

氨甲酰基硅烷作为氨酰基源合成 α -磺酰氨基酰胺衍生物

韩宇玲 全文婷 刘 慧 陈建新*

(山西师范大学化学与材料科学学院 临汾 041004)

摘要 氨甲酰基硅烷与 *N*-磺酰亚胺在无催化剂苯作溶剂的条件下反应, 直接合成了磺酰基保护的 α -氨基酰胺衍生物, 收率为 71%~89%。该方法不仅可合成 α -氨基叔酰胺, 还可合成 α -氨基仲酰胺。通过研究反应的影响因素发现, *N*-磺酰亚胺双键相连基团的电子效应是影响反应的重要因素, 它既影响反应完成的时间, 又影响产物的产率。该反应具有条件温和、副产物少、产率高和后处理简单等优点, 是有效合成 α -氨基酰胺的新方法。

关键词 氨甲酰基硅烷; α -氨基酰胺; *N*-磺酰亚胺; 亲核加成; 合成方法

Synthesis of α -(*N*-Sulfonyl)amino Amides Derivatives Using Carbamoylsilanes as an Amide Source

Han, Yuling Tong, Wenting Liu, Hui Chen, Jianxin*

(College of Chemistry and Material Science, Shanxi Normal University, Linfen 041004)

Abstract α -(*N*-Sulfonyl)amino amide derivatives are directly synthesized in 71%~89% yields by the reaction of carbamoylsilanes with various *N*-sulfonylimines in benzene under catalyst-free conditions. The procedure can prepare both tertiary and secondary α -amino amides. A comparison of the results obtained from the *N*-sulfonylimines containing the variety of alkyl, aryl and heterocyclic ring indicated that the electronic effect was an important factor in the addition reaction, which influenced on the rate and yields of the reaction. The new method is simple and mild procedure, no catalysts conditions, less byproducts and good yields for the preparation of α -aminoamides

Keywords carbamoylsilane; α -amino amide; *N*-sulfonylimine; nucleophilic addition; synthetic method

α -氨基酰胺是多肽和蛋白质的基本结构单元, 在大量的天然产物和药物分子中都发现了其结构的存在, 因此在化学、生物化学和药学中对它们进行了广泛的研究^[1~4], 其中合成方法的研究不仅对多肽和蛋白质的合成具有重要的意义, 而且在药物合成中也是非常重要的工作之一^[5~7], 故 α -氨基酰胺合成方法的研究进展备受化学工作者的关注。在过去的几十年中, 研究较多的是用胺、羧酸、醛和异脒进行多组分 Ugi 反应来实现 α -氨基酰胺的合成^[8~10], 此方法的缺点是去氨基保护困难, 有异脒的残留, 难控制酰胺氮原子上单一取代的唯一性, 当使用手性胺时, 立体选择性较低。虽然对该方法进行了不断地改进, 得到了一定的效果, 但难以避免反应本身的缺陷^[11~13]。最近 Mita 等^[14]报道, 用 *N*-苯磺酰亚胺作底物, 进行催化硅烷基化后, 再用 CO 进行羰

基化可生成 α -氨基酸, 但反应步骤较多, 并使用了难以操作的毒性一氧化碳气体。Reeves 等^[15]报道, 用 *N*-亚磺酰亚胺与氨甲酰基锂进行加成反应可直接合成 α -氨基酰胺, 然而氨甲酰基锂不稳定, 对空气敏感, 试剂具有强碱性, 使适用范围受到限制。故发展具有通用性和实用性的合成方法, 无疑是一个具有重要理论意义和应用价值的研究课题。近年来, 有机硅试剂作为碳基源合成羰基化合物的研究有了较快进展, 如: 用 α -三甲基硅基乙酸酯与醛的加成反应制备 β -羟基酯的研究^[16]及用脒基三甲基硅与 α,β 不饱和酮反应合成 β -脒基酮的研究^[17~19]等。本课题组开展了用氨甲酰基硅烷作为氨酰基源, 在底物分子中引入氨酰基的反应研究, 实现了氨酰基直接引入到醛和酮^[20,21]、 α -羰基酰胺或酯^[22,23]、卤代芳烃^[24,25]、苄基卤和酰卤^[26,27]的分子中, 一步合成 α -

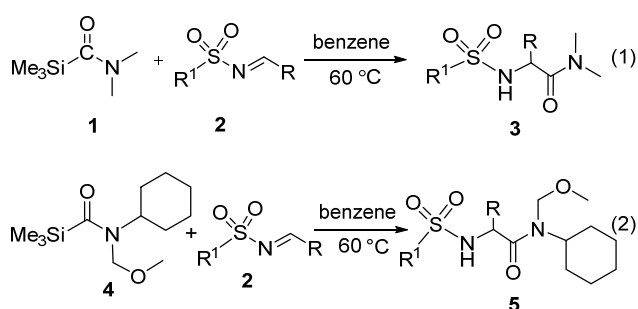
* Corresponding author. E-mail: jxxcc2002@yahoo.com

Received March 30, 2018; revised May 13, 2018; published online May 24, 2018.

Project supported by the Shanxi Provincial Foundation for Returnees Overseas Scientists (No. 0713), the Natural Science Foundation of Shanxi Province (No. 2012011046-9), and the Foundation of the Modern College of Arts and Science, Shanxi Normal University (No. WL2016CXCXY-YJ-30).

山西省留学回国人员基金(No. 0713)、山西省自然科学基金(No. 2012011046-9)和山西师范大学文理学院基金(No. WL2016CXCXY-YJ-30)资助项目。

羟基酰胺、酰胺、苄基酰胺和 α -羰基酰胺. 氨甲酰基硅烷与亚胺盐、亚胺或 *N*-Boc 亚胺反应可合成 α -氨基酰胺^[28~30], 但这些反应的不足之处是: 亚胺盐易吸水, 不易操作, 亚胺需要等量的三氟化硼催化剂才能反应, *N*-Boc 亚胺不稳定, 难以保存. 最近我们课题组发现氨甲酰基硅烷能够与 *N*-磺酰亚胺直接反应, 合成 *N*-磺酰基保护的 α -氨基酰胺, 克服了上述缺点. 部分结果已以快报形式报道^[31], 在详细介绍这一研究工作的同时, 进一步研究了它们在合成 α -氨基仲酰胺中的应用. 仲酰胺基在合成杂环化合物中是重要的官能团^[32~35]. 在这方面的研究中, 我们使氨甲酰基硅烷的氨基连接一个较大的环己基和一个较易水解的保护基, 实现了 α -氨基仲酰胺合成(Eqs. 1, 2).



