

Trimethylsiloxysulfonyl-pseudohalogenide und -chalkogenide

Wolfgang Buß, Hans-Joachim Krannich und Wolfgang Sundermeyer*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg,
D-6900 Heidelberg 1, Im Neuenheimer Feld 270

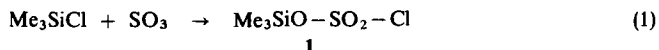
Eingegangen am 1. September 1975

Die Synthese einer Reihe von Trimethylsiloxysulfonyl-pseudohalogeniden, $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{X}$ ($\text{X} = -\text{NCO}, -\text{NCS}, -\text{NSOF}_2, -\text{NSO}$), und -pseudochalkogeniden, $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NSN}-\text{SiMe}_3$ bzw. $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NCN}-\text{SiMe}_3$, gelang auf verschiedenen Wegen. Die IR-, Massen- und Kernresonanzspektren werden angegeben.

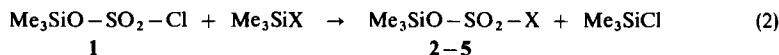
Trimethylsiloxysulfonyl Pseudohalides and Chalkogenides

The synthesis of a series of trimethylsiloxysulfonyl pseudohalides, $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{X}$ ($\text{X} = -\text{NCO}, -\text{NCS}, -\text{NSOF}_2, -\text{NSO}$), and pseudochalkogenides, $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NSN}-\text{SiMe}_3$ and $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NCN}-\text{SiMe}_3$, respectively, is possible by various methods. I. r., mass and n. m. r. spectra are reported.

Trimethylsiloxysulfonyl-chlorid (1) wurde von Schmidt und Schmidbauer¹⁾ bei der Umsetzung von Trimethylchlorsilan mit SO_3 (bzw. Chlorsulfonsäure) erhalten.



Obwohl auf diese Weise auch die Darstellung der homologen Pseudohalogenide $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NCO}$ ²⁾ und $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{N}_3$ ³⁾ gelang, fanden wir in Vorversuchen, daß die Einschlebungreaktion gemäß Gl. (1) an Silylpseudohalogeniden nur unbefriedigend und unter Bildung großer Mengen polymerer Substanzen verläuft. Erst die Substitution des Chloratoms in 1 gegen Pseudohalogengruppen mittels verschiedener Trimethylsilylpseudohalogenide – eine oft benutzte Synthesemethode^{4, 5)} – führte nun zu befriedigenden Ausbeuten der Trimethylsiloxysulfonyl-pseudohalogenide, die für uns interessante Zwischenprodukte darstellen⁶⁾.



	2	3	4	5
X	-NCO	-NCS	-NSOF ₂	-NSO

¹⁾ M. Schmidt und H. Schmidbauer, *Angew. Chem.* **70**, 657 (1958); *Chem. Ber.* **95**, 47 (1962).

²⁾ *Farbenfabriken Bayer AG* (Erf. G. Zumach, H. Holtschmidt, E. Kühle und J. Pedain), D.O.S. 1 670 989 (24. 2. 1968) [*C. A.* **72**, 111478t (1970)].

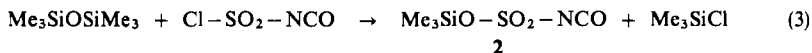
³⁾ H. R. Kricheldorf und E. Leppert, *Synthesis* **1975**, 49.

⁴⁾ O. J. Scherer, *Organomet. Chem. Rev. Sect. A* **3**, 281 (1968).

⁵⁾ z. B. W. Sundermeyer, *Chem. Ber.* **96**, 1293 (1963).

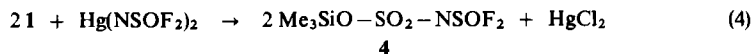
⁶⁾ Dissertation W. Buß, Univ. Heidelberg 1972.

Das auf diese Weise dargestellte **2**, eine wasserklare Flüssigkeit, wurde von uns näher charakterisiert. Eine weitere Synthesemethode für **2** fanden wir in der Umsetzung von Hexamethyldisiloxan mit Chlorsulfonyl-isocyanat [Gl. (3)].

