



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

Estudio Sobre la Síntesis de
2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
Q U I M I C O
P R E S E N T A
Jorge Enrique García Guzmán



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1993



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

C O N T E N I D O

CAPITULO	1	INTRODUCCION	1
CAPITULO	2	GENERALIDADES	4
	2.1	Marco Historico	5
	2.2	Propiedades Fisicoquimicas	8
	2.3	Toxicología	9
	2.4	Actividad	10
CAPITULO	3	MÉTODOS DE SÍNTESIS	12
	3.1	Método de síntesis de 2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina	13
	3.1.1	Síntesis de 2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina a partir de urea y formaldehído	14
	3.1.2	Síntesis de 2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina a partir de metilén bis urea y urea	16
	3.2	Método de síntesis de materias primas	17
CAPITULO	4	PARTE EXPERIMENTAL	18
	4.0	Parte Experimental	19
	4.1	Síntesis de 2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina a partir de urea y formaldehído	19
	4.2	Síntesis de metilén bis urea a partir de urea y formaldehído	21

CAPITULO	5	RESULTADOS Y DISCUSION	22
	5.1	Síntesis de 2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina a partir de urea y formaldehído	23
	5.2	Síntesis de metilón bis urea a partir de urea y formaldehído	24
CAPITULO	6	ASPECTO ECONOMICO	25
	6.1	Costo de las materias primas	26
CAPITULO	7	CONCLUSIONES	27
	7.0	Conclusiones	28
		Apéndice A espectros de absorción infrarroja de DHT	29
		Apéndice B espectros de absorción infrarroja de metilón bis urea	31
CAPITULO	8	BIBLIOGRAFIA	37

C A P I T U L O U N O
I N T R O D U C C I O N

En México, como en todo el mundo, las enfermedades infecciosas en las plantas agrícolas son muy importantes porque traen como consecuencia pérdidas económicas, desnutrición y hambre.

Estas enfermedades infecciosas son producidas por algas, bacterias, virus, hongos, nemátodos; algunas plantas superiores parásitas provocan infección por contagio.

Las enfermedades virales en las plantas se clasifican en dos grupos, de acuerdo al tipo de daño que ocasionan:

El primer grupo, llamado mosaico, ocasiona moteado o manchas en las hojas. Estas enfermedades se caracterizan por la aparición de manchas necróticas en las hojas y algunas veces en los capullos.

La enfermedad del pepino, la del mosaico del tabaco, la mancha de la fresa y el marchitamiento manchado del tomate (*Lycopersicon esculentum*), son ejemplos de estas enfermedades.

El segundo grupo de enfermedades virales producen enroscamiento y amarillamiento en las hojas.

Los virus, en las plantas agrícolas han estado sujetos a muchas investigaciones de las cuales se ha obtenido información valiosa sobre la naturaleza de estos, lo que permite un control con agentes químicos (Quimioterapia).

Por lo general en nuestro país, el agricultor carece de conocimientos que le permitan conservar sus cultivos completamente sanos y con ello obtener los máximos rendimientos. Los agroquímicos así como la bibliografía disponible, provienen del extranjero a costos muy altos.

El compuesto 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina, es un agente para quimioterapia en las plantas agrícolas, ya que tiene actividad antifitoviral contra ciertos virus, como lo son el virus X (Annulus dubius holmes), mosaico de las hojas de la papa que ocasiona el mosaico latente de la papa (Solanum tuberosum); el virus A de la papa (Harmor solani holmes), que ocasiona distorsiones en tallos y hojas; el virus Y de la papa; el virus mosaico del pepino (CMV) y el virus mosaico del tabaco.

El objetivo de este trabajo, es el estudio sobre la síntesis del compuesto 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina (DHT) y tiene como finalidad contribuir a controlar y erradicar eficazmente tales enfermedades en las plantas agrícolas en nuestro país, utilizando precursores de origen nacional, lo que tiende a facilitar el uso para el agricultor; de esta manera se realizaron experimentos con la finalidad de obtener las condiciones óptimas para cada una de las reacciones involucradas en esta síntesis.