1 结果与讨论

1.1 α -氨基叔酰胺衍生物的合成中对溶剂的选择

N-磺酰亚胺可以通过醛与苯磺酰胺或对甲苯磺酰胺的缩合反应进行制备^[36,37], 它与氨甲酰基硅烷^[38]在无水无氧的条件下反应, 直接生成了 α -磺酰氨基酰胺衍生物. 选择 *N*-苯磺酰基苯基亚胺作为底物, 在不同溶剂中与氨甲酰基硅烷 **1** 反应, 考查溶剂对反应的影响, 反应结果列入表 1, 由这些结果可以看出, 当苯作溶剂, 反应温度为 60 °C 时, 反应时间最短, 反应产物的产率最高, 而在其它溶剂如二氯甲烷、乙醚、四氢呋喃、甲苯和乙腈中, 反应时间较长, 产物的产率较低, 因此苯是该反应的较好溶剂.

表 1 溶剂对氨甲酰基硅烷与 *N*-磺酰亚胺加成反应的影响

Table 1 Solvent effects on addition of carbamoylsilane to *N*-sulfonylimines

Entry	Solvent	Temp./°C	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
1	Dichloromethane	35	48	30
2	Sulfuric ether	30	77	41
3	THF	60	46	0
4	Toluene	60	26	70
5	Acetonitrile	60	24	56
6	Benzene	60	24	78

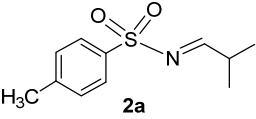
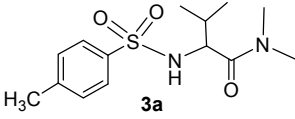
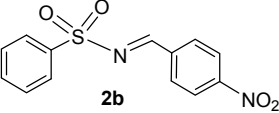
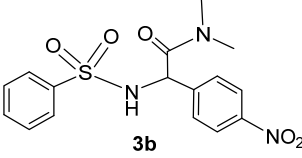
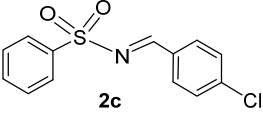
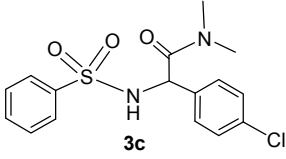
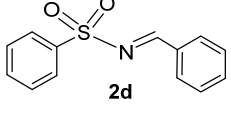
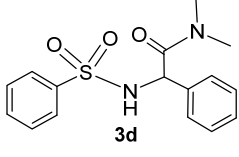
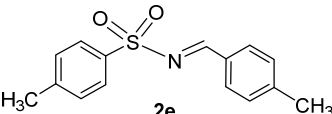
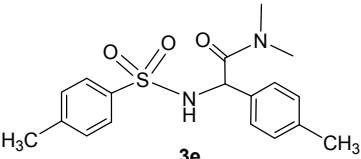
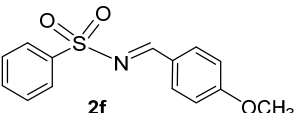
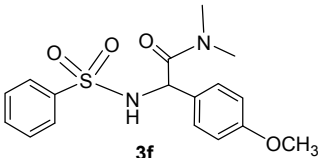
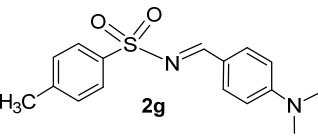
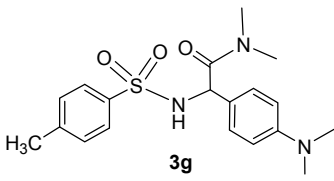
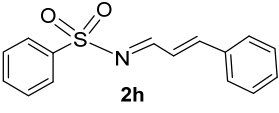
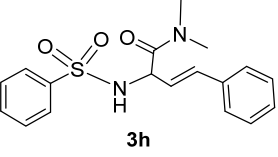
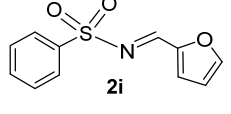
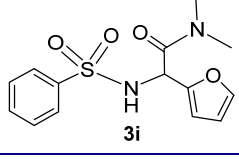
^a To complete consumption of carbamoylsilane **1**; ^b isolated yield based on *N*-sulfonylimines; ^c 1 : 1.1 molar ratio of *N*-sulfonylimines and carbamoylsilane.

