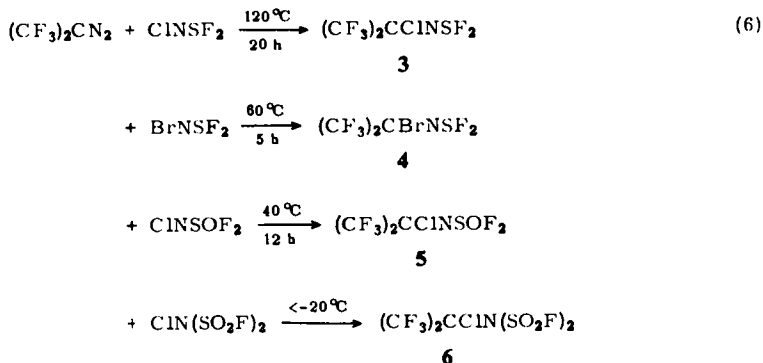
$\text{ClN}=\text{SF}_2$ reagiert mit Hexafluorpropen bei Bestrahlung nach (1)²⁾, s. Gleichung (3). Ebenfalls radikalisch wird ClNSOF_2 addiert, Gleichung (4).



Für radikalische Additionen an das $\text{F}_3\text{C}-\overset{2}{\text{C}}=\overset{1}{\text{CF}}=\text{CF}_2$ ist bekannt⁵⁾, daß der primäre Angriff auf C-1 oder -2 nicht nur von der Stabilität des intermediär gebildeten Radikals $\text{F}_3\text{C}-\overset{\cdot}{\text{C}}\text{F}-\text{CF}_2-\text{N}$ bzw. $\text{CF}_3-\text{CF}(\text{N})\overset{\cdot}{\text{C}}\text{F}_2$ abhängt, sondern auch in starkem Maße von dem Charakter des angreifenden Radikals. Entsprechend der Polarität im $\text{F}_3\text{C}-\overset{\delta^-}{\text{C}}=\overset{\delta^+}{\text{CF}}=\text{CF}_2$ sollten Nucleophile bevorzugt die CF_2 -Gruppe angreifen. Den obigen Ergebnissen nach ist das $\cdot\text{NSOF}_2$ -Radikal etwas nucleophiler als $\cdot\text{NSF}_2$ -Radikal. $\text{ClN}(\text{SO}_2\text{F})_2$ wird an Hexafluorpropen bereits bei 70°C addiert, man beobachtet nur das nach einem polaren Mechanismus [Gl. (2)] erwartete Produkt:



Mit Hilfe des Bis(trifluormethyl)diazomethans, $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$, lassen sich durch Einschub von $(\text{CF}_3)_2\text{C}$ in die $\text{N}-\text{X}$ -Bindung weitere Isomere der vorher erwähnten Verbindungen darstellen, die über Alkene nicht zugänglich sind:

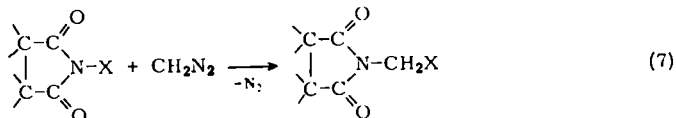


Der Einschub erfolgt unter Bedingungen, bei denen weder der Zerfall der Diazoverbindung in das Carben⁶⁾ noch die Spaltung der $\text{N}-\text{X}$ -Verbindungen in Radikale beobachtet wird. Es ist also anzunehmen, daß die Reaktion nicht über diese Zwischenprodukte verläuft.

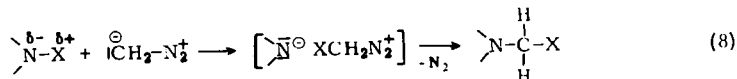
⁵⁾ J. F. Harris jr. und F. W. Stacey, J. Amer. Chem. Soc. **83**, 840 (1961).

⁶⁾ D. M. Gale, W. J. Middleton und C. G. Krepsan, J. Amer. Chem. Soc. **88**, 3617 (1966).

