无溶剂条件下简单、有效的合成多取代环己醇

荣良策^{*,a,b} 魏贤勇^{*,a} 路瑶^a 宗志敏^a^(a) 中国矿业大学化工学院 徐州 221008)^(b) 江苏师范大学化学化工学院 徐州 221116)

摘要 取代苯乙酮与查尔酮在氢氧化钠存在下于 70 °C 加热反应, 取代苯乙酮与两分子查尔酮发生加成和环化反应, 生成了多取代环己醇。本方法具有反应时间短、容易操作、产率高和环境友好等优点。产物的结构经过红外、核磁和元素分析确定, 无溶剂方法是合成此类化合物的一条有效途径。

关键词 查尔酮; 环己醇; 无溶剂反应; 迈克尔加成反应; 羟醛缩合

A Facile and Efficient Synthesis of Polysubstituted Cyclohexanol Derivatives under Solvent-Free Conditions

Rong, Liangce^{*,a,b} Wei, Xianyong^{*,a} Lu, Yao^a Zong, Zhimin^a^(a) School of Chemical Engineering and Technology, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221008)^(b) College of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangsu Normal University, Xuzhou 221116)

Abstract A facile and efficient synthesis of polysubstituted cyclohexanol derivatives by the addition and cyclization reaction of substituted acetophenone and chalcone in the presence of NaOH under solvent-free conditions is reported. This protocol has the advantages of shorter reaction time, mild conditions, easy work-up, and environmental friendliness. The products were identified by IR, ¹H NMR and elemental analysis. The solvent-free method is the efficient approach for the synthesis of these compounds.

Keywords chalcone; cyclohexanol; solvent-free reaction; Michael addition; aldol condensations

无溶剂条件下的有机合成由于在反应过程中不使用或反应后期使用极少量的溶剂纯化产物, 所以容易实施和操作而引起人们极大关注, 并得到了迅速的发展, 近年来有大量的无溶剂反应的文献[1~3]报道。而且无溶剂有机反应还可以有效的避免因使用溶剂所带来的环境污染, 又可提高原料的利用率, 具有操作安全、简单, 后处理方便等优点, 是实现绿色合成的一种重要方法和手段。更让人们感兴趣的是无溶剂合成还可以常常产生一些在液相条件下难以形成的化合物。因此无溶剂条件下的有机反应为合成有机化合物提供更多、更简单、更为有效的方法。

环己醇是重要的化工原料, 工业上或实验室中常用来合成己二酸、己二胺、环己酮、己内酰胺等化工产品,

还可用于制备不饱和聚酯树脂、增塑剂、油漆、涂料等重要大分子化合物^[4], 这类化合物的合成一直受到人们的关注。查尔酮由于分子结构中含有碳碳双键和碳氧双键两个活性中心, 并且二者可以相互影响, 是发生 Michael 加成^[5], Knoevenagel 缩合^[6]和分子内 Aldol 反应的重要底物, 在有机合成中具有广泛的应用。文献报道一些活性亚甲基化合物可以和查尔酮发生 Michael 加成和分子内 Aldol 反应生成环己醇。例如丙二腈^[7]、氰乙酸乙酯^[8]和硝基甲烷^[9]都可以和查尔酮反应生成相应的环己醇衍生物。本文将报道取代苯乙酮与查尔酮在无溶剂条件下也可发生 Michael 加成和分子内 Aldol 反应生成多取代环己醇衍生物。反应如 Eq. 1 所示。

* E-mail: lrong@jsnu.edu.cn or lrong2005@yahoo.com

Received April 5, 2012; revised May 15, 2012; published online June 4, 2012.

Project supported by the Natural Science Foundation of Jiangsu Education Department (No. 08KJB150017) and the Foundation of Xuzhou Normal University (No. 10XLS02).