1.2 α -磺酰氨基酰胺衍生物的合成

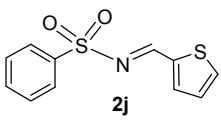
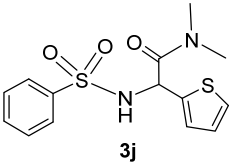
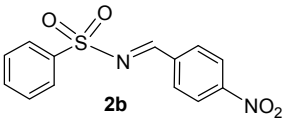
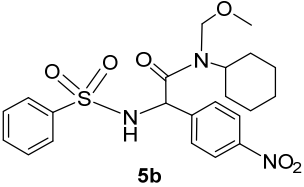
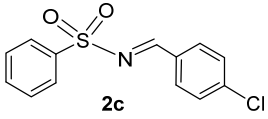
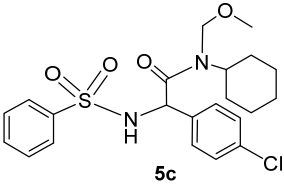
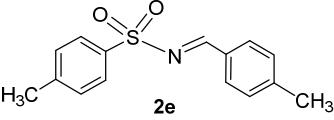
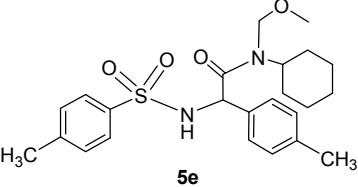
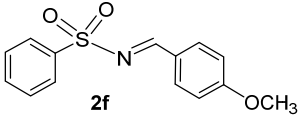
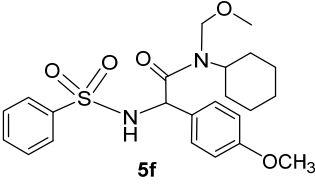
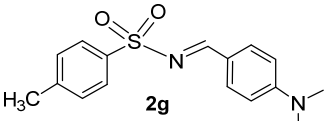
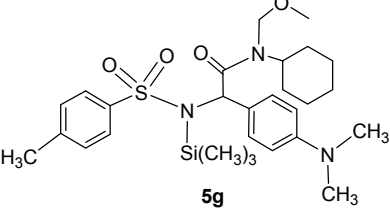
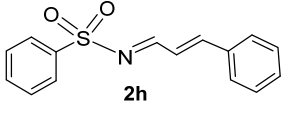
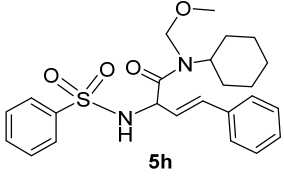
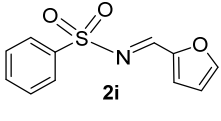
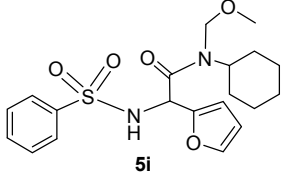
为了了解不同结构的 *N*-磺酰亚胺的反应活性, 我们考查了具有不同空间位阻和不同电子效应的 *N*-磺酰亚胺与 *N,N*-二甲基氨甲酰基三甲基硅烷(**1**)的反应性能, 发现 C=N 双键的氮原子连有苯磺酰基和对甲苯磺酰基对反应影响不大, 而 C=N 双键的碳原子所连基团的电子效应和空间位阻是影响反应的主要因素, 既影响反应完成的时间, 又影响反应产物的产率. 如表 2 所示, 我们选择代表性的脂肪基对甲磺酰亚胺(**2a**)与氨甲酰基硅烷 **1** 反应(表 2, Entry 1), 发现尽管异丙基有较大的位阻, 反应仍能较快地完成, 得到较高产率的产物 **3a**. 在芳香基磺酰亚胺与氨甲酰基硅烷 **1** 的反应中(表 2, Entries 2~7), 通过考查芳基上不同电子效应的取代基对反应的影响发现, 它既影响反应完成的时间又影响产物的产率. 连有吸电子取代基时, 由于能增加 C=N 双键碳原子的正电性, 反应完成的时间较短(**2b**, **2c**), 分离产物的产率较高, 连有给电子取代基时(**2e**, **2f**, **2g**), 反应完成的时间相对连有吸电子取代基时较长, 分离产物的产率较低. 这一作用与取代基的诱导效应和共轭效应都有关系. 磺酰亚胺 **2b** 和 **2c**, 苯环上连有硝基和氯, 具有较强的吸电子诱导效应, 反应完成时间都比不连取代基的 **2d** 较短(分别为 16, 18 h); 磺酰亚胺 **2e** 和 **2f**, 苯环上连有甲基和甲氧基, 位于双键的对位, 具有给电子的电子效应, 使反应完成的时间较长(分别为 26, 22 h), 分离产物的产率较低(均为 73%). 磺酰亚胺 **2g** 在苯环的对位上连有二甲氨基, 反应速率比苯环无取代基的 **2d** 较快, 可能的原因是由于二甲氨基同时具有给电子共轭效应和吸电子诱导效应, 这里吸电子的诱导效应起了主导作用; 连有苯乙烯基的磺酰亚胺 **2h**, 具有共轭双键结构, 它的空间位阻较小, 反应完成的时间比连有苯基的 **2d** 要短的多(15 h), 说明空间位阻对反应完成时间的影响较大. 从电子效应分析, 不饱和键有一定的给电子作用, 使分离产物的产率降低, 这与前面发现的规律相符合. 从反应产物的结构可知, 磺酰亚胺 **2h** 与氨甲酰基硅烷 **1** 之间只发生了 1,2 加成反应, 没有发生 1,4 加成反应; 磺酰亚胺 **2i** 和 **2j** 的 C=N 双键碳原子上连有富电子五元杂环, 也能与氨甲酰基硅烷 **1** 发生反应, 反应完成的时间比含苯环的 **2d** 短(分别为 19, 23 h), 得到较高产率的产物 **3i** 和 **3j**(分别为 80%, 85%). 比较磺酰亚胺 **2i** 和 **2j** 的结构可见, 在 **2i** 结构中, 呋喃环上氧的电负性大于在 **2j** 噻吩环上硫的电负性, 导致 **2i** 比 **2j** 的反应完成时间短. 总之用代表性磺酰亚胺与氨甲酰基硅烷 **1** 反应, 得到了较高收率的 α -磺酰氨基叔酰胺衍生物(71%~89%).

作为合成 α -氨基酰胺的新方法, 必须具有广泛的应用价值, 因此要求这一方法不仅能合成 α -氨基叔酰胺衍

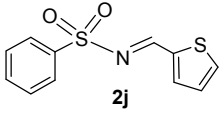
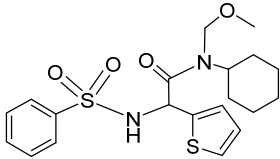
表 2 α -氨基酰胺衍生物 3 和 5 的合成
Table 2 Synthesis of α -amino amides derivatives 3 and 5

Entry	<i>N</i> -Sulfonylimine	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
1			11	89
2			16	83
3			18	78
4			24	78
5			26	73
6			22	73
7			20	79
8			15	71
9			19	80

续表

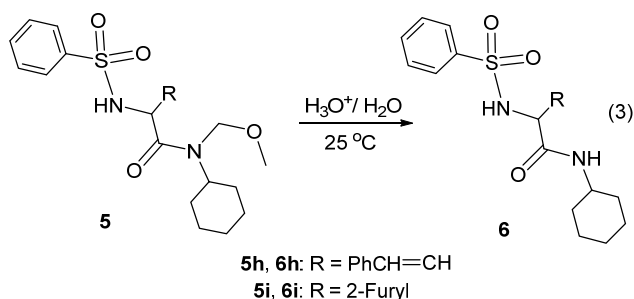
Entry	<i>N</i> -Sulfonylimine	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
10	 2j	 3j	23	85
11	 2b	 5b	25	85
12	 2c	 5c	27	83
13	 2e	 5e	26	75
14	 2f	 5f	28	80
15	 2g	 5g	30	73
16	 2h	 5h	30	78
17	 2i	 5i	28	80

续表

Entry	<i>N</i> -Sulfonylimine	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
18			30	78
	2j	5j		

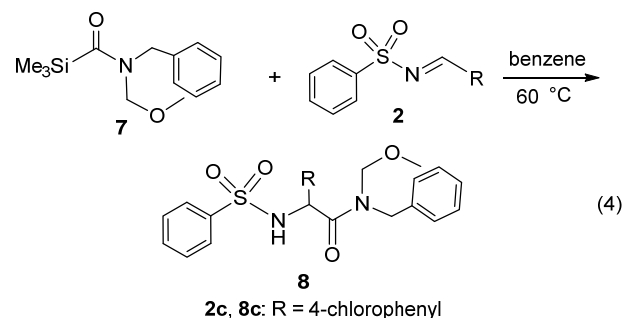
^a To complete consumption of carbamoylsilane **1** at 60 °C in benzene; ^b isolated yield based on *N*-sulfonylimines; ^c 1 : 1.1 molar ratio of *N*-sulfonylimines and carbamoylsilane.

