

Reaktionen mit 3,3-Bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholinen^{1,2)}. Abfangreaktionen von Nitril-yliden mit Nitrosobenzol

Klaus Burger*, Kurt Einhellig, Wolf-Dieter Roth und Ewald Daltrozzo**

Organisch-Chemisches Institut der Technischen Universität München,

Arcisstr. 21, D-8000 München 2*, und

Fachbereich Chemie der Universität Konstanz, Postfach 7733, D-7750 Konstanz**

Eingegangen am 10. Mai 1976

Abfangreaktionen von bis(trifluormethyl)-substituierten Nitril-yliden 2, die durch Thermolyse aus 3,3-Bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholinen 1 erzeugt werden, mit Nitrosobenzol liefern 5,5-Bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazoline 3, 3,3-Bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,2,4-oxadiazoline 4 und 4,4-Bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinole 5. Die Verbindungen 5 sind das Resultat einer thermisch ausgelösten Umlagerung primär erhaltener [3+2]-Cycloaddukte. IR-, ¹H-NMR-, ¹⁹F-NMR- und Massenspektren der neuen Verbindungen werden beschrieben.

Reactions with 3,3-Bis(trifluoromethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholines^{1,2)}

Trapping Reactions of Nitrile Ylides with Nitrosobenzene

Trapping reactions of bis(trifluoromethyl)-substituted nitrile ylides 2, generated by thermolysis of 3,3-bis(trifluoromethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholines 1, with nitrosobenzene yield 5,5-bis(trifluoromethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolines 3, 3,3-bis(trifluoromethyl)- Δ^4 -1,2,4-oxadiazolines 4, and 4,4-bis(trifluoromethyl)-1,4-dihydro-1-quinazolinols 5. The compounds 5 are products of a thermal rearrangement of first formed [3+2]-cycloadducts. I. r., ¹H n. m. r., ¹⁹F n. m. r., and mass spectra of the new compounds are described.

Bis(trifluormethyl)-substituierte Nitril-ylide 2³⁾ sind durch Thermolyse bzw. Photolyse von 3,3-Bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholinen 1⁴⁾ zugänglich. Über ihre Abfangreaktionen mit elektronenarmen⁵⁾ sowie elektronenreichen^{2,6)} Mehrfachbindungssystemen, mit Isonitrilen⁷⁾ und über ihre Dimerisierung⁸⁾ wurde bereits berichtet. Wir beschreiben nun das Reaktionsverhalten von 2 gegenüber Nitrosobenzol.

¹⁾ K. Burger, auszugsweise vorgetragen beim 1. Lakeland Heterocyclic Symposium, Grasmere/England, Mai 1973.

²⁾ Reaktionen mit Δ^4 -1,4,2 λ^5 -Oxazaphospholinen, XIV. Mitteil. – XIII. Mitteil.: K. Burger, W.-D. Roth und K. Neumayr, Chem. Ber. **109**, 1984 (1976).

³⁾ K. Burger, J. Albanbauer und F. Manz, Chem. Ber. **107**, 1823 (1974), und dort zitierte Lit.

^{4a)} K. Burger, J. Fehn und E. Moll, Chem. Ber. **104**, 1826 (1971). – ^{4b)} J. Albanbauer, K. Burger, E. Burgis, D. Marquarding, L. Schabl und I. Ugi, Liebigs Ann. Chem. **1976**, 36.

^{5a)} K. Burger und K. Einhellig, Chem. Ber. **106**, 3421 (1973). – ^{5b)} K. Burger und J. Fehn, ebenda **105**, 3814 (1972).

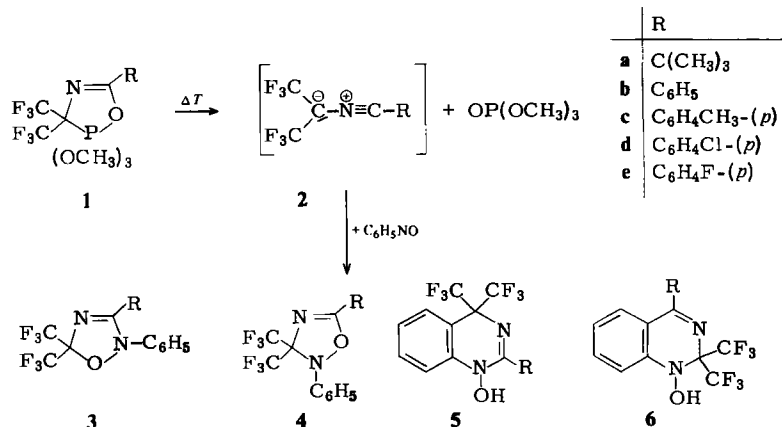
⁶⁾ K. Burger, W.-D. Roth, K. Einhellig und L. Hatzelmann, Chem. Ber. **108**, 2737 (1975).

