磷钨酸在吲哚与磺酰亚胺 Friedel-Crafts 反应中的应用

惠永海 王长春 石伟 孟华 解正峰*

(石油天然气精细化工教育部&新疆维吾尔自治区重点实验室 新疆大学化学化工学院 乌鲁木齐 830046)

摘要 以磷钨酸为催化剂, 成功催化了吲哚与磺酰亚胺的 Friedel-Crafts 反应, 并合成了一系列双吲哚甲烷衍生物. 研究结果显示, 10 mol% 磷钨酸能够很好地催化此反应, 收率达到 97%. 所合成的双吲哚甲烷衍生物的结构经核磁共振谱和 X 射线单晶衍射确定.

关键词 吲哚; 亚胺; 磷钨酸; Friedel-Crafts 反应

Friedel-Crafts Reaction of Indoles with *N*-Sulfonyl Imines Catalyzed by $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$

Hui, Yonghai Wang, Changchun Shi, Wei Meng, Hua Xie, Zhengfeng*

(Key Laboratory of Oil & Gas Fine Chemicals, Ministry of Education & Xinjiang Uyghur Autonomous Region, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinjiang University, Urumqi 830046)

Abstract $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ was found to be effective catalysts for the reactions of indoles with various *N*-sulfonyl imines to afford the corresponding bis(indolyl)methanes. The results indicated that the good yield (up to 97%) was obtained by using 10 mol% $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$. The structures of these products were characterized by NMR and X-ray crystallography.

Keywords indoles; imines; $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$; Friedel-Crafts reaction

Friedel-Crafts 反应是形成碳碳键最有效的方法之一^[1], 其中, 吲哚类化合物是重要的 Friedel-Crafts 反应单元^[2], 并存在于许多生物分子、医药化学和有机合成中间体中. 另外, 吲哚的 Friedel-Crafts 烷基化产物——双吲哚甲烷, 具有广泛的生物活性, 如抗菌和抗肿瘤等特性^[3,4]. 因此, 双吲哚甲烷合成近年来已经受到越来越多的关注. 目前报道的合成双吲哚甲烷类化合物的方法主要有吲哚与醛(酮)反应或吲哚与亚胺反应^[5,6], 报道过的催化剂种类很多^[7-9], 但寻求一种环境友好、简便、绿色、高效的催化剂仍然是人们面临的主要任务.

杂多酸是一种高效的催化剂, 既具有配合物和金属氧化物的结构特性, 又具有适中的活性和酸性. 近年来, 已将杂多酸利用到催化反应中, 比如, 氧化反应^[10]、乙酰化反应^[11]、Michael 加成^[12]、硅醚化反应^[13]和其他反应^[14]等. 本课题组从中得到启发, 很好地将杂多酸应用到 Mannich 催化反应^[15,16]和其他的反应中^[17,18]. 因此, 考察了用磷钨酸为催化剂, 催化吲哚与磺酰亚胺的

Friedel-Crafts 反应. 详细报道了以吲哚和 *N*-磺酰亚胺为原料, 合成了一系列的双吲哚甲烷衍生物(Eq. 1), 并对反应物配比、反应溶剂和催化剂用量等反应条件对产率的影响进行了研究.

1 结果与讨论

1.1 催化剂筛选

以吲哚(0.4 mmol)和 *N*-磺酰亚胺 (0.2 mmol)作为反应底物, CH_2Cl_2 (5 mL)作溶剂, 对 Friedel-Crafts 反应条件进行筛选. 首先, 对杂多酸(磷钨酸和磷钼酸)进行筛

* E-mail: xiezhf72@gmail.com

Received November 11, 2013; revised December 17, 2013; published online February 12, 2014.

Project supported by the Xinjiang Autonomous Region Youth Science Foundation (No. 2011211B05).

新疆自治区青年科学基金(No. 2011211B05)资助项目.

选, 如表 1 所示, 当磷钨酸和磷钼酸(10 mol%)分别对反应进行催化时, 磷钨酸的催化效果要优于磷钼酸, 可以得到 94%的产率(表 1, Entry 1). 当磷钨酸的用量为 10 mol%时, 得到的 Friedel-Crafts 反应的产率最好, 当催化剂用量减少或增加时, 产率都有不同程度降低(表 1, Entries 3~5).

