

ADDITION EN CATALYSE REDOX D'HALOGENURES BENZYLQUES SUR LES DOUBLES LIAISONS *

JEAN-LUC FABRE, MARC JULIA*, BERNARD MANSOUR et LUCIEN SAUSSINE

Laboratoire de Chimie, E.N.S. 24 rue Lhomond, 75231 Paris Cedex 05 (France)

(Reçu le 1er août 1978)

Symmary

Benzyl chloride is shown to add to olefins in DMF in the presence of CuCl/bipyridyl, CuCl/phenanthroline or FeCl₂. Addition of *p*-nitrobenzyl chloride takes place under milder conditions.

Résumé

Le chlorure de benzyle s'additionne bien sur les oléfines dans le DMF en présence de CuCl/bipyridyle, CuCl/phenanthroline ou de FeCl₂. Le chlorure de *p*-nitrobenzyle réagit de même, plus facilement.

On sait que certains dérivés halogénés s'additionnent efficacement sur les oléfines en catalyse redox. Ce type de réactions présente sur les additions radicalaires ordinaires l'avantage de limiter la télomérisation et de fournir, avec des rendements souvent très élevés, les adduits 1/1 [1].

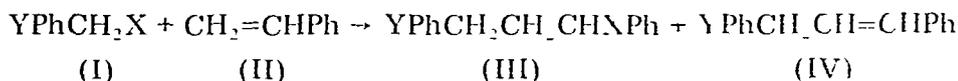
Toutefois, les types de substances qui peuvent donner lieu à ces réactions sont assez limités : le tétrachlorure de carbone et le chloroforme, les esters et nitriles polyhalogénés à côté des chlorures de sulfonyle. Toute extension de cette nouvelle sorte de réactivité serait utile en synthèse.

Il a été observé que des halogénures benzylques *p*-nitrés ou non portant une double liaison en position δ subissaient une cyclisation par catalyse redox avec des sels de cuivre en présence de ligands convenables. L' α -bipyridyle (Bipy) et la phénanthroline-1,10 (Phen) dans le DMF donnent les meilleurs résultats [2].

Le but du présent travail est d'examiner si cette réaction d'addition peut être réalisée de façon non plus intra- mais intermoléculaire, ce qui étendrait notablement le domaine d'application de la catalyse redox.

On a étudié systématiquement la réaction d'addition du chlorure de benzyle sur le styrène. Il est vite apparu que l'addition était possible.

* Dédié au Professeur Henri Normant à l'occasion de son 72ème anniversaire le 25 juin 1979.



a: Y = H. b Y = *p*-NO₂

Les premiers essais ont été effectués à 140°C, avec des quantités équimoléculaires de chlorure de benzyle de styrène de chlorure cuivreux et de ligand (Tableau 1) on obtient, avec des rendements d'environ 60%, le diphenyl-1,3 propène (IVa) et non le dérivé chloré attendu (IIIa). Le ligand est essentiel (essai 2), le bipyridyle (essai 3) et la phénanthroline (essai 7) sont équivalents. Avec des temps de réaction plus courts (essai 4) ou plus longs (essais 5 et 6) on modifie la conversion, mais peu le rendement.

En travaillant à température plus basse, 110°C (essais 8 et 10), et mêmes 80°C (essais 9 et 11), la réaction est plus lente, mais les bilans en produits et les rendements par rapport au produit de départ transformé sont bien meilleurs. De plus, il apparaît, à côté de l'oléfine IV, le composé d'addition normal (III) qui devient même le composé majoritaire à 80°C, en particulier en présence de Phen.

En présence de quantités catalytiques (5% molaire) de chlorure cuivreux et de ligand, le bilan matières est mauvais à 160°C (essais 12 et 13). Mais à 110°C on observe (avec une faible conversion) la formation du produit d'addition-1.1 (IIIa) à côté du produit IVa. On a vérifié que le chlorure cuivreux en présence de Bipy en quantité stoechiométrique transformait IIIa en IVa dans les conditions de la réaction à 140°C.

Dans l'acétonitrile, la réaction est plus lente que dans le DMF. Les rendements sont comparables (essais 16 et 17).

Un résultat remarquable est l'inertie du chlorure de benzyle vis-à-vis du chlorure cuivreux/Bipy en quantité stoechiométrique dans le DMF (essai 1). On en retrouve 95% inchangé après 48 h à 140°C, alors que, dans les mêmes conditions, en présence d'un équivalent de styrène, on observe une transformation quasiment complète de l'halogénure.