江苏省高校自然科学基金(No. 08KJB150017)和江苏师范大学科研平台(No. 10XLS02)资助项目。

3a: $\text{Ar}^1=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^2=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^3=\text{C}_6\text{H}_5$; **3b:** $\text{Ar}^1=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^2=4\text{-FC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^3=\text{C}_6\text{H}_5$; **3c:** $\text{Ar}^1=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^2=2\text{-ClC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^3=\text{C}_6\text{H}_5$; **3d:** $\text{Ar}^1=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^2=4\text{-ClC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^3=\text{C}_6\text{H}_5$; **3e:** $\text{Ar}^1=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^2=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^3=\text{C}_6\text{H}_5$; **3f:** $\text{Ar}^1=3\text{-ClC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^2=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^3=3\text{-ClC}_6\text{H}_4$; **3g:** $\text{Ar}^1=4\text{-ClC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^2=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^3=4\text{-ClC}_6\text{H}_4$; **3h:** $\text{Ar}^1=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^2=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^3=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$; **3i:** $\text{Ar}^1=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^2=3,4\text{-(CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3$, $\text{Ar}^3=4\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$; **3j:** $\text{Ar}^1=4\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4$, $\text{Ar}^2=\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{Ar}^3=4\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4$

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

玛瑙研钵; 熔点测定使用北京科仪电光仪器厂生产的 TX5 显微熔点仪测定(温度未经校正); 红外光谱采用 FT/IR-8101 型红外光谱仪测定(KB 压片); 核磁共振氢谱采用 Bruker-400 MHz 型核磁共振仪测定, DMSO- d_6 为溶剂, TMS 为内标; 元素分析用 Perkin-Elmer 2400II 型元素分析仪测定。所用试剂均为分析纯或化学纯, 使用前未经纯化。查尔酮按文献[10]方法合成。

1.2 多取代环己醇衍生物的合成

取代苯乙酮(1.5 mmol), 查尔酮(3 mmol)和 NaOH (25 mmol)置于玛瑙研钵中混合均匀, 反应物迅速转移到 50 mL 圆底烧瓶中, 70 °C 下反应约 30~60 min, 得黄色固体, HCl 水溶液(5%)中和, 用水洗至中性, 抽滤, 固体粗产物用 95% EtOH 重结晶、干燥, 得白色固体 **3**。

1,3,5-三苯基-2,4-二苯甲酰基-1-环己醇(3a): 白色固体, 收率 86%. m.p. 242~243 °C; ^1H NMR (DMSO- d_6 , 400 MHz) δ : 1.81 (t, $J=10.0$ Hz, 1H, CH), 2.86 (s, 1H, CH), 3.73 (s, 1H, CH), 3.95 (t, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 4.77 (d, $J=10.8$ Hz, 1H, CH), 5.04 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.16 (s, 1H, OH), 7.06~7.15 (m, 11H, ArH), 7.23~7.46 (m, 12H, ArH), 7.63 (d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3408, 3060, 3028, 1669, 1646, 1596, 1579, 1559, 1541, 1493, 1448, 1396, 1346, 1255, 1220, 1181, 1067, 1002, 974, 953, 755, 699 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{32}\text{O}_3$: C 85.05, H 6.01; found C 85.28, H 5.99.

1-苯基-3,5-二对氟苯基-2,4-二苯甲酰基-1-环己醇(3b): 白色固体, 收率 83%. m.p. 217~219 °C; ^1H NMR (DMSO- d_6 , 400 MHz) δ : 1.82 (dd, $J=3.2$, 13.2 Hz, 1H, CH), 2.83 (d, $J=13.2$ Hz, 1H, CH₃), 3.70~3.77 (m, 1H, CH), 3.96 (t, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 4.76 (t, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 5.01 (d, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 5.22 (s, 1H, OH), 6.66 (t, $J=9.2$ Hz, 2H, ArH), 6.92~6.99 (m, 3H, ArH), 7.11~7.21 (m, 7H, ArH), 7.29~7.45 (m, 9H, ArH), 7.64

(d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3297, 3058, 2930, 1661, 1599, 1580, 1509, 1447, 1416, 1389, 1300, 1256, 1223, 1182, 1158, 1091, 1069, 1003, 971, 951, 891, 834, 785, 761, 710, 692, 667, 562, 537, 525 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{O}_3$: C 79.70, H 5.28; found C 79.55, H 5.32.

