

### Kurze Mitteilung über SF<sub>4</sub> und S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>F<sub>2</sub>.

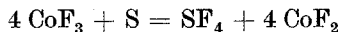
Von

Werner Schmidt\*.

(Eingelangt am 7. Januar 1954.)

Die vor einiger Zeit erfolgte Veröffentlichung von *E. Hayek* und *W. Koller*<sup>1</sup> über das „Pyrosulfurylfluorid“ veranlaßt mich, im folgenden in kurzer Form über einige Arbeiten zu berichten, die ich unter anderem in den Jahren 1937/38 im Forschungsinstitut von *Otto Ruff* an der Technischen Hochschule Breslau durchführte. Eine Veröffentlichung der Arbeitsergebnisse durfte zu damaliger Zeit nicht erfolgen, so daß ich auch nicht mehr im Besitz irgendwelcher Unterlagen bin. Meinem hochverehrten Lehrer *Otto Ruff* möchte ich an dieser Stelle für die Förderung dieser Arbeiten meinen besten Dank aussprechen.

Über das Schwefeltetrafluorid SF<sub>4</sub> waren zu dieser Zeit aus demselben Institut schon zwei Arbeiten<sup>2,3</sup> veröffentlicht worden. In beiden Fällen erfolgte die Darstellung des SF<sub>4</sub> nach folgender Umsetzungsgleichung:



und führte zur gleichzeitigen Bildung von SF<sub>6</sub> (bis zu 6%) und niederer Schwefelfluoride, wie SF<sub>2</sub> und S<sub>2</sub>F<sub>2</sub>.

Ich setzte dagegen S<sub>2</sub>Br<sub>2</sub> mit JF<sub>5</sub> in einer V 2 A-Stahlbombe um, und erhielt zunächst ein orangegelb gefärbtes Produkt, welches sich in

\* Berlin-Lichterfelde-West, Holbeinstr. 54 e.

<sup>1</sup> Mh. Chem. 82, 942 (1951).

<sup>2</sup> *J. Fischer* und *W. Jaenckner*, Angew. Chem. 42, 810 (1929).

<sup>3</sup> Dissertation *W. Luchsinger*, T. H. Breslau (1936).

einer mit Kupferspänen gefüllten Kupferbombe vollkommen entfärben ließ. Dieses Produkt erwies sich durch Molgewichtsbestimmung mittels Gasdichtemessung und Analyse als reines Schwefeltetrafluorid. Zur Analyse wurde es mit Natronlauge hydrolysiert und nach Oxydation mit Perhydrol Sulfat und Fluor durch Fällung bestimmt. Dieses Verfahren führt nach meinen damaligen Feststellungen ausschließlich zur Bildung von Tetrafluorid.

Das zu dieser Zeit noch unbekanntes Pyrosulfurylfluorid  $S_2O_5F_2$  konnte ich durch Umsetzung von  $SO_3$  mit  $JF_5$  in einer V 2 A-Stahlbombe erhalten. Aus dem Reaktionsgemisch ließ sich das  $S_2O_5F_2$  ohne Zersetzung bei Atmosphärendruck in einer Quarzapparatur abdestillieren. Durch Molgewichtsbestimmung und Analyse — nach erfolgter Hydrolyse mit Natronlauge — wurde das Vorliegen des gesuchten Fluorides  $S_2O_5F_2$  sichergestellt. Hayek und Koller<sup>1</sup> stellten vor einiger Zeit, unabhängig davon, dieselbe Verbindung durch Umsetzung von  $SO_3$  mit  $SbF_5$  her.

Vor dieser zum Erfolg führenden Umsetzung hatte ich versucht, durch Fluorierung von  $S_2O_5Cl_2$  mit  $JF_5$  zum Ziel zu gelangen. Unter den damals gewählten Reaktionsbedingungen erhielt ich das gewünschte Fluorid nicht. Es war offenbar eine Spaltung des  $S_2O_5Cl_2$ -Moleküls und die Bildung eines Gemisches von  $SO_2F_2$  und  $SO_2ClF$  eingetreten.

**Zur Chemie von Polyhalocyclohexanen. Mitteilung XXXI:  
1,1,4,4-Tetrachlor-cyclohexan vom Schmp. 125 bis 126°  
(1ep4ep) und 1,1,2,2,4,5-Hexachlor-cyclohexan vom  
Schmp. 109 bis 110° (1ep2ep4e5e).**

Von

**Randolph Riemschneider und Dietmar Lamparsky.**

Aus der Freien Universität Berlin-Dahlem<sup>2</sup>.

(Eingelangt am 18. Februar 1954.)

Es werden die Konstitution und die Konfiguration des Tetrachlorcyclohexans vom Schmp. 125 bis 126° und des Hexachlorcyclohexans vom Schmp. 109 bis 110° bestimmt.

Auf Grund des uns zur Zeit vorliegenden Versuchsmaterials befinden sich die Chloratome des bei 125 bis 126° schmelzenden Tetrachlorcyclohexans (I) in 1,1,4,4-Stellung. Das Hexachlor-cyclohexan vom Schmp. 109

<sup>1</sup> Mitt. XXX: Österr. Chem.-Ztg. 55, 102 (1954).

<sup>2</sup> Anschrift für den Schriftverkehr: Dozent Dr. R. Riemschneider, Berlin-Charlottenburg 9, Bolivarallee 8.