1-芳甲酰基-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲的合成及其生物活性研究

戴红^{*,a,b} 苗文科^a 刘建兵^a 吴珊珊^a
秦雪^a 张欣^a 方建新^{*,a}

(^a南开大学元素有机化学国家重点实验室 天津 300071)

(^b南通大学化学化工学院 南通 226019)

摘要 为了寻找高活性的杂环农药,将酰基硫脲骨架引入到噻唑分子结构中,设计合成了14个未见文献报道的1-取代芳甲酰基-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲类化合物。采用核磁共振氢谱和元素分析确认了新化合物的结构。初步的生物活性测试结果表明,部分标题化合物显示出一定的杀菌、植物生长调节或除草活性。

关键词 噻唑; 酰基硫脲; 合成; 生物活性

Synthesis and Biological Activity of 1-Aroyl-3-[4-((2-cyanoimino-1,3-thiazolidine-3-yl)methyl)-thiazol-2-yl]thioureas

Dai, Hong^{*,a,b} Miao, Wenke^a Liu, Jianbing^a Wu, Shanshan^a
Qin, Xue^a Zhang, Xin^a Fang, Jianxin^{*,a}

(^a State Key Laboratory of Elemento-organic Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071)

(^b College of Chemistry and Chemical Engineering, Nantong University, Nantong 226019)

Abstract In order to explore potent pesticide containing heterocycle, fourteen new 1-aroyl-3-[4-((2-cyanoimino-1,3-thiazolidine-3-yl)methyl)-thiazol-2-yl]thiourea compounds were designed and synthesized by introducing the important acylthiourea moiety into the molecular structure of thiazole. Their structures were identified by ¹H NMR spectra and elemental analysis. The preliminary bioassay revealed that some compounds showed certain fungicidal, plant growth regulatory or herbicidal activities.

Keywords thiazole; acylthiourea; synthesis; biological activity

噻唑类化合物作为杂环体系中的重要一员,具有广泛的生物活性,在新农药创制研究中得到了广泛的应用^[1~9]。近年来,已有多个噻唑类农药品种相继问世,如杀虫剂噻唑膦、AKD-1022;杀菌剂噻唑菌胺;抗植物病毒剂毒氟磷等^[10~14]。另一方面,酰基硫脲类衍生物也以其优良的生物活性及独特的结构特征在农药领域而受到化学家的普遍关注,不少研究表明酰基硫脲衍生物具有杀菌、除草及植物生长调节等活性^[15~19]。为了

寻找活性较好的杂环化合物,本文采用活性基团拼接法,将酰基硫脲骨架引入到噻唑环上,设计并合成了一系列具有新型分子结构的靶向化合物 **6a~6n**。其结构均经核磁共振氢谱和元素分析确证。对目标化合物进行了初步的生物活性测试,结果表明部分标题化合物表现出一定的杀菌、植物生长调节或除草活性。目标化合物的合成路线如 Scheme 1 所示。

* E-mail: daihong_2001@yahoo.com.cn; ffx@nankai.edu.cn

Received February 7, 2012; revised April 26, 2012; published online May 11, 2012.

Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 20772068) and the Science and Technology Project Fund of Nantong City (No. AS2010005).

国家自然科学基金(No. 20772068)和南通市科技计划(No. AS2010005)资助项目。

Scheme 1

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

熔点仪为北京泰克仪器有限公司, X-4 型数字显微熔点仪, 未经校正; Bruker AC-P 300 型核磁共振仪, 以 DMSO-*d*₆ 为溶剂, TMS 为内标; Yanaco-CHN CORDER MT-3 自动元素分析仪; 柱层析采用柱层析硅胶(200~300 目)(青岛海洋化工厂生产)。所用试剂均为市售 AR 级。乙腈使用前新蒸, 乙腈加入 4 Å 分子筛处理。

1.2 合成

参考文献[20]方法合成中间体 4-[(2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基]-2-氨基噻唑(2)。

1.2.1 取代苯甲酰异硫氰酸酯(5)的合成

在一 100 mL 四口瓶中, 加入 0.01 mol 取代苯甲酸, 搅拌下缓慢滴加 0.1 mol 二氯亚砷, 滴毕, 将反应混合物加热回流 7~10 h。停止加热, 减压脱去氯化亚砷, 所得产品 4 不经提纯直接用于下一步反应。

