

基于氨甲酰基硅烷的 β -硝基酰胺衍生物的合成

李俊飞 韩宇玲 刘艳红 陈建新*

(山西师范大学化学与材料科学学院 太原 030031)

摘要 用氨甲酰基硅烷作氨甲酰基源, 对 α -硝基-2-烯酸乙酯进行直接氨酰基化反应, 在不加催化剂温和条件下, 可以 53%~96% 的分离收率得到 β -硝基酰胺衍生物. 此方法底物(或官能团)适用范围广, 在双键上可连接脂肪烃基、芳香烃基、杂芳香烃基和不饱和芳香烃基. 通过不同结构的氨甲酰基硅烷的选择, 此方法可合成 β -硝基叔酰胺和甲氧甲基保护的仲酰胺衍生物. 该合成方法具有反应条件温和、产物收率较高、副产物较少、立体选择性较强以及后处理容易等优点, 既是一种制备 β -硝基酰胺衍生物的新方法, 也是进一步合成具有潜在应用价值的 β -氨基酰胺的新方法.

关键词 亲核加成; 氨甲酰基硅烷; β -硝基烯烃; 氨酰化; β -硝基酰胺

Synthesis of β -Nitroamide Derivatives Based on Carbamoylsilane

Li, Junfei Han, Yuling Liu, Yanhong Chen, Jianxin*

(College of Chemistry and Material Science, Shanxi Normal University, Taiyuan 030031)

Abstract Using carbamoylsilane as an carbamoyl source, the direct aminocarbonylation of α -nitro-2-enoic acid ethyl ester afforded β -nitroamide derivatives in 53%~96% separation yields under mild conditions without use of catalysts. The protocol has a wide range of substrates (or functional groups), tolerated a nitroalkenes bearing different groups on the C=C bond such as aliphatic group, aryl, hetero aryl and unsaturated aryl. This procedure allows the preparation of various β -nitroamides including β -nitro tertiary amide derivatives and methoxymethyl-protecting β -nitro secondary amide derivatives by the selection of various carbamoylsilanes. The synthesis method has the advantages of mild reaction conditions, good to excellent yields, less by-products, strong stereoselectivity and easy post-processing. It is a new method for preparing β -nitroamide derivatives and then synthesizing β -aminoamides with potential application value.

Keywords nucleophilic addition; carbamoylsilanes; β -nitroalkenes; aminocarbonylation; β -nitroamides

酰胺基是肽和蛋白质的基本结构单元, 在药物合成和有机合成中是重要的官能团. 酰胺被广泛应用于药物、染料、化妆品、聚合物、生物活性物质和天然产物等的合成中^[1-12]. 取代酰胺如 α -羟基酰胺、 α -氨基酰胺和 α -羰基酰胺存在于许多药物和生物体中, 含有这些官能团的化合物具有不同的生物活性^[13-16]. 因此化学工作者对这些化合物的合成方法进行了广泛的研究^[17-27]. 然而, 这些方法具有一些缺点, 如需使用重金属催化剂、高温、操作步骤多而复杂、合成产物的产率较低以及产生有污染的副产物, 使多数合成方法的应用范围具有局限性. 故发展实用性和通用性的合成方法, 是具有重要应用价值和理论意义的研究课题. 我们曾经报道了合成

氨甲酰基硅烷的方法^[28], 开展了以氨甲酰基硅烷作氨甲酰基源进行氨甲酰基化反应的研究, 发现氨甲酰基硅烷能与醛、酮、 α -羰基酯或酰胺的碳氧双键发生加成反应生成 α -羟基酰胺^[29-36], 与取代亚胺的碳氮双键发生加成反应生成 α -氨基酰胺^[37-40], 与卤代芳烃^[41-42]、苄基卤^[43-44]和酰卤^[45-46]发生交叉偶联反应合成芳基甲酰胺、芳基乙酰胺和 α -羰基酰胺(Scheme 1).

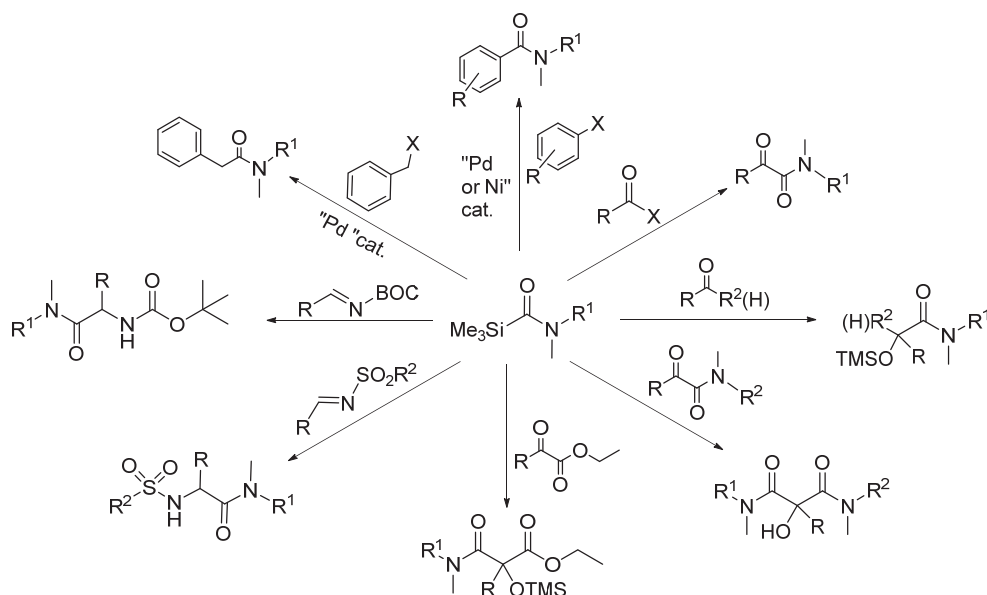
Cunico 等^[47]曾报道, 氨甲酰基硅烷能与连有吸电子基团的硝基烯烃的碳碳双键发生加成反应生成 β -硝基酰胺, 但与芳香基共轭的双键难以反应. 尽管尝试了连有两个氰基或两个羧基的强吸电子基的芳基共轭烯烃, 发现反应产率仍然较低, 难以在合成上应用. 近期

* Corresponding author. E-mail: jjxxcc2002@yahoo.com

Received June 14, 2022; revised July 1, 2022; published online July 20, 2022.

Project supported by the Shanxi Provincial Foundation for Returnees Overseas Scientists (No. 0713), the Natural Science Foundation of Shanxi Province (No. 2012011046-9), the 1331 Engineering of Shanxi Province and the Organic Chemistry Quality Course of Shanxi Normal University (No. 2019YZKC-13).

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)、山西省 1331 工程和山西师范大学有机化学优质课程(No. 2019YZKC-13)资助项目.



