

- 35 A.S. Kende, D.T. Izzo und W. Fulmor, *Tetrahedron Lett.* 1966, 3697.
36 G. Seitz, *Tetrahedron Lett.* 1968, 2305.
37 H.D. Williams und N.S. Bhacca, *Tetrahedron* 21, 2021 (1965).
38 J.D. Connolly und R. McCrindle, *Chem. Ind. (London)* 1965, 379.
39 J.D. Connolly und R. McCrindle, *Chem. Ind. (London)* 1965, 2066.
40 A. Barabas, V. Muresau und L. Almási, *Org. Magn. Reson.* 12, 313 (1979).
41 P. Laszlo, *Progr. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 3, 231 (1967).
42 R. Ronayne und D.H. Williams, *Am. Rev. NMR Spectrosc.* 2, 83 (1969).
43 M. Michalik und R. Evers, *J. Prakt. Chem.* 322, 730 (1980).
44 R. Evers und M. Michalik, *Z. Chem.* 20, 294 (1980).
45 G. Schwenker und H. Roßwag, *Tetrahedron Lett.* 1968, 2691.

[Ph 1000]

Arch. Pharm. (Weinheim) 318, 1080–1085 (1985)

Untersuchungen an 1,3-Thiazinen, 28. Mitt.¹⁾

Reaktionen von 3-Amino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-onen mit Nucleophilen

Wolfgang Hanefeld* und Hans-Jürgen Staude²⁾

Institut für Pharmazeutische Chemie der Philipps-Universität Marburg, Marbacher Weg 6, D-3550 Marburg* und Institut für Pharmazeutische Chemie der Universität Hamburg, Laufgraben 28, D-2000 Hamburg 13
Eingegangen am 19. September 1984

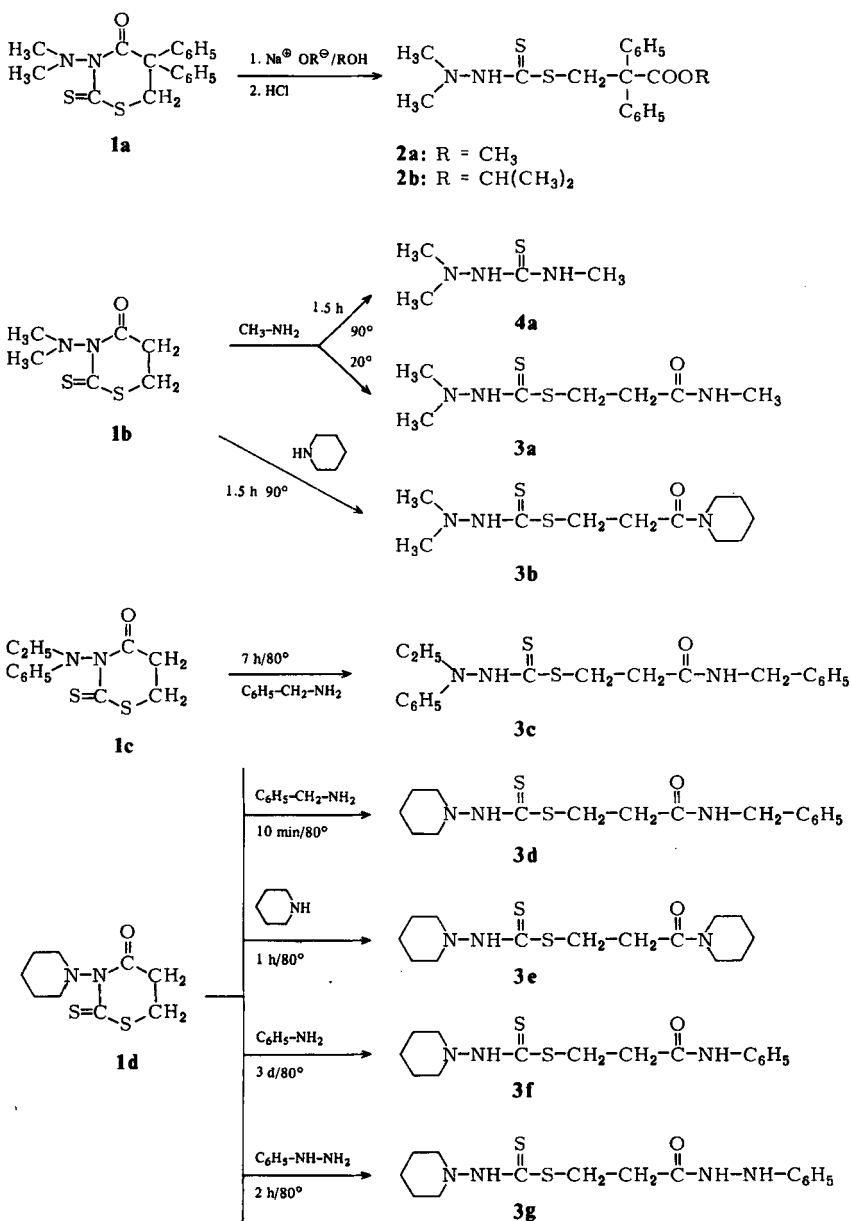
3-Amino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-one **1** werden durch Nucleophile bevorzugt an der N-3-C-4-Bindung gespalten. Mit einigen Stickstoffbasen erfolgt unter verschärften Bedingungen zusätzlich Spaltung der S-1-C-2-Bindung zu Thiosemicarbaziden.