生物, 而且还能合成 α -氨基仲酰胺衍生物以及 α -氨基伯酰胺衍生物. 为了达到这一目的, 我们设计了氨基带有保护基的氨甲酰基硅烷 **4** 作为氨酰基源, 尝试了与磺酰亚胺反应, 得到了较好的结果. 从表 2 中可以看到, 含有不同电子效应取代基的 *N*-苯磺酰基芳基亚胺(**2**), 与 *N*-环己基-*N*-甲氧甲基(三甲基)硅烷(**4**)在 60 °C 苯中反应, 都得到了目标加成产物 α -(*N*-苯磺酰基)氨基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基芳基乙酰胺(**5**), 产率为 73%~85%. 对比氨甲酰基硅烷 **1** 与同一底物的反应结果发现, 本反应速率较慢, 可能的原因是氨甲酰基硅烷 **4** 比氨甲酰基硅烷 **1** 有较大的位阻. 从取代基的影响对比发现, 与氨甲酰基硅烷 **1** 是一致的, 苯环上连有吸电子取代基的亚胺比连有给电子取代基的亚胺所得产物的产率要高. 产物 **5** 在盐酸溶液中经过室温水解, 脱去保护基甲氧甲基, 可得到 α -氨基仲酰胺衍生物^[39,40]. 我们选取代表性产物 **5h** 和 **5i** 进行了水解, 得到了仲酰胺 **6h** 和 **6i** (Eq. 3). 按照这一思路, 我们将还能实现合成 α -氨基伯酰胺衍生物, 如 Eq. 4 设计, 在氨甲酰基硅烷 **7** 的氨基上, 同时连有甲氧甲基和苄基保护基, 按照化合物 **3** 的合成条件, 与磺酰亚胺反应, 所得产物可分步脱去两个保护基, 可得到伯酰胺, 也可连有相同保护基, 一步脱保护直接合成 α -氨基伯酰胺衍生物. 这里我们只用 **2c** 作为代表, 合成了连有双保护基的 α -氨基酰胺衍生物 **8c**, 进一步研究将在后续报道.

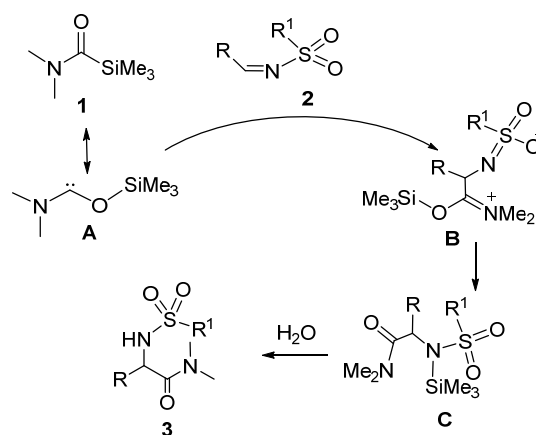


1.2 反应机理探讨

根据反应过程和产物的结构, 同时结合文献报道^[41], 我们推测加成反应的可能机理如 Scheme 1 所示.



N,N-二甲基氨甲酰基三甲基硅烷在磺酰亚胺(**2**)的双键诱导下, 重排成亲核卡宾 **A** 的形式, 其一对孤对电子具有亲核性, 进攻 *N*-磺酰亚胺 **2** 结构中 C=N 双键碳原子, 在碳氮双键上发生亲核加成反应, 使碳氮双键打开生成中间体 **B**, 而中间体 **B** 是带有正负电荷的内盐结构, 很不稳定, 易发生三甲基硅基团从氧原子向氮原子的 1,4 转移, 使分子呈电中性, 产生有稳定羰基的 α -(*N*-三甲基硅基-*N*-磺酰基)氨基酰胺中间体 **C**, **C** 不稳定, 在柱色谱分离过程中, 容易从微量的水中获取质子, 接着失去三甲基硅基团而生成最终的 α -氨基酰胺衍生物 **3**.



图式 1 氨甲酰基硅烷与磺酰亚胺反应的可能机理
Scheme 1 Plausible mechanism for the reaction of carbamoylsilane and *N*-sulfonylimines

2 结论

发现了氨甲酰基硅烷与 *N*-磺酰亚胺 **2** 的亲核加成

反应, 直接制备 α -磺酰氨基酰胺衍生物的合成新方法. 此方法可合成叔酰胺和仲酰胺衍生物, 并提出了合成伯酰胺衍生物的途径. 在本方法中, 用氨甲基硅烷与 N -磺酰亚胺在中性条件下一步完成反应, 反应温和, 操作简单, 原料稳定, 不使用催化剂, 有较高的产率及可操作性较强, 故该方法具有重要的合成应用价值, 将会在化学合成或药物合成中得到应用. 此方法有待扩展到合成伯酰胺及不对称合成 α -氨基酰胺衍生物中, 使应用范围更广, 后续的研究工作正在进行中.

3 实验部分

3.1 仪器与试剂

Bruker AR600 核磁共振波谱仪(TMS 为内标); IM-PACT-410 傅利叶红外光谱仪(KBr 压片或液膜); EA-1108 四元素分析仪; 熔点测定仪(北京第三光学仪器厂), 温度未经校正.

氨甲基硅烷参考文献[38]报道方法制备; N -磺酰亚胺参考文献[36, 37]报道方法制备; 三甲基氯硅烷、二异丙胺、正丁基锂、 N,N -二甲基甲酰胺等试剂均为分析纯; 三甲基氯硅烷重蒸后使用; 无水苯需要苯加钠后, 加热回流到二苯甲酮变蓝即可使用; 反应过程由薄层色谱(TLC)硅胶预制板跟踪检查, 柱色谱用硅胶为 200~300 目, 展开剂用石油醚(60~90 °C)和乙酸乙酯的混合物.

3.2 实验方法

3.2.1 α -磺酰氨基酰胺衍生物的合成

在一个 10 mL 的 Schenk 管中, 在无水无氧、0 °C 和氩气保护的条件下, 加入 0.50 mmol 磺酰亚胺和 1.5 mL 无水苯, 搅拌约 20 min 后, 缓慢滴加 0.55 mmol 氨甲基硅烷, 加完后继续搅拌 15 min, 去冰浴回温 30 min, 然后加热到 60 °C 恒温反应, TLC 跟踪检测, 待氨甲基硅烷完全消失反应结束, 去溶剂浓缩, 用色谱柱分离, 展开剂为石油醚与乙酸乙酯的混合物, 得到 α -磺酰氨基酰胺衍生物 **3** 或 **5**.

