

Albert Mondon und Bernd Neffgen

Zur Synthese des Tetrahydroerythrinans von Belleau^{1,2)}

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität Kiel

(Eingegangen am 26. Mai 1970)

Die Cyclisierung des Ketoamids **6** von Belleau mit Polyphosphorsäure liefert bei 100° ein Gemisch der Spirolactame **17** + **18** im Verhältnis 3 : 1 und bei 150° im Verhältnis 1 : 3. Durch Reduktion des 3 : 1-Gemisches mit Lithiumalanat entsteht als Hauptprodukt die *cis*-Base **12**, die Boekelheide auch aus dem Spirolactam **10** dargestellt hat. Entsprechend wird aus dem 1 : 3-Gemisch die von Belleau beschriebene Base mit dem Pikrat vom Schmp. 178–179° isoliert, die entgegen der bisherigen Annahme 2 H-Atome mehr besitzt. Die Base ist als Hexahydro-*cis*-erythrinan **20** zu formulieren und scheidet damit aus der Reihe der *trans*-Erythrinane aus.

On the Synthesis of Belleau's Tetrahydroerythrinane^{1,2)}

Cyclisation of Belleau's ketoamide **6** by polyphosphoric acid yields a mixture of the spiro-lactams **17** and **18**, the ratio being 3 : 1 at 100° and 1 : 3 at 150°. Lithium aluminium hydride reduction of the 3 : 1 mixture affords the *cis*-base **12** as main product which has previously been prepared by Boekelheide from the spiro-lactam **10**. Correspondingly, from the 1 : 3 mixture the base is isolated which Belleau has described and characterized by its picrate (m. p. 178 to 179°). The base contains two more hydrogen atoms than so far assumed. It has, therefore, to be formulated as hexahydro-*cis*-erythrinane **20** and has to be eliminated from the series of *trans*-erythrinanes.

Boekelheide und Mitarbb.³⁾ erhielten bei der Konstitutionsaufklärung des β -Erythroidins zwei isomere Basen, die entsprechend den Formulierungen **1** und **2** als Stereoisomere mit *cis*- und *trans*-Verknüpfung der Ringe A/B angesehen wurden. Ein Syntheserversuch nach dem Verfahren von Belleau⁴⁾ scheiterte, doch führte ein anderer Versuch über das Ketalamid **3** nach dem von uns entwickelten Verfahren⁵⁾ zu einer Base, deren linksdrehender Antipode sich als identisch mit einem der beiden Abbauprodukte erwies. Da der Erythrinan-Ringschluß stets das *cis*-verknüpfte Ring-system liefert^{6,7)}, dürfte auch die hier gewonnene synthetische Base die *cis*-Konfiguration **1** haben. Zur sterischen Verknüpfung der Erythroidine mit den aromatischen

¹⁾ B. Belleau, *Canad. J. Chem.* **35**, 663 (1957).

²⁾ Synthetische Arbeiten in der Reihe der aromatischen Erythrina-Alkaloide.

³⁾ M. Müller, T. T. Grossnickle und V. Boekelheide, *J. Amer. chem. Soc.* **81**, 3959 (1959).

⁴⁾ B. Belleau, *J. Amer. chem. Soc.* **75**, 5765 (1953) und *Canad. J. Chem.* **35**, 651 (1957).

