

Alkyl- und Arylsulfensäureanilide durch Cycloeliminierung von Alkenen aus Sulfimiden, 2. Thermolyse von 3-Alkylthiopropannitril- bzw. 3-Alkylthiopropansäuremethylester-S-(N-aryl)-imiden [1]

Walter Franek und Peter K. Claus*

Institut für Organische Chemie, Universität Wien, A-1090 Wien, Österreich

Alkyl- and Arylsulfenilides by Cycloelimination of Alkenes from Sulfimides, 2. Thermolysis of 3-Alkylthio-propionitrile- or Methyl 3-Alkylthio-propanoate S-(N-Aryl)imides

Summary. A series of alkyl- and arylsulfenilides has been prepared by thermal cycloelimination of acrylonitrile or methyl acrylate from N-aryl sulfimides derived from 3-alkylthio-propionitriles or methyl 3-alkylthio-propanoates. Compared to reactions in earlier studies [1] cycloelimination proceeds much faster at very mild conditions, thus allowing a one-pot synthesis of sulfenilides from corresponding 3-alkyl-thio-propionitriles or 3-alkylthio-propanoates.

Keywords. Methyl acrylate; Acrylonitrile; Cycloelimination; Sulfenilides; Sulfimides; Thermolysis.

Einleitung

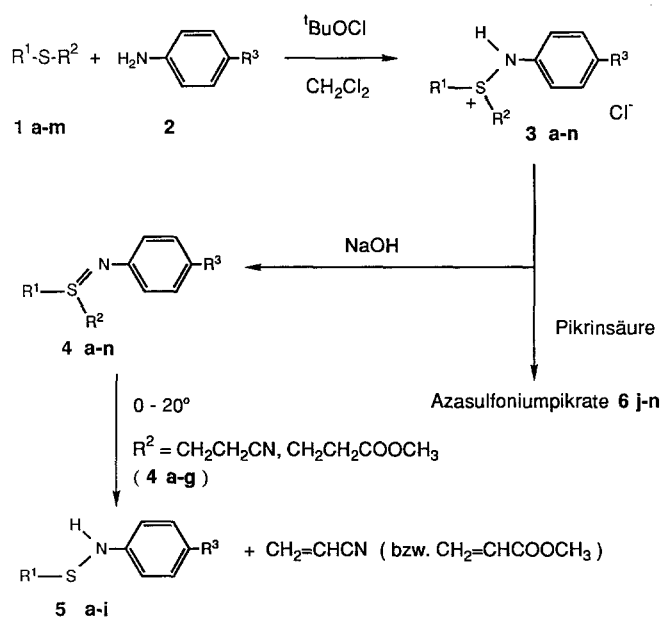
Die Chemie der Sulfenamide hat in den letzten Jahren erhöhtes Interesse erfahren; trotz zahlreicher bekannter Bildungsweisen unterliegt ihre Darstellung immer noch strukturbedingten Einschränkungen (Übersichten: [2, 3]). Die Möglichkeit, in Analogie zur Freisetzung von Sulfensäuren durch Cycloeliminierung von Alkenen aus Sulfoxiden [4, 5] auch Sulfenamide durch Thermolyse von Sulfimiden zu erhalten, ist seit 1970 bekannt (z. B. [6–8]), doch wurde dieser Weg bisher nur selten zur Darstellung von Sulfenamiden eingesetzt [1, 9]. Seine Eignung zur Herstellung auch wenig stabiler Sulfenamide hängt vom experimentellen Zugang zu den entsprechenden Sulfimiden, von der Leichtigkeit der Alken-Cycloeliminierung und von der Frage einer möglichst einfachen Abtrennung des Alkens vom gebildeten Sulfenamid ab. Die in einer ersten Arbeit [1] von uns untersuchten S-Isopropyl-N-arylsulfimide eliminieren Propen in mehrstündiger Reaktionszeit oft bereits bei Raumtemperatur; bei Anwesenheit elektronenziehender Substituenten im N-Aryl-Ring erforderte die Thermolyse insbesondere im Falle von S-Alkyl-S-isopropyl-Derivaten sehr lange Reaktionszeiten und/oder höhere Reaktionstemperaturen und ergab in einigen Fällen nur mäßige Ausbeuten.

