

## 48. (Perhalogenmethylthio)heterocyclen. XII<sup>1)</sup>. Herstellung von Perfluoroalkylsulfonylharnstoff-Derivaten sowie $\text{CCl}_3\text{-}_n\text{F}_n\text{X}$ -substituierten Heterocyclen und deren biologische Wirkung

von Michael R. C. Gerstenberger<sup>2)</sup>, Alois Haas<sup>2)</sup> und Horst Pauling

Abteilung für Vitamin- und Ernährungsforschung der *F. Hoffmann-La Roche & Co. AG*, CH-4002 Basel

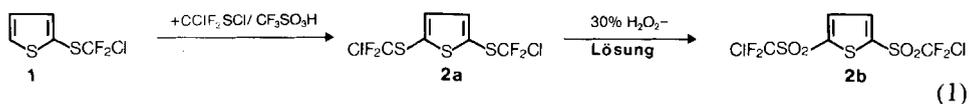
(7.1.82)

(Perhalomethylthio)heterocycles XII<sup>1)</sup>. Preparation of Perfluoroalkylsulfonylurea Derivatives as well as  $\text{CCl}_3\text{-}_n\text{F}_n\text{X}$ -Substituted Heterocycles and Their Biological Activity

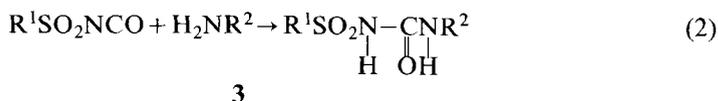
### Summary

In the presence of  $\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$  (chlorodifluoromethylthio)thiophene **1** reacts with  $\text{CClF}_2\text{SCl}$  to give the 2,5-disubstituted thiophene **2a** which on oxidation with 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$ -solution yields the corresponding sulfonyl compound **2b**.  $\text{R}^1\text{SO}_2\text{NCO}$  adds amines to give  $\text{R}^1\text{SO}_2\text{NHC(O)NHR}$  **3a-g**. Some biological properties of these compounds were investigated.

Die Substitution von Thiophen mit  $\text{CClF}_2\text{SCl}$  gelingt in Gegenwart von  $\text{SnCl}_4$ , wobei in guten Ausbeuten (2-Chlordifluormethylthio)thiophen **1** entsteht [2]. Der durch die Substitution desaktivierte Aromat **1** reagiert in Gegenwart von  $\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$  mit einem weiteren mol  $\text{CClF}_2\text{SCl}$  zu 2,5-Bis(chlordifluormethylthio)thiophen **2a** [3], das in Eisessig mit 30proz.  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung zu 2,5-Bis(chlordifluormethylsulfonyl)thiophen **2b** aufoxydiert wird.



Die durch Umsetzung von  $\text{R}^1\text{SO}_2\text{NH}_2$  mit  $\text{ClSO}_2\text{NCO}$  hergestellten Isocyanate  $\text{R}^1\text{SO}_2\text{NCO}$  [4] addieren  $\text{NH}_3$  bzw. Amine gemäss Gleichung 2.



<sup>1)</sup> XI. Mitt., s. [1].

<sup>2)</sup> Lehrstuhl für Anorganische Chemie II der Ruhr-Universität Bochum, Postfach 102148, D-4630 Bochum I.

3	a	b	c	d	e	f	g
R <sup>1</sup>	CF <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> F <sub>9</sub>	C <sub>8</sub> F <sub>17</sub>	C <sub>4</sub> F <sub>9</sub>			
R <sup>2</sup>	H	H	H	C <sub>6</sub> F <sub>5</sub>	CF <sub>3</sub> S	2-Furoyl	Cyclohexyl

**Biologische Testergebnisse.** - Die hier beschriebenen Verbindungen **2a**, **2b**, **3a-g** sowie die bereits bekannten Substanzen 2,5-Bis(trifluormethylthio)thiophen (**2c**), 2,5-Bis(trifluormethylsulfonyl)thiophen (**2d**) [3], 2-Chlordifluormethylthio-4-(dichlorfluormethylthio)pyrrol (**4a**), 2-Chlordifluormethylthio-5-(dichlorfluormethylthio)pyrrol (**4b**) und 2-Trifluormethylthio-5-(dichlorfluormethylthio)pyrrol (**4c**) [5] fallen bis auf die Pyrrolderivate durch eine sehr niedrige Toxizität auf. Nachfolgend werden die LD<sub>50</sub>-Werte in mg pro kg p.o. - gemessen an der Maus - angegeben.

