

Synthese von 1,2-Thiazinen und 1,2-Thiazepinen durch Ringerweiterung

Hans-Dietrich Stachel*, Hermann Poschenrieder und Viktor Lomitzky

Institut für Pharmazie und Lebensmittelchemie der Universität München, Sophienstr. 10, D-8000 München 2

Eingegangen am 22. Mai 1991

Die β -Ketosultame 3 und 11 werden durch Aldolkondensation zu den entspr. Alkylidenderivaten 4, 5 bzw. 12 umgesetzt. Epoxidation von 5 und 12 führt zu den Epoxyketonen 6 und 13, die mit Bortrifluorid-Etherat zum 1,2-Thiazin 7 bzw. zum 1,2-Thiazepin 14 isomerisieren.

Synthesis of 1,2-Thiazines and 1,2-Thiazepines by Ring Expansion

The β -Ketosultames 3 and 11 are transformed by aldol condensation into the corresponding alkylidene derivatives 4, 5, and 12. Epoxidation of 5 and 12 leads to the epoxyketones 6 and 13 which isomerize by boron trifluoride etherate to 1,2-thiazine 7 and 1,2-thiazepine 14, respectively.

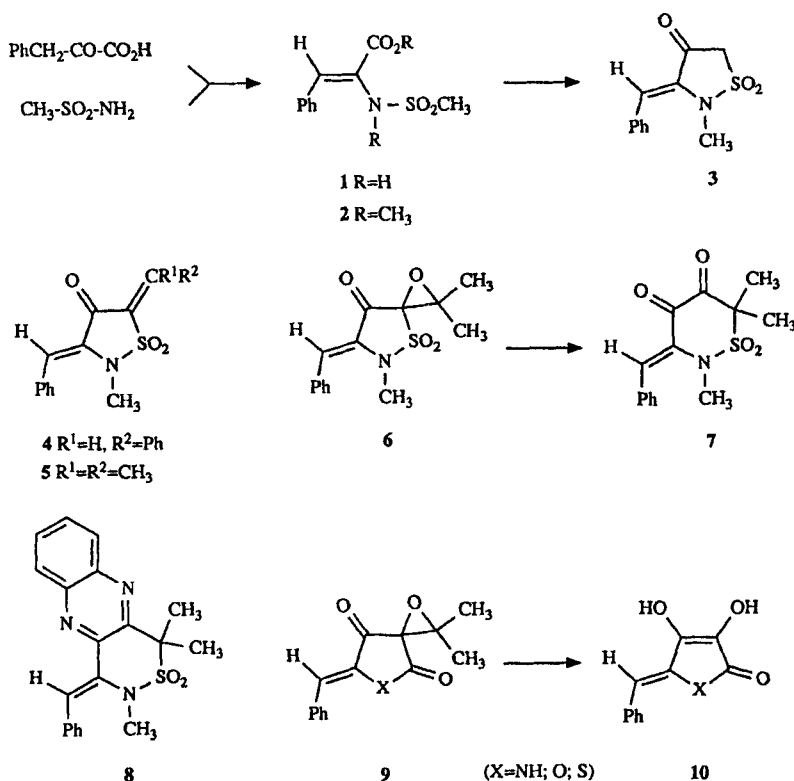
Wie wir in früheren Arbeiten berichteten¹⁻³⁾, lassen sich Derivate des 5-Benzylidenpyrrolidin-2,4-dion zu hydroxylierten 2-Pyridonen ringerweitern. Uns interessierte, ob sich eine Ringerweiterung bei den analogen Sultamen durchführen läßt.

Als Ausgangsverbindung eignet sich das Isothiazolidinon 3, das noch nicht beschrieben ist. Zur Synthese wird aus Phenylbrenztraubensäure die Methansulfonamidozimtsäure 1 hergestellt, die nach Umsetzung mit Diazomethan zum *N*-methylierten Ester 2 leicht zum Sultam 3 cyclisiert. Durch Aldolkondensation erhält man die Bisalkylidenverbindungen 4 und 5. Nur die Isopropylidenverbindung 5 läßt sich glatt mit alkalischem Wasserstoffperoxid zum Epoxid 6 umsetzen, einer farblosen, am Licht wenig beständigen Substanz. 6 reagiert mit Bortrifluorid-Etherat in Toluol zu einer gelb-orangen Verbindung gleicher Elementarzusammensetzung.

