

- [11] *L. M. Jackman & S. Sternhell*, 'Application of NMR.-spectroscopy in organic chemistry', 2nd ed. Pergamon Press, London, 1969, Kap. 3-8.
- [12] *C. Djerassi, O. Halpern, V. Halpern, O. Schindler & C. Tamm*, *Helv.* 41, 250 (1958).
- [13] *A. H.-J. Wang, I. C. Paul, R. Zelnik, D. Lavie & E. C. Levy*, *J. Amer. chem. Soc.* 96, 580 (1974).
- [14] *H. J. Hansen* in 'Mechanisms of Molecular Migrations' (B. S. Thyagarajan, Herausgeber), Wiley-Interscience, N. Y., 1971, Vol. 3, S. 177.
- [15] *C. W. Shoppee & G. A. R. Johnston*, *J. chem. Soc.* 1961, 3261.
- [16] *G. Bancroft, Y. M. Y. Haddad & G. H. R. Summers*, *J. chem. Soc.* 1961, 3295.
- [17] *F. Kohen, B. K. Patnaik & R. Stevenson*, *J. org. Chemistry* 29, 2710 (1964); *ibid.* 30, 2268 (1965).
- [18] *D. Arigoni & L. Botta*, unveröffentlicht (1968); vgl. Dissertation *L. Botta* 'Zur Biogenese von Verbindungen der Lupanreihe', ETH Zürich, Nr. 4089 (1968).
- [19] *M. Koreeda, N. Hayada & K. Nakanishi*, *J. Amer. chem. Soc.* 96, 266 (1974).
- [20] *O. E. Edwards, G. Feniak & M. Los*, *Canad. J. Chemistry* 40, 1540 (1962).
- [21] *S. M. Kupchan, A. Karim & C. Marchs*, *J. org. Chemistry* 34, 3912 (1969).

43. Sur les dérivés de la fluorénone VIII¹⁾

Difluorénonyl-cétones, difluorényl-cétones et difluorényl-méthanés

par Louis Chardonens, Vito De Blasi et Jean-Luc Barras

Institut de chimie inorganique et analytique de l'Université de Fribourg

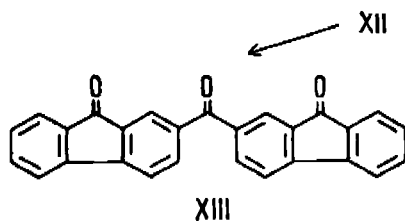
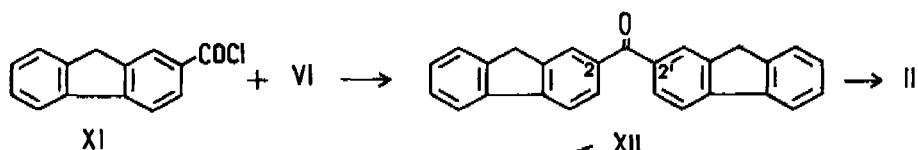
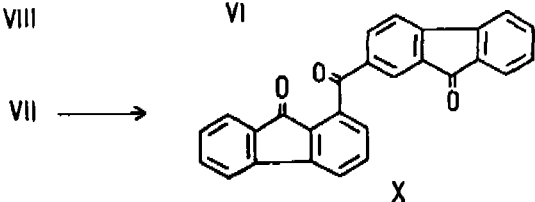
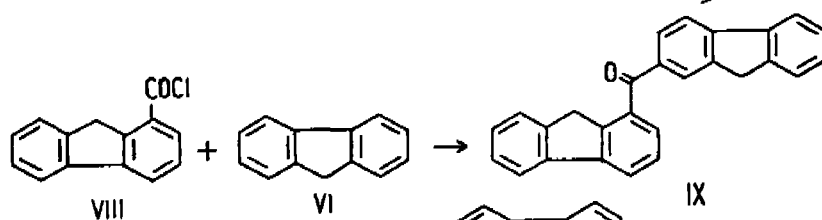
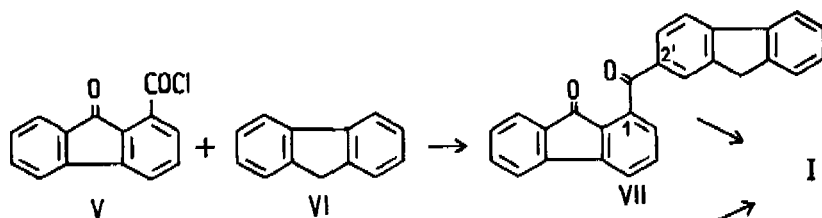
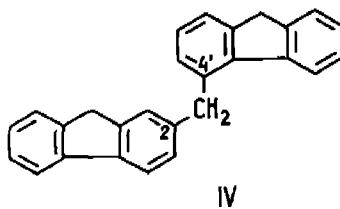
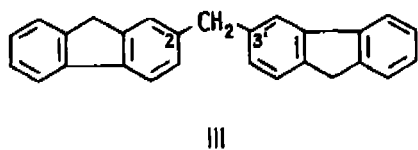
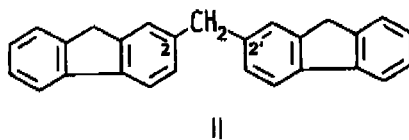
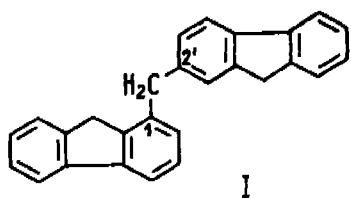
(16. I. 75)

