

有機セレン化合物の特性を利用する新しい反応

阿部 仁

Novel Reactions Using Organoselenium Compounds

Hitoshi ABE

*Graduate School of Natural Science and Technology, Okayama University,
3-1-1 Tsushimanaka, Okayama 700-8530, Japan*

(Received March 10, 2003)

Organoselenium compounds are important tools in the field of synthetic chemistry because their specific reactivities have been used as the key reactions in the synthesis of various organic compounds. Nucleophilic organoselenium reagents are frequently utilized to introduce a selenium atom into organic molecules. However, there is no method available for the direct transformation of a hydroxy group into a selenanyl group, except for the Grieco–Nishizawa reaction. In this review, novel methods for the conversion of alcohols into selenides in one step are described: both selenolate-aluminum chloride and TMSSePh-aluminum bromide are effective reagent systems for this transformation. Although benzylic alcohols could be efficiently converted to the corresponding selenides, these reagent systems were not applicable to non-benzylic alcohols. On the other hand, the reaction of cinnamyl alcohol with TMSSePh-aluminum bromide afforded 4-phenylselenochroman as a main product. The scope and limitations of this selenochroman formation were investigated using several types of allyl alcohols. To clarify the reaction path, the reaction of cinnamyl phenyl selenide with aluminum bromide was carried out. As expected, 4-phenylselenochroman was obtained in high yield. The transformation of various cinnamyl selenides was also successful in generating the corresponding selenochroman derivatives. Consequently, we developed a novel method for selenochroman synthesis.

Key words—selenide; selenochroman; Lewis acid; substitution reaction; benzyl alcohol

1. はじめに

セレン原子を含む化合物は特徴的な反応性を有していることから、古くより有機合成反応に利用されてきた。^{1–4)} 例えば、二酸化セレンは、アリル位の酸化に威力を発揮するほか、ケトンの α 位に酸素原子を導入する際にもしばしば用いられる。^{5,6)} さらに最近では、過酸との組み合わせによる Baeyer–Villiger 型の反応も報告されており、その用途は広汎に亘る。⁷⁾ セレン金属そのものについても、種々の有機金属試薬との反応が知られており、有機セレン化合物の一般的な合成法となっている。⁸⁾

これら無機セレン試薬とは別に有機セレン化合物の反応はさらに重要である。セレンは同族の硫黄と比較して、元素としての物理化学的性質は類似して

いるものの、セレンの関与する結合エネルギーは硫黄の場合よりも弱いことが知られている。⁹⁾ したがって、有機セレン化合物は一般に緩和な反応条件下で結合の切断が起こる。この性質をうまく利用して、セレノキシドの β -脱離反応やセレン–炭素結合のラジカル開裂反応を容易に進行させることができる。このような優れた反応性を合成計画に組み込むことにより、多くの有用分子の合成が達成されてきている。さらに最近では、光学活性な有機セレン化合物を用いた不斉反応も報告されており、有機セレン化合物の用途はますます増大しつつある。^{10–18)}

このような状況を考えると、有機分子にセレン原子を導入する新たな方法を開発することは重要なテーマと言えよう。本総説においては、最近著者らが行った、セレン求核剤–Lewis酸組み合わせによるセレン導入反応について述べる。

また、セレン原子を環内に有する複素環化合物は興味深い化合物群である。特に、材料科学の分野では、超伝導やフォトクロミズム等の物性を対象とし

岡山大学大学院自然科学研究科 (〒700-8530 岡山市津島中 3-1-1)

e-mail: abe@pheasant.pharm.okayama-u.ac.jp

*本総説は、平成 14 年度日本薬学会中国四国支部学術奨励賞の受賞を記念して記述したものである。

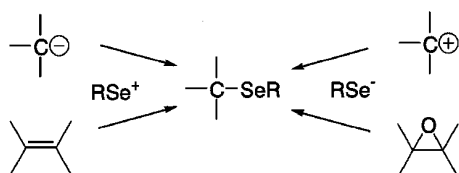
た研究が精力的に行われている。一方、医薬への適用という観点からは、セレンそのものの毒性が懸念されるあまりに、ほとんど興味の対象外であった。しかし近年、含セレン複素環化合物の中に、顕著な生物活性を有するものが見い出され、薬学分野でもこれら化合物群があらためて注目され始めている。¹⁹⁻²¹⁾ しかしながら、含セレン複素環化合物の合成法はごく限られたものしか知られておらず、さらなる展開が必要な研究分野である。本稿では、最近著者らが開発したセレンクロマン合成法に関しての概略を述べる。