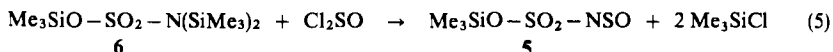


Auch das Trimethylsiloxysulfonyl-isothiocyanat (**3**), das wir gemäß Gl. (2) mit 85% Ausbeute erhielten, ist wie **2** eine klare, an der Luft stark rauchende äußerst hydrolyseempfindliche Flüssigkeit, die sich jedoch beim Stehenlassen rasch gelblich verfärbt.

N-(Trimethylsiloxysulfonyl)imidosulfuryldifluorid (**4**) konnte sowohl nach Gl. (2) aus *N*-(Trimethylsilyl)imidosulfuryldifluorid⁷⁾ mit 84% Ausbeute, als auch nach Gl. (4) über das Quecksilberpseudohalogenid Hg(NSOF₂)₂^{7,8)} als wasserklare, in dieser Reihe besonders thermostabile Verbindung dargestellt werden.



Als weitere pseudohalogenanaloge Substanz erhielten wir das *N*-(Trimethylsiloxysulfonyl)sulfinylimin (**5**) als farblose, sich jedoch rasch gelb verfärbende Flüssigkeit gemäß Gl. (2) aus *N*-(Trimethylsilyl)sulfinylimin⁹⁾ mit 51% und aus dem entsprechenden Quecksilbersalz Hg(NSO)₂¹⁰⁾ mit 71% Ausbeute analog Gl. (4). Schließlich konnten wir **5** mit ca. 60% Ausbeute nach Gl. (5) durch Reaktion von *N,N*-Bis(trimethylsilyl)-amidosulfonsäure-trimethylsilylester (**6**)¹¹⁻¹³⁾ mit Thionylchlorid darstellen^{6,14)}, welche Reaktion unabhängig von uns beschrieben wurde¹³⁾. Wir konnten bessere Ausbeuten nur dadurch erreichen, daß in genügend Lösungsmittel gearbeitet wurde. Andernfalls ist Bis(trimethylsilyl)sulfat (Me₃SiO)₂SO₂, das auch sonst stets in geringer Menge bei diesen Reaktionen entsteht, neben einem dunkelbraunen glasigen Polymeren das Hauptprodukt.



Obwohl verschiedene Aryl- und Alkylsulfonyl-cyanide, R-SO₂-CN, vor kurzem synthetisiert werden konnten¹⁵⁻¹⁸⁾, gelang es uns nicht, durch Reaktion von **1** mit Trimethylcyansilan das Trimethylsiloxysulfonyl-cyanid zu erhalten. Bis(trimethylsilyl)sulfat und schwarzbraune Polymere entstehen bei allen Versuchsvarianten. Auch die Umsetzung mit Quecksilber(II)-cyanid führte zu keinem Erfolg.

⁷⁾ K. Seppelt und W. Sundermeyer, *Angew. Chem.* **82**, 931 (1970); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **9**, 905 (1970).

⁸⁾ Ch. Jäckh, A. Roland und W. Sundermeyer, *Chem. Ber.* **108**, 2580 (1975).

⁹⁾ O. J. Scherer und P. Hornig, *Angew. Chem.* **78**, 776 (1966); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **5**, 729 (1966).

¹⁰⁾ W. Verbeek und W. Sundermeyer, *Angew. Chem.* **81**, 330 (1969); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **8**, 376 (1969).

¹¹⁾ M. Becke und G. Wunsch, *Liebigs Ann. Chem.* **618**, 43 (1958).

¹²⁾ W. Buß, H.-J. Krannich und W. Sundermeyer, *Z. Naturforsch., Teil B* **30**, 842 (1975).

¹³⁾ R. Appel und M. Montenarh, *Chem. Ber.* **108**, 2340 (1975).

¹⁴⁾ Diplomarbeit H.-J. Krannich, Univ. Heidelberg 1974.

¹⁵⁾ A. M. van Leusen und J. C. Jagt, *Q. Rep. Sulfur Chem.* **5**, 240 (1970).