Summary. By condensation of the chlorides of the four isomeric fluorene-carboxylic acids, respectively of the three 1-, 3- and 4-fluorene-carboxylic acids with fluorene, followed by reduction of the obtained mono- respectively diketones, the four difluorenylmethanes I, II, III and IV are synthesized. The oxydation of the diketones gives the corresponding triketones. Starting from the chloride of 4-fluorene-carboxylic acid and 1-methylfluorene, a methyl derivative of IV is analogically obtained.

On a relevé récemment [1] la parenté formelle de structure que présentent les bis-indéno-fluorènes d'une part, les bifluorényles et les difluorénylméthanés d'autre part, ainsi que l'intérêt qu'il y aurait à comparer leurs propriétés. Afin de donner à cette idée un début d'appui expérimental, trois bifluorényles symétriques nouveaux avaient été synthétisés. Nous y apportons un complément partiel en décrivant ci-après l'obtention de quelques difluorénylméthanés et, accessoirement, celle des difluorénonyl-cétones correspondantes.

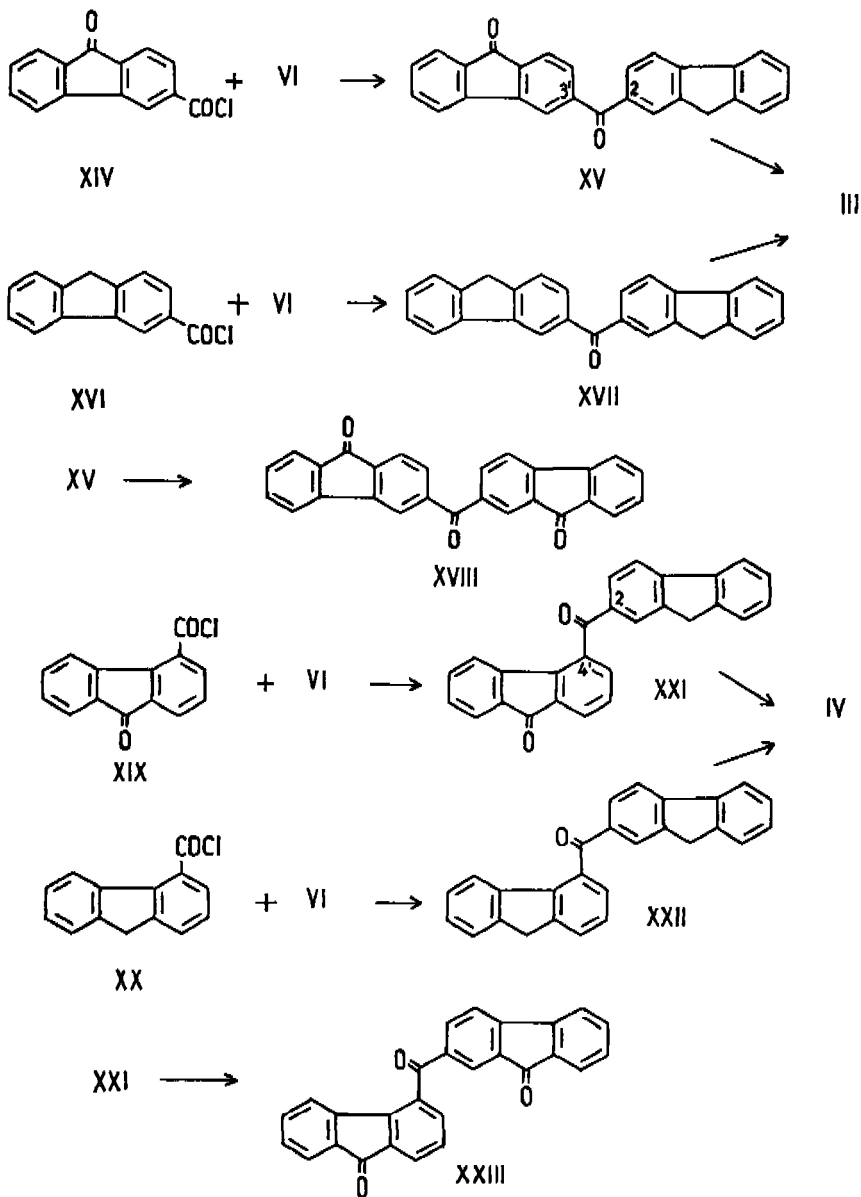
