

ORGANISCHE PEROXIDE—X¹

BASENKATALYSIERTE ADDITION VON HYDROPEROXIDEN AN OXIRANE

H. KROPP,* M. BALL, H. SCHRÖDER und G. WITTE

Institut für Organische Chemie und Biochemie der Universität D 2, Hamburg

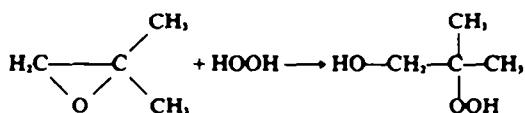
(Received in Germany 26 October 1973; Received in the UK for publication 8 April 1974)

Zusammenfassung—Die basenkatalysierte Addition von Hydroperoxiden an Oxirane ist auf Äthylenoxid und alkyl-substituierte Oxirane beschränkt, wobei mit steigender Substitution die Ausbeuten an den β -Hydroxydialkylperoxiden abnehmen. Als Folgereaktion findet eine Fragmentierung statt. Oxirane mit Elektronen-Acceptor-Substituenten reagieren nicht. Für die Addition erweist sich das Arbeiten im heterogenen System Tetrachloräthylen/Wasser als besonders vorteilhaft. Die Reaktionsmechanismus wird diskutiert.

Abstract—The base catalyzed addition of hydroperoxides to oxiranes is restricted to ethylene oxide and alkyl substituted oxiranes. With increasing substitution the yields of β -hydroxy dialkyl peroxides decrease due to fragmentation. Oxiranes with electron withdrawing substituents do not react. The addition is carried out in the heterogenous system tetrachloroethylene/water with optimal yields. The reaction mechanism is discussed.

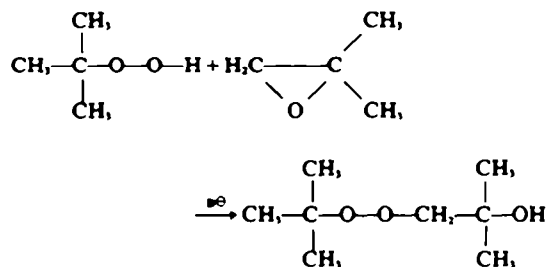
Die Addition von Verbindungen mit aktivem Wasserstoff an Äthylenoxid und andere 1,2-Epoxide—säure- oder basenkatalysiert—ist hinlänglich bekannt. Beide Katalyseprinzipien sind auch bei der Addition von Wasserstoffperoxid und tertiären Hydroperoxiden angewendet worden.²⁻⁴

Mattucci² sowie Faro³ konnten Wasserstoffperoxid mit Isobutyleneoxid, α -Methylstyroloxid und 1,1-Diphenyläthylenoxid zu den entsprechenden β -Hydroxy-hydroperoxiden umsetzen, z.B.

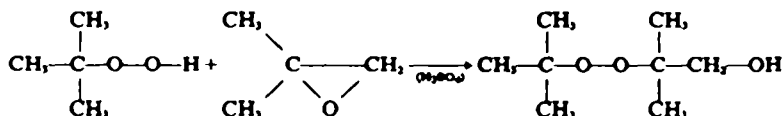


Dabei verwendete Mattucci als Katalysator die Lewis-Säure Molybdän-acetylacetonat, während Faro ohne Katalysator in 98% igem Wasserstoffperoxid arbeitete; hierbei ist Wasserstoffperoxid genügend sauer (pK = 11.8), um die Ringöffnung zu ermöglichen. Ebenfalls unter sauren Bedingungen—durch Schwefelsäure katalysiert—addierten Richardson und Smith⁴ tert.-Butylhydroperoxid an Isobutyleneoxid und erhielten in 20% iger Ausbeute 2 - tert. - Butylperoxy - 2 - methylpropanol - (1)

