

杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的合成

马学林¹, 赵凯², 张高峰¹

(1.包头师范学院 材料化学与物理重点实验室;化学学院,内蒙古 包头 014030;2.吉林大学 化学学院,长春 130012)

摘要:常温下,乙醇作溶剂,无配体参与,以 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、芳香醛和芳香胺为原料,在 Cu-MCM-41 作催化剂下,三组分“一锅法”实现了 C-C 键和 C-N 键的同时合成,共合成了 15 种新的杂环多苯基 β -氨基酮类化合物.探讨了溶剂和催化剂对反应的影响,产物结构通过 IR、¹H NMR 和元素分析确定.实验结果表明,当原料摩尔比为 2.1 : 2.0 : 2.0,乙醇用量为 4~5 mL,0.2 mmol 的 Cu-MCM-41 分子筛作催化剂时,产率可达 76%~89%.该方法具有操作简单、无需碱性介质和配体参与、溶剂选择要求低、条件温和、产率高、选择性高等特点.

关键词:多苯基 β -氨基酮类化合物;三组分;一锅法

中图分类号:O643.37

文献标志码:A

β -氨基酮类化合物在合成药物、天然产物和有机中间体中发挥十分重要的作用,也是构筑 C-C 键和 C-N 键的重要反应^[1-9].一般在合成 C-C 键和 C-N 键时,对溶剂的选择相对较高,常用 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、CH₃CN 和氘代二甲基亚砜(DMSO)等做溶剂,还需要碱性介质和配体的参与,如 Ma 小组^[10]利用 CuI 作催化剂,2-(2,6-二甲基苯基)-乙酮酸作配体,在 K₃PO₄ 碱性介质中实现了卤代芳烃和脂肪胺的 N-芳基化反应;Looper 小组^[11]利用 CuI 作催化剂,N,N-二乙基-2-羟基-苯甲酰胺作配体,在 K₃PO₄ 碱性介质中实现 N-酰胺化反应;Fu 小组^[12]以 CuBr 作催化剂,DMSO 作溶剂,在 CsCO₃ 碱性介质中,合成了 2-取代的苯并咪唑.然而,在常规溶剂和无配体条件下,实现 C-N 的合成也有文献报道,如徐向亚小组^[13]以苯硼酸、咪唑和卤代物为原料,CuI 为催化剂,以甲醇为溶剂,无配体条件下运用 C-N 偶联反应高效合成 N-杂环卡宾(NHC)前体;在 CuI 的催化下,由咪唑为原料,在无机碱的作用下可实现咪唑盐前体的合成^[14-16],但该体系还得在 DMF、DMSO 等高沸点、难挥发、难分离的溶剂中进行.所以避免配体参与,挖掘易挥发、容易分离的溶剂以及合适的催化剂是研究 C-C 键和 C-N 键合成的重要课题.

本文以芳香醛、芳香胺和 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5 为原料,乙醇作溶剂,Cu-MCM-41 分子筛作催化剂,无需碱性介质和配体条件下,三组分一锅法实现了 C-C 键和 C-N 键的合成,共得到 15 种新的化合物,为合成杂环多苯基 β -氨基酮类化合物提供了很好的方法.其合成路线如图 1 所示.

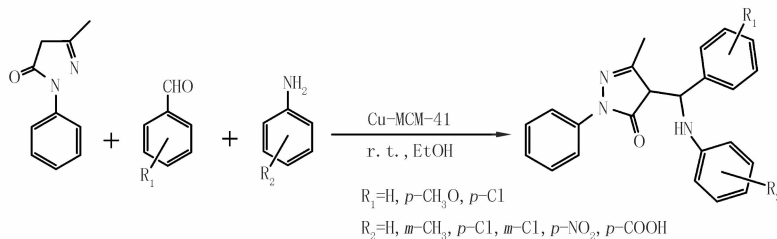


图 1 杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的合成

收稿日期:2017-04-12;修回日期:2017-09-25.

基金项目:内蒙古自治区自然科学基金资助项目(2016MS0521);包头师范学院青年基金资助项目(BSYKJ2014-24).