在一 100 mL 四口瓶中加入 0.0053 mol 硫氰酸铵, 丙酮 15 mL, 室温搅拌下, 向其中慢慢滴加溶有 0.005 mol 上述中间体 4 的 10 mL 丙酮溶液, 滴毕, 加热回流 1 h。冷却至室温, 过滤除去不溶物, 母液浓缩至干得中间体 5, 可直接用于下一步合成。

1.2.2 目标化合物 6 的合成

在一 100 mL 四口瓶中加入 0.004 mol 2 及 20 mL 无水乙腈, 向其中慢慢滴加溶有 0.0042 mol 5 的 15 mL 乙腈溶液。滴毕, 室温搅拌 1 h, 然后加热回流 10~13 h。TLC 检测。反应结束后, 减压蒸去溶剂得粗产品。硅胶柱层析[洗脱剂: *V*(石油醚)/*V*(乙酸乙酯)=1/3]分离得目

标产物 6a~6n。

1-苯甲酰基-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6a**): 浅黄色晶体, 产率 77.1%。m.p. 188~190 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.16 (s, 1H, NH), 12.18 (s, 1H, NH), 8.01 (d, *J*=7.2 Hz, 2H, ArH), 7.54~7.72 (m, 3H, ArH), 7.26 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.8 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂)。Anal. calcd for C₁₆H₁₄N₆OS₃: C 47.74, H 3.51, N 20.88; found C 47.68, H 3.43, N 20.97。

1-(2-甲基苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6b**): 黄色晶体, 产率 51.1%。m.p. 137~139 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.02 (s, 1H, NH), 12.28 (s, 1H, NH), 7.55 (d, *J*=7.5 Hz, 1H, ArH), 7.45~7.50 (m, 1H, ArH), 7.30~7.35 (m, 2H, ArH), 7.27 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 2.43 (s, 3H, ArCH₃)。Anal. calcd for C₁₇H₁₆N₆OS₃: C 49.02, H 3.87, N 20.18; found C 49.13, H 3.73, N 20.32。

1-(4-甲基苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6c**): 黄色晶体, 产率 55.4%。m.p. 196~198 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.18 (s, 1H, NH), 12.03 (s, 1H, NH), 7.94 (d, *J*=7.8 Hz, 2H, ArH), 7.37 (d, *J*=7.8 Hz, 2H, ArH), 7.25 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.2 Hz, 2H, CH₂), 2.40 (s, 3H, ArCH₃)。Anal. calcd for C₁₇H₁₆N₆OS₃: C 49.02, H 3.87, N 20.18; found C 49.07, H 3.97, N 20.16。

1-(4-乙基苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑

烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6d**): 浅黄色晶体, 产率 62.3%. m.p. 190~192 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.19 (s, 1H, NH), 12.05 (s, 1H, NH), 7.97 (d, *J*=8.1 Hz, 2H, ArH), 7.40 (d, *J*=8.1 Hz, 2H, ArH), 7.25 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 2.72 (q, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 1.22 (t, *J*=7.5 Hz, 3H, CH₃). Anal. calcd for C₁₈H₁₈N₆OS₃: C 50.21, H 4.21, N 19.52; found C 50.32, H 4.18, N 19.60.

1-(4-乙氧基苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6e**): 黄色晶体, 产率 67.2%. m.p. 203~205 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.27 (s, 1H, NH), 11.97 (s, 1H, NH), 8.04 (d, *J*=8.7 Hz, 2H, ArH), 7.25 (s, 1H, SCH), 7.07 (d, *J*=8.4 Hz, 2H, ArH), 4.63 (s, 2H, CH₂), 4.14 (q, *J*=6.9 Hz, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 1.36 (t, *J*=6.9 Hz, 3H, CH₃). Anal. calcd for C₁₈H₁₈N₆O₂S₃: C 48.41, H 4.06, N 18.82; found C 48.28, H 4.13, N 18.64.