1.2 溶剂和底物配比的筛选

在催化反应中, 溶剂效应起着很重要的作用. 选择好催化剂和催化剂用量后, 进一步对反应溶剂进行了筛选, 发现乙醇质子溶剂中反应没有发生, 在四氢呋喃、乙醚、甲苯和卤代烷烃等非质子溶剂中反应发生, 其中以二氯甲烷的收率最高, 产率达到 94%(表 2, Entries 1~

6). 最后, 对反应物的配比进行了研究, 分别用吲哚: 磺酰亚胺的物质的量比为 1:1, 2:1 和 3:1 进行筛选, 发现物质的量比为 3:1 时, 得到的 Friedel-Crafts 反应的产率最高(表 2, Entry 8).

1.3 底物结构对反应产率的影响

在最优条件, 室温下, 用 10 mol%的磷钨酸为催化剂, 对不同的吲哚(0.6 mmol)和磺酰芳亚胺(0.2 mmol)在二氯甲烷中的反应情况进行了研究, 其反应结果见表 3. 从表中可知, 对位取代的磺酰亚胺, 不论是供电基还是吸电子基, 反应都可以顺利进行, 但是供电基取代的亚胺, 其产率明显优于吸电子基取代的亚胺, 这可能是由于取代基的电子效应所致; 当磺酰亚胺的 3-位有吸电

表 1 不同催化剂对吲哚和磺酰亚胺的 Friedel-Crafts 反应的影响^a
Table 1 Different catalysts effect on the reaction of indole with *N*-sulfonyl imine

Entry	Catalyst	Catalyst loading/mol%	Time/h	Yield ^b /%
1	H ₃ PW ₁₂ O ₄₀	10	6	94
2	H ₃ PMo ₁₂ O ₄₀	10	6	86
3	H ₃ PW ₁₂ O ₄₀	1	6	30
4	H ₃ PW ₁₂ O ₄₀	5	6	80
5	H ₃ PW ₁₂ O ₄₀	20	6	90

^a All the reactions were carried out using 10 mol% catalyst in 5 mL of CH₂Cl₂ at room temperature, and the molar ratio of indole : *N*-sulfonyl imine is 2 : 1. ^b Isolated yield by column chromatography.

表 2 溶剂和底物配比对反应的影响^a
Table 2 Various solvent and reactants proportion effect on the reaction

Entry	Solvent	<i>n</i> (indole) : <i>n</i> (imine)	Yield ^b /%
1	CH ₂ Cl ₂	2 : 1	94
2	CHCl ₃	2 : 1	90
3	THF	2 : 1	63
4	Et ₂ O	2 : 1	52
5	CH ₃ CH ₂ OH	2 : 1	—
6	toluene	2 : 1	34
7	CH ₂ Cl ₂	1 : 1	40
8	CH ₂ Cl ₂	3 : 1	95

^a All the reactions were carried out using 10 mol% H₃PW₁₂O₄₀ in 5 mL of solvent at room temperature. ^b Isolated yield by column chromatography.

表 3 磷钨酸催化不同吲哚与磺酰亚胺的 Friedel-Crafts 反应^a
Table 3 Friedel-Crafts reaction of various indoles with *N*-tosylarylimines catalyzed by H₃PW₁₂O₄₀

Entry	R ¹	R ²	Product	Yield ^b /%	m.p./°C (Ref.)
1	H	C ₆ H ₅	3a	95	93~94 (93~95 ^[19])
2	H	4-ClC ₆ H ₄	3b	78	75~77 (76~77 ^[19])
3	H	4-CH ₃ C ₆ H ₄	3c	95	101~103 (98~100 ^[19])
4	H	4-CH ₃ OC ₆ H ₄	3d	93	185~186 (188~191 ^[19])
5	H	4-(CH ₃) ₂ NC ₆ H ₄	3e	90	111~113 (111~113 ^[20])
6	H	3-NO ₂ C ₆ H ₄	3f	61	220~222 (221~223 ^[21])
7	H	4-HO-3-CH ₃ OC ₆ H ₃	3g	91	115~117 (112~114 ^[22])
8	H	2-Furyl	3h	93	322~325 (322~325 ^[23])
9	CH ₃	C ₆ H ₅	3i	97	196~198 (199~201 ^[24])
10	C ₂ H ₅	C ₆ H ₅	3j	96	226~228
11	C ₂ H ₅	4-CH ₃ OC ₆ H ₄	3k	92	273~274

^a All the reactions were carried out using 10 mol% H₃PW₁₂O₄₀ in 5 mL of CH₂Cl₂ at room temperature, and the molar ratio of indoles : *N*-sulfonyl imines is 3 : 1.

