

Walter Ried und Steffen Piesch¹⁾

Äthinierungsreaktionen, XXIII^{2,3)}

Reaktionen am 11*H*-Dibenzo[*c.f*][1.2]diazepinon-(11)

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität Frankfurt am Main

(Eingegangen am 22. Juni 1965)

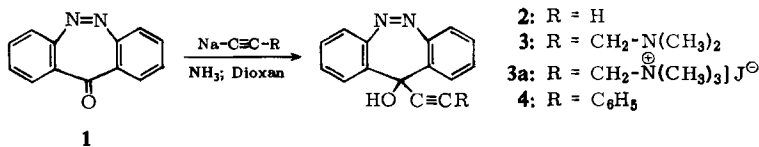
11*H*-Dibenzo[*c.f*][1.2]diazepinon-(11) (**1**) läßt sich in 11-Stellung äthinieren. Als Nebenprodukt entsteht Acridon. Das Äthinol lagert sich nach *Meyer-Schuster* zum ungesättigten Aldehyd um. Ketene addieren sich an die Azobrücke von **1** zu Vierringaddukten. **1** wird zur Hydrazoverbindung hydriert und diese mit Malonylchlorid zu einer azulenähnlichen Verbindung umgesetzt.

11*H*-Dibenzo[*c.f*][1.2]diazepinon-(11) (**1**) wurde erstmals von *Johns* und *Markham*⁴⁾ durch Reduktion von *o.o'*-Dinitro-benzophenon in 40-proz. Natronlauge/Methanol mit Glucose in 82-proz. Ausbeute dargestellt.

Andere Abkömmlinge dieses Ringsystems, jedoch keine Ketone, synthetisierten *Theilacker* und *Korndörfer*⁵⁾ sowie *Duval*⁶⁾. In jüngster Zeit erhielten *Catala* und *Popp*⁷⁾ eine Reihe von 3.8-Dihalogen-11*H*-dibenzo[*c.f*][1.2]diazepinonen-(11) in guten Ausbeuten aus den 11*H*-Produkten durch Chromsäure-Oxydation. Auf diesem Wege gewannen sie auch **1** mit 40% Ausbeute. Das 11*H*-Dibenzo[*c.f*][1.2]diazepin konnte mit Zinkstaub/Ammoniak⁵⁾ zur Hydrazoverbindung reduziert und anschließend weiter umgesetzt werden⁸⁾.

Bei der Darstellung von **1** nach *Johns* und *Markham*⁴⁾ aus *o.o'*-Dinitro-benzophenon sinken die Ausbeuten stark beim Vergrößern der Ansätze. Zur Erzielung von 40–50-proz. Ausbeuten ist es wichtig, alle Substanzen in hoher Reinheit einzusetzen, das *o.o'*-Dinitro-benzophenon gut zu zerkleinern und bei der Reaktion kräftig zu rühren⁹⁾.

Obwohl **1** kein 2.4-Dinitro-phenylhydrazon bildet, lassen sich die Äthinierungsprodukte **2–4** zu **85**, **30** bzw. **45%** erhalten¹⁰⁾.



1) *St. Piesch*, Teil der Dissertat. Univ. Frankfurt a. M. 1965. Vorgetragen auf der GDCh-Hauptversammlung 1965 in Bonn/Rh.

2) XXII. Mitteil.: *W. Ried*, *W. Fastabend* und *S. Hersek*, *Chem. Ber.* **98**, 245 (1965).

3) Gleichzeitig XVI. Mitteil. über heterocyclische Siebenringsysteme; XV. Mitteil.: *W. Ried* und *A. Sinharay*, *Chem. Ber.* **98**, 3532 (1965).

4) *R. B. Johns* und *K. R. Markham*, *J. chem. Soc.* [London] **1962**, 3712.

5) *W. Theilacker* und *C. Korndörfer*, *Tetrahedron Letters* [London] **1959**, 18, 5.

