

Synthese von Tris- und Tetrakis(pentafluorethyl)silanen**

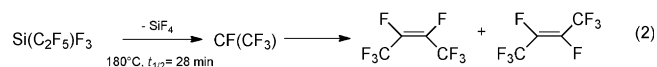
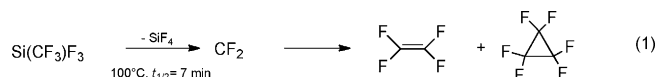
Simon Steinhauer, Julia Bader, Hans-Georg Stammer, Nikolai Ignat'ev und Berthold Hoge*

Professor Gerd-Volker Röschenthaler zum 70. Geburtstag gewidmet

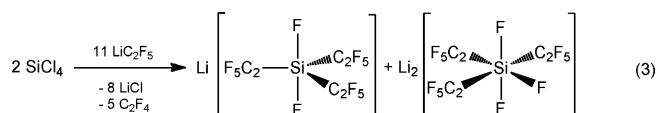
Abstract: Die Synthese und vollständige Charakterisierung von funktionellen und stark Lewis-sauren Tris(pentafluorethyl)silanen wird beschrieben. Die Tetrakis(perfluoralkyl)silane $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ und $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CF}_3$ sind durch direkte Fluorierung zugänglich. Die Reaktion von SiCl_4 mit LiC_2F_5 führt nur zu (Pentafluorethyl)fluorosilicaten. Um die Silicatbildung durch Fluoridübertragung aus LiC_2F_5 zu unterbinden, muss die Lewis-Acidität des Silans durch eine elektronenschiebende Gruppe, z. B. eine Diethylaminogruppe, vermindert werden. $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{NEt}_2$ erweist sich als eine nützliche Ausgangsverbindung für die Synthese weiterer Tris(pentafluorethyl)silane.

Die thermische Stabilität von Trifluormethylsilanen hängt stark von der Natur der weiteren Substituenten ab. Die Verbindungen zersetzen sich wegen der hohen Fluorophilie des Siliciums über CF_2 -Eliminierung unter Bildung von Si-F-Bindungen. Das Ruppert-Prakash-Reagens, $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{Me}$, ist ein recht stabiles und vielseitiges Reagens für die Einführung von Trifluormethylgruppen in organische und anorganische Verbindungen.^[1] Die Zersetzungstemperaturen von Trifluormethylsilanen nehmen mit dem zunehmenden Elektronenzug der anderen Substituenten ab. Wegen der hohen Gruppenelktronegativität der CF_3 -Gruppe sind Silane mit mehr als einem CF_3 -Baustein hochempfindlich. So konnte z. B. $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{NEt}_2$ bei tiefen Temperaturen generiert und eindeutig charakterisiert, aber wegen seiner thermischen Instabilität nicht isoliert werden.^[2] 2012 wurde über die Synthese von $\text{Si}(\text{CF}_3)_4$ aus CF_3H , Kaliumhexamethyldisilazid und SiCl_4 bei tiefen Temperaturen berichtet.^[3] Die Komplexität des Reaktionsgemisches und die Thermolabilität dieser Verbindung verhinderten allerdings ihre eindeutige Charakterisierung und Isolierung. Sharp und Coyle beschreiben das unterschiedliche Zersetzungsverhalten von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_3$ und $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{F}_3$, wobei sich die Pentafluorethylverbindung als stabiler erweist [Gl. (1) und (2)].^[4] Diese Beobachtung wirft die

Frage nach thermisch stabilen und isolierbaren Tris- und Tetrakis(pentafluorethyl)silanen auf.

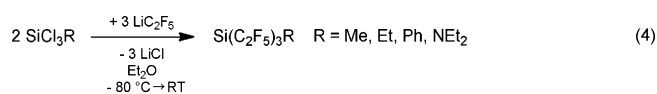


Kürzlich gelang uns die Synthese der (Perfluoralkyl)fluorosilicate $[\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2]^-$ und $[\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_3]^{2-}$ durch die Reaktion von SiCl_4 mit LiC_2F_5 [Gl. (3)].^[5] Bei der Bildung