2. 水酸基からセレニドへの変換反応

有機セレン化合物の合成法としては、セレネニルハライド、ジセレニド、セレノシアナートやセレノフタルイミドなどのような親電子セレン試薬、あるいはセレノールやセレノラートアニオンのようなセレン求核剤を用いるのが一般的である (Scheme 1)。このうち、セレン求核試薬はそのもの自身が酸化を受けやすく、多くの場合、用時調製が必要であり若干取り扱いにくい。

それにもかかわらず、現在までにセレン求核剤を用いる反応例が多数知られている。例えば、アルキルハライドへの置換反応、環状エーテルやエステル炭素-酸素結合開裂反応、エノンへの共役付加反応、ジセレノアセタール化反応等が報告されている。²²⁻³²⁾ 中でも、水酸基からセレニドへの直接変換は、合成上極めて重要な反応である。アリールセレノシアネート/トリブチルホスフィンによるこの変換反応は Grieco-西沢法として広く用いられている。後にセレノフタルイミドやセレノコハク酸イミドを用いる変法が開発されたものの、基本的には、Grieco-西沢法以外に水酸基をセレニドへ変換する方法は知られていない (Scheme 2)。³³⁻³⁵⁾

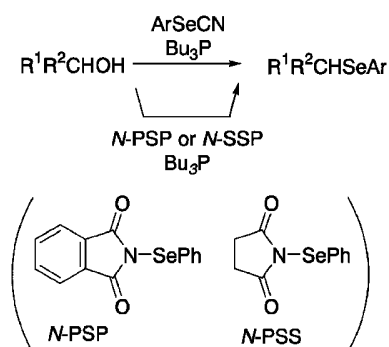
そこで著者は、異なる手法によるこの変換反応を探索すべく検討を行った。



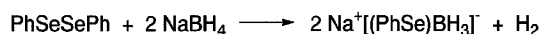
Scheme 1. Preparation of Selenide

2-1. セレノラートアニオン-ルイス酸系によるセレニド合成³⁶⁾ 有機ジセレニドを還元的に処理すれば、セレノラートアニオンが発生することが知られている。例えば、ジフェニルジセレニドに水素化ホウ素ナトリウムを加えると、セレニド-ボラン複合体が形成される (Scheme 3)。^{22, 37)} 著者はこの方法によりセレン求核種を発生させ、ルイス酸存在下で各種アルコール類との反応を検討した。

予試験の結果、溶媒としてはアセトニトリル、ルイス酸としては塩化アルミニウムが最適であることをつかんだので、これらを用いて以下検討した。Table 1 ではまずベンジルアルコール類との反応を試みた。ジフェニルジセレニドを用いて、無置換のベンジルアルコールとの反応において、各試薬との

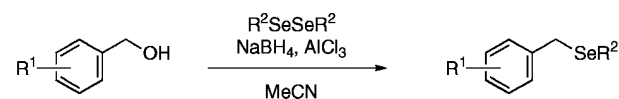


Scheme 2. Transformation of Hydroxy Group into Selenide



Scheme 3. Preparation of Boron Selenate

Table 1. Reaction of Primary Benzyl Alcohols with R²SeSeR²-NaBH₄-AlCl₃ System



Entry	R ¹	R ²	NaBH ₄ (mol eq)	AlCl ₃ (mol eq)	Yield (%)
1	H	Ph	1.3	10	6
2	H	Ph	10	1.3	0
3	H	Ph	10	10	40
4	<i>p</i> -OMe	Ph	10	10	74
5	<i>m</i> -OMe	Ph	10	10	36
6	<i>p</i> -Cl	Ph	10	10	38
7	<i>p</i> -Me	Ph	10	10	44
8	H	Me	10	10	42
9	<i>p</i> -OMe	Me	10	10	62
10	<i>p</i> -OMe	Me	10	10	63
11	<i>p</i> -Me	Me	12	10	80