图式 1 基于氨甲酰基硅烷作为氨甲酰基源的氨甲酰基化反应
Scheme 1 Aminocarbonylation based on carbamoylsilane as a carbamoyl source

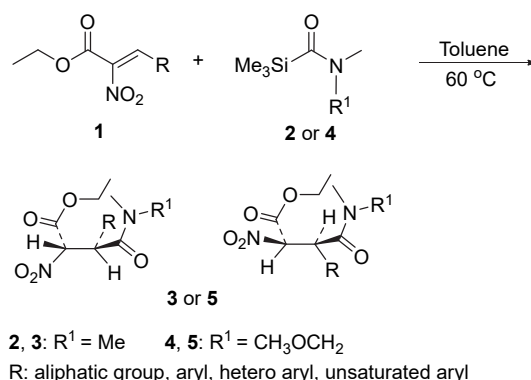
Asahara 等^[48]发现, 在 β -位连有羧酸酯基的硝基烯烃容易与 KCN 发生加成反应, 于是尝试了这种结构与氨甲酰基硅烷的加成反应, 发现反应在温和的条件下能顺利进行, 高产率地生成了 β -硝基酰胺. β -硝基酰胺易转化成 β -氨基酰胺, β -氨基酰胺是具有生物活性的天然产物的组成部分, 是药物合成中重要的结构^[49-52]. 一部分研究结果已以快报的形式报道^[53], 本文不仅报道了当氨甲酰基硅烷连有最小基团甲基时合成 β -硝基叔酰胺的方法, 而且报道了当氨甲酰基硅烷连有氨基保护基时的反应性能以及合成 β -硝基仲酰胺的方法. 在本合成方法中, 反应能产生两个手性碳原子, 涉及四个异构体. 最近, 得到了这些产物中的一个单晶体, 指出了产物的结构, 揭示了其立体合成方向, 确定了反应的立体选择性, 完善了本合成方法. 反应如 Scheme 2 所示.

1 结果与讨论

1.1 氨甲酰基硅烷与硝基烯烃反应对溶剂和温度的选择

α -硝基-2-烯酸乙酯可按照文献方法用醛和硝基乙酸乙酯制备^[54-55], 在无水无氧的条件下它与氨甲酰基硅烷反应, 直接生成了 β -硝基酰胺衍生物. 选择 α -硝基苯丙烯酸乙酯与 N,N -二甲基氨甲酰基(三甲基)硅烷的反应为模型反应, 探索反应的合适溶剂和温度, 结果显示在表 1 中. 结果表明, 溶剂为甲苯, 60 $^{\circ}\text{C}$ 反应时, 产物收率最高, 而在溶剂二氯甲烷、四氢呋喃、乙腈和苯中, 反应时间长且产率较低, 因此该反应的较好溶剂是甲苯. 对反应温度研究发现, 温度高于 60 $^{\circ}\text{C}$ 时, 反应的产率

降低, 杂质增多.



图式 2 硝基烯烃与氨甲酰基硅烷反应合成 β -硝基酰胺衍生物

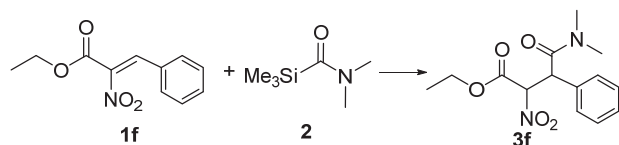
Scheme 2 Synthesis of β -nitroamide derivatives by reaction of carbamoylsilanes with nitroalkenes

1.2 合成 β -硝基酰胺衍生物

作为氨酰基化试剂, 氨甲酰基硅烷的反应活性远低于氨酰基锂, 却能把氨甲酰基直接引入到多种有机分子中, 而且副反应较少. 该试剂稳定, 它能与碳氧双键、碳氮双键中正电性较强的碳原子发生亲核加成, 与碳碳双键发生亲核加成反应比较困难. 若双键上连有强吸电子基团时, 增加了碳原子的正电性反应才有可能发生. 当双键上只连有一个硝基或氰基的芳香基共轭烯烃, 加成反应不能进行; 连上两个羧酸酯基或氰基时, 反应可进行但收率较低(Chart 1)^[47].

表 1 溶剂和温度对硝基烯烃与氨甲酰基硅烷反应的影响

Table 1 Solvent and temperature effects on reaction of nitroalkenes with carbamoylsilane



Entry	Solvent	Temp./°C	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
1	CH ₂ Cl ₂	35	21	45
2	THF	60	10	69
3	MeCN	60	11	63
4	PhH	60	12	73
5	PhMe	60	9	85
6	PhMe	80	8	80
7	PhMe	100	7	74

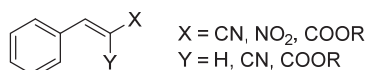
^a The reaction time is that of complete consumption of carbamoylsilane.^b Isolated yield based on ethyl 2-nitrophenylacrylate. ^c 1 : 1.2 molar ratio of ethyl 2-nitrophenylacrylate and carbamoylsilane.

