生物介质葡萄糖酸水溶液中 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物的有效合成

林春花^a 袁建军^a 刘德永^a 张后富^b 许招会^{*,a}

(^a江西师范大学化学化工学院 南昌 330022)

(^b江西省中医药研究院 南昌 330026)

摘要 在生物介质葡萄糖酸水溶液中,以芳香醛和 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮为原料,40 °C 合成了 6 种 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物.该反应具有收率高(81%~92%)、反应温和、操作简单及环境友好等优点.此外,葡萄糖酸溶液还可重复使用.

关键词 葡萄糖酸水溶液;芳香醛;2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮;5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)

Efficient Synthesis of 5,5-(Phenylmethylene)bis(2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione) Derivatives in Biobased Gluconic Acid Aqueous Solution

Lin, Chunhua^a Yuan, Jianjun^a Liu, Deyong^a Zhang, Houfu^b Xu, Zhaohui^{*,a}

(^a Chemistry and Chemical Engineering Department, Jiangxi Normal University, Nanchang 330022)

(^b Jiangxi Traditional Chinese Medicine Institute, Nanchang 330026)

Abstract Six kinds of 5,5-(phenylmethylene)bis(2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione) derivatives were synthesized by the reaction of aromatic aldehydes and 2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione in biobased gluconic acid aqueous solution at 40 °C. The reaction has the advantages of high yields (81%~92%), mild conditions, simple operation and environmental friendliness. Furthermore, GAAS can be reused for several times.

Keywords gluconic acid aqueous solution; aromatic aldehydes; 2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione; 5,5-(phenylmethylene)-bis(2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione)

5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)属多羰基杂环衍生物,分子内存酮-烯醇互变异构形式,它具有优于曲酸和含羞草碱的络氨酸酶抑制性能^[1].它也是制备如三咪唑并嘧啶酮衍生物^[2]、氧杂恩二酮^[3]、吡啶环二酮^[4]及苯并吡喃^[5]等杂环化合物的重要中间体.因此,5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物的合成研究一直令人注目.它通常由 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮与芳香醛在碱催化下反应而制得,催化剂多为有机胺^[6]或无机碱^[7],这些方法存在产品收率较低,反应时间长、后处理复杂等不足.在极性

溶剂中、无催化剂条件下制备 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物也有文献报道.Hedge 等^[8]报道了无催化剂条件下在 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)或二甲基亚砜(DMSO)溶剂中合成 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮),但后处理工艺复杂,溶剂不易回收.Yu 等^[9]报道了无催化剂条件下水相制备 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)的方法,但反应副产物较多,需柱层析分离产品,因此发展绿色、简便和高效合成的新方法显得极为迫切.以消除环境污染、提高反应效率和原子经济性、降

* Corresponding author. E-mail: gotoxzh@163.com

Received December 14, 2016; revised January 24, 2017; published online February 15, 2017.

Project supported by the National Science and Technology Project (No. 2001BA323C) and the Graduate Innovation Foundation of Jiangxi Province (No. YC2015-B023).

国家科技攻关计划(No. 2001BA323C)和江西省研究生创新基金(No. YC2015-B023)资助项目.

低能耗为研究目的的绿色化学,是化学重点发展方向之一^[10]。葡萄糖酸溶液是一种绿色、对环境无污染的生物介质^[11],通常为 50%的水溶液,并具有弱酸性,已广泛用于多种有机反应,如吡啶的 Michael 加成^[12]和苄醇与吡啶的 Friedel-Crafts 烷基化反应^[12],二吡啶甲烷及其衍生物的合成^[13]、多组分反应合成螺环吡啶^[14]、Yonemitsu 反应^[15]和多取代吡咯^[16]。基于此,笔者发展了以葡萄糖酸水溶液(GAAS)为反应介质和催化剂,通过芳香醛和 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮(麦氏酸)的 Knoevenagel 缩合与 Michael 加成的串联反应合成 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物的简单、有效的方法。合成路线见 Scheme 1。