Suivant le point d'attache du groupe méthylénique aux cycles hexagonaux des deux systèmes fluoréniques, dix difluorénylméthanés isomères sont possibles: quatre symétriques et six asymétriques. Un seul est connu, le symétrique difluorényl-(2,2')-méthane (II), obtenu [2] par condensation d'une molécule de formaldéhyde-diméthyl-acétal (méthylal) avec deux molécules de fluorène au moyen d'anhydride phosphorique. Des quatre isomères symétriques, c'est le seul qui soit commodément accessible et cela en raison de la réactivité particulière de la position 2 du fluorène. Cette même propriété permet aussi de préparer facilement, outre le difluorényl-(2,2')-méthane (II)

¹⁾ VIIème Commun., v. [1].



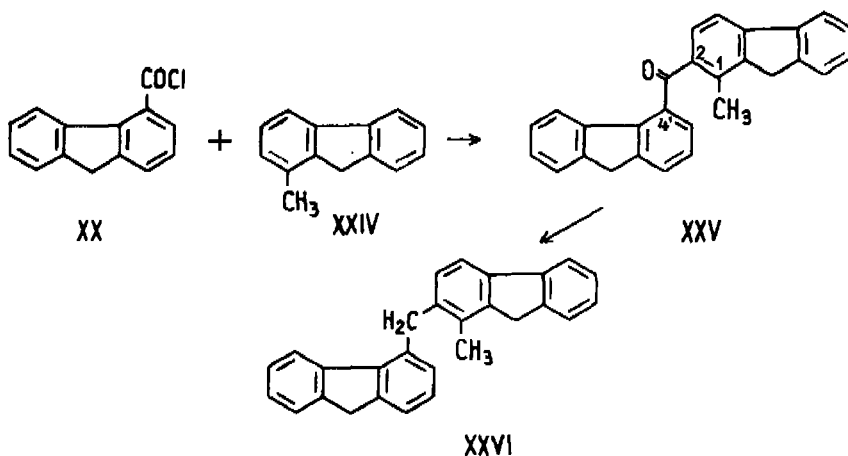
par un chemin nouveau, trois difluorénylméthane asymétriques : le difluorényl-(1,2')-méthane (I), le difluorényl-(2,3')-méthane (III) et le difluorényl-(2,4')-méthane (IV). Chez I, III et IV un des deux systèmes fluoréniques est attaché par sa position 2 au groupe méthylénique et l'autre par sa position 1 ou 3 ou 4. Chez II par contre le point d'attache est en position 2 sur les deux systèmes.