Ziel der vorliegenden Arbeit war, durch geeignete Wahl der Ausgangssulfide die Eliminierung von Alken aus dem durch Umsetzung mit Anilin und *tert.* Bu-

tylhypochlorit gebildeten Sulfimid [1, 10] zu erleichtern. In weiterer Folge sollte versucht werden, auf diesem Weg auch einfache, rein aliphatische Sulfenamide zu erhalten [11].

Ergebnisse und Diskussion

Anstelle von α -verzweigten Sulfiden gingen wir von β -CH-aciden Sulfiden (3-Arylthio- und 3-Alkylthiopropannitrilen **1 a – f**, 3-Alkylthiopropansäuremethylestern **1 c, g**) aus, die in bekannter Weise [1, 10] mit Anilinen **2** zu den Azasulfonium-Salzen **3 a – g** umgesetzt wurden (Schema 1); zur Optimierung wurde wegen der leichten NMR-analytischen Erfassung der Produkte und der zu erwartenden relativen Stabilität der intermediären Sulfimide gegenüber Cycloeliminierung [1] zumeist der gut zugängliche *p*-Amino-benzoesäure-tert.butylester **2 a** [12] eingesetzt.



	R ¹	R ²	R ³		R ¹	R ²	R ³
	(1, 3-6)	(1, 3, 4, 6)	(3-6)				
a	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	COOC(CH ₃) ₃	h	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	F
b	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	COOC(CH ₃) ₃	i	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	Cl
c	CH(CH ₃) ₂	(CH ₂) ₂ CN oder (CH ₂) ₂ CO ₂ CH ₃	COOC(CH ₃) ₃			(1, 3, 4, 6)	(3, 4, 6)
d	C(CH ₃) ₃	(CH ₂) ₂ CN	COOC(CH ₃) ₃	j	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	COOC(CH ₃) ₃
e	C ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	COOC(CH ₃) ₃	k	C ₆ H ₅ CH ₂	CH(CH ₃) ₂	COOC(CH ₃) ₃
f	CH ₂ C ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	COOC(CH ₃) ₃	l	CH ₃	C(CH ₃) ₃	COOC(CH ₃) ₃
g	CH ₂ CH ₂ C ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ CO ₂ CH ₃	COOC(CH ₃) ₃	m	CH ₃	CH ₂ CH ₂ OCH ₃	COOC(CH ₃) ₃
				n	CH ₃	CH ₂ CH ₂ OCH ₃	COOCH ₂ CH ₃

Schema 1

Tabelle 1. Sulfenamilide **5a–i**: Ausbeuten, Analysen

Nr.	Ausbeute (%)	Schmp. (°C)		Analyse
5a	73.5	Öl	$C_{12}H_{17}NO_2S$	Ber. C 60.22, H 7.16, N 5.85, S 13.40 Gef. C 60.07, H 7.31, N 5.75, S 12.80
5b	70.7	Öl	$C_{13}H_{19}NO_2S$	Ber. C 61.63, H 7.56, N 5.53, S 12.66 Gef. C 61.37, H 7.53, N 5.77, S 12.70
5c	64.8 ^a (58.8 ^b)	66–68.5	$C_{14}H_{21}NO_2S$	Ber. C 62.89, H 7.92, N 5.24, S 11.99 Gef. C 63.11, H 7.98, N 5.23, S 11.54
5d	89.4	89–92	$C_{15}H_{23}NO_2S$	Ber. C 64.02, H 8.24, N 4.98, S 11.39 Gef. C 63.95, H 8.18, N 4.81, S 11.55
5e	71.2	122–124	$C_{17}H_{19}NO_2S$	Ber. C 67.74, H 6.35, N 4.65, S 10.64 Gef. C 67.32, H 6.27, N 4.55, S 10.66
5f	78.1	Öl		–
5g	66.3	88–91	$C_{19}H_{23}NO_2S$	Ber. C 69.27, H 7.04, N 4.25, S 9.73 Gef. C 69.24, H 6.88, N 4.21, S 9.81
5h	52.6	Öl		zersetzlich
5i	60.5	Öl		zersetzlich