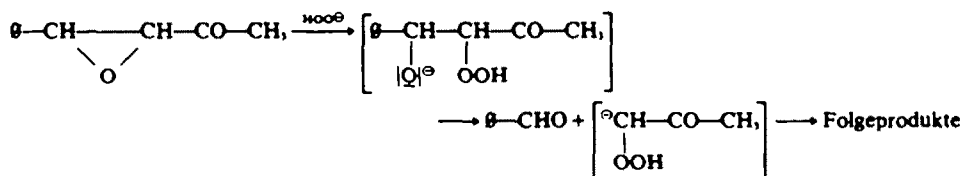
Die basenkatalysierte Addition von tert.-Butylhydroperoxid an Äthylenoxid, Propylenoxid und Isobutyleneoxid wurde 1953 von Barusch und Payne⁵ beschrieben, wobei sie die entsprechenden β - Hydroxy - dialkylperoxide erhielten. Petrovskaya und Mitarb.⁶ berichteten über die Reaktion einiger anderer, ungesättigter Hydroperoxide mit Äthylenoxid und Propylenoxid.



Im Rahmen unserer Untersuchungen über die Addition von Hydroperoxiden an elektronenarme Olefine^{1,7,8} interessierte uns, inwieweit die bei diesen Umsetzungen unter Umständen gebildeten Epoxide stabil gegenüber nucleophilen Hydroperoxyanionen sind. Diese Frage wurde insbesondere durch Arbeiten von Temple⁹ aufgeworfen, der die



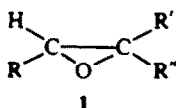
Reaktion von alkalischem Wasserstoffperoxid mit 4-Phenyl-3,4-epoxybutanon (2) beschrieb, die in einer Retro-Darzens-Kondensation zu Benzaldehyd und Folgeprodukten des Hydroperoxyacetons führt:



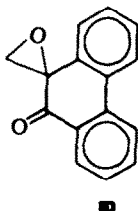
Damit sollte gleichzeitig die Anwendungsbreite der basenkatalysierten Reaktion von Hydroperoxiden mit Oxiranen ermittelt werden.

VERSUCHSERGEBNISSE

Wir verwendeten als Epoxide neben den bereits umgesetzten Verbindungen 1a-c die weiterhin aufgeführten 1d-m; als Hydroperoxide tert.-Butylhydroperoxid (2a), Cumylhydroperoxid (2b) und Phenyl-tert.-butylhydroperoxid (2c).



- a: R = R' = R'' = H
- b: R = R' = H, R'' = CH₃
- c: R = R' = H, R'' = C₆H₅
- d: R = H, R' = R'' = CH₃
- e: R = R' = CH₃, R'' = H
- f: R, R'' = -(CH₂)₄-, R' = H
- g: R = R' = H, R'' = -φ
- h: R = R' = H, R'' = -CCl₃
- i: R = H, R' = R'' = -COOC₂H₅
- k: R = R' = H, R'' = -CO-φ
- l: R = H, R', R'' = -CO-NH-CO-NH-CO-



Aufgrund unserer Erfahrungen bei der Addition von Hydroperoxiden an elektronenarme Olefine¹ führten wir die Umsetzungen mit den alkylierten Epoxiden 1a-f im heterogenen System Tetrachloräthylen-Wasser durch. Die Reaktionen erfolgten mit 100 mMol Hydroperoxid und 300 mMol Epoxid durchweg bei Raumtemperatur. Als Katalysator wurden 10 Mol% NaOH bez. auf Hydroperoxid in 10% iger wässriger Lösung verwendet. Die Umsetzungen wurden abgebrochen, wenn NMR-spektroskopisch keine Erhöhung der

Dialkylperoxidkonzentration mehr festzustellen war; die Reaktionsdauer betrug danach zwischen vier und sechs Stunden. Die erhaltenen β-Hydroxy-dialkylperoxide sind in Tabelle 1 zusammengestellt. Die Ausbeuten beziehen sich im

Fall der Umsetzungen mit tert.-Butylhydroperoxid auf redestilliertes Peroxid, ansonsten wurden die Produkte durch präparative Dünnschichtchromatographie gereinigt. Mit 1,2-Epoxycyclohexan (1f) wurde keine Umsetzung beobachtet.