On obtient le difluorényl-(1,2')-méthane (I) par le chemin suivant : on condense le chlorure de l'acide fluorénoncarboxylique-1 (V) avec le fluorène selon *Friedel-Crafts* et obtient ainsi la fluorénonyl-(1)-fluorényl-(2')-cétone (VII), dont la réduction donne I.



On peut d'autre part condenser le chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-1 (VIII) avec le fluorène; la difluorényl-(1,2')-cétone (IX) ainsi obtenue donne aussi I par réduction. Par oxydation de VII on aboutit à la difluorényl-(1,2')-cétone (X).

On obtient II par un chemin analogue: on condense le chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-2 (XI) avec le fluorène; la difluorényl-(2,2')-cétone (XII) qui en résulte donne II par réduction, tandis que son oxydation fournit la difluorényl-(2,2')-cétone (XIII). Pour III on part du chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-3 (XIV) et le condense avec le fluorène; la fluorényl-(2)-fluorényl-(3')-cétone (XV) ainsi obtenue



donne par réduction III et par oxydation la difluorényl-(2,3')-cétone (XVIII). En utilisant, au lieu de XIV, le chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-3 (XVI) on aboutit à la difluorényl-(2,3')-cétone (XVII); sa réduction donne III. La synthèse de IV est, encore une fois, analogue: les chlorures des acides fluorénecarboxylique-4 (XX) ou fluorénecarboxylique-4 (XIX), condensés avec le fluorène, fournissent, respectivement, la difluorényl-(2,4')-cétone (XXII) et la fluorényl-(2)-fluorényl-(4')-cétone (XXI); cette dernière donne par réduction IV²⁾ et par oxydation la difluorényl-(2,4')-cétone (XXIII).

La méthode peut être appliquée à l'obtention de dérivés méthylés. Ainsi, en condensant le chlorure d'acide XX avec le méthyl-1-fluorène (XXIV) on aboutit à la méthyl-1-difluorényl-(2,4')-cétone (XXV), qui par réduction donne le méthyl-1-difluorényl-(2,4')-méthane (XXVI).

Partie expérimentale

Généralités. Pour les F., les analyses et les spectres UV. v. [1]. Les quatre acides fluorénecarboxyliques isomères sont préparés par réduction selon *Wolff-Kishner-Huang-Minton* des acides fluorénecarboxyliques correspondants, les acides fluorénecarboxylique-1 [3], fluorénecarboxylique-2 [5], fluorénecarboxylique-3 [6] et fluorénecarboxylique-4 [7]. Un exemple: on dissout 16,6 g (0,074 mol) d'acide fluorénecarboxylique-1 dans 250 ml de diéthylenglycol, ajoute 10 ml de $N_2H_4 \cdot H_2O$, chauffe 10 min à ébullition, laisse un peu refroidir, ajoute par portions 10 g de NaOH, chauffe 5 h à reflux, refroidit et verse dans 1 l d'eau glacée additionné de 70 ml de HCl conc.; le précipité blanc est essoré, lavé à l'eau, séché à 100°/12 Torr et cristallisé dans CH_3COOH : 14 g (91%), F. 254–256° (litt. [4], F. 243–246°). Les chlorures des acides fluoré-

²⁾ On obtient IV aussi par réduction de XXI (v. partie expér.).

noncarboxyliques et fluorèncarboxyliques ont été préparés de la manière usuelle: on chauffe 1-2 h à reflux le mélange d'acide (5-10 g) et de SOCl_2 (50-100 ml), distille l'excès de SOCl_2 au bain-marie, ajoute au résidu 50 ml de benzène, chauffe 1 h à reflux et distille le benzène sous pression réduite. Le chlorure d'acide résiduel est utilisé tel quel pour les condensations.