6) *H. Duval*, *C. R. hebdom. Séances Acad. Sci.* **141**, 200 (1905); **149**, 402 (1909).

7) *A. Catala* und *F. D. Popp*, *J. heterocyclic Chem.* **1**, 178 (1964).

8) *M. S. Lowrie*, *J. med. pharmac. Chem.* **5**, 1362 (1962).

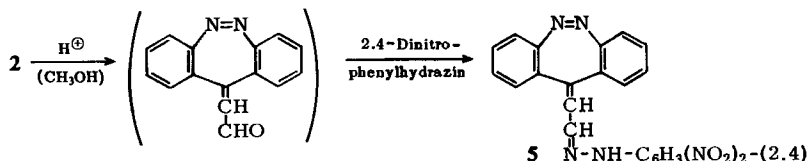
9) *H. N. Galbraith*, *E. F. Degering* und *E. F. Hitch*, *J. Amer. chem. Soc.* **73**, 1323 (1951).

10) *W. Ried*, *Angew. Chem.* **76**, 933 (1964); **76**, 973 (1964); *W. Ziegenbein*, Äthinylisierung und Alkinylierung, Verlag Chemie GmbH, Weinheim/Bergstr. 1963.

Die Produkte 2—4 zeigen charakteristische IR-Absorptionen für die $C\equiv C$ -Bindung im Bereich von 2200/cm.

2 gibt ein gelbes, explosives Silbersalz.

Mit Phosphorsäure und 2,4-Dinitro-phenylhydrazin kann 2 zu 80% in das 2,4-Dinitro-phenylhydrazone (5) des durch Meyer-Schuster-Umlagerung¹¹⁾ entstehenden ungesättigten Aldehyds übergeführt werden.

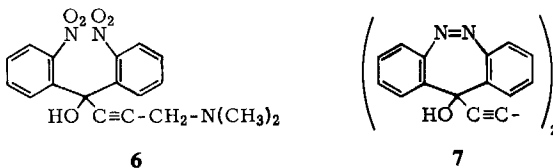


Diese Reaktion ist allgemein anwendbar. Sie verläuft unter milden Bedingungen mit guten Ausbeuten und kann als Nachweisreaktion für Äthynylcarbinole dienen.

Alle gebildeten 2,4-Dinitro-phenylhydrazone zeigen charakteristische IR-Absorptionen im Bereich von 3230/cm, die der NH-Gruppe zuzuordnen ist. Die breite OH-Bande im Bereich von 3400/cm, die $C\equiv C$ -Bande bei 2200/cm und die $\equiv C-H$ -Absorption bei 3200/cm (große Intensität) sind verschwunden. Die dargestellten Verbindungen sind in Tab. 1 aufgeführt.

Eine Hydrierung der Acetylenbindung von 3 gelang uns nicht ohne gleichzeitige reduktive Spaltung der Azogruppe. Auf diesem Weg besteht keine Aussicht, das 1-Dimethylamino-3-[11-hydroxy-11*H*-dibenzo[*c.f*][1.2]diazepinyl-(11)]-propan zu erhalten. Verbindungen dieser Art haben pharmakologisches Interesse¹²⁾.

Wir äthinierten deshalb *o,o'*-Dinitro-benzophenon mit 3-Dimethylamino-propin-(1) zu 6. Wir beabsichtigen, diese Verbindung zum Propanderivat zu hydrieren und anschließend zum Diazepin ringzuschließen.



Mit Ausnahme der Umsetzung von 1 mit Dinatrium-diacetylen zum Butadiin-diol 7, die wegen der hohen Reaktivität des Dinatrium-diacetylen in 3 Std. beendet ist, gelang uns die Darstellung von Alkindiolen nicht.

Zur Bildung von Äthynyl-diolen aus Äthinolen und Ketonen in flüss. Ammoniak sind lange Reaktionszeiten notwendig¹³⁾. Das gleiche gilt für Umsetzungen mit Phenylacetylen und 3-Dimethylamino-propin-(1) in flüss. Ammoniak.