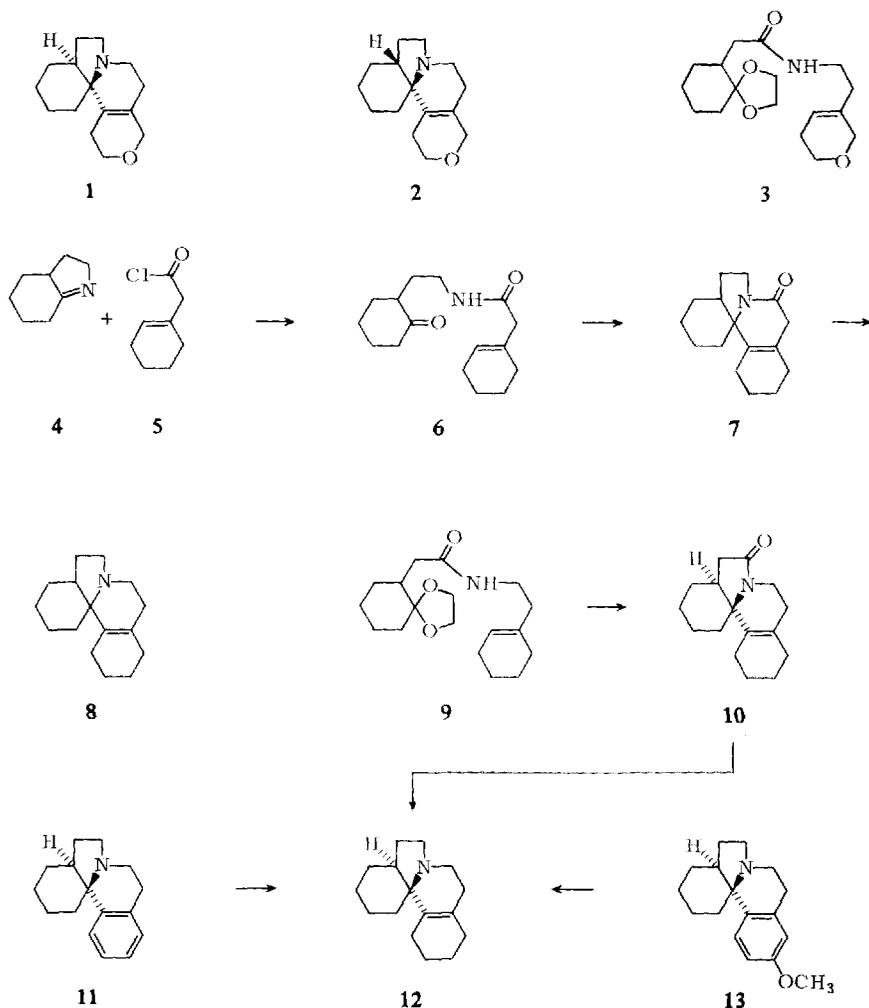
⁵⁾ A. Mondon, *Angew. Chem.* **68**, 578 (1956) und *Chem. Ber.* **92**, 1461 (1959).

⁶⁾ A. Mondon und K. F. Hansen, *Tetrahedron Letters* [London] **1960**, Nr. 14, 5.

⁷⁾ A. Mondon, K. F. Hansen, K. Boehme, H. P. Faro, H. J. Nestler, H. G. Vilhuber und K. Böttcher, *Chem. Ber.* **103**, 615 (1970).

Erythrina-Alkaloiden beabsichtigte *Boekelheide*, die Vorstufen der genannten Abbauprodukte in das von *Belleau* beschriebene Tetrahydroerythrinan **8**¹⁾ umzuwandeln, doch ließ sich der Plan nicht verwirklichen⁸⁾.

Belleau hatte zur Darstellung von **8** die Base **4** mit dem Säurechlorid **5** zum Ketoamid **6** umgesetzt, das dann mit Polyphosphorsäure zum Lactam **7** cyclisiert und anschließend mit Lithiumalanat zur Base **8** mit unbekannter Stereochemie reduziert wurde. *Boekelheide* und Mitarbb.⁹⁾ haben die Synthese wiederholt und ihr Ergebnis bestätigt. Gleichzeitig führten sie die Synthese auch nach unserem Verfahren⁵⁾ über das Ketalamid **9** durch, erhielten aber nach der Cyclisierung zum Lactam **10** und



⁸⁾ V. *Boekelheide* und M. Y. *Chang*, J. org. Chemistry **29**, 1303 (1964).

⁹⁾ V. *Boekelheide*, M. *Müller*, J. *Jack*, T. T. *Grossnickle* und M. Y. *Chang*, J. Amer. chem. Soc. **81**, 3955 (1957).

anschließender Reduktion eine Base, die mit der von *Belleau* nicht identisch war. Der Befund überraschte, da beide Wege bei vorangehenden Synthesen stets zu übereinstimmenden Resultaten geführt hatten.

