

Reaktionen am Benzvalen: Reduktion mit Diimin und Ozonolyse

Manfred Christl* und Gisela Brüntrup

Institut für Organische Chemie der Universität München,
D-8000 München 2, Karlstraße 23

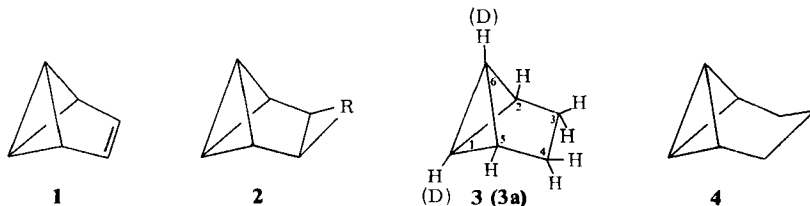
Eingegangen am 14. Juni 1974

Durch Reduktion von Benzvalen (**1**) mit Diimin wird das Tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexan (**3**) in guter Ausbeute erhalten. Das Verfahren macht das bereits von *Lemal* und *Shim* dargestellte **3** erheblich leichter und in größeren Mengen zugänglich. ¹H- und ¹³C-NMR-spektroskopische Daten werden diskutiert. Sowohl die thermische als auch die AgBF₄-katalysierte Umlagerung von **3** führt zu 1,3-Cyclohexadien (**8**). — Die Ozonolyse von **1** mit anschließender LiAlH₄-Reduktion ergibt das *cis*-1,3-Bis(hydroxymethyl)cyclobutan (**13a**).

Diimine Reduction and Ozonolysis of Benzvalene

Via reduction of benzvalene (**1**) with diimine tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexane is obtained (**3**) in good yield. The procedure renders **3**, which has already been synthesized by *Lemal* and *Shim*, accessible much easier and in larger quantities. ¹H and ¹³C n.m.r. spectroscopic data are discussed. Both the thermal and the AgBF₄-catalyzed rearrangement of **3** yield 1,3-cyclohexadiene (**8**). — The ozonolysis of **1** with subsequent LiAlH₄-reduction results in *cis*-1,3-bis(hydroxymethyl)cyclobutane (**13a**).

Durch die elegante Synthese von *Katz*, *Wang* und *Acton*¹⁾ ist das Benzvalen (**1**) bequem in größeren Mengen zugänglich geworden. Seine gespannte Doppelbindung zeigt eine hohe Additionsbereitschaft. Treten dabei Zwischenstufen auf, so greift das Bicyclobutansystem häufig in interessanten Umlagerungen in die Reaktion ein²⁻⁴⁾. Im Falle synchroner Cycloadditionen bleibt die Bicyclobutaneinheit erhalten, und es kann eine Vielzahl tetracyclischer Verbindungen vom Typ **2** dargestellt werden⁵⁾. Sie leiten sich alle vom Tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexan (**3**) ab, an dem zwei *cis*-ständige



Wasserstoffatome der Positionen 3 und 4 durch einen anellierten carbo- oder heterocyclischen Ring ersetzt sind. Mit Hilfe der Dihalogencarbenaddukte von **1** (R =

1) T. J. Katz, E. J. Wang und N. Acton, J. Amer. Chem. Soc. **93**, 3782 (1971).

2) R. J. Roth und T. J. Katz, J. Amer. Chem. Soc. **94**, 4770 (1972).

3) T. J. Katz und N. Acton, J. Amer. Chem. Soc. **95**, 2738 (1973).

4) T. J. Katz und K. C. Nicolaou, J. Amer. Chem. Soc. **96**, 1948 (1974).

5) M. Christl, Angew. Chem. **85**, 666 (1973); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **12**, 660 (1973).

CHal₂ in **2**) wurden zwei Isomere des Cycloheptatriens, die das Bicyclobutansystem enthalten, erstmalig dargestellt⁶⁾. **1** kommt daher ein beträchtliches synthetisches Potential zur Bereitung von Bicyclobutanderivaten zu.

A. Reduktion mit Diimin

Lemal und *Shim* gelangten zu **3** durch Photolyse des 3-Cyclopentenylidiazomethans⁷⁾. Wegen der nicht ganz einfachen Synthese letzterer Verbindung sowie des nachteiligen Umstandes, daß **3** im Gemisch der vier entstehenden C₆H₈-Isomeren nur zu 10% vorliegt, wurde der unsubstituierte Kohlenwasserstoff bisher nur wenig untersucht. Benzvalen (**1**) besitzt das gleiche Kohlenstoffgerüst wie **3**. Der Versuch, **1** durch Absättigung der Doppelbindung in **3** zu überführen, liegt daher auf der Hand. Allerdings versagt hier die direkte katalytische Hydrierung, da dabei auch der Bicyclobutananteil Wasserstoff aufnimmt und Methylcyclopentan entsteht⁷⁾.