1,3-Thiazines, XXVIII¹⁾: Reactions of 3-Amino-2-thioxotetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-ones with Nucleophiles

3-Amino-2-thioxotetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-ones **1** are cleaved by nucleophiles preferentially at the N-3-C-4-bond. With some nitrogen bases under forced conditions cleavage of the S-1-C-2-bond also occurs yielding thiosemicarbazides.

In der 18. Mitt.³⁾ hatten wir über 3-Amino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-one **1** berichtet, neuartige cyclische Dithiocarbazidsäureester, die nach ersten pharmakologischen Testungen über fungistatische sowie weitere biologisch interessante Eigenschaften verfügen. Zur Charakterisierung des Reaktionsverhaltens von **1** gegenüber nucleophilen Reagenzien, dessen Kenntnis für eine etwaige

Anwendung an biologischen Systemen von Bedeutung ist, wurden einige Verbindungen **1** im präparativen Maßstab mit O- und N-Nucleophilen umgesetzt (Schema 1).



Schema 1: Reaktionen von 3-Amino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-onen **1** mit Nucleophilen

Bei allen Umsetzungen mit Alkoholaten und ausreichend basischen Aminen wurde zunächst die N-3-C-4-Hydrazidbindung gespalten. Die S-1-C-2-Bindung wurde erst bei Reagenzüberschuß unter drastischen Reaktionsbedingungen angegriffen, wie die Bildung von **4a** zeigt.

1 ließ sich mit Piperidin unter den gleichen Reaktionsbedingungen wie **1b** nicht spalten, so daß es in hoher Ausbeute unverändert zurückgewonnen werden konnte. Einen ähnlich stabilisierenden Einfluß der 5,5-Diphenylsubstitution auf die Lactambindung haben wir schon früher bei den Reaktionen N-Alkyl- oder Aryl-substituierter 2-Thioxo-tetrahydro-(4*H*)-1,3-thiazin-4-one beobachtet⁴⁻⁶), während entsprechende in 5-Stellung unsubstituierte Verbindungen an der Lactambindung gespalten wurden⁷⁻⁹).