Tabelle 2. Sulfenamilide **5a–i**: ¹H-NMR

Nr.	S–CH ₃	S–CH ₂	S–CH	S–C–CH ₃	S–C–CH ₂	NH	O–C–CH ₃	Ar-H ^a	Ar-H ^b
5a	2.34	–	–	–	–	5.0	1.56	6.99/7.88	–
5b	–	2.70	–	1.25	–	5.1	1.57	7.02/7.88	–
5c	–	–	3.16	1.20	–	5.2	1.56	7.02/7.86	–
5d	–	–	–	1.26	–	5.2	1.56	7.03/7.83	–
5e	–	–	–	–	–	5.5	1.56	7.03/7.87	7.11–7.18/7.26–7.31
5f	–	3.81	–	–	–	4.9	1.59	6.98/7.88	7.26–7.28/7.31–7.33
5g	–	2.94	–	–	2.94	4.8	1.57	6.94/7.85	7.17–7.67
5h	2.32	–	–	–	–	4.6	–	6.93/7.03	–
5i	2.32	–	–	–	–	4.7	–	6.98/7.22	–

^a AA'BB'-System, 4H, 2d; Ar-H von **5h**: unkorrigierte Position der Hauptpeaks

^b 5H, m

Der Zerfall der intermediär gebildeten Sulfinamide **4a–i** in die Sulfenamilide **5a–i** und Acrylnitril bzw. Acrylsäuremethylester läuft bereits zwischen 0° und 20 °C so rasch ab, daß sie durch NMR-Messung oder dünnschichtchromatographisch nicht mehr nachweisbar sind. Dies ermöglicht, weitgehend reine Sulfenamilide **5** in guten Ausbeuten (50–90%) in einer Eintopfreaktion (Umsetzung von Sulfid und Anilin mit *tert.* Butylhypochlorit bei –50 °C, Ausschütteln der auf etwa –20° erwärmten Lösung mit 10%iger wäßriger NaOH) aus Sulfiden **1a–h** (die durch nukleophile Addition von Thiolen an Acrylnitril bzw. Acrylsäureester leicht erhältlich sind [13]) und Anilinen **2** zu erhalten. Die weitere Reinigung zu analysereinen Produkten

Tabelle 3. Sulfenamide **5a–i**: ^{13}C -NMR

Nr.	C-1	C-2,6	C-3,5	C-4 ^a	S–C	S–C–C	C=O	O–C	C(CH ₃) ₃	C'-1	C'-2,6	C'-3,5	C'-4
5a	123.5	131.2	113.8	151.0	22.7		165.8	80.3	28.3				
5b	123.1	131.0	113.7	151.7	32.1	12.5	165.8	80.1	28.2				
5c	123.2	131.1	113.8	152.3	40.2	20.4	165.8	80.2	28.3				
5d	123.2	131.0	113.8	152.9	49.1	28.6	165.9	80.1	28.3				
5e	124.2	132.2	114.0	150.8			165.7	80.4	28.3	140.5	122.9	129.0	125.9
5f	123.3	131.2	114.1	150.9	42.2		165.8	80.3	28.3	136.3	128.62*	129.31*	127.2
5g	124.2	131.1	114.0	151.3	39.54*	34.82*	165.8	80.2	28.3	140.1	128.51*	128.64*	126.5
5h	157.2	115.7	115.8	143.0	22.5								
5i	124.5	129.1	115.9	145.6	22.5								

^a Als C-4 wird durchgehend das an die Amid-Funktion gebundene C-Atom bezeichnet

* Kennzeichnet vertauschbare Zuordnung

Tabelle 4. Sulfimide **4j–n**: ^1H -NMR

Nr.	S-Alkyl-Gruppen	R^3 ^a	ArH^b
4j^c	1.35 (d, 6H), 2.58 (s, 3H), 3.03 (m, 1H)	1.56	6.88, 7.80
4k	1.36 und 1.41 (je 3H, d), 3.03 (m, 1H), 4.03 (s, 2H), 7.37 (s, 5H)	1.53	6.80, 7.73
4l	1.29 (s, 9H), 2.45 (s, 3H)	1.54	6.98, 7.76
4m	2.74 (s, 3H), 2.96–3.25 (m, S–CH ₂), 3.34 (s, 3H), 3.74 (m, O–CH ₂)	1.57	6.96, 7.81
4n	2.70 (s, 3H), 2.93–3.18 (m, S–CH ₂), 3.34 (s, 3H), 3.73 (m, O–CH ₂)	1.34, 4.33	6.93, 7.88