Als Reduktionsmittel bot sich das Diimin an, da es in synchroner Reaktion⁸⁾ ohne Ausbildung einer Zwischenstufe, die dem Bicyclobutansystem die Möglichkeit zur Umlagerung gäbe, zwei Wasserstoffatome auf die Doppelbindung von **1** übertragen sollte. Es mußten Bedingungen gefunden werden, die **1** und **3** überstehen, d. h. Diimin mußte wegen des bei erhöhter Temperatur leicht erfolgenden Übergangs von **1** in Benzol bei Raumtemperatur erzeugt werden können, der pH-Wert mußte wegen der Säureempfindlichkeit von Bicyclobutanen über 7 bleiben und Kupferkatalysatoren schießen aus, da **1** durch sie rasch verändert wird. Bedingungen, die von *Hünig* und *Thier*⁸⁾ angegeben wurden, führten zum Erfolg. Wir verwendeten als Diiminquelle sowohl *o*-Nitrobenzolsulfonsäurehydrazid als auch Hydrazin und Hexacyanoferrat-(III). In beiden Fällen wurde als Base Äthanolamin zugesetzt. **3** war durch destillative Aufarbeitung des Reaktionsgemischs in guter Ausbeute isolierbar.

Die ursprünglich gegebene Deutung der ¹H-NMR-Signale⁷⁾ wurde aufgrund der Befunde am 2-Methylderivat von **3** angezweifelt⁹⁾. Um eine sichere Zuordnung zu ermöglichen, haben wir nach der für Bicyclobutane üblichen Methode^{9,10)} durch zweimalige Behandlung mit Butyllithium, gefolgt von Deuteriumoxidzugabe, den Wasserstoff in 1- und 6-Position von **3** durch Deuterium ersetzt. **3a** zeigt nur noch die gegenüber **3** weniger verbreiterten Singulets der 2-, 5-Protonen bei $\delta = 2.03$ ppm und der 3-, 4-Protonen bei 1.28 ppm. In der Tabelle sind neben den ¹H- auch die ¹³C-chemischen Verschiebungen und die über eine Bindung reichenden ¹³C-H-Kopplungskonstanten angegeben, die aus einem protonengekoppelten ¹³C-NMR-Spektrum entnommen wurden.

Im Vergleich zum Bicyclobutan selbst ($\delta^{13}\text{C}$ für C-1: -3 ppm; C-2: -33 ppm¹¹⁾) rücken die entsprechenden Kohlenstoffresonanzen in **3** etwas nach tieferem Feld.

6) *M. Christl* und *G. Brüntrup*, *Angew. Chem.* **86**, 197 (1974); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **13**, 208 (1974).

7) *D. M. Lemal* und *K. S. Shim*, *Tetrahedron Lett.* **1964**, 3231.

8) *S. Hünig*, *R. Müller* und *W. Thier*, *Angew. Chem.* **77**, 368 (1965); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **4**, 271 (1965); *W. Thier*, Dissertation, Univ. Würzburg 1964.

9) *G. L. Closs* und *R. B. Larabee*, *Tetrahedron Lett.* **1965**, 287.

10) *G. L. Closs* und *L. E. Closs*, *J. Amer. Chem. Soc.* **85**, 2022 (1963).

11) *K. Wüthrich*, *S. Meiboom* und *L. C. Snyder*, *J. Chem. Phys.* **52**, 230 (1970).

¹H- und ¹³C-NMR-Parameter von Tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexan im Gemisch mit Benzol und Hexadeuteriobenzol

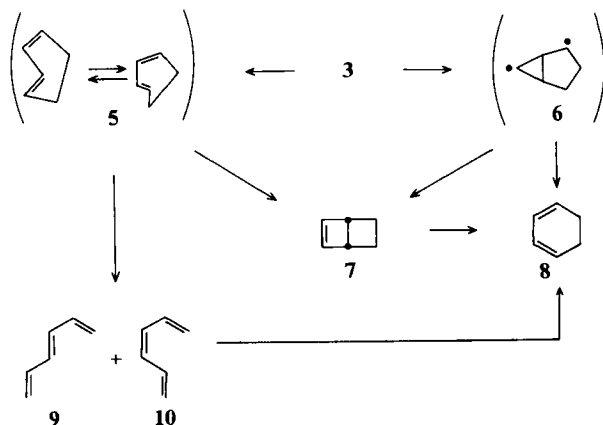
Stellung	$\delta H_i^{a)}$	$\delta^{13}C_{a,b)}$	$^1J(^{13}C,H)$ (Hz)
1	1.69	2.4	212 ± 1
2	2.03	34.0	163 ± 1
3	1.28	26.1	132 ± 1

a) In ppm feldabwärts von TMS.