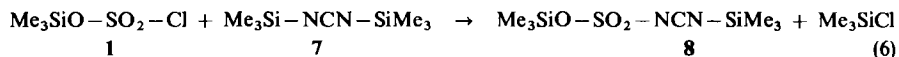
¹⁶⁾ A. M. van Leusen, A. J. Iedema und J. Strating, *Chem. Commun.* **1968**, 440.

¹⁷⁾ R. G. Pews und F. P. Corson, *Chem. Commun.* **1969**, 1187.

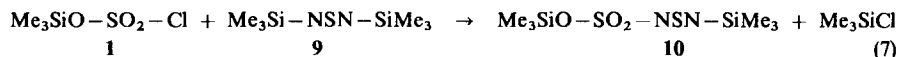
¹⁸⁾ J. M. Cox und R. Cosh, *Tetrahedron Lett.* **1969**, 3351.

Im Gegensatz zu dem kürzlich beschriebenen *N*-(Difluorsulfuranyliden)-*N',N'*-dimethylsulfamid, $\text{Me}_2\text{N}-\text{SO}_2-\text{NSF}_2$ ¹³⁾, zersetzt sich *N*-(Trimethylsiloxysulfonyl)imidoschwefligsäure-difluorid, $\text{Me}_3\text{SiO}-\text{SO}_2-\text{NSF}_2$, das wir durch Reaktion von **6** mit SF_4 bzw. **1** mit dem entsprechenden Quecksilbersalz, $\text{Hg}(\text{NSF}_2)_2$ ¹⁹⁾, darzustellen versuchten, durch intermolekulare Reaktion zu Trimethylfluorsilan, Bis(trimethylsilyl)sulfat und Polymeren.

Bekanntlich lassen sich Silylgruppen im Bis(trimethylsilyl)carbodiimid (**7**) mit Nichtmetallhalogeniden umsetzen, z. B. SiF_4 ²⁰⁾, SF_4 ²¹⁾ und OPF_3 ²²⁾. Unter halbseitiger Reaktion entsteht aus **1** und **7** Trimethylsiloxysulfonyl(trimethylsilyl)carbodiimid (**8**), das als farblose Flüssigkeit gewonnen wurde [Gl. (6)]. Bei Versuchen zur beidseitigen Substitution von **7** entstanden nur Bis(trimethylsilyl)sulfat und Polymere.



Die Abspaltung von Silylgruppen im Bis(trimethylsilyl)schwefeldiimid (**9**), über die wir bereits berichteten²³⁾, führt mit **1** zur ebenfalls einseitigen Substitution und der Bildung von Trimethylsiloxysulfonyl(trimethylsilyl)schwefeldiimid (**10**), einer viskosen, rotorangefarbenen Flüssigkeit mit 77% Ausbeute [Gl. (7)]. Weder die Reaktion von **9** mit einem Überschuß von **1** noch diejenige von **6** mit SF_4 ergab das erwartete, beiderseits substituierte Produkt, sondern Trimethylfluorsilan, Bis(trimethylsilyl)sulfat und Polymere.



Herrn Dr. R. Geist danken wir für die massenspektrometrischen Aufnahmen. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir ebenso für die gewährten Sachmittel wie der BASF Aktiengesellschaft und der Bayer AG für die überlassenen Chemikalien.

Experimenteller Teil

NMR-Spektren: C-60HL, Japan Electron Optics Laboratories Co. Ltd. – Massenspektren: CH 7 Varian MAT und GC-Kopplung. – IR-Spektren: Perkin-Elmer 457. – Elementaranalysen führte das Mikroanalytische Labor Beller (Göttingen) durch.

Trimethylsiloxysulfonyl-isocyanat (**2**)

a) Zu 23 g (0.2 mol) $(\text{CH}_3)_3\text{SiNCO}$ werden unter Rühren mit einem Magnetstab bei 25°C ohne Lösungsmittel 37 g (0.2 mol) **1** getropft. Danach wird auf ca. 60°C erhitzt. Nach Erkalten zieht man überschüssige Bestandteile ab und destilliert das zurückbleibende Öl i. Wasserstrahlvak. Ausb. 34.5 g (90%), Sdp. 73°C/12 Torr (Lit.²⁾ 76–77°C/16 Torr), Schmp. –13°C.

b) 33 g (0.2 mol) $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$ und 17.5 g (0.2 mol) ClSO_2NCO werden in Gegenwart einer katalytischen Menge AlCl_3 magnetisch gerührt. Nach 5 stdg. Sieden unter Rückfluß wird das Reaktionsprodukt aufgearbeitet. Ausb. 24 g (60%).