Beim Versuch, das durch Piperidinspaltung von **1a** nicht zugängliche 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-2,2-diphenyl-propionsäurepiperidid durch Piperidinolyse des Esters **2a** zu erhalten, wurde bei 1.5 h Erhitzen von **2a** mit äquimol. Menge Piperidin keine Veränderung von **2a** beobachtet, bei 20 h Erhitzen in Piperidin als Lösungsmittel hingegen eine weitgehende Zersetzung. Aus dem Reaktionsgemisch konnte in geringer Ausb. von 11 % d. Th. ein kristallines Sublimat isoliert werden, dessen IR-Spektrum: 3460, 3440 (NH), 1540 cm^{-1} (>N-N-C-N<) sowie Schmp. 68–71° auf 1,1-Dimethyl-4,4-

pentamethylen-thiosemicarbazid (**4b**) deuteten, das mit Schmp. 69–70° als Reaktionsprodukt von N,N-Dimethyldithiocarbazidsäuremethylester und Piperidin bereits beschrieben wurde¹⁰⁾. Auch bei **2a** wurde also die C-S-Bindung erst unter sehr drastischen Bedingungen aminolytisch gespalten.

Weitere Versuche an 5,5-diphenylsubstituierten 3-Aminothiazinderivaten **1** bestätigten deren geringe Reaktivität gegenüber Nucleophilen. So wurden 3-Diphenylamino-5,5-diphenyl-2-thioxo-tetrahydro-(4*H*)-1,3-thiazin-4-on (**1e**) und 5,5-Diphenyl-3-piperidino-2-thioxo-tetrahydro-(4*H*)-1,3-thiazin-4-on (**1f**) durch mehrtägiges Erhitzen mit der äquimol. Menge Piperidin in Ethanol nicht verändert.

Die unterschiedliche Reaktivität in 5-Stellung unsubstituierter und 5,5-diphenylsubstituierter 3-Aminothiazine ließ sich auch UV-spektroskopisch eindrucksvoll nachweisen. So wurden die unsubstituierten Verbindungen **1b** und 3-Diphenylamino-2-thioxo-tetrahydro-(4*H*)-1,3-thiazin-4-on (**1g**) in methanol. Lösung bei 40° innerhalb 1 (**1b**) bis 4 Tagen (**1g**) vollständig gespalten, wie aus dem Verschwinden der Absorptionsmaxima bei $\lambda = 211, 256$ und 308 nm für **1b** und $211, 255$ und 306 nm für **1g** zu ersehen war. Die in 1stdg. Zeitintervallen registrierten Kurvenscharen zeigten durch das Auftreten dreier isobestischer Punkte bei $245, 265$ und 288 nm weiterhin an, daß nur ein einheitlicher, einstufiger Zerfall eingetreten war. Da sich die letzte registrierte Kurve aus der Methanolyse von **1b** als identisch mit der von 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäuremethylester (**2c**) erwies (λ_{max} (10^{-4} M in Methanol) = $214, 243$ und 277 nm), war die Konstitution des Methanolyseproduktes gesichert. **2c** war durch Veresterung von 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäure mit Methanol dargestellt worden. Das 5,5-diphenylsubstituierte **1a** zeigte hingegen nach 24 h in methanol. Lösung nicht die geringste Veränderung des UV-Spektrums (λ_{max} = $226, 263$ und 322 nm).

Nachdem derartige Kenntnisse über das Verhalten von **1** gegenüber Nucleophilen gewonnen worden waren, erwies es sich als interessant, das bisher unbekannte

massenspektroskopische Fragmentierungsverhalten von **1** und im Vergleich dazu das der als offenkettige Synthesestufen von **1** verfügbaren N,N-disubstituierten 3-Thiocarbazoylthiopropionsäuren **5** zu untersuchen.