Chart 1

表 2 硝基烯烃 1 与氨甲酰基硅烷 2 或 4 反应合成 β-硝基酰胺衍生物 3 或 5

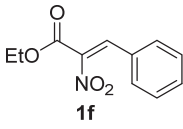
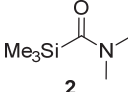
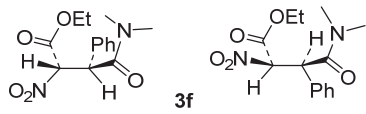
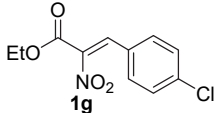
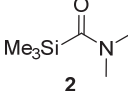
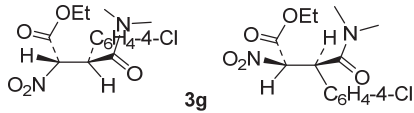
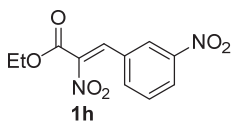
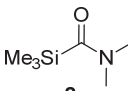
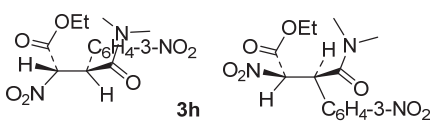
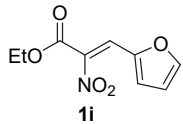
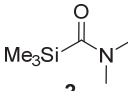
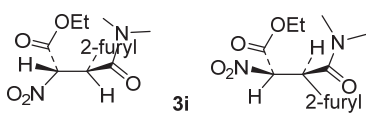
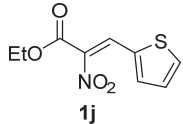
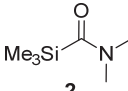
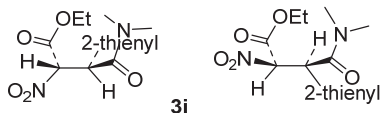
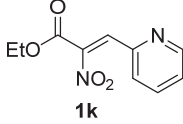
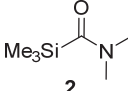
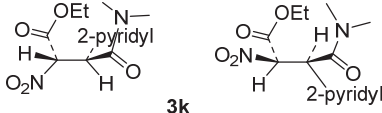
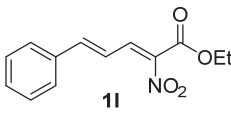
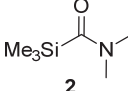
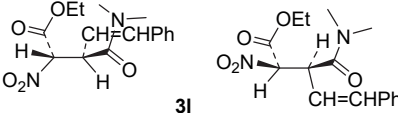
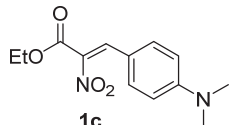
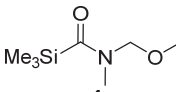
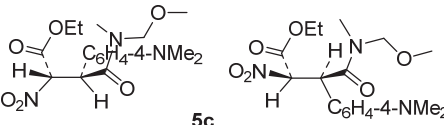
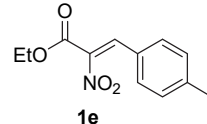
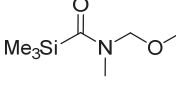
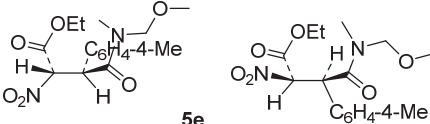
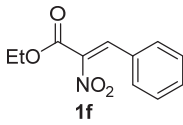
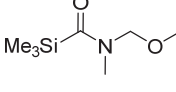
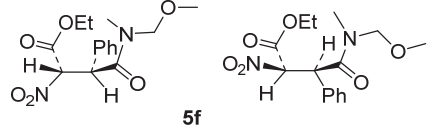
Table 2 Synthesis of β-nitroamide derivatives 3 or 5 from β-nitroalkenes 1 and carbamoylsilanes 2 or 4

Entry	β-Nitroalkene	Carbamoylsilane	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
1				10	83
2				18	89
3				25	64
4				23	76
5				27	75

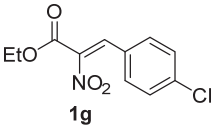
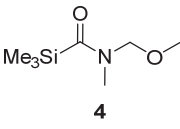
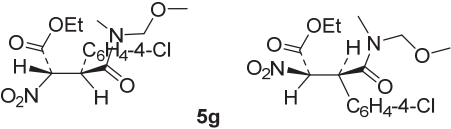
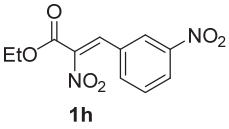
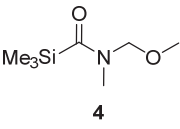
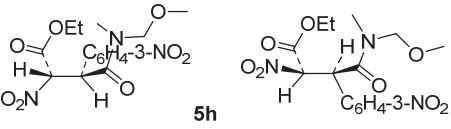
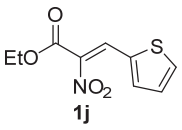
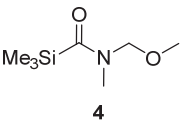
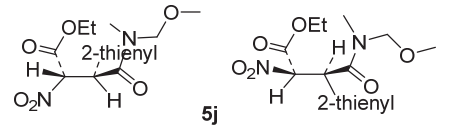
最近我们发现氨甲酰基硅烷与 β-位连有羧酸酯基的硝基烯烃容易发生加成反应, 氨甲酰基可直接加到烯烃双键的碳原子上, 生成 β-硝基酰胺。选择酯芳基硝基烯烃、带有不同取代基的芳香基硝基烯烃、杂芳基硝基烯烃和多双键芳香基共轭硝基烯烃作为底物进行反应, 都得到了较好的反应结果。通过该合成方法, 使用不同的氨甲酰基硅烷也可合成 β-硝基叔酰胺和 β-硝基仲酰胺衍生物。实验结果列于表 2。

表 2 结果显示, 在甲苯中, 氨甲酰基硅烷与不同结构的硝基烯烃在 60 °C 温度下反应, 都得到了较高产率的 β-硝基酰胺衍生物。在连有最小取代基的 N,N-二甲基氨甲酰基硅烷与一系列硝基烯烃的反应中, 首先考查了脂肪基硝基烯烃 1a 和 1b 的反应, 发现有较大空间位阻的 1b 反应速度明显变慢, 但反应产物的产率却较高。接着考查了芳香基硝基烯烃 1c~1h 的反应, 探索了苯环上的取代基团对反应的影响。我们发现, 苯环上取代基的性质对该反应影响很大, 它不仅影响了反应的速率, 还影响了反应产物的产率。当苯环上有吸电子取代基团时, 如氯(1g)或硝基(1h), 反应速率明显加快, 反应产

续表

Entry	β -Nitroalkene	Carbamoylsilane	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
6				9	85
7				8	95
8				6	96
9				9	80
10				13	79
11				7	82
12				6	85
13				19	53
14				17	64
15				10	68

续表

Entry	β -Nitroalkene	Carbamoylsilane	Product	Time ^a /h	Yield ^{b,c} /%
16				10	80
17				8	82
18				15	71

^a The reaction time is that of complete consumption of carbamoylsilane in toluene at 60 °C. ^b Isolated yield based on β -nitroalkenes **1**. ^c 1 : 1.2 molar ratio of β -nitroalkenes **1** and carbamoylsilane **2** or **4**.

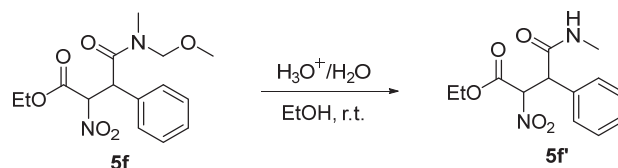
物的产率升高, 可高产率得到产物. 当苯环上连有给电子取代基团时, 如二甲氨基(**1c**)、甲氧基(**1d**)或甲基(**1e**), 反应速率变慢, 产物的产率下降, 可中等产率得到产物. 因此可得出结论: 苯环上所连基团的性质是影响这类反应速率和产率的重要因素.

接下来对含有杂芳基的硝基烯烃 **1i**~**1k** 和含不饱和芳香基硝基烯烃 **1l** 的反应性能进行了考查, 发现都能顺利地完反应, 并得到较高产率的产物. **1i**, **1j** 和 **1k** 分别连有杂环呋喃基、噻吩基和吡啶基, 都可高产率地得到产物, 说明本反应也适合除苯环以外的其它芳香基硝基烯烃. **1k** 因有吸电子的吡啶基, 反应速率较快, 产物的产率较高. 用含有不饱和双键的硝基烯烃 **1l** 来探索反应发生的是 1,4 还是 1,6 加成, 结果发现, 反应只给出了 1,4 加成产物, 并且反应速度比芳香基硝基烯烃 **1c**~**1f** 都快, 可较高产率得到产物, 进一步表明底物的空间位阻是反应的另一影响因素.