Le chlorure ferreux s'est montré, lui-aussi, capable de catalyser l'addition intermoléculaire (Tableau 2). En quantité stoechiométrique, le chlorure ferreux, seul ou coordonné à Bipy ou Phen, est aussi bon que le chlorure cuivreux coordonné à Bipy ou Phen. Quand le chlorure ferreux est employé en quantité catalytique, par contre, ces ligands sont indispensables, mais les résultats sont inférieurs à ceux du cuivre.

L'addition du chlorure de benzyle sur l'octène-1 (Tableau 3) est réalisable avec CuCl/Bipy, mais plus lente que sur le styrène. On voit apparaître des quantités notables de bibenzyle, ce qui montre que le doublement à la manière de Hashimoto [3] devient compétitif par rapport à l'addition sur l'oléfine.

Le chlorure ferreux donne des résultats analogues. En diminuant (à 0.4/1) sa proportion molaire, on peut diminuer la proportion de bibenzyle formé.

La substitution du chlorure de benzyle par un groupement nitro en *para* rend la réaction nettement plus facile (Tableau 4). Les expériences systématiques ont conduit, en 16 h à 65°C, à un rendement en adduit IIIb de 80%, à condition de prendre un excès de styrène. Cet adduit (IIIb) est stable dans les conditions plus douces qui sont ici suffisantes. On ne trouve pas le produit d'élimi-

TABLEAU 1

ADDITION DE CHLORURE DE BENZYLE (5 mmol) SUR LE STYRÈNE (5 mmol) DANS LE DMI (1,5 cm³), EN PRÉSENCE DE CHLORURE DE CUIVRE IIX

Essai No	CuCl (mmol)	Ligand (mmol)	T (°C)	Durée (h)	Technique ^a	YT(%)	PhCH ₂ Cl inchangé (°c)	Rendement (°c) ^b	
								IIIa	IVa
1	5	Bipy.	150	18	A	5	95		c
2	5		140	48	A		90		22
3	5	Bipy.	140	48	A	90	10		60 (66)
4	5	Bipy.	140	24	A (ou B)	76	21		55 (72)
5	5	Bipy.	140	72	A	100	0		75 (75)
6	5	Bipy.	110	72	B	100	0		70 (70)
7	5	Phen.	140	48	A	100	0		60 (60)
8	5	Bipy.	110	18	B	50	50	4 (8)	14 (88)
9	5	Bipy.	80	18	B	10	60	20 (50)	13 (32)
10	5	Phen.	110	48	B	50	50	12 (24)	23 (46)
11	5	Phen.	80	48	B	22	78	20 (91)	2 (9)
12	0,5	Bipy.	160	60	A	100	0		11 (11)
13	0,5	Phen.	160	60	A	100	0		15 (15)
14	0,5	Bipy.	110	48	A	15	85	5 (33)	5 (33)
15	0,5	Phen.	110	48	A	15	85	10 (66)	5 (33)
16	5	Bipy.	140	72	A	65	35		50 (77) ^d
17	5	Phen.	140	48	A	40	60		27 (67) ^d

^a A Tube scellé, dégazé B Ballon, dégazé puis chauffé sous argon YT(%) la mise en réaction ^b Rendement par rapport à la engage l'ntie parcntheses rendement par rapport à la consommé ^c Sans styrène ^d Dans MeCN, 1,5 cm³

TABLEAU 2

ADDITION DU CHLORURE DE BENZYLE (5 mmol) SUR LE STYRÈNE (5 mmoles) DANS LE DMF (15 cm³) EN PRÉSENCE DE CHLORURE DE FER(II) ET DE LIGANDS

Essai No.	FeCl ₂ (mmol)	Ligand	(mmol)	T(°C)	Durée (h)	Technique ^a	In	Rendements (%) ^b		
								inchange	TT(%)	IIIa Y = Cl
1	5			140	48	A	0	100	0	50 (50)
2	5	Bipy,	5	140	48	A	0	100	0	15 (15)
3	5	Phen,	5	140	48	A	0	100	0	50 (50)
4	5			110	48	B	38	62	0	50 (80)
5	5	Bipy,	5	110	48	B	48	52	0	32 (61)
6	0.5			140	48	B	95	5	0	1
7	0.5	Bipy,	0.5	140	48	A	2	98	0	50 (51)
8	0.5	Phen,	0.5	140	48	A	26	74	0	52 (70)
9	0.5			110	48	B	80	20	0	11 (55)
10	0.5	Bipy,	0.5	110	48	B	95	55	0	traces
11	0.5	Phen,	0.5	110	48	B	95	5	0	traces