Aus den MS von **1** (nur rel. Int. über 10 % angegeben): MS **1a** (70 eV, 133°): $m/e = 342$ (3 %, M^+), 300 (14 %, protoniertes 5,5-Diphenyl-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on), 180 (43 %, $(C_6H_5)_2C=CH_2$), 179 (14 %), 178 (11 %), 165 (20 %, Fluorenyl), 102 (100 %, $(CH_3)_2N-N=C=S$), 101 (10 %), 44 (30 %, $(CH_3)_2N$), 43 (22 %, $CH_3-N=CH_2$); MS **1b** (70 eV, 55°): $m/e = 190$ (15 %, M^+), 149 (14 %), 148 (61 %, protoniertes 2-Thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on), 147 (13 %, 2-Thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on), 102 (35 %, $(CH_3)_2N-N=C=S$), 101 (30 %), 89 (14 %, C_3H_5OS), 72 (19 %), 60 (10 %), 58 (13 %, $N=C=S$), 55 (32 %, $CH_2=CH-C=O$), 44 (100 %, $(CH_3)_2N$), 43 (75 %, $CH_3N=CH_2$), 42 (52 %), 28 (28 %), 27 (14 %); MS **1e** (70 eV, 180°): $m/e = 466$ (15 %, M^+), 253 (52 %), 226 (49 %, $(C_6H_5)_2N-N=C=S$), 225 (17 %), 180 (28 %, $(C_6H_5)_2C=CH_2$), 179 (15 %), 178 (12 %), 169 (45 %, $(C_6H_5)_2NH$), 168 (100 %, $(C_6H_5)_2N$), 167 (40 %), 166 (12 %, Fluoren), 165 (26 %, Fluorenyl), 77 (36 %, C_6H_5), 51 (19 %); MS **1g** (70 eV, 100°): $m/e = 314$ (16 %, M^+), 253 (12 %), 226 (8 %, $(C_6H_5)_2N-N=C=S$), 170 (13 %, $(C_6H_5)_2NH_2$), 169 (99 %, $(C_6H_5)_2NH$), 168 (100 %, $(C_6H_5)_2N$), 167 (60 %), 166 (10 %), 83 (19 %), 77 (30 %, C_6H_5), 66 (10 %), 55 (15 %), 51 (25 %), 39 (11 %), 32 (10 %), 28 (40 %), 27 (15 %); MS 3-Perhydroazepino-5,5-diphenyl-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on (**1h**) (70 eV, 160°): $m/e = 180$ (32 % $(C_6H_5)_2C=CH_2$), 179 (12 %), 165 (16 %, Fluorenyl), 156 (24 %, Perhydroazepino- $N=C=S$), 98 (100 %, Perhydroazepinyl), 97 (26 %), 69 (17 %), 68 (20 %), 56 (13 %), 55 (14 %), 42 (24 %), 41 (24 %), 30 (12 %) wird ersichtlich, daß in beträchtlichem Umfang (8–100 % rel. Int.) ein Fragment mit $m/e = 180$ ($R^2N-N=C=S$), also ein disubstituiertes Aminoisothiocyanat als Ergebnis der S-1-C-2 und N-3-C-4-Fragmentierung auftritt. Weiterhin sind Fragmente der N-N-Bindungsspaltung in hoher rel. Int. zu beobachten (30 % bei **1a**, sonst 100 %). Während die Aminothiazine **1** bis auf **1h** stets einen Molekülionenpeak mit 3–15 % rel. Int. zeigen, wird in den MS der 3-Thiocarbazoylthiopropionsäuren **5** in keinem Falle ein Molekülionenpeak gefunden: MS 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäure (**5a**)³⁾ (70 eV, 135°): $m/e = 106$ (45 %, $HS-CH_2-CH_2-COOH$), 102 (100 %, $(CH_3)_2N-N=C=S$), 101 (42 %), 88 (28 %, β -Thiopropiolacton), 61 (17 %), 60 (36 %), 59 (16 %, $HN=C=S$), 58 (14 %, $N=C=S$), 55 (14 %, $CH_2=CH-C=O$), 47 (30 %), 46 (12 %), 45 (30 %, $(CH_3)_2NH$), 44 (11 %, $(CH_3)_2N$), 43 (63 %, $CH_3-N=CH_2$), 42 (84 %), 35 (12 %), 32 (11 %), 29 (11 %), 28 (69 %), 27 (46 %); MS 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-2,2-diphenyl-propionsäure³⁾ (**5b**) (70 eV, 162°): $m/e = 181$ (15 %), 180 (100 %, $(C_6H_5)_2C=CH_2$), 179 (54 %), 178 (36 %), 166 (10 %, Fluoren), 165 (59 %, Fluorenyl), 102 (27 %, $(CH_3)_2N-N=C=S$), 89 (19 %), 77 (15 %, C_6H_5), 76 (17 %, C_6H_4), 59 (10 %, $HN=C=S$), 51 (14 %), 45 (13 %, $(CH_3)_2NH$), 44 (30 %, $(CH_3)_2N$), 43 (18 %, $CH_3-N=CH_2$), 42 (23 %), 32 (12 %), 28 (13 %); MS 3-(3,3-Diphenylthiocarbazoylthio)-2,2-diphenyl-propionsäure³⁾ (**5c**) (70 eV, 176°): $m/e = 226$ (3.5 %, $(C_6H_5)_2N-N=C=S$), 180 (11 %, $(C_6H_5)_2C=CH_2$), 170 (13 %, $(C_6H_5)_2NH_2$), 169 (100 %, $(C_6H_5)_2NH$), 168 (36 %, $(C_6H_5)_2N$), 167 (22 %), 83 (20 %), 77 (14 %, C_6H_5), 51 (17 %).