^a **4j–m**: COO'C₄H₉; **4n**: COOCH₂CH₃

^b AA'BB'

^c ^{13}C -NMR: 16.14, 16.75 [je 1C; C(CH₃)₂], 28.42 [OC(CH₃)₃], 30.31 (S–CH₃), 52.41 [S–CH(CH₃)₃], 79.42 [O–C(CH₃)₃], 117.04 (*Ar*-3,5-C), 131.03 (*Ar*-2,6-C)

Tabelle 5. Azasulfoniumpikrate **6j–n**: Ausbeuten, Analysen

Nr.	Ausbeute ^a (%)	Schmp. (°C) ^b		Analyse
6j	79	170–173	C ₂₁ H ₂₆ N ₄ O ₉ S	Ber. C 49.41, H 5.13, N 10.97, S 6.28 Gef. C 49.50, H 5.02, N 10.83, S 6.85
6k	83.5	155–157.5	C ₂₇ H ₃₀ N ₄ O ₉ S	Ber. C 55.28, H 5.15, N 9.55, S 5.47 Gef. C 55.51, H 5.14, N 9.55, S 5.45
6l	77.5	113–116	C ₂₂ H ₂₈ N ₄ O ₉ S	Ber. C 50.37, H 5.38, N 10.69, S 6.11 Gef. C 49.78, H 5.31, N 10.46, S 6.54
6m	62	155–158	C ₂₁ H ₂₆ N ₄ O ₉ S	Ber. C 47.90, H 4.98, N 10.64, S 6.09 Gef. C 47.61, H 4.91, N 10.68, S 6.25
6n	65	134–137.5	C ₁₉ H ₂₂ N ₄ O ₉ S	Ber. C 45.78, H 4.45, N 11.24, S 6.43 Gef. C 45.99, H 4.34, N 11.16, S 6.69

^a Rohausbeuten

^b Nach Umkrist. aus Aceton oder CH₂Cl₂/CCl₄

Tabelle 6. Azasulfoniumpikrate **6j–n**: $^1\text{H-NMR}$

Nr.	S-Alkyl-Gruppen	R^3	ArH^a	NH
6j	1.59 (d, 6H), 3.44 (s, 3H), 4.60 (m, 1H)	1.59	7.18, 7.97, 8.95 ^b	10.24
6k	1.60 und 1.64 (je 3H, d), 4.65 (m, 1H), 4.68, 5.53 (je 1H, d), 7.35, 7.48 (m, 5H)	1.55	6.86, 7.98, 9.00 ^b	10.14
6l	1.63 (s, 9H), 3.39 (s, 3H)	1.57	7.16, 7.94, 8.70 ^b	10.62
6m	3.27 (s, 3H, O–CH ₃), 3.44 (s, 3H, S–CH ₃), 3.81 (m, 2H, O–CH ₂), 3.89 und 4.44 (je 1H, m, S–CH ₂)	1.58	7.19, 7.97, 8.94 ^b	10.1
6n	3.27 (s, 3H, O–CH ₃), 3.45 (s, 3H, O–CH ₃), 3.82 (m, 2H, O–CH ₂), 3.91 und 4.44 (je 1H, m, S–CH ₂)	1.40 4.37	7.28, 8.03, 8.94 ^b	9.9

^a AA'BB'^b s, 2H (Pikrat)**Tabelle 7.** Azasulfoniumpikrate **6j–n**: $^{13}\text{C-NMR}$