⁷⁾ K. Burger, J. Fehn und E. Müller, Chem. Ber. **106**, 1 (1973).

⁸⁾ K. Burger, K. Einhellig, G. Süß und A. Gieren, Angew. Chem. **85**, 169 (1973); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **12**, 156 (1973).

Für die Reaktion von Benzonitril-(4-nitrobenzylid) wird aufgrund der Reaktionsprodukte, C-(4-Nitrophenyl)-N-phenylnitron und Benzonitril, das Durchlaufen eines [3+2]-Cycloadduktes angenommen⁹⁾.

Das in siedendem Xylol aus **1a** erzeugte Nitril-ylid **2a** liefert bei der Abfangreaktion mit Nitrosobenzol drei stabile, durch präparative Dünnschichtchromatographie an Kieselgel trennbare 1:1-Addukte. Bei den aryl-substituierten 1,3-Dipolen **2b–e** kann dagegen unter gleichen Reaktionsbedingungen (Badtemp. 140°C) ¹H-NMR-spektroskopisch nur die Bildung zweier Produkte nachgewiesen werden, deren Trennung bereits durch Säulenchromatographie gelingt. Für sie sind vier Strukturmöglichkeiten zu erwägen.



Die Hauptfraktion zeigt ¹H-NMR-Signale für die Reste R sowie für die fünf Aromatenprotonen der vom Nitrosobenzol herrührenden Phenylgruppe bei $\delta = 7.30 - 7.36$ ppm. Die in den Massenspektren mit großer Intensität beobachtete Retroreaktion weist auf das Vorliegen eines [3+2]-Cycloadditionsproduktes. Die IR-Absorptionen bei 1620 bis 1610 cm⁻¹ deuten auf eine C=N-Doppelbindung hin, und zwar eher auf eine cyclische Amidinstruktur^{5a)} nach Formel 3 als auf einen cyclischen Imidsäureester (4), für die in ähnlichen Systemen ein $\nu(\text{C}=\text{N})$ von ≥ 1640 cm⁻¹ gefunden wurde^{5a, 10)}. Die Orientierung der Addition der Nitrosfunktion bezüglich des Nitril-ylids **2** läßt sich auch aus dem Massenspektrum ableiten. Die mit großer Intensität auftretenden Fragment-Ionen [(M - CF₃) - CF₃CO]⁺, C₃F₅O⁺ sowie CF₃CO⁺ sind nur mit einer Struktur im Sinne von Formel 3 zu vereinbaren. Die Zerfallsreaktionen [M - CF₃]⁺ und [(M - CF₃) - CF₃CO]⁺ sind durch metastabile Ionen, die Elementarzusammensetzung durch hochauflösende Massenspektrometrie gesichert.

Eine weitere Fraktion zeigt IR-Banden bei 3400–3375 $\nu(\text{OH})$, 1695–1670 $\nu(\text{C}=\text{N})$, 1620–1595 $\nu(\text{C}=\text{C}_{\text{aromat.}})$ sowie die für die *ortho*-Disubstitution am Aromaten typische Bande bei 760–740 cm⁻¹. In den ¹H-NMR-Spektren findet man neben den Signalen für die Reste R nur vier Phenylprotonen des ursprünglich eingesetzten Nitrosobenzols als

⁹⁾ ^{9a)} K. Bunge, R. Huisgen, R. Raab und H. J. Sturm, Chem. Ber. **105**, 1307 (1972). – ^{9b)} R. Huisgen, H. Stangl, H. J. Sturm und H. Wagenhofer, Angew. Chem. **74**, 31 (1962); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **1**, 50 (1962).

¹⁰⁾ K. Bunge, R. Huisgen, R. Raab und H. Stangl, Chem. Ber. **105**, 1279 (1972).