等量関係を検討した。その結果、還元剤、ルイス酸ともに大過剰量が必要であることが分かった (entries 1—3)。得られた反応条件を使って、置換ベンジルアルコール類との反応を行ったところ、中程度の収率でベンジルセレニド体が生じた (entries 4—7)。一方、ジセレニドとしてジメチルジセレニドを用いた際にも、同様の条件下でメチルセレニド体が生じたが、その収率はフェニルセレニド体の時よりもわずかに良好であった (entries 8—11)。

次に、異なるタイプのアルコール類に対してメチルセレニドへの変換を試みた (Table 2)。ベンジル位の二級アルコールに対しては良好な結果を示したものの (entries 1,2)、三級アルコールに対しては限られた基質にのみ適用可能であった (entries 3, 4)。また、ベンジル位以外の基質では目的とするセレニドは得られなかった (entries 5, 6)。

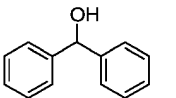
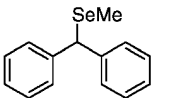
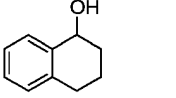
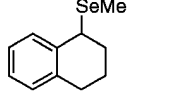
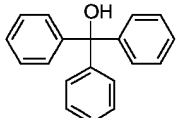
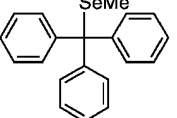
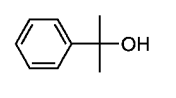
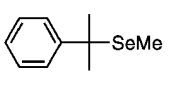
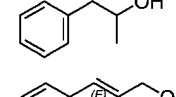
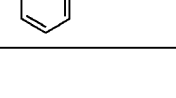
また、本反応条件は非常に強い還元条件下に置かれているために、カルボニル化合物からセレニドへの還元的セレノ化反応が可能であった (Scheme 4)。過去に Hevesi らは、メチルセレノールと塩化

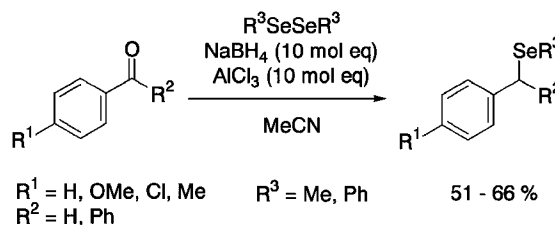
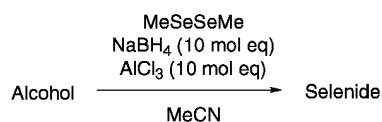
亜鉛による同様の変換反応を報告している。³¹⁾ 彼らはその反応機構をいったんセレノアセタール化を経てから炭素-セレン結合が開裂するものと考えている。今回の著者らの系では、セレノアセタール体が検出されないことや、ベンジルアルコール体が回収されていることなどから、まずカルボニル基がアルコールへ還元された後に、セレン基への置換反応が進行しているものとする。

以上のように、ルイス酸とセレン求核剤の組み合わせにより酸素-炭素結合の開裂を伴いながら、セレニドの合成が可能であることが分かった。一方、野出、藤田ら³⁸⁾により、チオールと塩化アルミニウムによりメチルエーテルが容易に開裂することが報告されているが、セレノラート求核剤ではメチルエーテルの切断は見られなかった (Table 1)。著者らの反応系を用いて、数種のエーテル類との反応を検討したところ、エーテル結合の開裂反応は観察されなかった。ただ、例外的にテトラヒドロフラン環はこの条件下で開裂しセレニド体が生成した (Scheme 5)。

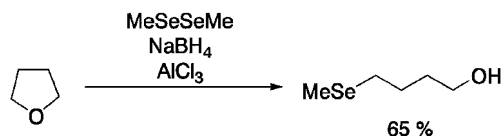
2-2. シリルセレニド-ルイス酸系によるセレニド合成³⁹⁾ 前節では、塩化アルミニウム存在下でジセレニドと水素化ホウ素ナトリウムから製したセレノラートを用いれば、ベンジル位水酸基をセレニドへと変換できることを明らかとした。しかしこの方法は、反応系内が強い還元的条件であることに加え、大過剰の試薬が必要である点で実用性に欠ける。そこで、セレン求核剤としてシリルセレニドを使えば、その欠点を克服できると考え、以下検討を