^b Isolated yield by column chromatography.

子基取代时, 反应也能顺利进行; 当底物为脂肪醛或杂环醛时, 可以得到中等偏上的产率; 当吲哚环上的氮被甲基(或乙基)取代时, 则表现出较高的反应活性。

1.4 反应机理

在用 TLC 跟踪反应时发现, 在反应很短的时间, 有单吲哚取代的磺酰胺生成. 随着反应时间的延长, 单吲哚取代的磺酰胺产物逐渐减少, 双吲哚甲烷类产物逐渐增多. 根据文献[25, 26]可以推测其可能的反应机理如 Scheme 1: 催化剂先激活亚胺, 然后亚胺与吲哚发生亲电加成, 生成中间体 **3**; 中间体 **3** 在酸性条件下不稳定, 会继续发生消除而生成中间体 **5**; 有利于吲哚分子进一步进攻中间体 **5**, 从而生成双吲哚甲烷产物。

Scheme 1

1.5 化合物 **3k** 的单晶衍射

晶体学数据和衍射强度数据的收集在 R-AXIS SPIDER 的衍射仪进行单晶结构分析. 于 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ (153 K) 下用经石墨单色化的 Mo $K\alpha$ 射线($\lambda=0.071073\text{ nm}$)作为入射辐射, 收集衍射数据, 在 $3.12^{\circ}<\theta<27.48^{\circ}$ 范围内 $-11\leq h\leq 11$, $-28\leq k\leq 34$, $-11\leq l\leq 11$, 以 ω - 2θ 扫描方式, 电压为 50 kV , 电流为 90 mA , 扫描时间为 60 s 条件下, 共收集到 21330 个衍射点, 4989 个为独立衍射点 [$R(\text{int})=0.0386$], 其中 281 个可观测点 [$I>2\sigma(I)$] 用于晶体结构解析, 最终差值残余电子密度的最高峰为 335 e/nm^3 , 最低峰为 -304 e/nm^3 . 晶体结构由 SHELXTL-97 程序直接法解出, 对 F^2 进行精修获得非氢原子的坐标及各向异性参数, 氢原子由差值 Fourier 合成和理论计算得到, 化合物 **3k** 的晶体结构数据已存在剑桥晶体结构数据库中, CCDC 号为 966140.

图 1 化合物 **3k** 的分子结构

Figure 1 Molecular structure of compound **3k**

2 结论

发现了一种有效的合成双吲哚甲烷衍生物的方法, 用杂多酸磷钨酸催化吲哚与 *N*-磺酰亚胺的 Friedel-Crafts 反应. 分别从催化剂、溶剂和反应物配比等一系列影响因素进行了考察, 并通过单晶 X 射线对其结构做了确定; 此催化方法具有反应条件温和、操作简单、产率高等优点. 本方法为合成双吲哚甲烷衍生物提供了有用的理论依据。

3 实验部分

3.1 仪器与试剂

X-4 数字显示显微熔点测定仪; IR 用 BRUKER EQUINX55 型红外光谱仪(KBr 压片)测定; 核磁共振谱使用 Varian Inova-400 型核磁共振仪测定(CDCl_3 作溶剂, TMS 作内标); HP-5988A 型质谱仪(EI 源, 70 eV); ZF-2 型三用紫外仪. 薄层板(TLC): 硅胶 GF254(青岛海洋化工厂生产), 0.6% 的羧甲基纤维素钠(CMC)铺板, 不经活化直接使用, 在薄层色谱仪的紫外灯下观察. 柱层析用层析硅胶($300\sim 400$ 目). 所有试剂均为分析纯活化学纯, 使用前未经纯化。