	2a	2b	2c	2d	3a	3b	3c	3d	3e	3f	3g	4a	4b	4c
LD <sub>50</sub>	5000	5000	600- 1200	5000	2500	5000	2500- 5000	1250- 2500	625- 1250	1000- 2000	1250- 2500	500	80	80

Ganz allgemein konnte festgestellt werden, dass mono(CI<sub>n</sub>F<sub>3-n</sub>CS)-substituierte Thiophene toxischer waren (300 bis 2500 mg/kg) als disubstituierte (2500 bis 5000). Innerhalb der monosubstituierten Derivate fiel die Toxizität mit steigendem «n», z. B. 2-(Trifluormethylthio)thiophen (300 bis 600); 2-(Chlordifluormethylthio)thiophen (600 bis 1250); 2-(Trichlormethylthio)thiophen (1250 bis 2500).

Im biologischen *Screening* zeigten die Verbindungen drei unterschiedliche Wirkungsbereiche. So wirken die Thiophenderivate anorektisch. Die ermittelten Werte werden in *Tabelle 1* angegeben. Auffallend ist, dass beim Übergang **2c** zu **2d** eine beachtliche Wirkungssteigerung beobachtet wird, wobei die Wirkung von **2d** annähernd diejenige von **2a** erreicht. Dagegen führt die Umwandlung von **2a** in **2b** zu einer Aktivitätsverminderung.

Tabelle 1. Anorektische Wirkung der Verbindungen **2a-d**

Verbindung	Dosis µmol/kg	Nahrungsaufnahme <sup>a)</sup>	Mittelwert
<b>2a</b>	300	61, 55, 56, 36	52
<b>2b</b>	300	70, 58, 72, 74	68
<b>2c</b>	100	22, 58, 53, 71	51
	30	105, 96, 101, 100	100
<b>2d</b>	300	55, 73, 63, 73	66

<sup>a)</sup> Nahrungsaufnahme in % im Vergleich mit Placebo gefütterten Tieren unter analogen Bedingungen.

Die mit **2c** und einer Dosis von 100 µmol/kg erzielte Nahrungsverweigerung ist auf toxische Effekte zurückzuführen. Von **2a** ist die Langzeittoxizität an Mäusen und Ratten ermittelt worden. Die ermittelte letale Dosis nach 10 Tagen und 10 Verabreichungen betrug für Mäuse: LD<sub>50</sub> = 430 ± 100 mg/kg und für Ratten LD<sub>50</sub> = 440 mg/kg oral. Die Gruppe der Sulfonylharnstoff-Derivate zeigte in erster

Linie eine Senkung des Cholesterin- und Triglyceridspiegels. Die für **3a-c** ermittelten Ergebnisse sind in *Tabelle 2* angegeben. Auffallend ist, dass die Wirkung erst ab einer gewissen Länge der perfluorierten Kette auftritt: Während **3a** und **3b** unwirksam sind, ist **3c** sehr aktiv. Orale und intraperitoneale (i.p.) 10-Tage-Toxizitätsversuche an Mäusen und Ratten haben ergeben, dass für **3c** LD<sub>50</sub> nach 10 Tagen und 10 Verabreichungen an Mäusen auf 140 ± 20 mg/kg oral bzw. 180 ± 14 mg/kg i.p. und für Ratten auf 180 ± 4 mg/kg oral bzw. 88 ± 7 mg/kg i.p. absinkt. Das Präparat wird oral gut resorbiert; doch kommt es bei mehrmaliger Verabreichung zu ziemlich erheblicher Kumulation. Ohne Gewichtsverlust werden 62,5 mg/kg oral vertragen. Die übrigen Harnstoffderivate **3d-g** waren praktisch wirkungslos.