Multiplett im Bereich $\delta = 6.80 - 7.20$ ppm und zusätzlich ein neues breites Signal (austauschbar durch D_2O) bei ca. 4.45 ppm.

Die Fragmente größter Intensität des massenspektrometrischen Zerfalls sind bei allen Verbindungen dieses Typs $m/e = 257 [M - RCN]^+$, $188 (257 - CF_3)^+$ und $168 [188 - HF]^+$. Die Zerfälle sind durch metastabile Ionen belegt. Fragment-Ionen $[M - RCN]^+$ wurden bei den bisher untersuchten [3+2]-Cycloadditionsprodukten, wenn überhaupt, nur mit untergeordneter Intensität^{5a)} gefunden. Ihr intensives Auftreten wäre zwanglos aus Struktur **5** als Retro-Diels-Alder-Reaktion erklärbar¹¹⁻¹³⁾; ebenso sprechen die Daten der UV-Spektroskopie zugunsten von Struktur **5**¹⁴⁾.

Dem dritten Isomeren, im Falle R = *tert*-Butyl, ordnen wir aufgrund des einfachen ¹H- [$\delta = 1.40$ (s; 9H), 7.27 ppm (s; 5H)] und ¹⁹F-NMR-Spektrums (Tab. 1) sowie einer IR-Bande bei 1652 cm^{-1} (cyclischer Imidsäureester^{5a, 10)}) die Konstitution eines 3,3-Bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,2,4-oxadiazolins (**4a**) zu.

Tab. 1. ¹⁹F-NMR-Daten^{a)} der Verbindungen **3**–**5**, δ [ppm]

R	3	4	5
a C(CH ₃) ₃	+0.6 (s)	-4.4 (s)	-1.6 (s)
b C ₆ H ₅	-0.3 (s)	-4.4 (s)	-2.3 (s)
c <i>p</i> -CH ₃ C ₆ H ₄	-0.3 (s)	-5.3 (s)	-2.2 (s)
d <i>p</i> -ClC ₆ H ₄	-0.2 (s)	-4.6 (s)	-2.3 (s)
e <i>p</i> -FC ₆ H ₄	-0.6 (s; 6F) +25.1 (m; 1F)	-4.9 (s; 6F) +23.8 (m; 1F)	-2.6 (s; 6F) +28.1 (m; 1F)

^{a)} In CCl₄, Trifluoressigsäure als äußerer Standard.

Das Isomerenverhältnis **3a**:**4a**:**5a** ist abhängig von der Reaktionstemperatur (Tab. 2).

Tab. 2. ¹⁹F-NMR-spektroskopisch ermittelte Isomerenverhältnisse **3a**:**4a**:**5a** in Xylol

Reaktionstemp. (°C)	3a (%)	4a (%)	5a (%)
90	36	63	1
100	34	64	2
120	35	58	7
140	41	18	41

In einem bei tiefer Temperatur (90°C) erhaltenen Isomerengemisch **3a**:**4a**:**5a** geht bei nachträglichem Aufheizen der Anteil an **4a** zugunsten von **5a** zurück. Bei mehrstündigem Erhitzen auf 220°C in Nitrobenzol gelingt schließlich auch die Umwandlung von **3a** in **5a** (Tab. 3).

¹¹⁾ S. Meyerson, J. D. McCollum und P. N. Rylander, J. Am. Chem. Soc. **83**, 1401 (1961).

¹²⁾ K. Biemann, Angew. Chem. **74**, 102 (1962); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **1**, 98 (1962).

¹³⁾ H. Budzikiewicz, J. I. Brauman und C. Djerassi, Tetrahedron **21**, 1855 (1965).

¹⁴⁾ E. Daltrozzo, unveröffentl. Ergebnisse.

