

ACTION DE DERIVES LITHIÉS D'OXIMES, DE N,N-DIMETHYLHYDRAZONES ET DE DITHIANES-1,3 SUR LES 2H - AZIRINES

Ridha BEN CHEIKH, Nabihah BOUZOUITA, Habib GHABI et Refaat CHAABOUNI*.
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis
B.P. 37 - le Belvédère 1002 Tunis - Tunisie

(Received in France 18 April 1990)

Summary

The reaction of lithium derivatives of oximes, N,N - dimethylhydrazones and 1,3 dithianes with 2H-azirines affords respectively (amino -1'- alkyl)-5 4H,5H-isoxazoles, 2H-pyrroles and in the last case primary allylic amines or C - fonctionalized aziridines. A general mechanism of these reactions is discussed.

Résumé

L'action des dérivés lithiés d'oximes, de N,N-diméthylhydrazones et de dithianes-1,3 sur les 2H-azirines conduit respectivement à des (alkylamino-1')-5 4H,5H-isoxazoles, des 2H-pyrroles, et dans le dernier cas, à des amines primaires allyliques ou des aziridines fonctionnalisées. Un mécanisme général de l'action de ces dérivés sur les 2H-azirines est proposé.

Introduction

L'utilisation des 2H-azirines en synthèse organique a connu ces dernières années un développement spectaculaire. Ces composés ont été engagés dans de nombreuses réactions: cycloadditions thermiques et photochimiques (1a -c), réactions avec des organométalliques (2), des ylures de sulfonium (3) et divers autres nucléophiles (4) permettant ainsi d'accéder de façon originale à une grande variété d'hétérocycles azotés. L'objet de ce mémoire est d'étudier le comportement des 2H-azirines vis-à-vis des carbanions d'oximes (5a -c), de N,N-diméthylhydrazones (6) et de dithianes - 1,3(7).

Action des carbanions d'oximes

Nous avons commencé notre étude en utilisant le dianion de l'acétophénone oxime **1a** qui réagit avec la méthyl-2 phényl-3 2H-azirine **2a** et la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine **2b** pour conduire respectivement aux 4H, 5H-isoxazoles (ou dihydro-4,5 isoxazoles) fonctionnalisés **3a** et **3b** (Schéma 1 et Tableau 1).

**TABLEAU 1 : SYNTHÈSE DES 4H,5H- ISOXAZOLES
A PARTIR DES DIANIONS D'OXIMES ET DES 2H-AZIRINES.**

DIANION D'OXIME	2H-AZIRINE	4H,5H-ISOXAZOLE*	Rdt (%)
$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5-\text{C}=\text{N}-\text{O}^-\text{Li}^+ \\ \\ \text{CH}^-\text{Li}^+ \end{array}$ <p><u>1 a</u></p>	<p><u>2 a</u></p>	<p><u>3 a</u></p>	66
<p><u>1 a</u></p>	<p><u>2 b</u></p>	<p><u>3 b</u></p>	45
$\begin{array}{c} \text{Li}^+ \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5-\text{C}=\text{N}-\text{O}^-\text{Li}^+ \\ \\ \text{CH}-\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$ <p><u>1 b</u></p>	<p><u>2 a</u></p>	<p><u>4</u></p>	35
$\begin{array}{c} \text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{C}=\text{N}-\text{O}^-\text{Li}^+ \\ \\ \text{CH}^-\text{Li}^+ \end{array}$ <p><u>1 c</u></p>	<p><u>2 a</u></p>	<p><u>5 a</u></p>	32
<p><u>1 c</u></p>	<p><u>2 b</u></p>	<p><u>5 b</u></p>	30

*Un seul diastéréoisomère a été isolé

Signalons que l'action des énolates de cétones sur les 2H-azirines conduit également à des 2H-pyrroles⁽¹¹⁾. Comme les rendements de ces deux réactions sont similaires, le passage par l'hydrazone n'amène sur le plan synthétique, aucun avantage supplémentaire.