作者简介:马学林(1980-),男,宁夏青铜峡人,包头师范学院副教授,研究方向为金属催化剂的合成、表征及性能测试,

E-mail: maxuelin980625@163.com.

通信作者:张高峰(1980-),男,包头师范学院讲师,E-mail:2929040015@qq.com.

1 实验部分

1.1 主要试剂

1-苯基-3-甲基-吡啶啉酮-5:阿法埃莎(天津)化学有限公司,芳香醛:阿法埃莎(天津)化学有限公司,芳香胺:(克拉玛尔)上海谱振生物科技有限公司,乙醇和丙酮:阿法埃莎(天津)化学有限公司.所用试剂均为化学纯或分析纯,液体芳香醛和芳香胺使用前均经纯化.

1.2 分析与表征仪器

Vario EL 元素分析仪(德国 Elementar 公司);IR PRESTIGE-21 红外光谱仪(KBr 压片)(日本岛津公司);Bruker 500 MHz 核磁共振仪(瑞士 Bruker Biospin 公司)四甲基硅烷(TMS)为内标,溶剂用 CDCl_3 . WRS-2A 型微机数字熔点仪(上海精科公司).

1.3 杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的合成

在 20 mL 圆底烧瓶中按照摩尔比 2.1 : 2.0 : 2.0 依次加入 1-苯基-3-甲基-吡啶啉酮-5(0.365 8 g, 2.1 mmol), 芳香醛(2 mmol), 芳香胺(2 mmol)以及 2~4 mL 无水乙醇,室温搅拌均匀,然后加入事先合成的 Cu-MCM-41 分子筛(0.50 g, 0.2 mmol),继续室温搅拌,有大量白色固体生成(0.5~5 h),通过薄板层析法(TLC)监控反应进程.粗产物经抽滤,少量质量分数为 95%乙醇洗涤,用乙醇和丙酮混合溶剂重结晶,得白色(浅黄色或灰色)针状晶体.催化剂不溶于溶剂,可通过重结晶过滤时回收,并用 CH_2Cl_2 洗涤,120 $^\circ\text{C}$ 活化除去溶剂,可重复利用.

1.4 部分产物结构表征

3-甲基-1-苯基-4-[苯基(4-氯苯氨基)]甲基-1H-吡啶-5(4H)-酮(**2a**):产率 87%,白色固体. m. p. 163.8~165.6 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.78(d, $J = 5.6 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.26~7.31(m, 4H, ArH), 7.16~7.23(m, 6H, ArH), 7.02(m, 2H, ArH), 4.83(t, $J = 4.8 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.16(d, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.27(s, 3H, CH_3); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 353(N-H), 1 599(C=O). 计算理论值, $\text{C}_{23}\text{H}_{20}\text{N}_3\text{OCl}$: C 70.86, H 5.17, N 10.78; 分析结果, C 70.56, H 5.21, N 10.95.

3-甲基-1-苯基-4-[苯基(4-硝基苯氨基)]甲基-1H-吡啶-5(4H)-酮(**2c**):产率 76%,浅黄色固体. m. p. 161.4~164.7 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.82(d, $J = 5.6 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.19(d, $J = 6.8 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.25~7.32(m, 4H, ArH), 7.16~7.24(m, 4H, ArH), 7.01(m, 2H, ArH), 4.83(t, $J = 4.8 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.16(d, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.27(s, 3H, CH_3); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 354(N-H), 1 600(C=O). 计算理论值, $\text{C}_{23}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_3$: C 68.99, H 5.03, N 13.99; 分析结果, C 68.896, H 5.16, N 14.15.

3-甲基-1-苯基-4-[4-甲苯基(苯氨基)]甲基-1H-吡啶-5(4H)-酮(**2e**):产率 87%,白色固体. m. p. 197.5~198.2 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.79(d, $J = 6.2 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.36(d, $J = 6.6 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.24~7.28(m, 7H, ArH), 7.23~7.26(m, 3H, ArH), 4.75(t, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.48(d, $J = 4.5 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 2.54(s, 3H, CH_3), 1.28(s, 3H, CH_3); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 458(N-H), 1 605(C=O). 计算理论值, $\text{C}_{24}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}$: C 78.02, H 6.27, N 11.38; 分析结果, C 79.89, H 6.41, N 11.45.