C A P I T U L O D O S
G E N E R A L I D A D E S

2.1 MARCO HISTORICO

Existen procedimientos, para combatir el virus en las plantas y el DMT en un medio eficaz para combatir estas enfermedades en el cultivo.

Con la introducción de especies de plantas más productivas en el cultivo, aumenta también la predisposición para contraer enfermedades. Esto origina una disminución en la producción del cultivo que se encuentra afectado, entre un 10% y 90%; aquí se incluyen los cultivos de frutos y hortalizas, así como plantas solanáceas.

Los métodos practicados hasta ahora en la lucha contra los virus en plantas se reduce, por ejemplo en las papas, a la selección manual de la siembra libre de virus, empleando costosas pruebas de plantas e investigaciones serológicas.

Como procedimientos más extensos en otras plantas, son conocidos los cultivos meristemos y el tratamiento térmico de plantas jóvenes.

Sin embargo, estos métodos son limitadamente aplicables a causa del alto empleo de mano de obra, además de que sus resultados son inseguros.

El objetivo y tarea de las investigaciones, ha sido buscar procedimientos y medios que permitan un medio de lucha económicamente

factible contra los virus en los cultivos, no únicamente de siembras y cultivos, si no generalmente en plantas amenazadas.

Ahora ha sido descubierto que ya se puede luchar contra los virus en las plantas agrícolas, cuando son utilizados medios en combinación del DHT. (1)

El DHT puede utilizarse por ejemplo para la preparación de combinaciones con propiedades bactericidas o fungicidas, (2-3) o bien tener uso como fertilizantes de nitrógeno de acción lenta (4), o como virucida debido a su actividad antifitoviral (5-8).

A estos medios pueden ser todavía añadidas otras fórmulas de apoyo.

Las combinaciones adecuadamente ideadas, demuestran un marcado resultado anti-virus, particularmente con el económicamente importante virus de la papa, por ejemplo contra el virus del enrollamiento de las hojas de la papa, el virus Y y el virus X.

Posteriormente se combaten los virus de las llamadas enfermedades mosaic (Enfermedades que producen manchas en las hojas de las plantas), de los pepinos, zanahorias y el trespas de la cebada. Así se puede obtener mediante el tratamiento un fuerte mejoramiento de la productividad de las existencias fuertemente infectadas por el virus solanácea, desde un 128% en la papa y desde un 56% en los tomates, está debido al incremento en la producción de la fotosíntesis (9).

Los efectos de este compuesto en la reproducción de ciertos virus en plantaciones de tomate (*Lycopersicon Esculentum*), está bien determinado ya que inhibe fuertemente el virus X de la papa, en semilleros de plántulos de plantas de tomate, mientras que el virus Y de la papa es inhibido en menor extensión.

El efecto de este compuesto DHT contra el virus mosaico del pepino, mosaico del tabaco y tomate dependen de como y cuando se comienza a tratar la enfermedad (10).

Formulando con compuestos de urea-substituidos (Metileno bis urea), con hormonas de plantas y reguladores de crecimiento se obtiene actividad sinérgica (11).

Para una formulación y aplicación apropiada del DHT pueden efectuarse con los métodos conocidos en la práctica. Así por ejemplo la sustancia puede ser mezclada con medios intrínsecos de dilución con la fórmula apropiada en polvo, pastas, concentrados de emulsión, etc.

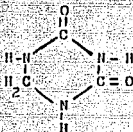
En virtud que el nivel de actividad antifitoviral del DHT es alto, se necesitan bajas concentraciones para un excelente control de la enfermedad, en la práctica para una protección suficiente contra una disminución en la productividad por un ataque de virus, es generalmente suficiente una cantidad de 0.1 hasta 10 Kg por hectárea y es tolerado por todas las plantas sin que éstas presenten problemas de fitotoxicidad.

2.2 PROPIEDADES FISICOQUIMICAS

Nombre químico: Dihidro-n-triazina-2,4 (1H,3H)-Diona

Nombre técnico: 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina

Fórmula estructural:



Fórmula empírica: $C_3H_3N_3O_2$

El compuesto es un sólido cristalino con peso molecular de 115.09 g/mol y una temperatura de descomposición superior a 300°C.

