

Über die Synthese neuer Schwefeltriimide

Frank-M. Tesky und Rüdiger Mews*

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Göttingen,
Tammannstr. 4, D-3400 Göttingen

Eingegangen am 15. Oktober 1979

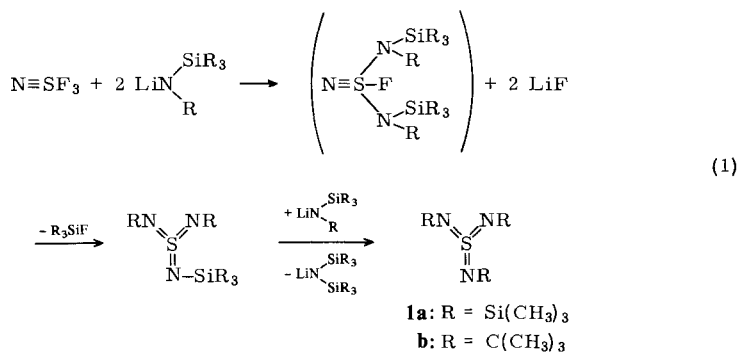
Tri-*tert*-butylschwefeltriimid (**1b**) reagiert mit Isocyanaten R–NCO (R = Perfluoralkyl-, Sulfonyl-, Pentafluorsulfanyl-, FSO₂N=C(CF₃)–) in hohen Ausbeuten zu den entsprechenden Di-*tert*-butylschwefeltriimiden (tBuN)₂S(NR) (**3a–d**, **4a**, **b**, **5**, **6**) und tBuNCO. Auf gleichem Wege konnte auch das Bis(trimethylsilyl)-Derivat (Me₃SiN)₂S(N–CF(CF₃)₂) (**7**) dargestellt werden.

Synthesis of New Sulfur Triimides

Tri-*tert*-butylsulfur triimide (**1b**) reacts with isocyanates R–NCO (R = perfluoroalkyl, sulfonyl, pentafluorosulfanyl, FSO₂N=C(CF₃)–) to give the corresponding di-*tert*-sulfur triimides (tBuN)₂S(NR) (**3a–d**, **4a**, **b**, **5**, **6**) in high yields. By the same method the bis(trimethylsilyl) derivative (Me₃SiN)₂S(N–CF(CF₃)₂) (**7**) is prepared.

Bisher sind nur sehr wenig Verbindungen isoliert worden, in denen Schwefel(VI) dreifach koordiniert vorliegt. Als einzige Vertreter dieser Verbindungsklasse konnten die Schwefeltriimide (RN=)₂S(=NR') [R = R' = Si(CH₃)₃¹⁾, C(CH₃)₃^{2,3)}; R = C(CH₃)₃, R' = Si(CH₃)₃^{2,3)}] dargestellt werden. Auch im festen Zustand ist der Schwefel dreifach koordiniert, wie aus den Strukturbestimmungen hervorgeht^{2,4)}.

Bei der Synthese dieser Verbindungen geht man von Thiazyltrifluorid und *N*-lithiierten Verbindungen gemäß (1) aus.

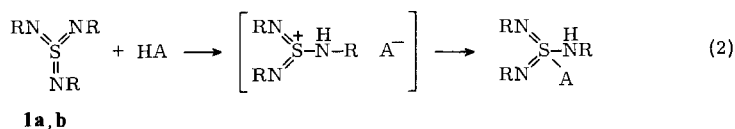


Die Synthese des Tris(trimethylsilylderivats) **1a** aus OSF₄ und NaN(SiR₃)₂ ist ebenfalls möglich⁵⁾. Den bisherigen Erfahrungen nach sind diese Verbindungen des Y-Trien-Typs²⁾ nur dann stabil, wenn die Stickstoff-gebundenen Liganden sterisch anspruchsvoll sind und keinen starken –I-Effekt zeigen.

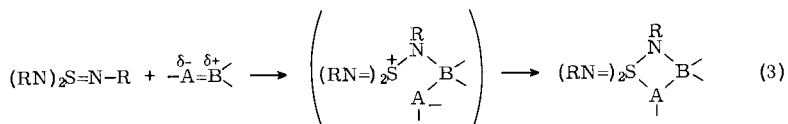
Ausgehend von **1a** und **b** ist es uns gelungen, eine Reihe von Bis(trimethylsilyl-) und Di-*tert*-butyl-Derivaten $(RN)_2S=NR'$ [$R = (CH_3)_3Si, (CH_3)_3C$] darzustellen, in denen der dritte Rest R' sterisch nicht anspruchsvoll ist und einen starken -I-Effekt besitzt.