Nr.	S-Alkyl-Gruppen	R^3	Ring C-Atome ^a			
			C-1	C-2,6	C-3,5	C-4
6j	17.47 und 17.66 [je 1C, C(CH ₃) ₃], 28.31 (S–CH ₃), 53.44 (S–CH)	28.17 [C(CH ₃) ₃], 81.24 [C(CH ₃) ₃], 164.74 (CO)	127.90 (162.00)	131.53 141.74	116.94 126.72	144.33 128.12)
6k	17.97 und 18.05 [je 1C, C(CH ₃) ₂], 50.21, 126.66, 129.79, 130.34, 130.97 (CH ₂ C ₆ H ₅)	28.21, 81.12, 164.84	127.65 (^b)	131.19 141.55	116.99 126.77	145.07 129.10)
6l	23.97 (S–CH ₃), 24.47 [C(CH ₃) ₃], 61.57 [C(CH ₃) ₃]	28.20, 81.18, 164.83	127.63 (161.50)	131.44 141.65	116.77 126.50	144.99 128.46)
6m	30.54 (S–CH ₃), 49.94 (S–CH ₂), 59.18 (O–CH ₃), 64.47 (O–CH ₂)	28.22, 81.28, 164.86	127.83 (158.93)	131.39 140.19	117.08 126.61	^b)
6n	30.54 (S–CH ₃), 49.97 (S–CH ₂), 59.17 (O–CH ₃), 64.47 (S–CH ₂)	14.31, (CH ₃), 61.07 (CH ₂), 165.68 (CO)	126.26 (159.82)	131.53 140.63	117.18 126.56	144.36 130.57)

^a In Klammer: Signale des Pikrat-Ringes^b Wegen zu geringer Intensität nicht identifiziert

verläuft bei Abwesenheit von stabilisierenden Gruppen am aromatischen Ring wegen der dann gegebenen hohen Zersetzlichkeit verlustreich. Alle Produkte wurden NMR-spektroskopisch, die Sulfenamide **5** (Tabellen 1, 2) auch durch IR- (NH-Streckschwingung bei $3\,300\text{--}3\,330\text{ cm}^{-1}$) und Massenspektren (die wichtigsten Fragmentierungswege verlaufen über C-S- und S-N-Bindungsspaltungen sowie –

bei den Sulfenamiliden **5a–g** – Zerfall der ^tButoxy-Gruppe) sowie durch Elementaranalyse charakterisiert. Die ¹³C-Verschiebungsinkremente z [14, 15] der NHSR¹-Gruppe für die Aromaten-C-Positionen des N-Aryl-Ringes der Sulfenamide **5** ($z_{ipso} = 18.7–21.4$; $z_{ortho} = -13.4–-13.9$; $z_{meta} = 0.4–1.6$; $z_{para} = -8.1–-9.3$; $z = \delta_{\text{Sulfenamid}} - [\delta_{\text{Anilin}} - z_{\text{Aminogruppe}}]$) liegen nahe den z -Werten für die Amino-Gruppe; geht man von einer Korrelation von z_{para} -Werten mit Hammett- σ_p -Werten aus, erweist sich die Alkansulfenylamino-Gruppe als nur geringfügig schwächerer Elektronendonator. Bei Umsetzung mit Sulfiden ohne erhöhte β -CH-Acidität [z. B. mit Isopropylmethylsulfid, (2-Methoxy)ethylmethylsulfid] können die gebildeten Sulfimide (**4j–n**) infolge der langsamen Alken-Cycloelimination (siehe [1]) isoliert werden, wurden aber wegen ihrer Zersetzlichkeit lediglich durch NMR-Daten bzw. in Form ihrer durch Zugabe von Pikrinsäure erhältlichen lagerstabilen, kristallinen Azasulfoniumpikrate **6** (60–80%, bezogen auf eingesetztes Anilin), aus denen sie durch Schütteln einer CH₂Cl₂-Lösung mit 5%iger NaOH-Lösung leicht wieder gewonnen werden können, charakterisiert. Die z -Werte für die -NHS⁺R¹R²-Gruppe von Salzen **6** sind am ehesten mit den Werten für die Acetylamino-Gruppe vergleichbar ($z_{ipso} = 11.36–13.57$; $z_{ortho} = -10.02–-10.83$; $z_{meta} = 0.59–1.33$; $z_{para} = -3.54–-4.77$).