Für die aus **10** erhaltene Base wurde die Konstitution **12** bewiesen¹⁰⁾, da sie aus *cis*-Erythrinan (**11**) durch Reduktion mit Lithium in Diäthylamin⁹⁾ und auch aus 16-Methoxy-*cis*-erythrinan (**13**)¹¹⁾ durch *Birch*-Reduktion und Entfernung der Enol-äthergruppe⁸⁾ gewonnen wurde.

Die Frage, ob in der von *Belleau* dargestellten Base die *trans*-Verbindung oder eine Base mit anderem Kohlenstoffgerüst vorliege, blieb unbeantwortet. Da die Klärung des Problems für unsere Arbeiten über *trans*-Erythrinane von Bedeutung sein konnte, haben wir die Synthese von *Belleau* erneut nachgearbeitet¹²⁾.

Das als Harz beschriebene Ketoamid **6** kristallisiert in reiner Form, doch verhindern schon geringe Verunreinigungen die Kristallisation auch nach Animpfen. In Übereinstimmung mit der angenommenen Struktur zeigt das IR-Spektrum der kristallinen Verbindung Banden bei 3350 (NH), 1725 (C=O, Keton), 1660 und 1560/cm (—NHCO—). Im NMR-Spektrum¹³⁾ erscheint das Amidproton als Multiplett bei 6.25, das Vinylproton als Multiplett bei 5.60 und die isolierte Methylengruppe als Singulett bei 2.85 ppm; ein scheinbar aus vier Linien bestehendes Signal, zentriert bei 3.25 ppm, ist der Methylengruppe neben dem Stickstoff zuzuordnen, da es sich nach Austausch mit D₂O in ein Triplett umwandelt.

Zum Ringschluß wird nach Vorschrift das chromatographisch gereinigte Ketoamid **6** als Harz eingesetzt und mit der 15fachen Menge Polyphosphorsäure 20 Stdn. auf 100° erhitzt. Nach Abtrennung leicht verseifbarer Anteile zeigt das IR-Spektrum des chromatographisch gereinigten, harzigen Reaktionsproduktes eine Lactambande bei 1650/cm; Schultern bei 1655 und 1640/cm weisen auf das Vorliegen von tetra- und tri-substituierten Doppelbindungen hin. Das NMR-Spektrum bestätigt den letzteren Befund durch ein Singulett bei 5.60 ppm, dessen Integration etwa 1/4 Proton entspricht: die Cyclisierung verläuft demnach unter teilweiser Verschiebung der Doppelbindung.

Beim Ringschluß wird wahrscheinlich die Stufe des Enamids **14** durchlaufen⁹⁾, dessen protonierte Form **15** durch Elektronenverschiebung in das cyclisierte Kation **16** übergeht. Aus ihm können durch Abspaltung eines Protons drei isomere Endprodukte entstehen, von denen hier nur **17** und **18** mit ditertiärer bzw. konjugierter Doppelbindung berücksichtigt werden, da ihre Bildung begünstigt ist.

Wir fanden, daß das Verhältnis der beiden Isomeren von den Reaktionsbedingungen abhängig ist. Erhitzt man **6** mit der 10fachen Menge Polyphosphorsäure 24 Stunden auf 150°, so erhöht sich der Anteil an **18** wesentlich. Das NMR-Spektrum des Cyclisierungsproduktes zeigt jetzt für das Singulett bei 5.60 ppm eine Integration für etwa 3/4 Proton an. Offenbar ist die Struktur mit konjugierter Doppelbindung bei höherer Temperatur stabiler.