3-甲基-1-苯基-4-[4-甲苯基(3-甲苯氨基)]甲基-1H-吡啶-5(4H)-酮(**2f**):产率 89%,白色固体. m. p. 202.9~204.1 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.81(d, $J = 6.2 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.37(d, $J = 6.6 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.24~7.28(m, 6H, ArH), 7.22~7.25(m, 3H, ArH), 4.74(t, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.47(d, $J = 4.4 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 2.53(s, 6H, CH_3), 1.31(s, 3H, CH_3); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 459(N-H), 1 607(C=O). 计算理论值, $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}$: C 78.30, H 6.57, N 10.96; 分析结果, C 78.24, H 6.61, N 11.05.

3-甲基-1-苯基-4-[(4-甲氧苯基)(4-氯苯氨基)]甲基-1H-吡啶-5(4H)-酮(**2h**):产率 87%,白色固体. m. p. 118.5~120.4 $^\circ\text{C}$; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.70(d, $J = 7.5 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.37(m, 2H, ArH), 7.23~7.28(m, 5H, ArH), 7.18(m, 2H, ArH), 6.81(m, 2H, ArH), 4.75(t, $J = 6.8 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 3.75(s, 3H, CH_3O), 2.51(d, $J = 4.6 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.27(s, 3H, CH_3); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 452(N-H), 1 612(C=O). 计算理论值, $\text{C}_{24}\text{H}_{22}\text{N}_3\text{O}_2\text{Cl}$: C 68.65, H 5.28, N 10.01; 分析结果, C 68.46, H 5.32, N 10.22.

3-甲基-1-苯基-4-[(4-甲氧基苯基)(4-硝基氨基)]甲基-1H-吡唑-5(4H)-酮(**2j**):产率 80%,浅黄色固体. m. p. 123.8~124.6 °C; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.94(m, 4H, ArH), 7.48(t, $J = 5.8 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.23~7.28(m, 5H, ArH), 6.84(m, 2H, ArH), 4.74(t, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 3.75(s, 3H, CH₃O), 2.56(d, $J = 4.6 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.25(s, 3H, CH₃); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 458(N-H), 1 614(C=O). 计算理论值, C₂₄H₂₂N₄O₄: C 66.97, H 5.15, N 13.02; 分析结果, C 66.88, H 5.31, N 13.27.

3-甲基-1-苯基-4-[(4-氯苯基)(3-氯苯基氨基)]甲基-1H-吡唑-5(4H)-酮(**2n**):产率 81%,白色固体. m. p. 199.0~200.6 °C; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 7.69(d, $J = 7.5 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.26~7.37(m, 6H, ArH), 7.23(m, 2H, ArH), 7.14(m, 3H, ArH), 4.87(t, $J = 5.8 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.32(d, $J = 4.6 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.28(s, 3H, CH₃); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 459(N-H), 1 599(C=O). 计算理论值, C₂₃H₁₉N₃O: C 78.15, H 5.42, N 11.90; 分析结果, C 78.07, H 5.51, N 11.98.

3-甲基-1-苯基-4-[(4-氯苯基)(4-羧基苯基氨基)]甲基-1H-吡唑-5(4H)-酮(**2o**):产率 79%,灰色固体. m. p. 100.8~102.1 °C; $^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3, 500 \text{ MHz}) \delta$: 10.84(s, 1H, OH), 7.84(d, $J = 7.2 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.78(d, $J = 6.4 \text{ Hz}$, 2H, ArH), 7.25~7.32(m, 6H, ArH), 7.23(m, 1H, ArH), 7.14(m, 2H, ArH), 4.87(t, $J = 6.5 \text{ Hz}$, 1H, NCH), 2.27(d, $J = 4.6 \text{ Hz}$, 1H, COCH), 1.26(s, 3H, CH₃); IR(KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3 457(N-H), 1 598(C=O). 计算理论值, C₂₄H₂₀N₃O₃: C 72.35, H 5.06, N 10.55; 分析结果, C 72.28, H 5.11, N 10.64.