Action des carbanions de dithianes-1,3

L'action du carbanion du dithiane-1,3 **9a** sur la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine **2b** conduit à l'amine primaire allylique **10**, tandis que l'action de son homologue méthylé **9b** sur les 2H-azirines **2b** et **2c** donne les aziridines **11** et **12** (Schéma 3). Comme nous pouvons le constater l'introduction d'un substituant sur le carbone-2 du thiocétal modifie le cours de la réaction puisqu'on n'obtient plus dans ce cas un produit résultant de l'ouverture du petit cycle azoté.

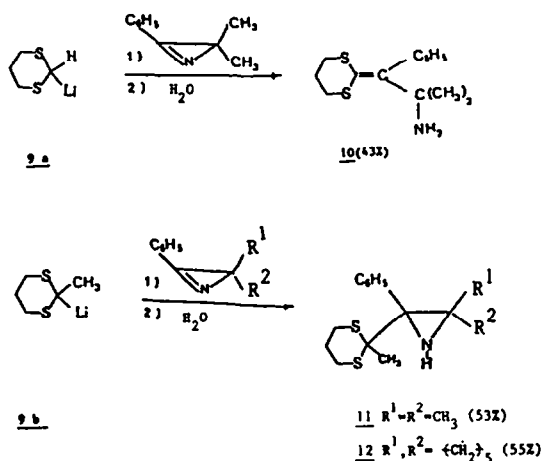
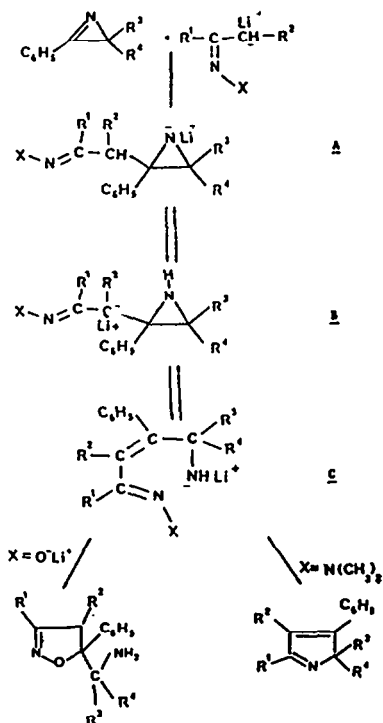


Schéma 3

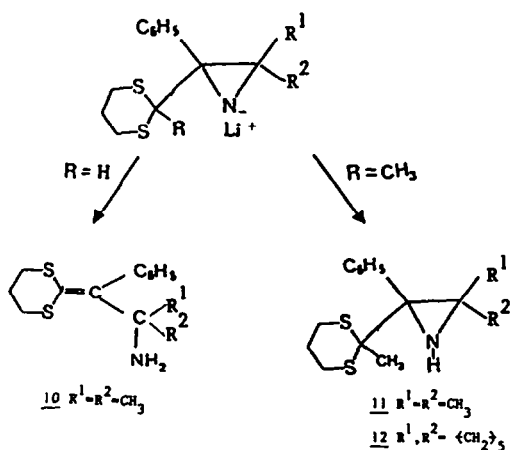
Discussion

Il apparaît clairement que les hétérocycles pentagonaux obtenus au cours de ce travail, ainsi que l'amine allylique **10**, résultent de la coupure de la double liaison carbone-azote de la 2H-azirine. Les premières étapes du mécanisme réactionnel doivent donc être identiques quelle que soit la nature du carbanion. Comme proposé par Laurent et col.⁽¹¹⁾ dans le cas des énolates de cétones, nous pouvons envisager que la réaction débute par une addition nucléophile de l'organométallique sur la 2H-azirine pour donner une aziridine **A**. Celle-ci subirait ensuite une réaction acide-base interne pour conduire à un nouveau carbanion **B** dont l'ouverture pour donner **C** serait probablement la force motrice de la réaction. C'est à partir de cet intermédiaire **C** que s'effectue la cyclisation, selon les cas, en 4H, 5H - isoxazoles ou en 2H-pyrroles (Schéma 4).

Dérivés lithiés d'oximes



Lorsque la structure du carbanion ne permet pas une réaction de cyclisation on isole, comme dans le cas du carbanion du dithiane-1,3, le produit d'hydrolyse de C, c'est à dire une amine primaire allylique. Une preuve supplémentaire de ce mécanisme est fournie par l'obtention des aziridines 11 et 12. En effet le carbanion du méthyl-2 dithiane-1,3 n'ayant pas d'hydrogène arrachable, rend impossible l'évolution de la réaction vers le produit d'ouverture (Schéma 5).