Tabelle 2. *Biologische Wirkungen der Verbindungen 3a-c* (Gruppen von je 5 männlichen Füllinsdorfer Albinoratten erhalten während 2½ Tagen je morgens und abends eine orale Applikation des Versuchspräparates in 5proz. arabischem Gummi (10 ml/kg). 3 Stunden nach der letzten Präparatgabe wird Heparinplasma gewonnen zur Bestimmung von Cholesterin und Triglyceriden)

	Toxizität mg/kg	Dosis µmol/kg	Die Ratten fasten während der Versuchsdauer		Die Ratten haben Futter <i>ad libitum</i>				Nahrungsaufnahme						
			Triglyceride (in % der Kontrollen)	Cholesterin (in % der Kontrollen)	Triglyceride (in % der Kontrollen)	Cholesterin (in % der Kontrollen)		(in % der Kontrollen)							
<b>3a</b>	2500	1000	-	-	99	-	-	107	-	-	76/99	-	-		
		300	115	-	108	-	76	39	-	88	100	-	123/86	93/42	-
		300	84	-	95	-	39	96	-	94	96	-	91/65	99/129	-
		100	-	-	-	-	96	86	-	99	100	-	80/86	80/88	-
<b>3b</b>	5000	300	79	-	93	-	79	87	83	100	112	92	88/91	88/79	104/101
		300	49	-	32	-	9	-	-	24	-	-	57/17	-	-
<b>3c</b>	2500	100	44	-	39	-	44	-	-	62	-	-	88/78	-	-
		100	44	-	39	-	44	-	-	62	-	-	88/78	-	-
		30	65	-	78	-	76	-	-	80	-	-	102/109	-	-

Die Ermittlung und Interpretation der biologischen Daten wurde von den Herren Dr. *H. Lengsfeld* und Dr. *W. Pirson* aus der Forschungsabteilung der Sparte Pharma der *F. Hoffmann-La Roche & Co. AG*, Basel, durchgeführt. Beiden Herren sei dafür bestens gedankt. Dem Minister für Wissenschaft und Forschung des Landes Nordrhein-Westfalen danken wir für eine finanzielle Unterstützung der präparativen Arbeiten.

### Experimenteller Teil

*Allgemeines.* <sup>1</sup>H- bzw. <sup>19</sup>F-NMR.-Spektren wurden auf einem *Bruker HFX-90* bzw. *HX-60/5*-Spektrometer mit etwa 50proz. Lösungen in C<sub>6</sub>F<sub>6</sub> bei 20° registriert. Die Messung der chemischen Verschiebung erfolgte in ppm relativ zum inneren Standard TMS (= 0 ppm) bzw. C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>. Die in den <sup>19</sup>F-NMR.-Spektren angegebenen chemischen Verschiebungen sind auf den Standard CFC<sub>3</sub> (= 0 ppm) umgerechnete Werte, wobei positive Werte einer Verschiebung feldaufwärts von CFC<sub>3</sub> entsprechen.

*Herstellung von 2,5-Bis(chlordifluormethylthio)thiophen.* Ein 100-ml-Einhalskolben wird mit 15,5 g (75 mmol) 2-(Chlordifluormethylthio)thiophen, 13 g (85 mmol) Chlordifluormethansulfenylchlorid und 4,5 g (30 mmol) Trifluormethansulfonsäure gefüllt und sofort mit Intensivkühler (-30°) mit CaCl<sub>2</sub>-Rohr versehen. Dann wird 24 Std. bei +20° gerührt, mit 50 ml Wasser versetzt, mehrmals mit Pentan ausgeschüttelt, die organische Phase über Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> getrocknet und durch eine Spaltrohrkolonne destilliert. Es werden 11,2 g (37%) als farblose Flüssigkeit erhalten. Sdp.: 75°/1,1 Torr, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5318. - <sup>1</sup>H-NMR. (90%): 7,35 (s, H-C(3,4)). - <sup>19</sup>F-NMR. (90%): 30,6 (s, CF<sub>2</sub>Cl).