¹¹⁾ K. M. Meyer und K. Schuster, Ber. dtsh. chem. Ges. 55, 819 (1921); W. S. Mac Gregor, J. Amer. chem. Soc. 70, 3953 (1948); Y. A. Gautier und Cl. Combet-Farnoux, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 256, 957 (1963).

¹²⁾ E. Jucker, Angew. Chem. 76, 524 (1963); Angew. Chem. internat. Edit. 2, 493 (1963).

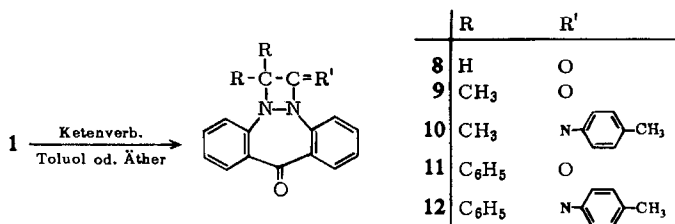
¹³⁾ W. Ried, W. Schlegelmilch und St. Piesch, Chem. Ber. 96, 1221 (1963), u. zwar S. 1223, Vorschrift 2.

Die Umsetzung von **1** mit solchen, lange Reaktionszeiten erfordernden Verbindungen führte zu 10–20% Acridon neben Ausgangsprodukt. Eine Äthinierung wurde nicht erreicht. Für die Acridonbildung aus **1** haben wir keine plausible Erklärung.

Versuche, die Dirole in siedendem Dioxan herzustellen, führten bei 9-Äthynyl-fluorenol-(9) + **1** zur Bildung von 1.2-Bis-[9-hydroxy-fluorenyl-(9)]-acetylen^{13a)} und unverändertem **1** als Folge einer Disproportionierung. Hier konnte kein Acridon isoliert werden.

cis-Azobenzol reagiert mit Diphenylketen zu einem Vierringlactam¹⁴⁾. *Ried* und *Dietrich*¹⁵⁾ konnten bei der Umsetzung von Chinondiaziden mit Diphenylketen ein Bisaddukt isolieren, das ebenfalls eine β -Lactam-Struktur aufweist.

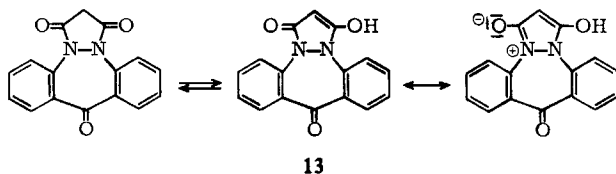
Es gelang uns, mit guten Ausbeuten Diphenylketen und Diphenylketen-*p*-tolylimin, weniger gut Dimethylketen¹⁶⁾ und Dimethylketen-*p*-tolylimin, sowie mit schlechten Ausbeuten Keten selbst an **1** anzulagern.



8, **9** und **11** zeigen die charakteristische Amid I-Bande zwischen 1750 und 1800/cm¹⁵⁾. Die ursprüngliche Ketonbande von **1** bei 1655/cm ist geringfügig nach längeren Wellen verschoben.

Mit Raney-Nickel geringer Aktivität läßt sich **1** in absol. Toluol oder Pyridin katalytisch mit Wasserstoff zur Hydrazoverbindung hydrieren. Bricht man die Hydrierung ab, sobald pro Mol **1** ein Mol H₂ aufgenommen worden ist, so liegt ein großer Teil des Reaktionsproduktes als Hydrazoverbindung und ein kleiner Teil als Diamin sowie als **1** vor. Das 5.6-Dihydro-11*H*-dibenzo[*c,f*][1.2]diazepinon-(**11**) ist nicht sehr beständig und disproportioniert beim Stehenlassen leicht in Diamin und **1**.

Setzt man die 5.6-Dihydroverbindung mit Malonylchlorid⁸⁾ um, so erhält man das Diaza-azulen **13** mit 40% Rohausbeute.