Tab. 3. ^{19}F -NMR-spektroskopisch ermittelte Isomerenverhältnisse **3a**:**4a**:**5a** in Nitrobenzol

Reaktionstemp. ($^{\circ}\text{C}$)	Zeit (h)	3a (%)	4a (%)	5a (%)
90	2	34	66	—
130	2	32	8	60
140	2	32	—	68
170	2	31	—	69
190	2	12.5	—	87.5
220	24	—	—	100

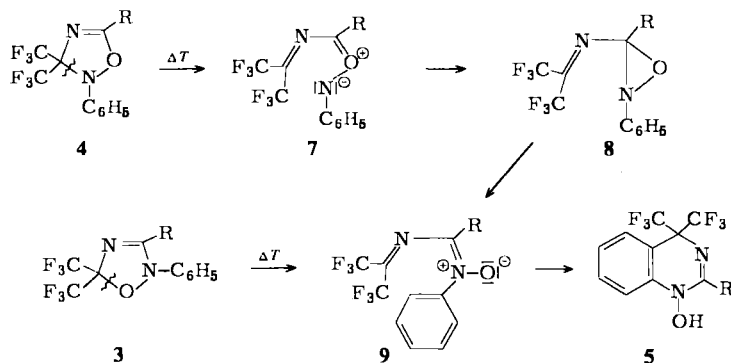
Verwendet man zur Erzeugung der Nitril-ylide **2** aus **1** die tiefstmögliche Temperatur (90°C -Bad), so gelingt es in allen untersuchten Fällen **a**–**e**, das $[3+2]$ -Cycloaddukt **4** neben **3** ^{19}F -NMR-spektroskopisch nachzuweisen (Tab. 1). Unter diesen Reaktionsbedingungen ist nun Verbindung **5** nicht mehr oder nur in untergeordneter Menge nachzuweisen. Beim nachträglichen Erhitzen eines bei 100°C erzeugten Isomergemisches **3c**:**4c**:**5c** ($R = p$ -Tolyl) fällt der Anteil an **4c** [IR: $\nu(\text{C}=\text{N})$ 1645 cm^{-1}] unter den Bereich der Nachweisgrenze, während der Anteil an **5c** entsprechend zunimmt; die Ausbeute an **3c** bleibt im Temperaturbereich von 100 – 140°C unberührt.

Tab. 4. ^{19}F -NMR-spektroskopisch ermittelte Isomerenverhältnisse **3c**:**4c**:**5c** in Xylol

Reaktionstemp. ($^{\circ}\text{C}$)	3c (%)	4c (%)	5c (%)
100	66.5	28.5	5
120	66.5	15.5	18
140	65	—	35

Beim Versuch der Isolierung von **4c** gelang lediglich eine Anreicherung dieses Isomeren, da bei der Schichtchromatographie stets eine teilweise Umwandlung **4c** \rightarrow **5c** zu beobachten war.

Die erhaltenen experimentellen Ergebnisse lassen auf folgenden Reaktionsablauf schließen: Nitrosobenzol wird von den trifluormethyl-substituierten Nitril-yliden **2** nach dem Schema der $[3+2]$ -Cycloaddition¹⁵⁾ unter Bildung der beiden Orientierungsisomeren



¹⁵⁾ ^{15a)} R. Huisgen, *Angew. Chem.* **75**, 604 (1963); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **2**, 565 (1963). –
^{15b)} *J. Org. Chem.* **41**, 403 (1976).

3 und 4 aufgenommen. Bereits ab 90–100°C beginnt eine über mehrere Stufen verlaufende Umlagerung 4 → 5 ins Spiel zu kommen. Eine mögliche mechanistische Erklärung wäre die elektrocyclische Ringöffnung (4 → 7) unter Bildung eines 1,5-Dipols, der über die Stufe eines Oxaziridins 8 die Umwandlung zum stabileren Nitron 9 erfährt. Dies ist nun wiederum zu einem elektrocyclischen Ringschluß¹⁶⁾ unter Bildung eines 1,4-Dihydro-1-chinazolinols 5 befähigt. Ein derartiger Reaktionsweg würde auf plausible Weise die größere thermische Stabilität der Verbindungen 3 gegenüber 4 auf die unterschiedliche Bindungsenergie der beim elektrocyclischen Ringöffnungsprozeß zu brechenden Bindung zurückführen.

Die bei der Abfangreaktion von Nitril-yliden 2 mit Nitrosobenzol erhaltenen Resultate lassen sich demnach widerspruchlos mit dem von Huisgen¹⁵⁾ entwickelten Konzept der synchronen [3+2]-Cycloaddition erklären. Die Verbindungen 5 sind lediglich Produkte einer thermisch ausgelösten Umlagerung primär erhaltener [3+2]-Cycloaddukte.