dieser Silicate werden sowohl C_2F_5 -Gruppen als auch Fluoridionen übertragen. Während der Reaktion wird zunächst $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{Cl}$ aus SiCl_4 und drei Äquivalenten LiC_2F_5 gebildet. Die folgende Reaktion des stark Lewis-sauren $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{Cl}$ mit LiC_2F_5 liefert $[\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2]^-$ und $[\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_3]^{2-}$ anstelle des gewünschten $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$. Die neutralen Pentafluorethylsilane sind im Rahmen dieser Reaktion nur Primärprodukte und präparativ nicht durch Reaktion von SiCl_4 mit unterschiedlichen Mengen an LiC_2F_5 zugänglich. Offensichtlich ist für die Synthese von neutralen Tris(pentafluorethyl)silanen ausgehend von Chlorsilanen und LiC_2F_5 die Vermeidung der Silicatbildung unerlässlich. Dies kann durch eine Verminderung der Lewis-Acidität des Silans mithilfe elektronenschiebender Alkyl-, Aryl- oder Aminosubstituenten geschehen.

Die Umsetzung von Alkyl-, Aryl- und Aminosilansilanen mit drei Äquivalenten LiC_2F_5 liefert die entsprechenden Tris(pentafluorethyl)silane als farblose und bei Raumtemperatur stabile Flüssigkeiten [Gl. (4)].^[6] Während $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{NEt}_2$ als thermisch sehr empfindliche Verbindung beschrieben wurde, zersetzt sich $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{NEt}_2$ auch bei zweistündigem Erhitzen auf 180°C nicht.



[*] S. Steinhauer, Dr. J. Bader, Dr. H.-G. Stammer, Prof. Dr. B. Hoge
Fakultät für Chemie, Centrum für Molekulare Materialien
Universität Bielefeld
Universitätsstraße 25, 33615 Bielefeld (Deutschland)
E-Mail: b.hoge@uni-bielefeld.de

Dr. N. Ignat'ev
Merck KGaA, PM-ABE
Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Deutschland)

[**] Der Merck KGaA (Darmstadt) danken wir für die finanzielle Unterstützung und der Firma Solvay GmbH (Hannover) für die Bereitstellung von Chemikalien. Wir möchten Prof. Dr. L. Weber für hilfreiche Diskussionen danken.

Hintergrundinformationen zu diesem Beitrag sind im WWW unter <http://dx.doi.org/10.1002/ange.201400291> zu finden.

Die Reaktion von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{NEt}_2$ mit gasförmigem HCl oder HBr führt in guter Ausbeute zu den entsprechenden Chlor- bzw. Bromsilanen [Gl. (5)].^[4] Wegen der ausgeprägt hohen Lewis-Acidität von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ bildet sich bei der Umsetzung von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{NEt}_2$ mit wasserfreiem HF das Salz $[\text{NEt}_2\text{H}_2][\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2]$ [Gl. (6)]. Allerdings reagieren reines $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{Cl}$ oder $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{Br}$ mit SbF_3 unter Bildung von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ [Gl. (7)], das als farblose Flüssigkeit mit einem Schmelzpunkt von -110°C erhalten wird. Ein verzwilligter Kristall konnte durch In-situ-Kristallisation in einer Kapillare erhalten werden. Hierzu wurde etwas unterhalb des Schmelzpunktes ein geeigneter Keim erzeugt und anschließend langsam auf -173°C abgekühlt. Das Fluorsilan, $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$, kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/n$ (Abbildung 1).

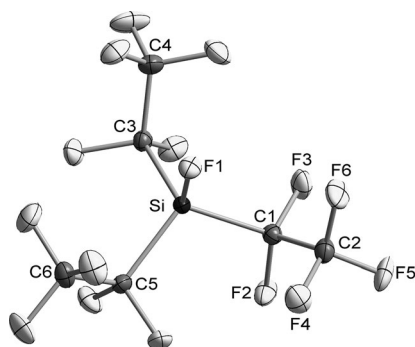
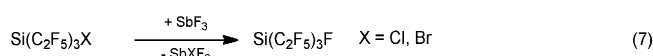
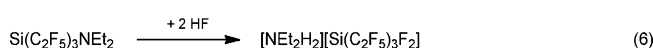
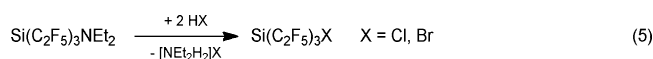


Abbildung 1. Molekülstruktur von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ im Kristall (Ellipsoide entsprechen 50% Wahrscheinlichkeit). Ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel $^\circ$: Si–F1 156.7(1), Si–C1 192.9(1), Si–C3 193.0(2), Si–C5 192.4(2), C1–F2 135.9(2), C1–F3 136.0(2), C2–F4 132.7(2), C2–F5 132.5(2), C2–F6 132.3(2); F1–Si–C1 108.4(1), F1–Si–C3 108.8(1), F1–Si–C5 108.5(1), C1–Si–C3 109.9(1), C1–Si–C5 110.2(1), C5–Si–C3 111.0(1); F1–Si–C3–C4 19.9(3), F1–Si–C1–C2 29.1(3), F1–Si–C5–C6 32.8(3).