以上讨论的合成方法适合 β -硝基叔酰胺衍生物的制备, 而在有机合成和药物制备中, β -硝基仲酰胺的应用更广泛^[56-58], 因此探索 β -硝基仲酰胺的合成是非常必要的. 我们尝试了氨基含有一个保护基的氨甲酰基硅烷作甲酰胺基源来实现这一目的. 即用含有甲氧甲基的氨甲酰基硅烷(**4**)作甲酰胺基源, 在相同的反应条件下, 与代表性的硝基烯烃 **1c**, **1e**~**1h** 和 **1j** 反应, 反应结果列于表 2 中. 结果显示, 所有反应均以较高的产率得到了 β -硝基酰胺, 产率比前面论述的相应底物的产率略低, 反应时间却较长.

氨基保护基甲氧甲基很容易在一般的酸性条件下脱保护基转化为氢原子, 生成仲酰胺^[36,59]. 选择 β -硝基酰胺(**5f**)为代表, 在乙醇和盐酸的混合物中, 室温搅拌

下水解, 发现反应以 90% 的产率生成了 *N*-甲基- α -苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5f'**) (Scheme 3).



图式 3 产物 **5** 在酸性中水解生成 β -硝基- β -乙氧羰基仲酰胺
Scheme 3 Formation of β -nitro- β -ethoxycarbonyl secondary amides by acid hydrolysis of **5**

产物 **3** 和 **5** 在分子中生成了两个手性碳原子, 应出现两对对映体, 但在非手性环境下分离, 只得了一种产物, 有必要确定其结构. 将产物在正己烷和乙酸乙酯的混合溶液中慢慢挥发结晶, 得到了适合测定 X-ray 衍射分析的化合物 **3f** 单晶体, 通过测定给出了如图 1 所示的结构, 发现氢原子和氨酰基选择性地加在双键同一侧, 只有一对对映体产生, 而另一对对映体不会生成, 说明该反应具有高度选择性, 可能是由氢键作用所致(见机理). 从晶体结构发现, 合成的化合物 **3** 和 **5** 应该是外消旋体结构.

1.3 氨酰基化反应机理探讨

根据产物的结构和氨甲酰氢化反应过程, 结合文献的报道, 我们推测反应可能的机理如 Scheme 4 所示, 氨甲酰基硅烷 **2** 和 **4** 在硝基烯烃的双键诱导下, 能重排成 **A** 形式的亲核卡宾^[60], 具有一对亲核性孤对电子, 可从两侧进攻硝基烯烃结构中 C=C 双键的正电性较强的碳原子, 亲核加成到 C=C 双键上, 使碳碳双键打开转化成中间体 **B**, 中间体 **B** 应是一对对映体, 带有正负电荷

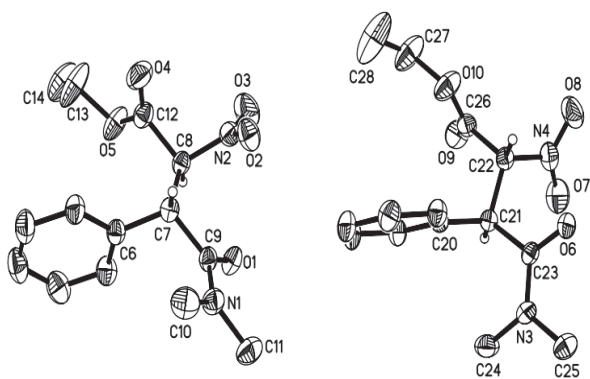
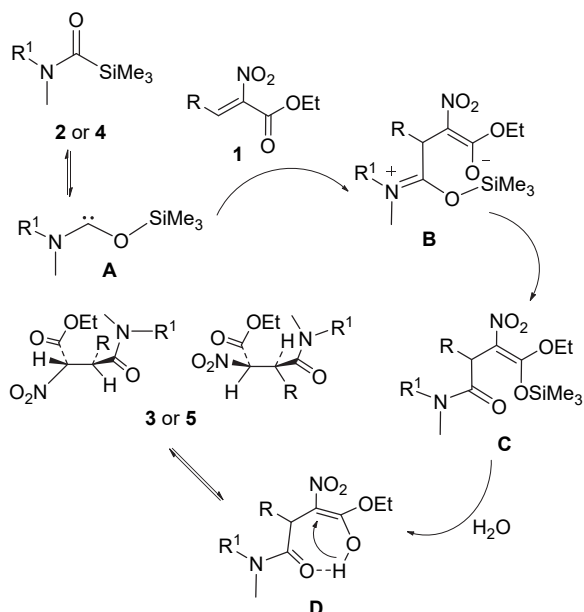


图1 化合物 3f 的晶体结构

Figure 1 Crystal structure of compound 3f



图式4 氨甲酰基硅烷与硝基烯烃反应的可能机理

Scheme 4 Proposed mechanism of the aminocarbonylation of nitroalkenes with carbamoylsilanes

的内盐, 结构不稳定, 三甲基硅基团容易从一个氧原子向另一个带负电荷的氧原子发生 1,6 迁移, 生成有稳定羰基的中性分子 **C**^[35]. 中间体 **C** 的三甲基硅基团在后处理中, 容易被空气中、硅胶中或溶剂中的水气水解, 生成烯醇结构 **D**. 其在转化成酮式时, 由于羟基和氨羰基处于双键同侧的氢键作用, 使氢原子总是于氨羰基双键同侧转移到硝基所连碳原子上, 生成一对对映体, 而另一对对映体难以生成.

2 结论

探索了氨甲酰基硅烷对 β -位带有烷氧羰基的 β -硝基烯烃的氨甲酰氢化反应, 发现了直接合成 β -硝基酰胺衍生物的简单实用的新方法. 该方法底物(或官能团)适用范围广, 在双键上可连接脂肪烃基、芳香烃基、杂芳香烃基和不饱和芳香烃基. 通过选择不同的氨甲酰基硅

烷, 该方法能合成 β -硝基叔酰胺和甲氧甲基保护的仲酰胺衍生物. 本方法的优点是原料稳定, 反应温和, 不使用催化剂, 立体选择性较强以及后处理容易. 该反应在中性温和的反应条件下一步完成, 得到高产率的产物, 可操作性较强. 故该方法提供了一条具有潜在应用价值的合成途径, 将会在药物合成或化学合成中得到广泛应用.

3 实验部分

3.1 仪器与试剂

核磁共振波谱仪(Bruker AR 600, 内标为 TMS); 傅利叶红外光谱仪(IMPACT-410, 液膜或 KBr 压片); 元素分析仪(EA-1108); 北京第三光学仪器厂生产的熔点测定仪, 未经温度校正.