PARTIE EXPERIMENTALE

Les spectres de résonance magnétique nucléaire ont été enregistrés dans le deutérochloroforme, à l'aide des appareils VARIAN EM 360 pour ^1H et BRUKER WH 90/SD pour ^{13}C , en utilisant le tétraméthylsilane comme référence interne. Les déplacements chimiques sont exprimés en p.p.m. et les constantes de couplage en Hertz. Les abréviations suivantes sont utilisées:

s. singulet, d. doublet, t. triplet, q. quadruplet, m. multiplet.

Les spectres infrarouge ont été effectués sur un spectrographe PERKIN-ELMER 297 en solution dans le CCl_4 . La position des bandes d'absorption est exprimée en cm^{-1} . Les spectres de masse ont été déterminés au moyen d'un spectromètre AEI MS 9 à 70 eV en présence d'isobutane (ionisation chimique) et AEI MS 50 (impact électronique). Les températures de fusion ont été prises en tube capillaire au moyen d'un appareil BUCHI 510 et ne sont pas corrigées. Les chromatographies sur colonne ont été réalisées sur gel de silice 60 Merck 7734.

Synthèse de la méthyl-2 phényl-3 2H-azirine 2a et de la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine 2b:

Elles ont été préparées respectivement selon le mode opératoire décrit dans les références ⁽¹²⁾ et ⁽¹³⁾.

Synthèse des dianions d'oximes 1a, 1b et 1c

Les oximes utilisées ont été préparées selon le mode opératoire décrit par Karabatsos et col. ⁽¹⁴⁾ et leurs dianions correspondants selon la méthode décrite par Hauser et col. (5a).

Synthèse des 4H, 5H - isoxazoles 3a, 3b, 4, 5a et 5b

Procédé général

A 0,05 mole d'une solution de n-butyllithium, dosée préalablement en présence d'acide diphenylacétique, dans 200 ml de T.H.F. on ajoute goutte à goutte à -30°C et sous azote, 0,025 mole d'oxime dissoute dans 25 ml de T.H.F. On maintient l'agitation pendant une heure, puis on ajoute en trente minutes 0,025 mole de 2H-azirine dans 5ml de T.H.F. Une fois l'addition terminée, on agite le mélange pendant une heure et demi. On hydrolyse ensuite à 0°C avec une solution saturée de chlorure d'ammonium, puis on extrait plusieurs fois avec de l'éther. La phase organique est séchée sur Mg SO_4 et concentrée sous pression réduite. Les produits sont séparés par chromatographie sur colonne.

Diphényl-3,5 (amino-1' éthyl)-5 4H, 5H - isoxazole 3a

Obtenu par l'action du dianion de l'acétophénone oxime 1a sur la méthyl-2 phényl-3 2H-azirine 2a

En partant de 0,025 mole d'oxime (3,38 g), de 0,05 mole de n-butyllithium et de 0,025 mole de 2H-azirine (3,27 g), on récupère 6,2g d'un liquide visqueux de couleur jaune. Par chromatographie sur colonne effectuée sur 3,2g de brut, on récupère le composé 3a avec 86% de rendement (éluant: 50% éther, 50% éther de pétrole).

IR : 3390; 3300; 1600; 1560; 1490; 1440; 1350.
 RMN ¹H: 1,09 (d,3H,J=7); 1,29 (s,2H, disparaît avec D₂ O); 3,31 (q,1H,J=7);
 système AB: H_A=3,82 et H_B=3,44, J=17; 7,46 (m,10H).
 RMN ¹³C: 17,9 (q); 41,7 (t); 54,2 (d); 94,2 (s); 126,1(d); 126,7 (d); 127,7 (d);
 128,4 (d); 128,8 (d); 129,8 (s); 130,1 (d); 142,0 (s); 156,6 (s).
 Masse: m/e 267 (MH⁺) (35%); 222 (33%); 194 (18%); 163 (45%); 147 (67%); 120
 (36%); 105 (100%); 91 (30%); 77 (72%); 51 (33%); 44 (88%).
 Analyse: C₇ H₁₈ N₂O, calc. % : C 76,66 ; H 6,81 ; N 10,52 .
 tr. %: C 76,11 ; H 6,66 ; N 10,44.
 F: 87-88°C (Ether de pétrole)

Diphényl-3.5 (amino-1' méthyl -1' éthyl)-5 4H.5H - isoxazole 3b.

