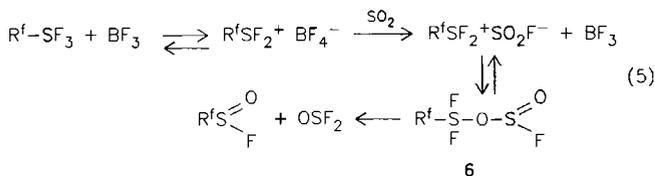


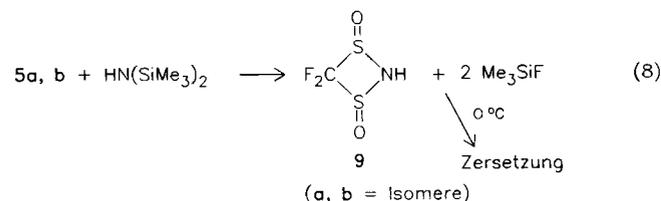
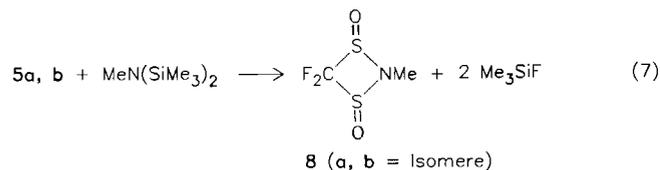
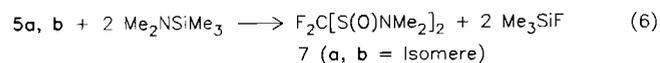
OSF₂. Für die Solvolyse der Schwefeltrifluoride sind lediglich katalytische Mengen BF₃ nötig, cyclische Bis(perfluoralkyl)schwefeldifluoride werden entsprechend in die Sulf oxide übergeführt⁸⁾. In quantitativer Ausbeute wird **4** zu Difluorbis(fluorsulfinyl)methan (**5**) solvolysiert.

Primärschritt dieser Solvolyse wird die Sulfoniumsalz-bildung sein (Gl. 5).



Im Gleichgewicht BF₄⁻/SO₂ können Fluorosulfinat-Ionen gebildet werden, die das Sulfoniumsalz unter Bildung der nicht isolierbaren Zwischenstufe **6** angreifen (vgl. Solvolyse von Me₂NSF₃ durch SO₂⁹⁾. **6** zersetzt sich irreversibel zu Fluorsulfinyl-Derivaten und OSF₂. **5** ist eine farblose Flüssigkeit, die bei -35°C über Wochen unzersetzt gelagert werden kann. Bei Raumtemperatur erfolgt in Glas langsam Zersetzung zu COF₂, SiF₄ und OSF₂.

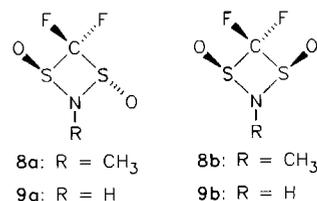
Das ¹⁹F-NMR-Spektrum von F₂C(SOF)₂ (**5**) zeigt zwei Isomere **a**, **b** im Verhältnis 1:1, die wir aufgrund der beiden chiralen Sulfinylzentren der *meso*-Verbindung (A₂X₂-Spinsystem im ¹⁹F-NMR-Spektrum mit A = C-gebundene, X = S-gebundene Fluoratome) und dem *d,l*-Paar (ABX₂-System) zuordnen. Das beobachtete Isomerenverhältnis entspricht einer statistischen Verteilung, eine gegenseitige Beeinflussung der Schwefelzentren bezüglich der Konfiguration erfolgt nicht. Die Isomeren konnten nicht getrennt werden. Umsetzungen von **5** mit silylierten Aminen ergeben in guten Ausbeuten das Bis(amidosulfinyl)difluormethan **7** bzw. die cyclischen Bis(sulfinyl)amine **8** bzw. **9**.



