

niedrigerer Temperatur entsteht lediglich ein Gemisch isomerer Monoaminoverbindungen, auf deren Isolierung verzichtet wurde.

Tabelle 1. Eigenschaften der synthetisierten Pyridine.

Verb. [a]	R ¹	R ²	Ausb. [%]	Fp [°C]	umkrist. aus
(3a)	CN		79	ab 200 Zers.	
(3b)	SO ₂ C ₆ H ₅		48	ab 200 Zers.	Glykol/EtOH
(4a) [b]	CN		76	124–126	c-C ₆ H ₁₂
(4b) [c]	SO ₂ C ₆ H ₅		51	149–151	c-C ₆ H ₁₂
(5a)	CN	(CH ₂) ₂ OCH ₃	80	102	iBuOH
(5b)	SO ₂ C ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ C ₆ H ₅	81	118	iBuOH
(6) [b]			98	238–243	BuOH
(8)			36	ab 256 Zers.	H ₂ O
(9) [c]			60	91	c-C ₆ H ₁₂
(10)		(CH ₂) ₂ C ₆ H ₅	66	128	iBuOH

[a] Sämtliche Verbindungen ergaben korrekte Analysenwerte. [b] Nach Verfahren A hergestellt. [c] Nach Verfahren B hergestellt.

Analog erhält man aus Malonsäurediethylester (7) und Phenylsulfonylacetamid (2b) über das Pyridintriol (8) und das Trichlorderivat (9) (Verfahren B) die Triaminoverbindung (10). – Die synthetisierten Pyridine sind in Tabelle 1 und 2 zusammengefaßt.

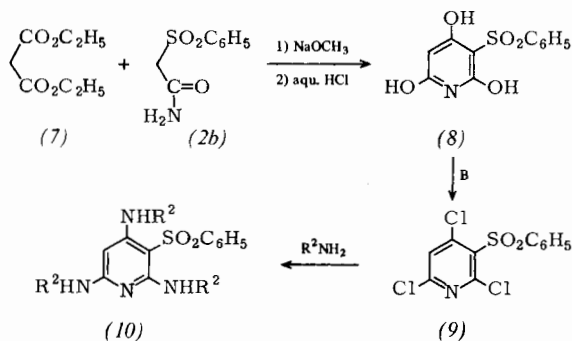


Tabelle 2. ¹H-NMR- [a] und IR-Daten [b] der synthetisierten Pyridine.

(3a):	([D ₆]-DMSO) 5.7 (d, 1H, H _B), 7.8 (d, 1H, H _C), 10.5 (s, 2H, OH); 2250 (CN)
(3b):	([D ₆]-DMSO) 5.85 (d, 1H, H _B), 7.5–8.2 (m, 5H, C ₆ H ₅), 8.2 (d, 1H, H _C), 12.5 (s, 2H, OH); 2420 (OH), 1300, 1160 (SO ₂)
(4a):	(CDCl ₃) 7.4 (d, 1H, H _B), 7.95 (d, 1H, H _C); 2260 (CN)
(4b):	(CDCl ₃) 7.5 (d, 1H, H _B), 7.2–8.2 (m, 5H, C ₆ H ₅), 8.55 (d, 1H, H _C); 1325, 1140 (SO ₂)
(5a):	(CDCl ₃) 3.4 (s, 6H, CH ₃), 3.1–3.9 (m, 8H, CH ₂), 5.35 (br. s, 2H, NH), 5.65 (d, 1H, H _B), 7.25 (d, 1H, H _C); 3350 (NH), 2180 (CN)
(5b):	(CDCl ₃) 2.85 (m = 2 tr, 4H, CH ₂), 3.6 (m, 4H, CH ₂), 4.9 (tr, 1H, NH), 5.6 (d, 1H, H _B), 6.8 (tr, 1H, NH), 6.9–7.8 (m, 15H, C ₆ H ₅), 7.6 (d, 1H, H _C); 3400 (NH), 1130 (SO ₂)
(6):	([D ₆]-DMSO) 1.1 (tr, 6H, CH ₃), 3.45 (q, 4H, CH ₂), 5.85 (d, 1H, H _B), 7.3–8.1 (m, 5H, C ₆ H ₅), 7.85 (d, 1H, H _C), 11 (br. s, 1H, OH); 1270, 1130 (SO ₂)
(8):	([D ₆]-DMSO) 5.25 (s, 1H, H _B), 7.2–8.2 (m, 5H, C ₆ H ₅), 11.5 (s, 3H, OH); 2350 (OH), 1305 (SO ₂)
(9):	(CDCl ₃) 7.4 (s, 1H, H _B), 7.2–8.2 (m, 5H, C ₆ H ₅); 1350, 1170 (SO ₂)
(10):	(CDCl ₃) 2.6–3.9 (m, 12H, CH ₂), 4.5 (tr, 1H, NH), 4.9 (s, 1H, H _B), 6.9–7.6 (m, 22H, C ₆ H ₅ , NH); 3380 (NH), 1350, 1130 (SO ₂)

