



Реакция 1,3-диполярного циклоприсоединения 1-замещенных 3,3,3-трифторпропенов с *N*-оксидом этилцианокарбоксилата

Юрий Н. Маркитанов¹, Вадим М. Тимошенко¹*, Юрий Г. Шермолович¹

¹ Институт органической химии НАН Украины,

ул. Мурманская, 5, Киев 02660, Украина; e-mail: vadim@ioch.kiev.ua

Поступило 14.07.2017 Принято 14.09.2017



R = SO₂Me, S(O)(NCO₂Et)Me, SO₂NMe₂

Реакция 1,3-диполярного циклоприсоединения производных 3,3,3-трифторпропена, содержащих в положении 1 сульфонильный, сульфоксиминный или сульфамидный заместитель, с *N*-оксидом этилцианокарбоксилата, генерированным термически из этилоксиминохлороацетата, проходит с образованием изомерных 4(5)-замещенных этил-5(4)-(трифторметил)-4,5-дигидроизоксазол-3-карбоксилатов и этил-4-(трифторметил)изоксазол-3-карбоксилата.

Ключевые слова: изоксазол, нитрилоксид, сульфамид, сульфоксимин, сульфон, трифторметильная группа, цикло-присоединение.

Медицинские препараты на основе пятичленных гетероциклов со связью N–O (изоксазолов, изоксазолинов) обладают фунгицидной, противоопухолевой, противовирусной и другими видами биоактивности. В синтетической органической химии эти гетероциклы используются для получения разнообразных классов органических соединений.¹

Известно, что введение трифторметильной группы в молекулу гетероцикла существенно влияет на физикохимические и биологические свойства молекулы.² Комбинация же трифторметильного заместителя с такими фармакофорными группами, как сульфамидная либо сульфоксиминная, может привести к проявлению молекулой новых либо измененных биологических свойств, что перспективно при поиске лекарственных препаратов. Среди производных изоксазола, содержащих как фторалкильную группу, так и гетероатомный заместитель, известны только 3,5-диарил-4-трифлил-5-(трифторметил)-4,5-дигидроизоксазолы.³

В качестве метода синтеза производных изоксазола часто используются реакции диполярного циклоприсоединения олефинов, в том числе фторсодержащих, к нитронам (*N*-оксидам азометинов)⁴ и нитрилоксидам.⁵ Синтезированные нами недавно производные 3,3,3-трифторпропена, содержащие сульфонильную, иминосульфонильную или сульфамоильную группу, проявили высокую активность как диполярофилы в реакциях 1,3-диполярного циклоприсоединения к азометинилиду, что позволило получить новые типы производных пирролидина.^{6b}

В данной работе мы сообщаем о реакциях 1,3-диполярного циклоприсоединения производных 3,3,3-трифторпропена **1а–с**, содержащих сульфонильную, иминосульфонильную или сульфамоильную группу, к *N*-оксиду этилцианокарбоксилата (**3**).

Мы нашли, что олефины **1а–с** реагируют с нитрилоксидом **3**, генерированным *in situ* из хлороксима **2**, при кипячении в толуоле в течение 48 ч с образованием смеси производных 5-(трифторметил)изоксазолина **4а–с** и 4-(трифторметил)изоксазола **6**. Продукты реакций были выделены в индивидуальном состоянии колоночной хроматографией на силикагеле (схема 1, табл. 1).

Известно, что циклоприсоединение ароматических нитрилоксидов и диазоалканов к ациклическим винилсульфонам протекает региоселективно, при этом преимущественное образование того или иного региоизомера зависит от природы заместителя как в молекуле диполя, так и в молекуле диполярофила.⁷⁻¹⁰

В случае циклоприсоединения олефинов **1а,с** к нитрилоксиду **3** на начальных этапах реакции также образуется смесь региоизомерных циклоаддуктов – 5-(трифторметил)изоксазолинов **4а,с** и 4-(трифторметил)-