13 ist gut löslich in Chloroform und Methylenchlorid mit purpurroter Farbe, in Methanol und feuchtem Äther mit tief kornblumenblauer Farbe; die langwelligste Absorption liegt bei 615 m μ (in Methanol).

^{13a)} siehe I. c. ¹³⁾ u. zwar S. 1225, Verb. 7.

¹⁴⁾ A. H. Cook und D. G. Jones, J. chem. Soc. [London] **1941**, 184.

¹⁵⁾ W. Ried und R. Dietrich, Liebigs Ann. Chem. **666**, 113 (1963).

¹⁶⁾ H. Bestian und G. Günther, Angew. Chem. **75**, 841 (1963); Angew. Chem. internat. Edit. **2**, 608 (1963).

Die Umsetzung des 5,6-Dihydro-11*H*-dibenzo[*c.f*][1,2]diazepinons-(11) mit Diäthylmalonester analog der Vorschrift von *Ruhkopf*¹⁷⁾ führt wegen der drastischen Bedingungen nur zu Spuren von 13, als Hauptprodukt wurden hier Polymere erhalten.

Alle Verbindungen, die sich von 1 ableiten, sind in Tab. 2 aufgeführt.

Wir danken dem *Fonds der Chemischen Industrie* für die Förderung unserer Arbeiten, der *Cassella AG*, den *Farbwerken Hoechst AG* für die Überlassung wertvoller Chemikalien.

Beschreibung der Versuche

11*H*-Dibenzo[*c.f*][1,2]diazepinon-(11) (1): 27 g (0.10 Mol) *o,o'*-Dinitro-benzophenon, 200 ccm dest. Wasser (Leitungswasser ergibt schlechtere Ausbeuten) und 1 g nichtschäumendes Netzmittel (z. B. Tamol NO; Cassella AG) werden 14 Stdn. in einer Kugelmühle mit Glaskugeln gemahlen. Die Suspension wird mit 100 ccm dest. Wasser und anschließend mit 250 ccm Methanol in einen 2-*l*-Drehalskolben gespült. Nach Eintragen von 200 g NaOH p. a. erwärmt man auf 60–70° und gibt 36 g *Glucose* möglichst gleichmäßig innerhalb 1/2 Stde. unter sehr kräftigem Rühren zu. Bei gleicher Temperatur wird noch 3/4 Stdn. gerührt. Man saugt nach Erkalten 1 ab, verdünnt das Filtrat mit Wasser auf 3 *l*, läßt 24 Stdn. stehen, saugt erneut ab, verwirft das orangefarbene Filtrat, wäscht alkalifrei und kristallisiert das gelbe Produkt aus 350 ccm Äthanol oder 200 ccm Aceton um. Die Mutterlauge dampft man zur Trockene ein, nimmt den Rückstand in 40 ccm Chloroform auf und filtriert über eine Al₂O₃-Säule (Woelm neutral). 1 läuft in der Front. Nach Durchlauf von 250 ccm orangefarbener Chloroformlösung ist die Hauptmenge 1 eluiert. Ausb. 8.5–11.5 g (42–57%). Schmp. 198° (Lit.⁴⁾: 197°), orangefarbene Nadeln (Äthanol) bzw. gelbe Plättchen (Aceton).