1-(2-氯苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6f**): 浅黄色晶体, 产率 52.4%. m.p. 108~110 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 13.79 (s, 1H, NH), 12.56 (s, 1H, NH), 7.67 (d, *J*=7.8 Hz, 1H, ArH), 7.54~7.59 (m, 2H, ArH), 7.46~7.51 (m, 1H, ArH), 7.28 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.8 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃ClN₆OS₃: C 43.98, H 3.00, N 19.23; found C 43.87, H 3.13, N 19.05.

1-(3-氯苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6g**): 浅黄色晶体, 产率 58.1%. m.p. 174~176 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 13.98 (s, 1H, NH), 12.25 (s, 1H, NH), 8.07 (s, 1H, ArH), 7.94 (d, *J*=7.2 Hz, 1H, ArH), 7.75 (d, *J*=7.2 Hz, 1H, ArH), 7.57~7.62 (m, 1H, ArH), 7.27 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃ClN₆OS₃: C 43.98, H 3.00, N 19.23; found C 43.93, H 3.18, N 19.30.

1-(4-氯苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6h**): 黄色晶体, 产率 61.2%. m.p. 190~192 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.04 (s, 1H, NH), 12.23 (s, 1H, NH), 8.02 (d, *J*=8.7 Hz, 2H, ArH), 7.63 (d, *J*=8.4 Hz, 2H, ArH), 7.26 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.96 (t, *J*=7.8 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃ClN₆OS₃: C 43.98, H 3.00, N 19.23; found C 44.09, H 3.18,

N 19.17.

1-(2-氟苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6i**): 浅黄色晶体, 产率 53.2%. m.p. 184~186 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 13.82 (s, 1H, NH), 12.31 (s, 1H, NH), 7.64~7.76 (m, 2H, ArH), 7.34~7.41 (m, 2H, ArH), 7.28 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃FN₆OS₃: C 45.70, H 3.12, N 19.99; found C 45.54, H 3.25, N 19.87.

1-(3-氟苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6j**): 浅黄色晶体, 产率 56.3%. m.p. 187~189 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.01 (s, 1H, NH), 12.20 (s, 1H, NH), 7.83~7.87 (m, 2H, ArH), 7.52~7.66 (m, 2H, ArH), 7.27 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.8 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃FN₆OS₃: C 45.70, H 3.12, N 19.99; found C 45.82, H 3.28, N 19.91.

1-(4-氟苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6k**): 黄色晶体, 产率 62.5%. m.p. 192~194 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.08 (s, 1H, NH), 12.17 (s, 1H, NH), 8.08~8.12 (m, 2H, ArH), 7.40 (t, *J*=8.7 Hz, 2H, ArH), 7.26 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃FN₆OS₃: C 45.70, H 3.12, N 19.99; found C 45.89, H 3.03, N 20.07.

1-(4-溴苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6l**): 黄色晶体, 产率 63.6%. m.p. 199~201 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 14.02 (s, 1H, NH), 12.21 (s, 1H, NH), 7.94 (d, *J*=8.4 Hz, 2H, ArH), 7.78 (d, *J*=8.4 Hz, 2H, ArH), 7.26 (s, 1H, S-CH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₃BrN₆OS₃: C 39.92, H 2.72, N 17.46; found C 39.81, H 2.65, N 17.50.

1-(2,4-二氯苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6m**): 浅黄色晶体, 产率 52.4%. m.p. 196~198 °C; ¹H NMR (DMSO-*d*₆, 300 MHz) δ: 13.68 (s, 1H, NH), 12.55 (s, 1H, NH), 7.79 (d, *J*=1.5 Hz, 1H, ArH), 7.71 (d, *J*=8.4 Hz, 1H, ArH), 7.59 (dd, *J*=8.1, 1.5 Hz, 1H, ArH), 7.28 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.97 (t, *J*=7.8 Hz, 2H, CH₂), 3.50 (t, *J*=7.5 Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₂Cl₂N₆OS₃: C 40.77, H 2.57, N 17.83; found C 40.85, H 2.74, N 17.68.