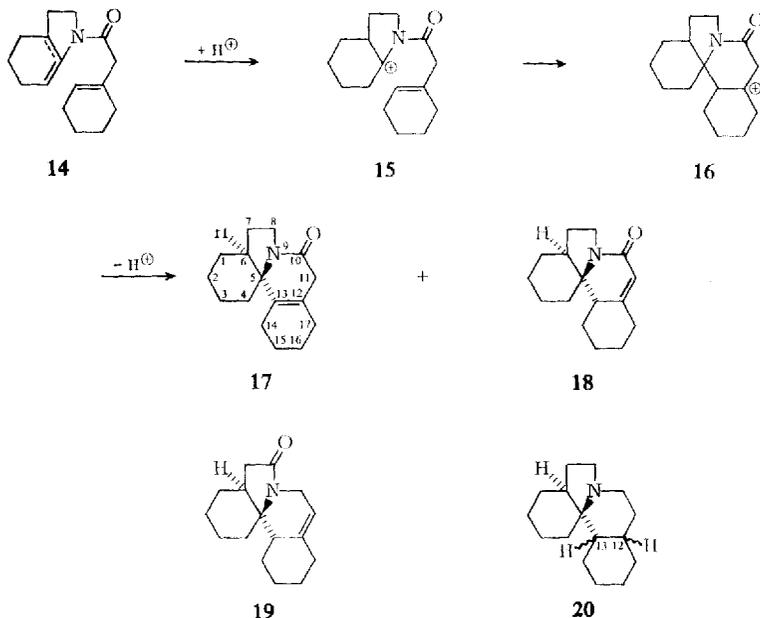
10) Die früher angenommene *trans*-Konfiguration wurde revidiert, vgl. I. c.⁸⁾

11) A. Mondon, G. Hasselmeyer und J. Zander, Chem. Ber. **92**, 2543 (1959).

12) B. Neffgen, Dipl.-Arb. Univ. Kiel 1967.

13) Varian A-60, Angaben in δ (ppm) mit TMS $\delta = 0$ als innerem Standard für Messungen in Deuteriochloroform.

Die Reduktion des bei 150° gewonnenen Cyclisierungsproduktes mit Lithiumalanat unter den von *Belleau* angegebenen Bedingungen führt zu einer Base, deren Pikrat bei 178–179° schmilzt. Der Schmelzpunkt stimmt mit dem von *Belleau* angegebenen



von 178.5–180° gut überein. Im Gegensatz hierzu liefert das bei 100° gewonnene Cyclisierungsprodukt eine Base, aus der nach chromatographischer Reinigung ein hellgelbes Pikrat vom Schmp. 147–149° ausfällt; nach Einengen der Mutterlauge kristallisiert ein zweites Pikrat, das umkristallisiert bei 176–178° schmilzt und mit dem oben beschriebenen Pikrat gleichen Schmelzpunktes identisch ist. Das tiefer schmelzende Pikrat ist keine Modifikation des höher schmelzenden, da der Misch-Schmelzpunkt eine starke Erniedrigung zeigt.

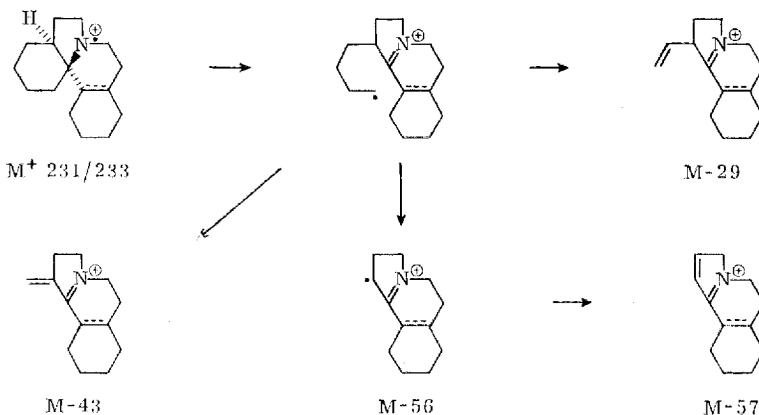
Da der Schmelzpunkt des hellgelben Pikrats mit dem des Pikrats der Base **12** übereinstimmt, vermuteten wir, daß die Verbindungen identisch seien; es wurde deshalb auch die Synthese von *Boeckelheide* und Mitarbb.⁹⁾ vom Ketalamid **9** ausgehend wiederholt. Die Cyclisierung liefert das kristalline Lactam **10**, dessen Struktur durch das Massenspektrum bestätigt wird. Wir erreichten der Vorschrift folgend nur die Hälfte der angegebenen Ausbeute, konnten diese aber durch Verlängerung der Reaktionsdauer wesentlich steigern; allerdings kristallisiert das so erhaltene Produkt nur noch schlecht, da ein Gemisch der isomeren Lactame **10** und **19** vorliegt. Im NMR-Spektrum des öligen Destillats erscheint das Vinylproton von **19** als verbreitertes Signal bei 5.65 ppm mit der Integration für $1/3$ Proton und das zugehörige Signal der Methylengruppe zwischen Doppelbindung und Stickstoff als Multiplett bei 4.05 ppm mit der Integration für $2/3$ Proton; das Verhältnis der Isomeren beträgt danach 2:1.