IR (Film, KBr-Platten): 2959 ν_{CH} , 2899 ν_{CH} , 2260 ν_{NCO} , 1375 ν_{SO} , 1260 δ_{CH_3} , 1192 ν_{SO} , 1060, 1038, 970 ν_{SiOS} , 847 ρ_{CH_3} , 761 ρ_{CH_3} , 732, 612, 552, 532, 521 cm^{-1} . – MS (70 eV):

¹⁹⁾ O. Glemser, R. Mews und H. W. Roesky, Chem. Ber. **102**, 1523 (1969).

²⁰⁾ J. J. Moscony und A. G. Macdiarmid, Chem. Commun. **1965**, 307.

²¹⁾ W. Sundermeyer, Angew. Chem. **79**, 98 (1967); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **6**, 90 (1967).

²²⁾ E. Nieke und J. Stenzel, Z. Naturforsch., Teil B **22**, 785 (1967).

²³⁾ W. Lidy, W. Sundermeyer und W. Verbeek, Z. Anorg. Allg. Chem. **406**, 228 (1974).

$m/e = 180$ (18.3%, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NCO}$); 153 (0.4, $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSO}_2$); 115 (0.3, $(\text{CH}_3)_3\text{SiNCO}$); 106 (0.3, SO_2NCO); 100 (100, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNCO}$); 86 (3, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCO}$); 80 (1.8, SO_3); 73 (8.3, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}$); 72 (7.8, $(\text{CH}_3)_2\text{SiN}$); 70 (8.9); 64 (2.5, SO_2); 59 (3.8, CH_3SiO); 48 (3, SO); 45 (8, SiOH); 44 (2.2, SiO); 43 (8.5, CH_3Si); 42 (3.1, NCO). Die Übergänge $m/e = 180 \rightarrow 100$ und $100 \rightarrow 72$ konnten durch das Auftreten von metastabilen Peaks bei $m/e = 55.5$ und 51.8 bewiesen werden. — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.26$ (s).

$\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_4\text{SSi}$ (195.3) Ber. C 24.60 H 4.64 N 7.17 S 16.42

Gef. C 24.60 H 4.62 N 7.04 S 16.41

Trimethylsiloxysulfonyl-isothiocyanat (3): 37.5 g (0.28 mol) frisch dest. $(\text{CH}_3)_3\text{SiNCS}$ werden in 150 g trockenem CCl_4 gelöst und bei Raumtemp. 47.5 g (0.25 mol) **1** zugetropft. Die Fraktionierung i. Ölpumpenvak. ergibt 45.5 g **3**. Ausb. 85%, Sdp. $46^\circ\text{C}/0.2$ Torr.

IR (Film, KBr-Platten): 2950 νCH , 2900 νCH , 2062, 1910 νNCS , 1375 νSO , 1255 δCH_3 , 1190 νSO , 970 νSiOS , 845 ρCH_3 , 761 ρCH_3 , 680, 652, 610, 600, 572, 413 cm^{-1} . — MS (70 eV): $m/e = 211$ (0.7%, M^+); 196 (9.6, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NCS}$); 153 (1.3, $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSO}_2$); 131 (2.6, $(\text{CH}_3)_3\text{SiNCS}$); 116 (100, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNCS}$); 102 (2.8, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCS}$); 88 (5.8, $(\text{CH}_3)_2\text{NCS}$); 86 (2.6, SiNCS); 80 (7, SO_3); 73 (21, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}$); 59 (4.9, CH_3SiO); 45 (6.1, SiOH); 43 (7.7, CH_3Si). Zerfallsreaktion: $m/e = 116 \rightarrow 88 + 28$, $m^* = 66.7$. — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.16$ (s).