1-(3,4-二氯苯甲酰基)-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲(**6n**): 黄色晶体, 产率 54.9%. m.p. 186~188 °C; ^1H NMR (DMSO- d_6 , 300 MHz) δ : 13.94 (s, 1H, NH), 12.31 (s, 1H, NH), 8.28 (d, $J=1.8$ Hz, 1H, ArH), 7.95 (dd, $J=8.1$, 1.8 Hz, 1H, ArH), 7.84 (d, $J=8.4$ Hz, 1H, ArH), 7.27 (s, 1H, SCH), 4.64 (s, 2H, CH₂), 3.96 (t, $J=7.5$ Hz, 2H, CH₂), 3.51 (t, $J=7.5$ Hz, 2H, CH₂). Anal. calcd for C₁₆H₁₂Cl₂N₆OS₃: C 40.77, H 2.57, N 17.83; found C 40.64, H 2.49, N 17.87.

1.3 目标化合物的生物活性测定

采用离体平皿法^[21], 对目标化合物进行了杀菌活性试验. 测试对象为小麦赤霉、番茄早疫、花生褐斑、苹果轮纹和黄瓜枯萎五种菌体, 测试浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$; 采用黄瓜子叶生根法^[22]测试了目标化合物的植物生长调节活性, 测试浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$; 采用盆栽法^[23]测定了部分目标化合物对稗草、油菜、苋菜和马唐植株的生长抑制率, 测试剂量为 1.5 kg/ha. 试验结果分别见表 1 和表 2.

2 结果与讨论

2.1 波谱性质解析

在取代苯甲酰基硫脲系列化合物的核磁共振氢谱中, 由于 NH 上 N 原子两侧所连均为吸电子能力较强的基团, 在低场可清楚地看到 2 个 NH 的共振吸收峰, 且都显示出明显的单峰. 化学位移在 δ 7.26 左右的单峰为噻唑环上 SCH 的共振吸收峰; δ 4.64 左右的单峰为与噻唑环相连的 CH₂ 的共振吸收峰; δ 3.97 左右的三重峰为

噻唑烷环上一个 CH₂ 的共振吸收峰; δ 3.50 左右的三重峰为噻唑烷环上另一个 CH₂ 的共振吸收峰.

2.2 生物活性

杀菌活性测定(表 1)表明, 在浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 时, 部分化合物具有一定的杀菌活性(与对照药 Triadimefon 相比). 当化合物苯环的 4-位被 F 取代(**6k**)时, 对所有供试菌种均表现出一定的抑制作用, 对小麦赤霉的抑制率为 53.1%, 对苹果轮纹的抑制率为 52.7%, 对黄瓜枯萎的抑制率为 62.3%; 此外, 化合物 **6m** 对小麦赤霉的抑制率为 54.0%; 化合物 **6h** 对番茄早疫的抑制率为 58.9%(与对照药 Triadimefon 接近); 化合物 **6d** 对苹果轮纹的抑制率为 50.5%. 植物生长调节活性测试(表 1)表明, 在浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 时, 部分化合物对黄瓜子叶生根表现出了一定的促进作用. 当苯环的 4-位被 CH₃, OC₂H₅ 取代(**6c** 和 **6e**)时, 活性相对较高(与对照药 Triadimefon 相比), 其促进率分别为 67.5%和 69.8%. 除草活性测试结果(表 2)表明, 在 1.5 kg/ha 的剂量下, 大多数并未表现出明显的除草活性, 但化合物 **6e** 和 **6n** 对稗草却分别表现出 23.4%和 70.2%的抑制活性, 其中化合物 **6n** 对稗草的除草活性明显高于对照药 A 的除草活性(23.8%).

3 结论

以较高收率合成了一系列新型 1-取代苯甲酰基-3-[4-((2-氰基亚胺基-1,3-噻唑烷-3-基)甲基)-噻唑-2-基]硫脲类化合物. 生物活性测试结果表明: 部分目标化合物具有一定的杀菌、植物生长调节或除草活性, 进一步的结构优化与研究正在进行中.