氨甲酰基硅烷^[28]和 β -硝基烯烃^[54-55]按照文献报道方法制备; 三甲基氯硅烷经过重蒸后使用; 二异丙胺、正丁基锂等试剂均为分析纯; 甲苯需加钠加热回流到二苯甲酮变蓝后使用; 反应过程检查, 由预制薄层色谱硅胶板(TLC)跟踪, 分离用 200~300 目的柱色谱硅胶, 展开剂使用乙酸乙酯和石油醚的混合物.

3.2 实验方法

无水无氧氮气保护的条件下, 在 Schenk 管(10 mL)中, 0 °C 下加入 0.50 mmol α -硝基-2-烯酸乙酯 **1** 和 2 mL 无水甲苯, 搅拌 20 min 后, 滴加 0.60 mmol 氨甲酰基硅烷 **2** 或 **4**. 加完后再搅拌 15 min, 去掉冰浴回到室温, 加热到 60 °C 后恒温反应, 薄层色谱(TLC)检测到氨甲酰基硅烷完全消失. 结束反应, 浓缩去掉溶剂, 用乙酸乙酯与石油醚(分子量 60~90)为展开剂, 进行硅胶色谱柱分离, 去溶剂后减压抽去易挥发物, 直接得到 β -硝基酰胺衍生物 **3** 或 **5**.

N,N-二甲基- α -丙基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3a**): 无色固体, 产率 83.1%. m.p. 106.0~108.0 °C; ¹H NMR (600 MHz, CDCl₃) δ : 5.91 (d, *J*=3.2 Hz, 1H), 4.90 (d, *J*=3.2 Hz, 1H), 3.81~3.88 (m, 2H), 3.03~2.76 (m, 3H), 2.12~2.51 (m, 3H), 1.37~1.35 (m, 4H), 1.01~0.95 (m, 6H); ¹³C NMR (150.8 MHz, CDCl₃) δ : 158.9, 123.8, 123.2, 86.9, 43.1, 41.1, 32.2, 31.9, 25.3, 19.8, 13.9, 12.2; IR (KBr) ν : 1735, 1641, 1560, 1398 cm⁻¹. Anal. calcd for C₁₁H₂₀N₂O₅: C 50.76, H 7.74, N 10.76; found C 50.98, H 7.45, N 10.60.

N,N-二甲基- α -异丙基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3b**): 黄色液体, 产率 89.2%. ¹H NMR (600 MHz, CDCl₃) δ : 5.64, 5.61 (each d, *J*=10.8 Hz, 1H), 4.31, 4.23 (each q, *J*=7.2 Hz, 2H), 3.73, 3.66 (each d, *J*=10.8 Hz, 1H), 3.19, 3.17 (each s, 3H), 2.96 (s, 3H), 1.95~1.92 (m,

1H), 1.33, 1.26 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H), 1.05~0.99 (m, 6H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.9, 169.8, 164.6, 163.9, 89.1, 88.9, 63.2, 63.1, 47.0, 46.4, 38.3, 38.1, 36.0, 35.8, 28.7, 28.6, 20.5, 20.1, 18.6, 18.4, 13.8, 13.7; IR (KBr) ν : 1753, 1641, 1566, 1373 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_5$: C 50.76, H 7.74, N 10.76; found C 50.47, H 7.92, N 10.97.

N,N-二甲基- α -(4-二甲氨基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3c**): 淡黄色固体, 产率 64.3%. m.p. 90.0~92.0 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.15~6.63 (m, 4H), 5.86, 5.81 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.65, 4.61 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.28, 3.97 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 2.99~2.92 (m, 12H), 1.29, 0.98 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.7, 169.4, 164.2, 163.6, 150.6, 150.5, 129.5, 129.1, 118.8, 117.7, 112.7, 112.6, 91.8, 89.0, 63.1, 62.6, 49.5, 49.0, 40.3, 40.2, 37.1, 36.9, 36.1, 35.9, 13.8, 13.6; IR (KBr) ν : 1739, 1645, 1570, 1307 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_5$: C 56.96, H 6.87, N 12.46; found C 56.68, H 6.99, N 12.27.

N,N-二甲基- α -(4-甲氧基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3d**): 淡黄色液体, 产率 76.1%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.23~6.84 (m, 4H), 5.86, 5.80 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.70, 4.66 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.27, 3.96 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.78, 3.77 (each s, 3H), 2.98, 2.96 (each s, 3H), 2.94, 2.92 (each s, 3H), 1.29, 0.96 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.3, 169.0, 164.1, 163.4, 159.9, 130.0, 129.6, 123.9, 122.9, 114.7, 91.7, 88.9, 63.2, 62.7, 55.3, 55.2, 49.4, 49.0, 37.1, 36.9, 36.1, 35.9, 13.7, 13.6; IR (KBr) ν : 1747, 1641, 1560, 1254 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_6$: C 55.55, H 6.22, N 8.64; found C 55.31, H 6.47, N 8.50.

N,N-二甲基- α -(4-甲基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3e**): 无色固体, 产率 75.3%. m.p. 73~75 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.22~7.16 (m, 4H), 5.91, 5.84 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.73, 4.69 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.31, 3.97 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.01, 2.98 (each s, 3H), 2.97, 2.95 (each s, 3H), 2.35, 2.34 (each s, 3H), 1.32, 0.96 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.2, 168.9, 164.1, 163.5, 138.8, 130.1, 130.0, 129.1, 128.7, 128.3, 128.1, 91.7, 88.9, 63.3, 62.7, 49.8, 49.5, 37.1, 36.9, 36.2, 36.0, 21.2, 21.1, 13.8, 13.5; IR (KBr) ν : 1750, 1651, 1557, 1519, 1353 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_5$: C 58.43, H 6.54, N 9.09; found C 58.18, H 6.70, N 9.11.

N,N-二甲基- α -苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3f**):

淡黄色固体, 产率 85.2%. m.p. 74~76 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.38~7.31 (m, 5H), 5.92 (d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.76 (d, $J=10.8$ Hz, 1H), 3.94 (q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.01, 3.00 (each s, 3H), 2.97, 2.96 (each s, 3H), 0.91 (t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 168.7, 164.1, 131.2, 129.3, 128.9, 88.9, 62.7, 49.8, 36.9, 36.2, 13.5; IR (KBr) ν : 1741, 1641, 1560, 1304 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5$: C 57.13, H 6.16, N 9.52; found C 57.35, H 6.01, N 9.30.