Solubilidad máxima en agua a 25 °C es 200 ppm.

El compuesto es estable en solución acuosa a un pH entre 5 hasta 14 y temperaturas menores de 300 °C.

En el suelo se degrada rápidamente. Estudios realizados con este compuesto DIT, demostraron que de 100 a 1000 ppm se descompone 99% en 150 días (12,13) y la rapidez depende del tipo de suelo que se trate (14).

2.3 TOXICOLOGIA

El compuesto 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina tiene una toxicidad muy baja en plantas (15).

DHT es absorbido directamente por la raíz, tallo y hojas.

Se observa que la epidermis de algunas hojas presenta barrera de penetración al DHT.

Cuando se marca el compuesto DHT con carbono 14 (^{14}C) y es aplicado a una planta enferma, se encuentra después de 3 a 2 días una concentración inicial del contenido del compuesto entre 120 y 190 ppm en las hojas inoculadas (16).

En suelos esterilizados muestran una descomposición lenta, tanto sugiere una descomposición del compuesto DHT ayudada por microorganismos (17).

2.4 ACTIVIDAD

El compuesto DHT es activo contra los virus (X, Y y A) de la papa y las enfermedades que estos causan.

Esto se demuestra con aplicaciones del compuesto al 0.1% (600 l/hectarea), incrementa el tubérculo de la papa por 60% con 4 fumigaciones cada 15 días (18, 19, 20).

DHT hace disminuir el número de plantas que transportan síntomas de virus aproximadamente en 19%. El repetir los tratamientos con DHT causa incremento en el peso del tubérculo (21).

Los efectos comprobados de DHT se demuestran a través de distintas comparaciones sistemáticas en plantas por ejemplo en un sembradio de papa en una parcela de 300 m² (Espacio astilla), espontáneamente infectado con virus (X,Y) de las hojas, son tratadas con 0.6 Kg/hectarea de DHT por intervalos de 14 días. En este tiempo disminuyeron los síntomas virales considerablemente en las parcelas tratadas y el extinguiamiento de las hojas se inició en la parte no tratada 14 días después.

A los 14 días del último tratamiento, las sucesivas cosechas demostrarán que los bulbos tienen un tamaño sumamente grande, mientras que en las plantas no tratadas predominarán bulbos pequeños.

El tratamiento de los bulbos en las parcelas tratadas accendia

a 210 dt/ha (Décimo de tonelada por hectárea) en comparación con 92 dt/ha en las parcelas no tratadas (22).

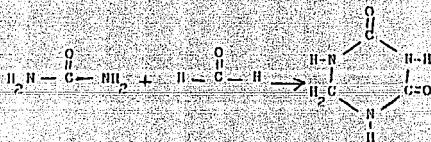
C A P I T U L O T R E S
M E T O D O S D E S I N T E S I S

3.1 METODOS DE SINTESIS DE 2,4-DIOXHEXAHIDRO-1,3,5-TRIAZINA

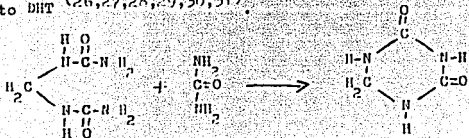
Existen métodos de síntesis de DHT continuo o en lotes por medio de reacciones entre formaldehído y urea; también se pueden emplear derivados de estos reactivos que contienen formaldehído y urea, como por ejemplo metilén bis urea, metilol urea, condensados de urea-formaldehído, hexametilentetramina o mediante la metilación de las aminas primarias y su continua reacción de carbonámido (23).

Existen dos métodos generales de síntesis de DHT.

I- Ciclocondensación de mezclas de urea y formaldehído para obtener en forma directa el compuesto DHT (24,25).



II- Condensación de metilén bis urea con urea para obtener el compuesto DHT (26,27,28,29,30,31).