Obtenu par l'action du dianion de l'acétophénone oxime **1a** sur la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine **2b**.
 En partant de 0,025 mole d'oxime (3,38g), de 0,05 mole de n-butyllithium et de 0,025 mole de
 2H-azirine (3,62g), on récupère 6,8g d'un liquide incolore et visqueux. Par chromatographie sur
 colonne de ce brut, on obtient le composé **3b** avec 45% de rendement (Eluant: 50% éther, 50% éther de
 pétrole).

IR: 3390; 3300; 1600; 1560; 1490; 1440; 1350.
 RMN ¹H: 1,14 (s,3H); 1,16 (s,3H); 1,55 (s large, 2H, disparaît avec D₂ O), système AB:
 H_A = 4, 0 et H_B = 3, 5; J = 17 ; 7,5 (m,10H).
 RMN ¹³C: 26,1 (q); 26,4 (q); 43,3 (t); 55,0 (s); 96,0 (s); 127,1 (d); 127,6 (d); 128,7 (d);
 129,3 (s); 130,1 (d); 142,7 (s); 153,7 (s).
 Masse: m/e 281 (MH⁺) (15%); 222 (30%); 146 (25%); 105 (100%); 103 (44%); 90
 (58%); 77 (80%); 59 (87%); 58 (85%); 51 (80%).
 F: 107 - 108°C (Ether de pétrole)

Triphényl-3.4.5 (amino-1' éthyl)-5 4H.5H - isoxazole 4.

Obtenu par l'action du dianion de la désoxybenzoïne oxime **1b** sur la méthyl-2 phényl-3 2H-azirine **2a**.
 En partant de 0,0125 mole d'oxime (2,64 g), de 0,0125 mole de 2H-azirine (1,64g) et de 0,025 mole
 de n-butyllithium, on récupère 4,7g d'un liquide incolore et visqueux. Par chromatographie sur colonne
 effectuée sur ce brut, on récupère le composé **4a** avec 35% de rendement (Eluant: 50% éther, 50%
 éther de pétrole).

IR: 3390; 3300; 1590; 1550; 1490; 1440; 1340.
 RMN¹H: 1,22 (d, 3H, J=7); 2,18 (s large, 2H, disparaît avec D₂O); 3,33 (q, 1H J=7);
 5,1 (s, 1H); 7,33 (m, 15H).
 RMN¹³C: 18,3 (q); 54,6 (d); 60,8 (d); 97,6 (s); 126,8 (d); 127,5 (d); 127,6 (d); 128,4
 (d); 128,7 (d); 129,5 (d); 129,9 (d); 132,9 (d); 133,1 (d); 136,6 (s); 136,8 (s);
 137,8 (s); 160,0 (s).
 Masse: m/e 343 (MH⁺) (10%); 309 (12%); 298 (15%); 247 (20%); 117 (16%);
 105 (100%); 77 (58%); 44 (52%).
 F: 71 - 72°C (éther de pétrole).

t-Butyl-3 phényl-5 (amino-1' éthy)-5 4H,5H - isoxazole 5a.

Obtenu par l'action du dianion de la pinacolone oxime 1c sur la méthyl-2 phényl-3 2H-azirine 2a.
 En partant de 0,0125 mole d'oxime (1,44 g), de 0,0125 mole de 2H-azirine (1,84 g) et de 0,025 mole
 de n-butyllithium, on récupère 3,34 g d'un liquide visqueux de couleur jaune. Par chromatographie sur
 colonne effectuée sur ce brut, on obtient le composé 5a avec 32 % de rendement (Eluant : 50 % éther,
 50 % éther de pétrole).

IR : 3390 ; 3300 ; 1670; 1560; 1440; 1360.
 RMN ¹H : 0,93 (d, 3H, J = 8); 1,18 (s, 9H); 2,57 (s, large, 2H, disparaît avec D₂O);
 système AB: H_A = 3,38 et H_B = 3,20; J=16,6; 3,25 (q, 1H, J= 8); 7,42 (m, 5H).
 F : 91 - 92°C (éther de pétrole).

t-Butyl-3 phényl-5 (amino-1' méthyl-1' éthy)-5 4H,5H - isoxazole 5b.