表 1 目标化合物 **6** 的杀菌活性和植物生长调节活性

Table 1 Fungicidal and plant growth regulatory activities of the title compounds **6**

化合物	杀菌活性/%					植物生长调节活性/%
	小麦赤霉	番茄早疫	花生褐斑	苹果轮纹	黄瓜枯萎	
6a	12.5	0	14.2	0	42.6	+37.8
6b	18.7	11.4	0	11.2	0	-11.2
6c	10.0	0	35.0	2.8	0	+67.5
6d	0	25.6	0	50.5	9.4	-5.0
6e	20.5	0	0	6.0	15.6	+69.8
6f	22.5	0	42.2	0	0	+17.6
6g	0	0	17.5	2.8	20.2	-20.0
6h	25.2	58.9	15.0	16.9	0	+23.3
6i	0	0	7.5	0	10.2	+15.7
6j	42.0	7.6	45.0	0	12.5	+28.0
6k	53.1	30.5	24.6	52.7	62.3	+65.2
6l	18.0	9.6	0	25.2	0	-7.8
6m	54.0	5.3	25.0	0	18.5	+35.8
6n	0	0	17.1	6.0	0	-5.6
Triadimefon	72.8	66.3	73.7	85.3	81.2	+80.7

表2 部分目标化合物6的除草活性(抑制率/%)^a
Table 2 Herbicidal activities of compounds 6 (inhibitory ratio/%)

化合物	土壤处理				茎叶处理			
	稗草	油菜	苋菜	马唐	稗草	油菜	苋菜	马唐
6a	0.8	0	0	0	2.2	5.9	34.1	17.1
6d	9.5	0	0	0	17.2	0	28.8	0
6e	9.6	0	2.6	0	23.4	6.8	36.0	4.9
6h	9.5	0	0	0	14.4	0	29.2	24.4
6k	26.0	4.8	0	0	5.4	19.1	28.8	9.8
6m	1.2	0	0	0	0	0	19.2	3.0
6n	26.1	6.2	0.9	0	70.2	11.0	19.2	12.7
A	0	100	96.0	0	23.8	100	100	0

