

- bildet und zusätzlich ein Vanadiumion über die Phenolatgruppe chelatisiert sowie zwei Wasserstoffbrückenbindungen vorliegen, an denen jeweils ein protoniertes Oxim-O-Atom eines HSalEt- und das Phenolat-O-Atom des benachbarten SalEt-Liganden beteiligt sind: R. L. Beddoes, D. Collison, C. D. Garner, J. Grigg, M. Helliwell, P. A. Tasker, D. Thorp, J. M. Thorpe, noch unveröffentlicht.
- [9] Eine wässrige Lösung von Eisen(III)-chlorid wurde mit Salicylaldoxim in EtOH versetzt und mit einem Äquivalent Base neutralisiert, worauf sich ein rotbrauner Niederschlag bildete. Durch Waschen mit Hexan wurde überschüssiger Ligand aus dem Niederschlag entfernt. Nachfolgende Extraktion mit CH_2Cl_2 und Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum ergaben einen dunkelbraunen Feststoff. Beim langsamen Einengen einer Lösung dieses Feststoffs in Xylol bei Raumtemperatur fielen schwarze, plättchenartige Kristalle aus, die für eine Röntgenstrukturanalyse geeignet waren.^[10]
- [10] Strukturaufklärung: Kristallabmessungen $0.03 \times 0.2 \times 0.45$ mm, Rigaku-AFC5R-Diffraktometer, $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$ -Strahlung (Graphit-monochromatisiert; $\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$, $\mu = 67.04 \text{ cm}^{-1}$), rotierende Anode (12 kW), Raumtemperatur. $\text{C}_{79}\text{H}_{71}\text{N}_9\text{O}_{18}\text{Fe}_4$, triklin, $P\bar{1}$ (Nr. 2), $a = 14.136(2)$, $b = 21.815(6)$, $c = 12.828(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 97.64(2)$, $\beta = 105.65(1)$, $\gamma = 84.95(2)^\circ$, $V = 3770(1) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, $\rho_{\text{ber.}} = 1.460 \text{ g cm}^{-3}$, $F(000) = 1712$, $\omega/2\theta$ -Scan mit $8.0^\circ \text{ min}^{-1}$, 11210 symmetriunechte Reflexe bis $2\theta_{\text{max}} = 120.3^\circ$, von denen 4851 mit $I > 3.00\sigma(I)$ zur Strukturlösung mit Direkten Methoden^[11] verwendet wurden. Die Absorptionskorrektur wurde mit dem Programm DIFABS durchgeführt (N. P. C. Walker, D. I. Stuart, *Acta Crystallogr. Sect. A* **1983**, 39, 158–166). Die Volle-Matrix-kleinste-Fehlerquadrate-Verfeinerung mit anomaler Dispersion für alle Nicht-Wasserstoffatome konvergierte bei $R = 0.068$ und $R_w = 0.069$ ($R = \Sigma |\Delta| / \Sigma |F_o|$, $R_w = (\Sigma \Delta^2 / \Sigma w F_o^2)^{1/2}$, $w = 1 / [\delta^2(F_o) + 0.00022 |F_o|^2]$). Die kristallographischen Daten (ohne Strukturfaktoren) der in dieser Veröffentlichung beschriebenen Struktur wurden als „supplementary publication no. CCDC-103013“ beim Cambridge Crystallographic Data Centre hinterlegt. Kopien der Daten können kostenlos bei folgender Adresse in Großbritannien angefordert werden: CCDC, 12 Union Road, Cambridge CB21EZ (Fax: (+44) 1223-336-033; E-mail: deposit@ccdc.cam.ac.uk).