Für **7** werden – wie für **5** dargelegt – im NMR-Spektrum zwei Isomere nachgewiesen, eine Änderung des bei **5** beobachteten Verhältnisses tritt nicht ein. Aus den ¹⁹F-NMR-Spektren für **8** und **9** geht hervor, daß in den cyclischen Verbindungen ebenfalls zwei Isomere nachweisbar

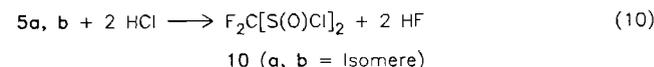
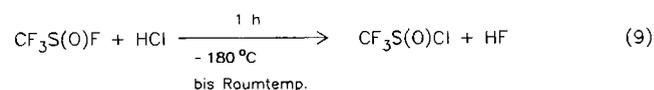
D. Viets, R. Mews, M. Noltemeyer, H. G. Schmidt, A. Waterfeld

sind, die wir den *trans*- und *cis*-Isomeren **8a**, **9a** bzw. **8b**, **9b** zuordnen.

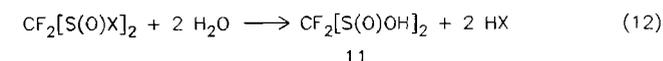


Für die C-gebundenen Fluoratome in den *cis*-Verbindungen **8b** und **9b** wird ein AB-Aufspaltungsmuster gefunden [**8b**: ²J_{AB} = 160.5, ⁵J_{AX} = 1.1, ⁵J_{BX} = 1.2 Hz; **9b**: ²J_{AB} = 156.4 Hz (die Richtigkeit dieser Zuordnung beweist die Röntgenstrukturanalyse an **8b**, s.u.)]. In der *trans*-Verbindung **8a** ist das Signal der CF₂-Gruppe durch Kopplung mit der CH₃-Gruppe zum Quartett aufgespalten (⁵J = 1.1 Hz); in **9a** wird für die CF₂-Gruppe lediglich ein Singulett gefunden, Kopplung zu den stark aciden Protonen wird erwartungsgemäß nicht beobachtet.

In der Literatur ist die Umsetzung von CF₃S(O)F mit HCl beschrieben¹⁾ (Gl. 9).



In rascher Reaktion bildet sich das gewünschte Zielmolekül in hoher Ausbeute (95%), lediglich in geringer Menge werden die entsprechenden Disproportionierungsprodukte CF₃SO₂Cl und CF₃SCl beobachtet¹⁾. Analog Gl. (9) überführt HCl **5** nach Gl. (10) in das entsprechende Chlorid. Bedingt durch die im Vergleich zu Gl. (9) längere Reaktionszeit treten bei Umsetzungen nach Gl. (10) Folgereaktionen auf. Aus den Massenspektren ergeben sich eindeutige Hinweise auf die Bildung der Bis(sulfinsäure) **11**.



10 ist eine leicht gelbe, thermisch nicht sehr stabile Flüssigkeit, die an der Luft rasch hydrolysiert.

Röntgenstrukturanalysen von 4,4-Difluor-2-methyl-1,3-dioxo-1λ⁴,3λ⁴,2-dithiazetidin (**8b**)

Viergliedrige schwefelhaltige Ringsysteme sind beschrieben¹⁰⁻¹²⁾. So sind aus dem Bereich der CSN-Heterocyclen die Elementkombinationen S₂N₂, CN₂S und C₂S₂ bekannt, während über Derivate des CS₂N-Typs bisher nicht berichtet wurde. Bei den Dithietan-Abkömmlingen konnten stabile C₂S₂-Systeme mit Schwefel in nahezu allen Oxidations- und Koordinationszahlen isoliert und durch Strukturunter-

suchungen eindeutig charakterisiert werden¹⁰). Im Gegensatz dazu liegt in den stickstoffhaltigen Verbindungen fast ausschließlich Schwefel(VI) vor¹¹). Ausnahmen bilden lediglich S_2N_2 und dessen Lewis-Säure-Addukte¹²). Schwefel(IV)-Derivate treten zumeist nur als Zwischenprodukte auf und gehen Folgereaktionen ein.

Die Molekülstruktur von **8b** ist in Abb. 1 wiedergegeben, zugehörige Daten sind in Tab. 1–3 enthalten¹³).