Obtenu par l'action du dianion de la pinacolone oxime 1c sur la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine 2b.
 En partant de 0,0125 mole d'oxime (1,44 g), de 0,0125 mole de 2H-azirine (1,81 g) et de 0,025 mole
 de n-butyllithium, on récupère 3,2 g d'un liquide incolore et visqueux. Par chromatographie sur colonne
 effectuée sur ce brut, on obtient le composé 5b avec 30 % de rendement (Eluant : 50 % éther, 50 %
 éther de pétrole).

IR : 3390 ; 3300 ; 1555; 1470; 1360; 1260.
 RMN ¹H : 1,63 (s, 3H); 1,66 (s, 3H); 1,72 (s, 9H); 2,10 (s, large, 2H, disparaît avec
 D₂O); système AB: H_A = 3,63; H_B = 3,31; J = 16,6; 7,4 (m, 5H).
 RMN ¹³C: 25,1(q); 27,1 (q); 32,1 (s); 41,6 (t); 54,9 (s); 93,6 (s); 126,3 (d); 126,7 (d);
 127,9 (d); 142,1 (s); 165,2 (s).
 Masse: m/e 202 (M-58) (20%); 122 (25%); 105 (70%); 91 (20%); 77 (50%);
 58 (100%); 51 (20%); 41 (20%).
 F: 103 - 104°C (éther de pétrole).

Synthèse des dérivés lithiés des N,N- diméthylhydrazones **7a** et **7b**.

Les N,N-diméthylhydrazones utilisées ont été préparées selon le mode opératoire décrit par SATO ⁽¹⁵⁾ et leurs dérivés lithiés correspondants selon la méthode décrite par Corey et col. ⁽⁶⁾.

Synthèse des 2H-pyrroles **8a** et **8b**.Procédé général:

A 10 mmoles de N,N-diméthylhydrazone dans 20ml de T.H.F., on ajoute à -10°C (bain de glace+sel) et sous azote 10 mmoles de n-butyllithium pendant 15 minutes, puis on maintient l'agitation pendant une heure. La solution vire généralement au jaune-orangé; on ramène le mélange réactionnel à la température ambiante et on additionne 10 mmoles de 2H-azirine placées dans 10ml de T.H.F. Après 2 heures d'agitation, on hydrolyse avec une solution formée d'un volume de chlorure de méthylène et de trois volumes d'eau. On extrait la phase organique au chlorure de méthylène, puis on la sèche sur du sulfate de sodium. Après évaporation des solvants sous pression réduite, les bruts réactionnels sont purifiés par chromatographie sur colonne de gel de silice.

Diméthyl-2,2 diphenyl-3,5 2H-pyrrole **8a**.

Obtenu par action du carbanion de la N,N- diméthylhydrazone de l'acétophénone **7a** sur la diméthyl-2,2 phényl-3 2H-azirine **2b**. En partant de 10mmoles de N,N- diméthylhydrazone (1,62g), de 10 mmoles de n-butyllithium et de 10 mmoles de 2H-azirine (1,45g), on récupère 3,54g de brut qu'on chromatographie sur une colonne de gel de silice. On obtient le 2H-pyrrole **8a** avec 79% de rendement (Eluant: 70% éther de pétrole, 30% éther anhydre).

F: 59-61°C (Ether de pétrole).

Ses caractéristiques spectrales sont analogues à celles décrites par Laurent et col. ⁽¹¹⁾.

Triméthyl-2,2,4 diphenyl-3,5 2H-pyrrole **8b**.

Obtenu par action du carbanion de N,N-diméthylhydrazone de la propiophénone **7b** sur la diméthyl -2,2 phényl-3 2H-azirine **2b**. En partant de 10 mmoles de N,N-diméthylhydrazone (1,76g), de 10 mmoles de n-butyllithium et de 10 mmoles de 2H-azirine (1,45g), on récupère 3,35g d'un liquide jaune et visqueux. Par chromatographie sur colonne de ce brut, on obtient le 2H-pyrrole **8b** avec un rendement de 73% (Eluant: 70% éther de pétrole, 30% éther anhydre).