C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>4</sub> S <sub>3</sub>	Ber. C 22,72	H 0,64	Cl 22,36	S 30,33%
(317,2)	Gef. ,, 22,68	„ 0,73	„ 22,76	„ 29,81%

*Herstellung von 2,5-Bis(chlordifluormethylsulfonyl)thiophen.* In einem 100-ml-Zweihalskolben, ausgestattet mit *Dimroth*-Kühler, Trockenrohr, Tropftrichter und Magnetrührer wird eine Lösung von 4 g (13 mmol) 2,5-Bis(chlordifluormethylthio)thiophen in 25 ml Eisessig tropfenweise mit einem Gemisch von 7,5 g (67 mmol) 30proz. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lösung mit 5 ml Eisessig binnen 1 Std. bei 80° versetzt, dann auf RT. abgekühlt und weitere 10 Std. gerührt. Anschliessend wurden 10,5 g (101 mmol) Acetanhydrid zugegeben, um entstandenes Wasser zu binden. Nachdem abermals auf 80° erhitzt wurde, werden erneut 11,3 g (100 mmol) 30proz. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lösung binnen 1 Std. zugetropft. Anschliessend wird bei 90° (2 Std.) und bei 20° (7 Std.) nachgerührt. Das bereits einen farblosen Feststoff enthaltende Gemisch wird in Eiswasser eingetragen, der Niederschlag abfiltriert, mit Eiswasser gewaschen und aus Äthanol umkristallisiert. Es bilden sich 2,7 g (56%) farblose, verfilzte Kristallnadeln von **2b**. Smp. 96°. - <sup>1</sup>H-NMR.: 8,15 (s, H-C(3,4)). - <sup>19</sup>F-NMR.: 58,56 (s, CF<sub>2</sub>Cl).

C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>F<sub>4</sub>O<sub>4</sub>S<sub>3</sub> Ber. C 18,91 H 0,53 S 25,24 Cl 18,60%  
(381,17) Gef. „ 19,27 „ 0,49 „ 25,69 „ 18,75%

*Herstellung von Nonafluorbutylsulfonylharnstoff.* In einen 1-l-Vierhalskolben, ausgestattet mit Tropftrichter, KPG-Rührer, Intensivkühler (-80°) mit Trockenrohr und Gaseinleitungsrohr werden bei -70° ca. 250 ml NH<sub>3</sub> aus einem Zylinder einkondensiert. Binnen 0,5 Std. werden bei -50° 30 g (0,09 mol) C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>SO<sub>2</sub>NCO zugetropft. Sofort fällt das gebildete Harnstoff-Derivat als weisser Festkörper aus. Nach beendeter Reaktion wird auf 20° erwärmen gelassen, wobei überschüssiges NH<sub>3</sub> abdestilliert. Der zurückbleibende weisse Festkörper wird mit ca. 200 ml kaltem Wasser digeriert, abgenutscht, mehrfach mit Pentan gewaschen und im Exsikkator zwei Tage über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> getrocknet. Ausbeute: 27 g (85%). Smp. 136°. - <sup>1</sup>H-NMR. (in DMSO): 5,95 (br. s, NH); 6,8 (br. s, NH<sub>2</sub>). - <sup>19</sup>F-NMR.: 80,64 (m, CF<sub>3</sub>); 112,46 (m, CF<sub>2</sub>); 129,13 (m, CF<sub>2</sub>); 138,44 (m, CF<sub>2</sub>).

C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>F<sub>9</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S (342,1) Ber. C 17,55 H 0,88 S 9,37% Gef. C 17,63 H 0,95 S 9,50%

*Herstellung von Heptadekafluoroktylsulfonylharnstoff.* Analog zu vorigem Kapitel werden 20 g (0,04 mol) C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>SO<sub>2</sub>NCO (mit Föhn erwärmt) mit NH<sub>3</sub> umgesetzt. Es entstehen 15,3 g (74%). Smp.: 161°. - <sup>1</sup>H-NMR. (in DMSO): 5,92 (br. s, NH); 7,21 (br. s, NH<sub>2</sub>). - <sup>19</sup>F-NMR.: 70,00 (m), 71,86 (m), 80,82 (m), 112,29 (m), 113,17 (m), 119,38 (m), 121,06 (m), 125,59 (m).

C<sub>9</sub>H<sub>3</sub>F<sub>17</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S (542,2) Ber. C 19,94 H 0,56 S 5,91% Gef. C 19,81 H 0,63 S 5,95%

*Herstellung von Trifluormethylsulfonylharnstoff.* Analog zu vorigem Kapitel werden 16,8 g (0,096 mol) CF<sub>3</sub>SO<sub>2</sub>NCO, gelöst in 130 ml abs. Äther, mit NH<sub>3</sub> umgesetzt. Nach dem Abdampfen des überschüssigen NH<sub>3</sub> fällt als weisses Kristallisat das Ammoniumsalz des Trifluormethylsulfonylharnstoffes (CF<sub>3</sub>SO<sub>2</sub>NCONH<sub>2</sub>)<sup>⊕</sup>NH<sub>4</sub><sup>⊖</sup> an. Der Äther wird abdekantiert und das Produkt i.V. getrocknet: 18,7 g (93,2%), Smp.: 116-118°.