Der Si–F-Abstand ist mit 156.7(1) pm gut vergleichbar mit den entsprechenden Werten in $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ ($d(\text{Si–F}) = 158.5(1) \text{ pm}^{[7]}$) und SiF_4 ($d(\text{Si–F}) = 156(1) \text{ pm}^{[8]}$). Die F–Si–C-Winkel sind etwas spitzer als die C–Si–C-Winkel. Die C–F-Bindungen der CF_2 -Gruppe sind gegenüber jenen der CF_3 -Gruppe leicht verlängert (CF_2 : $d_\theta(\text{C–F}) = 135.9(2) \text{ pm}$, CF_3 : $d_\theta(\text{C–F}) = 132.5(6) \text{ pm}$). Die verschiedenen Diederwinkel F1–Si–C–C zeigen eine Abweichung von lokaler C_3 -Symmetrie an ($19.9(1)^\circ$, $29.1(1)^\circ$ und $32.8(1)^\circ$).

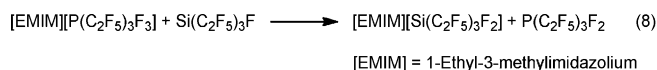
Die hohe Lewis-Acidität von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ zeigt sich im Reaktionsverhalten gegenüber $[\text{P}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_3]^-$ -Salzen, wobei das Phosphoran, $\text{P}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2$, und ionische Flüssigkeiten mit dem $[\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2]^-$ -Anion entstehen [Gl. (8)].^[4] In Tabelle 1

Tabelle 1: FIAs einiger Lewis-Säuren (B3LYP/6-311 + + G(2d)).^[10]

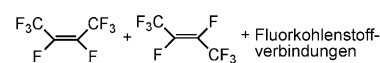
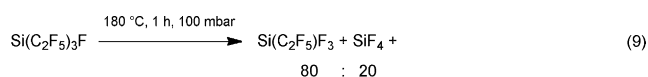
Lewis-Säure	FIA [kJ mol^{-1}] ^[a]
$\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$	420.0
AsF_5	416.5
$\text{P}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}_2$	389.3
PF_5	357.1
SiF_4	299.3

[a] $\text{FIA} = -\Delta_r G^\ominus$.

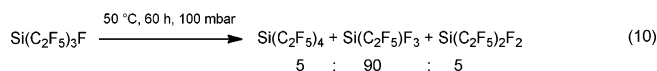
sind zum Vergleich einige berechnete Fluoridionenaffinitäten (FIAs) aufgeführt.^[9] Nach diesen Rechnungen ist die Lewis-Acidität von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ mit der von AsF_5 vergleichbar.



In Übereinstimmung mit den Befunden von Sharp und Coyle führt einstündiges Erhitzen von gasförmigem $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ auf 180°C zur Zersetzung der meisten C_2F_5 -Gruppen durch Eliminierung von $\text{CF}(\text{CF}_3)$. Das erhaltene Reaktionsgemisch enthält $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$, SiF_4 , *cis*- und *trans*-Perfluorbut-2-en sowie einige weitere Fluorkohlenstoff-Verbindungen [Gl. (9)].

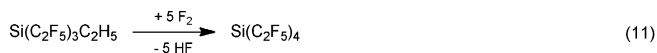


Die Thermolyse von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ bei 50°C über 60 h verläuft anders. Von *cis*- und *trans*-Perfluorbut-2-en sind nur Spuren im Reaktionsgemisch nachzuweisen; stattdessen entstehen $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_2\text{F}_2$ und $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ durch Substituentenaustausch [Gl. (10)]. Aus diesem überraschenden Ergebnis lässt



sich auf eine unerwartet hohe thermische Stabilität für $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ schließen. Da $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ nicht durch die Reaktion von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{Cl}$ und LiC_2F_5 zugänglich ist, wurde eine andere Synthesestrategie entwickelt. Die Reaktion von SiMe_4 und Si_2Me_6 mit elementarem Fluor wurde von Lagow und Mitarbeitern untersucht.^[11] Die Direktfluorierung von Methylsilanen führt zu SiF_4 , Fluorkohlenstoffverbindungen und nur teilfluorierten Methylsilanen, die als pyrophore, explosive Verbindungen beschrieben werden. Dieser Befund ist nicht notwendigerweise auf die Instabilität von Si–C-Bindungen gegenüber elementarem Fluor zurückzuführen, da die erwarteten Produkte $\text{Si}(\text{CF}_3)_4$ und $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{F}$ thermisch sehr empfindlich sind und sich vermutlich spontan zersetzen.