Bei den Verbindungen **5** tritt offenbar bevorzugt Fragmentierung zum Aminoisothiocyanat (bei **5a** mit 100 % rel. Int.) und 3-Mercapto-propionsäure ein (bei **5a** mit 45 % rel. Int.). Weiterhin sind Fragmente der N-N-Bindungsspaltung sowie bei den 2,2-diphenyl-substituierten Verbindungen Fragmente mit $m/e = 180$ (1,1-Diphenylethen) und 166 (Fluoren) bzw. 165 (Fluorenyl) vorherrschend, die auch bei den entsprechenden Aminothiazinen **1** auftraten.

Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Bereitstellung von Forschungsmitteln.

Experimenteller Teil

Benutzte Geräte¹¹⁾: MS: Vacuum Generators 70–70. UV-Methanolyse mit Perkin-Elmer Spektrophotometer 402 (in Methanol. Substanzkonz. 10^{-4} M), 1 cm Quarzküvetten, Meßmethodik Lit.⁸⁾.

3-Amino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-one **1**³⁾

3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-2,2-diphenyl-propionsäuremethylester (**2a**): 13.7 g (40 mmol) 3-Dimethylamino-5,5-diphenyl-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on (**1a**) wurden fein gepulvert zu einer siedenden Lösung von 0.92 g (40 mmol) Na in 50 g Methanol gegeben und noch 1.5 h erhitzt. Nach Abkühlen wurde in 200 ml 2proz. Essigsäure unter Eiskühlung eingegossen. Die zunächst klumpig anfallende farblose Masse wurde beim Verreiben mit Wasser fest. Ausb. 92 % d. Th., Schmp. 154–154.5° (Methanol). $C_{19}H_{22}N_2O_2S_2$ (374.5) Ber. N 7.5 S 17.1 Gef. N 7.5 S 17.4 IR: 3120 (NH), 1725 (C=O), 1600, 1585 cm^{-1} (C_6H_5).

3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-2,2-diphenyl-propionsäureisopropylester (**2b**): Wie vorstehend mit 20 mmol **1a** und 20 ml Isopropanol. Das Rohprodukt wurde in 50 ml Ether gelöst und nach Trocknen über Natriumsulfat durch Köhlen und Zusatz von Petrolether zu farblosen Kristallen umkristallisiert. Ausb. 34 % d. Th., Schmp. 108–111°. $C_{21}H_{26}N_2O_2S_2$ (402.6) Ber. N 7.0 S 15.9 Gef. N 7.2 S 15.9 IR: 3130 (NH), 1725 cm^{-1} (C=O).

3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäuremethylester (**2c**): 1.04 g (5 mmol) 3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäure (**5a**)³⁾ wurden in 20 g Methanol mit 1 Tr. Schwefelsäure 2 h erhitzt. Nach Einengen durch Zugabe von Ether Ausfällung farbloser Kristalle. Ausb. 77 % d. Th., Schmp. 89–91°. $C_7H_{14}N_2O_2S_2$ (222.3) Ber. N 12.6 S 28.8 Gef. N 12.3 S 28.7 IR: 3130 (NH), 1750 cm^{-1} (C=O).