3.1.1 Síntesis de 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina a partir de urea y formaldehído.

Se prepara con mezcla de reacción de urea y formaldehído con una relación molar de formaldehído a urea desde 1:2.2 hasta 1:4.5 con temperaturas desde 100 °C hasta 300 °C (32).

Este procedimiento permite una producción sencilla del compuesto DHT con pocos subproductos.

La preparación de DHT según el autor (33) no tiene que hacer generalmente con una solución acuosa de formaldehído y exceso de urea, calentando con agitación hasta la temperatura de reacción.

Durante el procedimiento de calentamiento los reactivos reaccionan inicialmente con la formación de metilén-bis urea, lo cual da lugar a una masa de fusión de la cual se obtiene DHT.

La transformación de urea y formaldehído puede ser ejecutada en un gran ámbito de temperatura; el tiempo de reacción es determinante para la selección de la temperatura, por ello se manejarán temperaturas desde 100 °C hasta 300 °C, obteniéndose resultados favorables.

La relación molar de los reactivos es significativa ya que el exceso puede producir ácido cianúrico.

Para facilitar la ejecución de la técnica de síntesis se utilizan soluciones acuosas, lo que permite que se pueda agitar fácilmente y tiempo después del inicio del proceso de calentamiento se interrumpe la reacción cuando existe una transformación de 60% a 90% de formaldehído en DHT, lo cual se observa a medida que la solución se transforma en suspensión. Para interrumpir la reacción se adiciona agua y la suspensión obtenida se filtra separándose la materia sólida, la cual contiene principalmente DHT.

El DHT obtenido por este procedimiento contiene como subproductos ácido cianúrico (1,3,5-triazina-2,4,6(1H,3H,5H)-triona) y en trazas metilén bis urea, biuret ($\text{NH}_2\text{CONHCONH}_2$) y urea; no se presentan polimetilén-ureas insolubles.

El DHT obtenido se lava y se purifica para eliminar el ácido cianúrico, tal procedimiento se efectúa disolviendo el producto en solución acuosa alcalina, después acidificando, para que precipite exclusivamente DHT (34,35).

3.1.2 Síntesis de 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-Triazina a partir de metilén bis urea.

Esta síntesis comparada con la anterior a partir de formaldehído y urea, permite obtener productos de mayor porcentaje de pureza, porque se utiliza exclusivamente metilén bis urea y urea como materia prima (36-40).

La preparación de DHT a partir de metilén bis urea y urea, comienza con agitación y calentamiento por un intervalo de tiempo, obteniéndose DHT (41, 42).

La masa obtenida por este procedimiento contiene como sub-producto exclusivamente ácido cianúrico, por lo que se debe purificar (42, 43 y 44).

A diferencia del primer método, la metilén bis urea no existe en el mercado nacional, en virtud de lo anterior se sintetiza el DHT a partir de urea y formaldehído.

3.2 METODOS DE SINTESIS DE MATERIAS PRIMAS

La metilén bis urea de peso molecular 132.13 g/mol y punto de descomposición de 210 °C a 220 °C (43, 44 y 45), se prepara a partir de urea y formaldehído en medio ácido, con agitación y calentamiento mediante la adición de una solución acuosa de formaldehído (20% hasta 60%), a una solución (1% hasta 20%) de urea, calentando en un intervalo entre 10 °C hasta 100 °C, a un pH entre 1 a 12, removiendo la metilén bis urea obtenida por filtración; al residuo sobrante se adiciona más urea y formaldehído reciclandose para incrementar el rendimiento (46).

C A P I T U L O C U A T R O
P A R T E E X P E R I M E N T A L

Una vez terminada la reacción se efectúa la separación de la suspensión obtenida por medio de una filtración, la materia sólida se lava dos veces con 140 ml de agua.

Se seca y se procede a eliminar el ácido cianúrico, para esto se disuelve el sólido en una solución acuosa de KOH al 7%, acidificando posteriormente a pH 12.35 con HCl al 7%, precipitando exclusivamente el DNT, filtrar, lavar con agua, secar, determinar rendimiento y punto de descomposición.