Über Reaktionen von Diazoverbindungen mit *N*-Halogenamiden oder -imiden liegen nur wenig Untersuchungen vor. *N*-Halogensuccinimide reagieren mit CH_2N_2 unter Bildung der entsprechenden *N*-Halogenmethylenderivate⁷⁾.



Als primärer Schritt wird ein elektrophiler Angriff des positivierten Halogens an das Kohlenstoffatom des $\overline{\text{C}}\text{H}_2\text{N}_2$ vorgeschlagen:



Da die Reaktivität der hier verwendeten *N*-Halogenderivate gegenüber $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ etwa parallel zur Polarität der $\text{N}-\text{X}$ -Bindung verläuft, ist ein polarer Mechanismus, ähnlich Gl. (8), wahrscheinlich.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für Unterstützung.

Experimenteller Teil

NMR-Spektren: Varian A 56/60-Spektrometer (CFCl_3 ext. Stand.); Massenspektren: CH 4 bzw. in Verbindung mit einem Gaschromatographen mit einem CH 5-Gerät der Atlaswerke; IR-Spektren: Perkin-Elmer-Spektrophotometer 325 (12-cm-Gasküvette, AgCl -Fenster).

Die Elementaranalysen (s. Tabelle) führte das Mikroanalytische Labor Beller (Göttingen) durch.

Die Ausgangsverbindungen CINSF_2 ^{8,9)}, CINSOF_2 ^{8,10,11)}, $\text{CIN}(\text{SO}_2\text{F})_2$ ¹⁾, BrNSF_2 ⁹⁾ und $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ ⁶⁾ wurden nach der Literatur dargestellt, $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CF}_2$ von der Fa. Peninsular Chem. Research, Gainesville, Florida, bezogen.

N-(2-Chlor-1,1,2,3,3,3-hexafluorpropyl)schwefeloxiddifluorimid (**1a**) und *N*-(1-Chlordifluormethyl)-1,2,2,2-tetrafluoräthylschwefeloxiddifluorimid (**1b**): 6,8 g (0,05 mol) CINSOF_2 und 9 g (0,06 mol) $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CF}_2$ werden 17 h unter Kühlung mit Leitungswasser mit einer Hg-Hochdrucklampe in einer Glasbombe bestrahlt. Man erhält eine wasserklare Flüssigkeit, Sdp. 44–45°C/200 Torr, Ausb. 11 g (77%, bezogen auf CINSOF_2). Im analytischen Gaschromatographen wurde ein Isomerenverhältnis **1a**:**1b** wie 82:18 ermittelt. Die Trennung größerer Mengen gelang nicht. Das IR-Spektrum des Gemisches **1a**/**1b** zeigt die erwarteten starken Banden im Bereich der $\text{N}=\text{S}-\text{O}$ -, CF - und SF -Valenzschwingungen. Die Massenspektren der beiden Isomeren konnten getrennt aufgenommen werden (Kopplung Gaschromatograph/Massenspektrometer).

MS von **1a**, $\text{CF}_3\text{CFCICF}_2\text{NS}(\text{O})\text{F}_2$: 268/266 ($\text{M}-\text{F}$)⁺, 250 $\text{CF}_3\text{CFCF}_2\text{NS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 218/216 $\text{CFCICF}_2\text{NS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 200 $\text{CF}_3\text{CFNS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 185 $\text{CF}_3\text{CFCICF}_2^+$, 168/166 $\text{CFCICFNS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 150 $\text{CF}_2\text{NSOF}_2^+$, 87/85 CF_2Cl^+ , 86 SOF_2^+ , 70 SF_2^+ , 69 CF_3^+ , 67 SOF^+ , 51 SF^+ , 50 CF_2^+ , 48 SO^+ , 46 NS^+ , 32 S^+ , 31 CF^+ .

⁷⁾ R. A. Corral und O. O. Orazi, Tetrahedron Lett. **1964**, 1693.

⁸⁾ J. K. Ruff, Inorg. Chem. **5**, 1787 (1966).

⁹⁾ O. Glemser, R. Mews und H. W. Roesky, Chem. Ber. **102**, 1523 (1969).