Tabelle 1. β-Hydroxy-dialkylperoxide durch basenkatalysierte Umsetzung von Hydroperoxiden mit alkylierten Oxiranen

| Peroxid aus Hydroperoxid + Epoxid | | Ausbeute % d.Th.* | K _{pT_{max}} | n _D ²⁰ |
|-----------------------------------|----|-------------------|-------------------------------|------------------------------|
| 2a | 1a | 53 | 30 _(0,2) | 1.4244 |
| 2b | 1a | 46 | — | 1.5163 |
| 2c | 1a | 44 | — | 1.4968 |
| 2a | 1b | 29.7 | 42 _(1,0) | 1.4166 |
| 2b | 1b | 26.5 | — | 1.5061 |
| 2a | 1c | 28.0 | 54 _(1,1) | 1.4207 |
| 2b | 1c | 24.0 | — | 1.4969 |
| 2a | 1d | 33.9 | 44 _(1,0) | 1.4213 |
| 2b | 1d | 29.9 | — | 1.5144 |
| 2a | 1e | 6.2 | 44-46 _(1,1) | — |
| 2b | 1e | 2.0 | — | — |

*Bezogen auf eingesetztes Hydroperoxid.

Da die Elementaranalyse der Dialkylperoxide z.T. nur wenig befriedigende Ergebnisse lieferte, wurden sie in die 3,5-Dinitrobenzoate übergeführt, deren analytische Daten in Tabelle 2 zusammengefasst sind.

Aus den erhaltenen Peroxiden mit tertiären Hydroxygruppen konnten die 3,5-Dinitrobenzoate nicht gewonnen werden. Bei den Peroxiden aus 2a und 1e bzw. 2b und 1e war die vorhandene Substanzmenge zu gering (s. Tabelle 1); die Darstellung der Benzoate ist jedoch mit grossem Substanzverlust verbunden, da die Peroxide sich in basischem Medium zersetzen. Eine eindeutige Identifizierung sämtlicher Peroxide wurde mittels ihrer NMR-Spektren (vergl. exp. Teil, Tabelle 4) und auf massenspektrometrischem Wege durchgeführt (s.u.).

Die Umsetzung der Hydroperoxide mit den Epoxiden 1g-1m, die eine elektronenziehende Gruppe am Oxiranring haben, verlief durchweg negativ; die Gründe dafür werden weiter unten diskutiert.

Unterschiedlich zu unserer Arbeitsweise hatten

Tabelle 2: Schmelzpunkte und Analysenwerte der 3,5-Dinitrobenzoate

$$\begin{array}{c}
 \text{CH}_3 \\
 | \\
 \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{O}-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2 \cdot (3,5) \\
 | \qquad \qquad | \\
 \text{CH}_3 \qquad \qquad \text{R}' \\
 \qquad \qquad \qquad | \\
 \qquad \qquad \qquad \text{R}''
 \end{array}$$

| R | R' | R'' | Fp (°C) | C | H | N | C | H | N |
|--|----|-------------------------------|------------|-----------|------|------|----------|------|------|
| | | | | berechnet | | | gefunden | | |
| C ₆ H ₅ | H | H | 84–85 | 55.39 | 4.61 | 7.18 | 55.56 | 4.49 | 7.18 |
| CH ₃ | H | H | 63–63.6 | | | | | | |
| C ₆ H ₅ .CH ₂ | H | H | 76–77 | 55.43 | 4.95 | 6.92 | 56.49 | 5.02 | 6.93 |
| CH ₃ | H | CH ₃ | 88–89 | | | | | | |
| C ₆ H ₅ | H | CH ₃ | 63–64 | 56.43 | 4.95 | 6.92 | 56.52 | 4.93 | 6.95 |
| CH ₃ | H | C ₂ H ₅ | 72–73 | 50.56 | 5.62 | 7.87 | 50.23 | 5.42 | 7.92 |
| C ₆ H ₅ | H | C ₂ H ₅ | 74–75 | 57.42 | 5.24 | 6.69 | 57.20 | 5.41 | 6.66 |

Barusch und Payne die Umsetzungen in Wasser bzw. Diäthyläther/Wasser durchgeführt. Zum Vergleich haben wir neben Tetrachloräthylen/Wasser einige weitere Lösungsmittelsysteme geprüft. Die Ergebnisse sind denen von Barusch und Payne in Tabelle 3 gegenübergestellt.