1-苯基-3,5-二邻氯苯基-2,4-二苯甲酰基-1-环己醇(3c): 白色固体, 收率 80%. m.p. 246~248 °C (lit.^[11] 208~210 °C); ^1H NMR (DMSO- d_6 , 400 MHz) δ : 1.77 (d, $J=10.4$ Hz, 1H, CH), 2.63 (s, 1H, CH), 4.46 (s, 1H, CH), 4.67 (s, 1H, CH), 4.90 (d, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 5.07 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.28 (s, 1H, OH), 6.68 (d, $J=7.6$ Hz, 1H, ArH), 6.83~7.01 (m, 4H, ArH), 7.13~7.21 (m, 9H, ArH), 7.31 (t, $J=7.2$ Hz, 2H, ArH), 7.43 (d, $J=7.2$ Hz, 2H, ArH), 7.50 (d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH), 7.64 (d, $J=8.0$ Hz, 2H, ArH), 7.90 (d, $J=7.6$ Hz, 1H, ArH); IR (KBr) ν : 3467, 3057, 2910, 1673, 1652, 1595, 1577, 1559, 1541, 1492, 1476, 1447, 1386, 1299, 1255, 1218, 1193, 1160, 1134, 1036, 1001, 974, 957, 923, 755, 738, 695 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{O}_3$: C 75.37, H 4.99; found C 75.62, H 4.96.

1-苯基-3,5-二对氯苯基-2,4-二苯甲酰基-1-环己醇(3d): 白色固体, 收率 87%. m.p. 243~244 °C (lit.^[11] 187~189 °C); ^1H NMR (DMSO- d_6 , 400 MHz) δ : 1.80 (d, $J=10.4$ Hz, 1H, CH), 2.85 (s, 1H, CH), 3.71 (s, 1H, CH), 3.95 (s, 1H, CH), 4.77 (s, 1H, CH), 4.99 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.21 (s, 1H, OH), 6.90~6.98 (m, 3H, ArH), 7.09~7.22 (m, 9H, ArH), 7.29~7.42 (m, 9H, ArH), 7.61 (d, $J=7.2$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3393, 3060, 3027, 1668, 1634, 1596, 1578, 1559, 1541, 1507, 1492, 1448, 1412, 1346, 1317, 1256, 1219, 1181, 1093, 1071, 1014, 1001, 973, 954, 823, 783, 760, 731, 692, 668 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{O}_3$: C 75.37, H 4.99; found C 75.20, H 5.00.

1-苯基-3,5-二对甲苯基-2,4-二苯甲酰基-1-环己醇(3e): 白色固体, 收率 89%. m.p. 262~264 °C (lit.^[11] 197~198 °C); ^1H NMR (DMSO- d_6 , 400 MHz) δ : 1.76 (dd, $J=3.6$, 13.6 Hz, 1H, CH), 1.87 (s, 3H, CH₃), 2.08 (s, 3H, CH₃), 2.80 (t, $J=13.2$ Hz, 1H, CH), 3.68 (t, $J=9.6$ Hz, 1H, CH), 3.90 (t, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 4.72 (t, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 4.99 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.11 (s, 1H, OH), 6.63 (d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH), 6.89~6.96 (m, 3H, ArH), 7.08~7.17 (m, 7H, ArH), 7.21 (d, $J=8.0$ Hz, 3H, ArH), 7.27~7.31 (m, 2H, ArH), 7.39 (d, $J=8.0$ Hz, 4H, ArH), 7.61 (d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3477, 3056, 3023, 2920, 1668, 1596, 1579, 1514, 1492, 1448,

1384, 1349, 1309, 1256, 1221, 1191, 1095, 1069, 1002, 975, 953, 889, 816, 782, 760, 696, 586 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{40}\text{H}_{36}\text{O}_3$: C 85.07, H 6.43; found C 85.42, H 6.40.