F: 95-96°C (éther de pétrole).

Ses caractéristiques spectrales sont analogues à celles décrites par Laurent et col. ⁽¹¹⁾.

Synthèse des dérivés lithiés du dithiane-1,3 9a et 9b

Les dérivés lithiés **9a** et **9b** ont été préparés selon le mode opératoire décrit par Seebach et Corey⁽⁷⁾.

Amino-2 méthyl-2 phényl-3 (dithiane-1',3')-4 butène-3 10

A 0,016 mole de dithiane-1,3 (1,92g) dans 55 ml de T.H.F. on ajoute goutte à goutte à -40°C, sous azote, un excès de 5% en mole de n-butyllithium. Une fois l'addition terminée, on laisse sous agitation pendant deux heures, puis on ajoute ensuite goutte à goutte un léger défaut de 2H-azirine, soit 0,0138 mole (2g) dans 2ml de T.H.F. . On laisse ensuite sous agitation pendant une nuit à basse température, on ramène le mélange à 0°C et on le garde au freezer pendant 3 jours. Après hydrolyse, on extrait la phase organique plusieurs fois au chloroforme et on la lave deux fois avec une solution aqueuse de KOH à 7%, puis de nouveau à l'eau. Elle est ensuite séchée sur sulfate de sodium et concentrée sous pression réduite. Par chromatographie sur colonne de gel de silice du brut obtenu, il y a eu décomposition des produits; par contre, sur colonne d'alumine neutre éluée avec du méthanol, on récupère l'amine allylique **10** avec 43% de rendement.

IR: 3350; 3280; 1670; 1600; 1540; 1380; 1300; 1175.

RMN ¹H: 1,3 (s,6H); 1,9 à 2,3 (m,2H); 2,03 (s, 2H); 2,9 (m, 4H); 6,7 à 7,7 (m,5H).

RMN ¹³C: 23,6 (q); 29,4 (t); 29,8 (t); 30,8 (t); 55,1 (s); 128,9 (d); 127,7 (d); 128,2 (d); 128,7 (d); 141,6 (s); 147,3 (s).

Masse: m/e 248 (M-NH₃) (18%); 205 (35%); 201 (100%); 187 (45%); 172 (8%); 141 (11%); 128 (13%); 115 (28%); 89 (12%); 45 (18%).

Diméthyl-2,2 phényl-3 (méthyl-2' dithiane-1',3')-3 aziridine 11.

Le méthyl-2 dithiane-1,3 a été préparé en utilisant le mode opératoire décrit par Seebach et Corey⁽⁷⁾

Les conditions expérimentales pour la préparation du carbanion du méthyl-2 dithiane-1,3 et l'addition de la 2H-azirine sur ce carbanion sont les mêmes que pour le dithiane-1,3. En partant de 0,0060 mole de méthyle-2 dithiane-1,3 (0,81g) et de 0,0069 mole de 2H-azirine (1,00 g) et après extraction et concentration sous pression réduite du brut réactionnel, on récupère 1,65g de liquide visqueux qu'on chromatographie sur une colonne de gel de silice. On récupère le produit solide **11** avec un rendement de 53% (Eluant: 25% éther, 75% éther de pétrole).

IR: 3300; 1450; 1375; 1240.

RMN ¹H: 0,8 (s,3H); 1,2 (s,1H); 1,66 (s,3H); 1,76 (s,3H); 2,0 (m,2H); 2,73 (m,4H); 7,16 (m,5H).

RMN ¹³ C:	21,6 (q); 24,8 (q); 27,3 (t); 27,7 (t); 28,1 (t); 28,7 (q); 30,9 (s); 41,7 (s); 55,2 (s); 56,9 (s); 127,4 (d); 127,6 (d); 128,0 (d); 128,8 (d); 129,5 (d); 140,0(s).
Masse:	m/e 279 (M ⁺) (43 %); 222 (37%); 204 (92%); 190 (50%); 173 (77%); 158 (76%); 147 (100%); 115 (94%); 77 (29%); 59 (65%).
Analyse:	C ₁₅ H ₂₁ N S ₂ , calc. % : C 64,47 ; H 7,57 ; N 5,01 ; S 22,94 tr. % : C 64,43 ; H 7,65 ; N 4,94 ; S 23,26
F:	121 - 122°C (Ether de pétrole)