Daher haben wir die Direktfluorierung von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{C}_2\text{H}_5$ untersucht [Gl. (11)]. Die Gasphasenreaktion von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{C}_2\text{H}_5$ mit fünf Äquivalenten elementarem Fluor ergibt ein Gemisch aus $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_2\text{F}_2$, SiF_4 , HF und C_2F_6 . Nach isothermer Destillation wird $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ in 30 % Ausbeute gewonnen.



Das ^{29}Si -NMR-Spektrum von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ zeigt ein Nonett bei $\delta = -35.2$ mit einer erwarteten $^2J(\text{Si},\text{F})$ -Kopplung von 39 Hz (Abbildung 2). Ein Einkristall wurde durch In-situ-

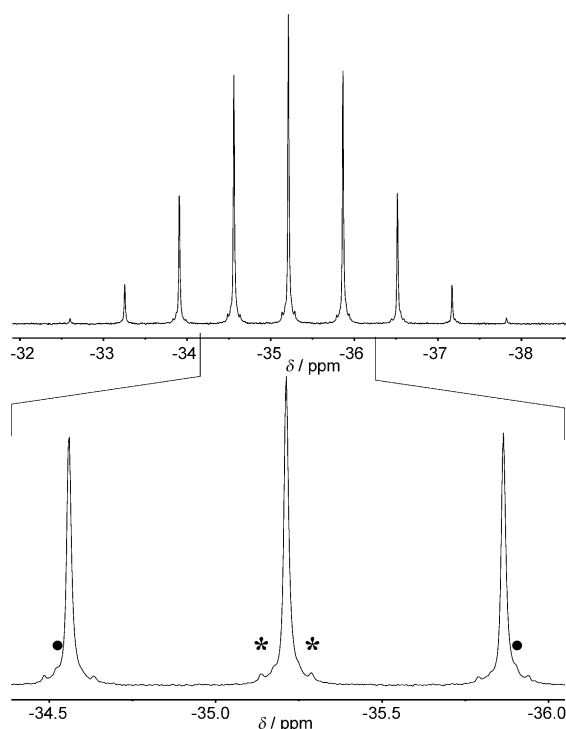


Abbildung 2. Oben: ^{29}Si -NMR-Spektrum von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ als Reinsubstanz mit $[\text{D}_6]\text{Aceton}$ als externer Lock-Substanz. Unten: ^{13}C -Satelliten des zentralen Teils des Nonetts ($^1J(\text{Si},\text{C}) = 82 \text{ Hz}$ (●), $^2J(\text{Si},\text{C}) = 8 \text{ Hz}$ (*)).

Kristallisation kurz unterhalb des Schmelzpunktes von -82°C erhalten. $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ (Abbildung 3) mit zwei annähernd kongruenten Molekülen pro asymmetrische Einheit. In der Folge wird die Diskussion nur auf eines der beiden Moleküle beschränkt.^[12] Die Geometrie am Siliciumatom weicht stark von der Tetraedersymmetrie ab, wie an zwei kleineren C-Si-C-Winkeln von etwa 102° (C3-Si-C5 und C7-Si-C1) und 113° für die verbleibenden Winkel zu erkennen ist. Wie in $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ beobachtet, sind die C-F-Abstände der CF_2 -Gruppe gegenüber jenen in der CF_3 -Gruppe leicht vergrößert (CF_2 : $d_0(\text{C}-\text{F}) = 136.4(3) \text{ pm}$; CF_3 : $d_0(\text{C}-\text{F}) = 133.0(3) \text{ pm}$).