Es handelt sich dabei um das 1,2-Thiazin 7, dessen α -Diketonteilstruktur durch Umsetzung mit *o*-Phenylendiamin zum Chinoxalin 8 bewiesen wird. Dieser Reaktionsverlauf ist insofern bemerkenswert, weil die analogen Lactam-, Lacton- und Thiolacton-Derivate 9 mit Säure die Reduktone 10 bilden⁴⁾.

Die genannten Benzylidensultame liegen in der *Z*-Konfiguration vor, wie sich NMR-spektroskopisch durch den Kern-Overhauser-Effekt beweisen läßt. Beim Einstrahlen eines zweiten Felds auf das Signal der *N*-Methylprotonen nimmt die Intensität der Aromatenprotonensignale zu. Die Doppelresonanzexperimente wurden bei 3 und 6 durchgeführt, da nur hier Aromaten- und Vinylprotonensignale getrennt auftreten. Es ist jedoch anzunehmen, daß auf dem Wege zu den übrigen Verbindungen keine Konfigurationsänderung eintritt.

Der glatte Verlauf der Ringerweiterung des γ -Sultams 5 veranlaßte uns zu prüfen, ob entspr. δ -Sultame zu 1,2-Thi-



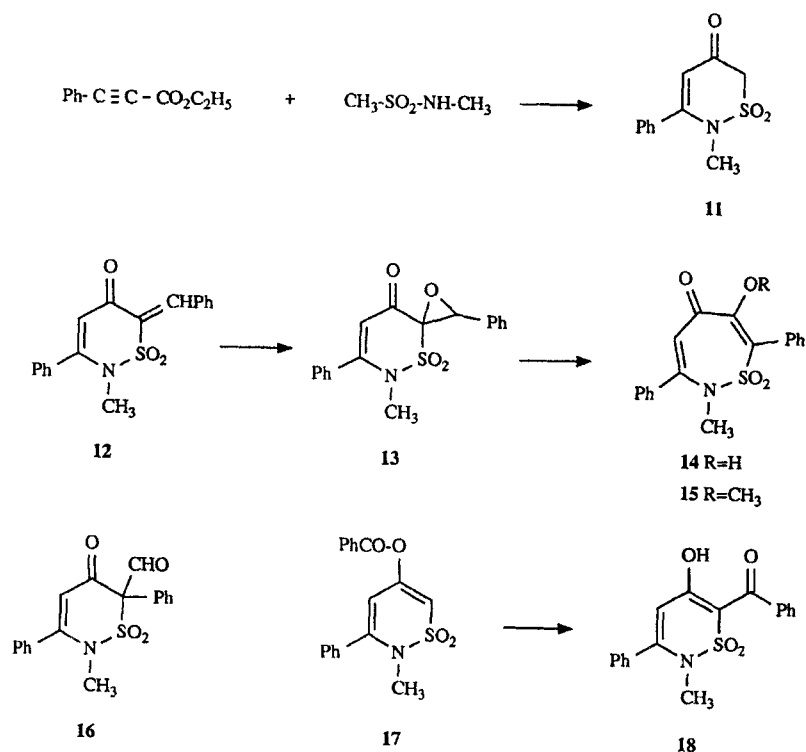
azepinen umlagern, einem Verbindungstyp, der bisher kaum bekannt ist. Als Ausgangsverbindung wählten wir das 1,2-Thiazin **11**, ein Isomer von **3**, das durch Addition von Methansulfonsäure-methylamid an Phenylpropargylester und nachfolgende Esterkondensation erhalten wird. Wie sich zeigte, gelingt die Aldolkondensation von **11** zur Benzylidenverbindung **12** am besten ohne Zusatz der üblichen Katalysatoren. Mit Aceton dagegen konnte unter den üblichen Bedingungen keine Umsetzung erreicht werden.

Durch Epoxidation von **12** mit alkalischem Wasserstoffperoxid erhält man das Monoepoxid **13**. Daß die Reaktion an der exocyclischen Doppelbindung stattgefunden hat, ergibt sich aus dem Vergleich der NMR-Spektren von Edukt und Produkt.

mit den Methoxylprotonen zu erkennen. Demnach kommt die Ringerweiterung durch Verschiebung der Sulfamoylgruppe zustande, deren Wanderungstendenz offenbar größer ist als die der Acylgruppe. An acyclischen α,β -Epoxysulfonamiden hat Zwanenburg⁶ eine ähnliche Umlagerung beobachtet. Mehr Literaturhinweise gibt es für Sulfonylwanderungen bei acyclischen und cyclischen α,β -Epoxysulfonen⁷⁻¹⁰.