N -对甲苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基异戊酰胺(**3a**): 140.6 mg 无色固体, 产率 88.9%. m.p. 129.0~130.5 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.70 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 7.28 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 5.56 (d, $J=9.6$ Hz, 1H), 3.88 (t, $J=9.6$, 6.0 Hz, 1H), 2.78, 2.62 (each s, 6H), 2.42 (s, 3H), 1.85 (m, 1H), 1.00, 0.90 (dd, $J=6.6$ Hz, 6H); ^{13}C NMR (151 MHz, CDCl_3) δ : 170.5, 143.4, 136.7, 129.3, 127.4, 57.7, 36.9, 35.4, 31.3, 21.5, 19.5, 17.1; IR (KBr) ν : 3240, 1640, 1595, 1400, 1329 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$: C 56.36, H 7.43, N 9.39; found C 56.38, H 7.60, N 9.44.

N -苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基(对硝基)苯乙酰胺(**3b**): 160.1 mg 无色固体, 产率 83.1%. m.p. 156.0~158.0 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 8.11~7.39 (m, 9H), 6.49 (s, 1H), 5.33 (s, 1H), 2.86, 2.81 (each s, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 167.5, 147.8, 142.7, 140.0, 132.7, 128.9, 128.8, 127.0, 124.1, 56.4, 36.8, 36.3; IR (KBr) ν : 3434, 3246, 1653, 1517, 1394, 1349 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$: C 52.88, H 4.72, N 11.56; found C 52.79, H 4.68, N 11.41.

N -苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基(对氯)苯乙酰胺(**3c**): 146.2 mg 白色固体, 产率 78.2%. m.p. 134.0~136.0 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.69~7.15 (m, 9H), 6.37 (s, 1H), 5.21 (s, 1H), 2.83, 2.78 (each s, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 168.1, 140.3, 134.6, 134.2, 132.4, 129.2, 129.1, 128.7, 127.0, 56.6, 36.8, 36.1; IR (KBr) ν : 3434, 3240, 1640, 1491, 1342 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_3\text{SCl}$: C 54.47, H 4.86, N 7.94; found C 54.20, H 4.66, N 7.81.

N -苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基苯乙酰胺(**3d**): 132.1 mg 白色固体, 产率 78.3%. m.p. 145.0~146.0 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.70~7.21 (m, 10H), 6.38 (d, $J=7.2$ Hz, 1H), 5.23 (d, $J=7.2$ Hz, 1H), 2.82, 2.77 (each s, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 168.5, 140.3, 135.6, 132.3, 129.0, 128.7, 128.5, 127.8, 127.0, 57.4, 36.7, 36.1; IR (KBr) ν : 3434, 3175, 1640, 1446, 1387 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$: C 60.35, H 5.70, N 8.80; found C 60.46, H 5.79, N 8.85.

N -对甲苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基(对甲基)苯乙酰胺(**3e**): 134.2 mg 白色固体, 产率 73.1%. m.p. 169.0~170.0 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.60~7.05 (m, 8H), 6.23 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 5.17 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 2.81, 2.78 (each s, 6H), 2.40 (s, 3H), 2.31 (s, 3H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 168.8, 143.0, 138.3, 137.4, 132.8, 129.6, 129.2, 127.7, 127.1, 57.1, 36.7, 36.0, 21.5, 21.1; IR (KBr) ν : 3431, 3246, 1634, 1571, 1394, 1335 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$: C 62.40, H 6.40, N 8.09; found C 62.55, H 6.54, N 8.10.

N -苯磺酰基- N,N -二甲基- α -氨基(对甲氧基)苯乙酰胺(**3f**): 135.5 mg 白色固体, 产率 73.4%. m.p. 139.0~140.0 °C; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.70~7.36 (m, 5H), 7.13~6.73 (m, 4H), 6.35 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 5.18 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 3.76 (s, 3H), 2.80, 2.76 (each s, 6H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 168.7, 159.6, 140.4, 132.2, 129.0, 128.6, 127.7, 127.0, 114.3, 56.9, 55.3, 36.7, 36.0; IR (KBr) ν : 3434, 3240, 1646, 1607, 1575, 1517, 1329 cm^{-1} .

Anal. calcd for $C_{17}H_{20}N_2O_4S$: C 58.60, H 5.79, N 8.07; found C 58.77, H 5.86, N 8.14.

N-对甲苯磺酰基-*N'*,*N'*-二甲基- α -氨基(对二甲氨基)苯乙酰胺(**3g**): 157.8 mg 白色固体, 产率 79.3%. m.p. 185.0~186.0 °C; 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.60 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 6.55 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 7.05 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 6.56 (d, $J=7.2$ Hz, 2H), 6.18 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 5.12 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 2.93 (s, 6H), 2.80, 2.79 (each s, 6H), 2.39 (s, 3H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 169.2, 150.4, 142.7, 137.6, 129.2, 128.6, 127.1, 122.9, 112.4, 57.0, 40.4, 36.7, 36.0, 21.5; IR (KBr) ν : 3428, 3259, 1646, 1530, 1407, 1322 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{19}H_{25}N_3O_3S$: C 60.78, H 6.71, N 11.19; found C 60.68, H 6.61, N 11.22.

N-苯磺酰基-*N'*,*N'*-二甲基- α -氨基-3-苯丁烯酰胺(**3h**): 129.5 mg 白色固体, 产率 70.9%. m.p. 138.0~139.0 °C; 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.89~7.22 (m, 10H), 6.57 (d, $J=16.2$ Hz, 1H), 6.08 (d, $J=7.2$ Hz, 1H), 5.90~5.86 (m, 1H), 4.91 (t, $J=13.2, 7.2$ Hz, 1H), 2.95, 2.84 (each s, 6H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 168.3, 140.5, 135.4, 134.5, 132.5, 128.8, 128.6, 128.5, 127.3, 126.6, 123.0, 55.5, 36.8, 36.1; IR (KBr) ν : 3441, 3201, 1659, 1446, 1400, 1335 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{18}H_{20}N_2O_3S$: C 62.77, H 5.85, N 8.13; found C 62.65, H 5.60, N 8.39.

N-苯磺酰基-*N'*,*N'*-二甲基- α -氨基(2-呋喃基)乙酰胺(**3i**): 131.2 mg 白色固体, 产率 80.3%. m.p. 171.0~172.0 °C; 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.78~7.22 (m, 6H), 6.31 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 6.22~6.20 (m, 2H), 5.38 (d, $J=7.8$ Hz, 1H), 2.87, 2.84 (each s, 6H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 166.4, 148.5, 142.9, 140.1, 132.5, 128.8, 127.0, 110.6, 109.0, 51.3, 36.7, 36.2; IR (KBr) ν : 3441, 3240, 1640, 1504, 1452, 1342 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{14}H_{16}N_2O_4S$: C 54.53, H 5.23, N 9.08; found C 54.65, H 5.21, N 9.24.