C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S (209,1) Ber. C 11,48 H 2,89 S 15,32% Gef. C 11,32 H 2,85 S 15,22%

Von diesem Ammoniumsalz werden 14,2 g (0,068 mol) mit der stöchiometrischen Menge 1N HCl versetzt. Danach wird das Wasser i.RV. abgezogen und der Rückstand in Aceton aufgenommen. Das nicht lösliche Ammoniumchlorid wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Rückstand aus wenig Wasser umkristallisiert: 7 g (53,7%), Smp.: 159-160°.

C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S (192,1) Ber. C 12,50 H 1,57 S 16,69% Gef. C 12,31 H 1,75 S 16,63%

*Herstellung von N-Nonafluorbutylsulfonyl-N'-pentafluorphenyl-harnstoff.* Ein 250-ml-Vierhalskolben wird mit *Dimroth*-Kühler (-20°), KPG-Festflügel-Rührer und einem 100-ml-Tropftrichter (mit Druckausgleich) ausgestattet. Der Tropftrichter verfügt über einen ausreichend langen Vorstoss, so dass ein Eintropfen in der Nähe der Kolbenmitte gewährleistet ist. Das obere Ende des Kühlers wird über einen PVC-Schlauch mit einer Kühlfalle (-80°) verbunden, die am anderen Ausgang mit einem grossen Trockenrohr (CaCl<sub>2</sub>) versehen ist. Die gesamte Apparatur wird durch den vierten Kolbenschliff etwa ½ Std. mit getrocknetem N<sub>2</sub> gespült und im Kolben 50 ml, im Tropftrichter 20 ml Toluol (wasserfrei) vorgelegt. Dann werden 8 g (25 mmol) C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>SO<sub>2</sub>NCO i.V. (10<sup>-3</sup> Torr) in ein mit Kernschliff versehenes Zerschlaggefäss kondensiert und dieses nach dem Abschmelzen schnell unter N<sub>2</sub> auf den Tropftrichter gesetzt. Im Reaktionskolben werden sodann 4,5 g (25 mmol) C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>NH<sub>2</sub> ins vorgelegte Toluol gegeben, kurzzeitig ein N<sub>2</sub>-Strom durch die Apparatur geleitet, um Reste Luft zu

entfernen, und dann das Zerschlaggefäß geöffnet. Das Isocyanat fließt daraufhin ins vorgelegte Toluol; durch mehrmaliges Drehen des Tropftrichters wird optimale Durchmischung erzielt. Unter kräftigem Rühren werden nun binnen  $\frac{1}{2}$  Std. die Isocyanat- zu der Amin-Lösung getropft, wobei u. U. mit einem bereitstehenden Eisbad gekühlt werden muss. Der ausfallende weisse Niederschlag wird nach einigen Stunden des Nachrührens bei 20° i. V. (12 Torr) abgesaugt und mehrfach mit kaltem Toluol gewaschen. Eine Umkristallisation ist nicht erforderlich, da bei sorgfältigem Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluss die einzige potentielle Verunreinigung,  $C_4F_9SO_2NH_2$ , vermieden wird. Es werden 11,8 g (95,0%) isoliert. Smp.: 184°. -  $^{19}F$ -NMR. (in  $CCl_3F/DMSO$  1:1): 81,13 (m,  $CF_3$ ); 111,47 (m,  $CF_2$ ); 121,08 (m,  $CF_2$ ); 126,24 (m,  $CF_2$ ); 145,89 (d,  $J(F,F)=20$ , o-F); 156,91 (t,  $J(F,F)=21$ , p-F); 164,13 (m, m-F).