1 结果与讨论

以苯甲醛和 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮为反应模型,考察了无催化剂条件下无溶剂、不同溶剂、溶剂用量、反应时间和反应温度对反应的影响,其结果见表 1。从表 1 可以看出,在无溶剂条件或常见有机溶剂如二氯甲烷、甲苯中都没有检测到化合物 **3a**(表 1 中 Entries 1~3)。溶剂的极性对反应有一定的影响,此反应在 DMSO 非质子极性溶剂中的收率有显著提高(表 1 中 Entries 4),但在极性溶剂中反应效果更佳(表 1 中 Entries 6~7)。接着考察了乙酸水溶液、草酸水溶液、苹果酸水溶液、GAAS 的催化效果,其中 GAAS 的催化效果最佳(表 1 中 Entries 8~11)。在室温下,使用 4.0 mL GAAS 作溶剂反应 4 h 后,化合物 **3a** 收率可达 84%。升温至 40 °C 反应,反应时间明显缩短,且收率提高显著,达到 89%,而进一步升温,产品收率变化不大。为了优化葡萄糖酸溶液用量,结果发现:当葡萄糖酸溶液用

图 1 化合物 **3a**~**3f** 和 **3g**~**3i** 的合成
Scheme 1 Synthesis of **3a**~**3f** and **3g**~**3i**

量为 4.0 mL 时效果最优。反应时间对产物收率影响也进行了考察,结果表明:最佳反应时间为 4 h。综上所述,优化的反应条件是:在无催化剂条件下,以 GAAS (50%水溶液)为溶剂,GAAS 用量 4.0 mL,反应原料(苯甲醛与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)的物质的量之比为 1:2,反应温度为 40 °C,最佳反应时间为 4 h。

同时,为了探讨 GAAS 水溶液对不同底物的普适性,在上述优化反应条件下,通过改变不同芳香醛与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮进行 Knoevenagel 缩合与 Michael 加成的串联反应,合成了 6 种 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物(**3a**~**3f**)(表 2)。从表 2 数据可看出,以葡萄糖水溶液为溶剂和催化剂条件下,该反应均可顺利进行,并以 81%~

表 1 化合物 **3a** 的合成条件优化^a
Table 1 Optimization of reaction conditions for the synthesis of compound **3a**

Entry	Solvent (mL)	Catalyst	Time/h	Temperature/°C	Yield ^b /%
1	None	None	12	r.t.	Trace
2	1,2-Dichloroethane (4.0)	None	12	r.t.	Trace
3	Toluene (4.0)	None	8	r.t.	Trace
4	CH ₃ COOCH ₂ CH ₃ (4.0)	None	8	r.t.	15
5	DMSO (4.0)	None	8	r.t.	58
6	CH ₃ CH ₂ OH (4.0)	None	6	r.t.	66
7	H ₂ O (4.0)	None	6	r.t.	73
8	H ₂ O (4.0)	CH ₃ COOH	5	r.t.	78
9	H ₂ O (4.0)	Oxalic acid	5	r.t.	76
10	H ₂ O (4.0)	Malic acid	5	r.t.	76
11	GAAS (50% aqueous solution) (4.0)	None	5	r.t.	84
12	GAAS (50% aqueous solution) (4.0)	None	4	40	89
13	GAAS (50% aqueous solution) (4.0)	None	4	50	82
14	GAAS (50% aqueous solution) (3.0)	None	6	40	84
15	GAAS (50% aqueous solution) (5.0)	None	4	40	89

^a Reaction conditions: benzaldehyde (1 mmol), 2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-dione (2 mmol), solvent (4.0 mL); ^b isolated yield.

92%的较高收率得到相应的 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物. 带吸电子基的芳香醛反应速度快于带供电子基的芳香醛, 对于带有强供电基团如 4-甲氧基苯甲醛或 4-*N,N*-二甲氨基苯甲醛仅能发生 Knoevenagel 缩合反应. 此外, 苯甲醛上取代基的位置对产物收率有一定影响, 用邻硝基苯甲醛作底物时表现更明显, 由于空间位阻太大, 仅得到 Knoevenagel 缩合反应产物(**3i**), 而 3-氯苯甲醛由于位阻明显小于邻硝基苯甲醛, 以 92%收率得到目标产物.