[a] TMS intern, δ-Werte. [b] In KBr, $\tilde{\nu}$ in cm⁻¹.

Arbeitsvorschrift

(3): Zu 1 mol (2), in 190 ml CH₃OH suspendiert, werden 54 g (1 mol) NaOCH₃ in 160 ml CH₃OH gegeben und da-

nach 84 g (1 mol) (1) zugetropft. Nach 1 h [bei (3b)] oder 3 h [bei (3a)] Erhitzen unter Rückfluß und Erkalten wird abgesaugt, in warmem Wasser gelöst, durch Ansäuern mit HCl gefällt, nochmals abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet.

(4a), Verfahren A: In 160 ml POCl₃ werden 136 g (1 mol) (3a) eingetragen und anschließend unterhalb 95 °C 227 ml Triethylamin zugetropft. Nach 10 h Rühren bei 140 °C wird auf Eiswasser gegossen; der Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet (150 g Rohprodukt; Cl: 38.8%). Die Reinigung erfolgt durch Extraktion mit Cyclohexan in einer Soxhlet-Apparatur; Ausbeute 132 g (76%), Fp = 124–126 °C (119–121 °C^[2]).

(4b), Verfahren B: 251 g (1 mol) (3b) werden in 400 ml POCl₃ eingetragen. Dann werden 50 ml s-Collidin zuge- tropft; der Ansatz wird 2 h bei 120 °C und weitere 5 h bei 150 °C gerührt. Nach Erkalten wird auf Eiswasser gegossen; der Niederschlag wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen, an der Luft getrocknet und aus Isobutylalkohol umkristallisiert; Ausbeute 147 g (51%), Fp = 149–151 °C.

(5b): 28.8 g (0.1 mol) (4b) werden bei 110–120 °C portions- weise in 72.6 g (0.6 mol) β-Phenylethylamin eingetragen. Nach 4.5 h Rühren bei 145 °C werden beim Abkühlen 42 ml Dimethylformamid zugegeben. Man tropft die erhaltene Lö- sung in ein Gemisch aus 33 ml konz. HCl und 830 ml H₂O, saugt die Kristalle ab, wäscht mit H₂O, trocknet und kristal- liert aus Isobutylalkohol um; Ausbeute 37 g (81%); Fp = 118 °C.

(8): Im Autoklaven wird das Gemisch von 180 g (1 mol) einer 30proz. NaOCH₃-Lösung in CH₃OH, 80 g (0.5 mol) (7), 800 ml Ethanol und 99.5 g (0.5 mol) (2b) 10 h bei 110–120 °C erhitzt. Die Kristalle werden abfiltriert, in heißem Wasser gelöst, mit konz. HCl gefällt, abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet; Ausbeute 95 g (36%); Fp = 256 °C (Zers.).