1-间氯苯基-3,5-二苯基-2,4-二间氯苯甲酰基-1-环己醇(**3f**): 白色固体, 收率 80%. m.p. $>280\text{ }^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 400 MHz) δ : 1.86 (d, $J=10.0$ Hz, 1H, CH), 2.94 (t, $J=13.2$ Hz, 1H, CH), 3.68 (s, 1H, CH), 3.97 (t, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 4.70 (d, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 4.97 (d, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 5.43 (s, 1H, OH), 6.73~6.80 (m, 3H, ArH), 6.86~6.91 (m, 3H, ArH), 6.99~7.10 (m, 6H, ArH), 7.12~7.41 (m, 6H, ArH), 7.52 (d, $J=8.0$ Hz, 2H, ArH), 7.71 (d, $J=11.6$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3433, 3065, 3029, 1672, 1616, 1571, 1494, 1473, 1455, 1422, 1318, 1249, 1216, 1194, 1073, 999, 889, 784, 771, 759, 700, 671 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{29}\text{Cl}_3\text{O}_3$: C 71.31, H 4.57; found C 71.13, H 4.66.

1-对氯苯基-3,5-二苯基-2,4-二对氯苯甲酰基-1-环己醇(**3g**): 白色固体, 收率 82%. m.p. $195\sim197\text{ }^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 400 MHz) δ : 1.82 (d, $J=6.0$ Hz, 1H, CH), 2.88 (s, 1H, CH), 3.69 (s, 1H, CH), 3.94 (t, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 4.69 (d, $J=10.8$ Hz, 1H, CH), 4.95 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.35 (s, 1H, OH), 6.75 (t, $J=7.6$ Hz, 1H, ArH), 6.89 (t, $J=8.0$ Hz, 2H, ArH), 6.99 (t, $J=7.6$ Hz, 1H, ArH), 7.11~7.40 (m, 16H, ArH), 7.61 (d, $J=8.4$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3446, 3061, 3029, 2917, 1669, 1589, 1569, 1490, 1454, 1400, 1337, 1254, 1218, 1176, 1094, 1013, 975, 953, 860, 838, 795, 771, 756, 735, 700, 678 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{29}\text{Cl}_3\text{O}_3$: C 71.31, H 4.57; found C 71.59, H 4.48.

1,3,5-三对甲基苯基-2,4-二对甲基苯甲酰基-1-环己醇(**3h**): 白色固体, 收率 85%. m.p. $227\sim228\text{ }^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 400 MHz) δ : 1.69 (d, $J=10.0$ Hz, 1H, CH), 2.08 (s, 6H, $2\times\text{CH}_3$), 2.13 (s, 3H, CH_3), 2.18 (s, 6H, $2\times\text{CH}_3$), 2.68 (d, $J=6.0$ Hz, 1H, CH), 3.64 (s, 1H, CH), 3.83 (s, 1H, CH), 4.69 (s, 1H, CH), 4.96 (d, $J=12.0$ Hz, 1H, CH), 5.10 (s, 1H, OH), 6.10 (d, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH), 6.89~6.97 (m, 10H, ArH), 7.18 (d, $J=7.6$ Hz, 3H, ArH), 7.35 (t, $J=8.0$ Hz, 4H, ArH), 7.49 (d, $J=8.0$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3448, 3029, 2917, 1654, 1607, 1567, 1512, 1412, 1380, 1330, 1308, 1287, 1255, 1225, 1207, 1181, 1116, 1029, 1015, 994, 828, 812, 735 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{43}\text{H}_{42}\text{O}_3$: C 85.11, H 6.98; found C 85.30, H 7.03.

1-对甲基苯基-3,5-二(3,4-二甲基苯基)-2,4-二对甲基苯甲酰基-1-环己醇(**3i**): 白色固体, 收率 80%. m.p.