Die zumeist hohen Ausbeuten bei der Sulfimid-Bildung (mit nicht desaktivierten Anilinen in der Größenordnung von 80–90%), die einfache Vorgangsweise und die schonenden Bedingungen der Cycloelimination (rascher und quantitativer Zerfall bei 0–20 °C) lassen diese Methode als alternativen Weg zur Dehydrierung von CH-aciden zu α,β -ungesättigten Verbindungen durch α -Sulfenylierung und Thermolyse des anschließend durch Oxidation gebildeten Sulfoxids [4] erscheinen.

Experimenteller Teil

IR-Spektren wurden an einem Perkin-Elmer-377-Gitterspektrophotometer gemessen. NMR-Spektren wurden an den folgenden Geräten aufgenommen: Bruker (WP 80, WM 250 und AM 400 WB), Varian-EM-360 (Spektren mit Lock; bei aromatischen AA'BB'-Systemem δ -Werte korrigiert). Interner Standard: TMS; δ -Werte in CDCl₃ (bei Messungen an Sulfenamiliden über Al₂O₃ filtriert). ¹³C-NMR-Messungen wurden J -moduliert bei 62.9 MHz aufgenommen. Massenspektren wurden an den Varian-Massenspektrometern CH7 und MAT 311 A ermittelt. Schmelzpunkte wurden mit einem Reichert-Thermovar-Heiztisch bestimmt und sind unkorrigiert. Elementaranalysen wurden im Mikrolaboratorium des Instituts für Physikalische Chemie der Universität Wien (Leitung: Dr. J. Zak) durchgeführt. Chromatographie: Säule 20 cm lang, 3 cm i. D., Al₂O₃ (Merck) 90/Aktivität II–III; 0.200–0.063 mm. Detektion mit UV-Zelle (254 nm) und Dünnschichtchromatographie (Al₂O₃, CHCl₃, Fluoreszenzlösung und Jodbedampfung).

4-Aminobenzoesäure-*tert.*butylester (**2a**) wurde nach [12] dargestellt. ¹³C-NMR (62.9 MHz): 28.3 (3C, C–CH₃)₃, 80.1 (C–O), 114.2 (2C, *Ar*-C-3,5), 122.4 (*Ar*-C-1), 131.4 (2C, *Ar*-C-2,6), 149.7 (*Ar*-C-4), 165.9 (C=O).

Thionylchlorid zur Synthese von *p*-Sulfinylaminobenzoylchlorid wurde durch Destillation über Limonen gereinigt. 4-Fluoranilin (**2c**) wurde zweimal, 4-Chloranilin (**2d**) einmal vakuumdestilliert. *tert.*Butylhypochlorit: [16]; Sulfide: [13], [17]. CH₂Cl₂ und CHCl₃ wurden über P₂O₅ destilliert.

Synthese von *N*-Aryl-alkansulfenamiliden **5**. Allgemeine Vorschrift

3 mmol Anilin **2** und ein Überschuß (3.15–4 mmol) Sulfid **1** werden in 35 ml abs. CH₂Cl₂ gelöst. Es wird auf –50 °C gekühlt (2-Propanol/CO₂-Kältebad) und unter starkem Rühren eine Lösung von

0.326 g (3 mmol, 0.358 ml) *tert.*-Butylhypochlorit in 15 ml abs. CH_2Cl_2 langsam zugetropft (ca. 45 min). Nach 3–15 h bei -50°C (Kontrolle des Reaktionsverlaufes mittels Dünnschichtchromatographie; SiO_2 , CHCl_3) läßt man langsam auf -25°C kommen. Zur Freisetzung des Sulfimids wird rasch mit 50 ml kalter, 10%iger wäßriger NaOH ausgeschüttelt, die organische Phase mit Na_2SO_4 sicc. getrocknet und filtriert. Es wird im Vakuum bis auf 1–2 ml eingengt. Säulenchromatographie (Al_2O_3 , 25% wassergesättigtes CHCl_3) und Abdampfen des Lösungsmittels (zuletzt bei ca. 1 Pa), ergibt reines **5**; bei kristallinen Produkten kann weitere Reinigung durch Umkristallisieren (aus Ether oder CH_2Cl_2 /Ether/Cyclohexan) folgen.