b) Relativ zu Benzol gemessen und durch Addition von 128.5 ppm auf die TMS-Skala umgerechnet.

Die Ursache dafür dürfte in der erhöhten Substitution zu suchen sein^{12a)}, obwohl der Einfluß der Ringspannung, die durch die *endo-endo'*-Überbrückung des Bicyclobutans hinzugefügt wird, ohne Vergleichsbasis schwer abschätzbar ist. Daß Letztere vorhanden ist, belegen die ¹³C-H-Kopplungskonstanten. So ist diejenige der 1-Position um 7 Hz, jene der 2-Position um 10 Hz und die der 3-Position um 4 Hz größer als die entsprechenden Werte im Bicyclobutan (205 und 153 Hz^{11,12b)} bzw. Cyclopentan (128 Hz^{12c)}). Die grobe lineare Korrelation zwischen der Größe von $^1J(^{13}C,H)$ einerseits und dem s-Charakter des beteiligten Kohlenstofforbitals oder auch der Ringspannung andererseits ist durch zahlreiche Beispiele untermauert^{12d)}.

3 ist in seiner thermischen Stabilität dem um eine Methylengruppe reicheren Tricyclo[4.1.0.0^{2,7}]heptan (4) vergleichbar. 14stündiges Erhitzen auf 180°C veränderte in Toluol gelöstes 3 nicht. Erst die Destillation durch ein auf 400°C erhitztes Rohr führte 3 in Cyclohexadien (8) über. Hinsichtlich des Mechanismus der Reaktion können gegenwärtig nur mögliche Wege diskutiert werden. Die bei ähnlichen Tem-



peraturen stattfindende Umlagerung von 4 liefert das Bicyclo[3.2.0]hept-6-en, das durch konrotatorischen Ringschluß aus der *cis,trans*-1,3-Cycloheptadien-Zwischenstufe hervorgeht, welche letztere als Produkt der synchronen $[\sigma_{2a} + \sigma_{2s}]$ -Reaktion von 4 angesehen wird¹³⁾. In Analogie dazu dürfte ausgehend von 3 die Erreichbarkeit der

12) J. B. Stothers, *Carbon-13 NMR Spectroscopy*, Academic Press, New York und London 1972. — 12a) S. 60 ff.; — 12b) S. 334; — 12c) S. 333; — 12d) S. 332 ff.

13) K. B. Wiberg und G. Szeimies, *Tetrahedron Lett.* 1968, 1235.

cis,trans-1,3-Cyclohexadien-Zwischenstufe **5** wegen deren höherer Ringspannung energetisch ungünstiger sein. Überdies wäre das aus **5** entstehende Bicyclo[2.2.0]hex-2-en (**7**) kaum stabil genug, um unter den Reaktionsbedingungen beobachtbar zu sein, da es sich verhältnismäßig leicht in **8** umlagert¹⁴⁾. Diesem Produkt wird auch ein bereits theoretisch diskutierter^{13,15)} diradikalischer Verlauf gerecht, bei dem **6** Zwischenstufe sein könnte. Von **6** aus ist auch der Weg über **7** nach **8** denkbar. Für **5** sind im Formelschema zwei Konformere angegeben, die durch Rotation der *trans*-Doppelbindungseinheit ineinander übergehen. Das Molekülmodell erweckt den Eindruck, daß der dazwischen liegende Zustand energetisch günstiger ist. Durch elektrocyclische Ringöffnung von **5** ist theoretisch die Bildung von *trans*-(**9**) und *cis*-Hexatrien (**10**) möglich. Ein Hinweis auf **9**, der zweifellos das Auftreten von **5** stützte, wurde nicht gefunden, während **10** unter den Reaktionsbedingungen in elektrocyclischer Reaktion **8** ergäbe¹⁶⁾.

Unter Silberfluoroborat-Katalyse geht **3** ebenfalls in **8** über, wobei der für **4** gefundene Mechanismus¹⁷⁾ zutreffen sollte.

