

## Note

### Synthese tensioaktiver 3-*O*-Alkyl- $\alpha$ -D-glucopyranosylfluoride und 6-*O*-Alkyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluoride\*

Ralf Miethchen<sup>†</sup>, Torsten Gabriel, Dietmar Peters, Jens Holz,  
Universität Rostock, Fachbereich Chemie, Buchbinderstraße 9, D-2500 Rostock (Deutschland)

und Manfred Michalik

Bereich Komplexkatalyse des Zentralinstituts für Organische Chemie, Buchbinderstraße 5-6, D-2500 Rostock (Deutschland)

(Eingegangen am 6. Juni 1990; angenommen am 23. August 1990)

Synthese und Reaktionsverhalten von amphiphilen Glycosylfluoriden wurden bisher kaum untersucht (vgl. Übersichten in Zit. 1). Derartige Verbindungen sind potentielle Glycosyldonatoren bzw. Synthons zum Aufbau amphiphiler Folgeprodukte. Wir beschrieben kürzlich die Synthese von 3-*O*-Alkyl- $\alpha$ -D-glucopyranosylfluoriden<sup>2,3</sup> in vier bzw. fünf Schritten nach zum Teil modifizierten Literaturvorschriften (vgl. dazu Miethchen *et al.*<sup>3</sup>) und untersuchten die micellare Aggregation der Verbindungen **11-13** bzw. **17** in wasserfreiem Fluorwasserstoff<sup>2,4</sup>. Zur regioselektiven Einführung von Fluor am C-1 der D-Glucosederivate wurde erstmals eine Kombination aus wasserfreiem Fluorwasserstoff und Nitromethan verwendet. Die Aktivität dieses Fluorierungsreagenzies kann durch Variation der Nitromethananteile gezielt beeinflußt werden<sup>3,5</sup> und ein schneller Reaktionsabbruch durch Quenchen der Ansätze mit Triethylamin-Tetrachlorkohlenstoff erreicht werden (vgl. auch Peters<sup>6</sup> und Gabriel *et al.*<sup>6</sup>). Die 3-*O*-Hexadecyl-, 3-*O*-Tetradecyl- bzw. 3-*O*-Dodecyl- $\alpha$ -D-glucopyranosylfluoride (**21-23**) bilden ebenso wie die fluorfreien Verbindungen **6-10** beim Erhitzen Mesophasen, polymerisieren jedoch unter Fluorwasserstoff-Eliminierung bereits während der D.S.C.-Messungen<sup>7</sup>. In der vorliegenden Publikation werden nun die detaillierten N.m.r.-Daten der D-Glucosederivate **6-22** veröffentlicht und diskutiert, sowie eine neue "Eintopf"-Variante zur selektiven Fluorierung von Monosacchariden unter gleichzeitigem Schutzgruppenwechsel vorgestellt.

Die Struktur und Stereochemie der Verbindungen **6-22** konnten mit Hilfe der <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C-n.m.r.-Spektroskopie gesichert werden<sup>8-10</sup>. Die <sup>1</sup>H-chemischen Verschiebungen und die Kopplungskonstanten  $J_{H-1,H-2}$  bzw.  $J_{H-1,19F}$  sind in Tabelle I und die <sup>13</sup>C-chemischen Verschiebungen in Tabelle II zusammengestellt, wobei sich die N.m.r.-Daten innerhalb einer homologen Reihe erwartungsgemäß nur geringfügig voneinander unterscheiden. Aus den Spektren folgt, daß die Verbindungen einheitlich jeweils in einem

\* Herrn Prof. Dr. Helmut Zinner mit besten Wünschen zum 70. Geburtstag gewidmet.

<sup>†</sup> Korrespondenzautor.