Ergebnisse und Diskussion

Die Umsetzungen von **1a** und **b** mit H-aciden Verbindungen haben gezeigt, daß die Schwefeltriimide nucleophilen Charakter besitzen³⁾, daß in ihren Reaktionen der Primärschritt ein elektrophiler Angriff auf eines der Stickstoffatome ist. Erst als zweiter Schritt erfolgt dann der nucleophile Angriff auf den Schwefel (Gl. (2)).

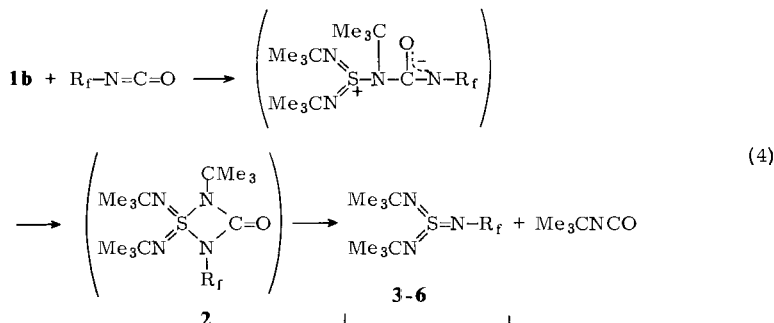


Verbindungen mit polaren Mehrfachbindungen sollten auf diesem Wege – über intermediär gebildete Betaine – viergliedrige Heterocyclus ergeben.



Geeignet als Partner für eine derartige Reaktion erschienen uns Isocyanate $R-N=C=O$, in denen der Rest R eine elektronenziehende Gruppe ist, die Elektrophilie also erhöht wird.

1b reagiert bereits bei Temperaturen unterhalb $+10^\circ\text{C}$ mit Perfluoralkylisocyanaten, Sulfonylisocyanaten und Pentafluorsulfanylisocyanat, Gl. (4).



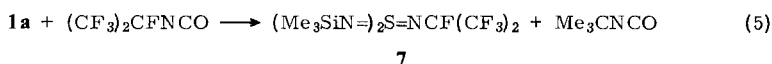
	R_f	R_f
3a	CF_3	4a SO_2Cl
b	C_2F_5	b SO_2F
c	$n\text{-C}_3\text{F}_7$	5 SF_5
d	$i\text{-C}_3\text{F}_7$	6 $\text{C}(\text{CF}_3)=\text{N-SO}_2\text{F}$

Trifluormethylsulfenylisocyanat $\text{CF}_3\text{SN}=\text{C}=\text{O}$ und andere Isocyanate mit weniger elektronenziehenden Gruppen reagieren nicht.

Es zeigte sich, daß die erwarteten 1λ⁶,2,4-Thiadiazetid-3-one **2** nicht stabil sind. Ähnlich wie bei der Umsetzung von Sulfonylisocyanaten mit Di-*tert*-butylschwefeltriimid beobachtet^{6,7}, tritt auch hier Zerfall des erwarteten Heterocyclus unter Abspaltung von *tert*-Butylisocyanat ein.

Die Di-*tert*-butylschwefeltriimide **3**–**6** werden in Ausbeuten von 50–80% isoliert. Bei Raumtemperatur zersetzen sie sich langsam, gekühlt sind die farblosen (**3**–**5**) bzw. gelben (**6**) Flüssigkeiten (die Verbindungen **4** sind Festkörper) längere Zeit haltbar. Bei den Perfluoralkyl-Derivaten **3** nimmt die Stabilität mit der Größe des Restes R_f zu. Während sich das CF₃-Derivat bei Raumtemperatur innerhalb eines Tages zersetzt, ist das Perfluorisopropyl-Derivat **3d** ähnlich stabil wie **1a** oder **b**. Auch das Pentafluorsulfanyl-Derivat **5**, in dem S^{VI} in der niedrigsten (drei) und höchsten Koordinationszahl (sechs) nebeneinander vorliegen, ist unbegrenzt haltbar.