Eingegangen am 3. Januar 1980 [Z 445]

[1] a) E. Klingsberg in A. Weissberger: The Chemistry of Heterocyclic Com- pounds. Vol. 14, Part 1. Interscience, New York 1960, S. 355; b) R. A. Abra- movitch in A. Weissberger, E. C. Taylor: The Chemistry of Heterocyclic Com- pounds. Vol. 14, Supplement Part 1. Wiley, New York 1974, S. 257; c) spe- zielles Beispiel: H. N. Al-Jallo, J. A. Al-Biaty, F. N. Al-Azawi, J. Heterocycl. Chem. 14, 1347 (1977).

[2] G. Lamm, DOS 2307444 (1974), BASF.

Phthalocyaninatoeisen mit Pyrazin als zweizähni- gem Brückenliganden^[**]

Von Otto Schneider und Michael Hanack^[*]

Professor Matthias Seefelder zum 60. Geburtstag gewidmet

Wir beschrieben kürzlich als neuen Typ eindimensionaler Leiter quadratisch-planare Metallkomplexe, die bisaxial über lineare zweizählige Liganden mit ein oder zwei ge- kreuzten longitudinalen π-Systemen zu linearen Polymer-

[*] Prof. Dr. M. Hanack, Dipl.-Chem. O. Schneider
Institut für Organische Chemie der Universität, Lehrstuhl für Organische Chemie II
Auf der Morgenstelle 18, D-7400 Tübingen 1

[**] Synthese und Eigenschaften neuartiger eindimensionaler Leiter, 6. Mittei- lung. Diese Arbeit wurde von der Stiftung Volkswagenwerk unterstützt. Wir danken Prof. Dr. D. Krug, Institut für Anorganische Chemie der Universität Tü- bingen, für die thermogravimetrischen Messungen. – 5. Mitteilung: W. Hiller, J. Strähle, M. Hanack, K. Mitulla, Justus Liebigs Ann. Chem., im Druck.

ketten verknüpft sind^[1a]. Als quadratisch-planare Metallkomplexe können z. B. Metallphthalocyanine (PcM)^[1a,c], Metallhemiporphyrine (HpM)^[1c] oder Metalltetraphenylporphine (TPPM)^[1d] verwendet werden. Mit $\text{:C}\equiv\text{C:}^{2\ominus}$ als zweizähnigem Brückenliganden können Polymere $[\text{PcM}(\text{C}\equiv\text{C})]_n$ oder $[\text{HpM}(\text{C}\equiv\text{C})]_n$ erhalten werden, die nach EHMO-Berechnungen ausgeprägte elektrische Leitfähigkeit besitzen^[1b].

Monomere oktaedrische Metallphthalocyanine mit bis-axialen Alkylsubstituenten $\text{PcM}(\text{C}\equiv\text{CR})_2$ ($\text{R} = \text{H}, \text{CH}_3$,

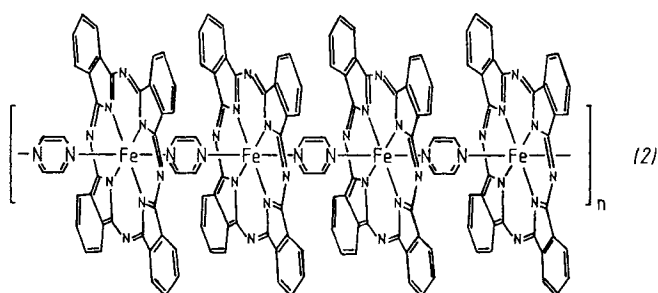
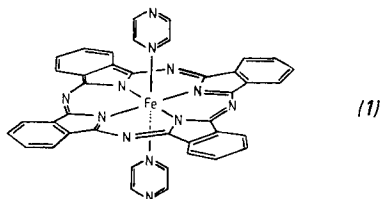


Tabelle 1. Physikalische Daten von Phthalocyaninatobis(pyrazin)eisen(II) (1) und Phthalocyaninato(μ -pyrazin)eisen(II) (2).