N,N-二甲基- α -(4-氯)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3g**): 无色固体, 产率 95.2%. m.p. 94~96 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.36~7.28 (m, 4H), 5.89, 5.83 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.75, 4.71 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.30, 3.99 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.01, 2.98 (each s, 3H), 2.96, 2.95 (each s, 3H), 1.31, 0.99 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 168.7, 168.4, 163.8, 163.2, 135.1, 130.7, 130.2, 129.8, 129.7, 129.6, 91.4, 88.7, 63.4, 62.9, 49.3, 49.0, 37.1, 37.0, 36.3, 36.0, 13.7, 13.6; IR (KBr) ν : 1739, 1644, 1561, 1311 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_5$: C 51.15, H 5.21, N 8.52; found C 51.30, H 5.09, N 8.28.

N,N-二甲基- α -(3-硝基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3h**): 淡黄色固体, 产率 96.0%. m.p. 96~98 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 8.23~7.56 (m, 4H), 5.94, 5.89 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.92, 4.87 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.30, 4.00 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.05, 3.04 (each s, 3H), 2.97, 2.95 (each s, 3H), 1.30, 0.96 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 167.9, 167.7, 163.4, 162.9, 148.7, 148.6, 134.9, 134.5, 134.4, 133.6, 130.5, 124.0, 123.9, 123.5, 91.2, 88.5, 63.7, 63.2, 49.2, 48.9, 37.3, 37.1, 36.4, 36.2, 13.7, 13.6; IR (KBr) ν : 1734, 1644, 1541, 1353 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7$: C 49.56, H 5.05, N 12.38; found C 49.81, H 5.31, N 12.19.

N,N-二甲基- α -(2-呋喃基)- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3i**): 淡黄色固体, 产率 80.0%. m.p. 70.0~72.0 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 7.40~6.31 (m, 3H), 5.95, 5.90 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.98 (d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.28, 4.10 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.05 (s, 3H), 2.97, 2.96 (each s, 3H), 1.29, 1.12 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 166.7, 166.5, 163.8, 163.0, 145.6, 144.7, 143.7, 143.5, 111.0, 110.9, 110.0, 109.8, 89.2, 86.9, 63.4, 63.1, 44.2, 43.8, 37.2, 37.0, 36.3, 36.0, 13.7; IR (KBr) ν : 1743, 1651, 1561, 1322 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_6$: C 50.70, H 5.67, N 9.85; found C 50.90, H 5.54, N 9.62.

N,N-二甲基- α -(2)-噻吩基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3j**): 无色固体, 产率 79.2%. m.p. 110.0~112.0 °C; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.33~6.98 (m, 3H), 5.94, 5.89 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 5.11, 5.07 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.31, 4.08 (each q, $J=7.2$ Hz, 2H), 3.11, 3.09, (each s, 3H), 3.00, 2.98 (each s, 3H), 1.32, 1.07 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 168.5, 168.2, 163.8, 163.1, 133.5, 132.4, 128.2, 128.1, 127.4, 127.3, 127.0, 91.8, 88.8, 63.4, 63.0, 45.1, 44.4, 37.3, 37.2, 36.3, 36.1, 13.7, 13.6; IR (KBr) ν : 1743, 1651, 1557, 1311 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$: C 47.99, H 5.37, N 9.33; found C 47.70, H 5.44, N 9.59.

N,N-二甲基- α -(2)-吡啶基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3k**): 淡黄色液体, 产率 82.2%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 8.23~7.56 (m, 4H), 5.96 (d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.93 (d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.04~3.97 (m, 2H), 3.08, 3.06, (each s, 3H), 3.00, 2.99 (each s, 3H), 0.98 (t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 167.7, 163.4, 148.6, 134.8, 133.6, 130.5, 123.9, 88.5, 63.2, 48.9, 37.1, 36.4, 13.6; IR (KBr) ν : 1735, 1641, 1566, 1354 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$: C 52.88, H 5.80, N 14.23; found C 52.61, H 5.99, N 14.09.

N,N-二甲基- α -肉桂基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**3l**): 淡黄色液体, 产率 85.1%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.35~7.32 (m, 5H), 6.66~5.98 (m, 2H), 5.80, 5.73 (each d, $J=10.8$ Hz, 1H), 4.47~4.20 (m, 3H), 3.18 (s, 3H), 3.01, 3.00 (each s, 3H), 1.31, 1.17 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 168.7, 168.5, 164.1, 163.2, 136.9, 135.4, 128.8, 128.7, 126.7, 126.6, 120.1, 119.3, 90.1, 87.7, 63.3, 63.0, 48.1, 47.8, 37.3, 37.1, 36.3, 36.1, 13.9, 13.8; IR (KBr) ν : 1747, 1641, 1560, 1398 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_5$: C 59.99, H 6.29, N 8.74; found C 59.70, H 6.50, N 8.99.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -(4-二甲氨基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5c**): 淡黄色液体, 产率 53.1%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.17~6.64 (m, 4H), 5.91~5.82 (m, 1H), 4.92~4.44 (m, 3H), 4.31~3.99 (m, 2H), 3.27, 3.22 (each s, 3H), 3.02~2.95 (m, 9H), 1.31, 1.01 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 164.0, 150.8, 129.7, 129.5, 129.3, 129.0, 112.7, 91.7, 89.0, 80.5, 78.0, 77.8, 62.6, 55.7, 49.9, 49.7, 49.6, 40.2, 40.1, 33.4, 33.1, 32.9, 13.7, 13.5; IR (KBr) ν : 1755, 1670, 1561, 1508, 1358 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{17}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_6$: C 55.58, H 6.86, N 11.44; found C 55.69, H 6.79, N 11.22.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -(4-甲基)苯基- β -硝基- β -乙氧