3.2 实验方法

3.2.1 原料的合成

化合物 **2a**~**2k** 的合成依照文献[27]中报道的方法。

3.2.2 目标化合物的合成

以化合物 **3a** 为例: 将吲哚 **1** (0.6 mmol) 和磺酰芳亚胺 (0.2 mmol , 0.012 g) 溶于 5 mL 二氯甲烷中, 再加入 $5\text{ mol\%}$ 的磷钨酸, 室温下搅拌 6 h 后, TLC 跟踪. 反应完全后, 减压浓缩得粗产物, 粗产物用硅胶柱色谱纯化, 洗脱剂为 *V*(石油醚): *V*(乙酸乙酯) = $5:1$ 分离纯化得化合物 **3a**。

3.3 化合物数据

苯基二吡啶甲烷(**3a**): 无色固体, 产率 95%. m.p. 118~120 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.89 (s, 1H), 6.67 (s, 2H), 7.00 (t, $J=6.8$ Hz, 2H), 7.19~7.40 (m, 11H), 7.93 (s, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 40.3, 55.3, 111.2, 119.4, 119.8, 120.1, 122.1, 123.8, 126.3, 127.2, 128.4, 128.9, 136.8, 144.2; IR (KBr) ν : 744, 1093, 1600, 1618, 3055, 3412 (NH) cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{N}_2$: C 85.68, H 5.63, N 8.69; found C 85.57, H 5.59, N 8.77.

4-氯苯基二吡啶甲烷(**3b**): 红色固体, 产率 78%. m.p. 97~99 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.82 (s, 1H), 6.54 (s, 2H), 7.00~7.35 (m, 12H), 7.81 (s, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 39.4, 111.2, 129.2, 129.4, 129.8, 122.0, 123.2, 126.4, 128.0, 130.0, 131.4, 136.2, 142.5; IR (KBr) ν : 1089, 1455, 1487, 3054, 3410 (NH) cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{23}\text{H}_{17}\text{ClN}_2$: C 77.41, H 4.80, N 7.85; found C 77.39, H 4.87, N 7.81.

4-甲基苯基二吡啶甲烷(**3c**): 红色固体, 产率 95%. m.p. 101~103 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 2.32 (s, 3H), 5.85 (s, 1H), 6.65 (s, 2H), 7.02 (t, $J=7.0$ Hz, 2H), 7.08 (d, $J=7.0$ Hz, 2H), 7.17 (t, $J=7.2$ Hz, 3H), 7.23 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 7.34 (d, $J=7.0$ Hz, 2H), 7.39 (d, $J=7.0$ Hz, 2H), 7.88 (br s, 2H) cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{N}_2$: C 85.68, H 5.99, N 8.33; found C 85.69, H 5.87, N 8.42.

4-甲氧基苯基二吡啶甲烷(**3d**): 红色固体, 产率 93%. m.p. 185~186 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 3.78 (s, 3H), 5.84 (s, 2H), 6.61~7.42 (m, 13H), 7.90 (s, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 28.5, 39.8, 54.5, 111.5, 119.5, 119.8, 120.4, 121.8, 122.2, 126.3, 126.6, 127.5, 137.2, 139.2, 158.2; IR (KBr) ν : 1200, 1244, 1455, 1508, 1609, 2928, 3410 (NH) cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}$: C 81.79, H 5.72, N 7.95; found C 81.77, H 5.69, N 7.71.

4-氮二甲基苯基二吡啶甲烷(**3e**): 红色固体, 产率 90%. m.p. 111~113 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 2.91 (s, 6H), δ : 5.79 (s, 1H), 6.53 (s, 2H), 6.69 (t, $J=8$ Hz, 2H), 6.96~7.74 (m, 10H), 7.89 (s, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 40.3, 55.1, 111.2, 119.4, 119.8, 120.1, 122.1, 123.8, 126.3, 127.2, 128.4, 128.9, 136.8, 144.2; IR (KBr) ν : 739, 1092, 1455, 1487, 3054, 3408 (NH) cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{25}\text{H}_{23}\text{N}_3$: C 82.16, H 6.34, N 11.50; found C 82.11, H 6.30, N 11.45.

3-硝基苯基二吡啶甲烷(**3f**): 红色固体, 产率 61%. m.p. 220~222 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.81 (s, 3H), 6.59 (s, 2H), 7.01~7.42 (m, 10H), 7.91 (s, 2H); ^{13}C

NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 40.8, 111.6, 119.2, 119.8, 120.2, 121.8, 124.2, 126.5, 126.6, 127.5, 137.8, 139.2, 159.2; IR (KBr) ν : 1459, 1502, 1675, 2947, 3054, 3495 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{23}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_2$: C 75.19, H 4.66, N 11.44; found C 75.14, H 4.63, N 11.56.