	$\text{PcFe}(\text{pyz})_2$ (1)	$[\text{PcFe}(\text{pyz})]_n$ (2)
Thermogravimetrische Abspaltung von Pyrazin	150–240 °C	240–290 °C
UV/VIS	653 (5.07), 626 sh (4.60), 593 (4.54), 570 sh (4.14), 552 sh (3.95),	788 (4.20), 723 (4.17), 714 (4.17), 697 sh (4.15), 628 sh
λ_{max} [nm] (lg ϵ)	482 (4.06), 401 (4.09), 344 (4.85) [a]	(4.02), 400 sh (3.88), 353 (4.11), 342 (4.11) [b]
UV/VIS	664, 600 sh, 499 sh, 400, 335, 264	770, 665, 600 sh, 400 sh, 333, 266
λ_{max} [nm] [c]	642 m, 624 m, 572 s, 524 s, 494 m, 442 vs, 414 m, 392 vw, 367 s,	642 w, 572 vs, 542 s, 517 w, 438 vs, 409 m, 396 w, 362 w,
FIR [cm ⁻¹] [d]	330 s [e], 302 s, 239 w, 222 s, 194 s, 168 vs [f], 132 s, 88 vw, 74 vw	327 vw [e], 301 m, 270 s, 180 s, 160 vw [f], 130–118 w, 74 w
Leitfähigkeit	$2 \cdot 10^{-12}$	$1 \cdot 10^{-7}$ [h]
[$\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$] [g]		$2 \cdot 10^{-6}$ [i]

[a] In 1 M Lösung von Pyrazin in 1-Chlornaphthalin. [b] In 1-Chlornaphthalin, lg ϵ berechnet für $[\text{PcFe}(\text{pyz})]_n$. [c] Scheinbare Extinktion, 1proz. Verreibung in BaSO_4 gegen BaSO_4 als Weißstandard. [d] Polyethylen-Preßling. [e] bzw. [f] $\text{Fe-N}_{\text{Pc}}\text{-Valenz-}$ bzw. $\text{N}_{\text{Pc}}\text{-Fe-N}_{\text{Pc}}\text{-Deformationsschwingung}$ nach [5]. [g] Polykristallines Material, bei 3 kbar Druck gemessen. [h] In Chlorbenzol dargestellt. [i] In CHCl_3 dargestellt.

C_6H_5 , $t\text{Bu}$; $\text{M} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}$), $\text{HpGe}(\text{C}\equiv\text{CR})_2$ ($\text{R} = \text{H}, \text{C}_6\text{H}_5$, $t\text{Bu}$) und $\text{TPPGe}(\text{C}\equiv\text{CR})_2$ ($\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5$, $t\text{Bu}$) sind seit kurzem bekannt^[1c-e], ebenso einige der Polymere $[\text{PcM}(\text{C}\equiv\text{C})]_n$ ^[1f].

Wir berichten hier über die Darstellung von Phthalocyaninatobis(pyrazin)eisen(II) (1) und die ersten erfolgreichen Versuche, ein polymeres Metallphthalocyanin mit Pyrazin als Brückenligand herzustellen.

Monomere oktaedrische Verbindungen PcFeL_2 mit $\text{L} = \text{Pyridin}$ ^[2], Imidazol und Piperidin (pip)^[3a] sowie Benzyl^[4] und Tolyllisocyanid^[3b] sind synthetisiert worden, von Bis(4-methylpyridin)phthalocyaninatoeisen(II) ist die Struktur bekannt^[5]. Diese PcFeL_2 -Verbindungen^[3] konnten durch Umsetzung von festem PcFe ^[6] in der β -Modifikation ($\beta\text{-PcFe}$) mit dem gelösten Liganden gewonnen werden.

Die analoge Reaktion von $\beta\text{-PcFe}$ mit überschüssigem Pyrazin (pyz) (Molverhältnis 1:5) in siedendem Chlorbenzol führt dagegen nicht zum Monomer (1), sondern sofort zum polymeren blauen Phthalocyaninato(μ -pyrazin)eisen(II) (2).

(2) entsteht auch dann, wenn Chlorbenzol zusammen mit Pyrazin auf reines $\beta\text{-PcFe}$ destilliert wird.