Table 2. Reaction of Various Alcohols with the Methyl Selenolate Anion

Entry	Alcohol	Product	Yield (%)
1			72
2			74
3			67
4			30
5		—	0
6		—	0

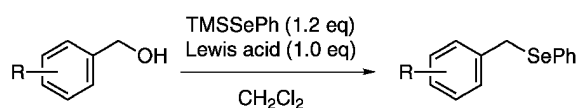


Scheme 4. Transformation of Carbonyl Group into Selenide



Scheme 5. Reaction of THF with Selenolate

Table 3. Reaction of Primary Benzyl Alcohols with TMSsePh



Entry	R	Lewis acid	Yield (%)
1	H	ZnI ₂	29
2	H	BF ₃ ·OEt ₂	0
3	H	TiCl ₄	52
4	H	Al(O ^{<i>i</i>} Pr) ₃	0
5	H	AlF ₃	0
6	H	AlCl ₃	46
7	H	AlBr ₃	70
8	<i>p</i> -OMe	AlBr ₃	75
9	<i>m</i> -OMe	AlBr ₃	50
10	<i>o</i> -OMe	AlBr ₃	53
11	<i>p</i> -Me	AlBr ₃	60
12	<i>p</i> -Cl	AlBr ₃	64
13	<i>p</i> -CO ₂ Me	AlBr ₃	0

行った。

トリメチルシリルフェニルセレニド (TMSsePh) は、市販品も利用可能だが、園田らの簡易合成法により調製するのが便利である。⁴⁰⁾

まず、ベンジルアルコールを用いて、本反応に対するルイス酸の影響を検討したところ、臭化アルミニウムを1等量用いた場合に最も良好な結果を得た (Table 3, entries 1–7)。この条件により、各種置換ベンジルアルコール類との反応を行い、ほぼ良好な収率で対応するセレニド体を得られた (entries 8–12)。しかしながら、電子吸引性基を置換基に持つ基質では反応が進行しなかった (entry 13)。

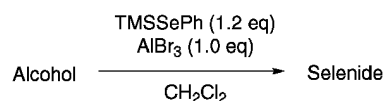
次に本反応系を数種のアアルコール類への適用を試みた (Table 4)。この系においてもベンジル位の水酸基は速やかにセレニドへと変換されたが (entries 1–3)、非ベンジル位水酸基には適用できなかった (entry 4)。また、けい皮アルコールとの反応では、対応するセレニドではなく、セレノクロマン体が予想外の生成物として得られた (後述)。

TMSsePh の代わりに、TMSseMe を用いた場合には反応はクリーンではなく、良い結果を与えなかった (Scheme 6)。

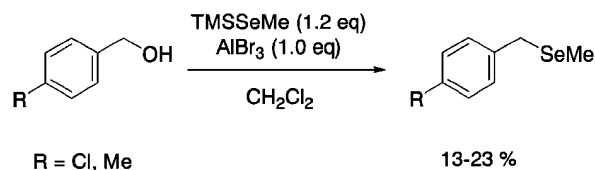
3. セレノクロマン類の簡便合成

含セレン複素環化合物は、同族の硫黄アナログとは異なる化学的挙動を示すことが知られている。また、先に述べたように、近年、含セレン複素環化合物の生物活性についても興味を持たれている。しか

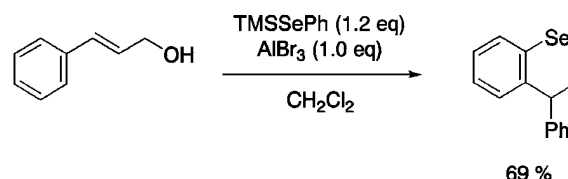
Table 4. Reaction of Various Alcohols with TMSsePh