^a, ^b Voir Tableau 1

TABLEAU 3

ADDITIONS DIVERSES DANS LE DMF (15 cm³) (Technique B)

RX (mmol)	Oléfine (mmol)	Catalyseur (mmol)	ligand (mmol)	T(°C)	Durée (h)	RX inchange	II (%)	IIIa (N = Cl)	IVa
Ia, X = Cl, 5	Styrène, 5	CuCl, 5	Bipy, 5	110	48	50	50	1 (8)	41 (88)
Ia, X = Cl, 5	5Styrène, 5	CuCl, 5	Bipy, 5	110	48	50	4 (8)	41	
Ia, X = Br, 5	Styrène, 5	CuBr, 5	Bipy, 5	110	48	5	95	0	41 (16)
Ia, X = I, 5	Styrène, 5	CuI, 5	Bipy, 5	110	48	10	90	0	17 (18)
Ia, X = I, 5	Styrène, 5	FeI ₂ , 5		110	48	10	90	0	11 (45)
Ia, X = Cl, 5	Octène 1, 5	CuCl, 5	Bipy, 5	110	48	70	30	18 (60)	traces bibenzyle 13 (10)
Ia, X = Cl, 5	Octène 1, 5	FeCl ₂ , 5		110	48	60	40	13 (32)	bibenzyle 20 (50)
Ia, X = Cl, 5	Octène 1, 5	FeCl ₂ , 2		120	96	65	35	18 (51)	6 (17) bibenzyle 6 (17)

^a TT(%) RX consommé/RX mis en réaction

TABLEAU 4

ADDITION DU CHLORURE DE *p* NITROBENZYLE (Ib, X = Cl), durée 16 h

Ib, X = Cl (mmol)	Olefine (mmol)	CuCl (mmol)	Ligand mmoles Bipy	T (°C)	Solvant DMF (cm ³)	Rendements		
						Ib, X = Cl, inchange (%)	Ib, X = O COH (%)	IIIb, X = Cl (%)
10	Styrène, 10	10	0	65	2	95		
10	Styrène, 10	10	10	65	4	5	5	10
10	Styrène, 10	5	5	65	4	10	5	5
10	Styrène, 10	1	1	65	4	50	45	45
10	Styrène, 10	1	2	65	4	50	45	45
10	Styrène, 10	1	3	65	4	50	45	45
10	Styrène, 10	1	1	65	2	30	65	65
10	Styrène, 50	1	1	65	2	12	80	80
10	Styrène, 10	10	10	65	2	53	57	(a)
10	Styrène, 10	1	1	65	2	86	0	(a)
10	Octene 1, 10	10	10	110	2	20	60	

a En présence de NEt₄Cl (10 mmol)

nation (IVb) On trouve par contre, quand on emploie une forte proportion de sel de cuivre, de petites quantités des formiates correspondant aux produits de départ (Ib, X = OCOH) ou d'addition (IIIb, X = OCOH) Ces substances sont probablement formées par attaque du solvant DMF par une espèce cationique intermédiaire

On a constaté que l'addition d'ions chlorure sous la forme de chlorure de tétraéthylammonium réduisait considérablement le rendement en produit d'addition

Ces résultats sont à comparer à ceux de Heck et al [4] qui ont réalisé l'addition du chlorure de benzyle sur l'acrylate de méthyle en présence d'acétate de palladium et de tributylamine avec un rendement de 76% Les oléfines ordinaires donnaient de faibles rendements, probablement à cause de la formation de π -allyl palladiens

Nous remercions ici encore Monsieur Nel et Madame Brodski pour leur efficace coopération, le C N R S (LA No 32) et la D G R S T pour leur aide précieuse.