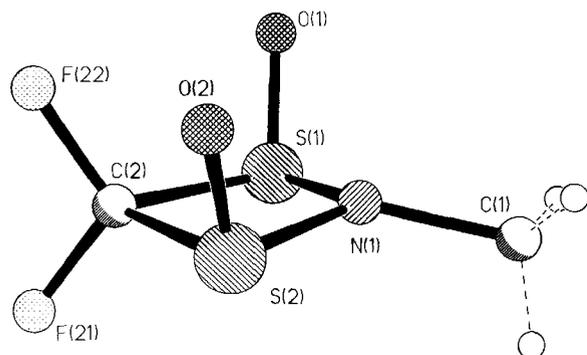


Abb. 1. Molekülstruktur von **8b** im Kristall

Tab. 1. Bindungslängen [pm] und -winkel [°] in **8b**

S(2)-C(2)	187.9 (2)	S(2)-N(1)	169.3 (2)
S(2)-O(2)	146.5 (2)	S(1)-C(2)	187.3 (2)
S(1)-N(1)	168.0 (2)	S(1)-O(1)	145.4 (2)
F(22)-C(2)	131.1 (3)	F(21)-C(2)	132.8 (3)
N(1)-C(1)	146.8 (3)		
C(2)-S(2)-N(1)	78.0(1)	C(2)-S(2)-O(2)	108.6(1)
N(1)-S(2)-O(2)	110.2(1)	C(2)-S(1)-N(1)	78.4(1)
C(2)-S(1)-O(1)	109.3(1)	N(1)-S(1)-O(1)	111.2(1)
S(2)-C(2)-S(1)	94.1(1)	S(2)-C(2)-F(22)	111.9(2)
S(1)-C(2)-F(22)	112.4(2)	S(2)-C(2)-F(21)	114.1(2)
S(1)-C(2)-F(21)	113.7(2)	F(22)-C(2)-F(21)	109.9(2)
S(2)-N(1)-S(1)	109.0(1)	S(2)-N(1)-C(1)	123.3(2)
S(1)-N(1)-C(1)	123.2(2)		

Der Dithiazetidinen-Ring von **8b** (Winkelsumme 359.5°) ist nahezu planar, eine leichte Faltung in der S_2O_2 -Ebene in Richtung der O-Atome wird beobachtet. Die mittlere Abweichung der Ringatome von der besten Ebene beträgt im Durchschnitt 3.8 pm. Die Methylgruppe an dem deutlich pyramidalen Stickstoff liegt auf der Seite der Schwefelatome. Die SN-Bindungslängen [168.0(2), 169.3(2) pm] entsprechen normalen Einfachbindungen und sind deutlich länger als die bei stabilen $[S(VI)]_2N_2$ -Systemen gefundenen¹¹). Der Einfluß der CH_3N -Gruppe auf die C(2)–S(1)- bzw. C(2)–S(2)-Bindung ist, verglichen z. B. mit der CF_2 -Gruppe in $(CF_2SO)_2$ ¹⁰), nur gering, die Abstände bleiben nahezu unverändert. Der in acyclischem Schwefel(IV)-Derivaten, z. B. in Sulfoniumsalzen, beobachtete starke Einfluß der Co-Substituenten am Schwefel auf die CS-Bindung¹⁴) wird hier nicht beobachtet. Der Einbau des Stickstoffs anstelle des Kohlenstoffs in den Dithietanring führt aufgrund des großen SNS-Winkels [109.0(1)] lediglich zu einer starken Verkleinerung des SCS-Winkels [94.1(1)° in **8b**, 100.6° in *trans*-[(O)SCF₂]₂].

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit, der Kali Chemie, Hannover, für die kostenlose Überlassung von F_2 .

Experimenteller Teil

Alle Versuche wurden unter striktem Ausschluß von Feuchtigkeit durchgeführt. Das Umfüllen von Feststoffen, Herstellen von IR-Verreibungen etc. erfolgten in einer Trockenbox unter Argon. Für die Umsetzungen wurden druckfeste Schlenck-Apparaturen oder einfache Glasbomben mit Teflonventil benutzt. Die Darstellung der Ausgangsverbindungen **1**⁷), $MeN(SiMe_3)_2$ ¹⁵), $HN(SiMe_3)_2$ ¹⁶) und Me_2NSiMe_3 ¹⁷) erfolgte nach Literaturvorschriften. — IR: Nicolet 5DX-FT-IR (Festkörper als Nujol- oder Kel-F-Verreibungen, flüchtige Verbindungen als Gase in 10-cm-Küvetten, NaCl- oder KBr-Fenster). — MS: Varian MAT CH-7 oder Finnigan System 8200 (70 eV). — NMR: Bruker AW 80 oder WH 360 (Lösungen in CD_3CN bzw. $CDCl_3$; $CFCl_3$ bzw. TMS als Standard). — Elementaranalysen: Mikroanalytisches Labor Beller, Göttingen.