$255\sim257\text{ }^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 400 MHz) δ : 1.75 (s, 1H, CH), 1.83 (d, $J=9.6$ Hz, 3H, CH_3), 1.93~2.18 (m, 15H, $5\times\text{CH}_3$), 2.28 (s, 1H, CH), 2.41 (s, 3H, CH_3), 3.58 (s, 1H, CH), 3.75 (s, 1H, CH), 4.72 (s, 1H, CH), 4.98 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.12 (s, 1H, OH), 6.92~6.98 (m, 7H, ArH), 7.35~7.40 (m, 9H, ArH), 7.70 (d, $J=4.8$ Hz, 2H, ArH); IR (KBr) ν : 3420, 3024, 2919, 1669, 1653, 1592, 1569, 1541, 1506, 1455, 1407, 1331, 1312, 1286, 1257, 1240, 1224, 1204, 1181, 1124, 1085, 1036, 1017, 988, 818, 723, 585 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{45}\text{H}_{46}\text{O}_3$: C 85.14, H 7.30; found C 85.28, H 7.32.

1-对甲氧基苯基-3,5-二苯基-2,4-二对甲氧基苯甲酰基-1-环己醇(**3j**): 白色固体, 收率 84%. m.p. $216\sim218\text{ }^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 400 MHz) δ : 1.73 (d, $J=10.0$ Hz, 1H, CH), 2.73 (t, $J=12.4$ Hz, 1H, CH), 3.60 (s, 3H, OCH_3), 3.65 (s, 3H, OCH_3), 3.67 (s, 1H, CH), 3.70 (s, 3H, OCH_3), 3.85 (t, $J=11.2$ Hz, 1H, CH), 4.70 (t, $J=10.8$ Hz, 1H, CH), 4.96 (d, $J=11.6$ Hz, 1H, CH), 5.22 (s, 1H, OH), 6.65~6.71 (m, 7H, ArH), 6.82 (t, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH), 6.97 (t, $J=7.2$ Hz, 1H, ArH), 7.10 (t, $J=7.6$ Hz, 2H, ArH), 7.31 (d, $J=7.6$ Hz, 3H, ArH), 7.42~7.55 (m, 7H, ArH); IR (KBr) ν : 3382, 3061, 3029, 2934, 2838, 1662, 1600, 1573, 1511, 1455, 1421, 1343, 1309, 1257, 1228, 1171, 1117, 1072, 1031, 974, 955, 866, 841, 783, 768, 737, 701, 601 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{41}\text{H}_{38}\text{O}_6$: C 78.57, H 6.11; found C 78.33, H 6.15.

2 结果和讨论

查尔酮属于 α,β -不饱和酮, 分子中含有碳碳双键和羰基的两种官能团, 较易和其他化学试剂发生加成、缩合和氧化反应, 是有机合成常用的底物. 我们曾报道查尔酮与环己酮^[12]、1-萘酮^[13]在室温研磨条件下很容易发生迈克尔加成的反应生成相应的加成产物, 我们也想将苯乙酮与查尔酮(1,3-二苯基-2-丙烯-1-酮)在室温下研磨, 试图得到与上述相似的加成产物, 但是令我们遗憾的是反应并没有发生, 于是我们又尝试将反应混合物在 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 30 min, 研究反应能否发生. 我们通过 TLC 检测发现有新的物质生成, 我们向反应体系加入 5% 的盐酸溶液中和反应混合物中碱, 发现有大量不溶于水物质浮在水面上, 通过分离、提纯, 将得到的物质进行红外、核磁测试, 我们发现生成的产物并不是苯乙酮与查尔酮加成的产物, 而是另有其他物质生产, 经过仔细分析图谱数据, 我们确定产物是苯乙酮与两分子查尔酮发生了加成反应和分子内的 Aldol 反应所生成的五取代环己醇的衍生物. 受此结果鼓舞, 我们想进一步研究体系

反应情况. 我们将带有取代基的苯乙酮与不同的取代基查尔酮放在一起加热反应, 结果发现它们也是可以顺利发生反应得到目标产物的. 我们同时发现查尔酮的芳环上无论带有是吸电子基团如氟原子、氯原子, 还是带有供电子基团如甲基、甲氧基, 对反应并没有明显的影响, 反应都可以顺利进行并以较高的收率得到多取代环己醇衍生物. 尽管文献[10]也报道了相似化合物的合成, 但是它所报道的都是苯乙酮与醛反应的产物, 没有取代苯乙酮参与的反应, 我们报道的方法由于可以使用取代苯乙酮与取代查尔酮之间进行反应, 所以更有利于合成含有更多取代基的环己醇产物.