Als schwieriger erwies es sich, das violette $\text{PcFe}(\text{pyz})_2$ (1) zu synthetisieren. Dies gelingt, wenn man $\beta\text{-PcFe}$ 24 h mit geschmolzenem Pyrazin reagieren läßt und das überschüssige Pyrazin schnell mit Methanol entfernt. Violett reflektierende, plättchenförmige Einkristalle von (1) konnten auch durch Ligandenaustausch aus $\text{PcFe}(\text{pip})_2$ ^[3a], gelöst in CHCl_3 , mit einem großen Überschuß von Pyrazin nach Zugabe von Petrolether ($K_p = 60\text{--}90^\circ\text{C}$) innerhalb einer Woche erhalten werden.

Der Versuch, (1) durch Extraktion mit Chlorbenzol zu reinigen, ergab unter Abspaltung von Pyrazin ebenfalls (2). Nach Extraktion mit CDCl_3 kann das aus (1) abgespaltene Pyrazin im $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum als scharfes Singulett bei 8.6 ppm nachgewiesen werden.

Die weder luft- noch feuchtigkeitsempfindlichen Verbindungen (1) und (2) wurden durch Elementaranalyse und Thermogravimetrie identifiziert. (1) ist laut Thermogravimetrie weniger stabil als (2): Beide Pyrazinliganden von (1) werden in einer Stufe zwischen 150 und 240 °C abgespalten. (2) zeigt zwischen 240 und 290 °C den zu erwartenden Massenverlust für ein Pyrazin^[7]. Der Rückstand ist jeweils $\beta\text{-PcFe}$.

Im Massenspektrum von (1) und (2) wird stets nur PcFe^{\oplus} als Ion höchster Masse gefunden. IR- und FIR-Spektren des auf verschiedenen Wegen gewonnenen (2) sind identisch und deutlich bandenärmer als die Spektren von (1) (Tabelle 1).

Das UV/VIS-Spektrum von (1) in einer 1 M Lösung von Pyrazin in 1-Chlornaphthalin ähnelt wie erwartet in der

Lage der Absorptionsmaxima und in den Extinktionskoeffizienten dem Spektrum von Phthalocyaninatobis(pyridin)eisen(II)^[8]. Im Elektronenanregungsspektrum von (2) in 1-Chlornaphthalin, 1,2,4-Trichlorbenzol und Benzol erscheinen dagegen neue, intensive Banden bei 714, 723 und 788 nm (Tabelle 1), während die intensive Bande der monomeren oktaedrischen Phthalocyaninatoeisen(II)-Derivate um 650 nm nicht beobachtet wird!

Reflexionsspektren von (2), die als 1proz. Verreibung in BaSO_4 gegen BaSO_4 als Weißstandard aufgenommen wurden, zeigen im langwelligen Bereich eine scheinbare Extinktion bei 770 nm, die weder bei (1) noch bei $\beta\text{-PcFe}$ auftritt. In Benzol als Lösungsmittel läßt sich die Bildung des Polymers (2) aus (1) im Elektronenanregungsspektrum qualitativ verfolgen. Bei Raumtemperatur bleibt das UV-Spektrum von (2) auch in Gegenwart eines 10fachen Pyrazinüberschusses erhalten, bei höherer Temperatur wird teilweise Rückbildung von (1) beobachtet.

Aus den Ergebnissen der Elementaranalyse und dem thermogravimetrisch ermittelten Molverhältnis PcFe:Pyrazin (1:1) sowie den physikalischen Daten (Tabelle 1) schließen wir, daß (2) oligomer oder polymer ist; der Polymerisationsgrad ist noch unbekannt.

Die an polykristallinen Proben bei 3 kbar gemessenen Leitfähigkeiten von (2) sind bis zu 10^6 mal höher als von (1) (Tabelle 1). Dies deutet ebenfalls auf eine hohe Elektronendelokalisation über die Pyrazinbrücken^[9] in (2) hin. Erste orientierende Dotierungsversuche von (2) mit Iod zeigten einen deutlichen Anstieg der Leitfähigkeit.