Nach unserem Kenntnisstand ist dies die erste Synthese eines Tetrakis(perfluoralkyl)silans durch direkte Fluorierung. Größere Mengen von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ konnten auch durch zwei-

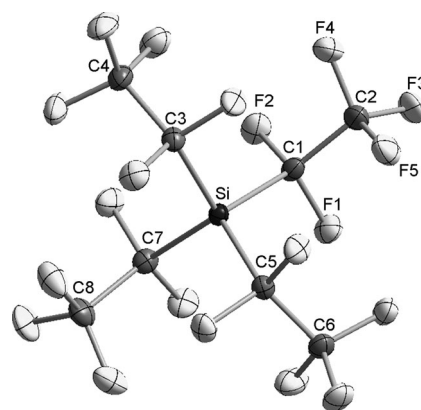
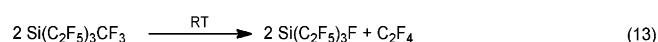
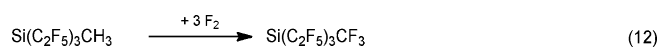


Abbildung 3. Molekülstruktur von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ im Kristall (Ellipsoide entsprechen 50 % Wahrscheinlichkeit). Ausgewählte Bindungslängen [pm] und -winkel $^\circ$: Si–C1 194.2(1), Si–C3 194.5(1), Si–C5 194.7(1), Si–C7 194.4(1), C1–F1 136.8(2), C1–F2 136.3(1), C2–F3 132.7(2), C2–F4 133.1(2), C2–F5 133.6(2); C1–Si–C3 112.1(1), C1–Si–C5 113.4(1), C1–Si–C7 103.0(1), C3–Si–C5 102.4(1), C7–Si–C3 113.5(1), C7–Si–C5 112.8(1).

wöchige Thermolyse von flüssigem $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ bei 70°C und anschließende isotherme Destillation des Rohprodukts erhalten werden.

Der bemerkenswerte Unterschied in der thermischen Stabilität von Trifluormethyl- und (Pentafluorethyl)silanen kann durch die unterschiedliche Tendenz, das entsprechende Carben, CF_2 bzw. $\text{CF}(\text{CF}_3)$, zu eliminieren, erklärt werden. Es lag daher nahe, auch die Reaktion von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CH}_3$ mit elementarem Fluor zu untersuchen [Gl. (12)]. Nach isothermer Destillation des Reaktionsgemisches wird eine farblose Flüssigkeit erhalten, die $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CF}_3$ (40 %), $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ (54 %) und $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_2\text{F}_2$ (6 %) enthält. Nach 14 h bei Raumtemperatur haben sich 90 % der anfänglichen Menge an $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CF}_3$ zu $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ und C_2F_4 zersetzt [Gl. (13)].



Die Silicium-Kohlenstoff-Bindungen von Alkylsilanen werden offensichtlich bei einer Direktfluorierung in der Gasphase nicht angegriffen. Daher sind $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ und $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CF}_3$ durch Direktfluorierung von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{C}_2\text{H}_5$ bzw. $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)\text{CH}_3$ problemlos zugänglich. Diese beiden Verbindungen sind die ersten Beispiele für Tetrakis(perfluoralkyl)silane. Während sich $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ erst bei erhöhter Temperatur zersetzt, wird aus $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{CF}_3$ bereits bei Raumtemperatur Difluorcarben freigesetzt. Pentafluorethylsilicium-Verbindungen sind thermisch deutlich stabiler als die entsprechenden Trifluormethyl-derivate. $\text{Si}(\text{CF}_3)_3\text{NET}_2$ konnte wegen seiner Thermolabilität bisher nicht isoliert werden. Demgegenüber kann das Pentafluorethylsilicium-derivat $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{NET}_2$ unzersetzt auf 180°C erwärmt werden und ist in großem Maßstab durch die Reaktion von $\text{SiCl}_3\text{NET}_2$ mit LiC_2F_5 zugänglich. Durch die vielseitige Reaktivität der Sili-

cium-Stickstoff-Bindung repräsentiert diese Verbindung einen idealen Ausgangspunkt für die Synthese einer Reihe von weiteren Tris(pentafluorethyl)silanen.