Darstellung der Alkinole 2–4, 6 und 7

a) Verb. 2, 7 und 6 werden in flüssigem Ammoniak bei –35 bis –40° durch Einwirken von *Natriumacetylid* (2), *Dinatriumdiacetylid* (7) auf 1 bzw. von 3-*Dimethylamino-propin*-(1)-*yl-lithium* auf *o,o'*-Dinitro-benzophenon (6) ohne weiteres Lösungsmittel nach schon beschriebenen Methoden¹⁰⁾ hergestellt. Die Acetylenkomponente wird jeweils in 5fachem Überschuß angewendet. Reaktionsdauer: 2: 5 Stdn.; 7: 3 Stdn.; 6: 20 Stdn. Verb. 2 gibt, in Methanol gelöst, mit ammoniakalischer Silbernitratlösung ein gelbes, in trockenem Zustand explosives *Silbersalz*; auf Zusatz auch verdünnter Säuren färbt sich die alkoholische Lösung langsam grün, nach Eindampfen dieser Lösung hinterbleibt ein grünes Öl, das nicht weiter untersucht wurde. 7 gibt kein Silbersalz; die alkoholische Lösung ist gegen Säuren wesentlich empfindlicher als die von 2.

b) 3, 3a und 4: Man stellt aus *Lithiumamid* und der Äthynylverbindung in siedendem absol. Dioxan das Lithiumsalz her. Zweckmäßig verwendet man einen Unterschub Lithiumamid, bezogen auf das Acetylid, und einen 5fachen Überschub der Lithiumäthynyl-Verbindung, bezogen auf 1. Reaktionszeit: 8 Stdn. unter Rühren bei 80–100°. Zur Äthinierung von 10 mMol 1 benötigt man 150 ccm absol. Dioxan. Nach beendeter Reaktion wird unter Rühren in 500 ccm Wasser gegossen, mit Methylenechlorid ausgeschüttelt und das Methylenechlorid i. Vak. abgedampft. 3a läßt sich leicht rein erhalten, wenn das rohe 3, gelöst in absol. Äther, mit *Methyljodid* versetzt wird. Umkristallisiert wird aus Äthanol/Äther.

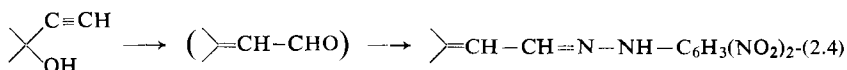
Acridon: Versucht man z. B. 3 und 4 in flüssigem Ammoniak nach Methode a) herzustellen, so isoliert man nach 10 Stdn. Reaktionsdauer praktisch nur Ausgangsketon (1); nach 24 Stdn. sind in dem Ansatz 10–20% *Acridon* enthalten. Dieses kann leicht von 1 abgetrennt werden,

¹⁷⁾ *H. Ruhkopf*, Ber. dtsch. chem. Ges. 73, 820 (1940).

da es im Gegensatz zu **1** in Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff unlöslich ist. Nach dem IR-Spektrum ist es mit aus Diphenylamin-*o*-carbonsäure hergestelltem Acridon identisch. Ein Äthinierungsprodukt konnte nicht isoliert werden.

11*H*-Dibenzo[*c.f.*][1.2]diazepinyliden-(11)-acetaldehyd-[2.4-dinitro-phenylhydrazon] (**5**) und analoge 2.4-Dinitro-phenylhydrazone (Tab. 1): 2.0 mMol des Äthinols werden in 20 ccm Methanol mit 2 ccm einer Lösung von 5.0 g 2.4-Dinitro-phenylhydrazin in 50 ccm 70-proz. Phosphorsäure versetzt. Nach 2 Stdn. bei 30–40° saugt man die entstandenen Kristalle ab. Umkristallisiert wird aus Benzol oder Dioxan/Methanol.

Tab. 1. Umsetzung von Äthinylcarbinolen mit 2.4-Dinitro-phenylhydrazin unter Meyer-Schuster-Umlagerung zu 2.4-Dinitro-phenylhydrazonen ungesättigter Aldehyde