Die Darstellung der zu **3**–**6** analogen Bis(trimethylsilyl)schwefeltriimide scheitert an der Instabilität der erwarteten Produkte. Lediglich aus der Umsetzung mit (CF₃)₂CFNCO gelingt es, das gewünschte Derivat **7** zu isolieren.



Aber selbst die große (CF₃)₂CF-Gruppe ist nicht in der Lage, **7** zu stabilisieren. Bei Raumtemperatur tritt rasch Zerfall zu **1a** und Polymerisationsprodukten ein.

Wegen ihrer Reaktivität sind die hier beschriebenen niedrig koordinierten S^{VI}-Derivate wertvolle Ausgangsverbindungen für die Synthese von viergliedrigen SNC⁸) und SN⁹) Heterocyclen, über deren Chemie wir in Kürze ausführlich berichten werden.

Das SN₃-Gerüst ist das charakteristische Strukturelement der Schwefeltriimide und der Di-*tert*-butyl-Derivate. Im IR-Spektrum (Tabelle) findet man ν_{as} (SN₃) als intensive Bande im Bereich 1180–1225 cm⁻¹, ν_{sym} (SN₃) (zwischen 1030–1080 cm⁻¹) ist im Raman-Spektrum sehr intensiv, im IR erwartungsgemäß nur schwach bis mittelstark. Die ¹H-NMR-Spektren der Verbindungen **3**–**5** zeigen das Signal für die (CH₃)₃CN= -Gruppe zwischen δ = 1.41 und 1.49.

Tabelle: IR- und ¹H-NMR-Daten (in CH₂Cl₂)

	ν _{as} (SN ₃) (cm ⁻¹)	ν _{sym} (SN ₃) (cm ⁻¹)	δ _{(CH₃)₃C}
3a (kap. Film)	1220	1080	1.42
3b (kap. Film)	1205	1078	1.41
3c (kap. Film)	1200	1085	1.41
3d (kap. Film)	1225	1080	1.41
4a (Kel-F/Nujol)	1180	1030	1.49
4b (Kel-F/Nujol)	1195	1055	1.46
5 (kap. Film)	1200	1065	1.42

In den Massenspektren aller Triimide (aufgenommen bei kalter Quelle) beobachtet man M⁺ mit geringer Intensität, als charakteristische Bruchstücke treten (M – 71)⁺ (entspricht der Abspaltung von CH₃ und CH₂=C(CH₃)₂ aus dem Molekü-Ion) und SN₃⁺ auf.

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

Experimenteller Teil

Alle Umsetzungen wurden unter Ausschluß von Feuchtigkeit durchgeführt. – IR-Spektren: Perkin-Elmer 325. – NMR: Bruker E 60, in CH_2Cl_2 (CFCl_3 bzw. TMS int. Standard). – Massenspektren: Varian MAT CH 5 (MS). – Elementaranalysen: Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen. – Die Ausgangsverbindungen **1a**¹⁾, **1b**³⁾, CF_3NCO ^{10a)}, $\text{C}_2\text{F}_5\text{NCO}$ ^{10b)}, $n\text{-C}_3\text{F}_7\text{NCO}$ ^{10b)}, $i\text{-C}_3\text{F}_7\text{NCO}$ ¹¹⁾, FSO_2NCO ¹²⁾, SF_5NCO ¹³⁾ und $\text{FSO}_2\text{N}=\text{C}(\text{CF}_3)\text{NCO}$ ¹⁴⁾ wurden nach Literaturvorschrift dargestellt.

Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Darstellung der Verbindungen 3a – d und 5: In einer Steckfalle werden zur Lösung von 4.1 mmol (1.0 g) **1b** in ca. 7 ml Ether bei -196°C etwa 5 mmol des entsprechenden Isocyanats kondensiert. Innerhalb von 36 h erwärmt man unter Rühren von -60 auf $+10^\circ\text{C}$. Lösungsmittel und leichtflüchtige Produkte werden bei 10 Torr abgezogen, der verbleibende Rest wird bei $0-5^\circ\text{C}$ im Ölpumpenvakuum in eine auf -196°C gekühlte Falle kondensiert. ¹H-NMR s. Tabelle.