N-苯磺酰基-*N'*,*N'*-二甲基- α -氨基(2-噻吩基)乙酰胺(**3j**): 146.5 mg 白色固体, 产率 85.2%. m.p. 140.0~141.0 °C; 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.77~7.42 (m, 5H), 7.21 (m, 1H), 6.91 (d, $J=3.6$ Hz, 1H), 6.85~6.67 (m, 1H), 6.26 (d, $J=8.4$ Hz, 1H), 5.53 (d, $J=8.4$ Hz, 1H), 2.89, 2.84 (each s, 6H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 167.9, 140.2, 138.4, 132.5, 128.7, 127.0, 126.9, 126.8, 52.6, 36.9, 36.1; IR (KBr) ν : 3441, 3182, 1646, 1459, 1400, 1329 cm^{-1} . Anal. calc. for $C_{14}H_{16}N_2O_3S_2$: C 51.83, H 4.97, N 8.63; found C 51.75, H 4.92, N 8.54.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对硝

基)苯乙酰胺(**5b**): 197 mg 淡黄色粘稠液体, 产率 85.2%. 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 8.15~7.39 (m, 9H), 6.55, 6.32 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 5.52, 5.43, 5.34 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.77~4.23 (m, 2H), 3.06~4.02 (m, 1H), 3.45~3.16 (m, 3H), 1.84~0.85 (m, 10H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 169.1, 147.8, 143.6, 139.9, 132.8, 129.0, 128.8, 128.7, 128.6, 127.2, 127.0, 124.2, 124.1, 93.0, 75.3, 73.2, 57.1, 57.0, 56.8, 56.5, 55.3, 54.8, 32.4, 30.9, 30.8, 30.7, 30.6, 26.1, 25.9, 25.7, 25.6, 25.3, 25.0; IR (KBr) ν : 3231, 1664, 1507, 1344, 1152, 1088 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{22}H_{27}N_3O_6S$: C 57.25, H 5.90, N 9.10; found C 57.54, H 5.65, N 9.12.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对氯)苯乙酰胺(**5c**): 188 mg 淡黄色粘稠液体, 产率 83.1%. 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.79~7.18 (m, 9H), 6.54, 6.33 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 5.40, 5.31, 5.24 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.76~4.23 (m, 2H), 4.02~3.98 (m, 1H), 3.97~3.13 (m, 3H), 1.82~0.85 (m, 10H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 169.6, 140.3, 140.1, 135.1, 134.8, 134.6, 134.5, 132.4, 129.3, 129.2, 129.1, 129.0, 128.8, 127.3, 127.0, 93.0, 75.3, 73.0, 70.5, 57.2, 57.0, 56.5, 56.4, 56.2, 55.2, 54.6, 32.4, 32.0, 30.9, 30.7, 30.6, 29.7, 26.1, 25.9, 25.7, 25.6, 25.3, 24.9; IR (KBr) ν : 3246, 1659, 1443, 1172, 1093 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{22}H_{27}ClN_2O_4S$: C 58.59, H 6.03, N 6.21; found C 58.87, H 6.29, N 6.13.

N-对甲苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对甲基)苯乙酰胺(**5e**): 166 mg 淡黄色液体, 产率 74.8%; 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 7.70~7.09 (m, 8H), 6.35, 6.12 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 5.35, 5.27, 5.19 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.79~4.18 (m, 2H), 3.97~3.93 (m, 1H), 3.46~3.12 (m, 3H), 2.39, 2.38, 2.32, 2.31 (each s, 6H), 1.82~0.83 (m, 10H); ^{13}C NMR ($CDCl_3$, 151 MHz) δ : 170.3, 170.0, 143.1, 138.5, 138.4, 137.5, 137.1, 133.6, 133.4, 129.8, 129.7, 129.6, 129.3, 127.6, 127.5, 127.4, 127.2, 93.2, 75.3, 72.9, 70.8, 57.8, 57.7, 57.6, 56.3, 56.2, 56.1, 55.1, 54.4, 32.4, 30.8, 30.7, 30.6, 26.2, 26.0, 25.9, 25.8, 25.7, 25.4, 25.0, 21.5, 21.1; IR (KBr) ν : 3250, 1654, 1344, 1167, 1083 cm^{-1} . Anal. calcd for $C_{24}H_{32}N_2O_4S$: C 64.84, H 7.25, N 6.30; found C 64.67, H 7.05, N 6.59.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对甲氧基)苯乙酰胺(**5f**): 178 mg 淡黄色液体, 产率 79.8%. 1H NMR ($CDCl_3$, 600 MHz) δ : 8.02~6.75 (m, 9H), 6.41, 6.20 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 5.36, 5.28, 5.22 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.77~4.19 (m, 2H), 4.00~3.96, 3.44~3.35 (each m, 1H), 3.78, 3.66 (each s, 3H), 3.90, 3.45, 3.17,

3.14 (each s, 3H), 1.76~0.86 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 170.2, 170.0, 169.7, 159.7, 140.5, 140.2, 133.8, 132.3, 132.2, 129.1, 129.0, 128.9, 128.8, 128.7, 128.5, 128.3, 127.8, 114.7, 114.5, 114.4, 114.3, 93.1, 75.3, 73.0, 70.7, 57.6, 57.4, 57.3, 56.4, 56.3, 56.1, 55.7, 55.3, 55.1, 54.4, 32.4, 30.9, 30.7, 30.6, 29.7, 26.1, 25.9, 25.8, 25.7, 25.4, 25.0; IR (KBr) ν : 3339, 1654, 1512, 1167, 1103, 1034 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$: C 61.86, H 6.77, N 6.27; found C 61.64, H 6.50, N 6.45.