TABELLE I

<sup>1</sup>H-N.m.r. Daten für **11–22**<sup>a</sup>

Reste	Verbindung		
	<b>11–15</b> <sup>b,c</sup>	<b>16–19</b> <sup>b</sup>	<b>20–22</b> <sup>b,d,e</sup>
<i>Zucker</i>			
H-1	5,63 d	5,72 dd	5,47 dd
H-2	5,08 dd	4,85 ddd	
H-3	3,56 dd	3,79 dd	
H-4	5,07 dd	5,10 dd	
H-5	3,72 ddd	4,07 ddd	
H-6a	4,22 dd'	4,23 dd	
H-6b	4,09 dd'	4,12 dd	
<sup>3</sup> J <sub>1,2</sub>	8,2	2,7	
<sup>3</sup> J <sub>2,3</sub>	9,3	10,0	3,0
<sup>3</sup> J <sub>3,4</sub>	9,3	10,0	
<sup>3</sup> J <sub>4,5a</sub>	5,0	4,5	
<sup>3</sup> J <sub>5,6b</sub>	2,5	2,3	
<sup>2</sup> J <sub>6a,6b</sub>	12,5	12,5	
<sup>1</sup> J <sub>1,F</sub>		53,4	54,0
<sup>1</sup> J <sub>2,F</sub>		25,0	
<i>Acetyl</i>			
	2,10 s(3H)	2,13 s(3H)	
	2,08 s(6H)	2,09 s(6H)	
	2,07 s(3H)		
<i>Alkyl</i> <sup>f,g</sup>			
CH <sub>2</sub> - $\alpha$	3,52 dt	3,62 dt; 3,54 dt	3,23
CH <sub>2</sub> - $\beta$	1,45 m	1,48 m	1,48
(CH <sub>2</sub> ) <sub>m</sub>	1,24 m	1,25 m	1,24
CH <sub>3</sub>	0,86 t	0,87 t	0,85 t

<sup>a</sup>  $\delta$ -Werte bezogen auf das Signal von Tetramethylsilan; *J*-Werte in Hz. <sup>b</sup> Lösung in CDCl<sub>3</sub> (400 MHz).<sup>c</sup> Abweichungen innerhalb der Gruppe von Verbindungen,  $\pm 0,1$  p.p.m. bzw.  $\pm 0,5$  Hz. <sup>d</sup> Lösung in (<sup>2</sup>H<sub>6</sub>)-Me<sub>2</sub>SO (250 MHz); OH-Gruppen:  $\delta$  5,28 d, 5,10 d, 4,60 t (H mit D<sub>2</sub>O austauschbar). <sup>e</sup> Multipletts von H-2 bis H-6 nicht zugeordnet,  $\delta$  3,64 m (3H), 3,48 m (2H), 3,32 m (1H). <sup>f</sup> AB-Teil eines ABX-Spektrums. <sup>g</sup> <sup>3</sup>J<sub>1,F</sub> = <sup>3</sup>J<sub>2,F</sub> = <sup>3</sup>J<sub>1,F</sub> = <sup>3</sup>J<sub>2,F</sub> = 6,3 Hz, <sup>2</sup>J<sub>1,2</sub> = 9,3 Hz. <sup>h</sup> Alle weiteren CH<sub>2</sub>-Gruppen der Alkylkette.

Isomer vorliegen. Die *J*<sub>H-1,H-2</sub>-Werte von  $\sim 8$  Hz für **11–15** (Tabelle I, zit. 2) beweisen eine diaxiale Anordnung von H-1 und H-2 und damit die  $\beta$ -Konfiguration<sup>11</sup>, was auch durch die <sup>13</sup>C-chemischen Verschiebungen von  $\delta \sim 96,9$  für das C-1 in **6–10** bzw. von  $\delta 92,0$  in **11–15** gestützt wird<sup>8,9</sup>, (Tabelle II). Eine axiale bzw. äquatoriale Anordnung von H-1 und H-2 und die daraus folgende  $\alpha$ -anomere Konfiguration ergibt sich für die Glucosylfluoride **16–22** aus den kleinen Kopplungskonstanten <sup>3</sup>J<sub>H-1,H-2</sub> von 2,7–2,8 Hz sowie den <sup>3</sup>J<sub>H-1,19F</sub>-Werten von  $\sim 25$  Hz (Tabelle I)<sup>11,13</sup>. Die C-1,F-Kopplungskonstanten  $> 220$  Hz (Tabelle II) stehen ebenfalls mit einer axialen Anordnung des Fluoratoms im Einklang<sup>14</sup>.