Massenspektren

Bei den β -Hydroxyalkyl-tert.-butylperoxiden war in den Massenspektren der Molekülpeak in relativen Intensitäten zwischen 0.05 und 1.35% deutlich zu beobachten, während die Peroxide aus Cumylhydroperoxid nur die typischen Bruchstücke

Tabelle 3. Abhängigkeit der Ausbeuten an β -Hydroxy-dialkylperoxid vom Lösungsmittelsystem bei der Umsetzung von tert.-Butylhydroperoxid

| Lösungsmittelsystem | | Ausbeuten in % bei Reaktion mit | | | |
|--------------------------|----------------|------------------------------------|-------------------|---------------------|------|
| | | 1a | 1b | 1c | 1d |
| Dioxan/Wasser | 2:3 homogen | ... | ... | ... | 1.0 |
| THF/Wasser | 2:3 homogen | ... | ... | ... | 5.6 |
| Wasser | | 37 ^{a,b} | ... | 44 ^{a,b,c} | ... |
| Diäthyläther/Wasser | 10:1 heterogen | ... | 26.0 ^a | ... | 14.0 |
| Tetrachloräthylen/Wasser | 10:1 heterogen | 50 ^a | 53 | 52 | 28.0 |

^aNach Barusch und Payne¹.

^bRohausbeuten.

^cBei 40°C.

^dBei 55–60°C.

Es zeigte sich, dass im heterogenen System Tetrachloräthylen/Wasser die besten Ausbeuten erhalten werden, dagegen besonders schlechte in den homogenen Systemen Dioxan/Wasser und THF/Wasser.

Infrarotspektren

Neben der in allen Spektren auftretenden breiten Absorption der Hydroxylgruppe (3420 cm⁻¹) erscheinen bei den Peroxiden mit tert.-Butylgruppen die entsprechenden Banden bei 1390, 1370, 1245 und 1200 cm⁻¹. Durch Vergleich der Spektren wurde die starke Absorptionsbande bei 920 cm⁻¹

dem Strukturelement $\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{C}-\text{C} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{C} \quad \text{O} \end{array}$ zugeordnet. Da-

durch konnte die Schwingung bei 880 cm⁻¹, deren Herkunft häufig dieser Struktur zugeschrieben wird,¹⁰ der Peroxygruppierung zugeordnet werden.

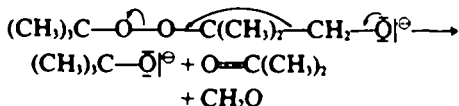
zeigten; offenbar sind diese Peroxide weniger stabil. Zudem werden sie aufgrund ihrer geringeren Flüchtigkeit und der dadurch bedingten längeren Verweilzeit im Einlasssystem (150°C) thermisch stärker belastet.

Als typische Bruchstücke sind in allen Spektren die Produkte einer O–O-Spaltung und deren Umlagerungsprodukte (z.B. Hock-Umlagerung der Alkoxykationen) zu erkennen. Als Basispeak konnte jeweils der Peak der Masse m/e = 57 bzw. 119 beobachtet werden, der auf eine C–O-Spaltung unter Abgabe des stabilen Sauerstoffmoleküls schließen lässt. Mit einer eingehenderen Analyse der Massenspektren von Hydroperoxiden und Dialkylperoxiden sind wir noch befasst.