B. Ozonolyse

Die Einwirkung von Ozon auf olefinische Doppelbindungen unter Bildung von Ozoniden wird mechanistisch als Aufeinanderfolge dreier Reaktionsschritte, nämlich 1,3-dipolare Cycloaddition, Cycloreversion und erneute Cycloaddition, angesehen¹⁸⁾. Wie wir zeigen konnten, verlaufen 1,3-dipolare Cycloadditionen an die Benzvalendoppelbindung ohne Beeinträchtigung des Bicyclobutangerüsts⁵⁾. Wir sahen daher eine Chance, mit Hilfe der Ozonolyse von **1** über das Ozonid **11** und dessen Lithiumaluminiumhydridreduktion zum Dialkohol **12** zu gelangen, der eine interessante Ausgangsverbindung zur Synthese *endo-endo'*-disubstituierter Bicyclobutane darstellen würde.



Die Ozonolyse von **1** in Hexan bei -75°C lieferte einen kautschukartigen farblosen Niederschlag, der sich beim Erwärmen auf Raumtemperatur in einen pulverisierbaren, auf Schlag explodierenden Festkörper von Schmp. $58-60^{\circ}\text{C}$ umwandelte. Sein $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum (CDCl_3) zeigt ein 5-Liniensignal bei δ 5,67 ppm mit einem Linienabstand von ca. 1 Hz und ein Multiplett zwischen δ 2,17 und 2,77. Das Intensitätsverhältnis beider Banden war etwa 1:2. Bei 10 Torr sublimierte oder destillierte die Verbindung bis zur Zersetzung bei ca. 90°C Badtemperatur nicht in nennenswerter Menge. Da monomere Ozonide von zu **11** vergleichbarer Mol.-Masse unter

¹⁴⁾ R. N. McDonald und C. E. Reineke, J. Org. Chem. **32**, 1878 (1967).

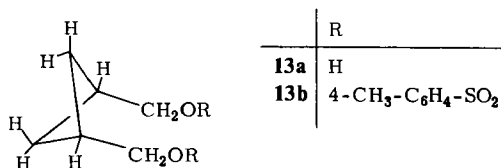
¹⁵⁾ K. B. Wiberg, Tetrahedron **24**, 1083 (1968).

¹⁶⁾ K. E. Lewis und H. Steiner, J. Chem. Soc. **1964**, 3080.

¹⁷⁾ L. A. Paquette, S. E. Wilson und R. P. Henzel, J. Amer. Chem. Soc. **94**, 7771 (1972).

¹⁸⁾ R. Criegee in Peroxide Reaction Mechanisms, J. O. Edwards, Hrg., S. 29, Interscience Publishers, Inc., New York, N. Y. 1962.

den genannten Bedingungen destillieren¹⁹⁾, halten wir den Festkörper für ein polymeres Ozonid. LiAlH₄-Reduktion erbrachte in 60proz. Ausbeute, bezogen auf eingesetztes Benzvalen, ein farbloses Öl, das aufgrund analytischer und spektroskopischer Daten jedoch nicht die Konstitution **12** besitzt, sondern als das um zwei Wasserstoffatome reichere *cis*-1,3-Bis(hydroxymethyl)cyclobutan (**13a**) identifiziert wurde. **13a** ist auch auf anderen Wegen synthetisierbar^{20,21)}. Der Schmelzpunkt des Ditosylats **13b** stimmt mit Literaturdaten überein^{20,21)}. *Gream* und *Meinwald*²²⁾ kamen bei der Ozonolyse einer ätherischen 1-Lösung mit und ohne Zusatz von Äthanol und nachfolgender Natriumboraratreduktion zu komplexen Gemischen, in denen eine Hauptkomponente wahrscheinlich **13a** war.



Betrachtungen zum Bildungsmechanismus von **13a** sind gegenwärtig rein spekulativ. Eine Hydrierung der zentralen Bicyclobutanbindung durch LiAlH₄, quasi die Reaktion **12** → **13a**, wäre erstaunlich, da Bicyclobutane gegenüber LiAlH₄ als stabil befunden wurden⁶⁾. Die Mitwirkung einer Sauerstoff-Funktion in **12**, etwa als Komplexlignand für eine hydridübertragende Spezies müßte in Betracht gezogen werden. Allerdings steht noch gar nicht fest, ob das Bicyclobutansystem die Ozonolyse unversehrt überlebt, solange die Struktur des Polymeren nicht geklärt ist. Immerhin sind ja auf der Stufe des intermediär auftretenden Carbonyloxids¹⁷⁾ Gerüstumlagerungen denkbar. Erst weitere Experimente werden zur Erhellung dieser Vorgänge beitragen können.