Entry	Alcohol	Product	Yield (%)
1			69
2			85
3			71
4		—	0



Scheme 6. Reaction with TMSseMe



Scheme 7. Reaction of Cinnamyl Alcohol with TMSsePh

しながら、それら化合物の一般合成法についての研究はそれほど多くなされていない。^{41–48)}そこで著者は、セレノクロマン類の簡便合成法の開発を目指して以下の検討を行った。

3-1. アリルアルコール類からの合成⁴⁹⁾ 臭化アルミニウム存在下で、けい皮アルコールを TMSsePh と反応させた際、期待したセレニドは生成せず、4-フェニルセレノクロマンが生じた (Scheme 7)。

本反応が一般化できれば、セレノクロマン類の合成法として有用であるので、数種のけい皮アルコー

Table 5. One-Pot Synthesis of Selenochroman Derivatives from Allyl Alcohols

Entry	Substrate	Product	Yield (%)
1			69
2			38
3			41
4			85
5			61
6			72
7			64

Entry	Substrate	Product	Yield (%)
8			13
9		—	0
10			58
11			27

ル類との反応を検討した (Table 5)。

シンナミルアルコール型の基質との反応においては、オレフィン部の *E*, *Z* にかかわらずセレンクロマン体が得られた (entries 2, 6, 7)。水酸基の位置の異なる 1-フェニル-2-プロペン-1-オールとの反応でも、けい皮アルコールからのものと同じ成績体得られた (entry 3)。これは、中間体としてシンナミルセレニドを経由していることを示唆している。また、芳香環上の置換基の位置によって反応性が大きく異なることも分かった (entries 8–10)。また、非シンナミル型アルコールとしてプレニルアルコールとの反応を検討したところ、低収率ではあるが、セレンクロマン体が生じた (entry 11)。

以上のように、この反応系では、基質に制限があ

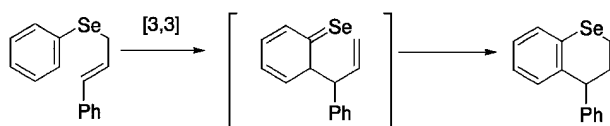
るもののアリルアルコール型原料から one-pot でセレンクロマン誘導体を合成することができた。

3-2. Allyl Aryl Selenide からセレンクロマン誘導体への変換⁵⁰⁾ 前節の結果より、シンナミルセレニドよりセレンクロマン体が合成されることが示唆されたので、いくつかのアリルセレニド体を基質としてルイス酸存在下での反応を検討した (Table 6)。

まず、シンナミルフェニルセレニドを種々のルイス酸を用いて処理したところ、ジクロロメタン中、臭化アルミニウムを用いた場合に、最も良好にセレンクロマン体が生じることが分かった。この反応条件下で数種のアリルフェニルセレニド類との反応を検討した。一般的にシンナミルフェニルセレニド型の基質に対してはセレンクロマンを与えた。また、非シンナミル型の基質についても反応性は低下するものの、セレンクロマン環を形成した。しかし、単純なアリルセレニド体では反応が進行しなかった。一方、シンナミル部の置換基の位置によって、大きく反応性に違いがあることも分かった。この反応性

Table 6. Selenochroman Synthesis from Allyl Phenyl Selenide

Allyl phenyl selenide		$\xrightarrow{\text{AlBr}_3}$	selenochroman	
Entry	Substrate	Product	Yield (%)	
1			75	
2			92	
3			94	
4			71	
5			85	
6			67	
7			49	
8			58	
9		—	0	
10			68	
11			43	
12		—	0	



Scheme 8. [3,3]-Sigmatropy Mechanism

の違いについての理由は明らかではない。

次に、この反応の反応機構について考察した。当初、著者はこの反応が [3,3]-シグマトロピー転位を經由し進行するものと考えた (Scheme 8)。しかし、アリルフェニルセレニドの [3,3]-シグマトロピー転位については、既に Kataev らにより報告されており、これによると、キノリン還流温度でアリルフェニルセレニドは [3,3]-シグマトロピー転位を起こし、セレンケトンを生じた後、セレンールの

環化により、五員環成績体を与えるとされている。^{51,52)} 著者の結果では、単純なアリルフェニルセレニドの反応は進行せず、さらに五員環成績体も観察されないことから、[3,3]-シグマトロピー転位以外の機構で進行していることが強く示唆された。しかし、反応機構の詳細は明らかではなく、今後、さらなる検討が必要である。