[Difluor(trifluor- λ^4 -sulfonyl)methyl]difluorsulfonium-hexafluoroarsenat (**2**): Zu 0.50 g (2.19 mmol) **1** werden 0.50 g (2.94 mmol) AsF_5 und etwa 5 ml SO_2 kondensiert. Man rührt 2 h bei $-40^\circ C$, wobei zwischenzeitlich eine tiefblaue Färbung auftritt. Nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile bei $-40^\circ C$ im statischen Vakuum und kurzzeitigem Entfernen der flüchtigen Anteile im dynamischen Vakuum bei $-10^\circ C$ verbleibt **2** als weißer Feststoff in quantitativer Ausbeute. — ^{19}F -NMR (203 K, Lösung in CD_2Cl_2/SO_2 1:1; **2** zersetzt sich oberhalb von $0^\circ C$): SF $\delta = -10$ (s, breit), AsF -58 (s, br), CF -83.7 (s).

Difluormethanbis(sulfinylfluorid) (**5a, b**): Zu 3.6 g (15.7 mmol) **1** werden 10 ml SO_2 und 0.1 g (1.47 mmol) BF_3 kondensiert. Man rührt 2 h bei $-40^\circ C$ und 5 h bei Raumtemp. Die fraktionierende Kondensation (-78 , $-196^\circ C$) im Ölpumpenvak. ergibt 2.9 g **5** als klare Flüssigkeit in der $-78^\circ C$ -Falle. Ausb. quantitativ. — IR: $\tilde{\nu} = 1254$ cm^{-1} vs, 1185 s, 1155 m, 1133 m, 751 vs, 728 vw, 632 w, 560 m. — **5a**: ^{19}F -NMR: SF $\delta = -17.5$ (t); CF -113.5 (t); $^3J(C,F,SF) = 4.1$ Hz. — ^{13}C -NMR: $\delta = 124.3$ (tt); $^1J(C,F) = 212$, $^3J(C,SF) = 17$ Hz. — **5b**: ^{19}F -NMR: (ABX₂-System) SF $\delta = -19.0$ (dd), CF_A , CF_B -112.9 , -114.9 ; $^2J_{AB} = 219$, $^3J_{AX} = 4.1$, $^3J_{BX} = 5.5$ Hz. — ^{13}C -NMR: $\delta = 124.3$ (ddt); $^1J(C,F) = 212$, $^3J(CF_A,SF) = 16$, $^3J(CF_B,SF) = 16$ Hz. — **5a, b**: MS (EI): m/z (%) = 184 (2) [M^+], 134 (8) [$M - CF_2^+$], 120 (23) [CF_3SF^+], 117 (46) [$M - SOF^+$], 101 (8) [CF_2SF^+], 98 (6) [CF_2SO^+], 82 (14) [CF_2S^+], 69 (45) [CF_3^+], 67 (100) [SOF^+], 64 (13) [S_2^+ , SO_2^+], 63 (5) [CFS^+], 51 (69) [SF^+], 48 (37) [SO^+].

$CF_4O_2S_2$ (184.1) Ber. F 41.3 S 34.8 Gef. F 39.9 S 34.1

Difluormethandisulfinsäure-bis(dimethylamid) (**7a, b**): Zu 1.4 g (7.61 mmol) **5** werden 15 ml $CFCl_3$ sowie 1.8 g (15.39 mmol) Me_2NSiMe_3 kondensiert. Dann wird in einem $-40^\circ C$ -Bad langsam unter Rühren auf $-10^\circ C$ erwärmt. Nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile i. Vak. verbleiben 1.7 g (95.5%) **7a, b** als leicht bräunliche, fast feste Substanz. — IR (Film): $\tilde{\nu} = 2890$ cm^{-1} m, br, 2800 sh, 1440 m, 1265 m, 1190 m, 1135 sh, 1120 vs, 1075 vs, 930 s, 840 w, 665 s, 560 m, 520 w, 430 m. — **7a**: ^{19}F -NMR: CF $\delta = -106.45$ (m); $^5J(CF,CH) = 1.12$ Hz. — 1H -NMR: $\delta = 2.9$ (t). — **7b**: ^{19}F -NMR: CF_A $\delta = -103.48$ (m), CF_B -108.09 (m); $^2J_{AB} = 212.55$, $^5J_{AX} = 1.27$, $^5J_{BX} = 0.95$ Hz. — 1H -NMR: $\delta = 2.88$ (pseudo-t). — MS (EI, 30 eV): m/z (%) = 234 (<1) [M^+], 184 (13) [$M - CF_2^+$], 92 (100) [$SONMe_2^+$], 76 (2) [$SNMe_2^+$], 44 (6) [NMe_2^+], 42 (2) [CS^+].