Fluorénonyl-(1)-fluorényl-(2')-cétone (VII). On transforme 4,48 g (0,02 mol) d'acide fluorénoncarboxylique-1 [3] en son chlorure (V), dissout celui-ci avec 3,32 g (0,02 mol) de fluorène (VI) dans 75 ml de nitrobenzène sec, ajoute à la température ordinaire par petites portions en l'espace de 1,5 h, tout en agitant vigoureusement, 8 g (0,06 mol) de AlCl_3 pulvérisé et chauffe lentement jusqu'à 55-60°, température que l'on maintient 3,5 h. Après refroidissement, on décompose par 80 ml de HCl à 15%, entraîne à la vapeur d'eau le nitrobenzène et le fluorène qui n'a pas réagi. Décante, ajoute au résidu une solution de NaOH à 10% et répète l'entraînement à la vapeur d'eau. Le produit de réaction est essoré, lavé et séché à 80°: 5,2 g (70%), F. 200-210°. Purification par cristallisations dans CH_3COOH et séchage final à 100°/0,05 Torr. Cristaux jaune vif, F. 216-218°, solubles dans l'acétone et, à chaud, dans CH_3COOH et le xylène.

$\text{C}_{27}\text{H}_{16}\text{O}_2$ (372,43) Calc. C 87,08 H 4,33% Tr. C 87,06 H 4,36%

Difluorényl-(1,2')-cétone (IX). On dissout dans 80 ml de nitrobenzène sec 6 g (0,026 mol) de chlorure de l'acide fluorèncarboxylique-1 (VIII) et 5 g (0,03 mol) de fluorène, ajoute par petites portions 4 g de AlCl_3 pulvérisé, chauffe lentement à 70-80° et maintient 4,5 h à cette température. Décomposition comme ci-dessus pour VII. Cristallisation de même: 6,5 g (69%) de produit presque incolore, F. 179-181°, soluble à froid dans l'acétone, à chaud dans CH_3COOH .

$\text{C}_{27}\text{H}_{16}\text{O}$ (358,44) Calc. C 90,48 H 5,06% Tr. C 90,48 H 5,20%

Difluorényl-(1,2')-méthane (I). On dissout 0,3 g de VII dans 25 ml de diéthylèneglycol, ajoute 1,25 g de $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, chauffe 15 min à reflux, refroidit un peu, introduit par portions 0,65 g de NaOH et chauffe 5 h à reflux. On traite ensuite par 100 ml d'eau glacée additionnés de 10 ml de HCl conc., essore le précipité, lave et sèche à 70°/12 Torr: 0,26 g d'une poudre blanche, F. 190-200°, que l'on cristallise dans $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{H}_2\text{O}$ 4:1 (v/v): 0,24 g (86%) de microcristaux incolores, F. 209-210°, solubles à chaud dans CH_3COOH et dans le xylène, à froid dans l'acétone. Cristaux et solution acétonique montrent une fluorescence bleue en lumière UV. L'hydrocarbure est pratiquement insoluble dans H_2SO_4 conc. - Spectre UV.: max.: 212 (4,46), 267 (4,45), 277c (4,35), 292 (4,09), 299 (4,00), 306 (4,02); min.: 211 (4,45), 233 (3,17), 290 (4,08), 296 (4,02), 304 (3,98). On obtient le même produit en réduisant IX de manière analogue.

$\text{C}_{27}\text{H}_{20}$ (344,46) Calc. C 94,15 H 5,85% Tr. C 94,32 H 5,85%

Difluorénonyl-(1,2')-cétone (X). On dissout 1 g de VII dans 60 ml de CH_3COOH chauffés à 105°, ajoute 1,8 g (3 fois la quantité stoechiométrique) de $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pulvérisé et chauffe lentement jusqu'au reflux que l'on maintient 2 h. On verse la solution refroidie dans 200 ml d'eau glacée, essore le précipité, lave, sèche à 100° et cristallise dans CH_3COOH : 0,62 g (60%) de cristaux jaune vif, F. 223-225°. Pour l'analyse on purifie le produit par distillation lente à 260-270°/0,05 Torr et recristallisation du distillat dans CH_3COOH . Cristaux jaune brillant, F. 233-235°, facilement solubles dans l'acétone, à chaud dans CH_3COOH et le xylène; leur solution dans H_2SO_4 conc. est jaune orangé. La solution acétonique a une fluorescence bleu vert en lumière UV.