¹⁰⁾ O. Glemser, R. Mews und S. P. v. Halasz, Inorg. Nucl. Chem. Lett. **7**, 821 (1971).

¹¹⁾ K. Seppelt und W. Sundermeyer, Z. Naturforsch. **26B**, 65 (1971).

MS von **1b**, $\text{CF}_3\text{CF}[\text{NS}(\text{O})\text{F}_2]\text{CF}_2\text{Cl}$: 268/266 ($\text{M} - \text{F}$)⁺, 250 $\text{CF}_3\text{CF}[\text{NS}(\text{O})\text{F}_2]\text{CF}_2^+$, 218/216 $\text{CF}_2\text{ClCFNS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 200 $\text{CF}_3\text{CFNS}(\text{O})\text{F}_2^+$, 185 $\text{CF}_3\text{CFCF}_2\text{Cl}$, 168/166 $\text{CFNS}(\text{O})\text{F}_2\text{-CFCl}^+$, 150 $\text{CF}_3\text{CFCF}_2^+$, 87/85 CF_2Cl^+ , 86 SOF_2^+ , 70 SF^+ , 69 CF_3^+ , 67 SOF^+ , 51 SF^+ , 50 CF_2^+ , 48 SO^+ , 46 NS^+ , 32 S^+ , 31 CF^+ .

Die in den beiden Spektren auftretenden Massenzahlen sind gleich, ein Unterschied ergibt sich aus dem Vergleich einzelner Intensitäten.

Bruchstücke	268/266	250	218/216	200	150	87/85
rel. Intensität (%) 1a	0.6/1.9	0.2	0.2/0.5	1.4	100	2.2/6.5
rel. Intensität (%) 1b	0.6/1.8	42	8/25	100	90	13.0/37.5

¹⁹F-NMR: **1a**: CF_3/CF_2 $\delta = +79.6 \pm 0.9$ ppm, $\text{CF} + 140.2$, $\text{SF} - 48.4$ wie 5:1:1. — **1b**: CF_3 $\delta = +80.8$ ppm, $\text{CF}_2 + 69.3$, $\text{CF} + 139.6$, $\text{SF} - 50.3$ wie 3:2:1:1.

N-(2-Chlor-1,1,2,3,3,3-hexafluorpropyl)imidodisulfurylfluorid (**2**): 16 g (0.074 mol) $\text{ClN}(\text{SO}_2\text{F})_2$ und 14 g (0.093 mol) $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CF}_2$ werden in einer abgeschmolzenen Glasbombe 26 h bei 70°C gerührt. Das Reaktionsgemisch wird fraktioniert i. Hochvak. kondensiert, anschließend unter Stickstoff destilliert. **2** ist eine wasserklare Flüssigkeit, Sdp. 47°C/10 Torr, Ausb. 26.5 g (95%, bezogen auf $\text{ClN}(\text{SO}_2\text{F})_2$).

Massenspektrum (*m/e*, Bruchstück, rel. Intensität): 367/365 M^+ (0.04/0.1), 348/346 ($\text{M} - \text{F}$)⁺ (0.2/0.8), 330 ($\text{M} - \text{Cl}$)⁺ (0.4), 244 $\text{CF}_3\text{CFCNSO}_2\text{F}^+$ (1), 230 $\text{CF}_2\text{N}(\text{SO}_2\text{F})_2^+$ (49.8), 187/185 $\text{CF}_3\text{CFCICF}_2^+$ (31.1/100), 164 $\text{N}(\text{SOF})\text{SO}_2\text{F}^+$ (43.2), 150 $\text{CF}_3\text{CF}_3\text{C}^+$ (2.5), 137/135 CF_3CFCl^+ (5.1/15.5), 131 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}^+$ (3.5), 128 CFNSO_2F^+ (31), 118/116 CF_2CFCl^+ (2.6/8), 100 CF_3CF^+ (9.1), 87/85 CF_2Cl^+ (18/54), 83 SO_2F^+ (4.5), 81 NSOF^+ (2), 69 CF_3^+ (84.9), 67 SOF^+ (34.1), 68/66 CFCl^+ (1.3/4.1), 64 SO_2^+ (2.5), 51 SF^+ (1), 50 CF_2^+ (2.5), 48 SO^+ (7.6), 49/47 CCl^+ (1/3.1), 46 NS^+ (6), 37/35 Cl^+ (0.1/0.4), 32 S^+ (0.4), 31 CF^+ (5.6). — IR: 1503 (st), 1482 (m), 1458 (st), 1423 (st), 1249 (sst), 1230 (sst), 1135 (st), 1090 (st), 965 (sst), 876 (m), 835 (st), 811 (m), 768 (schw), 728 (m), 625 (schw), 570 (st), 460 cm^{-1} (schw). — ¹⁹F-NMR: CF_3/CF_2 $\delta = +79.3$ ppm, $\text{SF}_A - 59.7$, $\text{SF}_B - 57.6$, $\text{CF} + 141$ wie 5:0.9:0.9:1.