Azasulfoniumpikrate 6j–n. Allgemeine Vorschrift

Entsprechend der allgemeinen Vorschrift zur Synthese von N-Aryl-alkansulfenylaniliden **5** wird eine Lösung des Sulfimids **4** hergestellt, in der Kälte auf ein Volumen von etwa 5 ml eingengt, mit 10 ml kaltem Ether versetzt und unter magnetischem Rühren zu einer Lösung von 3 mmol Pikrinsäure in 70 ml Ether zugetropft. Zur Vervollständigung des Kristallisierens wird gekühlt. Umkristallisiert wird unter Polaritätswechsel und Abkühlung, z. B. aus folgenden abs. Lösungsmitteln: CH_2Cl_2 /Ether, CH_2Cl_2 / CCl_4 , Aceton oder Essigester/ CHCl_3 .

^1H - und ^{13}C -NMR-Spektren von Sulfimiden **4** wurden erhalten, indem Lösungen der entsprechenden Azasulfoniumpikrate **7j–n** in CH_2Cl_2 mit einem Überschuß an 5% wäßriger NaOH ausgeschüttelt, eingengt und die Rückstände zur Messung in CDCl_3 aufgenommen wurden. Erhitzen von **4j** (24 h Rückfluß in Diethylether; Eliminierung von Propen) bzw. von **4m** (3 h 100°C in Dioxan; Eliminierung von Methylvinylether) lieferte 69 bzw. 70% **5a**.

Dank

Der Hochschuljubiläumstiftung der Stadt Wien danken die Autoren für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit, den Herren Doz. A. Nikiforov, Doz. W. Robien, Dr. H. Kalchhauser, Dr. W. Silhan, Mag. H. P. Kählig, H. Bieler und J. P. Fellbacher für die Aufnahme von NMR- und Massenspektren.

Literatur

- [1] Teil 1: Claus P. K., Silbernagel W., Franek W., Rieder W. (1985) *Monatsh. Chem.* **116**: 841; Teil der Dissertation von W. Franek "Sulfenamide aus Sulfimiden", Universität Wien 1988; vorgetragen bei den 7. Österr. Chemietagen, Wien, 3.–6. 11. 1987, und bei dem 13th International Symposium on the Organic Chemistry of Sulfur, Odense 1988 (Abstr. of Papers, PA4, S. 90)
- [2] Davis F. A. (1979) *Org. Prep. Proced. Intern.* **11**: 13
- [3] Craine L., Raban M. (1989) *Chem. Rev.* **89**: 689
- [4] Trost B. M., Salzmann T. N., Hiroi K. (1976) *J. Am. Chem. Soc.* **98**: 4887
- [5] Jones D. N., Hill D. R., Lewton D. A., Sheppard C. (1977) *J. Chem. Soc., Perkin Trans. I* **1977**: 1574
- [6] Oae S., Tsujihara T., Furukawa N. (1970) *Tetrahedron Letters* **1970**: 2663
- [7] Oae S., Furukawa N. (1977) *Tetrahedron* **33**: 2359
- [8] Katritzky A. R., Takahashi I., Marson C. M. (1986) *J. Org. Chem.* **51**: 4914
- [9] Yamamoto T., Kakimoto M., Maejima T., Okawara M. (1983) *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **56**: 1249
- [10] Claus P. K., Rieder W., Hofbauer P., Vislmaier E. (1975) *Tetrahedron* **31**: 505
- [11] Manuskript in Vorbereitung
- [12] Taylor E. C., Fletcher S. R., Sabb A. L. (1984) *Synth. Commun.* **14**: 921
- [13] Hurd C. D., Gershbein L. L. (1947) *J. Am. Chem. Soc.* **69**: 2328

- [14] Pretsch E., Clerc T., Seibl J., Simon W. (1986) Tabellen zur Strukturaufklärung organischer Verbindungen. Springer, Berlin Heidelberg New York, S. C 120
- [15] Ewing D. F. (1979) Org. Magn. Res. **12**: 499
- [16] Teeter H. M., Bell E. W. (1963) Org. Syntheses, Coll. Vol. **4**: 125
- [17] Doering W. v. E., Schreiber K. C. (1955) J. Am. Chem. Soc. **77**: 514

Eingegangen 4. Dezember 1989. Angenommen 8. Januar 1990