反应的产物经过红外、核磁和元素分析确定. 例如在红外光谱中 3400 cm^{-1} 附近出现一个明显的尖峰, 应该是产物中的羟基吸收峰, 1660 cm^{-1} 附近出现的较强尖峰应该是分子中的羰基峰. 在核磁中, 以 **3a** 为例, δ 1.81 (t, $J=10.0\text{ Hz}$, 1H, CH), 2.86 (s, 1H, CH), 3.73 (s, 1H, CH), 3.95 (t, $J=11.2\text{ Hz}$, 1H, CH), 4.77 (d, $J=10.8\text{ Hz}$, 1H, CH), 5.04 (d, $J=11.6\text{ Hz}$, 1H, CH)等 6 个质子应该是新形成的环己烷的环上的脂肪氢, δ 5.16 (s, 1H, OH)处的单峰应该是生成的羟基质子氢, 25 个芳氢也是与产物的结构吻合. 我们推测产物的生成过程应该是取代苯乙酮与取代查尔酮先发生双分子 Michael 加成反应, 然后发生分子内的 Aldol 缩合反应而完成的. 由于反应过程不使用有机溶剂, 仅在最后产物纯化时使用极少量的乙醇, 所以对环境的影响较小. 本文为此类化合物提供

了一条简单、有效的绿色合成途径.

References

- [1] Mehdi, A.; Ehsan, S.; Mehdi, B.; Hamid, R. B.; Masoud, A. *Tetrahedron* **2012**, *68*, 3237.
- [2] Mazaahir, K.; Anwar, J.; Ritika, C.; Neeraj, K. M. *Tetrahedron Lett.* **2012**, *53*, 1728.
- [3] Marcos, A. P. M.; Clarissa, P. F.; Dayse, N. M.; Lilian, B.; Pablo, M. *Chem. Rev.* **2009**, *109*, 4140.
- [4] Zhang, L. F.; Chen, C. Y.; Xiang, Z. J. *J. Beijing Institute Petro-Chem. Technol.* **2004**, *12*, 39 (in Chinese). (张丽芳, 陈赤阳, 项志军, 北京石油化工学院学报, **2004**, *12*, 39.)
- [5] Zhang, Z.; Dong, Y. W.; Wang, G. W.; Komatsu, K. *Synlett* **2004**, 61.
- [6] Moussa, H. H.; Chabaka, L. M. *Egypt. J. Chem.* **1983**, *26*, 267.
- [7] Al-Arab, M. M.; Tabb, H. D.; Ghanem, B. S.; Olmstead, M. M. *Synthesis* **1990**, 1157.
- [8] Li, J. T.; Chen, G. F.; Yang, W. Z.; Li, T. S. *Ultrason. Sonochem.* **2003**, *10*, 123.
- [9] Olivier, C.; Karine, G.; Jack, H.; Ludovic, P.; Françoise, T. B.; Loïc, T. *Tetrahedron Lett.* **2004**, *45*, 391.
- [10] Kohler, E. P.; Chadwell, H. M. *Organic Synthesis: Collective*, Vol. 1, John Wiley & Sons, New York, **1941**, p. 78.
- [11] Luo, X. X.; Shen, Z. X. *Tetrahedron Lett.* **2006**, *47*, 5623.
- [12] Rong, L. C.; Li, X. Y.; Wang, H. Y.; Shi, D. Q.; Tu, S. J. *Chin. J. Org. Chem.* **2007**, *27*, 1292 (in Chinese). (荣良策, 李小跃, 王海营, 史达清, 屠树江, 有机化学, **2007**, *27*, 1292.)
- [13] Rong, L. C.; Han, H. X.; Jiang, H.; Li, X. Y.; Yao, C. S.; Tu, S. J. *Chin. J. Org. Chem.* **2008**, *28*, 746 (in Chinese). (荣良策, 韩红霞, 蒋虹, 李小跃, 姚昌盛, 屠树江, 有机化学, **2008**, *28*, 746.)

(Li, L.; Lu, Z.)