TABELLE II

<sup>13</sup>C-N.m.r. Daten für **6–22**<sup>a</sup>

Rest	Verbindung			
	6–10 <sup>b,c</sup>	11–15 <sup>c,d</sup>	16–19 <sup>c,e</sup>	20–22 <sup>c,f</sup>
<i>Zucker</i>				
C-1	96,9	92,0	104,2 d	108,0 d
C-2	74,6	71,4	72,4 d	70,9 d
C-3	85,1	80,3	76,5	81,2
C-4	69,8	68,9	68,6	68,5
C-5	76,7	73,0	70,2 d	75,3
C-6	61,1	61,8	61,5	60,3
<sup>1</sup> J <sub>1,F</sub>			227,1	223,0
<sup>2</sup> J <sub>2,F</sub>			24,8	25,5
<sup>3</sup> J <sub>3,F</sub>			4,1	
<i>Acetyl</i>				
CH <sub>3</sub>		20,8	20,8	
		20,8	20,7	
		20,7		
CO		170,7	170,6	
		169,2	169,9	
		169,1	169,2	
		169,0		
<i>Alkyl</i>				
CH <sub>2</sub> - $\alpha$	71,9	72,6	73,3	72,1
(CH <sub>2</sub> ) <sub>m</sub>	22,1–31,3	22,7–31,9	22,7–31,8	22,0–31,2
CH <sub>3</sub>	13,9	14,1	14,0	13,8

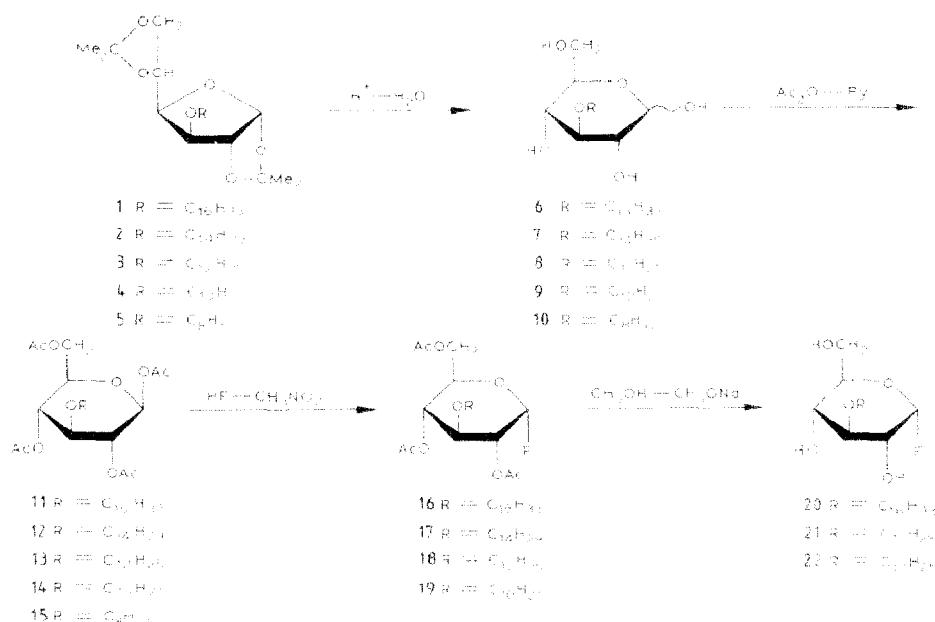
<sup>a</sup>  $\delta$ -Werte bezogen auf das Signal von Tetramethylsilan; *J*-Werte in Hz. <sup>b</sup> Lösung in (<sup>2</sup>H<sub>6</sub>)Me<sub>2</sub>SO (75,5 MHz).<sup>c</sup> Abweichungen innerhalb der Gruppe von Verbindungen,  $\pm 0,1$  p.p.m., bzw.  $\pm 0,5$  Hz. <sup>d</sup> Lösung in (<sup>2</sup>H)CHCl<sub>3</sub> (67,9 MHz). <sup>e</sup> Lösung in (<sup>2</sup>H)CHCl<sub>3</sub> (100,6 MHz). <sup>f</sup> Lösung in (<sup>2</sup>H)CHCl<sub>3</sub> (62,9 MHz). <sup>g</sup> Alle weiteren CH<sub>2</sub>-Gruppen der Alkylkette.