N-对甲苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对二甲氨基)苯乙酰胺(**5g**): 199 mg 白色固体, 产率 73.1%. m.p. 151.0~153.0 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.86~6.56 (m, 8H), 5.62, 5.41 (each s, 1H), 4.90~4.13 (m, 2H), 3.33~2.94 (m, 10H), 2.44, 2.40 (each s, 3H), 1.80~0.82 (m, 10H), 0.23, 0.21 (each s, 9H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 170.5, 150.1, 142.7, 137.9, 129.5, 129.1, 129.0, 128.4, 128.3, 128.1, 123.6, 111.8, 75.6, 72.7, 60.9, 60.6, 56.7, 56.3, 55.0, 53.7, 40.3, 32.7, 31.4, 31.1, 31.0, 26.0, 25.9, 25.8, 25.6, 25.2, 21.5, 3.31, 3.24; IR (KBr) ν : 1644, 1433, 1182, 1083 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{28}\text{H}_{43}\text{N}_3\text{O}_4\text{SSi}$: C 61.61, H 7.94, N 7.70; found C 61.67, H 8.05, N 7.89.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基-4-苯丁烯酰胺(**5h**): 173 mg 淡黄色液体, 产率 78.1%; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.88~7.23 (m, 10H), 6.65~6.54 (m, 1H), 6.19, 5.92 (each s, 2H), 5.00~4.92 (m, 1H), 4.41~4.78 (m, 2H), 4.02~3.50 (m, 1H), 3.47, 3.37, 3.25, 3.16 (each s, 3H), 1.84~1.06 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 170.0, 169.9, 140.3, 135.7, 135.5, 134.6, 133.8, 132.7, 132.5, 129.0, 128.9, 128.6, 128.5, 128.4, 127.4, 127.3, 126.7, 126.6, 124.2, 124.1, 123.6, 93.3, 75.3, 73.0, 70.9, 56.6, 56.3, 56.2, 55.8, 55.2, 54.5, 32.6, 31.4, 30.9, 30.8, 26.0, 25.7, 25.4, 25.1; IR (KBr) ν : 3280, 1654, 1443, 1162, 1083 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$: C 65.13, H 6.83, N 6.33; found C 65.32, H 7.05, N 6.42.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(2-呋喃基)乙酰胺(**5i**): 168 mg 白色固体, 产率 80.1%; m.p. 130.0~131.0 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.82~6.21 (m, 9H), 5.47, 5.44 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.78~4.32 (m, 2H), 4.00~3.97, 3.44~3.41 (each m, 1H), 3.19, 3.16 (each s, 3H), 1.82~0.80 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 167.9, 167.7, 149.2, 148.8, 143.1, 142.8, 140.2, 140.0, 132.5, 128.8, 127.3, 127.0, 110.9, 110.7, 109.1, 108.7, 75.3, 73.1, 56.7, 56.3, 55.2, 54.7, 52.1, 51.8, 32.3, 31.2, 30.7, 26.0, 25.9, 25.7, 25.6, 25.4, 25.0; IR

(KBr) ν : 3438, 1664, 1512, 1305, 1152, 1083 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$: C 59.09, H 6.45, N 6.89; found C 59.17, H 6.32, N 6.81.

N-苯磺酰基-*N'*,*N'*-二甲基- α -氨基(2-噻吩基)乙酰胺(**5j**): 174 mg 淡黄色液体, 产率 82.2%. ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.84~6.89 (m, 8H), 6.40~6.18 (m, 1H), 5.69, 5.60, 5.56 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.78~4.31 (m, 2H), 4.01~3.97 (m, 1H), 3.74, 3.37, 3.22, 3.18 (each s, 3H), 1.84~0.09 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 169.6, 169.2, 140.1, 139.2, 138.8, 132.5, 128.8, 127.3, 127.1, 127.0, 126.9, 126.8, 126.6, 93.2, 75.4, 73.1, 70.8, 56.9, 56.5, 56.1, 55.3, 54.6, 53.3, 53.2, 53.1, 32.5, 31.1, 30.7, 30.6, 29.1, 26.1, 26.0, 25.7, 25.6, 25.4, 25.1; IR (KBr) ν : 3231, 1644, 1443, 1172, 1053 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$: C 56.85, H 6.20, N 6.63; found C 56.63, H 6.09, N 6.87.

3.2.2 α -磺酰氨基酰胺衍生物 **3** 的水解

40 mg α -磺酰氨基酰胺衍生物 **3** 溶解在 5 mL 的二氯甲烷中, 加入 1 mL 浓盐酸, 室温搅拌过液后静置分液, 水相用二氯甲烷萃取三次(5 mL $\times$ 3), 合并有机相加入无水 MgSO_4 干燥, 去掉二氯甲烷后得粗产物 **6**. 色谱柱分离, 展开剂为石油醚和乙酸乙酯的混合物($V:V=3:1$), 得到纯 α -磺酰氨基仲酰胺衍生物 **6**.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基- α -氨基-4-苯丁烯酰胺(**6h**): 37.3 mg 棕黄色液体, 产率 93.2%. ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.88~7.21 (m, 10H), 6.53 (d, $J=15.6$ Hz, 1H), 5.97~5.95 (m, 2H), 4.46 (s, 1H), 4.02~3.66 (m, 1H), 1.84~0.86 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 167.4, 140.3, 135.5, 135.0, 132.7, 129.0, 128.6, 128.4, 127.4, 126.7, 124.4, 59.1, 49.0, 32.7, 25.4, 24.6; IR (KBr) ν : 3323, 3266, 1658, 1544, 1459, 1321, 1167, 1098 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$: C 66.30, H 6.58, N 7.03; found C 66.38, H 7.09, N 7.21.

N-苯磺酰基-*N'*-环己基- α -氨基(2-呋喃基)乙酰胺(**6i**): 36.6 mg 白色粘稠液体, 产率 91.4%. ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.81~7.24 (m, 6H), 6.23~6.21 (m, 2H), 6.02 (s, 1H), 5.87 (d, $J=7.2$ Hz, 1H), 4.93 (s, 1H), 3.69~3.64 (m, 1H), 1.80~0.89 (m, 10H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 165.3, 148.9, 143.0, 132.7, 128.9, 127.2, 110.7, 109.3, 54.4, 49.0, 32.6, 32.5, 25.3, 24.6, 24.5; IR (KBr) ν : 3339, 3250, 1642, 1548, 1451, 1325, 1167 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$: C 59.65, H 6.12, N 7.73; found C 59.42, H 6.30, N 7.83.

N-苯磺酰基-*N'*-苄基-*N'*-甲氧甲基- α -氨基(对氯)苯乙酰胺(**8c**): 152 mg 无色粘稠液体, 产率 80.3%. ^1H NMR

(CDCl₃, 600 MHz) δ : 7.79~6.89 (m, 14H), 6.41~6.35 (m, 1H), 5.40, 5.16 (each d, $J=8.4$ Hz, 1H), 4.97~4.24 (m, 4H), 3.17, 3.04 (each s, 3H); ¹³C NMR (CDCl₃, 151 MHz) δ : 170.3, 169.9, 140.4, 136.3, 134.8, 134.7, 132.4, 129.3, 129.2, 129.1, 128.8, 128.6, 128.0, 127.7, 127.1, 127.0, 126.7, 78.5, 76.6, 57.4, 57.0, 56.4, 55.6, 49.8, 48.5, 29.7; IR (KBr) ν : 3246, 1658, 1488, 1459, 1329, 1171, 1082 cm⁻¹. Anal. calcd for C₂₃H₂₃ClN₂O₄S: C 60.19, H 5.05, N 6.10; found C 60.17, H 5.23, N 6.17.

辅助材料(Supporting Information) 目标化合物的 ¹H NMR 和 ¹³C NMR 谱图. 这些材料可以免费从本刊网站 (<http://sioc-journal.cn/>)上下载.