N-[1-Chlor-2,2,2-trifluor-1-(trifluormethyl)äthyl]schwefeldifluorimid (**3**): Darstellung und Aufarbeitung wie bei 2. 7.2 g (0.06 mol) ClNSF_2 und 11.1 g (0.062 mol) $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ ergeben nach 20 h bei 120°C 5 g **3** (32%, bezogen auf ClNSF_2), farblose Flüssigkeit, Sdp. 71°C.

Massenspektrum (*m/e*, Bruchstück, rel. Intensität): 252/250 ($\text{M} - \text{F}$)⁺ (1.0/3.2), 234 ($\text{M} - \text{Cl}$)⁺ (16.4), 215 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CNSF}_2^+$ (0.5), 202/200 $\text{CF}_3\text{CCNSF}_2^+$ (15/52.2), 196 $\text{CF}_3\text{CF-CNSF}_2^+$ (2.1), 187/185 $(\text{CF}_3)_2\text{CCl}^+$ (0.7/2.1), 184 $\text{CF}_3\text{CFNSF}_2^+$ (9), 150 $(\text{CF}_3)_2\text{C}^+$ (5.3), 146 CF_3CNSF^+ (7.5), 137/135 CF_3CFCl^+ (0.8/2.6), 134 $\text{CF}_2\text{NSF}_2^+$ (8), 87/85 CF_2Cl^+ (2.3/7), 76 CF_2CN^+ (5), 70 SF_2^+ (43.6), 69 CF_3^+ (100), 51 SF^+ (13.2), 50 CF_2^+ (4.2), 46 NS^+ (13.9), 37/35 Cl^+ (0.15/0.5), 32 S^+ (3.7), 31 CF^+ (4.2). — IR: 1435 (m), 1410 (sst) $\nu_{\text{S}=\text{N}}$, 1284 (sst), 1243 (sst), 1185 (m), 1113 (schw), 1002 (m), 989 (m), 960 (st), 942 (st), 748 (sst) $\nu_{\text{S}-\text{F}}$, 930 (st), 720 (st), 696 (sst) $\nu_{\text{asS}-\text{F}}$, 598 (schw), 558 (schw), 538 (schw), 417 cm^{-1} (m). — ¹⁹F-NMR: CF_3 $\delta = +78.9$ ppm, $\text{SF}_2 - 56.6$ wie 3:1.

N-[1-Brom-2,2,2-trifluor-1-(trifluormethyl)äthyl]schwefeldifluorimid (**4**)

a) *Thermische Reaktion*: Darstellung und Aufarbeitung wie bei 2. 9.8 g (0.06 mol) BrNSF_2 und 11.1 g (0.062 mol) $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ ergeben nach 5 h bei 60°C 4.0 g **4** (22%, bezogen auf BrNSF_2), Sdp. 50–52°C/140 Torr.

b) *Bestrahlung*: Die Bestrahlung von 4.8 g (0.03 mol) BrNSF_2 und 5.6 g (0.032 mol) $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ in einer abgeschmolzenen Quarzbombe mit einer Hg-Hochdrucklampe unter Kühlung mit Leitungswasser ergibt nach 6 h 2.5 g **4** (28%, bezogen auf BrNSF_2).