$\text{C}_{27}\text{H}_{14}\text{O}_8$ (386,41) Calc. C 83,92 H 3,65% Tr. C 83,73 H 3,77%

Difluorényl-(2,2')-cétone (XII). On condense 4,4 g de chlorure de l'acide fluorèncarboxylique-2 (XI) avec 3,5 g de fluorène en milieu nitrobenzénique au moyen de 3 g de AlCl_3 dans les mêmes conditions que ci-dessus pour VII. Le traitement ultérieur est le même. Le produit est purifié par cristallisations dans CH_3COOH : 4,7 g (68%) de paillettes brillantes incolores, F. 283-285°, solubles dans l'acétone, insolubles dans l'éthanol, solubles en jaune orangé dans H_2SO_4 conc.

$\text{C}_{27}\text{H}_{16}\text{O}$ (358,44) Calc. C 90,48 H 5,06% Tr. C 90,37 H 5,19%

Difluorényl-(2,2')-méthane (II). On réduit XII en II comme, plus haut, VII en I. A partir de 0,44 g de XII on obtient, après cristallisations dans l'éthanol, 0,39 g (92%) de II en feuillets incolores, F. 199-201°, solubles à froid dans l'acétone, à chaud dans l'éthanol. Les cristaux et leur solution acétonique montrent une fluorescence bleu violacé en lumière UV. L'hydrocarbure se dissout très difficilement à froid dans H_2SO_4 conc., plus facilement à chaud avec une coloration

bleue. – Spectre UV.: max.: 277e (4,19), 286 (4,42), 292 (4,39), 307 (4,10), 319 (4,07); min.: 239 (3,56), 290 (4,38), 304 (4,01), 315 (4,00).

$C_{27}H_{20}$ (344,46) Calc. C 94,15 H 5,85% Tr. C 94,20 H 5,79%

II a été obtenu par *Dziwoński & Panek* [2] par condensation du fluorène avec le méthylal. Nous avons observé pour le produit les mêmes propriétés que ces auteurs.

Difluorényl-(2,2')-cétone (XIII). On dissout 0,75 g (0,0021 mol) de XII dans 40 ml de CH_3COOH , ajoute 3 g de $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ pulvérisé et chauffe lentement jusqu'à ébullition que l'on maintient 2,5 h. Suite des opérations comme pour X. Purification du produit par cristallisations dans CH_3COOH : 0,41 g (50,7%) de cristaux jaune citron, F. 297–299°, peu solubles dans l'acétone et l'éthanol, solubles en jaune dans H_2SO_4 conc. La solution acétonique a une fluorescence bleu vert en lumière UV., les cristaux, une fluorescence verte.

$C_{27}H_{14}O_3$ (386,41) Calc. C 83,92 H 3,65% Tr. C 83,86 H 3,66%

Le même produit a été obtenu [2] par oxydation de II.

Fluorényl-(2)-fluorénonyl-(3')-cétone (XV). On part de l'acide fluorénonecarboxylique-3 [6], fait son chlorure XIV et dissout 2,02 g (0,009 mol) de celui-ci, avec 1,5 g (0,009 mol) de fluorène, dans 50 ml de nitrobenzène sec. A la solution rouge orangé on ajoute à la température ordinaire par petites portions, tout en agitant, 3,6 g de $AlCl_3$ pulvérisé, chauffe à 60–65° et maintient cette température 4 h. Traitement ultérieur comme pour VII. Après cristallisation dans CH_3COOH : 2,4 g (71,5%) de cristaux jaunes, F. 193–196°, solubles dans l'acétone, ainsi que, à chaud, dans CH_3COOH et le xylène. Cristaux et solution acétonique montrent une fluorescence verte en lumière UV. Pour l'analyse, le produit est sublimé à 170°/0,01 Torr; F. 195–197°.

$C_{27}H_{16}O_2$ (372,43) Calc. C 87,08 H 4,33% Tr. C 87,18 H 4,47%

Difluorényl-(2,3')-cétone (XVII). On condense 0,6 g (0,0026 mol) de chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-3 (XVI) avec 0,5 g (0,003 mol) de fluorène dans 20 ml de nitrobenzène au moyen de 0,4 g (0,003 mol) de $AlCl_3$ dans les mêmes conditions que pour IX. Le traitement ultérieur se fait comme pour VII. Le produit est purifié par cristallisations dans CH_3COOH (noir animal) et séchage à 90°/12 Torr; 0,55 g (59%) de microcristaux incolores, F. 245–246°, solubles en jaune vif dans H_2SO_4 conc.