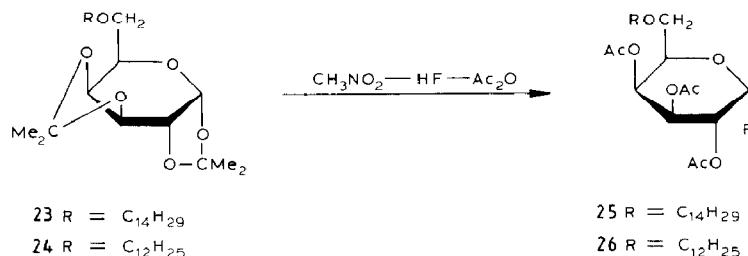
Der Syntheseweg zur Präparation der peracetylierten 3-O-Alkyl- $\alpha$ -D-glucopyranosylfluoride **16–19** lässt sich analog auf peracetylierte 6-O-Alkyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluoride **25** und **26** ausgehend von den 6-O-Alkyl-1,2:3,4-di-O-isopropyliden- $\alpha$ -D-galactopyranosinen **23** und **24** übertragen<sup>6</sup>. Ein demgegenüber enorm verkürzter Syntheseweg ergibt sich, wenn eine Reagenz-Katalysator-Kombination aus wasserfreiem Fluorwasserstoff-Acetanhydrid-Nitromethan (4:3:15, v/v) zur Entketalisierung, Acetylierung und Fluorierung in einem Arbeitsschritt verwendet wird. Die Reaktion ist nach  $\sim 20$  stdg. Stehen bei 0–20° abgeschlossen. Die Aufarbeitung der Ansätze kann wieder durch Quenching mit Triethylamin-Tetrachlorkohlenstoff erfolgen.

Struktur und Stereochemie der Verbindungen **25** und **26** wurden ebenfalls durch die n.m.r.-spektroskopischen Daten gesichert. Sie liegen als  $\alpha$  Anomere vor, was u.a. durch die Kopplungskonstanten <sup>3</sup>J<sub>1,2</sub> 2,8–2,9 Hz und <sup>3</sup>J<sub>H-2,19F</sub> 23,5–23,8 Hz belegt wird (vgl. 2,3,4,6-Tetra-O-acetyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluorid<sup>15</sup>).

## EXPERIMENTELLER TEIL

*Allgemeine Methoden.* – Verschiedene Eigenschaften der Verbindungen **1–22**, wie optische Drehung, Schmelzpunkte und  $R_f$ -Werte sowie die Ausbeuten, wurden bereits von Miethchen *et al.*<sup>23</sup> publiziert. Abweichungen des Schmelzpunktes der Verbindung **2** von Literaturwerten ergeben sich aus den flüssig-kristallinen Eigenschaften derartiger Amphiphile. Die Schmelzpunkte wurden mit einem Boetius Mikroheiztisch BHMK 05 (VEB Rapido, Dresden) bestimmt und sind korrigiert. Für die dünnsschichtchromatographischen Reinheitsprüfungen wurden beschichtete Silikagel-Platten (Merck) und das Lösungsmittelsystem Ether-Hexan 6:1 (v/v) verwendet; Detektion wurde durch Besprühen der Platten mit einer methanolischen  $H_2SO_4$ -Lösung und anschließendes Erhitzen auf 150° (3–5 min) erreicht. Die  $^1H$ - und  $^{13}C$ -n.m.r.-Spektren wurden mit den Bruker-Spektrometern WM 250, 270, 300, 400 und 500 aufgenommen (Spektrometerfrequenz und Lösungsmittel sind in den Tabellen I und II angegeben; **25**: WM 500; **26**: WM 270). Die Aufnahme der  $^{13}C$ -n.m.r.-Spektren erfolgte mit  $^1H$ -Rauschentkopplung. Für die Zuordnung der  $^{13}C$ -n.m.r.-Signale sind die DEPT-Spektren<sup>16</sup>, die Fluor-Kohlenstoff-Kopplungen sowie Literaturdaten zum Vergleich herangezogen worden. Danach wären die in der Literatur<sup>17</sup> gemachten Angaben bezüglich der 3-*O*-Hexadecyl-D-glucopyranose (**6**) zu korrigieren; vgl. **6–10** in Tab. II. Die  $^1H$ -n.m.r.-Signale wurden aufgrund der Intensitäten, der Multiplizitäten und der Kopplungskonstanten zugeordnet. Für die Verbindung **19** wurde das Kopplungsmuster durch die Aufnahme eines COSY-Spektrums<sup>18</sup> zusätzlich gesichert.