2 结果与讨论

2.1 溶剂影响

卤代芳烃与芳香胺合成 C-N 键及卤代芳烃自身合成 C-C 键都需要在强碱介质、DMF 以及配体条件下完成,制约了 C-C 键及 C-N 键合成.利用 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、芳香胺和芳香醛三组分可同时实现 C-C 键及 C-N 键合成,此体系对溶剂的选择范围较宽,具体如表 1.以 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、4-氯苯胺和苯甲醛为模板反应对溶剂进行探讨.结果发现,用 CH₂Cl₂ 和 H₂O 作溶剂,反应不发生,其原因主要是 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5 不溶于 CH₂Cl₂ 和 H₂O,使得 3 组分原料很难相互作用.相反,用甲醇(MeOH)、乙醇(EtOH)、DMF 和 CH₃CN 作溶剂,反应能够顺利地进行,其产率分别是 84%、87%、77%和 56%.当然,用 DMF 和 CH₃CN 作溶剂,虽然可以使反应顺利发生,但产物后续分离提纯相对复杂,且毒性响度较大.对比 MeOH 和 EtOH 这两种极性溶剂,MeOH 对人体伤害较大,选择 EtOH 作为此系列反应的理想溶剂.

表 1 溶剂对合成多苯基 β -氨基酮类化合物的影响¹⁾

溶剂 ²⁾	MeOH	EtOH	DMF	CH ₃ CN	CH ₂ Cl ₂	H ₂ O
产率/% ³⁾	84	87	77	56	—	—

1) 苯甲醛和对氯苯胺做模板; 2) 溶剂用量为 2~4 mL; 3) 绝对产率,反应时间为 0.5 h.

2.2 催化剂的影响

金属掺杂 MCM-41 基分子筛对降低贵金属离子和提高反应催化活性带来诸多优点.按照文献 [17, 18] 合成不同金属掺杂型 MCM-41 基分子筛,并对 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、芳香醛和芳香胺三组分一锅法合成杂环多苯基 β -氨基酮类化合物进行了探索,如表 2 所示.以 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、4-氯苯胺和苯甲醛为模板反应对催化剂种类进行探讨.无催化剂条件下,反应不发生.金属 Zn、Fe、Cu、Al 和 Tb 离子掺杂的分子筛都能促使反应发生,而且金属 Cu、Al 和 Tb 掺杂的分子筛产率较高,但合成金属掺杂分子筛时,金属 Al 离子容易团聚形成二聚体,并且也容易破坏 MCM-41 基分子筛的骨架,这或许是影响其催化产率的因素.稀土金属离子也表现出较高的催化活性,但受其价格影响,其应用推广困难.利用廉价的金属 Cu 离子,可在较低的成本下 3 组分完成 C-C 键和 C-N 键的合成.

表 2 催化剂对合成杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的影响¹⁾

催化剂 ²⁾	无	Zn-MCM-41	Fe-MCM-41	Cu-MCM-41	Al-MCM-41	Tb-MCM-41
产率/% ³⁾	—	43	51	87	81	83

1) 苯甲醛和对氯苯胺做模板; 2) 催化剂用量为 0.2 mmol; 3) 绝对产率, 反应时间 0.5 h.

2.3 杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的合成

为了进一步研究 C—C 键和 C—N 键的合成, 以 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、芳香醛和芳香胺为原料, 无水乙醇作溶剂, Cu-MCM-41 分子筛作催化剂, 室温条件下合成了 15 种杂环多苯基 β -氨基酮类化合物(表 3). 芳香醛, 如 *p*-CH₃, *p*-CH₃O 和 *p*-Cl; 芳香胺, 如 *m*-CH₃, *p*-Cl, *m*-Cl, *p*-NO₂ 和 *p*-COOH 等都能顺利参与反应, 并能得到较高的产率. 究其原因, 主要是由于给电子基团, 如, *p*-CH₃, *p*-CH₃O 和 *m*-CH₃ 等能活化苯环, 提高苯环的活性, 使得反应能顺利进行; 吸电子基团, 如, *p*-NO₂ 和 *p*-COOH 能钝化苯环, 降低反应活性, 造成反应产率较低或者不发生. 也就是说, 在合成杂环多苯基 β -氨基酮类化合物时, 一要考虑各种取代的芳香醛和芳香胺自身结构特点, 还要考虑取代基团的空间大小和连接方式, 往往会引起位阻效应, 降低其活性.