Ausgangs-Äthinol	Eigenschaften	Schmp. % Ausb.	Summenformel Mol.-Gew.	Analyse C H N
11-Äthinyl-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c.f.</i>][1.2]-diazepinol-(11) (2)	violette Nadeln (Dioxan/Methanol)	272° (Zers.) 80	C ₂₁ H ₁₄ N ₆ O ₄ (414.4)	Ber. 60.87 3.41 20.28 Gef. 60.33 3.57 19.62
1-Äthinyl-2.3;6.7-dibenzo-cycloheptadien-(2.6)-ol-(1) ^{a)}	rote Plättchen (Benzol)	249–250° 80	C ₂₃ H ₁₈ N ₄ O ₄ (414.4)	Ber. 66.56 4.38 13.52 Gef. 65.89 4.50 13.10
1-Äthinyl-2.3;6.7-dibenzo-cycloheptatrien-(2.4.6)-ol-(1) ^{a)}	rote Kristalle (Benzol)	266–268° (Zers.) 80	C ₂₃ H ₁₆ N ₄ O ₄ (412.4)	Ber. 66.56 4.38 13.52 Gef. 65.89 4.50 13.10
α-Äthinyl-diphenylcarbinol ^{b)}	rote Nadeln (Benzol/Methanol)	204° 90	C ₂₁ H ₁₆ N ₄ O ₄ (288.4)	Ber. 64.95 4.15 14.42 Gef. 64.09 4.20 14.81

^{a)} W. Ried, W. Schlegelmilch und St. Piesch, Chem. Ber. 96, 1221 (1963), u. zwar S. 1224; Verb. 3., 4.

^{b)} G. F. Hennion und B. R. Fleck, J. Amer. chem. Soc. 77, 3253 (1955); K. Campbell, B. Campbell und L. Eby, J. Amer. chem. Soc. 60, 2882 (1938).

Darstellung der Ketenaddukte 8–12: 10 mMol **1** löst man in 150 ccm absol. Toluol und versetzt es unter Rühren bei 30–35° mit 15 mMol *Diphenylketen*, *Diphenylketen-p-tolylimin* oder *Dimethylketen-p-tolylimin*, gelöst in der eben nötigen Menge absol. Toluol innerhalb 1/4 Stde. Man erwärmt noch 1 Stde. auf 50–60° und zieht das Lösungsmittel i. Vak. ab. Umkristallisiert wird aus Äthanol.

Keten und *Dimethylketen* leitet man unter Rühren durch die Lösung (5 Stdn. bzw. 1 Stde.). *Keten* muß in sehr großem Überschuß angewendet werden, bei *Dimethylketen* genügt doppelter Überschuß. Das Ketenaddukt ist schwer aufzuarbeiten. Aus dem großen Überschuß *Keten* entstehen Polymere. Man kocht den Ansatz zweimal mit Benzin (Sdp. 140°) aus, nach Abziehen des Benzins wird aus Äthanol umkristallisiert.

5.6-Dihydro-11*H*-dibenzo[*c.f.*][1.2]diazepinon-(11): 10 mMol **1** werden in 100 ccm absol. Toluol oder Pyridin mit 2 g Raney-Nickel unter Normaldruck mit 10 mMol H₂ hydriert. Nach Eindampfen i. Vak. auf 25 ccm versetzt man vorsichtig mit Petroläther, wobei die 5.6-Dihydroverbindung in 80% Rohausbeute ausfällt. Die Substanz ist farblos und färbt sich nach kurzer Zeit an der Luft langsam gelborange. Für die Umsetzung zu **13** wurde die Dihydroverbindung nicht in Substanz isoliert.

N,N'-Malonyl-5.6-dihydro-11*H*-dibenzo[*c.f.*][1.2]diazepinon-(11) (13**):** Man gibt zu vorstehender *Dihydroverbindung* in Pyridin oder in pyridinhaltigem Toluol langsam unter Rühren 15 mMol *Malonylchlorid* in 10 ccm Äther und hält die Temperatur unterhalb von 30°. Von Nebenprodukten und der Hauptmenge des in einer Nebenreaktion entstandenen Kohlen-suboxyds trennt man durch 2stdg. Extraktion mit Methylenchlorid. Umkristallisieren aus Isopropylalkohol führt zu einem gereinigten, aber nicht zu schmelzpunktreinem Produkt.