表 2 化合物 **3a**~**3f** 和 **3g**~**3i** 的合成^a
Table 2 Synthesis of **3a**~**3f** and **3g**~**3i**

Entry	Product	R	Time/h	Yield ^b /%
1	3a	H	4.0	89
2	3b	4-F	3.0	83
3	3c	4-Cl	3.5	86
4	3d	4-CH ₃	5.0	81
5	3e	4-NO ₂	3.0	83
6	3f	3-Cl	4.0	92
7	3g	4-CH ₃ O	5.0	90
8	3h	4-N(CH ₃) ₂	5.0	92
9	3i	2-NO ₂	4.0	96

^a Reaction conditions: aromatic aldehyde (5 mmol), 2,2-dimethyl-1,3-dioxane-4,6-diones (10 mmol), GAAS (4 mL), temperature 40 °C; ^b isolated yield; ^c melting points are uncorrected.

以苯甲醛和 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮为反应模型, 在优化的反应条件下反应结束后, 由于葡萄糖酸溶液为极性溶剂, 其与原料、产物均不互溶, 因此可以通过简单过滤回收葡萄糖酸溶液. 回收后的葡萄糖酸溶液循环使用 4 次, 反应的收率依次为 89%, 89%, 86%, 82%.

此外, 根据产物的结构和反应的特点, 参考文献[6, 13]的方法, 笔者以苯甲醛和 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮的反应为例说明 Knoevenagel 缩合与 Michael 加成的串联反应可能的反应机理. 在反应过程中 GAAS 与原料的键合和离去起着非常重要的作用. 生物介质 GAAS 通过与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮形成氢键, 增强了 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮的互变异构体亚甲基碳的亲核性, 而芳香醛与 GAAS 形成氢键, 使醛羰基更易受亲核试剂的进攻, 发生 Knoevenagel 缩合反应生成中间体 **6**, 再与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮的互变异构体 **5** 发生 Michael 加成反应得目标产物 **3a**. 可能的反应过程, 如 Scheme 2 所示.

2 结论

在无催化剂条件下, 以葡萄糖酸溶液为反应介质, 以不同芳香醛与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮发生 Knoevenagel 缩合与 Michael 加成的串联反应, 有效合成了 6 种 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)衍生物, 并确定了较好的反应条件: 当芳香醛与 2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮的物质的量之比为 1 : 2, 葡萄糖酸溶液用量为 4.0 mL 时, 40 °C 反应 3.0~5.0 h, 产品收率为 81%~92%. 该反应具有反应温和、操作简单、环境友好及葡萄糖酸溶液能重复使用等优点.

3 实验部分

3.1 试剂与仪器

2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮按文献[17]制备; 苯甲醛、4-甲基苯甲醛、4-氯苯甲醛、4-氟苯甲醛、3-

图 2 生成化合物 **3a** 可能的机理
Scheme 2 Proposed mechanism for the formation of **3a**

氯苯甲醛、4-硝基苯甲醛、2-硝基苯甲醛及 4-甲氧基苯甲醛为分析纯; 其它均为化学纯。

瑞士 BuchiB-540 型显微熔点仪(温度计未经校正); 德国 Bruker 400 MHz 型核磁共振仪(DMSO- d_6 为溶剂, TMS 为内标); 日本岛津 FT-IR-8400 型红外仪(KBr 压片); MS 谱由 ABI 公司 API3200 三重四级杆质谱仪记录。

3.2 5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(3a~3f)的合成

在 20 mL 试管中加入芳香醛(1 mmol)、2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮(2 mmol)和葡萄糖酸溶液(4.0 mL), 于 40 °C 反应 3.0~5.0 h, 反应完毕, 过滤, 滤液为葡萄糖酸溶液并用于下一次反应。滤饼用 10 mL 蒸馏水洗涤 2 次、无水乙醇重结晶、干燥得目标化合物 **3a~3i**。