Den Herren Professoren Dr. G. Kresze und Dr. I. Ugi danken wir für die großzügige Förderung dieser Arbeit, der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für finanzielle Unterstützung. Herrn A. Richter sind wir für die sorgfältige Ausführung der Elementaranalysen und Fräulein E. Kaldyk für die Aufnahme der ¹⁹F-NMR-Spektren zu Dank verpflichtet.

Experimenteller Teil

Die Schmp. sind nicht korrigiert. — IR-Spektren: Perkin-Elmer-Gerät Infracord. — ¹H-NMR-Spektren: Varian A 60. — ¹⁹F-NMR-Spektren: Jeol C 60 HL. — Massenspektren: MS 9 von AEI, Elektronenenergie 70 eV.

3-*tert*-Butyl-2-phenyl-5,5-bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolin (3a)/5-*tert*-Butyl-2-phenyl-3,3-bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,2,4-oxadiazolin(4a)/2-*tert*-Butyl-4,4-bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinol (5a): 22.4 g (60 mmol) 1a und 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol werden in 50 ml wasserfreiem Xylol 15 h auf 130°C (Bad) erhitzt. Das Rohprodukt ist ein Gemisch von 3a:4a:5a im Verhältnis 37:39:24. Es wird durch Chromatographie an Aluminiumoxid, Merck „neutral“, Eluierungsmittel CCl₄, vom entstandenen Phosphorsäure-trimethylester befreit und anschließend destilliert. Ausb. 11.4 g (67%) 3a/4a/5a vom Sdp. 60–65°C/0.2 Torr.

C₁₄H₁₄F₆N₂O (340.3) Ber. C 49.42 H 4.15 N 8.23

Gef. C 49.63 H 4.22 N 8.56 Mol.-Masse 340 (MS)

Die Trennung der Isomeren erfolgt durch präparative Dünnschichtchromatographie an Fertigplatten Kieselgel 60 F₂₅₄ (Merck), Laufmittel CCl₄/CHCl₃ (3:1). — 3a (kleinster R_F-Wert): IR (Film): 1608 cm⁻¹; ¹H-NMR (CCl₄): δ = 1.13 (s; 9H), 7.46 ppm (s; 5H). — 4a (mittlerer R_F-Wert): IR (Film): 1652 cm⁻¹; ¹H-NMR (CCl₄): δ = 1.40 (s; 9H), 7.27 ppm (s; 5H). — 5a (größter R_F-Wert): IR (Film): 3380, 1690, 1615, 750 cm⁻¹; ¹H-NMR (CCl₄): δ = 1.32 (s; 9H), 4.32 (s. breit; 1H), 6.70–7.12 ppm (m; 4H).

Thermolyse von 5-Aryl-2,2,2-trimethoxy-3,3-bis(trifluormethyl)- Δ^4 -1,4,2 λ^5 -oxazaphospholinen 1 in Gegenwart von Nitrosobenzol: 60 mmol 1b–e werden mit 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol in wasserfreiem Xylol 15–21 h auf 140–150°C (Bad) erhitzt. Danach werden das Xylol und der entstandene Phosphorsäure-trimethylester i. Vak. abdestilliert. Die Trennung der Produkte 3 und 5 erfolgt säulenchromatographisch (Säule 30 cm × 2.5 cm, Aluminiumoxid-Merck „neutral“, Aktivitätsstufe I). Zuerst werden die Δ^3 -1,2,4-Oxadiazoline 3 mit CCl₄, anschließend die 1,4-Dihydro-1-chinazolinole 5 mit CHCl₃ eluiert.

¹⁶⁾ G. Maier, Valenzisomerisierungen, Verlag Chemie, Weinheim 1972, und dort zitierte Lit.

2,3-Diphenyl-5,5-bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolin (**3b**)/2-Phenyl-4,4-bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinol (**5b**): 23.6 g (60 mmol) **1b** und 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol geben nach 18 h bei 140°C (Bad) 11.0 g (61%) des Produktgemisches **3b/5b**. — **3b**: Ausb. 10.2 g (56%); Schmp. 143°C (Methanol/Wasser); IR (KBr): 1610 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 7.21-7.55$ (m; 3H), 7.35 (s; 5H), 7.62–7.87 ppm (m; 2H). — **5b**: Ausb. 0.80 g (4.5%); Sdp. 101°C/0.05 Torr, Schmp. 42°C; IR (Film): 3380, 1670, 1615, 745 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 4.48$ (s, breit; 1H), 6.73–7.36 (m; 4H), 7.36–7.64 (m; 3H), 8.08–8.47 ppm (m; 2H).