Partie expérimentale

Le DMF est bidistillé sur P_2O_5 et conservé sous argon Les produits de départ sont tous purifiés

Les points de fusion et les points d'ébullition ne sont pas corrigés Les microanalyses ont été effectuées par le Service Central du C N R S Tous les composés nouveaux décrits ont fourni des résultats analytiques correspondant à leur formule à $\pm 0.3\%$. Seule la formule brute est indiquée

Les mesures physiques ont été faites sur les appareils suivants Perkin—Elmer 267 (IR), Varian A60 et EM 360 (RMN), Bruker 90 MHz 1H et ^{13}C , Cameca 250 MHz 1H Perkin—Elmer F30 (CPV), Beckman DK 2A (UV) Varian MAT CH7 (spectre de masse), Varian MAT III (couplage CPV-Masse)

Les spectres de RMN sont pris en solution dans CCl_4 ou $CDCl_3$ Les déplacements chimiques sont indiqués en ppm (par rapport au TMS, $\delta = 0$) et les constantes de couplage (J), en cps. La description des spectres utilise les abréviations suivantes s, singulet, d, doublet, t, triplet, q, quartet, m, multiplet

Les substances nouvelles ont donné une analyse centésimale correspondant à la formule brute indiquée.

Préparation des composés authentiques de référence

Diphényl-1,3 propanol-1 (IIIa, X = OH) Il a été préparé selon la littérature [5] par condensation du Grignard du chlorure de phénéthyle sur le benzaldéhyde.

Diphényl-1,3 propène (IVa) Il a été obtenu par déshydratation de l'alcool ci-dessus [5] RMN ($CDCl_3$)· 3.4 à 3.55 (m, 2 H); 6 à 6.7 (m, 2 H), 7.2 (m, 10 H).

Chloro-1 diphényl-1,3 propane (IIIa, X = Cl) 5 g (23.6 mmol) de diphényl-1,3 propanol-1 et 6.32 g (24 mmol) de triphényl phosphine en solution dans 8 cm³ de tétrachlorure de carbone sont agités 3 jours à 20°C. Après filtration du solide formé et évaporation sous vide du solvant, le mélange est repris avec du pentane et la triphényl phosphine est éliminée par cristallisation Après

séchage sur sulfate de magnésium le chlorure (IIIa, X = Cl) est distillé sous vide Eb 105°C/10⁻² mmHg 2.7 g (50%), unique en CCM (silice/cyclohexane/AcOEt 5/95/5) RMN (CCl₄) 2 à 2.9 (m, 4 H), 4.68 (t, 6 H), 7.15 (s, 5 H), 7.25 (s, 5 H)

Phényl-1 *p*-nitrophényl-3 propanol-1 (IIIb, X = OH) Il est préparé en 3 étapes à partir de benzoylacétate d'éthyle et de chlorure de *p*-nitrobenzyle

(a) Céto-3 phényl-3 *p*-nitrobenzyl-2 propionate d'éthyle 0.478 g (10 mmol) d'hydruide de sodium sont lavés à l'éther anhydre sous argon. On introduit 1.92 g (10 mmol) de benzoylacétate d'éthyle dans 40 cm³ de DMF, une coloration jaune apparaît. Après 1.5 h à 20°C, on ajoute goutte à goutte une solution de 1.71 g (10 mmol) de chlorure de *p*-nitrobenzyle dans 10 cm³ de DMF. Après 24 h à 20°C, le mélange est extrait à l'éther, et le céto-ester est isolé par cristallisation dans l'éther F 88°C (Litt [6] 91°C) 2.3 g (70%) IR (cm⁻¹) 1720 (C=O ester), 1690 (C=O cétone), 1340, 1510 (NO₂) RMN (CDCl₃) 1.2 (t, 7 H), 3.4 (d, 7, 2 H), 4.1 (q, 7 H), 4.7 (t, 7, 1 H), 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H), 8.2 (d, 9, 2 H) C₁₄H₁₁O₅N = 327 Masse *m/e* 327, 254, 222, 105, 77

(b) Phényl-1 *p*-nitrophényl-3 propanone-1 On effectue la décarboxylation en milieu acide selon la technique de Hudson et Hauser [6] 0.8 g (2.4 mmol) du β-cétoester ci-dessus sont chauffés à 110°C pendant 15 h dans un mélange de 2 cm³ d'acide sulfurique, 1 cm³ d'eau et 6 cm³ d'acide acétique. Après extraction la fraction neutre est recristallisée dans l'éther F 99°C (Litt [7] 99–100°C), 550 mg (90%) IR (cm⁻¹) 1780 (C=O), 1340, 1510 (NO₂) RMN (CDCl₃) 3 à 3.5 (m, 4 H), 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H), 8.2 (d, 9, 2 H) Masse *m/e* 255, 105, 77