Die Umlagerung der cyclischen α,β -Epoxysulfonamide **6** und **13** eröffnet einen bequemen Weg zu polyfunktionellen Sultamen. Über Reaktionen der Sultame **3**, **11** und **14** werden wir gesondert berichten.

Wir danken Herrn Dr. H. Lerche für die Anfertigung und Diskussion der 2D-Spektren, Frau A. Richter für die engagierte Mitarbeit.



Das Epoxid **13** isomerisiert mit Bortrifluorid-Etherat zu einem hellgelben gut kristallisierenden Produkt. Falls die Ringerweiterung in der gleichen Weise verläuft wie bei **6**, müßte das Sultam **14** vorliegen. Möglich wäre jedoch auch eine Isomerisierung mit Phenylwanderung zu dem Aldehyd **16**⁵. Das Vorliegen dieser Verbindung läßt sich ausschließen, weil die neue Substanz eine positive FeCl_3 -Reaktion zeigt und mit Diazomethan zu einer Methoxyverbindung zu methylieren ist. Ausschließen kann man auch das Vorliegen der Benzoylverbindung **18**, denn authentisches **18** läßt sich aus **11** durch *O*-Benzoylierung zu **17** und Fries-Verschiebung herstellen und ist nicht identisch mit der durch Isomerisierung erhaltenen Substanz. Es muß sich also bei der neuen Verbindung um das Thiazepin **14** und bei dem erwähnten Methylierungsprodukt um den Ether **15** handeln. Diese Schlußfolgerung wird bestätigt durch zweidimensionale Korrelationsspektroskopie: Im COLOC-Spektrum von **15** (7 Hz) sind Kreuzsignale von C-6 mit dem Vinylproton wie

Experimenteller Teil

2-(Methansulfonamido)-zimtsäure (**1**)

0.95 g (10 mmol) Methansulfonsäureamid¹¹, 1.64 g (10 mmol) Phenylbrenztraubensäure und 0.52 g (3 mmol) *p*-Toluolsulfonsäure werden in 60 ml Benzol 8 h am Wasserabscheider erhitzt. Es fällt langsam ein Niederschlag aus. Farblose Kristalle, Schmp. 178°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 75%. $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{NO}_4\text{S}$ (241.3) Ber. C 49.8 H 4.60 N 5.8 S 13.3 Gef. C 49.9 H 4.66 N 5.9 S 13.3. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 218; 280 \text{ nm}$. IR (KBr): 3600-2300; 3220; 1675; 1630 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 9.5 (s, 1H, D_2O -Austausch), 8.0-7.3 (m, 6H), 7.0 (s, 1H, D_2O -Austausch), 3.15 (s, 3H).

2-[(*N*-Methyl)-methansulfonamido]-zimtsäuremethylester (**2**)

2.41 g (10 mmol) **1** werden in 50 Methanol gelöst und solange mit etherischer Diazomethanlösung versetzt, bis die gelbe Farbe bestehen bleibt. Der Verdampfungsrückstand wird umkristallisiert. Farblose Kristalle, Schmp. 98°C (Methanol), Ausb. 90%. $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ (269.3) Ber. C 53.5 H 5.61 N 5.2 S 11.9 Gef. C 53.6 H 5.57 N 5.3 S 11.8. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 218; 280 \text{ nm}$.

nol): $\lambda_{\text{max}} = 215; 278 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1700; 1630; 1340 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.95-7.3 (m, 6H), 3.9 (s, 3H), 3.1 (s, 3H), 2.85 (s, 3H).

3-Benzyliden-2-methyl-isothiazolidin-4-on-1,1-dioxid (3)

2.69 (10 mmol) 2 werden in 70 ml Dimethoxyethan gelöst, portionsweise mit 0.4 g (10 mmol) NaH (60proz.) versetzt und 3 h unter Rückfluß erhitzt. Der Verdampfungsrückstand kristallisiert aus Ethanol/Eisessig. Farblose Kristalle, Schmp. 82°C (Ethanol), Ausb. 70%. $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{NO}_3\text{S}$ (237.3) Ber. C 55.7 H 4.67 N 5.9 S 13.5 Gef. C 55.7 H 4.72 N 5.9 S 13.4. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 206; 230; 317 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1720; 1610; 1335 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.7-7.3 (m, 5H), 7.1 (s, 1H), 3.85 (s, 2H, D_2O -Austausch), 3.0 (s, 3H).