**2,3,4-Tri-O-acetyl-6-O-tetradecyl- (25) und -6-O-dodecyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluoride (26).** — 6-O-Alkyl-1,2:3,4-di-O-isopropyliden- $\alpha$ -D-galactopyranosen (23 und 24) werden nach einer modifizierten Vorschrift (Bethell *et al.*<sup>18</sup>) präpariert. 1,2:3,4-Di-O-isopropyliden- $\alpha$ -D-galactopyranose<sup>19</sup> (5,2 g, 0,02 mol) werden bei 20° in absolutem *N,N*-Dimethylformamid (100 mL) gelöst und unter Rühren Natriumhydrid (2 g, 84 mmol) portionsweise eingebracht. Nach 10 min fügt man Tetradecyl- bzw. Dodecylbromid (25 mmol) hinzu und röhrt die Reaktionslösung bei Raumtemperatur ~ 4 h. Nach dieser Zeit hat sich das eingesetzte D-Galactose-Derivat nahezu vollständig umgesetzt (D.c.-Kontrolle). Man lässt zur Vervollständigung der Reaktion über Nacht stehen, zersetzt das überschüssige NaH vorsichtig mit Wasser (~ 100 mL) und gewinnt die Alkylierungsprodukte 23 bzw. 24 durch dreimalige Extraktion mit Pentan (jeweils 75 mL). Die vereinigten Pentanextrakte werden im Vakuum eingeengt, wobei in beiden Fällen ein gelblicher Sirup anfällt, der noch geringe Anteile des jeweiligen Alkylbromids enthält. Die alkylierten Monosaccharid-Derivate wurden daraus nicht isoliert, sondern direkt zu 25 bzw. 26 weiterverarbeitet.

**2,3,4-Tri-O-acetyl-6-O-alkyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluoride (25 und 26).** — 6-O-(Alkyl)-1,2:3,4-di-O-isopropyliden- $\alpha$ -D-galactopyranose (23 oder 24) (3 mmol) und Acetanhydrid (3 mL) in Nitromethan (15 mL) werden in einem Poly(ethylen)gefäß vorgelegt und auf 0° gekühlt. Anschließend erfolgt die Zugabe von wasserfreiem HF (4 mL, 0,2 mol). Die Reaktionsmischung bleibt ~ 20 h stehen und erwärmt sich dabei langsam auf Raumtemperatur. Danach wird vorsichtig unter Rühren in eine Lösung von Triethylamin (6,8 g, 67 mmol) in Tetrachlorkohlenstoff (100 mL) gegossen, wobei Phasentrennung eintritt. Man trennt die Tetrachlorkohlenstoff-Phase ab, schüttelt die polare Phase nochmals mit Tetrachlorkohlenstoff (~ 50 mL) aus und wäscht die vereinigten organischen Phasen nacheinander mit einer wäßrigen Lösung von NaHCO<sub>3</sub> und zweimal mit Wasser. Nach dem Trocknen und Einengen der Lösung im Rotationsverdampfer wird das Rohprodukt als hellgelbes Öl erhalten. Die Reinigung erfolgt durch Säulenchromatographie (Ether-Hexan 6:1, v/v) und ergibt 25 bzw. 26.