Die Reduktion des Isomerengemisches mit Lithiumalanat führt zu einer Base, die nur das bekannte Pikrat vom Schmp. 146.5—148° liefert; ein kristallines Pikrat der isomeren Base aus **19** ließ sich nicht fassen. Das tiefer schmelzende Pikrat der Synthese nach *Belleau* und das hier gewonnene Pikrat der Base **12** sind nach Misch-Schmelzpunkt und IR-Lösungsspektren identisch.

Beide Synthesewege führen daher auch im vorliegenden Fall zu einem übereinstimmenden Resultat. Der vermeintliche Unterschied im Reaktionsverlauf hat einen anderen Grund, für den wir folgende Lösung fanden.

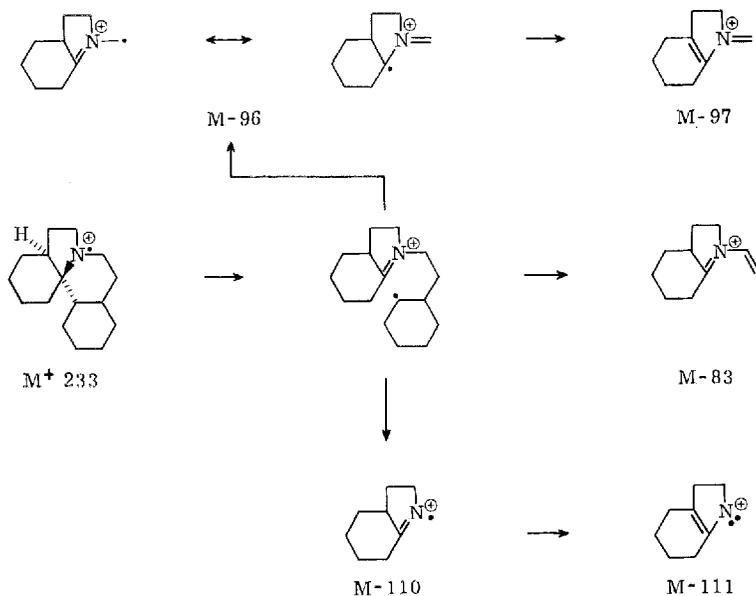
Die Zerlegung des hochschmelzenden Pikrates der *Belleau*-Synthese führt zu einer öligen Base, deren Molekülpeak im Massenspektrum bei m/e 233 auftritt: die Verbindung enthält zwei Wasserstoffatome mehr als angenommen wurde. Zum Vergleich zeigt die aus dem tiefer schmelzenden Pikrat isolierte Base **12** den Molekülpeak wie erwartet bei m/e 231. Beide Basen liefern die Fragmente M—29, M—43 (Basispeak), M—56 und M—57 mit vergleichbarer Intensität, bis auf das zuletzt genannte Fragment, das bei der Tetrahydrobase **12** häufiger auftritt. Während dieser für die Fragmentierung des Erythrinans typische Zerfall (vgl. Schema 1) beiden Basen gemeinsam ist, zeigt die Hexahydrobase noch einen anderen Zerfall, der bei der Tetrahydrobase völlig fehlt. Er führt zu den Fragmenten M—83, M—96, M—97, M—110 und M—111 (vgl. Schema 2), von denen M—96 mit 58% relativer Intensität das zweitstärkste Fragment ist.

