

Tetrafluoro-cyclodisilthian

Kurze Mitteilung

Von

V. Gutmann, P. Heilmayer und K. Utvary

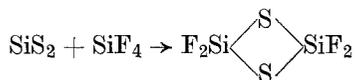
Aus dem Institut für Anorganische und Allgemeine Chemie der Technischen Hochschule Wien

Mit 1 Abbildung

(Eingegangen am 12. Juli 1961)

Aus Siliciumdisulfid und Silicium(IV)-fluorid wird Tetrafluoro-cyclodisilthian erhalten, welches langsam in die Ausgangsprodukte zerfällt.

Silicium(IV)-fluorid reagiert mit Siliciumdioxid zu Fluorsiloxanen¹, hauptsächlich zu $F_3SiOSiF_3$. Wie im folgenden gezeigt wird, liefert die Umsetzung des Silicium(IV)-fluorids mit Siliciumdisulfid bei 1000° das Tetrafluoro-cyclodisilthian $F_2SiS_2SiF_2$,



welches bei -18° siedet und bei -80° schmilzt. Der Dampfdruck (Abb. 1) läßt sich zwischen Schmelz- und Siedepunkt durch die Gleichung

$$\log p = 9,224 - 1,616 \cdot 10^3 \cdot 1/T$$

wiedergeben, woraus sich die Verdampfungswärme zu 7,4 kcal/Mol ergibt.

Die Verbindung zerfällt langsam in die Ausgangsprodukte, wie auch vom analogen Tetrachloro-cyclodisilthian^{2, 3, 4} bekannt ist. Dementsprechend enthält das Gas stets geringe Mengen SiF_4 .

¹ J. Goubeau und H. Grosse-Ruyken, Z. anorg. allg. Chem. **264**, 230 (1951).

² D. J. Panckhurst, C. J. Wilkins und P. W. Craighead, J. chem. Soc. [London] **1955**, 3395.

³ J. Goubeau und W. D. Hiersemann, Z. anorg. allg. Chem. **290**, 292 (1957).

⁴ M. Y. Etienne, Bull. Soc. chim. France **1953**, 791.

Experimenteller Teil

Siliciumdisulfid wurde nach *Tiede* und *Thimann*⁵ aus Aluminiumsulfid und Siliciumdioxid im Silitstabofen gewonnen. Silicium(IV)-fluorid wurde aus Na_2SiF_6 und H_2SO_4 hergestellt und entsprechend gereinigt⁶.

Die Umsetzungen erfolgten in einer Kreislaufapparatur, in der SiF_4 über in einem Quarzrohr auf 1000° erhitztes SiS_2 geleitet wurde. In den Kühlfallen sammelt sich $\text{F}_2\text{SiS}_2\text{SiF}_2$ und SiS_2 ; letzteres entstand offenbar durch teilweisen Zerfall des Reaktionsproduktes. Dieses wurde durch fraktionierte Kondensation, vor allem von SiF_4 , gereinigt und Molgewicht sowie Dampfdruckkurve bestimmt (MG gefunden: 191,6, 192,7, 192,4; ber. für $\text{F}_4\text{S}_2\text{Si}_2$: 196,2). Innerhalb von 14 Tagen sank das Molgewicht auf 183, entsprechend einem Gehalt von 14,3% SiF_4 .

Zur Analyse wurde mit NaOH zersetzt, S nach Oxydation mit Brom in alkalischer Lösung als Sulfat bestimmt und F als CaF_2 ausgefällt. Im Filtrat wurde SiO_2 abgeschieden, verglüht und als SiF_4 abgeraucht.

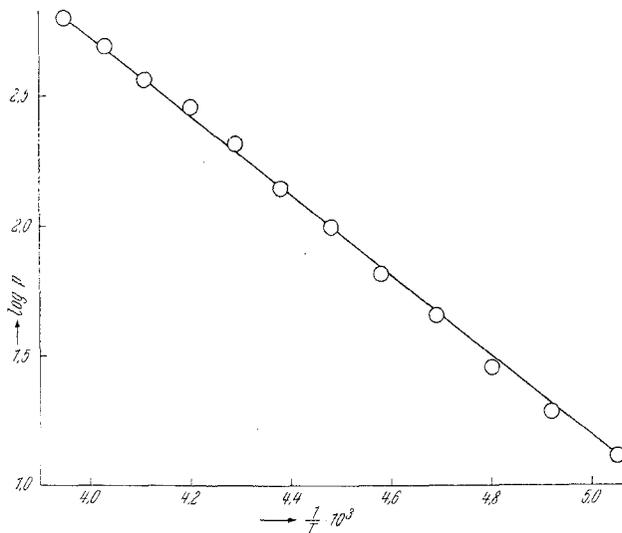


Abb. 1. Dampfdruckkurve des Tetrafluoro-cyclodisilthians

Tabelle 1. Analytische Ergebnisse

Gefunden	Berechnet für $\text{F}_4\text{S}_2\text{Si}_2$	Berechnet für 95,6% $\text{F}_4\text{S}_2\text{Si}_2$ + 4,4% SiF_4
% S 29,9, 29,4	32,7	31,2
% Si 27,4, 25,8	28,6	28,5
% F 41,2, 42,2	38,7	40,2
Molgew. (Mittelw.) 192,2	196,2	192,2

Für die Unterstützung der Untersuchung danken wir den Österreichischen Stickstoffwerken A. G., Linz-Donau.

⁵ *E. Tiede* und *H. Thimann*, Ber. dtsch. chem. Ges. **59**, 1703 (1926).

⁶ *V. Gutmann*, *P. Heilmayer* und *K. Utvary*, Mh. Chem. **92**, 322 (1961).