References

- [1] Armstrong, R. W.; Combs, A. P.; Tempest, P. A.; Brown, S. D.; Keating, T. A. *Acc. Chem. Res.* **1996**, *29*, 123.
- [2] Katritzky, A. R.; Kirichenko, N.; Rogovoy, B. V.; He, H.-Y. *J. Org. Chem.* **2003**, *68*, 9088.
- [3] Najera, C.; Sansano, J. M. *Chem. Rev.* **2007**, *107*, 4584.
- [4] Chatel-Chaix, L.; Germain, M. A.; Gotte, M.; Lamarre, D. *Curr. Opin. Virol.* **2012**, *2*, 588.
- [5] Sanchez, L. M.; Lopez, D.; Vesely, B. A.; Togna, G. D.; Gerwick, W. H.; Kyle, D. E.; Linington, R. G. *J. Med. Chem.* **2010**, *53*, 4187.
- [6] Erb, W.; Neuville, L.; Zhu, J. P. *J. Org. Chem.* **2009**, *74*, 3109.
- [7] Lin, Y. S.; Alper, H. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **2001**, *40*, 779.
- [8] Ugi, I.; Steinbruckner, C. *Angew. Chem.* **1960**, *72*, 267.
- [9] Domling, A.; Ugi, I. *Angew. Chem., Int. Ed.* **2000**, *39*, 3168.
- [10] Domling, A. *Chem. Rev.* **2006**, *106*, 17.
- [11] Pick, R.; Bauer, M.; Kazmaier, U.; Hebach, C. *Synlett* **2005**, 757.
- [12] Basso, A.; Banfi, L.; Riva, R.; Guanti, G. *J. Org. Chem.* **2005**, *70*, 575.
- [13] Rueping, M.; Vila, C. *Org. Lett.* **2013**, *15*, 2092.
- [14] Mita, T.; Sugawara, M.; Saito, K.; Sato, Y. *Org. Lett.* **2014**, *16*, 3028.
- [15] Reeves, J. T.; Tan, Z.; Herbage, M. A.; Han, Z. S.; Marsini, M. A.; Li, Z.-B.; Li, G.-S.; Xu, Y.-B.; Fandrick, K. R.; Gonnella, N. C.; Campbell, S.; Ma, S.-L.; Grinberg, N.; Lee, H.; Lu, B.-Z.; Senanayake, C. H. *J. Am. Chem. Soc.* **2013**, *135*, 5565.
- [16] Li, F.; Zhou, W.; Zheng, L.-S.; Li, L.; Zheng, Z.-J.; Xu, L.-W. *Synth. Commun.* **2014**, *44*, 2861.
- [17] Dong, C.; Song, T.; Bei, X.-F.; Cui, Y.-M.; Xu, Z.; Xu, L.-W. *Catal. Sci. Technol.* **2015**, *5*, 4755.
- [18] Xing, P.; Zang, W.; Huang, Z.-G.; Zhan, Y.-X.; Zhu, C.-J.; Jing, B. *Synlett* **2012**, 2269.
- [19] Wei, Y.-L.; Huang, W.-S.; Cui, Y.-M.; Yang, K.-F.; Xu, Z.; Xu, L.-W. *RSC Adv.* **2015**, *5*, 3098.
- [20] Yao, Y.; Li, W.-T.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.* **2014**, *34*, 2124 (in Chinese).
(姚远, 李伟东, 陈建新, 有机化学, **2014**, *34*, 2124.)
- [21] Yao, Y.; Li, W.-T.; Tong, W.-T.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.* **2015**, *35*, 223 (in Chinese).
(姚远, 李伟东, 全文婷, 陈建新, 有机化学, **2015**, *35*, 223.)
- [22] Chen, X.-J.; Chen, J.-X. *Mendeleev Commun.* **2013**, *23*, 106.
- [23] Li, W.-D.; Han, S.-H.; Liu, Y.-H.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.* **2017**, *37*, 2423 (in Chinese).
(李伟东, 韩生华, 刘艳红, 陈建新, 有机化学, **2017**, *37*, 2423.)
- [24] Wen, X.-P.; Han, Y.-L.; Chen, J.-X. *RSC Adv.* **2017**, *7*, 45107.
- [25] Tong, W.-T.; Cao, P.; Liu, Y.-H.; Chen, J.-X. *J. Org. Chem.* **2017**, *82*, 11603.
- [26] Zhang, W. J.; Han, S.-H.; Chen, J.-X. *Synth. Commun.* **2017**, *47*, 704.
- [27] Ma, F.; Liu, H.; Chen, J.-X. *Tetrahedron Lett.* **2016**, *57*, 5246.
- [28] Chen, J.-X.; Cunico, R. F. *Tetrahedron Lett.* **2002**, *43*, 8595.
- [29] Chen, J.-X.; Cunico, R. F. *Tetrahedron Lett.* **2003**, *44*, 8025.
- [30] Guo, Q.-L.; Wen, X.-P.; Chen, J.-X. *Tetrahedron* **2016**, *72*, 8117.
- [31] Tong, W.-T.; Liu, H.; Chen, J.-X. *Tetrahedron Lett.* **2015**, *56*, 1335.
- [32] Hasan, P.; Aneja, B.; Masood, M. M.; Ahmad, M. B.; Yadava, U. Daniliuc, C. G.; Abid, M. *RSC Adv.* **2017**, *7*, 11367.
- [33] Lin, J.-P.; Long, Y.-Q. *Chem. Commun.* **2013**, *49*, 5313.
- [34] Lang, Q.-W.; Hu, X.-N.; Huang, P.-Q. *Sci. China, Chem.* **2016**, *59*, 1638.
- [35] Zheng, J.-F.; Qian, X.-Y.; Huang, P.-Q. *Org. Chem. Front.* **2015**, *2*, 927.
- [36] Ram, R. N.; Kham, A. A. *Synth. Commun.* **2001**, *31*, 841.
- [37] Lee, K.-Y.; Lee, C.-G.; Kim, J. N. *Tetrahedron Lett.* **2003**, *44*, 1231.
- [38] Carbamoylsilane were prepared as reported, see: Cunico, R. F.; Chen, J.-X. *Synth. Commun.* **2003**, *33*, 1963.
- [39] Schollkopf, U.; Beckhaus, H. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **1976**, *15*, 293.
- [40] Zhang, W.-J.; Cao, P.; Guo, Q.-L.; Chen, J.-X. *Curr. Org. Synth.* **2017**, *14*, 1067.
- [41] Cunico, R. F.; Motta, A. R. *Org. Lett.* **2005**, *7*, 771.

(Lu, Y.)