Bis(tert-butylimino)(trifluormethylimino)schwefel(VI) (3a): Ausb. 0.88 g (83%), Schmp. 2°C . – MS (70 eV): $m/e = 257$ (5.8%, M^+), 242 [51.9, ($\text{M} - \text{CH}_3$)⁺], 186 [76.6, ($\text{M} - 71$)⁺], 74 (36.3, SN_3^+), 71 (62.3), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2980 s, 2930 m, 2900 sh, 2870 w, 1475 w, 1455 w, 1390 w, 1365 m, 1340 sh, 1270 vs, 1220 s, 1170 vs, 1150 vs, 1125 vs, 1080 w sh, 1035 m, 1030 sh, 960 vw, 860 w, 830 w, 792 w, 735 w, 685 w, 640 vw, 600 vw, 570 w, 515 vw, 500 vw, 460 cm^{-1} w. – ¹⁹F-NMR: $\delta = -48.18$ (s, CF_3).

$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{F}_3\text{N}_3\text{S}$ (257.3) Ber. C 42.01 H 7.05 F 22.15 N 16.33 S 12.46
Gef. C 42.0 H 6.9 F 22.6 N 16.3 S 12.0

Bis(tert-butylimino)(pentafluorethylimino)schwefel(VI) (3b): Ausb. 0.78 g (62%), Schmp. 8°C . – MS (70 eV): $m/e = 307$ (3.5%, M^+), 292 [36.8, ($\text{M} - \text{CH}_3$)⁺], 236 [60.1, ($\text{M} - 71$)⁺], 204 (27.6), 104 (54.4, $(\text{CH}_3)_3\text{CNSH}^+$), 74 (54.4, SN_3^+), 71 (65.4), 69 (43.0, CF_3^+), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2980 s, 2940 m, 2910 w, 2880 w, 1480 w, 1460 w, 1395 w, 1368 m, 1290 vs, 1250 vs, 1205 vs, 1170 sh, 1155 m, 1095 vs, 1078 vs, 1030 w, 975 m, 850 w, 820 w, 780 w, 745 w, 715 s, 660 vw, 542 m, 515 vw, 460 cm^{-1} w. – ¹⁹F-NMR: $\delta = -86.77$ (t, CF_3), -85.97 (q, CF_2), $J_{\text{F,F}} = 1.1$ Hz.

$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{F}_5\text{N}_3\text{S}$ (307.3) Ber. C 39.08 H 5.90 F 30.91 N 13.68 S 10.43
Gef. C 38.9 H 5.9 F 30.7 N 13.8 S 10.2

Bis(tert-butylimino)(heptafluorpropylimino)schwefel(VI) (3c): Ausb. 0.76 g (52%), Schmp. 14°C . – MS (70 eV): $m/e = 357$ (3.2%, M^+), 342 [69.7, ($\text{M} - \text{CH}_3$)⁺], 286 [100, ($\text{M} - 71$)⁺], 169 (3.7, C_3F_7^+), 126 (18.3), 119 (11, C_2F_5^+), 118 (23.4, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (26.6, Me_3CNS^+), 88 (10.3), 85 (25.5), 76 (30.3), 74 (47.7, SN_3^+), 71 (74.3), 69 (66, CF_3^+), 62 (26.6), 57 (97, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2980 m, 2940 w, 2910 sh, 2880 w, 1480 w, 1460 w, 1390 vw, 1365 m, 1320 s, 1200 vs, 1185 vs, 1150 sh, 1115 m, 1085 m, 1045 w, 1010 m, 940 m, 905 w, 850 vw, 815 w, 775 w, 740 w, 720 m, 660 vw, 540 vw, 460 vw, 415 cm^{-1} vw. – ¹⁹F-NMR: $\delta = -80.90$ (t, CF_3), -81.9 (m, $\alpha\text{-CF}_2$), -128.6 (t, $\beta\text{-CF}_2$), $J_{\text{F,F}} = 6.0$ Hz.