Schema 1. Fragmentierung von **12** und **20**



Aus dem Massenspektrum geht eindeutig hervor, daß in der *Belleau*-Base mit dem Pikrat vom Schmp. 178.5—179.5° ein Hexahydro-erythrinan $C_{16}H_{27}N$ vorliegt. Die Verbindung entsteht aus dem α,β -ungesättigten Lactam **18**, dessen Anwesenheit im Cyclisierungsprodukt aus **6** oben nachgewiesen wurde. In der Erythrinanreihe ist bekannt, daß Lactame mit konjugierter Doppelbindung durch Lithiumalanat schon unter milden Bedingungen bis zu den gesättigten Basen reduziert werden¹⁴⁾, während

¹⁴⁾ A. Mondon, Liebigs Ann. Chem. **628**, 123 (1959).

Schema 2. Fragmentierung von **20**

solche mit isolierter Doppelbindung auch bei höherer Temperatur glatt die ungesättigten Basen liefern¹⁵⁾. Aus dem von den vorangehenden Autoren erzielten Ergebnis^{1,9)} muß man schließen, daß die Cyclisierungsprodukte reich an Lactam **18** waren und nur wenig Lactam **17** enthielten, dessen Reduktionsprodukt nicht gefunden wurde.

Die *Belleau*-Base ist ohne Zweifel ein Hexahydro-*cis*-erythrinan **20**, dessen sterische Anordnung an den C-Atomen 12 und 13 unbekannt ist. Zur Klärung des Stereo-problems hätte die katalytische Hydrierung der Tetrahydrobase **12** beitragen können, doch wird die ditertiäre Doppelbindung selbst mit Platin in Eisessig/Perchlorsäure nicht angegriffen.

Aus der Reihe der *trans*-Erythrinane scheidet die *Belleau*-Base mit Sicherheit aus¹⁶⁾, dagegen hat das eingangs genannte Abbauprodukt **2** aus β -Erythroidin wahrscheinlich *trans*-Konfiguration, die allerdings nicht bewiesen ist.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Unterstützung unserer Arbeiten.

¹⁵⁾ A. Mondon, J. Zander und H. U. Menz, Liebigs Ann. Chem. **667**, 126 (1963).

¹⁶⁾ Vgl. R. K. Hill in R. H. F. Manske, The Alkaloids, Vol. IX, S. 502, Academic Press, New York-London 1967.

Beschreibung der Versuche

N-[β -(2-Oxo-cyclohexyl)-äthyl]-cyclohexen-(1)-yl-essigsäureamid (**6**)¹¹: 3.16 g (0.02 Mol) Cyclohexen-(1)-yl-acetylchlorid (**5**) und 2.46 g (0.02 Mol) Hexahydroindol (**4**) werden in Benzol unter Zugabe von 20 ccm 2*n* NaOH nach Schotten-Baumann umgesetzt. Das Rohprodukt (4.2 g) zeigt im Dünnschichtchromatogramm (DSC) an Al₂O₃-G mit Benzol/2% Methanol 6 Substanzen an. Man chromatographiert an 100 g Al₂O₃ nach Brockmann und trennt durch Eluieren mit Benzol/2% Methanol 0.35 g einer reinen Fraktion ab, die aus Hexan kristallisiert, Schmp. 54.5–55.5°.

R_F = 0.28 (SiO₂-G, Benzol/10% Methanol).

IR¹⁸) (KBr): 3350 (NH), 1725 (C=O), 1660 (Amid I) und 1560/cm (Amid II).

NMR¹³): –NH– 6.25 (1 H, m; austauschbar mit D₂O), =CH– 5.60 (1 H, m), –CH₂NHCO– 3.25 (2 H, q bzw. t nach Austausch mit D₂O), –CH₂CO– 2.85 (2 H, s) und Restprotonen als Multipletts von 2.5–1.0 ppm.

Die übrigen Eluatfraktionen enthalten noch Nebenprodukte und kristallisieren nicht; Gesamtausb. 3.85 g = 73% (Lit.¹¹): 87%).