3,5-Bisbenzyliden-2-methyl-isothiazolidin-4-on-1,1-dioxid (4)

0.24 g (1 mmol) 3, 0.2 g (2 mmol) Benzaldehyd und 0.05 g Ammoniumacetat werden in 10 ml Eisessig 20 min erhitzt. Beim Abkühlen tritt Kristallisation ein. Orangerote Kristalle, Schmp. 172°C (Eisessig), Ausb. 50%. $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ (325.4) Ber. C 66.4 H 4.64 N 4.3 S 9.8 Gef. C 66.4 H 4.65 N 4.4 S 9.8. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 250; 322 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1700; 1620; 1595 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO}-d_6$): δ (ppm) = 8.2-7.9 (m, 3H), 7.7-7.3 (m, 8H), 7.1 (s, 1H), 2.95 (s, 3H).

3-Benzyliden-5-isopropyliden-2-methyl-isothiazolidin-4-on-1,1-dioxid (5)

Eine Lösung von 0.47 g (2 mmol) 3 und 50 mg *p*-Toluolsulfonsäure in 50 ml Aceton wird 2 h bei 150° im Autoklaven erhitzt. Der Verdampfungsrückstand wird umkristallisiert. Gelbe Kristalle, Schmp. 135°C (Methanol), Ausb. 65%. $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ (277.3) Ber. C 60.6 H 5.45 N 5.1 S 11.6 Gef. C 60.6 H 5.45 N 5.1 S 11.5. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 268; 344 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1700; 1615; 1450 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.7-7.3 (m, 5H), 7.05 (s, 1H), 3.0 (s, 3H), 2.6 (s, 3H), 2.5 (s, 3H).

3-Benzyliden-5'5'-dimethyl-2-methyl-5-spiro-2'-oxiran-isothiazolidin-4-on-1,1-dioxid (6)

Eine Suspension von 0.27 g (1 mmol) 5 in 3 ml Methanol wird mit 20 Tr. 30proz. H_2O_2 -Lösung und einer Spatelspitze NaHCO_3 versetzt. Beim Rühren tritt Entfärbung ein. Man saugt nach 5 min ab und kristallisiert um. Farblose Kristalle, Schmp. 140°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 60%. $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ (293.3) Ber. C 57.3 H 5.25 N 4.8 S 10.9 Gef. C 56.7 H 5.21 N 4.7 S 10.9. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 230; 330 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1730; 1620; 1450 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.7-7.3 (m, 5H), 7.2 (s, 1H), 3.1 (s, 3H), 1.86 (s, 3H), 1.7 (s, 3H).

3-Benzyliden-6,6-dimethyl-2-methyl-3,4,5,6-tetrahydro-2H-1,2-thiazin-4,5-dion-1,1-dioxid (7)

0.29 g (1 mmol) 6 werden in 30 ml Toluol gelöst und mit 2 ml Bortrifluorid-Etherat versetzt. Nach 30 min wird zweimal mit Wasser gewaschen, die Toluolphase über Na_2SO_4 getrocknet und der Verdampfungsrückstand umkristallisiert. Gelborange Kristalle, Zers. 158°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 35%. $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ (293.3) Ber. C 57.3 H 5.25 N 4.8 S 10.9 Gef. C 57.1 H 5.25 N 4.7 S 10.9. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 230; 315 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1728; 1690; 1590 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.9-7.4 (m, 6H), 3.3 (s, 3H), 1.8 (s, 6H).

3-Benzyliden-1,4-dihydro-4,4-dimethyl-2-methyl-2H-chinoxalino[2,3-d][1,2]thiazin-3,3-dioxid (8)

0.15 g (0.5 mmol) 7 und 0.054 g (0.5 mmol) *o*-Phenylendiamin werden mit 5 ml Methanol versetzt. Beim Rühren entsteht zunächst eine Lösung, aus der nach kurzer Zeit ein Niederschlag ausfällt. Gelbe Kristalle, Schmp. 206°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 65%. $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$ (365.4) Ber. C 65.7 H 5.24 N 11.5 S 8.8 Gef. C 65.6 H 5.34 N 10.8 S 8.8. UV

(Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 280; 374 \text{ nm.}$ IR (KBr): 3070; 1625; 1535; 1490 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO}-d_6$): δ (ppm) = 8.3-7.5 (m, 10 H), 3.2 (s, 3H), 1.87 (s, 6H).