$C_{27}H_{18}O$ (358,44) Calc. C 90,48 H 5,06% Tr. C 90,58 H 5,03%

Difluorényl-(2,3')-méthane (III). On réduit XV en III comme XII en II. Purification par cristallisations dans CH_3COOH/H_2O 7:3 (v/v). Rdt. 96%. Cristaux incolores, F. 167–169°, solubles dans l'acétone, insolubles dans H_2SO_4 conc. La solution acétonique montre une faible fluorescence bleu vert en lumière UV. – Spectre UV.: max.: 215 (4,73), 270 (4,58), 292 (4,20), 296 (4,17), 305 (4,36); min.: 211 (4,68), 237 (3,98), 288 (4,05), 295 (4,16), 299 (4,09). En réduisant XVII de la même manière, on obtient aussi III.

$C_{27}H_{20}$ (344,46) Calc. C 94,15 H 5,85% Tr. C 94,04 H 5,90%

Difluorénonyl-(2,3')-cétone (XVIII). On oxyde 0,56 g (0,0015 mol) de XV, dissous dans 50 ml de CH_3COOH chauffés à 80°, par 1,3 g de $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$; reflux 1,5 h. Suite des opérations comme pour X. Purification du produit par deux cristallisations dans CH_3COOH : 0,345 g (59,5%). Microcristaux jaune brillant, F. 258–260°; solubilités comme pour X. La solution acétique montre une fluorescence verte en lumière UV.

$C_{27}H_{14}O_3$ (386,41) Calc. C 83,92 H 3,65% Tr. C 83,75 H 3,69%

Fluorényl-(2)-fluorénonyl-(4')-cétone (XXI). On transforme de la manière usuelle 4,04 g (0,018 mol) d'acide fluorénonecarboxylique-4 [7] en son chlorure XIX, dissout celui-ci dans 110 ml de nitrobenzène sec, ajoute 3 g (0,018 mol) de fluorène et introduit à température ambiante, par portions et tout en agitant, 7,2 g (0,054 mol) de $AlCl_3$ pulvérisé et chauffe finalement 4,5 h à 50–55°. Traitement ultérieur comme pour VII; cristallisation dans CH_3COOH : 4,5 g (67%), F. 183–185°. Pour l'analyse, recristallisations dans CH_3COOH : microcristaux jaunes, F. 185–186°. En solution acétonique, fluorescence bleu vert en lumière UV.

$C_{27}H_{16}O_2$ (372,43) Calc. C 87,08 H 4,33% Tr. C 87,22 H 4,38%

Difluorényl-(2,4')-cétone (XXII). On dissout 1,2 g (0,0052 mol) de chlorure de l'acide fluorénecarboxylique-4 (XX) avec 1 g (0,006 mol) de fluorène dans 45 ml de nitrobenzène sec, ajoute à

température ordinaire et tout en agitant 0,8 g (0,006 mol) de AlCl_3 pulvérisé et chauffe 5 h à 65–70°. Traitement ultérieur comme pour VII. Purification par cristallisations dans CH_3COOH : 1,1 g (58,5%) de microcristaux presque incolores, F. 139–141°, solubles en jaune orangé dans H_2SO_4 conc. En solution acétonique, faible fluorescence bleu.

$\text{C}_{27}\text{H}_{16}\text{O}$ (358,44) Calc. C 90,48 H 5,06% Tr. C 90,30 H 5,29%

Di fluorényl-(2,4')-méthane (IV). On réduit XXI en IV comme VII en I ou comme XII en II. Purification par cristallisations dans $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{H}_2\text{O}$ 4:1 (v/v) et séchage à 65°/12 Torr. Rdt. 84% de cristaux incolores, F. 179–180°, solubles à chaud dans H_2SO_4 conc. avec une coloration bleue. En solution acétonique, très faible fluorescence bleuâtre en lumière UV. - Spectre UV.: max.: 212 (4,73), 267 (4,47), 292 (3,98), 296 (3,98), 304 (3,84); min.: 211 (4,63), 238 (3,97), 289 (3,95), 294 (3,96), 301 (3,80). De manière analogue, on obtient IV par réduction de XXII.