изоксазолинов 5а,с, о чем свидетельствует наличие двух сигналов трифторметильных групп в спектрах ЯМР ¹⁹F реакционных смесей при –79 и –65 м. д. соответственно. С увеличением времени реакции в спектрах ЯМР ¹⁹F реакционных смесей сигнал при -65 м. д., соответствующий изоксазолинам, исчезает и появляется сигнал при -58 м. д., относящийся к изоксазолу 6, который является продуктом элиминирования серосодержащего фрагмента. Подобная ароматизация цикла описана на примере элиминирования сульфиновой кислоты из 3-арил-5-сульфонил-3-фенил-4,5дигидроизоксазолов при действии основания.¹⁰ Следует отметить, что аналогичное элиминирование серосодержащего фрагмента из соединений 4а-с не происходит ни при нагревании, ни при действии оснований. Одной из возможных причин таких превращений может быть повышенная кислотность протона H-4 изоксазолов 5а-с, вызванная наличием электроноакцепторных групп, что облегчает отщепление метансульфиновой, метан(*N*-карбэтокси)имидосульфиновой или диметилсульфинаминовой кислоты из соединений 5а-с соответственно.

В результате циклоприсоединения олефина **1b**, содержащего хиральный серосодержащий заместитель – иминосульфонильную группу, наряду с продуктом элиминирования **6** образуется изоксазолин **4b**, который был выделен колоночной хроматографией на силикагеле в виде пары диастереомерных циклоаддуктов в соотношении 0.55:0.45, по данным спектроскопии ЯМР ¹⁹F (табл. 1). Из химии 1,3-диполярного циклоприсоединения дизамещенных олефинов к нитронам и нитрилоксидам известно, что стереохимия циклоаддуктов коррелирует с геометрией олефинов.^{4с} Исходя из того, что у использовавшихся производных 3,3,3-трифторпропена **1а–с** *E*-конфигурация, можно полагать, что заместители в положениях 4 и 5 изоксазолинов **4а–с** находятся в *транс*-положении друг к другу.

Строение соединений **4а–с** и **6** подтверждено данными спектроскопии ЯМР ¹H, АРТ ¹³С и ¹⁹F, а состав – данными масс-спектрометрии и элементного анализа. Так, в спектрах ЯМР ¹H 5-(трифторметил)изоксазолинов **4а,с** присутствуют характерные сигналы циклических протонов 4-СН и 5-СН, проявляющиеся в виде дублета (${}^{3}J_{\rm HH} = 4.0-4.8$ Гц) при ~5 м. д. и квартета дублетов (${}^{3}J_{\rm HF} = 6.2-6.6$, ${}^{3}J_{\rm HH} = 4.0-4.8$ Гц) при 5.47– 5.65 м. д. соответственно. В спектрах ЯМР ¹³С соеди-

Таблица	 Выходы 	соединений 4	а-сиб	
---------	----------------------------	--------------	-------	--

Исход ное соеди- нение	R	Продукт	Выход*, %	Выход соеди- нения 6 *, %	Соотно- шение** 4:6
1a	SO ₂ Me	4a	61	29	2:1
1b	S(O)(NCO ₂ Et)Me	4b***	42	42	1:1
1c	SO ₂ NMe ₂	4c	44	43	1:1

* Для выделенных веществ.

** По данным спектров ЯМР ¹⁹F реакционных смесей.

*** Смесь диастереомеров в соотношении 0.55:0.45 (по данным спектров ЯМР ¹⁹F).

нений **4а**,**с** сигналы атома углерода C-4 проявляются в виде синглетов в области 67–70 м. д., в то время как характеристичные сигналы атома углерода C-5 наблюдаются при 80–82 м. д. в виде квартетов (${}^{2}J_{CF} = 34-35$ Гц). В спектре ЯМР ¹Н 4-(трифторметил)изоксазола **6** наблюдается сигнал протона H-5 в виде квартета (${}^{4}J_{HF} = 1.0$ Гц) при 8.9 м. д., в спектре ЯМР ¹³С сигналы атомов углерода C-4 и C-5 проявляются в виде квартетов при 113.7 м. д. (${}^{2}J_{CF} = 40.2$ Гц) и 160.8 м. д. (${}^{3}J_{CF} = 4.5$ Гц) соответственно.

