

سنتر یک مرحله‌ای بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها و نفتو[1،2-c] فوران-1،3-دی‌اون‌ها با حلقه افزایی دیلز-آلدر دی‌ان‌های استایرنی بر روی مالنیمیدها در مجاورت نمک مس

مهدی شیخان* و صبا غلامپور

دانشگاه گیلان، گروه شیمی، رشت، ایران

تاریخ دریافت: 1398/4/21 تاریخ پذیرش: 1398/9/9

جوش خوردن یک حلقه با تشکیل دو پیوند به طور همزمان همراه با از بین رفتن دو پیوند سستتر، همیشه مورد توجه شیمی‌دان‌ها بوده است. مالنیمیدها به دلیل شرکت هر دو اتم کربن پیوند دوگانه‌شان در واکنش‌های آلی معروف هستند. در این مطالعه برای نخستین بار، ترکیب‌های بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها با استفاده از پیش‌برنده مس، در یک واکنش یک مرحله‌ای از استایرن‌ها و مالنیمیدهای مختلف سنتز شدند. این نخستین گزارش از واکنش دیلز-آلدر دی‌ان‌های استایرنی با آلکن‌ها است. واکنش برای مشتق‌های مختلف استایرن و مالنیمید با بازده بالا به محصولات مورد نظر انجامید. همچنین، با این روش، مشتق‌های با ارزش نفتو[1،2-c] فوران-1،3-دی‌اون‌ها از واکنش مالنیک انیدرید با استایرن‌ها سنتز شدند. روش حاضر فقط در یک مرحله به طور مستقیم با استفاده از مواد اولیه در دسترس و تجاری استایرن انجام و بازده‌های بالایی از محصولات در اختیار شیمی‌دان‌های آلی می‌گذارد.

کلید واژه: بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون، نفتو[1،2-c] فوران-1،3-دی‌اون، دیلز-آلدر، استایرن، مالنیمید

مقدمه

در سال 2010، یانگ و همکارانش یک روش طولانی و چند مرحله‌ای را برای سنتز ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها ارائه دادند [8]. از معایب این روش می‌توان به تعداد زیاد مرحله‌های آن (9 مرحله)، نیاز به اعمال دمای بسیار پایین و بازده بسیار کم در حدود 5 درصد اشاره کرد. در روش دیگری برای تهیه بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها از ترکیب‌های غیر تجاری و دور از دسترس مانند مشتقات متیل-4-متیل-2-فنیل پنتا-2،3-دی‌انوات به عنوان ماده اولیه استفاده کرده است [9]. سنتز این ماده دور از دسترس دشوار و چند مرحله است و بنابراین صرفه اقتصادی ندارد. همچنین، انجام واکنش شرایط نوری نیاز به مقدمات خاصی دارد که کاربرد این واکنش را محدودتر می‌کند. از معایب دیگر آن می‌توان به محدود بودن تعداد مشتق‌های سنتز شده، اشاره کرد.

در روش دیگری که برای تهیه بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها گزارش شده است، از ماده اولیه 4-فنیل بوتانوات استفاده شده که باز هم یک ترکیب غیر تجاری است. نیاز به استفاده از اسید و باز قوی مانند سولفوریک اسید و سدیم هیدروکسید که عامل مخربی برای گروه‌های عاملی حساس محسوب می‌شوند، از دیگر معایب این روش است [10]. بنابراین، ابداع روشی با مراحل سنتزی کم و بازده مناسب که امکان سنتز را با استفاده از مواد در دسترس و تجاری میسر کند، بسیار ضروری است.

واکنش دیلز-آلدر استایرن‌ها (به عنوان دی‌ان) با سامانه‌های "این" تا به حال گزارش نشده است. در کار حاضر، برای نخستین بار، واکنش دیلز-آلدر استایرن‌ها با سامانه‌های "این" در حضور نمک مس(II) کلرید به عنوان پیش‌برنده گزارش می‌شود که در یک مرحله به سنتز محصولات با ارزش بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها می‌انجامد.