DISKUSSION

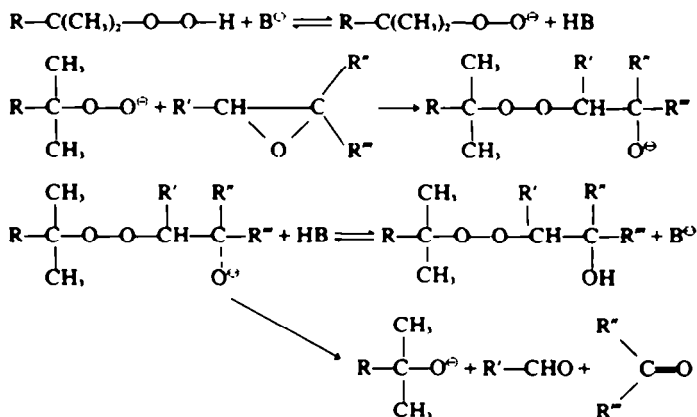
Die insgesamt recht niedrigen Ausbeuten an β -Hydroxydialkylperoxiden, vor allem in den homo-

genen Systemen Dioxan/Wasser und THF/Wasser sind auf eine Konkurrenz- bzw. Folgereaktion zurückzuführen. Nach Richardson¹¹ werden β -Hydroxy-di-tert.-alkylperoxide basenkatalysiert leicht fragmentiert:



$k = 0.5 \text{ sec}^{-1}$ in 40 proz. Methanol bei 30°C

Im heterogenen System sollte die Deprotonierungsgeschwindigkeit entscheidend verkleinert sein, da es sich um eine Grenzflächenreaktion handelt. Zudem hängt diese Geschwindigkeit auch von der Fähigkeit des organischen Lösungsmittels zur Solvation der anionischen Base ab, und eine Verlangsamung der Fragmentierung im System Tetrachloräthylen/Wasser gegenüber Diäthyläther/Wasser ist daher einleuchtend. Für diesen Mechanismus spricht weiterhin das Auftreten von ca. 30% 2-Phenylpropanol-(2) bei der Reaktion von Cumylhydroperoxid. Als Gesamtreaktion ergibt sich sodann:



Bezüglich der Einflüsse der verwendeten Hydroperoxide lassen sich keine genauen Aussagen machen, da die Aufarbeitung der Produkte je nach Hydroperoxid auf verschiedenen Wegen erfolgte (Destillation bzw. Präparative DC). Die Ausbeuten an Dialkylperoxid sind allerdings bei Verwendung von Cumylhydroperoxid durchweg kleiner; der Grund dafür liegt wohl in einer etwas geringeren Nucleophilie des Anions.

Einen sehr starken Einfluss auf die Ausbeuten haben die Substituenten am Oxiraning sowohl hinsichtlich elektronischer (induktive und mesomere) als auch sterischer Effekte. Die Ausbeuten nehmen in folgender Reihe ab:

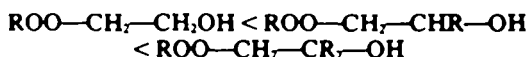
Äthylenoxid (53%) > Isobutenoxid (34%) >
Propenoxid (30%) \approx 1,2-Butenoxid (28%) >
2,3-Butenoxid (8%) > Cyclohexenoxid (-)

Massgebend dafür sind vor allem sterische Gründe, da die basenkatalysierte Ringöffnung von Epoxiden einer $\text{S}_{\text{N}}2$ -Reaktion entspricht und deshalb durch zunehmende Substitution erschwert wird. Besonders betroffen werden dabei erwartungsgemäss die 1,2-disubstituierten Epoxide. So erfolgte mit Cyclohexenoxid unter den angewendeten Reaktionsbedingungen keine Reaktion. Die relativ hohen Ausbeuten mit Isobutenoxid lassen sich weder durch sterische noch durch elektronische Einflüsse erklären. So ergeben die nach der Methode von Del Re¹² berechneten σ -Elektronendichten, die von Paleta und Konárek¹³ mit der Reaktivität von elektronenarmen Olefinen gegenüber Nucleophilen korreliert wurden, unter Beachtung der sterischen Verhältnisse, die folgende Reaktivitätsreihe:

Äthylenoxid > Propenoxid \approx Butenoxid(1,2) >
Isobutenoxid \gg Butenoxid(2,3) >
Cyclohexenoxid > Styroloxid

Die Erklärung für die hohen Ausbeuten liegt vielmehr in der grösseren Stabilität des gebildeten

Peroxids gegenüber der Fragmentierung, entsprechend



Die Überlagerung beider Effekte (Reaktivität und Stabilität) gibt dann die gefundene Abhängigkeit.