Полученные серосодержащие гетероциклы 4 могут быть использованы как исходные для получения других функционально замещенных производных изоксазола. Например, соединения 4а,с при действии боргидрида натрия в этаноле были превращены в соответствующие спирты 7а,с (схема 1), строение которых согласуется с данными спектроскопии ЯМР ¹Н и ¹³С. В спектрах ЯМР ¹Н соединений 7а,с появляются сигналы протонов метиленовой группы в виде синглета при 4.63 м. д. (соединение 7а) и как АВ система при 4.6 м. д. (соединение 7с), а сигналы атомов углерода групп CH₂ в спектрах ЯМР ¹³С находятся при 56 м. д.

Таким образом, в данном сообщении нами представлен общий подход к синтезу новых 5-(трифторметил)-4,5-дигидроизоксазолов, содержащих в положении 4 сульфонильную, сульфоксиминную или сульфамидную группу, с использованием препаративно доступных β-фторалкилвинилсульфонов, -сульфоксиминов и -сульфамидов.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР ¹H, АРТ ¹³C и ¹⁹F зарегистрированы на приборе Bruker Avance-400 (400, 100 и 376 МГц соответственно) в CDCl₃, внутренние стандарты: ТМС

для ядер ¹H, сигнал растворителя ($\delta_{\rm C}$ 77.2 м. д.) для ядер 13 С, C₆F₆ ($\delta_{\rm F}$ –162.9 м. д. относительно CFCl₃) для ядер ¹⁹ F. Масс-спектры зарегистрированы на приборе Agilent 1100 Series, оснащенном диодно-матричным и масс-селективным детектором Agilent LC/MSD SL, химическая ионизация при атмосферном давлении. Данные элементного анализа получены методом экспрессгравиметрии (С, Н), методом сожжения по Шёнигеру (S) и методом Дюма-Прегля (N). Все растворители предварительно высушены и перегнаны согласно стандартным методикам. Мониторинг реакций циклоприсоединения соединений 1а-с осуществлен методом спектроскопии ЯМР ¹⁹F реакционных смесей. Для колоночной хроматографии использован силикагель марки Merck 60 (70-230 мкм). Для тонкослойной хроматографии – пластины марки SUPELCO[®] Analytical, UV254.

Соединения **1а-с** получены по аналогии с опубликованным методом из соответствующих гидратов трифторметилкетонов.⁶ Соединение **2** синтезировано по описанной методике.¹¹

Получение производных 5-(трифторметил)-4,5дигидро-1,2-оксазола 4а-с и этилового эфира 4-(трифторметил)-1,2-оксазол-3-карбоновой кислоты (6) (общая методика). Раствор 5.00 ммоль производного 3,3,3-трифторпропена 1а-с и 0.76 г (5.00 ммоль) этил-2-(гидроксимино)-2-хлороацетата (2) в 20 мл РhМе кипятят в течение 48 ч. После 18 ч кипячения к раствору добавляют еще 0.19 г (1.25 ммоль, 0.25 экв.) хлороксима 2. Растворитель упаривают при пониженном давлении, маслянистый остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле.

Этиловый эфир 4-метансульфонил-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2-оксазол-3-карбоновой кислоты (4а). Выход 0.87 г (61%), желтое масло, $R_{\rm f}$ 0.7 (CCl₄– EtOAc, 2:1). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Гц): 1.42 (3H, т, ³J = 6.8, OCH₂C<u>H</u>₃); 3.32 (3H, c, SCH₃); 4.44 (2H, к, ³J = 6.8, OC<u>H</u>₂CH₃); 4.96 (1H, д, ³J = 4.8, 4-CH); 5.65 (1H, к. д, ³ $J_{\rm HF}$ = 6.2, ³J = 4.8, 5-CH). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д. (J, Гц): 14.0 (OCH₂C<u>H</u>₃); 42.9 (SCH₃); 63.8 (OC<u>H</u>₂CH₃); 70.4 (C-4); 80.5 (к, ² $J_{\rm CF}$ = 34.8, C-5); 122.0 (к, $J_{\rm CF}$ = 281.4, CF₃); 146.9 (C-3); 159.2 (C=O). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (J, Гц): -79.9 (3F, д, ³ $J_{\rm FH}$ = 6.2, CF₃). Масс-спектр, m/z: 290 [M+H]⁺. Найдено, %: C 33.31; H 3.40; N 4.84; S 11.07. C₈H₁₀F₃NO₅S. Вычислено, %: C 33.22; H 3.48; N 4.84; S 11.09.