4. まとめ

本研究では、セレン求核剤とルイス酸を組み合わせることにより、ベンジル位水酸基を直接セレニドへと変換する手法を提案した。適用できる基質には制限があるものの、操作が極めて簡便であり使いやすい方法であると考えている。

また、セレン複素環化合物の合成法はあまり知られていない中で、今回、セレンクロマン類の一般的な合成法を示すことができた。

いずれの反応も、反応機構等において、まだまだ解明されるべき点が多く残っており、今後の検討課題としたい。

謝辞 本研究を行うにあたり、終始ご支援を賜りました岡山大学薬学部、原山尚教授に深く感謝いたします。また多くの貴重なご助言をいただいた同、竹内靖雄助教授に厚くお礼申し上げます。さらに実験に協力いただいた藤井博教修士、山崎明修士並びに小柴奈都子修士に感謝いたします。

REFERENCES

- 1) Paulmier C., "Selenium Reagents and Intermediates in Organic Synthesis," Pergamon Press, Oxford, 1986.
- 2) Liotta D., *Acc. Chem. Res.*, **17**, 28-34 (1984).
- 3) Reich H., *Acc. Chem. Res.*, **12**, 22-30 (1979).
- 4) Clive D. J. L., *Tetrahedron*, **34**, 1049-1132 (1978).
- 5) Bulman Page P. C., McCarthy T. J., "Comprehensive Organic Synthesis," Vol. 7, ed. by Trost B. R., Pergamon Press, Oxford, 1991, pp. 83-117.
- 6) Buckle D. R., Pinto I. L., "Comprehensive Organic Synthesis," Vol. 7, ed. by Trost B. R., Pergamon Press, Oxford, 1991, pp. 119-149.
- 7) Nishioka H., Katsuno K., Fujii M., Nishita Y., Koshihara N., Harayama T., *Yakugaku Zasshi*, **119**, 519-528 (1999).
- 8) Tomoda S., "Heterogenso no Yukikagaku," eds. by Inamoto N., Oishi T., Sonoda N., Tomoda S., Kagaku-dojin, Kyoto, 1988, pp. 79-87.
- 9) Tomoda S., Iwaoka M., "Jikkenkagaku-kouza," 4th ed. Vol. 24, ed. by Iguchi H., Maruzen, Tokyo, 1992, pp. 419-443.
- 10) Davis F. A., Stringer O. D., McCauley J. P., *Tetrahedron*, **41**, 4747-4757 (1985).
- 11) Komatsu N., Nishibayashi Y., Uemura S., *Tetrahedron Lett.*, **34**, 2339-2342 (1993).
- 12) Nishibayashi Y., Chiba T., Ohe K., Uemura S., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1243-1244 (1995).
- 13) Nishibayashi Y., Ohe K., Uemura S., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1245-1246 (1995).
- 14) Nishibayashi Y., Shingh J. D., Fukuzawa S., Uemura S., *J. Org. Chem.*, **60**, 4114-4120 (1995).
- 15) Komatsu N., Uemura S., *J. Synth. Org. Chem. Jpn.*, **53**, 268-274 (1995).
- 16) Reich H. J., Yelm K. E., *J. Org. Chem.*, **56**, 5672-5679 (1991).
- 17) Davis F. A., Reddy R. T., *J. Org. Chem.*, **57**, 2599-2606 (1992).
- 18) Fukuzawa S., Tsudzuki K., *Tetrahedron: Asymmetry*, **6**, 1039-1042 (1995).
- 19) Schiesser C. H., Zheng S.-L., *Tetrahedron Lett.*, **40**, 5095-5098 (1999).
- 20) Kirsi J. J., North J. A., McKernan P. A., Murray B. K., Canonico P. G., Huggins J. W., Srivastava P. C., Robins R. K., *Antimicrob. Agents Chemother.*, **24**, 353-361 (1983).
- 21) *Drugs Fut.*, **20**, 1057-1058 (1995).
- 22) Liotta D., Sunay U., Santiesteben H., Markiewicz W., *J. Org. Chem.*, **46**, 2605-2610 (1981).
- 23) Kozikowski A. P., Ames A., *Tetrahedron*, **41**, 4821-4834 (1985).
- 24) Miyoshi N., Hatayama Y., Ryu I., Kambe N., Murai T., Murai S., Sonoda N., *Synthesis*, 175-178 (1988).
- 25) Miyoshi N., Kondo K., Murai S., Sonoda N., *Chem. Lett.*, 909-912 (1979).
- 26) Ahmad R., Saa J. M., Cava M. P., *J. Org. Chem.*, **42**, 1228-1230 (1977).
- 27) Evers M., Christiaens L., *Tetrahedron Lett.*, **24**, 377-380 (1983).
- 28) Suzuki M., Kawagishi T., Noyori R., *Tetrahedron Lett.*, **22**, 1809-1812 (1981).
- 29) Ikeuchi Y., Tanaka K., Chen X., Yoneda F., *Chem. Pharm. Bull.*, **40**, 282-284 (1992).
- 30) Clarebeau M., Cravador A., Dumont W., Hevesi L., Krief A., Lucchetti J., Van Ende D., *Tetrahedron*, **41**, 4793-4812 (1985).
- 31) Cravador A., Krief A., Hevesi L., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 451 (1980).
- 32) Dumont W., Krief A., *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.*, **16**, 540-541 (1976).
- 33) Grieco P. A., Gilman S., Nishizawa M., *J. Org. Chem.*, **41**, 1485-1486 (1976).
- 34) Nicolaou K. C., Petasis N. A., Claremon D. A., *Tetrahedron*, **41**, 4835-4841 (1985).
- 35) Back T. G., McPhee D. J., *J. Org. Chem.*, **49**, 3842-3843 (1984).
- 36) Abe H., Yamasaki A., Fujii H., Harayama T., *Chem. Pharm. Bull.*, **44**, 2223-2226 (1996).
- 37) Liotta D., Markiewicz W., Santiesteben H., *Tetrahedron Lett.*, 4365-4368 (1977).