3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäuremethylester (**3a**): 2.8 g (15 mmol) 3-Dimethylamino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on (**1b**) wurden in 20 ml Dioxan gelöst, auf 6° gekühlt und mit 1.4 g (15 mmol) 33proz. ethanol. Methyllaminlösung versetzt. Nach 24 h bei 6° und 24 h bei 20° wurde eingengt und aus Ethanol/Petrolether zu farblosen Kristallen kristallisiert. Ausb. 17 % d. Th., Schmp. 108–111°. $C_7H_{15}N_3OS_2$ (221.4) Ber. N 19.0 S 29.0 Gef. N 19.1 S 28.8 IR 3300 (NHCH₃), 3120 (NH), 1640–1660 cm^{-1} (C=O).

3-(3,3-Dimethylthiocarbazoylthio)-propionsäurepiperidid (**3b**): 1.4 g (7.5 mmol) **1b** wurden in 30 ml Dioxan 1.5 h mit 0.65 g (7.5 mmol) Piperidin zum Sieden erhitzt, eingengt und mit Ether zu farblosen Kristallen gekühlt. Ausb. 65 % d. Th., Schmp. 118–121°. $C_{11}H_{21}N_3OS_2$ (275.4) Ber. N 15.3 S 23.3 Gef. N 15.1 S 23.2 IR: 3150 (NH), 1620 cm^{-1} (C=O).

3-(3-Ethyl-3-phenyl-thiocarbazoylthio)-propionsäurebenzylamid (**3c**): 0.27 g (1 mmol) 3-(N-Ethyl-N-phenyl-amino)-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on (**1c**) wurden mit 0.2 g (2 mmol) Benzylamin in 10 ml Ethanol 7 h zum Sieden erhitzt. Nach Einengen durch Petroletherzusatz farblose Kristalle, Ausb. 28 % d. Th., Schmp. 95°. $C_{19}H_{23}N_3OS_2$ (373.5) Ber. C 61.1 H 6.2 N 11.3 S 17.2 Gef. C 60.8 H 6.3 N 11.1 S 17.5 IR: 3280 (NH-CH₂-C₆H₅), 3170 (NH), 1640, 1615 cm^{-1} (C=O). ¹H-NMR ([D₆] DMSO): δ (ppm) = 7.35 (mc; 2 C₆H₅), 7.0 (s; NH-C=S), 6.1 (s; NH-C=O), 4.45 (d; CH₂-C₆H₅), 3.5 (q; -CH₂-CH₃ und t; CH₂-S), 2.65 (t; CH₂CO), 1.25 (t; CH₃).

3-(N-Piperidino-thiocarbamoylthio)-propionsäurebenzylamid (**3d**): 0.3 g (1.3 mmol) 3-Piperidino-2-thioxo-tetrahydro-(4H)-1,3-thiazin-4-on (**1d**) wurden mit 0.25 g (2.6 mmol) Benzylamin in 30 ml Ethanol 10 min zum Sieden erhitzt. Nach Zugabe von 50 ml Petrolether farblose Kristalle, Ausb. 46 % d. Th., Schmp. 139–141°. $C_{16}H_{23}N_3OS_2$ (337.5) Ber. N 12.5 S 19.0 Gef. N 12.4 S 18.9 IR: 3280 (NH-CH₂-C₆H₅), 3120 (NH), 1650 cm^{-1} (C=O).

3-(N-Piperidino-thiocarbamoylthio)-propionsäurepiperidid (**3e**): 0.23 g (1 mmol) **1d** wurde mit 0.17 g (2 mmol) Piperidin in 30 ml Ethanol 1 h zum Sieden erhitzt. Nach Einengen durch Etherzugabe

farblose Kristalle, Ausb. 25 % d.Th., Schmp. 113–115°. $C_{14}H_{25}N_3OS_2$ (315.5) Ber. N 13.3 S 20.3 Gef. N 13.2 S 20.0 IR: 3190 (NH), 1620 cm^{-1} (C=O).