14.15.16.17-Tetrahydro-cis-erythrinan-on-(10) (**17**): 3.0 g des harzigen Ketoamids **6** werden mit 45 g Polyphosphorsäure 20 Stdn. auf 100° erhitzt¹¹. Man isoliert 1.14 g (40%) Rohprodukt, dessen DSC (SiO₂-G, Benzol/1.5% Methanol) 7 Substanzen anzeigt. Durch Chromatographieren an 120 g Kieselgel (Wassergehalt 6%) werden mit Benzol/1.5% Methanol 0.45 g hellgelbes Harz abgetrennt.

R_F = 0.65 (SiO₂-G, Methylchlorid); die Fraktion enthält noch Nebenprodukte mit den R_F -Werten 0.6 und 0.7.

NMR: =CH– 5.60 (1/4 H, s), –CH₂NHCO– 3.5 (2 H, m) und Restprotonen in Multipletts von 3.0–0.7 ppm.

Das Lactam **17** enthält 25% Isomere.

14.15.16.17-Tetrahydro-cis-erythrinan (**12**)

1) Nach Belleau¹¹): 2.3 g des bei 100° cyclisierten Lactams **17** (75proz.) werden mit Lithiumalanat in Äther reduziert. Die Rohbase (1.65 g) wird an Al₂O₃ nach Brockmann chromatographiert (Benzol/2% Methanol) und die Hauptfraktion bei 130° (Badtemp.)/10 Torr destilliert (Ausb. 0.7 g). Mit alkohol. Pikrinsäure fällt sofort ein reines Pikrat vom Schmp. 147 bis 149° (Ausb. 0.82 g).

R_F = 0.45 (Al₂O₃-G, Chloroform/1.5% Methanol).

Das Pikrat ist nach Misch-Schmp., IR-Spektrum und R_F -Wert mit einem authent. Pikrat der Base **12**⁹⁾ (s. u.) identisch. Zur Messung der Spektren wird das Pikrat an Al₂O₃ zerlegt und die freie Base destilliert:

NMR: Kein Signal für Vinylprotonen; –CH₂NCH₂– 2.9 (4 H, m), restliche Protonen in Multipletts zwischen 2.1–0.8 ppm.

Massenspektrum¹⁹): M⁺ 231 (29), 202 (3), 188 (100), 175 (21) und 174 (20).

Aus der Mutterlauge der vorstehenden Pikratfällung werden nach Einengen noch 70 mg eines goldgelben Pikrats erhalten, dessen Schmp. nach Umkristallisieren aus Äthanol bei 176–178° liegt (s. u.).

¹⁷⁾ Es werden nur ergänzende oder von der Literatur abweichende Angaben gemacht; auf die Durchführung von Elementaranalysen wurde verzichtet, da diese z. T. mehrfach^{1,9)} vorliegen.

¹⁸⁾ Gitterspektrometer 421 der Fa. Perkin-Elmer.

¹⁹⁾ Atlas CH 4-Gerät mit Festkörperionenquelle bei 70 eV, Angaben *m/e* (% relative Intensität).

2) Nach Boekelheide und Mitarbb.⁹⁾

a) *N*-[β -(Cyclohexen-(1)-yl)- α thyl]-cyclohexanon-(2)-essigsäure-(1)-amid- α thylencetal (9): 21.0 g Cyclohexanon-(2)-essigsäure-(1)- α thylester- α thylencetal⁵⁾ und 11.5 g β -(Cyclohexen-(1)-yl)- α thylamin²⁰⁾ werden nach Vorschrift kondensiert und das Rohprodukt zweimal bei 160° (Badtemp.)/0.01 Torr destilliert, 21 g hellgelbes Harz; aus der Lösung in Äther/Petroläther scheiden sich 14.0 g farblose Blättchen vom Schmp. 82° ab (Ausb. 50%); (Lit.⁹⁾: 82–83°, Ausb. 36%).

$R_F = 0.4$ (Al₂O₃-G, Petroläther/1/2% Methanol).