**2,3,4-Tri-O-acetyl-6-O-tetradecyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluorid (25).** — Sirup, Ausbeute 82%,  $[\alpha]_{D}^{20} +47,6^{\circ}$  (c 1,0, Chloroform); <sup>1</sup>H-n.m.r. (CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  5,75 (dd, 1 H, H-1), 5,52 (dd, 1 H, H-4), 5,33 (dd, 1 H, H-3), 5,15 (ddd, 1 H, H-2), 4,30 (ddd, 1 H, H-5), 3,50 (dd, 1 H, H-6a), 3,38 (m, 2 H, CH<sub>2</sub>- $\alpha$ ), 3,31 (dd, 1 H, H-6b), 2,10, 2,07, 1,96 (3 s, 3 × 3 H, 3 Ac), 1,48 (m, 2 H, CH<sub>2</sub>- $\beta$ ), 1,22 [m, 22 H, (CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>], 0,84 (t, 3 H, CH<sub>3</sub>); <sup>3</sup>J<sub>1,2</sub> 2,8, <sup>1</sup>J<sub>1H-1,19F</sub> 53,5, <sup>3</sup>J<sub>2,3</sub> 11,0, <sup>3</sup>J<sub>H-2,19F</sub> 23,8, <sup>3</sup>J<sub>3,4</sub> 3,2, <sup>3</sup>J<sub>4,5</sub> 1,2, <sup>3</sup>J<sub>5,6a</sub> 6,1, <sup>3</sup>J<sub>5,6b</sub> 6,6, <sup>2</sup>J<sub>6a,6b</sub> 10,0 Hz;

<sup>13</sup>C-n.m.r. (CDCl<sub>3</sub>) 170,0, 169,6, 169,6 (CO), 104,2 (d, C-1), 71,7 (CH<sub>2</sub>- $\alpha$ ), 69,7 (C-5), 68,2 (C-6), 67,9 (C-3), 67,7 (d, C-2), 67,4 (C-4), 31,7–22,5 [(CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>], 20,4, 20,3 (CH<sub>3</sub>CO); 13,9 (CH<sub>3</sub>); <sup>1</sup>J<sub>13C,19F</sub> 227,5, <sup>2</sup>J<sub>13C,2,19F</sub> 23,2 Hz.

Anal. Ber. für C<sub>26</sub>H<sub>45</sub>FO<sub>8</sub> (504,62): C, 61,88; H, 8,99. Gef.: C, 62,15; H, 9,30.

**2,3,4-Tri-O-acetyl-6-O-dodecyl- $\alpha$ -D-galactopyranosylfluorid (26).** – Sirup, Ausbeute 88%, [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> +47,9° (c 1,0, Chloroform); <sup>1</sup>H-n.m.r. (CDCl<sub>3</sub>): δ 5,79 (dd, 1 H, H-1), 5,55 (dd, 1 H, H-4) 5,36 (dd, 1 H, H-3), 5,18 (ddd, 1 H, H-2), 4,33 (dd, 1 H, H-5), 3,52 (dd, 1 H, H-6a), 3,40 (m, 2 H, CH<sub>2</sub>- $\alpha$ ), 3,33 (dd, 1 H, H-6b), 2,14, 2,11, 2,00 (3 s, 3 × 3 H, 3 Ac), 1,52 (m, 2 H, CH<sub>2</sub>- $\beta$ ), 1,25 (m, 18 H, (CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>), 0,87 (t, 3 H, CH<sub>3</sub>); <sup>1</sup>J<sub>13C,19F</sub> 54,0, <sup>3</sup>J<sub>2,3</sub> 11,0, <sup>3</sup>J<sub>H,2,19F</sub> 23,5, <sup>3</sup>J<sub>3,4</sub> 3,2, <sup>3</sup>J<sub>4,5</sub> 1,2, <sup>3</sup>J<sub>5,6a</sub> 6,1, <sup>3</sup>J<sub>5,6b</sub> 6,6, <sup>2</sup>J<sub>6a,6b</sub> 10,0, <sup>13</sup>C-n.m.r. (CDCl<sub>3</sub>): δ 170,2, 169,8 (CO), 104,4 (d, C-1), 71,8 (CH<sub>2</sub>- $\alpha$ ), 69,8 (d, C-5), 68,3 (C-6), 67,9 (C-3), 67,6 (d, C-2), 67,2 (C-4), 31,9 22,6 [(CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>], 20,61, 20,57, 20,54 (CH<sub>3</sub>CO); <sup>1</sup>J<sub>13C,1,19F</sub> 228,0, <sup>2</sup>J<sub>13C,2,19F</sub> 24,2, <sup>3</sup>J<sub>13C,5,19F</sub> 3,4 Hz.