$C_{11}H_2F_{14}N_2O_3S$  (508,18) Ber. C 26,00 N 5,51 S 6,31% Gef. C 26,12 N 5,58 S 6,25%

*Herstellung von N-Nonafluorbutylsulfonyl-N'-trifluormethyl-harnstoff.* Es werden 8 g (25 mmol)  $C_4F_9SO_2NCO$  mit 2,9 g (25 mmol)  $CF_3SNH_2$  umgesetzt; 9,8 g (90%) farblose Kristalle, Smp.: 161°. -  $^1H$ -NMR. (in  $D_6$ -DMSO): 8,65 (s, NH); 12,70 (s, NH). -  $^{19}F$ -NMR. (in  $C_6F_6/DMSO$  1:1): 52,11 (s,  $CF_3S$ ); 80,74 (t x t,  $J(F,F)=10$ ,  $J(F,F)=2$ ,  $CF_3$ ); 111,33 (t x m,  $J(F,F)=14$ ,  $CF_2$ ); 120,69 (m,  $CF_2$ ); 125,39 (t x m,  $J(F,F)=14$ ,  $CF_2$ ).

$C_6H_2F_{12}N_2O_3S_2$  Ber. C 16,30 H 0,46 N 6,33 S 14,50%  
(442,20) Gef. ,, 16,01 ,, 0,52 ,, 6,48 ,, 14,36%

*Herstellung von N-(2-Furoyl)-N'-nonafluorbutylsulfonyl-harnstoff.* Es werden 8 g (25 mmol)  $C_4F_9SO_2NCO$  mit 2,8 g (25 mmol) Furancarbonsäureamid umgesetzt. Nach entsprechendem Aufarbeiten werden 10,29 g (80%) farblose Kristalle erhalten, Smp.: 159-161°. -  $^1H$ -NMR. (in  $D_8$ -Dioxan) (Furoylteil): 6,72 (d x d, H-C(4)); 7,51 (d x d, H-C(3)); 7,80 (d x d,  $J(3,4)=3,7$ ,  $J(4,5)=1,7$ ,  $J(3,5)=0,7$ , H-C(5)). -  $^{19}F$ -NMR. (in  $C_6F_6/DMSO$  1:1): 80,78 (t x t,  $J(F,F)=10$ ,  $J(F,F)=2,5$ ,  $CF_3$ ); 111,13 (t x m,  $J(F,F)=15$ ,  $CF_2$ ); 120,89 (m); 125,59 (t x m,  $J(F,F)=15$ ,  $CF_2$ ).

$C_{10}H_5F_9N_2O_3S$  Ber. C 27,52 H 1,15 N 6,42 S 7,34%  
(436,21) Gef. ,, 27,91 ,, 1,20 ,, 6,55 ,, 7,33%

*Herstellung von N-Cyclohexyl-N'-nonafluorbutylsulfonyl-harnstoff.* Es werden 8 g (25 mmol)  $C_4F_9SO_2NCO$  mit der äquimolekularen Menge (2,5 g, 25 mmol) Cyclohexylamin umgesetzt. Es resultieren 11,2 g (90%) farblose Kristalle, Smp.: 153,5°. -  $^1H$ -NMR. (in  $D_8$ -Dioxan): 0,8-1,9 (br. m,  $C_6H_{11}$ ); 5,01 (br. s, HN-S); 6,43 (d,  $J(H,H)=7,0$ , HN-C). -  $^{19}F$ -NMR. (in  $C_6F_6/DMSO$  1:1): 80,28 (t,  $J(F,F)=12$ ,  $CF_3$ ); 110,78 (t,  $J(F,F)=14,5$ ,  $CF_2$ ); 120,35 (m,  $CF_2$ ); 125,14 (t x m,  $J(F,F)=14,5$ ,  $CF_2$ ).

$C_{11}H_{13}F_9N_2O_3S$  Ber. C 31,14 H 3,09 N 6,60 S 7,56%  
(424,28) Gef. ,, 31,37 ,, 3,17 ,, 6,66 ,, 7,68%

#### LITERATURVERZEICHNIS

- [1] M. R. C. Gerstenberger, H. Haas & M. Liebig, J. Fluorin Chem. 19, 461 (1982).
- [2] A. Haas & V. Hellwig, Chem. Ber. 101, 2475 (1976).
- [3] V. Hellwig, Dissertation Bochum 1973.
- [4] E. Behrend & A. Haas, J. Fluorine Chem. 4, 83 (1974).
- [5] U. Niemann, Dissertation Bochum 1973.