Se realizan cuatro experimentos a diferentes temperaturas; 150°C, 200°C, 250°C y 300°C respectivamente, con rendimiento de 80% a 96% (Ver capítulo 5.1) y punto de descomposición superior a 300°C.

Así mismo se obtuvo el espectro infrarrojo de la sustancia (Ver apéndice A).

4.2 SINTESIS DE METILEN BIS UREA A PARTIR DE UREA Y FORMALDEHIDO



En un matraz bola de tres bocas de vidrio similar al de la síntesis 4.1, se adiciona una solución acuosa de formaldehído al 30% (3 moles), a una solución acuosa que contiene urea al 20% (1.0 moles), se adiciona 25 ml de HCl concentrado y calentar a 100°C durante 24 horas.

El producto se enfría, se filtra y se lava con tres porciones de agua-etanol (1-1), esto para eliminar la urea sobrante, se toma el rendimiento y punto de descomposición (ver capítulo 5.2).

Así mismo se obtiene el espectro infrarrojo de la substancia (ver apéndice B).

C A P I T U L O C I N C O
R E S U L T A D O S Y D I S C U S I O N

5.1 SINTESIS DE 2,4-DIOXOHEXAHIDRO-1,3,5-TRIAZINA A
PARTIR DE UREA Y FORMALDEHIDO

TABLA 5.1.1

Temperatura °C	DHT g obtenidos		Rendimiento		Punto de descomposición	
	Exp.		Exp. %	Teo. %	Exp. °C	Teo. °C
150	123.45 g		95	96.7-98	>300	>300
200	125.41 g		96.5	96.7-98	>300	>300
250	113.06 g		87	96.7-98	>300	>300
300	103.96 g		80	96.7-98	>300	>300

El rendimiento obtenido según el autor, a partir de 350 g de urea y 190 g de formaldehído son 134.4 g de producto, del cual 96.7% es DHT (129.96 g) y 3.3% es ácido clavárico (4.43 g).

Cálculo de rendimiento (%)

$$\frac{(\text{g obtenidos de DHT experimentalmente})(100\%)}{(\text{g obtenidos de DHT según el autor})} = \%$$

Como se observa, la temperatura de 200 °C es la óptima para esta reacción, porque proporciona el rendimiento más alto.

Al comparar los espectros de absorción infrarroja, del DHT obtenido experimentalmente y el del catálogo Sadtler⁽⁴⁷⁾, se observa que se trata de la misma sustancia (Ver apéndice A).

5.2 SINTESIS DE METILÉN BIS UREA A PARTIR DE UREA Y FORMALDEHIDO

Al observar el espectrograma de absorción infrarroja experimental de la metilén bis urea, comparado con los del catalogo SADTLER (48), se determina que la sustancia obtenida experimentalmente se asemeja más al DMT y no al esperado (ver apéndice B).

C A P I T U L O S E I S
A S P E C T O E C O N O M I C O

6.1 COSTO DE LAS MATERIAS PRIMAS

Los precios actuales de las materias primas en el mercado nacional cotizados en FERTINEX son los siguientes:

	Precio	Presentación
UREA	₡ 1.5 Kg	50-75 Kg
FORMALDEHIDO	₡ 1.8 Kg	60 Kg (38%)

Por consiguiente el precio de 125.41 g de DMT obtenido experimentalmente es de ₡ 1.42 nuevos pesos, por lo que 100 Kg de DMT obtenidos experimentalmente es de ₡ 1,131.93 nuevos pesos, según el costo siguiente:

$$\frac{(100 \text{ Kg de DMT})(₡ 1.42 \text{ nuevos pesos})}{(0.125415 \text{ Kg de DMT})} = ₡ 1,131.93 \text{ nuevos pesos}$$

C A P I T U L O S I E T E
C O N C L U S I O N E S

7.0 CONCLUSIONES

Se obtienen resultados satisfactorios para cada una de las reacciones involucradas en la síntesis de DHT a partir de urea y formaldehído.

Al observar los espectros de absorción infrarroja se determina que la síntesis de DHT a partir de urea y formaldehído se efectúa favorablemente. Sin embargo en la síntesis de metilén bis urea la reacción no es controlada satisfactoriamente por lo que la metilén bis urea no es obtenida.