羰基丙酰胺(**5e**): 淡黄色液体, 产率 64.3%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.22~7.16 (m, 4H), 5.90~5.83 (m, 1H), 5.04~4.46 (m, 3H), 4.46~3.95 (m, 2H), 3.46~3.20 (m, 3H), 3.05~2.97 (m, 3H), 2.34~2.32 (m, 3H), 1.30, 0.96 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 170.9, 170.6, 170.2, 163.8, 163.4, 139.0, 138.9, 130.1, 130.0, 128.8, 128.7, 128.4, 128.2, 127.6, 91.6, 88.9, 80.6, 78.0, 77.8, 63.2, 62.7, 55.7, 55.2, 50.2, 50.0, 49.9, 49.7, 34.1, 33.1, 32.9, 21.0, 13.7, 13.4; IR (KBr) ν : 1751, 1654, 1651, 1508, 1374 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_6$: C 56.80, H 6.55, N 8.28; found C 56.78, H 6.74, N 8.19.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5f**): 无色液体, 产率 68.4%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.38~7.34 (m, 5H), 5.96~5.86 (m, 1H), 4.92~4.50 (m, 3H), 4.31~3.93 (m, 2H), 3.24, 3.02 (each s, 3H), 3.01~2.99 (m, 3H), 1.32, 0.94 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 170.7, 170.4, 169.8, 163.8, 129.4, 129.3, 129.0, 128.9, 128.5, 128.4, 91.6, 88.9, 80.6, 78.1, 77.9, 63.3, 63.2, 62.7, 55.7, 55.2, 50.6, 50.3, 50.1, 34.2, 33.2, 32.9, 13.8, 13.4; IR (KBr) ν : 1755, 1654, 1561, 1386 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_6$: C 55.55, H 6.22, N 8.64; found C 55.31, H 6.11, N 8.38.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -(4-氯)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5g**): 无色液体, 产率 80.1%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.37~7.30 (m, 4H), 5.92~5.83 (m, 1H), 4.92~4.59 (m, 3H), 4.33~3.98 (m, 2H), 3.26, 3.21 (each s, 3H), 3.02, 3.00 (each s, 3H), 1.32, 1.01 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 170.0, 169.7, 163.6, 163.2, 135.3, 130.3, 129.9, 129.8, 129.7, 129.6, 129.5, 129.4, 91.5, 91.3, 88.6, 80.9, 78.1, 77.9, 63.4, 62.9, 55.8, 55.3, 49.8, 49.4, 49.2, 34.3, 33.2, 33.0, 13.7, 13.5; IR (KBr) ν : 1751, 1658, 1565, 1483 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\text{O}_6$: C 50.22, H 5.34, N 7.81; found C 50.38, H 5.24, N 7.68.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -(3-硝基)苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5h**): 淡黄色液体, 产率 82.1%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 8.27~7.57 (m, 4H), 5.99~5.94 (m, 1H), 5.07~4.61 (m, 3H), 4.35~4.00 (m, 2H), 3.43~3.22 (m, 3H), 3.10~3.03 (m, 3H), 1.33, 1.00 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.6, 163.1, 134.8, 134.7, 134.4, 130.5, 130.1, 124.2, 124.1, 123.7, 123.6, 91.1, 88.6, 88.5, 81.4, 78.2, 78.1, 63.7, 63.2, 63.1, 56.0, 55.4, 49.7, 49.4, 49.1, 35.4, 33.1, 13.7, 13.5; IR (KBr) ν : 1743, 1662, 1565, 1358 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_8$: C 48.78, H 5.19, N 11.38; found C 48.86, H

5.35, N 11.12.

N-甲基-*N*-甲氧甲基- α -(2)-噻吩基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5j**): 淡黄色液体, 产率 71.2%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.30~6.97 (m, 3H), 5.95~5.88 (m, 1H), 5.25~4.65 (m, 3H), 4.32~4.07 (m, 2H), 3.29, 3.23, (each s, 3H), 3.12~3.02 (m, 3H), 1.32, 1.08 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 170.2, 169.9, 163.5, 163.1, 128.5, 128.4, 128.8, 128.2, 127.4, 127.3, 127.2, 127.0, 91.9, 91.7, 88.8, 88.7, 81.0, 78.1, 78.0, 63.4, 63.3, 63.0, 55.9, 55.4, 55.3, 45.6, 45.4, 44.9, 44.8, 34.5, 34.1, 33.3, 33.1, 13.7, 13.5; IR (KBr) ν : 1751, 1654, 1565, 1382 cm^{-1} . Anal. calcd for $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$: C 47.26, H 5.49, N 8.48; found C 47.40, H 5.48, N 8.61.

N-甲基- α -苯基- β -硝基- β -乙氧羰基丙酰胺(**5f'**): 无色液体, 产率 90.2%. ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3) δ : 7.36~7.31 (m, 5H), 5.89~5.85 (m, 1H), 5.52 (s br, 1H), 4.38~4.35 (m, 1H), 4.33~3.93 (m, 2H), 2.80~2.77 (m, 3H), 1.32, 0.91 (each t, $J=7.2$ Hz, 3H); ^{13}C NMR (150.8 MHz, CDCl_3) δ : 169.5, 169.4, 163.6, 163.2, 133.1, 132.3, 129.4, 129.3, 129.1, 129.0, 128.7, 128.3, 90.2, 88.1, 63.4, 62.8, 53.2, 52.9, 29.7, 26.8, 13.8, 13.4. Anal. calcd for $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_6$: C 55.71, H 5.75, N 9.99; found C 55.92, H 5.62, N 9.76.