- [11] C. J. Gilmore, MITHRIL, Program for Crystal Structure Determinations, University of Glasgow, **1984**; P. T. Beurskens, DIRIF, Program for Crystal Structure Determinations, Toernooiveld, The Netherlands, **1984**.
- [12] a) M. S. Lah, M. L. Kirk, W. Hatfield, V. L. Pecoraro, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1989**, 1606–1608; b) P. Chaudhuri, M. Winter, P. Fleischhauer, W. Haase, U. Flörke, H.-J. Haupt, *Inorg. Chim. Acta* **1993**, 212, 241–249.
- [13] Das IR-Spektrum von **1** als eingedampfter dünner Film oder KBr-Preßling zeigt viele, gut aufgelöste Signale im Fingerprintbereich zwischen 2000 und 250 cm^{-1} , wie es für einen Salicylaldoximkomplex typisch ist. Das UV/Vis-Absorptionsspektrum ($\lambda_{\text{max}}(\epsilon) = 310$ (34 000), 514 nm (8000 $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$)), das EPR-Pulverspektrum ($g \approx 2$, $\Delta B_{\text{p-p}} = 1500 \text{ G}$ im Q-Band), die magnetische Suszeptibilität (in CHCl_3 , Evans-NMR-Methode; $5.2 \mu_B$ pro Eisenatom bei 235 K) und das Massenspektrum (Positiv-Ionen-FAB; m/z : 1308.5, 1172, 1035, 900 für $[\text{Fe}_4(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{N})_n(\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2\text{N})_4]^+$ mit $n = 4, 3, 2$ bzw. 1) sind in Einklang mit der Struktur des vierkernigen Clusters.
- [14] D. M. Kurtz, *Chem. Rev.* **1990**, 90, 585–606.
- [15] G. J. Long, W. T. Robinson, W. P. Tappmeyer, D. L. Bridges, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1973**, 573–579.
- [16] C. T. Dziobkowski, J. T. Wroblewski, D. B. Brown, *Inorg. Chem.* **1981**, 20, 671–678.
- [17] R. Harrison, *Bull. Geol. Surv. G. B.* **1975**, 52, 51–54.
- [18] O. Baudisch, W. H. Harting, *Inorg. Synth.* **1939**, I, 185–186.
- [19] H. B. Weiser, W. O. Milligan, E. L. Cook, *Inorg. Synth.* **1939**, II, 215–216.
- [20] Ein Q-Panel ist ein kleines, rechteckiges Plättchen aus Flußstahl mit definierter Zusammensetzung und Oberflächenstruktur. Es wird zum Testen der korrosionshemmenden Eigenschaften organischer Moleküle verwendet.
- [21] Die Fe-K-Absorptionskante von **1** und dem Oberflächenprodukt liegt bei 7127 eV mit einer Schulter bei 7113 eV; nahezu identisch sind die Werte für Hämatit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Referenz für beide Werte ist die Fe-K-Absorptionsenergie von Eisenfolie bei 7112 eV.
- [22] Trotz aller experimentellen Hinweise auf die Bildung eines vierkernigen Eisencusters sind andere Clustergrößen nicht gänzlich auszuschließen; für eine dreikernige Anordnung mit einem funktionalisierten Salicylaldoxim siehe: E. Bill, C. Krebs, M. Winter, M. Gerda, A. X. Trautwein, U. Flörke, H.-J. Haupt, P. Chaudhuri, *Chem. Eur. J.* **1997**, 3, 193–201.
- [23] J. Handley, D. Collison, C. D. Garner, M. Helliwell, R. Docherty, J. R. Lawson, P. A. Tasker, *Angew. Chem.* **1993**, 105, 1085–1087; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1993**, 32, 1036–1038.