$\text{C}_{27}\text{H}_{20}$ (344,46) Calc. C 94,15 H 5,85% Tr. C 94,09 H 6,04%

Di fluorénonyl-(2,4')-cétone (XXIII). De la même manière que l'on a oxydé XV en XVIII, on oxyde 0,56 g (0,0015 mol) de XXI, dissous dans 25 ml de CH_3COOH chauffés à 90°, par 1,3 g de $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; reflux 2,5 h. Après traitement usuel on récolte 0,45 g (77,6%) de produit brut, F. 218–222°. La cristallisation dans CH_3COOH donne des cristaux jaunes, F. 222–223°, solubles à froid dans l'acétone, à chaud dans CH_3COOH et l'éthanol. En lumière UV, la solution acétonique montre une fluorescence bleu vert. La tricétone XXIII se dissout en jaune orangé dans H_2SO_4 conc.

$\text{C}_{27}\text{H}_{14}\text{O}_3$ (386,41) Calc. C 83,92 H 3,65% Tr. C 83,76 H 3,85%

Méthyl-1-difluorényl-(2,4')-cétone (XXV). On dissout 2,3 g (0,01 mol) de XX avec 1,8 g (0,01 mol) de méthyl-1-fluorène [8] dans 50 ml de nitrobenzène sec, ajoute à la température ordinaire, par petites portions et tout en agitant, 1,6 g (0,012 mol) de AlCl_3 pulvérisé, chauffe à 60–65° et maintient 4 h à cette température. Traitement ultérieur comme pour VII. On obtient 1,35 g de produit brut, qui n'a pas pu être cristallisé.

Méthyl-1-difluorényl-(2,4')-méthane (XXVI). On réduit XXV de la même manière que l'on a réduit VII ou XXI. Le traitement ultérieur est aussi le même. Le produit brut est toutefois dissous dans CCl_4 et la solution, chromatographiée sur Al_2O_3 . Le résidu obtenu par évaporation de l'éluat est finalement cristallisé dans CH_3COOH . A partir de 0,745 g de XXV on obtient 0,575 g (80%) de microcristaux incolores, F. 174,5–176°, solubles à froid dans l'acétone, le benzène et la pyridine, solubles à chaud dans H_2SO_4 conc. avec une coloration bleue. Les solutions acétonique et benzénique, ainsi que celle dans H_2SO_4 conc. montrent en lumière UV, une intense fluorescence bleue. - Spectre UV.: max.: 216 (5,05), 270 (4,90), 280e (4,80), 296 (4,41), 300 (4,36), 308 (4,30); min.: 240 (4,16), 292 (4,39), 298 (4,34), 304 (4,16). Ce spectre est semblable à celui de IV, avec toutefois des extinctions nettement plus élevés.

$\text{C}_{28}\text{H}_{22}$ (358,48) Calc. C 93,81 H 6,19% Tr. C 93,73 H 6,17%

BIBLIOGRAPHIE

- [1] L. Chardonens, V. De Blasi & A. Rotzetter, *Helv.* 56, 3044 (1973).
- [2] K. Dzięwoński & M. Panek, *Chem. Zbl.* 1928 II, 445.
- [3] L. F. Fieser & A. M. Seligman, *J. Amer. chem. Soc.* 57, 2174 (1935).
- [4] E. Bergmann & M. Orchin, *J. Amer. chem. Soc.* 71, 1112 (1949).
- [5] *Organic Syntheses*, Collective Volume 3, 420 (1955).
- [6] L. Chardonens, B. Laroche & W. Steber, *Helv.* 57, 585, 595 (1974).
- [7] E. H. Huntress, K. Pfister & K. H. T. Pfister, *J. Amer. chem. Soc.* 64, 2848 (1942).
- [8] L. Chardonens & F. Noël, *Helv.* 55, 1913 (1972).