Allgemeine Arbeitsvorschrift

(1): 30 mmol Pyrazin werden unter N_2 geschmolzen. Nach Zusatz von 1 mmol β -PcFe unter Rühren wird 24 h bei 80–100 °C gehalten. Der erkaltete Schmelzkuchen wird zerkleinert, in Methanol eingerührt und sofort filtriert; der violette Rückstand wird mehrmals mit Methanol gewaschen und bei 80 °C getrocknet (Ausbeute 90%).

(2), Weg A: 1.4 mmol (1) werden im Soxhlet-Extraktor unter N_2 3 h mit 50 ml wasserfreiem Chlorbenzol extrahiert. Die anfangs blaugrün ablaufende Extraktionslösung wird nach einigen Minuten farblos. Der blaue Rückstand in der Extraktionshülse wird mit Petrolether ($K_p=60-90^\circ C$) gewaschen, filtriert und bei 80 °C getrocknet (Ausbeute 84%). – Weg B: 2 mmol β -PcFe werden in 180 ml wasserfreiem Chlorbenzol aufgeschlämmt und mit 10 mmol Pyrazin 24 h unter Rückfluß gekocht. Der blaue Rückstand wird wie bei Weg A behandelt (Ausbeute 86%).

Eingegangen am 2. Januar,
ergänzt am 1. April 1980 [Z 449]

- [1] a) M. Hanack, F. F. Seelig, J. Strähle, Z. Naturforsch. A 34, 983 (1979); b) F. F. Seelig, ibid. 34, 986 (1979); c) M. Hanack, K. Mitulla, G. Pawlowski, L. R. Subramanian, J. Organomet. Chem., im Druck; d) M. Mezger, M. Hanack, unveröffentlicht; e) M. Hanack, K. Mitulla, G. Pawlowski, L. R. Subramanian, Angew. Chem. 91, 343 (1979); Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 18, 322 (1979); f) M. Hanack, K. Mitulla, J. Metz, Z. Naturforsch., im Druck.
[2] P. A. Barrett, D. A. Frye, R. P. Linstead, J. Chem. Soc. 1938, 1157.
[3] a) B. W. Dale, R. J. P. Williams, P. R. Edwards, C. E. Johnson, Trans. Faraday Soc. 64, 620 (1968); b) R. Taube, Pure Appl. Chem. 38, 427 (1974).
[4] D. V. Stynes, Inorg. Chem. 16, 1170 (1977).
[5] F. Carlati, F. Morazzoni, M. Zocchi, J. Chem. Soc. Dalton Trans. 1978, 1019.
[6] E. G. Meloni, L. R. Ocone, B. P. Block, Inorg. Chem. 6, 424 (1967).
[7] Für (2) wurde durch vollständige Elementaranalyse die Zusammensetzung $[PcFe(pyz) \cdot 1/2 C_6H_5Cl]_n$ gefunden. Der Verlust des Kristallsolvens Chlorbenzol konnte thermogravimetrisch zwischen 120 und 220 °C nachgewiesen werden.
[8] M. Whalley, J. Chem. Soc. 1961, 866.
[9] M. S. Haddad, D. N. Hendrickson, J. P. Cannady, R. S. Drago, D. S. Bieksza, J. Am. Chem. Soc. 101, 898 (1979).

Neue Aspekte der Umsetzung von Difluorowschweifelimiden mit Fluor^[**]

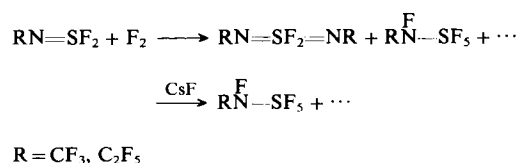
Von Ingo Stahl, Rüdiger Mews und Oskar Glemser^[*]

Professor Matthias Seefelder zum 60. Geburtstag gewidmet

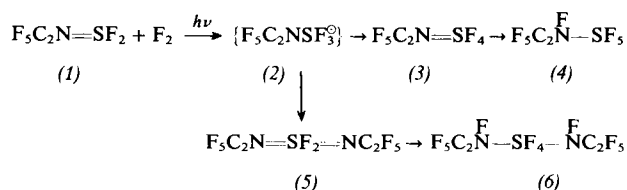
Bei Fluorierungsreaktionen hängt die Produktzusammensetzung oft sehr stark von den Reaktionsbedingungen ab. So reagieren Difluorowschweifelimide mit Fluor in Metall-Autoklaven^[1] (Katalyse durch Metallfluoride) gemäß

[*] Prof. Dr. O. Glemser, Dr. I. Stahl, Priv.-Doz. Dr. R. Mews
Anorganisch-chemisches Institut der Universität
Tammannstraße 4, D-3400 Göttingen

[**] Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt.