Этиловый эфир 4-[S-метил-N-(этоксикарбонил)сульфонимидоил]-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2оксазол-3-карбоновой кислоты (4b). Выход 0.74 г (42%), желтое масло, *R*_f 0.6–0.7 (ССІ₄–ЕtОАс, 2:1). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (смесь двух диастереомеров в соотношении 0.55:0.45): 1.22–1.39 (6H, м, 2ОСН₂С<u>Н</u>₃); 3.24* (1.65H, с) и 3.25** (1.35H, с, SCH₃); 4.07–4.41 (5H, м, 4-CH, 2ОС<u>Н</u>₂CH₃); 5.31–5.34** (0.45H, м) и 5.43–5.46* (0.55H, м, 5-CH). Спектр ЯМР ¹³С, δ, м. д. (*J*, Гц): 14.1– 14.2 (2ОСН₂<u>C</u>H₃); 58.9 (О<u>С</u>H₂CH₃); 62.5 (SCH₃); 63.6** и 63.8* (O<u>C</u>H₂CH₃); 78.8** и 79.0* (C-4); 81.0** (к, ${}^{2}J_{CF} = 34.1$, C-5) и 81.2* (к, ${}^{2}J_{CF} = 34.0$, C-5); 122.3 (к, $J_{CF} = 281.0$, CF₃); 147.0** и 147.3* (C-3); 158.8** и 158.9* (C=O); 159.1 (C=O). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (*J*, Гц): -76.8** (1.35F, д, ${}^{3}J_{FH} = 10.4$) и -77.0* (1.65F, д, ${}^{3}J_{FH} = 9.8$, CF₃). Масс-спектр, *m/z*: 361 [M+H]⁺. Найдено, %: С 36.70; Н 4.18; N 7.78; S 8.88. С₁₁H₁₅F₃N₂O₆S. Вычислено, %: C 36.67; H 4.20; N 7.77; S 8.90.

Этиловый эфир 4-диметилсульфамоил-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2-оксазол-3-карбоновой кислоты (4c). Выход 0.69 г (44%), желтое масло, R_f 0.75 (CCl₄– EtOAc, 2:1). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Γ ц): 1.42 (3H, т, ${}^{3}J$ = 6.8, OCH₂CH₃); 2.95 (6H, c, N(CH₃)₂); 4.40 (2H, к, ${}^{3}J$ = 6.8, OCH₂CH₃); 4.98 (1H, д, ${}^{3}J$ = 4.0, 4-CH); 5.47 (1H, к. д, ${}^{3}J_{HF}$ = 6.6, ${}^{3}J$ = 4.0, 5-CH). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д. (J, Γ ц): 14.0 (OCH₂CH₃); 37.7 (N(CH₃)₂); 63.5 (OCH₂CH₃); 67.0 (C-4); 82.2 (к, ${}^{2}J_{CF}$ = 34.0, C-5); 122.0 (к, J_{CF} = 281.6, CF₃); 147.4 (C-3); 158.5 (C=O). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (J, Γ ц): -79.9 (3F, д, ${}^{3}J_{FH}$ = 6.6, CF₃). Масс-спектр, m/z: 319 [M+H]⁺. Найдено, %: C 34.00; H 4.05; N 8.84; S 10.04. C₉H₁₃F₃N₂O₅S. Вычислено, %: C 33.96; H 4.12; N 8.80; S 10.07.