Stereoselektive Festphasensynthese von β -Lactamen – ein neuartiger Zugang zu 1-Oxacephamen durch eine Ringschlußreaktion bei gleichzeitiger Abspaltung von der festen Phase**

Bartholomiej Furman, René Thürmer, Zbigniew Kaluża, Robert Łysek, Wolfgang Voelter und Marek Chmielewski*

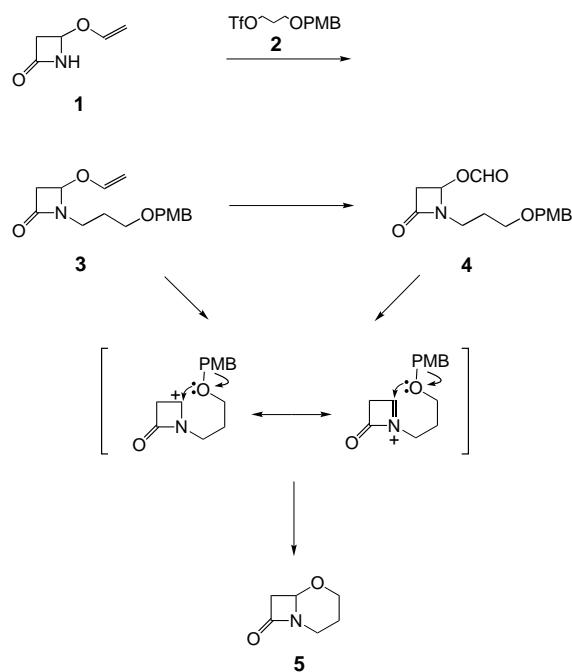
Festphasenreaktionen bieten einen sehr effizienten Weg zur Synthese kleiner Verbindungen.^[1] Gegenwärtig arbeiten viele Arbeitsgruppen daran, organische Reaktionen, die in homogener Phase ablaufen, in analoger Weise auch an fester Phase durchzuführen. Durch Festphasensynthesen wurde bereits eine Vielzahl von Heterocyclen synthetisiert.^[1] Trotz der antibiotischen Aktivität und daher hohen Attraktivität von β -Lactamen sind Festphasensynthesen für diese Verbindungsgruppe bisher kaum entwickelt worden.^[2] Wir berichten hier über eine neue und sehr einfache Strategie für die Festphasensynthese von 1-Oxacephamen, einer Verbindungsgruppe mit potentieller biologischer Aktivität.^[3] Die Entwicklung neuer Antibiotika ist von größter Wichtigkeit in Anbetracht des zunehmenden Auftretens von Bakterienstämmen, die gegen die handelsüblichen Wirkstoffe resistent sind.

Kaluża et al.^[4] berichteten über einen neuen Zugang zu 1-Oxacephamen ausgehend von 4-Vinyloxyazetidin-2-on **1**. Die Synthesestrategie sah zunächst eine N-Alkylierung von **1** mit dem 1,3-Propandiolderivat **2** vor, anschließend folgte die oxidative Umwandlung der Vinyloxygruppe des erhaltenen Azetidinons **3** in eine Formyloxygruppe (oder Acetoxygruppe) und zuletzt die Cyclisierung der monocyclischen Verbindung **4** über eine nucleophile Substitution an C-4 (Schema 1). Die 4-Methoxybenzylgruppe dient als Schutzgruppe und erhöht gleichzeitig die Nucleophilie des Sauerstoffatoms und damit die Effizienz der Ringschlußreaktion, die unter Freisetzung

[*] Prof. Dr. M. Chmielewski, Dr. B. Furman, Dr. Z. Kaluża, R. Łysek
Institute of Organic Chemistry of the Polish Academy of Sciences
Kasprzaka 44/52, 01-224 Warszawa (Polen)
Fax: (+48) 22-632-6681
E-mail: chmiel@ichf.edu.pl

R. Thürmer, Prof. Dr. W. Voelter
Abteilung für Physikalische Biochemie des Physiologisch-chemischen
Instituts der Universität
Hoppe-Seyler-Straße 4, D-72076 Tübingen

[**] Diese Arbeit wurde durch ein Austauschprogramm der Deutschen
Forschungsgemeinschaft und der Polnischen Akademie der Wissenschaften
gefördert (DFG 436POL113/88). B. F. dankt der Stiftung für
die polnische Wissenschaft für ein Stipendium (FNP 98).