Tab. 2. Aus 1 gewonnene Verbindungen

Verbindung	Bezeichnung	Eigenschaften	Schmp. % Ausb.	Summenformel Mol.-Gew.	Analyse		
					C	H	N
2	11-Äthynyl-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinol-(11)	gelbe Nadeln (Methanol/Wasser)	200° (Rotfärbg.) 85	C ₁₅ H ₁₀ N ₂ O (234.4)	Ber. 76.90 Gef. 76.95	4.30 4.32	11.95 12.40
3	11-[3-Dimethylamino-propin-(1)-yl]-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinol-(11)	gelbe Nadeln (Methanol)	179—180° 30	C ₁₈ H ₁₇ N ₃ O (291.3)	Ber. 74.20 Gef. 73.08	5.87 5.98	14.44 13.27
3a	Methojodid von 3	gelbe Kristalle (Äthanol/Äther)	223° (Zers.) 90	C ₁₉ H ₂₀ N ₃ O ₂ (433.3)	Ber. 52.67 Gef. 53.16	4.65 4.73	9.70 9.70
4	11-Phenyläthynyl-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinol-(11)	gelbe Kristalle (Methanol/Wasser)	226—228° 45	C ₂₁ H ₁₄ N ₂ O (310.3)	Ber. 81.27 Gef. 81.06	4.54 4.53	9.03 8.72
6	[3-Dimethylamino-propin-(1)-yl]-bis-[2-nitrophenyl]-carbinol	farblose Nadeln (Methanol)	183—184° 85	C ₁₈ H ₁₇ N ₃ O ₅ (355.3)	Ber. 60.84 Gef. 61.03	4.82 4.89	11.82 11.61
7	1.4-Bis-[11-hydroxy-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinyl-(11)]-butadiin-(1.3)	gelbe Kristalle (Dioxan/Petroläther)	146° (Zers., vorher Dunkel- färbg.) 45	C ₃₀ H ₁₈ N ₄ O ₂ (466.5)	Analyse nicht möglich, da sich die Substanz beim Lagern zersetzt		
8	Keten-Addukt an 1	hellgelbe Kristalle (Äthanol)	150—154° 10	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O ₂ (252.3)	Ber. 71.41 Gef. 71.51	4.80 4.70	
9	Dimethylketen-Addukt an 1	gelbe Kristalle (Isopropylalkohol)	138—140° 30	C ₁₇ H ₁₆ N ₂ O ₂ (280.3)	Ber.		9.99 10.16
10	Dimethylketen- <i>p</i> -tolylimin-Addukt an 1	gelbes Pulver (Äthanol)	219—220° 40	C ₂₄ H ₂₁ N ₃ O (367.4)	Ber.		11.44 10.51
11	Diphenylketen-Addukt an 1	gelbe Nadeln (Äthanol)	214—215° 80	C ₂₇ H ₂₀ N ₂ O ₂ (404.6)	Ber. 80.18 Gef. 79.95	4.98 4.69	6.92 6.90
12	Diphenylketen- <i>p</i> -tolylimin-Addukt an 1	gelbe Nadeln (Äthanol)	231—233° 75	C ₃₄ H ₂₇ N ₃ O (493.3)	Ber. 82.73 Gef. 82.80	5.51 5.02	8.51 8.71
	5.6-Dihydro-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinon-(11)	farblose Nadeln (Toluol/Petroläther)	131° 80 (roh)	C ₁₃ H ₁₀ N ₂ O (210.2)	Analyse nicht sinnvoll, da die Substanz beim Lagern disproportioniert		
13	<i>N,N'</i> -Malonyl-5.6-dihydro-11 <i>H</i> -dibenzo[<i>c,f</i>][1.2]diazepinon-(11)	violettrot Pulver (Isopropylalkohol)	203—205° (Zers., vorher Rotfärbg.) 40 (roh)	C ₁₆ H ₁₀ N ₂ O ₃ (278.3)	Ber. 69.06 Gef. 67.83	3.67 4.16	17.25 17.36

[284/65]