$C_5H_{12}F_2N_2O_2S_2$ (234.3) Ber. S 27.4 C 25.6 H 5.2
Gef. S 27.6 C 25.8 H 5.3

4,4-Difluor-2-methyl-1,3-dioxo-1 λ^4 ,3 λ^4 -2-dithiazetidinen (**8a, b**): Zu 2.0 g (10.87 mmol) **5** werden 15 ml $CFCl_3$ und 1.8 g (10.29 mmol) $MeN(SiMe_3)_2$ kondensiert. Man rührt 2 h bei $-40^\circ C$ sowie 2 h bei Raumtemp. Nach Entfernen der flüchtigen Bestandteile im stati-

schlen Vakuum bei 0°C verbleiben 1.8 g **8a,b** als weißer Feststoff. Ausb. quantitativ bezogen auf MeN(SiMe₃)₂, Schmp. von **8b** 118°C. — IR: $\tilde{\nu}$ = 2925 cm⁻¹ m, br, 1215 s, 1193 s, 1159 s, 1118 sh, 1113 s, 980 sh, 842 w, 802 sh, 775 s, 727 m, 594 s, 562 s. — **8a**: ¹⁹F-NMR: CF δ = -103.7 (q), ⁵J(CF,CH) = 1.1 Hz. — ¹H-NMR: CH δ = 3.25 (t). — ¹³C-NMR: CF δ = 113.0 (t), CH 30.3 (q, t); ¹J(C,F) = 360.0, ¹J(CH) = 142.36, ⁴J(CH,F) = 2.72 Hz. — **8b**: ¹⁹F-NMR: (ABX₃-System): F_A δ = -98.56, F_B -113.34; J_{AB} = 160.5, ⁵J_{AX} = 1.1 Hz, ²J_{BX} = 1.21 Hz. — ¹H-NMR: CH δ = 3.16 (dd). — ¹³C-NMR: CF δ = 114.67 (dd), CH 32.17 (q,d,d); ¹J(C,F_A) = 358.8, ¹J(C,F_B) = 353.0, ¹J(C,H) = 142.32, ⁴J(CH,F) = 2.87 Hz. — MS (EI): *m/z* (%) = 175 (8) [M⁺], 127 (100) [M - SO⁺], 125 (29) [M - CF₂⁺], 98 (32) [CF₂SO⁺], 76 (21) [SONCH₂⁺], 61 (86) [SNCH₃⁺], 60 (33) [SNCH₂⁺], 50 (10) [CF₂⁺], 48 (66) [SO⁺], 46 (8) [NS⁺], 32 (88) [S⁺], 29 (26) [NCH₃⁺].

C₂H₃F₂NO₂S₂ (175.2) Ber. C 13.7 H 1.73 S 36.6

Gef. C 13.6 H 1.83 S 36.3

Röntgenstrukturanalyse von 8b¹³: Geeignete Einkristalle für die Strukturanalyse wurden durch langsame Sublimation aus einem an **8b** angereicherten Isomerengemisch i. Vak. bei Raumtemp. erhalten. Die Ergebnisse sind in Tab. 1–3 zusammengestellt.