Этиловый эфир 4-(трифторметил)-1,2-оксазол-3карбоновой кислоты (6). Выходы в табл. 1. Желтое масло, R_f 0.9 (CCl₄-EtOAc, 2:1). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (J, Γ ц): 1.42 (3H, т, ³J = 6.8, OCH₂C<u>H</u>₃); 4.48 (2H, к, ³J = 6.8, OC<u>H</u>₂CH₃); 8.86 (1H, к, ⁴ J_{HF} = 1.0, H-5). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д. (J, Γ ц): 14.0 (OCH₂C<u>H</u>₃); 63.2 (O<u>C</u>H₂CH₃); 113.7 (к, ² J_{CF} = 40.2, C-4); 120.2 (к, J_{CF} = 267.8, CF₃); 152.1 (к, ³ J_{CF} = 1.3, C-3); 157.7 (C=O); 160.8 (к, ³ J_{CF} = 4.5, C-5). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (J, Γ ц): -59.0 (3F, д, ⁴ J_{FH} = 1.0, CF₃). Масс-спектр, m/z: 210 [M+H]⁺. Найдено, %: C 40.27; H 2.86; N 6.74. C₇H₆F₃NO₃. Вычислено, %: C 40.20; H 2.89; N 6.70.

Получение производных 3-гидроксиметил-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2-оксазола 7а,с (общая методика). К раствору 1 ммоль 4,5-дигидроизоксазола 4а,с в 15 мл EtOH при охлаждении на водяной бане и перемешивании добавляют 53 мг (1.4 ммоль) NaBH₄ (наблюдается выделение газа) и смесь перемешивают при комнатной температуре в течение 24 ч. Затем растворитель упаривают при пониженном давлении до образования маслянистого остатка, который обрабатывают 5 мл насыщенного водного раствора NH₄Cl и экстрагируют Et₂O (2×5 мл). Объединенные эфирные экстракты сушат над Na₂SO₄, растворитель упаривают досуха, получая в остатке спектроскопически чистые соединения 7а,с.

[4-Метансульфонил-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2-оксазол-3-ил]метанол (7а). Выход 0.27 г (92%), желтое масло. Спектр ЯМР ¹Н, δ , м. д. (J, Γ ц): 3.07 (3H, с, SCH₃); 4.63 (2H, с, CH₂); 4.98 (1H, д, ${}^{3}J$ = 4.4, 4-CH); 5.33 (1H, к. д, ${}^{3}J_{\rm HF}$ = 6.4, ${}^{3}J$ = 4.4, 5-CH). Спектр ЯМР ¹³С, δ , м. д. (J, Γ ц): 40.0 (SCH₃); 56.3 (CH₂); 72.0 (C-4); 78.9 (к, ${}^{2}J_{\rm CF}$ = 34.6, C-5); 121.2 (к, $J_{\rm CF}$ = 282.2, CF₃); 153.7 (C-3). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (J, Γ ц): –79.9 (3F, д, ${}^{3}J_{\rm FH}$ = 6.4, CF₃). Масс-спектр, m/z: 248 [M+H]⁺. Найдено, %: C 29.20; H 3.20; N 5.68; S 12.91. C₆H₈F₃NO₄S. Вычислено, %: C 29.15; H 3.26; N 5.67; S 12.97.

^{*} Сигналы основного изомера.

^{**} Сигналы минорного изомера.

Диметиламид 3-гидроксиметил-5-(трифторметил)-4,5-дигидро-1,2-оксазол-4-сульфоновой кислоты (7с). Выход 0.24 г (87%), желтое масло. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Гц): 2.99 (6H, с, N(CH₃)₂); 4.61 (1H, AB система, ³*J*_{AB} = 14.3) и 4.67 (1H, AB система, ³*J*_{AB} = 14.3, CH₂); 4.86 (1H, уш. с, OH); 4.99 (1H, д, ³*J* = 3.7, 4-CH); 5.12 (1H, к. д, ³*J*_{HF} = 6.0, ³*J* = 3.7, 5-CH). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д. (*J*, Гц): 38.0 (N(CH₃)₂); 56.6 (CH₂); 68.9 (C-4); 79.2 (к, ²*J*_{CF} = 33.7, C-5); 121.5 (к, *J*_{CF} = 282.5, CF₃); 154.1 (C-3). Спектр ЯМР ¹⁹F, δ , м. д. (*J*, Гц): –79.9 (3F, д, ³*J*_{FH} = 6.0, CF₃). Масс-спектр, *m/z*: 277 [M+H]⁺. Найдено, %: С 30.50; H 4.00; N 10.17; S 11.69. C₇H₁₁F₃N₂O₄S. Вычислено, %: С 30.44; H 4.01; N 10.14; S 11.61.