$\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{F}_7\text{N}_3\text{S}$ (357.3) Ber. C 36.97 H 5.08 F 37.22 N 11.76 S 8.97
3c: Gef. C 36.9 H 5.2 F 37.2 N 11.8 S 8.8
3d: Gef. C 37.2 H 5.1 F 36.7 N 11.9 S 9.1

Bis(tert-butylimino)(heptafluorisopropylimino)schwefel(VI) (3d): Ausb. 0.76 g (52%), Schmp. -18°C . – MS (70 eV): $m/e = 357$ (0.4%, M^+), 342 [19.7, ($\text{M} - \text{CH}_3$)⁺], 286 [26.3, ($\text{M} - 71$)⁺], 118 (15.5, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (22.1, Me_3CNS^+), 96 (60.5), 88 (11.6), 76 (15.5), 74

(44.2, SN_3^+), 71 (52.7), 69 (66.7, CF_3^+), 64 (28.7), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2975 m, 2930 w, 2900 sh, 2870 w, 1480 w, 1460 w, 1390 w, 1365 m, 1345 vw, 1305 sh, 1290 s, 1265 sh, 1250 s, 1225 vs, 1200 sh, 1170 m, 1135 w, 1080 m, 975 s, 850 w, 765 vw, 720 m, 705 w, 640 vw, 600 vw, 460 cm^{-1} vw. – ^{19}F -NMR: $\delta = -79.16$ (d, CF_3), -141.8 (sept. CF), $J_{\text{F,F}} = 5.5$ Hz.

Allgemeine Arbeitsvorschrift zur Darstellung der Verbindungen 4a und b: Zu 8.16 mmol (2.0 g) **1b** in 120 ml n-Pentan werden bei 10°C 8.4 mmol des entsprechenden Isocyanats in 60 ml desselben Lösungsmittels getropft. Nach 16 h Rühren bei Raumtemp. dekantiert man von dem an der Kolbenwandung haftenden Polymeren, kühlt die Lösung auf -100°C und filtriert das bei dieser Temperatur ausgefallene Produkt unter Stickstoff ab.

Bis(tert-butylimino)(chlorsulfonylimino)schwefel(VI) (4a): Ausb. 1.48 g (63%), Schmp. 91°C . – MS (70 eV): $m/e = 287$ (1.5%, M^+), 272 [6.6, ($\text{M} - \text{CH}_3$) $^+$], 238 (10.2) 216 [5.1, ($\text{M} - 71$) $^+$], 182 (18.2, $\text{Me}_3\text{CNSNSO}_2\text{H}^+$), 174 (19.7, $\text{M} - \text{NSO}_2\text{Cl}^+$), 159 (8.8, $\text{Me}_3\text{CNSNCR}_2^+$), 137 (15.3), 118 (70.0, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (86.9, Me_3CNS^+), 74 (40.9, SN_3^+), 72 (32.1), 70 (32.1), 64 (61.3, SO_2^+), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (Kel-F/Nujol): 2980 m, 2940 w, 2900 sh, 2880 w, 1480 w, 1460 w, 1395 w, 1350 s, 1312 s, 1230 s, 1180 vs, 1030 vs, 845 w, 825 m, 760 m, 730 m, 630 w, 570 vs, 552 sh, 457 m, 437 w, 366 cm^{-1} vw.

$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$ (287.8) Ber. C 33.39 H 6.30 Cl 12.35 N 14.60 S 22.28
Gef. C 33.5 H 6.4 Cl 12.3 N 14.6 S 22.4

Bis(tert-butylimino)(fluorsulfonylimino)schwefel(VI) (4b): Ausb. 1.28 g (58%), Schmp. 55°C . – MS (70 eV): $m/e = 271$ (2.3%, M^+), 256 [35.0, ($\text{M} - \text{CH}_3$) $^+$], 200 [17.5 ($\text{M} - 71$) $^+$], 174 (10.5, $\text{M} - \text{NSO}_2\text{F}^+$), 159 (4.6), 137 (24.4), 118 (46.5, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (64.0, Me_3CNS^+), 74 (26.7, SN_3^+), 72 (16.3), 70 (21.0), 64 (53.3, SO_2^+), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (Kel-F/Nujol): 2980 m, 2930 w, 2900 sh, 2880 w, 1480 w, 1460 w, 1410 sh, 1395 vw, 1385 vw, 1365 s, 1305 m, 1230 m, 1195 vs, 1170 vs, 1105 vw, 1075 m, 1055 m, 950 m, 875 m, 855 w, 835 s, 795 s, 740 s, 635 w, 590 s, 530 cm^{-1} w. – ^{19}F -NMR: $\delta = 54.0$ (s, SO_2F).