- 38) Node M., Nishide K., Sai M., Ichikawa K., Fuji K., Fujita E., *Chem. Lett.*, 97–98 (1979).
- 39) Abe H., Yamasaki A., Harayama T., *Chem. Pharm. Bull.*, **46**, 1311–1313 (1998).
- 40) Miyoshi N., Ishii H., Kondo K., Murai S., Sonoda N., *Synthesis*, 300–301 (1979).
- 41) Hori M., Kataoka T., Shimizu H., Tsutsumi K., Imaoka S., *Heterocycles*, **26**, 2365–2368 (1987).
- 42) Tadino A., Christiaens L., Renson M., *Bull. Soc. Roy. Sci. Liege.*, **42**, 129–145 (1973).
- 43) Bellinger N., Cagniant P., Cagniant D., Renson M., *Bull. Soc. Chim. Fr.*, **7**, 2689–2699 (1971).
- 44) Luxen A. J., Christiaens L. E. E., Renson M. J., *J. Organometal. Chem.*, **287**, 81–85 (1985).
- 45) Sashida H., *Synthesis*, 745–748 (1998).
- 46) Lamaire C., Luxen A., Christiaens L., Guillaume M., *J. Heterocycl. Chem.*, **20**, 811–812 (1983).
- 47) Wadsworth D. H., Detty M. R., *J. Org. Chem.*, **45**, 4611–4615 (1980).
- 48) Detty M. R., Murray B. J., *J. Am. Chem. Soc.*, **105**, 883–890 (1983).
- 49) Abe H., Yamasaki A., Koshihara N., Takeuchi Y., Harayama T., *Chem. Pharm. Bull.*, **49**, 1223–1225 (2001).
- 50) Abe H., Koshihara N., Yamasaki A., Harayama T., *Heterocycles*, **51**, 2301–2304 (1999).
- 51) Kataev E. G., Chmutova G. A., Musina A. A., Anatas'eva A. P., *Zh. Org. Khim.*, **3**, 597–598 (1967).
- 52) Vallée Y., Worrell M., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1680–1681 (1992).