3-甲基-4-羟基苯基二吡啶甲烷(**3g**): 红色固体, 产率 91%. m.p. 115~117 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 3.78 (s, 3H), 5.48 (s, 1H), 5.80 (s, 2H), 6.52 (s, 2H), 6.81~7.38 (m, 10H), 7.89 (s, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 55.4, 56.2, 111.2, 119.4, 119.8, 120.1, 122.1, 122.2, 123.8, 126.3, 127.2, 128.4, 128.9, 136.5, 136.8, 144.2; IR (KBr) ν : 1030, 1120, 1203, 1270, 1508, 1599, 1771, 3052, 3404 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$: C 78.24, H 5.47, N 7.60; found C 78.21, H 5.42, N 7.57.

2-呋喃基二吡啶甲烷(**3h**): 白色固体, 产率 93%. m.p. 322~325 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.94 (s, 1H), 6.04~6.06 (m, 1H), 6.28~6.30 (m, 1H), 6.74 (s, 2H), 7.02 (t, $J=8$ Hz, 1H), 7.18~7.46 (m, 8H), 7.96 (brs, 2H); IR (KBr) ν : 1045, 1095, 1145, 1160, 1505, 1555, 1610, 1725, 3120, 3414, 3896 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{21}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}$: C 80.75, H 5.16, N 8.97; found C 80.72, H 5.16, N 8.99.

苯基二(1'-甲基)吡啶甲烷(**3i**): 白色固体, 产率 97%. m.p. 196~198 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 3.68 (s, 6H), 5.87 (s, 1H), 6.52 (s, 2H), 6.99 (t, $J=7.6$ Hz, 2H), 7.17~7.38 (m, 11H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 42.4, 55.7, 111.1, 112.4, 120.1, 122.2, 125.8, 126.5, 127.8, 128.7, 129.1, 137.6, 138.1; IR (KBr) ν : 3052, 3019, 2934, 1596, 1473, 1327, 1199, 1150, 743, 701 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{N}_2$: C 85.68, H 6.33, N 7.99; found C 85.20, H 6.30, N 8.04.

苯基二(1'-乙基)吡啶甲烷(**3j**): 白色固体, 产率 97%. m.p. 226~228 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.36 (t, $J=7.2$ Hz, 6H), 4.06 (q, $J=7.6$ Hz, 4H), 5.87 (s, 1H), 6.58 (s, 2H), 6.97 (t, $J=7.6$ Hz, 2H), 7.15~7.37 (m, 11H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 16.2, 46.2, 55.7, 111.1, 112.4, 119.0, 120.1, 126.5, 127.6, 127.8, 128.7, 129.1, 137.6; IR (KBr) ν : 3051, 2974, 2931, 1596, 1469, 1445, 1355, 1196, 1150, 734, 703 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{27}\text{H}_{26}\text{N}_2$: C 85.68, H 6.92, N 7.40; found C 85.65, H 6.89, N 7.42.

4-甲氧基苯基二(1'-乙基)吡啶甲烷(**3k**): 白色固体, 产率 97%. m.p. 273~274 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.37 (t, $J=8.4$ Hz, 6H), 3.81 (s, 3H), 4.07 (dd, $J=7.2, 14$ Hz, 4H), 5.82 (s, 1H), 6.56 (d, $J=4.0$ Hz, 2H),

6.81 (d, $J=4.4$ Hz, 2H), 6.97~6.99 (m, 2H), 7.15~7.35 (m, 6H), 7.37~7.38 (m, 2H); IR (KBr) ν : 734, 1067, 1196, 1455, 1468, 2974, 3051 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}$: C 82.32, H 6.91, N 6.86; found C 82.30, H 6.89, N 6.88.