5,5-(苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3a**): 白色固体, 熔点 180~182 °C (lit.^[18] 180~182 °C); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.68 (s, 6H), 1.81 (s, 2H), 4.60~4.69 (m, 3H), 7.26~7.37 (m, 3H), 7.52~7.53 (m, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 26.59, 28.62, 40.02, 49.28, 105.41, 127.88, 128.38, 129.01, 140.57, 163.87, 165.21; ESI-MS m/z : 377.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5,5-(4-氟苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3b**): 白色固体, 熔点 152~154 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.71 (s, 6H), 1.82 (s, 2H), 4.59~4.66 (m, 3H), 7.00~7.06 (m, 2H), 7.51~7.55 (m, 2H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 26.56, 28.59, 36.16, 49.31, 105.52, 114.12, 115.74, 128.08, 130.34, 164.54, 167.12; ESI-MS m/z : 395.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5,5-(4-氯苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3c**): 白色固体, 熔点 161~163 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.72 (s, 6H), 1.82 (s, 2H), 4.58~4.64 (m, 3H), 7.32 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 7.49 (d, $J=8.0$ Hz, 2H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 26.56, 28.58, 39.36, 48.66, 105.54, 121.70, 127.40, 129.14, 129.98, 163.69, 165.48; ESI-MS m/z : 411.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5,5-(4-甲基苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3d**): 白色固体, 熔点 148~150 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.69 (s, 6H), 1.81 (s, 6H), 2.32 (s, 3H), 4.57~4.67 (m, 3H), 7.16 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 7.42 (d, $J=8.0$ Hz, 2H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 21.07, 26.57, 28.63, 39.54, 49.37, 105.39, 128.25, 129.69, 134.26, 137.62, 163.97, 165.30; ESI-MS m/z : 391.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5,5-(4-硝基苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3e**): 白色固体, 熔点 144~146 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.75 (s, 6H), 1.83 (s, 6H), 4.71~4.74 (m, 3H), 6.75 (d, $J=12.0$ Hz, 2H), 8.21 (d, $J=8.0$

Hz, 2H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 26.58, 28.50, 39.88, 48.79, 105.80, 124.13, 129.74, 135.66, 147.40, 163.64, 164.75; ESI-MS m/z : 422.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5,5-(3-氯苯基亚甲基)双(2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮)(**3f**): 白色固体, 熔点 152~154 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.73 (s, 6H), 1.83 (s, 6H), 4.57~4.62 (m, 3H), 7.26~7.30 (m, 2H), 7.44~7.46 (m, 2H), 7.56 (s, 1H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 26.61, 28.58, 39.65, 49.12, 105.57, 126.92, 128.16, 128.44, 130.23, 134.80, 142.78, 163.72, 165.04; ESI-MS m/z : 411.1 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 。

5-(4-甲氧苯基亚甲基)-2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮(**3g**): 淡黄色固体, 熔点 122~123 °C (lit.^[19] 126 °C); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.79 (s, 6H), 3.91 (s, 3H), 6.98 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 8.23 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 8.38 (s, 1H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 27.53, 55.70, 104.18, 110.89, 114.39, 124.77, 137.66, 157.93, 160.49, 164.07, 164.67。

5-(4-*N,N*-二甲基苯基亚甲基)-2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮(**3h**): 橙色固体, 熔点 168~170 °C (lit.^[20] 166~168 °C); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.77 (s, 6H), 3.15 (s, 6H), 6.70 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 8.25 (d, $J=8.0$ Hz, 2H), 8.30 (s, 1H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 27.33, 40.14, 103.45, 105.13, 111.33, 120.29, 138.94, 154.50, 158.05, 161.45, 165.22。

5-(2-硝基苯基亚甲基)-2,2-二甲基-1,3-二噁烷-4,6-二酮(**3i**): 淡黄色固体, 熔点 119~120 °C (lit.^[21] 120~122 °C); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 1.82 (s, 6H), 7.50 (d, $J=7.7$ Hz, 1H), 7.66 (t, $J=7.8$, 1H), 7.75 (t, $J=7.6$ Hz, 1H), 8.30 (d, $J=8.2$ Hz, 1H), 8.80 (s, 1H); ^{13}C NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 27.83, 105.48, 124.86, 130.32, 130.90, 133.82, 148.31, 155.80, 159.00, 161.53。

辅助材料(Supporting Information) 部分目标化合物 **3a**, **3d**, **3f** 的 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 图谱。这些材料可以免费从本刊网站(<http://sioc-journal.cn/>)上下载。