Eingegangen am 10. Januar 2014,
veränderte Fassung am 6. Februar 2014
Online veröffentlicht am 1. April 2014

Stichwörter: Direktfluorierungen · Fluor · Lewis-Säuren · Silane

- [1] G. K. S. Prakash, A. K. Yudin, *Chem. Rev.* **1997**, 97, 757–786.
- [2] a) H. Beckers, Dissertation, Bergische Universität Wuppertal – Gesamthochschule, **1987**; b) H. Beckers, H. Bürger, R. Eujen, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1988**, 563, 38–47.
- [3] G. K. S. Prakash, P. V. Jog, P. T. D. Batamack, G. A. Olah, *Science* **2012**, 338, 1324–1327.
- [4] K. G. Sharp, T. D. Coyle, *Inorg. Chem.* **1972**, 11, 1259–1264.
- [5] a) S. Steinhauer, H.-G. Stammer, B. Neumann, N. Ignat'ev, B. Hoge, *Angew. Chem.* **2014**, 126, 573–575; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2014**, 53, 562–564; b) B. Hoge, S. Steinhauer, N. Ignatyev, M. Schulte (BASF SE), DE 102012006897 A1, **2012**.
- [6] B. Hoge, S. Steinhauer, N. Ignatyev, M. Schulte (Merck Patent GmbH), DE 102012006896 A1, **2012**.
- [7] A. D. Dilman, V. V. Levin, A. A. Korlyukov, P. A. Belyakov, M. I. Struchkova, M. Y. Antipin, V. A. Tartakovsky, *J. Organomet. Chem.* **2008**, 693, 1005–1019.
- [8] M. Atoji, W. N. Lipscomb, *Acta Crystallogr.* **1954**, 7, 597.
- [9] K. O. Christe, D. A. Dixon, D. McLemore, W. W. Wilson, J. A. Sheehy, J. A. Boat, *J. Fluorine Chem.* **2000**, 101, 151–153.
- [10] Gaussian 03 (Revision C.02), Gaussian, Inc., Wallingford CT, **2004**. Vollständiger Literaturverweis siehe Hintergrundinformationen.
- [11] a) R. E. Aikman, R. J. Lagow, *Inorg. Chem.* **1982**, 21, 524–526; b) E. K. S. Liu, R. J. Lagow, *J. Organomet. Chem.* **1978**, 145, 167–182.
- [12] Die Datenaufnahme für die Kristallstrukturbestimmung von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$ erfolgte auf einem Bruker-Nonius-KappaCCD-Diffraktometer und von $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$ auf einem Agilent-SuperNova-Diffraktometer mit EOS-Detektor bei 100(2) K mit $\text{Mo}_{\text{K}\alpha}$ -Strahlung ($\lambda = 71.073$ pm). Die Struktur wurde durch direkte Methoden gelöst und mit vollständiger Matrix nach der Methode der kleinsten Quadrate verfeinert (Programm SHELX-97: G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr. Sect. A* **2008**, 64, 112–122). Alle Atome wurden anisotrop verfeinert. Daten für $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$: farbloser Kristall, $M_r = 404.15$ g mol⁻¹, monokline Raumgruppe $P2_1/n$, $a = 858.3(1)$, $b = 1382.7(1)$, $c = 1061.7(1)$ pm, $\beta = 112.64(1)^\circ$, $V = 1162.9(2) \times 10^6$ pm³, $Z = 4$, $\rho_{\text{ber.}} = 2.308$ g cm⁻³, $F(000) = 776$; 11821 Reflexe bis $\theta = 25$ gemessen, 2048 unabhängige Reflexe, davon 9621 mit $I > 2\sigma(I)$, 209 Parameter. R -Werte: $R_1 = 0.0462$ für Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$, $wR_2 = 0.124$ für alle Daten. Daten für $\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$: farbloser Kristall, $M_r = 504.17$ g mol⁻¹, monokline Raumgruppe $P2_1/c$, $a = 1220.99(3)$, $b = 1232.30(3)$, $c = 2004.00(5)$ pm, $\beta = 91.144(2)^\circ$, $V = 3014.7(1) \times 10^6$ pm³, $Z = 8$, $\rho_{\text{ber.}} = 2.222$ g cm⁻³, $F(000) = 1936$; 50510 Reflexe bis $\theta = 30$ gemessen, 8822 unabhängige Reflexe, davon 6722 mit $I > 2\sigma(I)$, 523 Parameter. R -Werte: $R_1 = 0.0316$ für Reflexe mit $I > 2\sigma(I)$, $wR_2 = 0.076$ für alle Daten. CCDC 973139 ($\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_3\text{F}$) und 973140 ($\text{Si}(\text{C}_2\text{F}_5)_4$) enthalten die ausführlichen kristallographischen Daten zu dieser Veröffentlichung. Die Daten sind kostenlos beim Cambridge Crystallographic Data Centre über www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif erhältlich..