$\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_3\text{S}_2\text{Si}$ (211.3) Ber. C 22.73 H 4.49 N 6.62 S 30.36

Gef. C 23.00 H 4.25 N 6.72 S 30.36

N-(Trimethylsiloxysulfonyl)imidosulfonyldifluorid (4): Zu 37 g (0.21 mol) $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSOF}_2$ in 150 g trockenem CCl_4 gibt man bei -20°C 40 g (0.21 mol) **1**, läßt auftauen und rührt noch ca. 1 h bei Raumtemp. Nach Einengen der Lösung werden mit einer Umkehrnutsche feste Bestandteile abfiltriert und der Rest destilliert. Ausb. 45 g (84%), Sdp. $64^\circ\text{C}/7$ Torr.

Darstellung nach Gl. (4): Zu 20 g (0.05 mol) $\text{Hg}(\text{NSOF}_2)_2$ in ca. 50 ml Methylenchlorid werden bei -20°C 18.8 g (0.1 mol) **1** langsam zugetropft. Nach dem Erwärmen wird das Quecksilberchlorid unter Feuchtigkeitsausschluß abfiltriert und das Lösungsmittel abdestilliert. Ausb. 18.5 g (73%).

IR (Film): 2969 νCH , 2910 νCH , 1485, 1425 δCH_3 , 1382 νSO , 1261 δCH_3 , 1238 νNS , 1198 νSO , 978 νSiOS , 855 ρCH_3 , 769 ρCH_3 , 705, 624, 560 cm^{-1} . — MS (70 eV): $m/e = 238$ (25, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NSOF}_2$); 158 (80, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNSOF}_2$); 147 (13.2, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$); 120 (4, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNSO}$); 101 (22, HNSOF_2); 81 (68, NSOF); 77 (100, $(\text{CH}_3)_2\text{SiF}$); 73 (26, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}$); 67 (9, SOF); 60 (9, CH_3SiOH); 59 (7.8, CH_3SiO); 48 (6.4, SO), 47 (10, SiF); 46 (8.8, NS); 45 (13.4, SiOH); 43 (9, CH_3Si). Zerfallsreaktion: $m/e = 238 \rightarrow 158 + \text{SO}_3$, $m^* = 104.9$. — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.31$ (s). — $^{19}\text{F-NMR}$ (CFCl_3 ext.): $\delta = -45.08$ ppm (s).

$\text{C}_3\text{H}_5\text{F}_2\text{NO}_4\text{S}_2\text{Si}$ (253.3) Ber. C 14.22 H 3.58 F 14.99 N 5.52 S 25.31

Gef. C 14.49 H 3.45 F 14.60 N 5.55 S 25.51

N-(Trimethylsiloxysulfonyl)sulfinylimin (5)

a) 29 g (0.21 mol) frisch hergestelltes $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSO}$ werden in 150 g CCl_4 gelöst und langsam unter Feuchtigkeitsausschluß 38 g (0.20 mol) **1** zugetropft. Nach Filtration und Abziehen der flüchtigen Bestandteile wird das leuchtend gelbe Öl mehrmals i. Vak. destilliert. Ausb. 22 g (51%), Sdp. $61^\circ\text{C}/0.1$ Torr.

b) In einem sorgfältig getrockneten 250-ml-Dreihalskolben werden unter Rühren 21.5 g (0.066 mol) $\text{Hg}(\text{NSO})_2$ in 100 g trockenem CCl_4 aufgeschlämmt und bei Raumtemp. 27 g (0.14 mol) **1** zugetropft. Es wird über Nacht weitergerührt, das Quecksilberchlorid unter Luftausschluß abfiltriert und das gelbliche Filtrat über eine 20-cm-Vigreux-Kolonnen destilliert. Ausb. 22 g (71%).

c) 40 g (0.13 mol) **6** werden in einem ausgeheizten 500-ml-Dreihalskolben unter Feuchtigkeitsausschluß in 350 g CCl_4 vorgelegt. Man gibt zwei Spatelspitzen wasserfreies AlCl_3 zu und tropft 15 g (0.13 mol) Thionylchlorid ein. Im Verlauf von 2 h wird auf ca. 70°C erwärmt. Durch Filtration bei 25°C erhält man wiederum ein gelborangefarbenes Öl. Die Vakuumdestillation ergibt 16 g (59% bez. auf SOCl_2), Sdp. $61-62^\circ\text{C}/0.15$ Torr.