NMR: $-\text{NH}-$ 5.7 (1 H, m, austauschbar mit D₂O), $=\text{CH}-$ 5.45 (1 H, s), $-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ 3.95 (4 H, s), $-\text{CONHCH}_2-$ 3.35 (2 H, q bzw. t nach Austausch mit D₂O), restliche Protonen in Multipletts zwischen 2.3–1.1 ppm.

b) 14.15.16.17-Tetrahydro-cis-erythrinan-on-(8) (10): Je 4.3 g 9 werden mit 50 g Polyphosphorsäure 4 bzw. 20 Stdn. auf 100° erhitzt. Man reinigt die Rohprodukte durch Destillation bei 140° (Badtemp.)/0.005 Torr. Das Destillat des 4-Stdn.-Produkts kristallisiert aus Petroläther, Schmp. 74–75°, Ausb. 1.05 g = 30% (Lit.⁹⁾: Schmp. 76–78°, Ausb. 60%).

Massenspektrum: M⁺ 245 (30), 216 (2), 202 (100), 189 (20) und 188 (10).

Das Destillat des 20-Stdn.-Produkts kristallisiert nicht, Ausb. 2.5 g (73%).

NMR: $=\text{CH}-$ 5.65 (1/3 H, m), $-\text{HC}-\text{CH}_2-\text{N}=\text{C}$ 4.05 (2/3 H, m) und restliche Protonen als Multipletts von 3.0–1.0 ppm.

Das ölige Destillat enthält 33% Perhydro-cis-erythrin-(11)-on-(8) (19).

c) Reduktion zu 12: Aus 0.67 g Lactamgemisch 10 + 19 werden durch Reduktion mit Lithiumalanat 0.52 g Rohbase gewonnen. Mit alkohol. Pikrinsäure fallen 0.46 g (47%) Pikrat vom Schmp. 146.5–148°, der sich durch Umkristallisieren nicht mehr ändert (Lit.⁹⁾: Schmp. 146–148°, Ausb. 40%). Pikrat und Base sind mit den unter 1) gewonnenen Verbindungen identisch.

Perhydro-cis-erythrin-(11)-on-(10) (18): 3.0 g des harzigen Ketoamids 6 werden mit 30 g Polyphosphorsäure 24 Stdn. auf 150° erhitzt. Nach Aufarbeitung werden 1.2 g (43%) Rohprodukt isoliert, dessen DSC (SiO₂-G, Benzol/1.5% Methanol) 3 Substanzen anzeigt. Man chromatographiert an 75 g Kieselgel (Wassergehalt 6%) mit Benzol/1.5% Methanol und trennt als Hauptprodukt 0.30 g hellgelbes Harz ab.

$R_F = 0.7$ (SiO₂-G, Methylenchlorid); das Harz enthält noch ein Nebenprodukt mit dem R_F -Wert 0.65.

NMR: $=\text{CH}-$ 5.60 (3/4 H, s), $-\text{CH}_2\overset{\uparrow}{\text{N}}-\text{CO}-$ 3.55 (2 H, doppeltes t) und Restprotonen in Multipletts von 3.0–0.8 ppm.

Das chromatographierte Lactam 18 enthält noch 25% Lactam 17 (s. o.).

Perhydro-cis-erythrinan (20): 0.25 g Lactam 18 (75proz.) liefern nach der Reduktion mit Lithiumalanat nach der Vorschrift von Belleau¹⁾ 0.16 g Rohbase; mit alkohol. Pikrinsäure fallen 0.17 g Pikrat, die nach Umkristallisieren aus Äthanol bei 178–179° schmelzen. Das bei der Reduktion von 17 als Nebenprodukt isolierte goldgelbe Pikrat vom Schmp. 176–178° (s. o.) ist mit dem vorliegenden identisch.

$R_F = 0.7$ (Al₂O₃-G, Chloroform/1 1/2% Methanol).

NMR: Kein Signal für Vinylprotonen; Multipletts für $-\text{CH}_2\overset{\uparrow}{\text{N}}\text{CH}_2-$ bei 3.0 und 2.5 (4 H) und Restprotonen von 2.2–0.8 ppm.

Massenspektrum: M⁺ 233 (43), 204 (5), 190 (100), 177 (25), 176 (7.5), 150 (11), 137 (58), 136 (10), 123 (6) und 122 (7.5).

²⁰⁾ Der Fa. Hoffmann-La Roche danken wir für die Überlassung der Substanz.