Für die Messung des ¹³C-NMR-Spektrums danken wir Herrn *K. Aicher*, Technische Universität München. Die Elementaranalyse führte dankenswerterweise Herr *H. Schulz* aus. Herrn Dr. *G. Szeimies* danken wir für zahlreiche anregende Diskussionen.

Experimenteller Teil

Tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexan (3): Eine Lösung von 4.50 g Benzvalen (**1**) (57.7 mmol) in etwa 200 ml Äther, der von der Benzvalensynthese her noch etwas Benzol und Methylenchlorid enthielt, wurde mit 50 g Hydrazinhydrat (1 mol), 49 g Äthanolamin (0.8 mol) und 200 ml Glycolmonomethyläther als Lösungsvermittler vereinigt. Unter heftigem Rühren tropfte man innerhalb von 2 h 110 g K₃[Fe(CN)₆] (325 mmol) in 220 ml Wasser ein, wobei die Temperatur durch Kühlung mit kaltem Wasser auf etwa 20°C gehalten wurde. Der bei der Reaktion freigesetzte Stickstoff wurde durch zwei hintereinandergeschaltete auf -75°C gekühlte Kolben geleitet, um mitgeführten Äther sowie Ausgangs- und Endprodukt zurückzuhalten. Diese Kolben wurden von Zeit zu Zeit in das Reaktionsgefäß entleert. Am Ende der Reaktion

¹⁹⁾ *O. Lorenz* und *C. R. Parks*, *J. Org. Chem.* **30**, 1976 (1965).

²⁰⁾ *N. L. Allinger* und *L. A. Tushaus*, *J. Org. Chem.* **30**, 1945 (1965).

²¹⁾ *H. Musso* und *K. Naumann*, *Angew. Chem.* **78**, 116 (1966); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **5**, 127 (1966).

²²⁾ *G. E. Gream* und *J. Meinwald*, Privatmitteil.

war der unangenehme Geruch des Benzvalens nicht mehr wahrnehmbar. Im Wasserstrahl-pumpenvak. destillierte man dann die bis zu 35°C Badtemp. flüchtigen Komponenten in die auf -75°C gekühlten Vorlagekolben über. Aus dem Destillat trennte man die wäbr. Phase ab und trocknete die Ätherlösung über Na₂SO₄/K₂CO₃. Die Hauptmenge des Äthers destillierte man über eine Drehbandkolonne ab. Zum Rückstand fügte man 5 ml Toluol, um ein quantitatives Überdestillieren der flüchtigeren Komponenten zu gewährleisten. An der Drehbandkolonne sammelte man 3 Fraktionen, die mittels ihres NMR-Spektrums analysiert wurden: 1. 0.61 g mit Sdp. 38–68°C: 0.39 g 3 neben Äther und Methylenchlorid. 2. 2.91 g mit Sdp. 68–70°C: 2.62 g 3, neben Äther, Methylenchlorid, Benzol und Glycolmonomethyläther. 3. 2.20 g mit Sdp. 70–110°C: 0.22 g 3 neben Benzol, Toluol und Glycolmonomethyläther.

Gesamtausb. 3.23 g (70%) 3. Die Hauptfraktion wurde zur Entfernung des Glycolmonomethyläthers mit 100 mg LiAlH₄ behandelt und davon abdestilliert. Die erneute Rektifizierung an der Drehbandkolonne erbrachte 1.50 g einer Fraktion von 3 mit Sdp. 69–69.5°C/717 Torr, die praktisch frei von Äther und Methylenchlorid war und nur noch ca. 0.5% Benzol enthielt.

Bei Verwendung von *o*-Nitrobenzolsulfonsäurehydrazid²³⁾ als Diiminquelle war die Versuchsanordnung ähnlich. Zum Gemisch aus ätherischer Benzvalenlösung, Äthanolamin und Glycolmonomethyläther gab man bei Raumtemp. unter Rühren portionsweise die Diiminvorstufe, bis der Benzvalengeruch verschwunden war. Isolierung von 3 wie oben.