Cyclohexyl -2 spiro phényl -3 (méthyl -2' dithiane -1', 3') -3 aziridine 12

L'addition de la 2H-azirine **2c** sur le carbanion du méthyl -2 dithiane -1,3 a été effectuée de la même manière que celle de la 2H-azirine **2b**. En partant de 0,0115 mole de méthyl -2 dithiane -1,3 (1,17g) et de 0,0125 mole de 2H-azirine (3,99g) et après extraction et concentration sous pression réduite du brut réactionnel, on récupère 5,20g d'un liquide visqueux qu'on chromatographie sur une colonne de gel de silice. On récupère le produit solide **12** avec un rendement de 55% (Eluant : 25% Ether, 75% Ether de pétrole).

IR:	3280; 3230; 1440; 1380; 1275; 1120.
RMN ¹ H:	0,57 (s, large, 1H); 1,41 (s, large, 10H); 1,77 (s, 3H); 2,03 (m, 2H); 2,77 (m, 4H); 7,47 (m, 5H) .
RMN ¹³ C:	25,0 (t, pic intense); 25,2 (t); 26,0 (t); 27,2 (t); 28,4 (t); 28,7 (q); 31,1 (t); 36,9 (t); 47,3 (s); 55,3 (s); 57,8 (s); 127,3 (d, pic intense); 127,9 (d); 128,8 (d); 129,2(d); 140,2 (s) .
Masse:	m/e 319 (M ⁺) (16%); 244 (82%); 222 (47%); 213 (50%); 202 (50%); 189 (38%); 184 (31%); 170 (32%); 133 (35%); 115 (73%); 104 (33%); 91 (30%); 77 (28%); 59 (46%); 41 (100%).
F:	103-104 °C (Ether de pétrole).

BIBLIOGRAPHIE

- 1) a) HASSNER, A. Small Ring Hétérocycles, Wiley, New York 1983, PP265-314
b) PADWA, A. Accounts chem. Research 1976, 9, 371-78
c) ANDERSON, D.J.; HASSNER, A. Synthesis 1975, 8, 483-95
- 2) KRYCZKA, B.; LAURENT A.; MARQUET B. Tetrahedron 1978, 34, 3291-98
- 3) HORTMAN, A.G.; JA-YOUNG-KOO J. org. chem. 1974, 39, 3781-83
- 4) LAURENT, A. Bull. soc. chem. Belg 1983, 92, 797-810

- 5) a) HENOCH, F.E.; HAMPTON, K.G.; HAUSER, C.R. *J. Amer. Chem. Soc.* 1969, 91, 676-81
b) JUNG, M.E.; BLAIR, P.A.; LOWE, J.A. *Tetrahedron Letters* 1976, 16, 1439-42
c) KOERON, W.G.; YFH, M.K. *J. Org. Chem.* 1976, 41, 439-42
- 6) COREY, E.J.; ENDERS, D. *Tetrahedron Letters* 1976, 1, 3-6
- 7) SEEBACH, D.; COREY, E.J. *J. Org. Chem.* 1975, 40, 231-37
- 8) BEN CHEIKH, R.; KALLEL, A. *Z. Kristallogr.* 1989, 189, 161-67
- 9) VYAS, D.M.; CHIANG, Y.; DOYLE, T.W. *Tetrahedron Letters* 1984, 5, 487-90
- 10) a) COREY, E.J.; ENDERS, D. *Chem. Ber.* 1978, 111, 1337-61
b) COREY, E. J.; ENDERS, D. *Ibid.* 1978, 111, 1362-83
- 11) LAURENT, A.; MISON, P.; NAFTI, A.; PELLISIER, N. *Tetrahedron* 1979, 35, 2285-92
- 12) NAIR, V. *J. Org. Chem.* 1968, 33, 2121-23
- 13) PARCELL, R.F. *Chem. Ind., (London)* 1963, 33, 1396-97
- 14) KARABATSOS, G.J.; TALLER, R.A. *Tetrahedron* 1968, 24, 3347-60
- 15) SATO, S. *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 1968, 41, 1440-44