IR (Film): 2955 νCH , 2898 νCH , 1374 νSO , 1240 δCH_3 , 1175 νSO , 1102 νNS , 956 νSiOS , 832 ρCH_3 , 760 ρCH_3 , 682, 617, 445 cm^{-1} . — MS (70 eV): $m/e = 200$ (0.2% $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NSO}$); 120 (0.6, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNSO}$); 64 (100, SO_2); 48 (49, SO); 32 (8.1, S). — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.31$ (s).

$\text{C}_3\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}_2\text{Si}$ (215.3) Ber. C 16.73 H 4.21 N 6.50 S 29.78

Gef. C 16.61 H 4.37 N 6.51 S 27.94

Trimethylsiloxysulfonyl(trimethylsilyl)carbodiimid (8): 41 g (0.22 mol) **7** werden ohne Lösungsmittel vorgelegt und 38 g (0.2 mol) frisch dest. **1** zugetropft. Nach der Aufarbeitung wie bei **2** wird i. Hochvak. destilliert. Ausb. 45.5 g (85%), Sdp. $84^\circ\text{C}/0.001$ Torr.

IR (Film): 2961 νCH , 2901 νCH , 2215 νNCN , 1356 νSO , 1254 δCH_3 , 1172 νSO , 952 νSiOS , 848 ρCH_3 , 774 ρCH_3 , 694, 647, 615, 566, 468 cm^{-1} . — MS (70 eV): $m/e = 251$ (0.3% $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NCNSi}(\text{CH}_3)_3$); 227 (2.5, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{OSi}(\text{CH}_3)_3$); 186 (9.8, $(\text{CH}_3)_3\text{SiNCNSi}(\text{CH}_3)_3$); 171 (100, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNCNSi}(\text{CH}_3)_3$); 147 (20.8, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$); 73 (15.2, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}$). — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.37$ (s).

$\text{C}_7\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{Si}_2$ (266.5) Ber. C 31.55 H 6.80 N 10.51 S 12.03

Gef. C 31.37 H 6.94 N 10.44 S 11.97

Trimethylsiloxysulfonyl(trimethylsilyl)schwefeldiimid (10): Reaktionsführung wie vorstehend. Aus 29 g (0.14 mol) **9** und 27 g (0.14 mol) **1** entstehen 31.5 g **10**, Ausb. 77%, Sdp. $74^\circ\text{C}/0.005$ Torr.

IR (Film): 2949 νCH , 2884 νCH , 1340 νSO , 1251 δCH_3 , 1162 νSO , 1072, 1036, 943 νSiOS , 841 ρCH_3 , 761 ρCH_3 , 691, 637, 599, 525 cm^{-1} . — MS (70 eV): $m/e = 271$ (3.6% $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{NSNSi}(\text{CH}_3)_3$); 227 (1.8, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSO}_2\text{OSi}(\text{CH}_3)_3$); 206 (2.9, $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSNSi}(\text{CH}_3)_3$); 191 (32.4, $(\text{CH}_3)_2\text{SiNSNSi}(\text{CH}_3)_3$); 147 (100, $(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$); 120 (24.3, $(\text{CH}_3)_3\text{SiNHNS}$); 77 (16.2, HNSON); 73 (41.9, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}$); 59 (10.8, CH_3SiO); 49 (2, SOH); 48 (3, SO); 47 (4.5, HNS); 46 (5.4, NS); 45 (9.8, SiOH); 44 (3.9, SiO); 43 (6.4, CH_3Si). — $^1\text{H-NMR}$ (TMS ext.): $\tau = 9.36$ (s).

$\text{C}_6\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}_2\text{Si}_2$ (286.5) Ber. C 25.15 H 6.33 N 9.77 S 22.38

Gef. C 25.25 H 6.40 N 9.72 S 22.17

[397/75]