3-(*N*-Piperidino-thiocarbamoylthio)-propionsäureanilid (**3f**): 0.3 g (1.3 mmol) **1d** wurden mit 0.65 g (6.5 mmol) Anilin 3 d in 30 ml Ethanol zum Sieden erhitzt. Nach Einengen mit Ether/Petrolether farblose Kristalle, Ausb. 10 % d.Th., Schmp. 130–132°. $C_{15}H_{21}N_3OS_2$ (323.5) Ber. N 13.0 S 19.8 Gef. N 12.8 S 19.6 IR: 3320 (NH- C_6H_5), 3120 (NH), 1660 cm^{-1} (C=O).

3-(*N*-Piperidino-thiocarbamoylthio)-propionsäure-*N'*-phenylhydrazid (**3g**): 0.23 g (1 mmol) **1d** wurden mit 0.2 g (2 mmol) Phenylhydrazin in 30 ml Ethanol 2 h zum Sieden erhitzt. Nach Petroletherzugabe farblose Kristalle, Ausb. 59 % d.Th., Schmp. 139–141°. $C_{15}H_{22}N_4OS_2$ (338.5) Ber. N 16.6 S 18.9 Gef. N 16.4 S 19.1 IR: 3370, 3260 (NH-NH), 3130 (NH), 1660 cm^{-1} (C=O).

1,1,4-Trimethylthiosemicarbazid (**4a**): 5.7 g (30 mmol) **1b** wurden in 20 ml Dioxan gelöst und mit 2.8 g 33 proz. ethanol. Methylaminlösung (30 mmol) versetzt. Nach der exothermen Reaktion wurde noch 1.5 h zum Sieden erhitzt, wobei Schwefelwasserstoffgeruch auftrat. Nach Einengen nach dem IR-Spektrum ein Gemisch von unverändertem **1b** und **4a**. Nach Chromatografie über eine Kieselgelsäule, 10 × 2 cm, Eluens Ethanol, aus der farblosen Fraktion nach Einengen **4a**, Ausb. 32 % d.Th., Schmp. 151–153° (Ether). Schmp.^[2]: 155–156°. IR: 3260, 3170 cm^{-1} (2 NH).

1,1-Dimethyl-4,4-pentamethylen-thiosemicarbazid (**4b**): 3.75 g (10 mmol) **2a** wurden mit 10 g Piperidin 20 h zum Sieden erhitzt, dann i.Vak. eingeengt. Destillationsversuch i.Feinvak. ergab kein Destillat, sondern farblose Kristalle eines Sublimats, Ausb. 11 % d.Th., Schmp. 68–71°. Schmp.^[10]: 69–70°.

Literatur

27. Mitt.: W. Hanefeld, Pharm. Ztg. 130, 148/48 (1985).
- Teilweise Bestandteil der geplanten Dissertation H.-J. Staude.
- W. Hanefeld, G. Glaeske und H.-J. Staude, Arch. Pharm. (Weinheim) 315, 103 (1982).
- Habilitationsschrift W. Hanefeld, Hamburg 1977.
- Dissertation G. Glaeske, Hamburg 1979.
- W. Hanefeld, unveröffentlicht.
- W. Hanefeld, Arch. Pharm. (Weinheim) 308, 450 (1975).
- W. Hanefeld, Arch. Pharm. (Weinheim) 313, 995 (1980).
- W. Hanefeld, Arch. Pharm. (Weinheim) 313, 1006 (1980).
- Esso Research and Engineering Co. (Erf. J. Zielinski), Dtsch. Offenlegungsschrift 1926768, 4.12.69; C.A. 72, 54822 (1970).
- W. Hanefeld, Liebigs Ann. Chem. 1984, 1627.
- K.A. Jensen et al., Acta Chem. Scand. 22, 1 (1968).