

Synthese von Bis(sulfinylamido)selen OSN–Se–NSO

Alois Haas* und Jörg Kasproski

Abstract: $\text{Se}(\text{NSO})_2$ is formed in good yields from Se_2Cl_2 and $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSO}$ dissolved in dichloromethane or hexamethyldisiloxane. Structural, spectroscopic, and physical data for the new selenium pseudohalide are presented.

Seit der ersten Herstellung von Bis(sulfinylamido)schwefel im Jahre 1953^[1] hat die Chemie dieser siebenatomigen Verbindung aus Elementen der 5. und 6. Hauptgruppe zu einer Reihe interessanter Derivate geführt^[1-6]. Auch das homologe Bis(sulfinylamido)selen erscheint als Ausgangsverbindung vielversprechend.

$\text{Se}(\text{NSO})_2$ entsteht neben $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ und elementarem Selen bei der Umsetzung von Se_2Cl_2 mit $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSO}$ ^[7] in Dichlormethan oder Hexamethyldisiloxan in hoher

Ausbeute. In geringeren Ausbeuten bildet es sich auch bei den Umsetzungen von SeOCl_2 oder SeCl_4 mit $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSO}$.

$\text{Se}(\text{NSO})_2$ ist ein gelber, kristalliner Festkörper, der bei $22^\circ\text{C}/10^{-3}$ Torr sublimiert und bei $122\text{--}123^\circ\text{C}$ schmilzt. An Luft zersetzt sich $\text{Se}(\text{NSO})_2$ spontan, in wasserfreier Argonatmosphäre ist es unbegrenzt haltbar. Wie die Röntgen-Strukturanalyse^[8] ergab, betragen im planaren, gewinkelten Molekül die zentralen Atomabstände $d(\text{Se-N}) = 1.827 \text{ \AA}$ und der Bindungswinkel $\angle(\text{N-Se-N}) = 92.0^\circ$. Die weiteren Abstände entsprechen den bei anderen OSN-Verbindungen ermittelten^[9]. In polaren organischen Lösungsmitteln (Aceton, CH_2Cl_2 , CHCl_3) ist die neue Verbindung gut löslich.

Zusammensetzung und Struktur von $\text{Se}(\text{NSO})_2$ werden durch Elementaranalyse, Massenspektrum und IR- sowie ^{77}Se -NMR-Spektrum bestätigt.

Arbeitsvorschrift:

Zur Lösung von 1.78 g (7.8 mmol) Se_2Cl_2 in 20–30 mL CH_2Cl_2 (100mL-Glasbombe mit Teflonventil) werden 2.20 g (16.2 mmol) $(\text{CH}_3)_3\text{SiNSO}$ kondensiert. Das Gemisch wird bei 22°C (24 h) gerührt. Nach Abtrennen von CH_2Cl_2 und $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ wird der Rückstand bei $22^\circ\text{C}/10^{-3}$ Torr sublimiert. Ausbeute: 1.10 g (69.2%). Verwendet man als Lösungsmittel $[(\text{CH}_3)_3\text{Si}]_2\text{O}$, kann die Ausbeute auf 80–85% gesteigert werden.

Eingegangen am 20. Juli 1987 [FC 115]

* Korrespondenz: Prof. Dr. A. Haas
Lehrstuhl für Anorganische Chemie II
Ruhr-Universität Bochum
Postfach 10 21 48, D-4630 Bochum 1
(Bundesrepublik Deutschland)

- [1] M. Becke-Goehring, J. Heinke, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 272 (1953) 297.
- [2] M. Becke-Goehring, H. Hohenschutz, J. Ebert. *Z. Anorg. Allg. Chem.* 276 (1954) 47.
- [3] M. Becke-Goehring, G. Magin, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 340 (1965) 126.
- [4] D. Schläfer, M. Becke-Goehring, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 362 (1968) 1.
- [5] H. W. Roesky, *Angew. Chem.* 84 (1972) 685; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 11 (1972) 642.
- [6] H. W. Roesky, J. Anhaus, W. S. Sheldrick, *Inorg. Chem.* 23 (1984) 75.
- [7] J. F. Davis, L. D. Spicer, *Inorg. Chem.* 19 (1980) 2191.
- [8] K. Angermund, C. Krüger, unveröffentlichte Ergebnisse.
- [9] R. Steudel, J. Steidel, N. Rautenberg, *Z. Naturforsch. B 35* (1980) 792.