Einen sehr viel stärker hemmenden Einfluss üben elektronenziehende Substituenten wie in den Epoxiden 1g-m aus, die unter den von uns angewendeten Bedingungen nicht reagierten. Bei der versuchten Umsetzung von Styroloxid (1g) bei 40°C war auch nach 24 Stunden sowohl das Hydroperoxid als auch das Epoxid unverändert. Unterschiedlich beschrieb Temple die recht leicht erfolgende Ringöffnung durch Hydroxy- und Hydroperoxyanionen mit nachfolgender Fragmentierung,

Retro-Aldol-Reaktion bzw. Epoxidumlagerung, wobei diese Untersuchungen jedoch homogen in Wasser durchgeführt wurden. Zudem besitzt das tert.-Butylperoxyanion gegenüber dem Hydroperoxyanion eine sehr viel geringere nucleophile Kraft.¹⁴ Nach McIsaac¹⁴ verhalten sich die Geschwindigkeitskonstanten nucleophiler Reaktionen

$$k_{\text{OH}^-} : k_{\text{ROO}^-} : k_{\text{HOO}^-} = 1 : 5 : 14$$

nach Temple—bezogen auf die Reaktion mit Epoxiden—

$$k_{\text{OH}^-} : k_{\text{HOO}^-} = 1 : 15$$

Insgesamt sollten daher durch Addition von Hydroperoxiden an Epoxide mit elektronenziehenden

Handelsprodukte, Phenyl - tert. - butylhydroperoxid (2c) wurde nach Kropf und Bernert¹⁶ hergestellt.

Die IR-Spektren wurden am Perkin-Elmer 257, die NMR-Spektren am Varian T 60 und die Massenspektren am Varian MAT SM 1B aufgenommen.

Allgemeine Arbeitsvorschrift

100 mMol Hydroperoxid werden in 25 ml Tetrachloräthylen gelöst und mit 10 mMol NaOH in 10% iger wässriger Lösung überschichtet. Dazu werden unter kräftigem Rühren innerhalb von 30 min. 300 mMol Epoxid in 50 ml Tetrachloräthylen getropft. Es wird noch 5 Stunden weitergerührt, danach die organische Phase abgetrennt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Das Lösungsmittel wird abgezogen und der Rückstand destilliert bzw. säulenchromatographisch (Kieselgel, Methylchlorid) gereinigt. Bei Umsetzungen in anderen Lösungsmitteln wurde entsprechend gearbeitet.

Tabelle 4. NMR-Daten der β -Hydroxyalkylperoxide (gemessen in ca. 0.2 molarer Lösung in CCl_4)

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{O}-\text{C}-\text{H}_a \\ | \qquad | \\ \text{CH}_3 \qquad \text{R}' (\text{H}_b) \end{array} \quad \begin{array}{c} \text{H}_b \text{ bzw. R}'' (\text{H}_c) \\ | \\ \text{C}-\text{O}-\text{H} \\ | \\ \text{R}'' (\text{H}_c) \end{array}$$

| R | R' | R'' | R''' | H _a | H _b | H _c | H _d |
|-------------------------------|-----------------|-----------------|-------------------------------|-----------------|----------------|----------------|----------------|
| CH ₃ | H | H | H | 5.88(m) | 6.18(m) | ... | ... |
| | H | H | CH ₃ | 6.26(d) | 6.09(m) | 8.91(d) | ... |
| | H | H | C ₂ H ₅ | 6.26(d) | 6.32(m) | 8.73-9.21(m) | ... |
| | H | CH ₃ | CH ₃ | 6.25(s) | ... | 8.92(s) | ... |
| | CH ₃ | H | CH ₃ | (5.90-6.44(m))* | ... | 8.92(d) | 9.00(d) |
| C ₆ H ₅ | H | H | H | 5.98(m) | 6.27(m) | ... | ... |
| | H | H | CH ₃ | 6.25(d) | 6.12(m) | 8.98(d) | ... |
| | H | H | C ₂ H ₅ | 6.26(d) | 6.28(m) | 8.74-9.20(m) | ... |
| | H | CH ₃ | CH ₃ | 6.24(s) | ... | 8.94(s) | ... |
| | CH ₃ | H | CH ₃ | (5.90-6.40(m))* | ... | 8.94(d) | 9.01(d) |

* Überlagerung zweier Multiplets, nur Bereich angegeben.