Anal. Ber. für C<sub>24</sub>H<sub>41</sub>FO<sub>8</sub> (476,57): C, 60,48; H, 8,67. Gef.: C, 60,82; H, 8,96.

#### DANK

Die Autoren möchten Herrn Prof. Dr. A. Liptak (Universität Debrecen) für die freundliche Unterstützung herzlich danken.

#### LITERATUR

- 1 A. A. E. Penglis, *Adv. Carbohydr. Chem. Biochem.*, 38 (1981) 195–286; R. Miethchen und D. Peters, *Wiss. Z. Univ. Rostock, Math.-Naturwiss. Reihe*, 36 (1987) 55–69; R. Miethchen, *Z. Chem.*, 29 (1989) 425–434.
- 2 R. Miethchen, J. Holz und D. Peters, *Z. Chem.*, 29 (1989) 420–421.
- 3 R. Miethchen, G. Kolp, D. Peters und J. Holz, *Z. Chem.*, 30 (1990) 56–57.
- 4 D. Peters, J. Holz und R. Miethchen, *J. Fluorine Chem.*, 50 (1990) 217–228.
- 5 D. Peters, Dissertation, Universität Rostock, 1990.
- 6 T. Gabriel, R. Miethchen und T. Sengespeick, *Wiss. Z. Univ. Rostock, Math.-Naturwiss. Reihe*, 39 (1990) im Druck.
- 7 B. Kohne, D. Peters, K. Praefcke und R. Miethchen, unveröffentlichte Ergebnisse.
- 8 E. Breitmaier und W. Voelter, *13-C NMR Spectroscopy*, Verlag Chemie, Weinheim, 1974, S. 223.
- 9 K. Bock und C. Pedersen, *Adv. Carbohydr. Chem. Biochem.*, 41 (1983) 27–66.
- 10 R. Csuk und B. I. Glänzer, *Adv. Carbohydr. Chem. Biochem.*, 46 (1988) 73–177.
- 11 P. Kovac, H. J. C. Yeh und C. P. J. Glaudemans, *Carbohydr. Res.*, 169 (1987) 23–34.
- 12 W. J. Goux und C. J. Unkefer, *Carbohydr. Res.*, 159 (1987) 191–210.
- 13 D. Picq und D. Anker, *J. Carbohydr. Chem.*, 4 (1985) 113–123.
- 14 K. Bock und C. Pedersen, *Acta Chem. Scand., Ser. B*, 29 (1975) 682–686; V. Wray, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, (1976) 1598–1605.
- 15 L. D. Hall, J. F. Manville und N. S. Bhacca, *Can. J. Chem.*, 47 (1969) 1–17.
- 16 H. Kessler, M. Gehrke und C. Griesinger, *Angew. Chem.*, 100 (1988) 507–554.
- 17 F. Chelle, G. L. Ronco und P. J. Villa, *Fr. Pat. 2 614 024 vom 21.10.1988; Chem. Abstr.*, 111 (1989) 976 78.
- 18 D. Bethell, P. J. Galsworthy und K. Jones, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, (1988) 2035–2043.
- 19 W. L. Glen, G. S. Myers, G. A. Grant, *J. Chem. Soc.*, 1951, 2568–2572; A. L. Raymond und E. F. Schroeder, *J. Am. Chem. Soc.*, 70 (1948) 2785–2791.
- 20 A. Blažej, M. Košík, B. Havlinova und J. Zemanovič, *Tenside, Surfactants, Deterg.*, 15 (1978) 72–74.