Список литературы

- (a) Kaur, K.; Kumar, V.; Kumar Sharma, A.; Kumar Gupta, G. Eur. J. Med. Chem. 2014, 77, 121. (b) Galenko, A. V.; Khlebnikov, A. F.; Novikov, M. S.; Pakalnis, V. V.; Rostovskii, N. V. Russ. Chem. Rev. 2015, 84, 335. [Vcnexu xumuu 2015, 84, 335.] (c) Kirk, K. L. In Fluorinated Heterocyclic Compounds: Synthesis, Chemistry and Applications; Petrov, C. A., Ed.; Springer-Verlag: Berlin Heidelberg, 2009, p. 91.
- (a) Gakh, A. A.; Shermolovich, Yu. G. Curr. Top. Med. Chem. 2014, 14, 952. (b) Hagmann, W. K. J. Med. Chem. 2008, 51, 4359. (c) Prakash, G. K. S.; Chacko, S. Curr. Opin. Drug Discovery Dev. 2008, 11, 793. (d) Müller, K.; Faeh, C.; Diederich, F. Science 2007, 317, 1881.
- Kawai, H.; Sugita, Y.; Tokunaga, E.; Sato, H.; Shiro, M.; Shibata, N. *ChemistryOpen* 2014, *3*, 14.

- (a) Bravo, P.; Bruche, L.; Farina, A.; Fronza, G.; Meille, S. V.; Merli, A. *Tetrahedron: Asymmetry* 1993, 4, 2131. (b) Tsuge, H.; Okano T.; Eguchi, S. J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1 1995, 2761. (c) Tsuge, H.; Okano T.; Eguchi, S.; Kimoto, H. J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1 1997, 1581. (d) Hang, X. C.; Chen Q. Y.; Xiao, J. C. Synlett 2008, 1989. (e) Yang, X.; Cheng, F.; Kou, Y. D.; Pang, S.; Shen, Y. C.; Huang, Y. Y.; Shibata, N. Angew. Chem., Int. Ed. 2013, 56, 1510. (f) Falkowska, E.; Laurent, M. Y.; Tognetti, V.; Joubert, L.; Jubault, P.; Bouillon, J.-P.; Pannecoucke, X. Tetrahedron 2015, 71, 8067.
- Hilpert, H.; Guba, W.; Woltering, T. J.; Wostl, W.; Pinard, E.; Mauser, H.; Mayweg, A. V.; Rogers-Evans, M.; Humm, R.; Krummenacher, D.; Muser, T.; Schnider, C.; Jacobsen, H.; Ozmen, L.; Bergadano, A.; Banner, D. W.; Hochstrasser, R.; Kuglstatter, A.; David-Pierson, P.; Fischer, H.; Polara, A.; Narquizian, R. J. Med. Chem. 2013, 56, 3980.
- 6. (a) Nickson, T. E. J. Org. Chem. 1988, 53, 3870.
 (b) Markitanov, Y. N.; Timoshenko, V. M.; Shermolovich, Y. G.; Mykhalchuk, V. L.; Grafova, I. A.; Grafov, A. V. Chem. Heterocycl. Compd. 2016, 52, 503. [Химия гетероцикл. соединений 2016, 52, 503.]
- Parham, W. E.; Blake, F. D.; Theissen, D. R. J. Org. Chem. 1962, 27, 2415.
- Houk, K. N.; Chang, Y.-M.; Strozier, R. W.; Caramella, P. *Heterocycles* 1977, 7, 793.
- De Benedetti, P. G.; Quartieri, S.; Rastelli, A.; De Amici, M.; De Micheli, C.; Gandolfi, R.; Gariboldi, P. J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2 1982, 95.
- Caramella, P.; Albini, E.; Bandiera, T.; Corsico-Coda, A.; Grunanager, P.; Albini, F. M. *Tetrahedron* **1983**, *39*, 689.
- 11. Kozikowsky, A. P.; Adamczyk, M. J. Org. Chem. 1983, 48, 366.