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

References

- Ding, R.; Liu, Y.-G.; Han, M.-R.; Jiao, W.-Y.; Li, J.-Q.; Tian, Y.-H.; Sun, B.-G. *J. Org. Chem.* **2018**, *83*, 12939.
- Reddy, D.; Fronczek, F. R.; Watkins, E. B. *Org. Lett.* **2016**, *18*, 5620.
- Reddy, M. D.; Watkins, E. B. *J. Org. Chem.* **2015**, *80*, 11447.
- Roy, S.; Roy, S.; Gribble, G. W. *Tetrahedron* **2012**, *68*, 9867.
- Luszczki, J. J.; Swiader, M. J.; Swiader, K.; Paruszewski, R.; Turski, W. A.; Czuczwar, S. J. *Fund. Clin. Pharmacol.* **2008**, *22*, 69.
- Liu, Q.-C.; Liu, L.-L.; Ranjala, R.; Hendrik, L.; Guo, Y.; Ye, T. *Chin. J. Chem.* **2020**, *38*, 1280.
- Bode, J. W.; Sohn, S. S. *J. Am. Chem. Soc.* **2007**, *129*, 13798.
- Gunanathan, C.; Ben-David, Y.; Milstein, D. *Science* **2007**, *790*.
- Malawska, B. *Curr. Top. Med. Chem.* **2005**, *5*, 69.
- Shaabani, A.; Soleimani, E.; Rezayan, A. H. *Tetrahedron Lett.* **2007**, *48*, 6137.
- Kobayashi, I.; Muraoka, H.; Hasegawa, M.; Saika, T.; Nishida, M.; Kawamura M.; Ando, R. *J. Antimicrob. Chemother.* **2002**, *50*, 129.
- Graul, A.; Castaner, J. *Drugs Future* **1997**, *22*, 956.
- Merino, O.; Santoyo, B. M.; Montiel, L. E.; Jiménez-Vázquez, H. A.; Zepeda, L. G.; Tamariz, J. *Tetrahedron Lett.* **2010**, *51*, 3738.
- Najera, C.; Sansano, J. M. *Chem. Rev.* **2007**, *107*, 4584.
- Tanaka, H.; Kuroda, A.; Marusawa, H.; Kino, T.; Goto, T.; Hashimoto, M.; Taga, T. *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 5031.
- Montalban, A. G.; Boman, E.; Chang, C. D.; Ceide, S. C.; Dahl, R.; Dalesandro, D.; Delaet, N. G. J.; Erb, E.; Ernst, J. T.; Gibbs, A.; Kahl, J.; Kessler, L.; Kucharski, J.; Lum, C.; Lundstroem, J.; Miller, S.; Nakanishi, H.; Roberts, E.; Saiah, E.; Sullivan, R.; Urban, J.; Wang, Z.; Larson, C. J. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2010**, *20*, 4819.
- Ghosh, T.; Maity, P.; Ranu, B. J. *Org. Chem.* **2018**, *83*, 11758.
- He, Z.-Y.; Guo, J.-Y.; Tian, S.-K. *Adv. Synth. Catal.* **2018**, *360*, 1544.
- Dong, H.; Hou, M.-F. *Chin. J. Org. Chem.* **2017**, *37*, 267 (in Chinese).
(董浩, 侯梅芳, 有机化学, **2017**, *37*, 267.)
- Akerbladh, L.; Schembri, L. S.; Larhed, M.; Odell, L. R. *J. Org. Chem.* **2017**, *82*, 12520.
- Mane, R. S.; Bhanage, B. M. *J. Org. Chem.* **2016**, *81*, 1223.
- Sasaki, M.; Ando, M.; Kawahata, M.; Yamaguchi, K.; Takeda, K. *Org. Lett.* **2016**, *18*, 1598.
- Fan, W.-Z.; Shi, D.-Y.; Feng, B.-N. *Tetrahedron Lett.* **2015**, *56*, 4638.
- Giustiniano, M.; Mercalli, V.; Cassese, H.; Maro, S. D.; Galli, U.; Novellino, E.; Tron, G. C. *J. Org. Chem.* **2014**, *79*, 6006.
- Wang, Y.-Y.; Liu, Y.-Y. *Acta Chim. Sinica* **2019**, *77*, 418 (in Chinese).
(王昱昱, 刘云云, 化学学报, **2019**, *77*, 418.)
- Liu, L.; Du, L.; Zhang, D.-N.; Du, Y.-F.; Zhao, K. *Org. Lett.* **2014**, *16*, 5772.
- Mupparapu, N.; Khan, S.; Battula, S.; Kushwaha, M.; Gupta, A. P.; Ahmed, Q. N.; Vishwakarma, R. A. *Org. Lett.* **2014**, *16*, 1152.
- Cunico, R. F.; Chen, J.-X. *Synth. Commun.* **2003**, *33*, 1963.
- 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.)
- Yao, Y.; Tong, W.-T.; Chen, J.-X. *Mendeleev Commun.* **2014**, *24*, 176.
- Chen, X.-J.; Chen, J.-X. *Mendeleev Commun.* **2013**, *23*, 106.
- Cao, P.; Wen, X.-P.; Chen, J.-X. *Synlett* **2017**, *28*, 353.
- 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.)
- Zhang, P.-P.; Chen, W.-W.; Feng, H.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.*, **2019**, *39*, 3560 (in Chinese).
(张鹏鹏, 陈雯雯, 冯花, 陈建新, 有机化学, **2019**, *39*, 3560.)
- Li, W.-D.; Han, Y.-L.; Chen, J.-X. *Tetrahedron* **2017**, *73*, 5813.
- Zhang, P.-P.; Han, S.-H.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.* **2020**, *40*, 1737 (in Chinese).
(张鹏鹏, 韩生华, 陈建新, 有机化学, **2020**, *40*, 1737.)
- Liu, H.; Guo, Q.-L.; Chen, J.-X. *Tetrahedron Lett.* **2015**, *56*, 5747.
- Guo, Q.-L.; Wen, X.-P.; Chen, J.-X. *Tetrahedron* **2016**, *72*, 8117.
- Han, Y.-L.; Tong, W.-T.; Liu, H.; Chen, J.-X. *Chin. J. Org. Chem.* **2018**, *38*, 1993 (in Chinese).
(韩宇玲, 全文婷, 刘慧, 陈建新, 有机化学, **2018**, *38*, 1993.)
- Guo, Q. L.; Zhao, M. G.; Chen, J. X. *Tetrahedron* **2020**, *76*, 131476.
- Tong, W.-T.; Cao, P.; Liu, Y.-H.; Chen, J.-X. *J. Org. Chem.* **2017**, *82*, 11603.
- Wen, X.-P.; Chen, W. W.; Chen, J.-X. *Appl. Organometal Chem.* **2019**, *33*, e5147.
- Zhang, W.-J.; Cao, P.; Guo, Q.-L.; Chen, J.-X. *Curr. Org. Synth.* **2017**, *14*, 1067.
- Zhang, W.-J.; Han, S.-H.; Chen, J.-X. *Synth. Commun.* **2017**, *47*, 704.
- Ma, F.; Liu, H.; Chen, J.-X. *Tetrahedron Lett.* **2016**, *57*, 5246.

- [46] Han, Y. L.; Li, Y. P.; Han, S.-H.; Chen, J.-X. *Synthesis*, **2019**, 51, 2977.
- [47] Cunico, R. F.; Motta, A. R. *Org. Lett.* **2005**, 7, 771.
- [48] Asahara, H.; Sofue, A.; Kuroda Y.; Nishiwaki, N. *J. Org. Chem.* **2018**, 83, 13691.
- [49] Weiner, B.; Szymanski, W.; Janssen, D. B.; Minnaard, A. J.; Feringa, B. L. *Chem. Soc. Rev.* **2010**, 39, 1656.
- [50] Cheng, R. P.; Gellman, S. H.; DeGrado, W. F. *Chem. Rev.* **2001**, 101, 3219.
- [51] Lelais, G.; Seebach, D. *Biopolymers* **2004**, 76, 206.
- [52] Vicario, J. L.; Badia, D.; Carrillo, L. *Org. Lett.* **2001**, 3, 773.
- [53] Liu, Y.-h.; Ha, Y.-L.; Chen, J.-X. *Mendeleev Commun.* **2021**, 31, 128.
- [54] Fornicola, R. S.; Oblinger, E.; Montgomery, J. J. *J. Org. Chem.* **1998**, 63, 3528.
- [55] Baichurin, R. I.; Baichurina, L. V.; Aboskalova, N. I.; Berestovitskaya, V. M. *Russ. J. Gen. Chem.* **2013**, 83, 1764.
- [56] Cativiela, C.; Ordonez, M.; Viveros-Ceballos, J. L. *Tetrahedron* **2020**, 76, 130875.
- [57] Qian, X.-Y.; Xiong, P.; Xu, H.-C. *Acta Chim. Sinica* **2019**, 77, 879 (in Chinese).
(钱向阳, 熊鹏, 徐海超, 化学学报, **2019**, 77, 879.)
- [58] Han, Y.-Q.; Zhou, T. *Chin. J. Chem.* **2020**, 38, 527.
- [59] Schollkopf, U.; Beckhaus, H. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **1976**, 15, 293.
- [60] Cunico, R. F.; Pandey, R. K. *J. Org. Chem.* **2005**, 70, 9048.

(Lu, Y.)