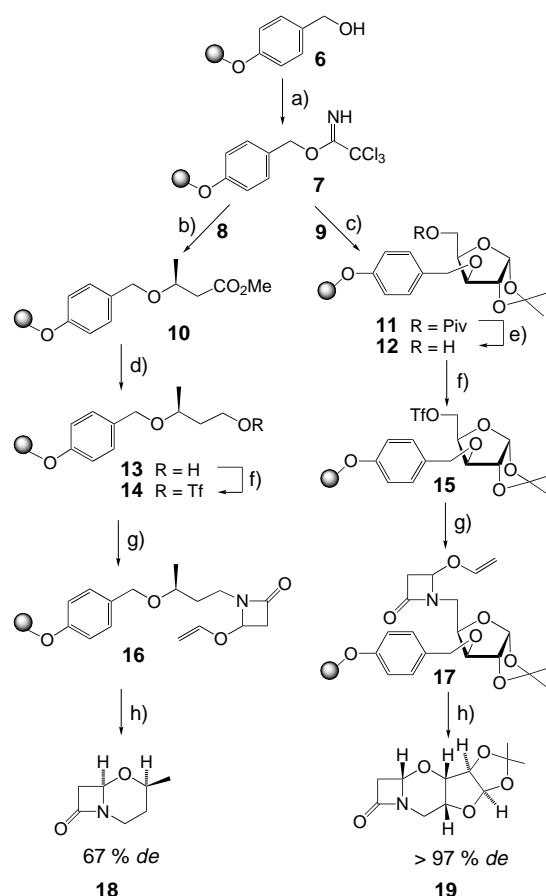


Schema 1. Synthese des 1-Oxacephams 5.^[4, 5] TfO = Trifluormethylsulfonyl, PMB = 4-Methoxybenzyl.

des 4-Methoxybenzylkations verläuft. Weitergehende Untersuchungen des Cyclisierungsschrittes ergaben, daß die Umwandlung der Vinyloxy- in eine Acyloxyfunktion für den Erfolg der Cyclisierung nicht unbedingt erforderlich ist.^[5] In Gegenwart von Lewis-Säuren reagierte das N-substituierte 4-Vinyloxy- β -lactam 3 in 51 % Ausbeute zum 1-Oxacepham 5. Wenn die N-Alkylierung der Ringschlußreaktion vorausging, wurden bei Anwendung der Synthesestrategie auf chirale Ausgangsverbindungen des Typs 1 und 2 bessere asymmetrische Induktionen an C-4 des 2-Azetidinonrings erreicht, als wenn die übliche Syntheseroute gewählt und 4-Acetoxyazetidin-2-on mit chiralen Alkoholen kondensiert wurde.^[6]

Ein neues Konzept in der Festphasensynthese ist die Ringschluß/Abspaltungs-Methode.^[7–10] Der letzte Schritt der festphasenunterstützten Reaktionssequenz, die Bildung des Oxazinrings, verläuft unter gleichzeitiger Abspaltung des Moleküls vom Harz. Erstmals berichteten Hobbs DeWitt et al. über eine Synthese, bei der eine festphasenunterstützte Ringschlußreaktion durchgeführt wurde.^[7] Ziel der Synthese war der Aufbau von Hydantoin-Bibliotheken. In den meisten Arbeiten, die sich die Strategie eines Ringschlusses mit gleichzeitiger Abspaltung zunutze machen, werden Amidgruppen aufgebaut.^[8] Kürzlich wurde über die Olefinmetathese als geeignete Methode für die Synthese von Cycloalkenen berichtet,^[9] während sich makrocyclische Lactone über intramolekulare Kondensationen von Oxophosphonat- und Aldehydgruppen synthetisieren lassen.^[10] Eine maßgeschneiderte Ringschluß/Abspaltungs-Strategie bietet vor allem den Vorteil, daß die abgetrennten Produkte in hoher Reinheit erhalten werden, da nur die gewünschte Vorstufe des Zielmoleküls die Ringschlußreaktion eingeht.