Massenspektrum (*m/e*, Bruchstück, rel. Intensität): 296/294 ($\text{M} - \text{F}$)⁺ (3.6), 246/244 ($\text{M} - \text{CF}_3$)⁺ (2.7), 234 $(\text{CF}_3)_2\text{CNSF}_2^+$ (100), 231/229 $(\text{CF}_3)_2\text{CBr}^+$ (3.1), 215 $(\text{CF}_3)_2\text{CNSF}^+$

(6.3), 196 $\text{CF}_3\text{CFCNSF}_2^+$ (3.4), 184 $\text{CF}_3\text{CFNSF}_2^+$ (19.3), 146 CF_3CNSF^+ (11.6), 134 $\text{CF}_2\text{NSF}_2^+$ (8), 131/129 CF_2Br^+ (3.1), 81/79 Br^+ (2.2), 76 CF_2CN^+ (4.9), 70 SF_2^+ (86), 69 CF_3^+ (91), 51 SF^+ (18.1), 50 CF_2^+ (5.1), 46 NS^+ (21.2), 32 S^+ (4.5), 31 CF^+ (5.1). — IR: 1425 (sst), 1410 (sst) $\nu\text{S}=\text{N}$, 1274 (sst), 1233 (sst), 1164 (schw), 998 (schw), 942 (st), 898 (st), 838 (schw), 742 (sst) $\nu\text{S}-\text{F}$, 717 (st), 692 (sst) $\nu_{\text{as}}\text{S}-\text{F}$, 568 (schw), 542 (schw), 418 cm^{-1} (m). — ^{19}F -NMR: $\text{CF}_3\ \delta = \pm 76.5\text{ ppm}$, $\text{SF}_2\ - -55.9$ wie 3:1.

N-[1-Chlor-2,2,2-trifluor-1-(trifluormethyl)äthyl]schwefeloxiddifluorimid (**5**): Darstellung und Aufarbeitung wie bei **2**. 5.15 g (0.038 mol) CINSOF_2 und 7.5 g (0.042 mol) $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ ergeben nach 12 h bei 40°C 2.0 g **5** (19%, bezogen auf CINSOF_2), Sdp. $44-46^\circ\text{C}/200\text{ Torr}$. Die Reinigung erfolgt zusätzlich durch Gaschromatographie.

Massenspektrum (*m/e*, Bruchstück, rel. Intensität): 268/266 ($\text{M}-\text{F}$) $^+$ (8/25), 250 ($\text{M}-\text{Cl}$) $^+$ (84), 218/216 $\text{CF}_3\text{CCINSOF}_2^+$ (35/100), 150 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}^+$ (10), 87/85 CF_2Cl^+ (20/60), 86 SOF_2^+ (33), 76 CF_2CN^+ (41), 70 SF_2^+ (23), 69 CF_3^+ (97), 67 SOF^+ (65), 51 SF^+ (17), 50 CF_2^+ (44), 48 SO^+ (36), 46 NS^+ (11), 37/35 Cl (4/12), 32 S^+ (10), 31 CF^+ (20). — IR: 1480 (sst) $\nu_{\text{as}}\text{N}=\text{S}=\text{O}$, 1450 (st), 1348 (m) $\nu\text{S}=\text{S}=\text{O}$, 1325 (m), 1278 (st), 1242 (st), 1180 (m), 1029 (st), 955 (st), 927 (st), 875 (m), 848 (st) $\nu\text{S}-\text{F}$, 818 (st) $\nu_{\text{as}}\text{S}-\text{F}$, 750 (m), 718 (st), 625 (schw), 612 (schw), 572 (schw), 555 (schw), 531 (m), 500 cm^{-1} (schw). — ^{19}F -NMR: $\text{CF}_3\ \delta = \pm 79.6\text{ ppm}$, $\text{S(O)F}_2\ - -49.6$ wie 3:1, $J(\text{CF}_3-\text{S(O)F}_2)$ 2.3 Hz.