Substituenten keine β -Hydroxy-dialkylperoxide—zumindest in präparativ interessanten Mengen—herstellbar sein:

1. die reaktionsträgen Epoxide erfordern hohe Temperaturen, wodurch eine thermische Zersetzung des Hydroperoxids gefördert wird.

2. eventuell gebildete Peroxide sind relativ sauer, so dass sie unter den basischen Reaktionsbedingungen vorwiegend als Anionen vorliegen; da die Fragmentierung aus dem Anion erfolgt, wird diese Folgereaktion vorherrschend sein.

EXPERIMENTELLER TEIL

Ausgangsverbindungen

Die Epoxide 1a-g waren Handelsprodukte, Epoxypropionphenon (1k) wurde durch alkalische Epoxidierung von Vinylphenylketon,¹ die restlichen Epoxide durch Reaktion der entsprechenden Ketoverbindungen mit Diazomethan¹⁷ gewonnen. Die Hydroperoxide 2a und 2b waren

Danksagung—Wir danken dem Fonds der Chemischen Industrie, Verband der Chemischen Industrie für die Bereitstellung einer Sachbeihilfe, Herrn Prof. Dr. Ley, Bayer AG, und Herrn Dr. Sodomann, Phenolchemie GmbH, für die Überlassung von Chemikalien.

LITERATUR

- ¹IX. Mitteilung, H. Kopf und M. Ball, *Tetrahedron* **28**, 1391 (1972)
- ²A. M. Mattucci, E. Perrotti und A. Santambrogio, *Chem. Commun.* 1198 (1970)
- ³H. P. Faro, A. K. Ganguly und D. H. R. Barton, *Ibid.* 823 (1971)
- ⁴W. H. Richardson und R. S. Smith, *J. Org. Chem.* **33**, 3882 (1968)
- ⁵M. R. Barusch und J. Q. Payne, *J. Am. Chem. Soc.* **75**, 1987 (1953)
- ⁶G. A. Petrovskaya, M. R. Vilenskaya, L. P. Mamcur und T. I. Yurzhenko, *Zh. Org. Khim.* **6**, 2231 (1970)

- ⁷H. Kropf, C.-R. Bernert, J. Lütjens, V. Pavicic und T. Weiss. *Tetrahedron* **26**, 1347 (1970)
- ⁸H. Kropf und C.-R. Bernert, *Liebigs Ann. Chem.* **743**, 151 (1971)
- ⁹R. D. Temple, *J. Org. Chem.* **35**, 1275 (1970)
- ¹⁰A. R. Philpotts und W. Thain, *Anal. Chem.* **24**, 638 (1952)
- ¹¹W. H. Richardson und T. C. Heesen, *J. Org. Chem.* **37**, 3416 (1972)
- ¹²G. Del Re, *J. Chem. Soc.* 4031 (1958); ¹³G. Del Re, B. Pullman und T. Yonezawa, *Biochem. Biophys. Acta* **75**, 153 (1963)
- ¹⁴O. Paleta und J. Konarek, *Coll. Czech. Chem. Commun.* **38**, 66 (1973)
- ¹⁵J. E. McIsaac, L. R. Subbaraman, J. Subbaraman, H. A. Mulhausen und E. J. Behrman, *J. Org. Chem.* **37**, 1037 (1972); ¹⁶W. R. Jencks und J. Carrioulo, *J. Am. Chem. Soc.* **82**, 1778 (1960)
- ¹⁷B. Eistert in W. Foerst, *Neuere Methoden der präparativen organischen Chemie*, Band I, Verlag Chemie, Weinheim 1963 S. 359
- ¹⁸H. Kropf und C.-R. Bernert, *Liebigs Ann. Chem.* **751**, 109 (1971)