$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{FN}_3\text{O}_2\text{S}_2$ (271.4) Ber. C 35.41 H 6.69 F 7.00 N 15.48 S 23.63
Gef. C 35.5 H 6.7 F 7.2 N 15.5 S 23.6

Bis(tert-butylimino)(pentafluorsulfanylimino)schwefel(VI) (5): Ausb. 0.75 g (58%), Schmp. 11.5°C . – MS (70 eV): $m/e = 315$ (1.6%, M^+), 300 [25.4, ($\text{M} - \text{CH}_3$) $^+$], 244 [34.4, ($\text{M} - 71$) $^+$], 127 (21.3, SF_5^+), 118 (27.9, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (68.4, Me_3CNS^+), 89 (55.7, SF_3^+), 85 (35.2, SF_2NH^+), 76 (28.7), 74 (49.2, SN_3^+), 71 (77.9), 70 (39.8, SF_2^+), 62 (51.6), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2980 s, 2935 w, 2900 sh, 2890 w, 1475 w, 1460 w, 1415 vw, 1390 w, 1365 s, 1285 s, 1220 vs, 1200 vs, 1065 m, 1030 vw, 900 sh, 865 vs, 848 sh, 830 vs, 800 vs, 740 m, 700 w, 670 m, 590 vs, 575 s, 550 m, 455 cm^{-1} w. – ^{19}F -NMR: $\delta = 84.16$ (A), 80.97 (B), $J_{\text{A,B}} = 159.75$ Hz.

$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{F}_5\text{N}_3\text{S}$ (315.4) Ber. C 30.47 H 5.78 F 30.12 N 13.33 S 20.33
Gef. C 29.6 H 5.6 F 31.0 N 13.0 S 20.7

Bis(tert-butylimino)[N-(fluorsulfonyl)trifluoracetimidoyl]imino)schwefel(VI) (6): Zu 4.1 mmol (1.0 g) **1b** in 10 ml n-Pentan werden bei -196°C 4.1 mmol (0.40 g) $\text{FSO}_2\text{NC}(\text{CF}_3)\text{NCO}$ kondensiert. Innerhalb von 24 h erwärmt man von -70°C unter Rühren auf Raumtemperatur. Lösungsmittel und leichtflüchtige Produkte werden bei 10 Torr abgezogen, das zurückbleibende gelbe Öl wird im Ölpumpenvakuum bei 75°C Ölbadtemp. aus dem Reaktionsgefäß herauskondensiert. Ausb. 1.0 g (67%), Schmp. -5°C . – MS (70 eV): $m/e = 366$ (2.2%, M^+), 351 [66.3, ($\text{M} - \text{CH}_3$) $^+$], 295 [67.7, ($\text{M} - 71$) $^+$], 118 (71.3, $\text{Me}_3\text{CNSNH}^+$), 103 (76.8, Me_3CNS^+), 74 (66.3, SN_3^+), 69 (82.7, CF_3^+), 64 (79.5, SO_2^+), 57 (100, $\text{C}(\text{CH}_3)_3^+$). – IR (kapillarer Film): 2990 m, 2945 w, 2915 vw, 2885 vw, 1585 vs, 1475 w, 1460 w, 1395 vs, 1370 vs, 1315 s,

1245 sh, 1225 vs, 1170 vs, 1135 w, 1035 vw, 955 w, 870 m, 840 m, 815 s, 800 s, 755 m, 745 m, 725 m, 720 m, 640 w, 600 vw, 585 m, 570 m, 548 m, 535 m, 460 cm⁻¹ w. – ¹H-NMR: δ = 1.47 (s, CMe₃). – ¹⁹F-NMR: δ = –72.7 (s, CF₃), 57.3 (s, SO₂F).