(c) Phényl-1 *p*-nitrophényl-3 propanol-1 (IIIb, X = OH) 180 mg (0.7 mmol) de la cétone obtenue ci-dessus sont dissous dans le minimum de chlorure de méthylène 40 mg (1 mmol) de borohydrure de sodium dans 10 cm³ de méthanol sont ajoutés et le mélange est agité 4 h à 20°C. On isole ainsi 150 mg d'alcool IIIb (X = OH) recristallisé dans l'éther F 108°C (Litt. [8] 112°C) (83%) IR (cm⁻¹) 3340 (OH), 1340, 1510 (NO₂) RMN (CDCl₃) 2 à 3.2 (m, 5 H), 4.65 (t, 6, 1 H), 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H), 8.2 (d, 9, 2 H) Masse *m/e* 257, 239, 151, 107, 79, 77

Le formiate correspondant (IIIb, X = OCOH) a été préparé par dissolution de l'alcool IIIb (X = OH) dans l'acide formique et extraction après 24 h à 20°C. La fraction neutre est une huile unique en CCM IR (cm⁻¹) 1720 (C=O), 1340, 1510 (NO₂) RMN (CDCl₃) 2 à 3 (m, 4 H), 5.9 (t, 6, 1 H), 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H); 8.2 (d, 9, 2 H), 8.3 (s, 1 H) C₁₆H₁₅O₃N = 285 Masse *m/e* 285, 239, 192

Chloro-1 phényl-1 *p*-nitrophényl-3 propane (IIIb, X = Cl) Il est préparé selon la technique de Collington et Myers [9] 500 mg (1.94 mmol) d'alcool ci-dessus et 90 mg (2.1 mmol) de chlorure de lithium sont dissous dans 2 cm³ de DMF. Après addition de 0.27 cm³ de collidine (2.3 mmol), le mélange est refroidi à 0°C et 0.160 cm³ (2 mmol) de chlorure de méthane sulfonyle sont ajoutés lentement. Après 1 h à 0°C et 23 h à 20°C, On isole après extraction 430 mg d'huile (80%) unique en CCM (silice, cyclohexane/acétate d'éthyle, 90/10) RMN (CDCl₃) 2.3 à 3.2 (m, 5 H), 4.82 (t, 7, 1 H); 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H), 8.2 (d, 9, 2 H) C₁₅H₁₅O₂NCl = 275 Masse *m/e* 275, 277, 239, 192, 125, 155, 91

Phényl-1 *p*-nitrophényl-3 propène (IVb) Il a été préparé par déshydratation de l'alcool selon [8] F. 42°C (F litt 42–43°C) RMN (CDCl₃): 3.5 (d, 5 H), 6.5 (m, 2 H), 7.4 (d, 9, 2 H), 7.5 (s, 5 H), 8.2 (d, 9, 2 H) Masse *m/e* 239, 192, 155, 125, 91.

Formiate de l'alcool *p*-nitrobenzylique (Ib, X = OCOH), Même méthode que pour IIIb (X = OCOH); décrit en [10] F. 30°C (F litt 31°C) IR (cm⁻¹) 1720 (C=O), 1340, 1510 (NO₂) RMN (CDCl₃): 5.36 (s, 2 H), 7.6 (d, 8, 2 H), 8.2 (d, 8, 2 H), 8.35 (s, 1 H) Masse. *m/e* 181, 143, 136, 107, 89, 77

p,p'-Dinitro bibenzyle Il est préparé selon [11] F. 182°C (F litt 180°C) RMN (CDCl₃): 3.1 (s, 4 H), 7.35 (d, 9, 4 H), 8.05 (d, 9, 4 H) Masse *m/e* 272, 226, 136, 106, 78.

Réaction du chlorure de benzyle sur le styrène Mode opératoire type Les quantités de réactifs, la température et la durée du chauffage sont indiquées dans les Tableaux. Le sel métallique et le ligand sont introduits dans le récipient (tube ou ballon) et placés sous argon. Après introduction du solvant, de l'oléfine et du chlorure, le mélange est refroidi et dégazé. Dans le cas d'un tube, celui-ci est placé sous argon. Après réaction, on ajoute de l'acide chlorhydrique dilué et extrait à l'éther, lave avec une solution saturée de bicarbonate de sodium puis à l'eau, et sèche sur sulfate de magnésium.