表 3 杂环多苯基 β -氨基酮类化合物的合成¹⁾

No	R ₁	R ₂	反应时间/h	产物	产率/% ²⁾	熔点/°C
1	H	4-Cl	0.5	2a	87	163.8~165.6
2	H	3-Cl	5	2b	85	159.2~161.7
3	H	4-NO ₂	1	2c	76	161.4~164.7
4	H	4-COOH	1	2d	77	158.1~161.7
5	4-CH ₃	H	0.5	2e	87	197.5~198.2
6	4-CH ₃	3-CH ₃	0.5	2f	89	202.9~204.1
7	4-CH ₃	3-Cl	1	2g	83	200.8~201.2
8	4-CH ₃ O	4-Cl	0.5	2h	87	118.5~120.4
9	4-CH ₃ O	3-Cl	0.5	2i	85	118.3~121.5
10	4-CH ₃ O	4-NO ₂	5	2j	80	123.8~124.6
11	4-CH ₃ O	4-COOH	5	2k	78	125.6~127.1
12	4-Cl	H	0.5	2l	85	196.7~200.3
13	4-Cl	3-CH ₃	0.2	2m	87	209.9~210.4
14	4-Cl	3-Cl	0.5	2n	81	199.0~200.6
15	4-Cl	4-COOH	0.5	2o	79	100.8~102.1

1) 无水乙醇作溶剂, 2~4 mL; 2) 绝对产率.

3 结 论

本文考察了 1-苯基-3-甲基-吡唑啉酮-5、芳香醛和芳香胺 3 组分反应, 利用 Cu-MCM-41 分子筛作催化剂, 3 组分一锅法合成了多种杂环多苯基 β -氨基酮类化合物. 在普通溶剂条件下, 同时实现了 C—C 键和 C—N 键的合成, 为研究 C—C 键和 C—N 键的合成提供了新的思路. 该方法具有反应条件温和、无需碱性介质和配体参与、溶剂选择要求低、操作简单、不污染环境和对设备不造成腐蚀等优点. 在合成杂环多苯基 β -氨基酮类化合物中, 最佳反应条件为: 催化剂用量为 0.2 mmol, 反应温度为 25 °C, 4~5 mL 无水乙醇作溶剂, 原料摩尔比例为 2.1 : 2.0 : 2.0, 反应时间控制在 0.5~5 h. 在此条件下合成的产物产率可达 77~89%.

参 考 文 献

[1] 牟丽媛, 林紫云, 朱莉亚, 等. α -亚甲基- β -氨基酮类化合物的合成和光谱特征[J]. 有机化学, 2008, 28(2): 274-282.

[2] 肖立伟, 孔洁, 周秋香, 等. 聚苯乙烯负载氯化铁催化一锅法合成 β -氨基酮类衍生物[J]. 应用化学, 2014, 31(6): 715-720.