In Pyrex-Gefäßen hingegen findet bei Raumtemperatur erst unter UV-Bestrahlung eine Umsetzung statt:



Hierbei wird IR-spektroskopisch das Auftreten von (3) und (5) gleichzeitig beobachtet, woraus wir auf eine gemeinsame Zwischenstufe (wie (2)) schließen. Diese Primärprodukte werden langsam weiter fluoriert. Bricht man die Bestrahlung jedoch im richtigen Zeitpunkt ab, so lassen sich Maximalausbeuten von 30% des auf anderem Wege nur schwer zugänglichen (3) erreichen.

Durch F_2 -Addition an die SN-Doppelbindung von (3) entsteht das schon bekannte^[1] N-Fluoramin (4). Der Fluorierungsablauf (1) \rightarrow (3) \rightarrow (4) entspricht dem von $O=SF_2$ über $O=SF_4$ zu $FO-SF_5$ ^[2].

Im Reaktionsschritt (5) \rightarrow (6) gelang es erstmals, eine tetrakoordinierte Schwefel(vI)-Verbindung durch F_2 -Addition in eine hexakoordinierte umzuwandeln. Diese Addition führt stereospezifisch zu trans-(6). Die analoge Umsetzung im SO-System zu Bishypofluoriten $FO-SF_4-OF$ ist nicht bekannt.

Pentakoordinierte Tetrafluorowschweifelimide wie (3) interessieren besonders wegen ihrer Stereochemie^[3], aufgrund ihrer großen Reaktivität (ähnlich der von $O=SF_4$) sollten sie auch als Synthesebausteine nützlich sein. Die hexakoordinierten N-Fluoramine (4) und (6) hingegen sind chemisch sehr resistent, z. B. werden sie von Wasser bei Raumtemperatur nicht angegriffen.

Arbeitsvorschrift

In einem 2l-Pyrex-Kolben werden 100 Torr (1) und 100–400 Torr F_2 mit einem Hg-Hochdruckbrenner (Philips 500 W; Abstand ≈ 1 cm) bestrahlt. Die Bestrahlungsdauer ist von der F_2 -Menge, den gewünschten Produkten und der Qualität des Brenners abhängig. Das Reaktionsgemisch wurde halbkontinuierlich durch Gasphasen-IR-Analyse (Probenentnahme nach jeweils 2–5 min) untersucht. Die angegebenen Produkte wurden durch fraktionierende Kondensation isoliert und von Zersetzungsprodukten gereinigt.

(3): IR: 1315 (s), 1237 (s), 1162 (s), 1066 (m), 895 (m), 847 (s), 836 (s), 742 (m), 605 cm^{-1} (w); EI-MS: $m/e=222$ (16%) ($M-F$)⁺. – (6): IR: 1348 (w), 1275 w (sh), 1253 vs, 1240 s, 1222 (s), 1187 (m), 1139 (w), 1096 (s), 1066 (w), 1029 (w), 941 (w), 907 (m), 853 (w), 825 (w), 783 (vw), 755 (vw), 714 (w), 695 (m), 660 (s), 629 (vw), 613 cm^{-1} (vw); EI-MS: $m/e=393$ (2%) ($M-F$)⁺. – Die Daten für (4)^[1] und (5)^[1,4] stimmen mit den Literaturangaben überein.

Bestrahlt man 6.0 g (5) und Fluor im Überschuß, so bilden sich innerhalb 48 h neben 2.0 g (4) (40% Ausb.) 2.5 g (6) (36% Ausb.).