5,6-Dihydro-2-methyl-3-phenyl-2H-1,2-thiazin-5-on-1,1-dioxid (11)

0.8 g (20 mmol) Kalium werden in 30 ml tert-Butanol gelöst und mit 2.18 g (20 mmol) Methylsulfonsäuremethylamid¹¹⁾ versetzt. Nach 30 min Rühren gibt man eine Lösung von 3.5 g (20 mmol) Phenylpropionsäureethylester in 10 ml tert-Butanol zu und erhitzt unter Rückfluß. Nach 3 h entfernt man das Flüchtige, löst in Wasser und schüttelt mit Ether aus. Die wäßrige Phase wird mit verd. HCl angesäuert und mit Dichlormethan ausgeschüttelt. Man trocknet die org. Phase und kristallisiert den Verdampfungsrückstand um. Gelbliche Kristalle, Schmp. 130°C (Ethanol), Ausb. 25%. $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{NO}_3\text{S}$ (237.3) Ber. C 55.7 H 4.67 N 5.9 S 13.5 Gef. C 55.7 H 4.73 N 5.9 S 13.5. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 226; 255; 301 \text{ nm.}$ IR (KBr): 2990; 2920; 1620; 1600; 1575 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.56 (s, 5H), 6.03 (s, 1H), 4.23 (s, 2H), 3.23 (s, 3H).

6-Benzyliden-5,6-dihydro-2-methyl-3-phenyl-2H-1,2-thiazin-5-on-1,1-dioxid (12)

0.47 g (2 mmol) 11 werden mit 2 ml Benzaldehyd 5 h bei 80°C erhitzt. Nach Zugabe von Acetonitril tritt Kristallisation ein. Gelbe Kristalle, Schmp. 164°C (Acetonitril), Ausb. 60%. $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ (325.4) Ber. C 66.4 H 4.65 N 4.3 S 9.9 Gef. C 66.6 H 4.66 N 4.3 S 9.9. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 257; 319 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1650; 1585; 1570 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 8.2-7.9 (m, 2H), 7.8 (s, 1H), 7.6-7.3 (m, 8H), 6.16 (s, 1H), 3.13 (s, 3H).

5,6-Dihydro-3,6-diphenyl-2-methyl-5-oxo-6-spiro-2'-oxiran-2H-1,2-thiazin-1,1-dioxid (13)

Zu einer Suspension von 0.33 g (1 mmol) 12 und 0.05 g NaHCO_3 in 5 ml Methanol gibt man 20 Tr. 30proz. H_2O_2 -Lösung. Man rührt ca. 45 min, bis die gelbe Farbe verschwunden ist, saugt ab und kristallisiert um. Farbloses Pulver, Schmp. 168°C (Methanol), Ausb. 70%. $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ (341.4) Ber. C 63.3 H 4.43 N 4.1 S 9.4 Gef. C 63.3 H 4.48 N 4.1 S 9.4. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 211; 267; 312 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1675; 1600 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.8-7.4 (m, 10 H), 6.3 (s, 1H), 5.03 (s, 1H), 3.13 (s, 3H).

3,7-Diphenyl-6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2H,5H-1,2-thiazepin-1,1-dioxid (14)

Zu einer Lösung von 0.34 g (1 mmol) 13 in 50 ml Dichlormethan gibt man 5 Tr. Bortrifluorid-Etherat. Nach 10 min Rühren schüttelt man mit Wasser und gibt soviel Methanol dazu, bis zwei klare Phasen entstanden sind. Die org. Phase wird getrocknet und der Verdampfungsrückstand umkristallisiert. Leicht gelbe Kristalle, Zers. 185°C (Acetonitril/Methanol), Ausb. 45%. $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ (341.4) Ber. C 63.3 H 4.43 N 4.1 S 9.4 Gef. C 63.3 H 4.43 N 4.2 S 9.4. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 253; 313 \text{ nm.}$ IR (KBr): 3300; 1625; 1600 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.6 (s, 5H), 7.4 (s, 5H), 6.3 (s, 1H), 3.03 (s, 3H).

3,7-Diphenyl-6-methoxy-2-methyl-5-oxo-2H,5H-1,2-thiazepin-1,1-dioxid (15)

Man gibt 0.34 g (1 mmol) 14 auf überschüssige etherische Diazomethanlösung, der etwas Methanol zugesetzt ist. Nach 30 min wird der Verdampfungsrückstand umkristallisiert. Farblose Kristalle, Schmp. 192°C (Essigester), Ausb. 65%. $\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{NO}_4\text{S}$ (355.4) Ber. C 64.2 H 4.82 N 3.94 S 9.0 Gef. C 64.5 H 4.91 N 3.9 S 8.9. UV (Methanol): $\lambda_{\text{max}} = 223; 319 \text{ nm.}$ IR (KBr): 1630; 1605; 1585 cm^{-1} . $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ (ppm) = 7.67 (s, 5H), 7.57 (s, 5H), 6.37 (s, 1H), 3.8 (s, 3H), 3.2 (s, 3H). $^{13}\text{C-NMR}$ (100.40 MHz, CDCl_3): δ (ppm) = 186.37; 160.30; 153.95; 136.14; 133.25; 131.97;