- [3] 马学林,张骁勇,李璇,等.硅胶负载稀土氯化铽一步催化合成多取代的 β -氨基酮类化合物[J].有机化学,2013,33(3):602-606.
- [4] Ting A,Schaus S E.Organocatalytic Asymmetric Mannich Reactions: New Methodology,Catalyst Design,and Synthetic Applications[J].Eur J Org Chem,2007,35:5797-5815.
- [5] Li Z, Ma X L, Liu J, et al.Silica-supported aluminum chloride: A recyclable and reusable catalyst for one-pot three-component Mannich-type reactions[J].J Mol Catal A: Chem,2007,272(1-2):132-135.
- [6] 马学林,张骁勇,雍胜利,等.硅胶负载稀土氯化钆一步催化合成多取代 Mannich 碱[J].高等学校化学学报,2013,34(12):2759-2764.
- [7] Tao R H, Yin Y, Duan Y H, Yuxing Sun, et al.Fe(OTf)₃-catalyzed tandem Meyer-Schuster rearrangement/intermolecular hydroamination of 3-aryl propargyl alcohols for the synthesis of acyclic β -Aminoketones[J].Tetrahedron,2017,73(13):1762-1768.
- [8] 姚元勇,舒华,邢明明,等.SO₄²⁻/TiO₂ 固体酸协同金鸡纳碱奎尼丁催化不对称 Mannich 反应[J].有机化学,2016,36(1):196-201.
- [9] 刘玉婷,吴倩倩,尹大伟,等.Mannich 反应的最新研究进展及其应用[J].有机化学,2016,36(5):927-938.
- [10] Zhang Y, Yang Y X, Yao Q Z, et al.CuI/DMPAO-Catalyzed N-Arylation of Acyclic Secondary Amines[J].Org Lett,2012,14(12):3056-3059.
- [11] Serrano C M, Looper R E.Synthesis of Cytidine through a One-Pot Copper-Mediated Amidation Cascade[J].Org Lett,2011,13(19):5000-5003.
- [12] Yang D, Fu H, Hu L, et al.Copper-Catalyzed Synthesis of Benzimidazoles via Cascade Reactions of o-Haloacetanilide Derivatives with Amidine Hydrochlorides[J].J Org Chem,2008,73(19):7841-7844.
- [13] 徐向亚,张明森.运用 C-N 偶联反应高效合成 N-杂环卡宾前体[J].石油化工,2014,43(10):1133-1136.
- [14] Ghorbani-Vaghei R, Hemmati S, Veisi H. An in Situ Generated CuI/Metformin Complex as a Novel and Efficient Catalyst for C-N and C-O Cross-Coupling Reactions[J].Tetrahedron Lett,2013,54(52):7095-7099.
- [15] Wang Y L, Luo J, Liu Z L. 8-Hydroxyquinoline Functionalized PEG-1000 Bridged Dicationic Ionic Liquid as a Novel Ligand for Copper-Catalyzed N-Arylation of Imidazoles[J].J Chin Chem Soc,2013,60(8):1007-1013.
- [16] Zhu Z Q, Xiang S J, Chen Q Y, et al. Novel Low-Melting Salts with Donor-Acceptor Substituents as Targets for Second-Order Nonlinear Optical Applications[J].Chem Commun,2008,40(0):5016-5018.
- [17] 陈静,韩梅,孙蕊.苯基磺酸接枝 MCM-41 介孔分子筛的合成与表征[J].无机化学学报,2006,22(9):1568-1572.
- [18] 陈静,唐俊杰,胡晨晖,等.一种无机-有机高分子杂化催化剂 Pd(0)-CS/MCM-41 的制备及其性能研究[J].无机化学学报,2009,25(1):147-153.

Synthesis heterocyclic multi phenyl β -aminoketone compounds

Ma Xuelin¹, Zhao Kai², Zhang Gaofeng¹

(1.Key Laboratory of Materials and Physical Chemistry; College of Chemistry, Baotou Normal College, Baotou 014030, China;

2.College of Chemistry, Jilin University, Changchun 130012, China)

Abstract: In the presence of catalytical amount of Cu-MCM-41, a new way was designed to synthesized fifteen novel heterocyclic multi phenyl β -aminoketone compounds through 1-phenyl-3-methyl pyrazole-5, aromatic aldehydes and aromatic amines by three components "one pot" without ligand in ethanol at 25 °C. At the same time, the synthesis of C-C bond and C-N bond was realized. The products are determined by IR, ¹H NMR and elemental analysis. The results showed that the yields reached 76%—89% in the molar ratio(2.1 : 2.0 : 2.0) of raw material, 4—5 mL ethanol and 0.2 mmol catalyst. The experiment has the following characteristics: simple operation, no basic medium and ligand, low solvent requirement, mild condition, high yield and selectivity.

Keywords: multi phenyl β -aminoketone compounds; three component; one pot

[责任编辑 赵晓华]