Por otra parte las materias primas utilizadas se encuentran disponibles en el mercado nacional, cumpliéndose con el objetivo de éste trabajo.

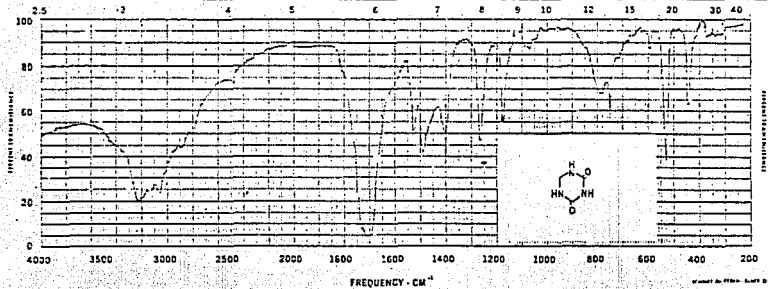
De esta forma, la finalidad de esta investigación se cumple parcialmente ya que falta la aplicación de DHT en los cultivos amenazados por virus, para comprobar la eficacia de este compuesto como agente antifitoviral y esto es tema de un trabajo posterior.

A P E N D I C E A

Espectros de absorción infrarroja del
2,4-dioxohexahidro-1,3,5-triazina (DHT)

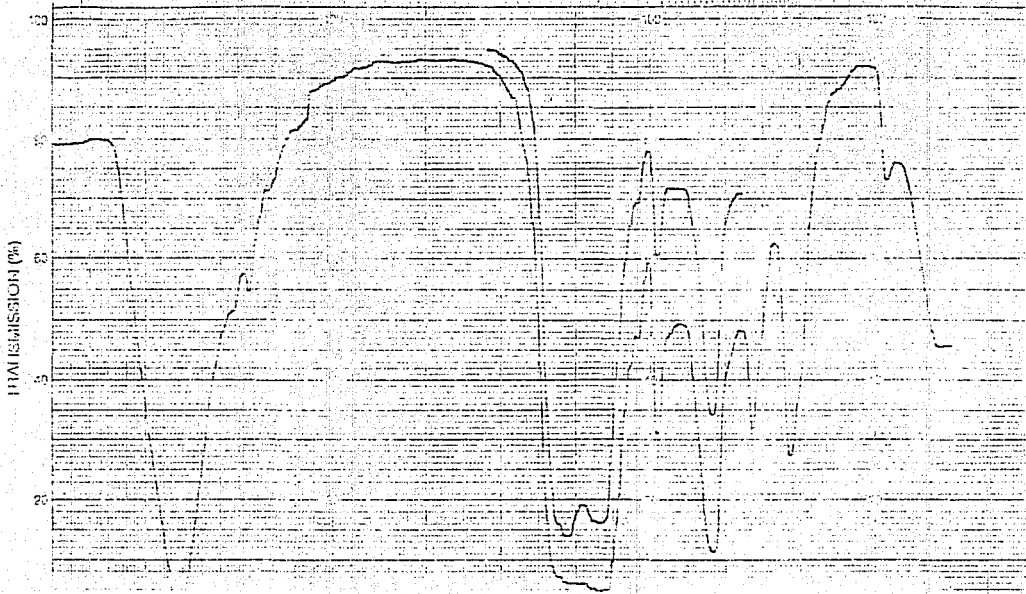
ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