Unsere Synthesestrategie ist in Schema 2 zusammengefaßt. Käufliches Wang-Harz 6 (Rapp Polymere, 1.13 mmol OH pro Gramm Harz) wurde in Gegenwart von Trichloracetonitril



Schema 2. Festphasensynthese der 1-Oxacephame 18 und 19. a) CCl_3CN , DBU, CH_2Cl_2 , 20°C , 3 h; b) (S)-3-Hydroxybuttersäuremethylester 8, $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$, CH_2Cl_2 /Cyclohexan 1:1, 20°C , 5 min; c) 1,2-O-Isopropyliden-5-O-pivaloyl- α -D-xylofuranose 9, $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$, CH_2Cl_2 /Cyclohexan 1:1, 20°C , 5 min; d) DIBAL-H, THF, 20°C , 4 h; e) MeONa , MeOH , 20°C , 2 h; f) Tf_2O , 2,6-Lutidin, CH_2Cl_2 , 0°C , 6 h; g) 1, $n\text{BuLi}$, Bu_4NHSO_4 , THF , $-70 \rightarrow 20^\circ\text{C}$, 12 h; h) $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$, CH_2Cl_2 , 20°C , 3 h. Piv = Pivaloyl, DBU = 1,8-Diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en, DIBAL-H = Diisobutylaluminiumhydrid.

und DBU in das entsprechende Trichloracetimidat-Harz 7 umgewandelt, das erst kürzlich als polymergebundenes Benzylierungsreagens beschrieben wurde und zum Schützen von Alkoholen unter milden Bedingungen geeignet ist.^[11] Das Harz 7 wurde gemäß Literaturangaben^[11] mit (S)-3-Hydroxybuttersäuremethylester 8 oder mit 1,2-O-Isopropyliden-5-O-pivaloyl- α -D-xylofuranose 9 in Gegenwart katalytischer Mengen an $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$ in CH_2Cl_2 /Cyclohexan (1:1) bei Raumtemperatur in 5 min zu 10 bzw. 11 umgesetzt. In den IR-Spektren von 10 und 11 fällt das Fehlen der intensiven Bande für die C=N-Streckschwingung bei 1664 cm^{-1} auf, die im Ausgangspolymer 7 noch enthalten ist. Stattdessen treten Banden bei 1740 cm^{-1} bzw. 1734 cm^{-1} auf, die auf Carbonyl-Streckschwingungen zurückzuführen sind. Mit DIBAL-H (3 Äquiv.) wurde die Estergruppe von 10 bei 20°C in THF reduziert, und man erhielt den gewünschten Alkohol 13. Die Pivaloylgruppe des harzgebundenen Zuckerderivats 11 wurde mit Natriummethanolat (10 Äquiv.) in Methanol entfernt. Nach 2 h war die Umsetzung zu 12 abgeschlossen, und im IR-Spektrum war die Bande der Carbonyl-Streckschwingung, die der Pivaloylgruppe zuzuordnen ist, nicht mehr vorhanden.

Behandelte man die harzgebundenen Alkohole **12** oder **13** bei 0 °C 6 h mit Tf_2O (5 Äquiv.) und 2,6-Lutidin (7 Äquiv.) in CH_2Cl_2 , erhielt man die entsprechenden Triflate **14** bzw. **15**. Die N-Alkylierung von **1** mit den Triflates **14** und **15** schloß sich an. Dazu wurde **1** (5 mmol) in Gegenwart einer Mischung aus Tetrabutylammoniumhydrogensulfat (5.25 mmol) und $n\text{BuLi}$ (10.5 mmol) in wasserfreiem THF^[4b] bei –70 °C innerhalb von 20 min unter Rühren deprotoniert. Nach Zugabe der harzgebundenen Triflate **14** oder **15** (2 mmol) ließ man die Lösung unter Rühren in 15 h auf Raumtemperatur erwärmen. Die charakteristischen Absorptionsbanden der Carbonylgruppen in den β -Lactamringen der Harze **16** und **17** bei 1765 cm^{-1} bzw. 1774 cm^{-1} lieferten in beiden Fällen den Beleg für eine erfolgreiche N-Alkylierung. Wendete man diese Methode zur N-Alkylierung in Lösung auf ähnliche Verbindungen an, die nicht an ein Harz gebunden sind, sondern stattdessen eine 4-Methoxybenzylschutzgruppe enthalten, erhielt man die entsprechenden N-substituierten Azetidinone in 55% bzw. 65% Ausbeute.^[4b, 5] Eine Abspaltung der Intermediate **16** und **17** vom Harz zur Analyse harzgebundener Nebenprodukte ist nicht möglich, da beide Intermediate sehr säurelabil sind.