Tab. 2. Einzelheiten zur Kristallstrukturbestimmung von **8b**

C₂H₃F₂NO₂S₂, Molmasse 175.2; orthorhombisch, Raumgruppe P2₁2₁2₁; *a* = 756.8(1), *b* = 803.6(1), *c* = 987.9(1) pm; *V* = 0.6008 nm³; *Z* = 4; $\rho_{\text{ber.}}$ = 1.94 g/cm³; $\mu(\text{Mo-K}\alpha)$ = 0.82 mm⁻¹; STOE-Vierkreisdiffraktometer (AED2, Rev. 6.2), Mo-K α , *T* = 20°C; Profiloptimierte 2 Θ , ω -Abtastungen; Kristallgröße 0.3 × 0.3 × 0.6 mm; 4266 Reflexe bis 2 Θ_{max} = 45° gemessen, davon 1047 symmetrieunabhängig, mit $|F_o| > 3 \cdot \sigma(|F_o|)$ beobachtete Reflexe *m* = 1021; verfeinerte Parameter *n* = 83; Übereinstimmungsgüte [$\Sigma w(|F_o| - |F_c|)^2 / (m - n)$]^{1/2} = 1.73; *R* = $\Sigma ||F_o| - |F_c|| / \Sigma |F_o|$ = 0.023; *R_w* = R_g = [$\Sigma w(|F_o| - |F_c|)^2 / \Sigma w |F_o|^2$]^{1/2} = 0.033; Wichtigkeitsschema w^{-1} = [$\sigma^2(|F_o|) + 0.0004 \cdot |F_o|^2$]; Restelektronendichte [10⁶ e pm⁻³]: Max/min 0.4/-0.3; Programme: SHELX-86, Göttingen 1986; SHELX-76, Cambridge 1976.

Tab. 3. Atomkoordinaten (×10⁴) und äquivalente isotrope thermische Parameter (pm² × 10⁻¹) von **8b**

	x	y	z	U(eq) [*]
S(2)	430(1)	5534(1)	2956(1)	37(1)
S(1)	628(1)	5297(1)	187(1)	41(1)
F(22)	3291(2)	4299(2)	1754(2)	56(1)
F(21)	3120(2)	6974(2)	1580(2)	53(1)
C(2)	2209(3)	5564(3)	1630(2)	37(1)
N(1)	-728(2)	5135(3)	1527(2)	39(1)
O(2)	621(2)	4013(3)	3761(2)	52(1)
O(1)	920(3)	3685(3)	-444(2)	64(1)
C(1)	-2655(3)	5316(4)	1431(3)	54(1)

* Berechnet als ein Drittel der Spur des orthogonalisierten U_{ij}-Tensors.

4,4-Difluor-1,3-dioxo-1,3,3λ²,2-dithiazetidin (9a,b): Zu 1.3 g (7.07 mmol) **5** werden 10 ml CFCl₃ und 1.1 g (6.83 mmol) HN(SiMe₃)₂ kondensiert. Man rührt 1 h bei -40°C, wobei **9a,b** als weißer Feststoff ausfällt. Nach Entfernen der flüchtig n Bestandteile bei -30°C im statischen Vakuum verbleiben 1.1 (quantitativ) **9a,b** als weißer Feststoff. Zers. >0°C. — **9a**: ¹⁹F-NMR: CF δ = -103.1 (s). — **9b**: ¹⁹F-NMR (AB-System, breite Linien): F_A δ = -95.71, F_B -107.45; ²J_{AB} = 156.37 Hz. — MS (EI): *m/z* (%) = 161 (17)

D. Viets, R. Mews, M. Noltemeyer, H. G. Schmidt, A. Waterfeld

[M⁺], 131 (27) [M - SO⁺], 111 (24) [M - CF₂⁺], 98 (17) [CF₂SO⁺], 82 (30) [CF₂S⁺], 69 (20) [CF₃⁺], 64 (59) [S₂⁺, SO₂⁺], 63 (42) [SONH⁺], 50 (27) [CF₂⁺], 48 (100) [SO⁺], 47 (96) [SNH⁺], 46 (94) [SN⁺], 32 (94) [S⁺].

Difluormethanbis(sulfinylchlorid) (10a,b) und Difluormethandisulfinsäure (11a,b): Zu 0.70 g (3.8 mmol) **5** werden 0.30 g (8.22 mmol) HCl kondensiert. Man rührt 24 h bei Raumtemp. Die fraktionierende Kondensation (-20, -78, -196°C) ergibt 0.2 g (24%) **10a,b** als gelbe Flüssigkeit in der -78°C-Falle. In der -20°C-Falle befinden sich 0.1 g **11a,b** als weißer Feststoff. — **10a,b**: IR: $\tilde{\nu}$ = 1211 cm⁻¹ vs, 1183 vs, 1157 sh, 1117 s, 832 m, 816 m. — **10a**: ¹⁹F-NMR: CF δ = -103.7 (s). — ¹³C-NMR: δ = 127.83 (t); ¹J(CF) = 361 Hz. — **10b**: ¹⁹F-NMR (AB-System): F_A δ = -103.55, F_B -102.66; ²J_{AB} = 175.54 Hz. — ¹³C-NMR: δ = 127.86 (dd); ¹J(C,F_A) = 365.16, ¹J(C,F_B) = 362.77 Hz. — MS (EI, 25 eV): Neben Zersetzungsprodukten werden gefunden: *m/z* (%) = 152 (67) [CF₃ - SOCl⁺], 114 (34) [CF₂SO₂⁺, CF₂S₂⁺], 98 (16) [CF₂SO⁺], 83 (52) [SOCl⁺], 82 (82) [CF₂S⁺], 64 (10) [SO₂⁺, S₂⁺], 48 (5) [SO⁺]. — **11a,b**: MS (CI, Isobutan +, -): *m/z* (%) = 361 (64) [M₂ + H⁺], 297 (18) [M₂ + H - SO₂⁺], 181 (100) [M + H⁺], 163 (8) [M - OH⁺], 117 (10) [M + H - SO₂⁺], 99 (12) [CF₂SOH⁺]; -359 (71) [M₂ - H⁻], 179 (100) [M - H⁻], 115 (5) [CF₂SO₂H⁻].