DIHYDRO-*s*-TRIAZINE-2,4(1H,3H)-DIONE

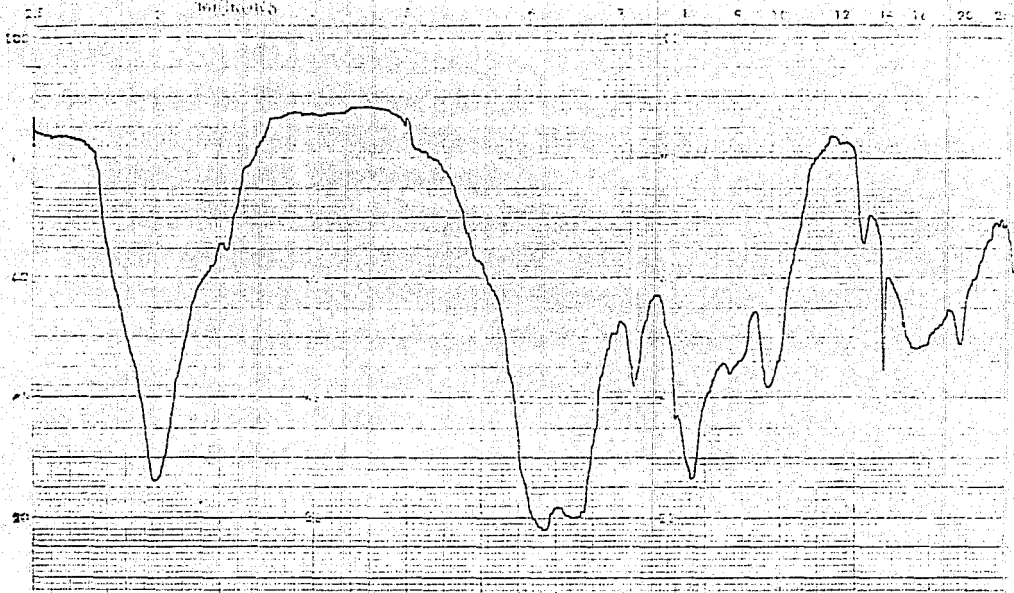


PERKIN-ELMER

CHART #100-10-12



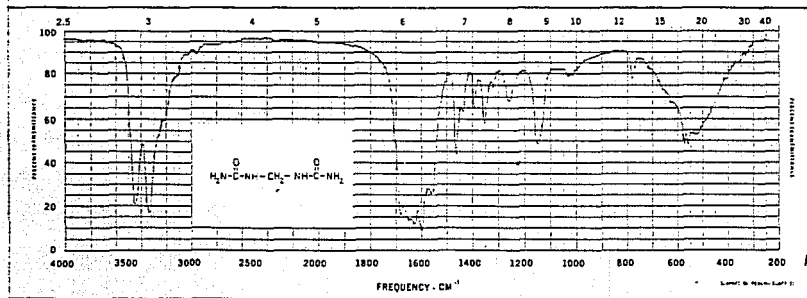
1000000

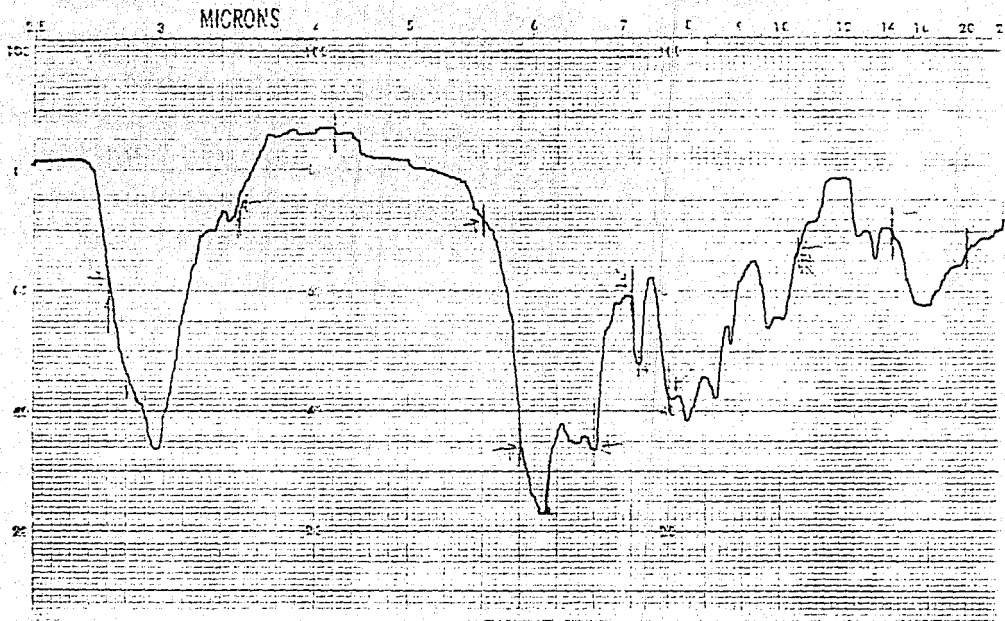


A P E N D I C E B

Espectros de absorción infrarroja de
metilén bis urea

1,1'-METHYLENEDIUREA





C A P I T U L O O C H O
B I B L I O G R A F I A

- (1) C.A. 84 : 70325t (1976)
- (2) Garcia, A. Patología Vegetal Práctica Ed. Idunn, México (1985)
- (3) C.A. 91 : 174163z (1979)
- (4) C.A. 104 : 224220a (1986)
- (5) Schuster, G., et.al. Acta Virol 23, (5), 412-420 (1979)
- (6) Byham, Otto., et.al. Biochem. J. 176, (6) 577-583, Ger (1981)
- (7) Schuster, G., et.al. Phytopathol. Z. 111, (2), 97-113 (1984)
- (8) C.A. 84 : 70325t (1976)
- (9) C.A. 88 : 33194m (1978)
- (10) Kroell, J., et.al. Arch. Phytopathol. Pflanzenschutz. 19, (1), 47-52, Ger (1983)
- (11) C.A. 94 : 11627b (1981)
- (12) Liebert, A., et.al. Technol. Umweltrecht. 135, (8), 691-695 (1980)
- (13) Byham, Otto., et.al., op. cit., pp. 577-583
- (14) C.A. 94 : 59756v (1981)
- (15) Schuster, Gottfried, Math. Naturwiss. Reihe. 31, (4), 295-312 (1982)
- (16) Byham, Otto, et.al., op. cit., pp 577-583
- (17) Liebert, A., et.al., op. cit., pp 691-695
- (18) C.A. 88 : 33194m (1978)

- (19) Schuster, Gottfried, *Proden* 24-25, 64-74 Ger (1978)