N-[1-Chlor-2,2,2-trifluor-1-(trifluormethyl)äthyl]imidodisulfonylfluorid (**6**): Die Reaktion von 7.6 g (0.035 mol) $\text{CIN(SO}_2\text{F)}_2$ mit 7.1 g (0.04 mol) $(\text{CF}_3)_2\text{CN}_2$ erfolgt nach dem Einkondensieren in die Glasbombe bereits beim Auftauen sehr rasch und ergibt 12 g **6** (95%, bezogen auf $\text{CIN(SO}_2\text{F)}_2$) als wasserklare, hydrolyseunempfindliche Flüssigkeit, Sdp. $48^\circ\text{C}/10\text{ Torr}$.

Massenspektrum (*m/e*, Bruchstück, rel. Intensität): 367/365 M^+ (0.8/3.2), 348/346 ($\text{M}-\text{F}$) $^+$ (0.2/0.6), 330 ($\text{M}-\text{Cl}$) $^+$ (1.8), 298/296 ($\text{M}-\text{CF}_3$) $^+$ (1.8/5.5), 244 $\text{CF}_3\text{CFCNSO}_2\text{F}^+$ (0.6), 187/185 $(\text{CF}_3)_2\text{CCl}^+$ (100), 180 $\text{N(SO}_2\text{F)}_2^+$ (7), 166 $(\text{SO}_2\text{F)}_2^+$ (7), 164 $\text{NSOFSO}_2\text{F}^+$ (49), 147 FSO_2SO^+ (8.5), 137/135 CF_3CFCl^+ (2/6), 131 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}^+$ (3), 118/116 CF_3CCl^+ (1/3), 100 CF_3CF^+ (4.5), 97 NSO_2F^+ (18), 89/87 CF_2Cl^+ (22/65), 83 SO_2F^+ (20), 81 NSOF^+ (1), 76 CF_2CN^+ (10), 69 CF_3^+ (69), 67 SOF^+ (41), 64 SO_2^+ (18), 51 SF^+ (27), 50 CF_2^+ (7), 48 SO^+ (12), 46 NS^+ (7.5), 37/35 Cl^+ (0.3/1), 32 S^+ (10.5), 31 CF^+ (5), 30 NO^+ (6.8). — IR: 1458 (st), 1417 (st), 1285 (st), 1257 (sst), 1228 (st), 1020 (st), 980 (m), 960 (m), 882 (m), 855 (m), 812 (m), 718 (m), 632 (m), 590 (m), 562 (st), 540 (schw), 505 cm^{-1} (schw). — ^{19}F -NMR: $\text{CF}_3\ \delta = \pm 77.0 \pm 0.4\text{ ppm}$, $\text{SF}_\text{A} - 60$, $\text{SF}_\text{B} - 62.1$.

Analysen

	Summenformel (Mol.-Masse)	C	Cl(Br)	F	N	S	
1a/b	$\text{C}_3\text{ClF}_8\text{NSO}$ (285.5)	Ber.	12.59	12.42	53.24	4.97	11.23
		Gef.	12.6	12.5	52.8	4.9	11.2
2	$\text{C}_3\text{ClF}_8\text{NS}_2\text{O}_4$ (365.6)	Ber.	9.85	9.70	41.58	3.83	17.54
		Gef.	9.8	9.5	41.6	3.8	17.5
3	$\text{C}_3\text{ClF}_8\text{NS}$ (296.6)	Ber.	13.35	13.15	56.42	5.20	11.87
		Gef.	13.5	13.2	56.5	5.2	11.9
4	$\text{C}_3\text{BrF}_8\text{NS}$ (313.9)	Ber.	11.47	(25.45)	48.42		10.21
		Gef.	11.6	(25.0)	49.5		10.5
5	$\text{C}_3\text{ClF}_8\text{NSO}$ (285.5)	Ber.	12.59	12.42	53.24	4.97	11.23
		Gef.	12.6	12.4	53.0	5.0	11.0
6	$\text{C}_3\text{ClF}_8\text{NS}_2\text{O}_4$ (365.6)	Ber.	9.85	9.70	41.58	3.83	17.54
		Gef.	10.0	9.5	42.0	4.0	17.5