Die 1-Oxacephame **18** und **19** wurden somit in einer kombinierten Ringschluß- und Abspaltungsreaktion aus den entsprechenden harzgebundenen Vorstufen **16** bzw. **17** mit $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$ (1 Äquiv.) in CH_2Cl_2 in 26–30% Ausbeute über sechs Stufen und mäßiger bis hoher Diastereomererreiheit (67 bzw. 97% *de*) erhalten. Nach 3 h war die Abspaltung der Produkte vom Harz abgeschlossen, und in den IR-Spektren der verbliebenen Harze ließen sich keine Carbonylbanden mehr nachweisen. Auch nach einer weiteren Behandlung mit $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$ wurde aus den Harzrückständen kein Produkt mehr freigesetzt.

Wir konnten zeigen, daß unsere Synthesestrategie zum Aufbau von 1-Oxacephamen mit exzellenten Ergebnissen an fester Phase durchgeführt werden kann. Hohe Attraktivität erlangt die Synthese vor allem durch die guten Ausbeuten, die hohe Reinheit der Produkte und die einfache Durchführbarkeit der Reaktionssequenzen.

Experimentelles

Typische Vorschrift für die Ringschluß/Abspaltungs-Methode: Man läßt das funktionalisierte Harz **16** oder **17** (0.3 mmol) in CH_2Cl_2 (4 mL) quellen, setzt $\text{BF}_3 \cdot \text{Et}_2\text{O}$ (0.3 mmol) zu und röhrt 3 h bei Raumtemperatur. Nach Zugabe von Et_3N (0.1 mL) läßt man weitere 10 min reagieren und trennt dann das Harz ab. Man wäscht das Harz mehrmals mit CH_2Cl_2 , vereinigt die CH_2Cl_2 -Lösungen mit der Reaktionslösung und entfernt das Lösungsmittel im Vakuum. Der ölige Rückstand wird im Vakuum getrocknet; nach säulenchromatographischer Reinigung an Kieselgel erhält man die Produkte **18** (67% *de*) bzw. **19** (>97% *de*). Die spektroskopischen und analytischen Daten von **18** und **19** stimmen mit Literaturangaben überein.^[12]

Ein eingegangen am 23. September 1998 [Z12448]