CAS-Registry-Nummern

1: 374-49-2 / **2**: 132564-64-8 / **5a**: 132564-65-9 / **5b**: 132564-66-0 / **7a**: 132564-67-1 / **7b**: 132564-68-2 / **8a**: 132564-69-3 / **8b**: 132564-70-6 / **9a**: 132564-71-7 / **9b**: 132564-72-8 / **10a**: 132564-73-9 / **10b**: 132564-74-0 / **11a**: 132564-75-1 / **11b**: 132564-76-2

- C. T. Ratcliffe, J. M. Shreeve, *J. Am. Chem. Soc.* **90** (1968) 5403.
- D. Sianesi, G. C. Bernardi, G. Moggi, *Tetrahedron Lett.* **1970**, 1313.
- ^{3a)} D. T. Sauer, J. M. Shreeve, *Inorg. Chem.* **10** (1971) 358. — ^{3b)} W. A. Sheppard, Sh. S. Foster, *J. Fluorine Chem.* **2** (1972) 53.
- M. Kramar, L. C. Duncan, *Inorg. Chem.* **10** (1971) 647.
- R. Minkwitz, A. Werner, *J. Fluorine Chem.* **39** (1988) 141.
- F. Pauer, M. Erhart, R. Mews, D. Stalke, *Z. Naturforsch., Teil B*, **45** (1990) 271.
- ^{7a)} A. Waterfeld, R. Mews, *J. Fluorine Chem.* **23** (1983) 325. — ^{7b)} Vgl. L. A. Shimp, R. J. Lagow, *Inorg. Chem.* **16** (1977) 2974 u. A. F. Clifford, H. K. El Shamy, H. J. Emeleus, R. N. Hasteldine, *J. Chem. Soc.* **1953**, 2372.
- D. Viets, A. Waterfeld, R. Mews, *J. Fluorine Chem.* **45** (1989) 78.
- W. Heilmann, R. Mews, H. Oberhammer, *J. Fluorine Chem.* **39** (1988) 261.
- ^{10a)} W. Sundermeyer, M. Witz, *J. Fluorine Chem.* **26** (1984) 359. — ^{10b)} W. Sundermeyer, M. Witz, H. Pritzkow, R. Henn, *J. Fluorine Chem.* **45** (1989) 225. — ^{10c)} D. Schomburg, Q. Mir, J. M. Shreeve, *J. Am. Chem. Soc.* **103** (1981) 406.
- ^{11a)} Z. B. F. M. Tesky, R. Mews, B. Krebs, *Z. Naturforsch., Teil B*, **36** (1981) 1465, und dort zitierte Literatur. — ^{11b)} H. Oberhammer, A. Waterfeld, R. Mews, *Inorg. Chem.* **23** (1984) 415.
- Gmelins Handbook of Inorganic Chemistry, Sulfur Nitrogen Compounds*, Teil 2, 8. Aufl., S. 1 ff., Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1985.
- Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55247, der Autorennamen und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- M. Erhart, R. Mews, F. Pauer, D. Stalke, G. M. Sheldrick, *Chem. Ber.* **124** (1991) 31.
- S. P. v. Halasz, O. Glemser, *Chem. Ber.* **104** (1971) 1256.
- R. O. Sauer, *J. Am. Chem. Soc.* **66** (1944) 1707.
- O. Mjörne, *Sven. Kem. Tidskr.* **62** (1950) 120.

[400/90]