[1,6-D₂]Tricyclo[3.1.0.0^{2,6}]hexan (3a): Zu 1.2 g (15 mmol) 3 in 10 ml Äther tropfte man bei Raumtemp. unter Rühren und Ausschluß von Luft und Feuchtigkeit innerhalb von 10 min 15 ml einer 1.5 N Lösung von Butyllithium in Pentan. Dann rührte man 20 h bei Raumtemp. und brachte vorsichtig 2 ml D₂O ein. Danach trocknete man die organische Phase und unterwarf sie noch einmal der gesamten Prozedur. Destillation an der Drehbandkolonne erbrachte 730 mg einer Fraktion von Sdp. 68–74°C, die nach NMR-Analyse 500 mg (40% Ausb.) 3a enthielt. Geschätzter Deuterierungsgrad ca. 90%.

Thermolyse von 3: Ca. 100 mg 3 destillierte man im schwachen Stickstoffstrom durch ein etwa 40 cm langes Rohr mit 1 cm lichter Weite, dessen Temperatur an der heißesten Stelle 400°C betrug. Von der CCl₄-Lösung des Destillats nahm man ein NMR-Spektrum auf, das nur die Multipletts von 1,3-Cyclohexadien (8) bei δ 2.13 und 5.80 ppm aufwies. Bei 300°C lagerten sich nur ca. 10% des eingesetzten 3 um.

Silberfluoroborat-katalysierte Umlagerung von 3: Zu einer Lösung von ca. 50 mg 3 in einem Benzol/Tetrachlorkohlenstoff-Gemisch im NMR-Rohr gab man eine Spatelspitze AgBF₄ und schüttelte um. Das nach einigen Minuten aufgenommene Spektrum zeigte, daß bereits 50% von 3 in 8 übergegangen waren. Im Verlauf einiger Stunden vervollständigte sich der Umsatz.

Ozonolyse von Benzvalen (1): Eine Lösung von 1 in Hexan ist erhältlich, wenn man bei der 1-Synthese¹⁾ die 2. Portion Methylithium in Äther durch Butyllithium in Hexan ersetzt.

Durch 50 ml einer Hexanlösung mit 1.66 g (21.3 mmol) 1 wurde bei -75°C ein Ozonstrom geleitet. Das Ende der Reaktion nach ca. 2 h erkannte man an der Gelbfärbung einer nachgeschalteten KJ-Lösung und aufgrund der NMR-Analyse der Reaktionslösung, die kein 1 mehr enthielt. Es resultierte eine milchig-trübe Flüssigkeit; eine plastische, farblose Substanz hatte sich abgeschieden. Nach Aufwärmen auf Raumtemp. verfestigte sich dieser Körper, war pulverisierbar und zeigte nach Lufttrocknung Schmp. 58–60°C. Eine Probe von wenigen mg explodierte auf Schlag. An der Luft trat innerhalb weniger Stunden Dunkelverfärbung ein. Schwerlöslich in Äther, löslich in Chloroform und Tetrahydrofuran.

²³⁾ A. T. Dann und W. Davies, J. Chem. Soc. 1929, 1050.

Reduktion mit Lithiumaluminiumhydrid: Man suspendierte 4.0 g LiAlH_4 in 30 ml Äther und tropfte bei Raumtemp. unter Rühren die Ozonolyselösung sowie eine Lösung des Festkörpers in 30 ml Tetrahydrofuran innerhalb von 15 min zu. Dann kochte man 30 min unter Rückfluß, hydrolysierte nach dem Abkühlen mit 4.0 ml Wasser, 3.0 ml 20proz. Natronlauge und dann 14.0 ml Wasser, rührte noch 30 min und filtrierte ab. Nach Abziehen der Lösungsmittel destillierte man den farblosen Rückstand. Bei $90-105^\circ\text{C}$ (Bad)/0.001 Torr gingen 1.43 g (60%) **13a** über (Lit.-Sdp. $107-108^\circ\text{C}/1.3$ Torr²⁰, $92^\circ\text{C}/1$ Torr²¹).

NMR ($[\text{D}_6]$ Aceton, CDCl_3): OH t δ 3.97, CH_2OH t 3.51 mit $J_{\text{CH}_2, \text{OH}} = J_{\text{CH}_2, 1-\text{H}} = 5.0$ Hz, 4H m 1.76–2.72, 2H m 1.23–1.76.

$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_2$ (116.2) Ber. C 62.04 H 10.41 Gef. C 62.01 H 10.29 Mol.-Masse 116 (MS)

Ditosylat 13b: Schmp. $74-75^\circ\text{C}$ (Lit. $76.5-77.5^\circ\text{C}$ ²⁰, 79°C ²¹), Mol.-Masse 424 (MS).

[230/74]