La quantité de chlorure de benzyle inchangé est déterminée par CPV (colonne DC 550, 15%, 2 m, 150°C avec pour étalon interne le chlorure de phénéthyle). Le diphényl-1,3 propène (IVa), le diphényl-1,3 chloro-1 propane (IIIa, X = Cl), et le bibenzyle sont dosés par CPV (colonne OV 210, 5%, en verre, à 150°C avec le *trans* stilbène comme étalon interne)

Réaction du chlorure de benzyle sur l'octène-1 Le mode opératoire est le même que dans le cas du styrène. Les produits formés sont dosés par CPV (colonne SE 30, 5%, 2 m, à 160°C avec le *trans* stilbène comme étalon interne)

Chloro-3 phényl-1 nonane

Il a été isolé pur par distillation Eb. 84°C/10⁻² mmHg IR (cm⁻¹). 698–745 phényl RMN (CCl₄): 0.8 à 1.8 H (m, 13 H), 1.8 à 2.15 (m, 2 H), 2.6 à 2.95 (m, 2 H); 3.5 à 3.95 (m, 1 H); 7.15 (s, 5 H). C₁₅H₂₃Cl = 238.5 Masse *m/e* 238, 240, 202, 117, 92, 91, 77.

La fraction de tête contient le bibenzyle et le mélange des carbures isomères d'addition/élimination. Ils ont été identifiés par couplage CPV-masse (colonne OV 17, 4%, 2.5 m, 120 à 250°C, 8°/min), et par le spectre RMN du mélange. Bibenzyle: masse. *m/e* 182, 91. Singulet à 2.85 ppm. Carbures: 2 pics en CPV. Masse *m/e* 202, 105, 91. Massif protons oléfiniques entre 5 et 6 ppm

Addition du chlorure de paranitrobenzyle sur le styrène Le mode opératoire est le même que pour le chlorure de benzyle (ballon). Après évaporation du solvant et du styrène restant, le mélange est dosé par RMN avec le tétrachloroéthane pour étalon interne. Les produits parasites (formiates) ont été détectés par CCM et estimés par RMN.

Addition du chlorure de *p*-nitrobenzyle sur l'octène-1. Les quantités de réactifs sont indiquées dans le Tableau 4. Le chlorure de *p*-nitrobenzyle et le chloro-3 *p*-nitrophényl-1 nonane sont séparés par chromatographie sur plaque de silice (éluant cyclohexane/acétate d'éthyle 70/30). RMN (CDCl₃): 0.88 (m, 3 H), 1.33 (m, 8 H); 1.74 (m, 2 H); 2.05 (m, 2 H); 2.8 à 3.1 (m, 2 H), 3.85 (m, 1 H);

7 38 (d, 9 2 H), 8 16 (d 9, 2 H) $C_{15}H_{22}NO_2Cl = 283$ 5 Masse m/e 283, 285, 247, 149 137

Bibliographie

- 1 (a) M Asscher et D Vofsi J Chem Soc (1961) 2261 (1963) 1887, 3921 J Chem B (1968) 947
A Or M Asscher et D Vofsi J Chem Soc Perkin in Trans II (1973) 1000 (b) J K Kochi Free Radicals Wiley New York 1973 vol 1 p 664 (c) R K Freidlina et E C Chukovskaya Synthesis (1974) 447 (d) F Minisci Acc Chem Res 8 (1975) 165
- 2 M Julia B Mansour et D Mansuy Tetrahedron Lett (1976) 3443
- 3 K Onuma J Yamashita et H Hashimoto Bull Chem Soc Japan 46 (1973) 333
- 4 R F Heck et J P Nolley Jr J Org Chem, 37 (1972) 2320
- 5 M M Shemvakın L A Neiman S V Zhukova Y S Nekrasov T J Pehk et E T Lippmaa Tetrahedron 27 (1971) 2811
- 6 L Zoluvajevs et E Varrags Zh Obsheh Khim 26 (1956) 3115
- 7 B E Hudson et C R Hauser J Amer Chem Soc 63 (1941) 3163
- 8 C D Hurd et W W Jenkins J Org Chem 22 (1957) 1415
- 9 E W Collington et A D Meyers J Org Chem 36 (1971) 3044
- 10 E E Reid J Amer Chem Soc 39 (1917) 130
- 11 R C Fuson et H O House J Amer Chem Soc 75 (1953) 1325