International Edition: *Angew. Chem. Int. Ed.* **1999**, *38*, 1121–1123

Stichwörter: Antibiotika • Cyclisierungen • Festphasensynthesen • Lactame

- [1] Übersichten: a) F. Balkenhol, C. von dem Bussche-Hünnefeld, A. Lansky, C. Zechel, *Angew. Chem.* **1996**, *108*, 2436–2487; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1996**, *35*, 2288–2337; b) L. A. Thompson, J. A. Ellman, *Chem. Rev.* **1996**, *96*, 555–600; c) R. C. D. Brown, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. I* **1998**, 3293–3320.
- [2] a) B. Ruhland, A. Bhandari, E. M. Gordon, M. A. Gallop, *J. Am. Chem. Soc.* **1996**, *118*, 253–254; b) B. Ruhland, A. Bombrun, M. A. Gallop, *J. Org. Chem.* **1997**, *62*, 7820–7826; c) Y. Pei, R. A. Houghten, J. S. Kiely, *Tetrahedron Lett.* **1997**, *38*, 3349–3352; d) E. G. Matta, *Tetrahedron Lett.* **1997**, *38*, 6335–6338; g) V. Molteni, R. Annunziata, H. Cinquini, F. Cozzi, M. Benaglia, *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 1257–1260.
- [3] a) W. Nagata, *Pure Appl. Chem.* **1989**, *61*, 325–336; b) S. Shibahara, T. Okonogi, Y. Murai, T. Kudo, T. Yoshida, S. Kondo, B. G. Christensen, *J. Antibiot.* **1988**, *41*, 1154–1157; c) H. C. Neu in *The Chemistry of β -Lactams* (Hrsg.: M. I. Page), Blackie, Glasgow, **1992**, S. 101–128.
- [4] a) Z. Kałuża, S. H. Park, *Synlett* **1996**, 895–896; b) Z. Kałuża, R. Łysek, *Tetrahedron: Asymmetry* **1997**, *8*, 2553–2560.
- [5] Z. Kałuża, *Tetrahedron Lett.* **1999**, *40*, 1025–1026.
- [6] a) D. Hoppe, T. Hilpert, *Tetrahedron* **1987**, *43*, 2467–2474; b) S. De Bernardo, J. P. Tengi, G. J. Sasso, M. Weigle, *J. Org. Chem.* **1985**, *50*, 3457–3462; c) M. Murakami, M. Matsuura, T. Aoki, W. Nagata, *Synlett* **1990**, 681–683; d) M. Murakami, T. Aoki, W. Nagata, *Synlett* **1990**, 684–686.
- [7] S. Hobbs DeWitt, J. S. Kiely, C. J. Stankovic, M. C. Schroeder, D. M. Reynolds Cody, M. R. Pavia, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **1993**, *90*, 6909–6913.
- [8] a) B. A. Dressman, L. A. Spangle, S. W. Kaldor, *Tetrahedron Lett.* **1996**, *37*, 937–940; b) S. A. Kolodziej, B. C. Hamper, *Tetrahedron Lett.* **1996**, *37*, 5277–5280; c) L. F. Tietze, A. Steinmetz, *Synlett* **1996**, 667–668; d) L. F. Tietze, A. Steinmetz, F. Balkenhol, *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **1997**, *7*, 1303–1306; e) J. Matthews, R. A. Rivero, *J. Org. Chem.* **1997**, *62*, 6090–6092; f) S. W. Kim, S. Y. Ahn, J. S. Koh, J. H. Lee, S. Ro, H. Y. Cho, *Tetrahedron Lett.* **1997**, *38*, 4603–4606; g) J. Stadlwieser, E. P. Ellmerer-Müller, A. Takó, N. Maslouh, W. Bannwarth, *Angew. Chem.* **1998**, *110*, 1487–1489; *Angew. Chem. Int. Ed.* **1998**, *37*, 1402–1404; h) P. P. Fantauzzo, K. M. Yager, *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 1291–1294; i) K. H. Park, E. Abbate, S. Najdi, M. M. Olmstead, M. J. Kurth, *Chem. Commun.* **1998**, 1679–1680.
- [9] J. H. van Maarseveen, J. A. J. den Hartog, V. Engelen, E. Finner, G. Visser, C. G. Kruse, *Tetrahedron Lett.* **1996**, *37*, 8249–8252.
- [10] K. C. Nicolaou, J. Pastor, N. Winssinger, F. Murphy, *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 5132–5133.
- [11] a) S. Hanessian, F. Xie, *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 733–736; b) S. Hanessian, F. Xie, *Tetrahedron Lett.* **1998**, *39*, 737–740.
- [12] a) Z. Kałuża, B. Furman, M. Patel, M. Chmielewski, *Tetrahedron: Asymmetry* **1994**, *5*, 2179–2186; b) B. Furman, Z. Kałuża, M. Chmielewski, *J. Org. Chem.* **1997**, *62*, 3135–3139.