- (20) Schuster, Gottfried, et.al., *Phytopathol. Z.* 100, (3) 226-236 (1981)
- (21) Hyyon, Otto, et.al., op., pp 577-583
- (22) Kieselring, Wolf, et.al., 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-triazina, EP 0186022 A
- (23) C.A. 91 :123757p (1979)
- (24) C.A. 88 :104716w (1978)
- (25) C.A. 90 :54990z (1979)
- (26) Braun, D. et.al., *Angew. Makromol. Chem.* 83, 21-26 (1979)
- (27) Vidic, J. Catalina, *R.Rev. Chim. (Bucharest)* 20, (10) 606 (1969)
- (28) Slezak, B. et.al., *J. Org. Chem.* 25, 1672-1673 (1960)
- (29) Kawasaki, H. *Bull. Chem. Soc. Japan*, 11, 248 (1936)
- (30) Kieselring, W. et.al., 2,4-Dioxohexahidro-1,3,5-triazina, EP 0186022 A
- (31) C.A. 91 :123757p (1979)
- (32) C.A. 93 :132516a (1980)
- (33) C.A. 88 :104716w (1979)
- (34) C.A. 91 :51100u (1979)
- (35) C.A. 91 :51101v (1979)
- (36) Robert A. Wienboeck, et.al., US 3470175
- (37) Braun, D. et.al., op. cit., pp 21-36

- (38) C.A. 93 :132516c (1980)
- (39) C.A. 91 :123757p (1979)
- (40) Robert, A. Wienhoeck, et.al., US 3470175
- (41) C.A. 93 :132516c (1980)
- (42) C.A. 88 :104716w (1978)
- (43) C.A. 93 :132516c (1980)
- (44) C.A. 94 :11627b (1981)
- (45) C.A. 91 :51101v (1979)
- (46) Angew. Chem. A. 60, 262-271 (1948)
- (47) Sadtler Standard Spectra Infrared Spectrograms 4794K,
4868K
- (48) Sadtler, op. cit., p. 12062K