References

- [1] Olah, G. A.; Khrisnamurti, R.; Prakash, G. K. S. In *Comprehensive Organic Synthesis*, Vol. 3, Pergamon, New York, **1991**, p. 293.
- [2] Peddibhotla, S. *Curr. Bioact. Compd.* **2009**, *5*, 20.
- [3] Marugan, J. J.; Manthey, C.; Anaclerio, B.; Latrance, L.; Lu, T.; Markotan, T.; Leonard, K. A.; Crysler, C.; Eisennagel, S.; Dasgupta, M.; Tomczuk, B. *J. Med. Chem.* **2005**, *48*, 926.
- [4] Zhang, H. C.; Ye, H.; Moretto, A. F.; Brumfield, K. K.; Maryanoff, B. E. *Org. Lett.* **2000**, *2*, 89.
- [5] Poulsen, T. B.; Jørgensen, K. A. *Chem. Rev.* **2008**, *108*, 2903.
- [6] Morteza, S. *Chem. Rev.* **2012**, *112*, 3508.
- [7] Chen, Y. C.; Xie, Z. F. *Chin. J. Org. Chem.* **2012**, *32*, 452 (in Chinese).
(陈永诚, 解正峰, 有机化学, **2012**, *32*, 452.)
- [8] Shirini, F.; Khaligh, N. G.; Jolodar, O. G. *Dyes Pigm.* **2013**, *98*, 290.
- [9] Lin, H.; Zang, Y.; Sun, X. W.; Lin, G. Q. *Chin. J. Chem.* **2012**, *30*, 2309.
- [10] Firouzabadi, H.; Iranpoor, N.; Nowrouzi, F.; Amani, K. *Green Chem.* **2001**, *3*, 131.
- [11] Firouzabadi, H.; Iranpoor, N.; Nowrouzi, F.; Amani, K. *Chem. Commun.* **2003**, 764.
- [12] Firouzabadi, H.; Iranpoor, N.; Nowrouzi, F.; Amani, K. *Synthesis* **2005**, 299.
- [13] Firouzabadi, H.; Iranpoor, N.; Nowrouzi, F.; Amani, K. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1* **2002**, 2601.
- [14] Purnima, K. V.; Sreenu, D.; Bhasker, N.; Nagaiah, K.; Lingaiah, N.; Subba Reddy, B. V.; Yadav, J. S. *Chin. J. Chem.* **2013**, *31*, 534.
- [15] Chen, J. L.; Xie, Z. F.; Xing, Y. *Chin. J. Org. Chem.* **2011**, *31*, 1714 (in Chinese).
(陈君丽, 解正峰, 邢烨, 有机化学, **2011**, *31*, 1714.)
- [16] Zhou, G. P.; Yu, L.; Hui, Y. H.; Xie, Z. F. *Acta Chim. Sinica* **2012**, *11*, 1289.
- [17] Ren, S. Y.; Xie, Z. F.; Cao, L. Q.; Xie, X. P.; Qin, G. F.; Wang, J. D. *Catal. Commun.* **2009**, *10*, 464.
- [18] Xie, Z. F.; Li, G. L.; Zhao, G.; Wang, J.-D. *Chin. J. Chem.* **2009**, *27*, 925.
- [19] Osawa, T.; Namiki, M. *Tetrahedron Lett.* **1983**, *24*, 4719.
- [20] Bandgar, B. P.; Shaikh, K. A. *Tetrahedron Lett.* **2003**, *44*, 1959.
- [21] Li, J. T.; Dai, H. G.; Xu, W. Z.; Li, T. S. *Ultras. Sonochem.* **2006**, *13*, 27.
- [22] Sadaphal, S. A.; Katgaonkar, A. H.; Labade, V. B.; Shingare, M. S. *Chin. Chem. Lett.* **2010**, *21*, 39.
- [23] Azizian, J.; Teimouri, F.; Mohammadizadeh, M. R. *Catal. Commun.* **2007**, *8*, 1117.
- [24] Alonso, I.; Esquivias, J.; Gómez-Arrayás, R.; Carretero, J. C. *J. Org. Chem.* **2008**, *73*, 6401.
- [25] Hui, Y. H.; Zhang, Q.; Jiang, J.; Lin, L. L.; Liu, X. H.; Feng, X. M. *J. Org. Chem.* **2009**, *74*, 6878.
- [26] Trost, B. M.; Müller, C. *J. Am. Chem. Soc.* **2008**, *130*, 2438.
- [27] Zwierzak, A.; Napieraj, A. *Tetrahedron* **1996**, *52*, 8789.

(Li, L.; Lu, Z.)