^a 对照药 A: 2-氟基-3-(2-氯-5-吡啶)氨基基-3-甲硫基丙烯酸乙氧乙酯。

References

- [1] Oonuma, K.; Naoi, A.; Shiraishi, S.; Odaka, K. *JP 08291009*, **1996** [*Chem. Abstr.* **1996**, 126, 71600].
- [2] Dayan, F. E.; Vincent, A. C.; Romagni, J. G.; Allen, S. N.; Duke, S. O.; Duke, M. V.; Bowling, J. J.; Zjawiony, J. K. *J. Agric. Food Chem.* **2000**, 48, 3689.
- [3] Liu, C. L.; Li, L.; Li, Z. M. *Bioorg. Med. Chem.* **2004**, 12, 2825.
- [4] Wang, D. L.; Han, S.; Huang, X. D.; Gu, Z. *Chin. J. Org. Chem.* **2009**, 29, 1659 (in Chinese).
(王道林, 韩珊, 黄孝东, 谷峥, 有机化学, **2009**, 29, 1659.)
- [5] Weng, J. Q.; Liu, H. J.; Liu, X. H.; Tan, C. X.; Shen, D. L. *Chin. J. Pestic. Sci.* **2010**, 12(4), 463 (in Chinese).
(翁建全, 刘会君, 刘幸海, 谭成侠, 沈德隆, 农药学报, **2010**, 12(4), 463.)
- [6] Wang, H. A.; Li, Y. X.; Li, Y. M.; Wang, S. H.; Li, Z. M. *Chin. J. Org. Chem.* **2010**, 30, 703 (in Chinese).
(王浩安, 李玉新, 李一鸣, 王素华, 李正名, 有机化学, **2010**, 30, 703.)
- [7] Li, D.; Yang, H. S.; Xie, L. G.; Xu, X. H. *Chin. J. Org. Chem.* **2010**, 30, 238 (in Chinese).
(李多, 杨海申, 谢龙观, 徐效华, 有机化学, **2010**, 30, 238.)
- [8] Qian, X. H.; Xu, X. Y.; Li, Z. B.; Li, Z.; Song, G. H. *J. Fluorine Chem.* **2004**, 125, 1609.
- [9] Li, Y. X.; Wang, H. A.; Yang, X. P.; Cheng, H. Y.; Wang, Z. H.; Li, Y. M.; Li, Z. M.; Wang, S. H.; Yan, D. W. *Carbohydr. Res.* **2009**, 344, 1248.
- [10] Yan, F. Y.; Liu, D. Q.; Guan, A. Y.; Liu, C. L. *Chin. J. Pestic.* **2003**, 42(4), 46 (in Chinese).
(颜范勇, 刘冬青, 关爱莹, 刘长令, 农药, **2003**, 42(4), 46.)
- [11] Zhang, G. S.; Hou, G. X. *Pestic. Sci. Admin.* **2004**, 25, 22 (in Chinese).
(张国生, 侯广新, 农药科学与管理, **2004**, 25, 22.)
- [12] Hong, Y. P.; Song, B. A.; Wu, P.; Yan, X. Z.; Liu, N. *J. Anhui Agric. Sci.* **2005**, 33, 1254 (in Chinese).
- [13] Chen, C. J.; Song, B. A. *Chin. J. Pestic.* **2005**, 44(2), 53 (in Chinese).
(陈才俊, 宋宝安, 农药, **2005**, 44(2), 53.)
- [14] Li, N.; Wei, X.; Fan, H. T.; Bi, L.; Li, X. Y.; Yang, S.; Hu, D. Y.; Song, B. A. *Chin. J. Org. Chem.* **2011**, 31, 1300 (in Chinese).
(李娜, 魏学, 范会涛, 毕亮, 李向阳, 杨松, 胡德禹, 宋宝安, 有机化学, **2011**, 31, 1300.)
- [15] Zou, J. S.; Xue, S. J.; Guan, Q. *Chin. J. Synth. Chem.* **2001**, 9, 109 (in Chinese).
(邹金山, 薛思佳, 管谦, 合成化学, **2001**, 9, 109.)
- [16] Xue, S. J.; Ke, S. Y.; Duan, L. P. *Chin. J. Org. Chem.* **2004**, 24, 227 (in Chinese).
(薛思佳, 柯少勇, 段李平, 有机化学, **2004**, 24, 227.)
- [17] He, X. Q.; Tang, W. M.; Song, B. A.; Hu, D. Y.; Pang, L. L.; Sang, W. J.; Yang, S.; Jin, L. H. *Chin. J. Org. Chem.* **2004**, 24, 1284 (in Chinese).
(何湘琼, 唐文明, 宋宝安, 胡德禹, 逢丽丽, 桑维钧, 杨松, 金林红, 有机化学, **2004**, 24, 1284.)
- [18] Xue, S. J.; Duan, L. P.; Ke, S. Y.; Zhu, J. M. *Chin. J. Org. Chem.* **2004**, 24, 686 (in Chinese).
(薛思佳, 段李平, 柯少勇, 朱剑明, 有机化学, **2004**, 24, 686.)
- [19] Wang, Z. Y.; Gong, Y. X.; Chen, C. B.; Song, X. J.; Wang, Y. G. *Chin. J. Org. Chem.* **2005**, 25, 1306 (in Chinese).
(王子云, 龚银香, 陈传兵, 宋新建, 汪焱钢, 有机化学, **2005**, 25, 1306.)
- [20] Dai, H.; Liu, J. B.; Zhang, X.; Yu, H. B.; Qin, X.; Qin, Z. F.; Wang, T. T.; Fang, J. X. *Chin. J. Org. Chem.* **2009**, 29, 123 (in Chinese).
(戴红, 刘建兵, 张欣, 于海波, 秦雪, 秦振芳, 王婷婷, 方建新, 有机化学, **2009**, 29, 123.)
- [21] Funaki, Y.; Ishiguri, Y.; Kato, T.; Tanaka, S. *J. Pestic. Sci.* **1984**, 9, 229.
- [22] Demuner, A. J.; Barbosa, L. C. A.; Veloso, D. P. *J. Agric. Food Chem.* **1998**, 46, 1173.
- [23] Wang, Q. M.; Sun, H. K.; Cao, H. Y.; Huang, R. Q. *J. Agric. Food Chem.* **2003**, 51, 5030.

(Zhao, X.)