

Tetraschwefeltetranitrid			S4N4		
4S	+	6Cl <sub>2</sub>	+	16NH <sub>3</sub>	= S4N4 + 12NH <sub>4</sub> Cl
128,26		425,44		272,49	184,28      641,90

Die nach der angegebenen Bruttogleichung verlaufende stark exotherme Reaktion wird so durchgeführt, daß man in einer inerten organischen Flüssigkeit NH<sub>3</sub> auf eine Lösung von Cl<sub>2</sub> in S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> bestimmter Konzentration einwirken läßt. Die Umsetzung wird durchgeführt in einem 6 l-Dreihalskolben mit einem weiten, möglichst tief in den Kolben eintauchenden Einleitungsrohr, das oben mit einem T-förmigen Ansatzstück versehen ist, durch welches man einen Draht einführen kann, falls sich das Einleitungsrohr verstopft. Das Einleitungsrohr ist über einen Strömungsmesser, ein Überdruckventil und ein langes, mit KOH gefülltes Rohr mit einer NH<sub>3</sub>-Bombe verbunden. Der Kolben ist ferner mit einem kräftigen Rührer und mit einem Rückflußkühler, der ein mit KOH gefülltes Trockenrohr trägt, versehen. Man beschickt den Kolben mit 4 l über P<sub>4</sub>O<sub>10</sub> getrocknetem CCl<sub>4</sub> und 250 ml S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. In diese Lösung wird zunächst bei Zimmertemperatur bis zur Sättigung Cl<sub>2</sub>, dann NH<sub>3</sub> mit kräftigem Strom (etwa 50 l/h) unter lebhaftem Rühren eingeleitet. Hierbei darf die Reaktionstemperatur 30-50 °C nicht übersteigen; gegebenenfalls muß mit Eiswasser gekühlt werden.

Bei der Umsetzung entsteht rasch ein dicker, rotbrauner Brei, der allmählich grau-grün wird, sich nach 3-4 h wieder aufhellt und nach etwa 6 h eine lachsrote Färbung annimmt. Zu diesem Zeitpunkt hört man auf, NH<sub>3</sub> einzuleiten. Der Niederschlag wird auf einer großen Nutsche abgesaugt, 15 min lang mit 3 l Wasser gut durchgeschüttelt, wieder auf einer Fritte gesammelt, auf Toritellern getrocknet und mit 750 ml Äther etwa 1 h lang in einer 1 l-Pulverflasche wiederum geschüttelt, um das neben dem S<sub>4</sub>N<sub>4</sub> entstandene S<sub>7</sub>NH zu lösen. Nach Filtration und Auswaschen mit Äther wird der Rückstand in ein Extraktionsrohr gefüllt und mit trockenem Dioxan von Zimmertemperatur behandelt, bis das Elut nur noch schwach orangegelb gefärbt ist. Die Dioxanlösung engt man im Vakuum vorsichtig ein. Der braunrote Rückstand wird mit heißem Benzol aufgenommen, aus dem beim Abkühlen S<sub>4</sub>N<sub>4</sub> in orangeroten Nadeln auskristallisiert. Die Substanz kann zur weiteren Reinigung im Hochvakuum bei einer Badtemperatur von etwa 100 °C sublimiert werden. Die Ausbeute ist schwankend; im allgemeinen beträgt sie etwa 100 g. Bei allen Operationen muß man beachten, daß S<sub>4</sub>N<sub>4</sub> durch Schlag oder bei Temperaturen oberhalb 100 °C unter Detonation zerfallen kann.

Andere Darstellungsmöglichkeit:

Umsetzung von LiN<sub>3</sub> mit S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> in einem indifferenten Lösungsmittel (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>, CCl<sub>4</sub>, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) [O. Glemser, A. Haas u. H. Reinke, Z. Naturforschg. 20b r 806 (1965)].

Eigenschaften:

S<sub>4</sub>N<sub>4</sub> ist bei gewöhnlicher Temperatur hellorangegelb und fest; bei -30 °C wird es hellgelb, bei Erwärmen auf 100 °C orangerot. F. 178 °C; Kp. ca. 185 °C; bei weiterem Erhitzen tritt explosionsartige Zersetzung ein. D 2,22. Unlöslich in Wasser; gut löslich in vielen organischen Lösungsmitteln wie Benzol, CS<sub>2</sub> und Dioxan; in Alkohol und Äther nur mäßig löslich. Kristallisiert monoklin.

Literatur

M. Goehring, Scientia Chimica 9, Ergebnisse und Probleme der Chemie der Schwefel-Stickstoffverbindungen, Akademie-Verlag, Berlin 1957, S. 144, 3 u. 17