$\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{F}_6\text{N}_2\text{O}$ (360.3) Ber. C 53.34 H 2.80 N 7.78

3b: Gef. C 53.21 H 2.93 N 7.78

5b: Gef. C 53.51 H 3.00 N 7.80

2-Phenyl-3-(*p*-tolyl)-5,5-bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolin(**3c**)/2-(*p*-Tolyl)-4,4-bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinol (**5c**): Aus 24.45 g (60 mmol) **1c** und 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol entstehen nach 15 h bei 150°C (Bad) 13.1 g (70%) des Produktgemisches **3c/5c**. — **3c**: Schmp. 97°C (Hexan); IR (KBr): 1615 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 2.32$ (s; 3H), 6.95–7.21 (m; 2H), 7.32 (s; 5H), 7.45–7.70 ppm (m; 2H). — **5c**: Schmp. 79°C (Methanol/Wasser); IR (KBr): 3400, 1670, 1615, 749 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 2.42$ (s; 3H), 4.42 (s, breit; 1H), 6.80–7.35 (m; 6H), 7.87–8.15 ppm (m; 2H).

$\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{F}_6\text{N}_2\text{O}$ (374.3) Ber. C 54.55 H 3.23 N 7.48

3c: Gef. C 54.65 H 3.52 N 7.38

5c: Gef. C 54.61 H 3.41 N 7.25

3-(4-Chlorphenyl)-2-phenyl-5,5-bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolin (**3d**)/2-(4-Chlorphenyl)-4,4-bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinol (**5d**): Aus 24.8 g (58 mmol) **1d** und 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol entstehen nach 18 h bei 145°C (Bad) 11.85 g (60%) eines Produktgemisches **3d/5d**. — **3d**: Schmp. 85°C (Hexan); IR (KBr): 1620 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 7.13-7.40$ (m; 2H), 7.35 (s; 5H), 7.52–7.75 ppm (m; 2H). — **5d**: Schmp. 76–77°C (Methanol/Wasser); IR (KBr): 3390, 1675, 1620, 1595, 749 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 4.49$ (s, breit; 1H), 6.81–7.30 (m; 4H), 7.27–7.60 (m; 2H), 8.03–8.35 ppm (m; 2H).

$\text{C}_{16}\text{H}_9\text{ClF}_6\text{N}_2\text{O}$ (394.7) Ber. C 48.69 H 2.30 N 7.10

3d: Gef. C 48.65 H 2.33 N 6.79

5d: Gef. C 48.78 H 2.48 N 6.84

3-(4-Fluorphenyl)-2-phenyl-5,5-bis(trifluormethyl)- Δ^3 -1,2,4-oxadiazolin (**3e**)/2-(4-Fluorphenyl)-4,4-bis(trifluormethyl)-1,4-dihydro-1-chinazolinol (**5e**): Aus 24.6 g (60 mmol) **1e** und 5.35 g (50 mmol) Nitrosobenzol entstehen nach 21 h bei 140°C (Bad) 12.9 g (68%) des Produktgemisches **3e/5e**. — **3e**: Schmp. 122°C (Hexan); IR (KBr): 1615 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 6.80-7.17$ (m; 2H), 7.36 (s; 5H), 7.58–7.90 ppm (m; 2H). — **5e**: Schmp. 71–72°C (Hexan); IR (KBr): 3375, 1678, 1618, 1605, 747 cm^{-1} ; $^1\text{H-NMR}$ (CCl_4): $\delta = 4.47$ (s, breit; 1H), 6.75–7.43 (m; 6H), 8.03–8.40 ppm (m; 2H).

$\text{C}_{16}\text{H}_9\text{F}_7\text{N}_2\text{O}$ (378.3) Ber. C 50.81 H 2.40 N 7.41

3e: Gef. C 51.14 H 2.38 N 7.54

5e: Gef. C 50.81 H 2.51 N 7.46