131.95; 130.95; 130.76; 130.48; 130.10; 129.48; 119.20; 61.41; 57.83; 41.94; 41.73; 41.52; 41.31; 41.10; 40.89; 40.68; 39.49; 20.15.

5-Benzoyloxy-2-methyl-3-phenyl-2H-1,2-thiazin-1,1-dioxid (17)

Eine Lösung von 0.47 g (2 mmol) **11** in 50 ml Dichlormethan wird mit 0.4 ml (3 mmol) Triethylamin und 0.35 ml (3 mmol) Benzoylchlorid versetzt. Nach 15 min schüttelt man zweimal kräftig mit Wasser, trocknet die org. Phase und kristallisiert den Verdampfungsrückstand um. Farblose Kristalle, Schmp. 112°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 70%. - $C_{18}H_{15}NO_4S$ (341.4) Ber. C 63.3 H 4.43 N 4.1 S 9.4 Gef. C 63.1 H 4.46 N 4.1 S 9.4. - UV (Methanol): $\lambda_{\max} = 235$; 308 nm. - IR (KBr): 3113; 1742; 1609; 1555 cm^{-1} . - 1H -NMR ($CDCl_3$): δ (ppm) = 8.4-8.1 (m, 2H), 7.8-7.4 (m, 8H), 6.8 (d, 1H, J = 2 Hz), 6.13 (d, 1H, J = 2 Hz), 3.3 (s, 3H).

6-Benzoyl-5-hydroxy-2-methyl-3-phenyl-2H-1,2-thiazin-1,1-dioxid (18)

0.34 g (1 mmol) **17**, 0.025 g (0.1 mmol) **11** und 1 g $KHCO_3$ werden in 50 ml Essigester 4 h unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen schüttelt man mit 50 ml Wasser, säuert die wäßrige Phase mit verd. HCl an und schüttelt mit Essigester aus. Die org. Phase wird getrocknet, eingedampft und der Verdampfungsrückstand umkristallisiert. Leicht gelbe Nadeln, Schmp. 136°C (Diisopropylether/Ethanol), Ausb. 45%. - $C_{18}H_{15}NO_4S$ (341.4) Ber. C

63.3 H 4.43 N 4.1 S 9.4 Gef. C 63.3 H 4.41 N 4.1 S 9.4. - UV (Methanol): $\lambda_{\max} = 257$; 353 nm. - IR (KBr): 3060; 1584; 1563; 1517 cm^{-1} . - 1H -NMR ($DMSO-d_6$): δ (ppm) = 8.2-7.3 (m, 10 H), 6.2 (s, 1H), 3.16 (s, 3H).

Literatur

- 1 H.-D. Stachel und H. Poschenrieder, Liebigs Ann. Chem. 1985, 1692.
- 2 H.-D. Stachel, B. Wiesend und C. Kreiner, J. Heterocycl. Chem. 22, 1413 (1985).
- 3 H. Poschenrieder und H.-D. Stachel, Arch. Pharm. (Weinheim) 323, 381 (1990).
- 4 H.-D. Stachel, H. Poschenrieder und H. Burghard, Z. Naturforsch. 35b, 724 (1980).
- 5 H. Zinnes und J. Shavel, Jr., J. Heterocycl. Chem. 10, 95 (1973).
- 6 M.H.H. Nkunya und B. Zwanenburg, Recl. Trav. Chim. Pays-Bas 104, 253 (1985).
- 7 T. Durst und K.-C. Tin, Tetrahedron Lett. 1970, 2369.
- 8 P.F. Vogt und D.F. Tavares, Can. J. Chem. 47, 2875 (1969).
- 9 D.F. Tavares, R.E. Estep und M. Blezard, Tetrahedron Lett. 1970, 2373.
- 10 A.A.M. Houwen-Claassen, J.W. McFarland, B.H.M. Lammerink, L. Thus und B. Zwanenburg, Synthesis 1983, 628.
- 11 B. Helferich und H. Grünert, Ber. Dtsch. Chem. Ges. 73, 1131 (1940). [Ph946]