References

- [1] Khan, K. M.; Maharvi, G. M.; Khan, M. T.; Shaikh, A. J.; *Bioorg. Med. Chem.* **2006**, *14*, 344.
- [2] Lipson, V. V.; Orlov, V. D.; Desenko, S. M.; Karnozhitskaya, T. M.; Shirobokova, M. G. *Chem. Heterocycl. Compd.* **1999**, *35*, 595.
- [3] Shanmugasundaram, P.; Prabakar, K. J.; Ramakrishnan, V. T. *J. Heterocycl. Chem.* **1993**, *30*, 1003.
- [4] Srividya, N.; Ramamurthy, P.; Shanmugasundaram, P.; Ramakrishnan, V. T. *J. Org. Chem.* **1996**, *61*, 5083.
- [5] Marco, B. A.; Manuel, T. A.; Itzia, P. M.; Francisco, M. M.; Georgina, E. *J. Chem. Crystallogr.* **1999**, *29*, .
- [6] Nader, N. P.; Ali, G.; Mohammad, B.; Alireza, S. *Arabian J. Chem.*

- 2013, 5, 1.
- [7] Giancarlo, G.; Alberto, D.; Gian, M. N.; Giovanni, P.; Andrea, P.; Silvia, T. *Eur. J. Org. Chem.* **2003**, 2003, 4438.
- [8] Hedge, J. W.; Kruse, C. W.; Snyder, H. R. *J. Org. Chem.* **1961**, 26, 992.
- [9] Yu, J. J.; Wang, L. M.; Liu, J. Q.; Guo, F. L.; Liu, Y.; Jiao, N. *Green Chem.* **2010**, 12, 216.
- [10] Shi, D.-Q.; Ni, S.-N.; Dou, G.-L. *Chin. J. Org. Chem.* **2009**, 29, 788 (in Chinese).
(史达清, 倪赛男, 窦国兰, 有机化学, **2009**, 29, 788.)
- [11] Gu, Y. L.; Francois, J. *Chem. Soc. Rev.* **2013**, 42, 9550.
- [12] Zhou, B. H.; Yang, J.; Li, M. H.; Gu, Y. L. *Green Chem.* **2011**, 13, 2204.
- [13] Sheng, W.-L.; Du, Y.-Y.; Tian, F.-L.; Han, L.-M.; Zhu, N. *Chem. Bull.* **2012**, 75, 1026 (in Chinese).
(盛万里, 杜玉英, 田福利, 韩利民, 竺宁, 化学通报, **2012**, 75, 1026.)
- [14] Guo, R. Y.; Wang, P.; Wang, G. D.; Mo, L. P.; Zhang, Z.-H. *Tetrahedron* **2013**, 69, 2056.
- [15] Yan, N.; Xia, J.-H.; Xiong, Y.-K.; Xiong, B.; Lin, C. H.; Liao, W.-L. *Chin. J. Org. Chem.* **2014**, 34, 2487 (in Chinese).
(严楠, 夏剑辉, 熊云奎, 熊斌, 林春花, 廖维林, 有机化学, **2014**, 34, 2487.)
- [16] Li, B. L.; Li, P. H.; Fang, X. Na.; Li, C. X.; Sun, J. L.; Mo, L. P.; Zhang, Z. H. *Tetrahedron* **2013**, 69, 7011.
- [17] Yan, N.; Xiong, B.; Liao, W.-L.; Xu, Z.-H. *Chin. J. Org. Chem.* **2010**, 30, 1391 (in Chinese).
(严楠, 熊斌, 廖维林, 许招会, 有机化学, **2010**, 30, 1391.)
- [18] Sajjad, S.; Malek, T. M.; Nourallah, H.; Mojtaba, L.; Santiago, G.-G.; Laura, T.-F. *Chin. J. Catal.* **2015**, 36, 1023.
- [19] Schuster, P.; Polansky, O. E.; Wessely, F. *Monatsh. Chem.* **1964**, 95, 53.
- [20] Xu, Z.-H.; Yan, N.; Liao, W.-L. *J. Jiangxi Normal Univ. (Nat. Sci.)* **2012**, 36, 524 (in Chinese).
(许招会, 严楠, 廖维林, 江西师范大学学报(自然科学版), **2012**, 36, 524.)
- [21] Le, W. J.; Lu, H. F.; Zhou, J. T.; Cheng, H. L.; Gao, Y. H. *Tetrahedron Lett.* **2013**, 54, 5370.

(Li, L.; Lu, Z.)