C₁₀H₁₈F₄N₄O₂S₂ (366.4) Ber. C 32.78 H 4.96 F 20.74 N 15.29 S 17.50
Gef. C 32.4 H 4.9 F 21.6 N 15.3 S 17.2

(Heptafluorisopropylimino)bis(trimethylsilylimino)schwefel(VI) (7): In einer Steckfalle werden zu 10 mmol (2.93 g) **1a** bei –196 °C 12 mmol (2.53 g) i-C₃F₇NCO kondensiert. Innerhalb von 24 h erwärmt man unter Rühren auf 10 °C. Die niedrigsiedenden Produkte werden bei 10 Torr abgezogen, der verbleibenden Rest wird im Ölpumpenvakuum fraktioniert kondensiert. In der auf –20 °C gekühlten Falle reichert sich **7** an. In der auf 0 °C gekühlten Falle bleibt **1a** zurück. Ausb. 1.02 g **7** (26%). – MS (70 eV): *m/e* = 389 (3.5%, M⁺), 374 [27.1, (M – CH₃)⁺], 267 (6.9), 216 (15.3), 212 (5.5, CF₃CNSNH⁺), 194 (100), 181 (18.7), 134 (11.0), 130 (17.3), 100 (54.9, CF₃CF⁺), 96 (16.7, CF₃CNH⁺), 86 (12.5), 85 (9.7, SiF₃⁺), 77 (81.9, Me₂SiF⁺), 73 (72.9, Me₃Si⁺), 69 (27.1, CF₃⁺). – IR (kapillarer Film): 2965 m, 2900 w, 1350 s, 1310 vw, 1290 sh, 1250 vs, 1230 vs, 1200 sh, 1170 w, 1040 m, 975 vs, 920 vw, 900 sh, 840 vs, 800 sh, 760 m, 720 m, 690 m, 640 m, 615 m, 555 m, 535 vw, 450 vw, 415 cm⁻¹ w. – ¹H-NMR: δ = 0.26 (s, Me₃Si). – ¹⁹F-NMR: δ = –79.5 (d, CF₃), –148.35 (sept. CF), *J*_{F,F} = 5.3 Hz.

C₉H₁₈F₇N₃SSi₂ (389.5) Ber. C 27.75 H 4.66 F 34.15 N 10.79 S 8.23
Gef. C 28.8 H 5.1 F 32.0 N 11.2 S 8.1

Die etwas unbefriedigenden Analysenergebnisse sind auf die Instabilität von **7** zurückzuführen.

Literatur

- O. Glemser* und *J. Wegener*, *Angew. Chem.* **82**, 324 (1970); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **9**, 309 (1970).
- O. Glemser*, *S. Pohl*, *F. M. Tesky* und *R. Mews*, *Angew. Chem.* **89**, 829 (1977); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **16**, 789 (1977).
- F. M. Tesky*, *R. Mews* und *O. Glemser*, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **452**, 103 (1979).
- S. Pohl*, *B. Krebs*, *U. Seyer* und *J. Henkel*, *Chem. Ber.* **112**, 1751 (1979).
- W. Lidy*, *W. Sundermeyer* und *W. Verbeek*, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **406**, 228 (1974).
- R. Appel* und *M. Montenarh*, *Chem. Ber.* **109**, 2437 (1976).
- H. W. Roesky* und *G. Sidiropoulos*, *Chem. Ber.* **111**, 3460 (1978).
- F. M. Tesky*, *R. Mews*, *B. Krebs* und *M. R. Udupa*, *Angew. Chem.* **90**, 722 (1978); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **17**, 677 (1978).
- F. M. Tesky*, *R. Mews* und *B. Krebs*, *Angew. Chem.* **91**, 231 (1979); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **18**, 235 (1979).
- ^{10a)} *W. Lidy* und *W. Sundermeyer*, *Chem. Ber.* **109**, 1491 (1976). – ^{10b)} Entsprechend Vorschrift^{10a)} dargestellt.
- R. F. Swindell*, *D. P. Babb*, *T. J. Ouelette* und *J. M. Shreeve*, *Inorg. Chem.* **11**, 242 (1972).
- H. W. Roesky* und *A. Hoff*, *Chem. Ber.* **101**, 162 (1968).
- United States Atomic Energy Commission* (Erf. *A. F. Clifford*, *T. C. Rhyne* und *J. W. Thompson*), U.S.-Pat. 3.666.784 (30. Mai 1972) [*Chem. Abstr.* **77**, 100776r (1972)].
- H. W. Roesky* und *H. H. Giere*, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **378**, 177 (1970).

[347/79]