بخش تجربی

مواد و دستگاه‌های مورد استفاده

مواد مورد استفاده در این پژوهش از شرکت‌های آلدریچ، و مرک به صورت خالص خریداری شدند. طیف‌های رزونانس مغناطیس هسته به وسیله دستگاه طیف‌سنج رزونانس مغناطیس هسته ساخت شرکت بروکر

واکنشی که در آن یک حلقه با به وجود آمدن همزمان دو پیوند و از بین رفتن دو پیوند دیگر تشکیل شود، همیشه در کانون توجه شیمی‌دان‌ها بوده است.

مالنیمیدها ترکیب‌هایی فعالند که شهرت اصلی آن‌ها به دلیل شرکت هر دو کربن پیوند دوگانه‌شان در واکنش‌ها است. به همین دلیل، تاکنون تعداد زیادی از واکنش‌های حلقوی شدن بر روی مالنیمیدها انجام شده است [1]. اما در تمام این واکنش‌ها، پیوند دوگانه مالنیمیدها از بین رفته است. ما در کار قبلی خود توانستیم برای نخستین بار این پیوند دوگانه را در حلقوی شدن مالنیمید با استایرن با فعال‌سازی اکسایشی پیوند کربن-هیدروژن در حضور کاتالیست پالادیم حفظ نماییم [2]. به‌تازگی، یک واکنش دیلز-آلدر همراه با هیدروژن‌زدایی آلکیل آر‌ن‌ها بر روی بنزوکینون گزارش شده که این واکنش را با موفقیت به استایرن‌ها تعمیم بخشیده است [3]. حتی در این گزارش هم وقتی به جای بنزوکینون از مالنیمیدهای استخلاف‌شده استفاده شده، پیوند دوگانه مالنیمیدی حفظ نشده و به پیوند ساده تبدیل گشته است.

واکنش دیلز-آلدر واکنشی معروف در سنتز حلقه‌های شش‌تایی در شیمی آلی است، بنابراین توسعه آن بسیار مورد توجه بوده است [4]. از میان دی‌ان دوست‌های مورد استفاده در دیلز-آلدر، استفاده از مشتق‌های استایرن بسیار چالش‌برانگیز است زیرا این ترکیب‌ها تمایل بسیار زیادی برای پلیمر شدن دارند [5]. پیش از این، تعداد کمی گزارش درباره واکنش‌های کاتالیز شده با پالادیم وجود دارد که در آن‌ها از آلکن‌های انتهایی برای حلقوی شدن استفاده شده است، اما در تمامی آن‌ها تنها پیوند دوگانه آلکنی در واکنش شرکت کرده است [6].

بنزو[e] ایزوایندول-1،3-دی‌اون‌ها از جمله ترکیب‌های باارزشی می‌باشند که کاربردهای گسترده‌ای در صنعت داروسازی دارند و به دلیل فعالیت‌های زیستی بالای این ترکیب‌ها [7]، سنتز آنها نیز از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است.

نقره استات، مس(I) اکسید، نیکل(II) کلرید و مس(II) کلرید مورد ارزیابی قرار گرفت که بهترین نتیجه در مجاورت مس(II) کلرید و با بازده 80% به دست آمد. در نتیجه مس(II) کلرید به عنوان پیش‌برنده فلزی مناسب انتخاب شد (ردیف‌های 1 تا 9).

در ادامه، به جای حلال استونیتریل از حلال‌های دیگری مانند N,N -دی‌متیل‌فرم آمید، دی‌متیل سولفوکسید، تولوئن، اتیل استات، دی‌کلرواتان، اتانول، آب، 4،1-دی‌اکسان و کلروبنزن استفاده شد که در پایان استونیتریل به عنوان بهترین حلال انتخاب شد (ردیف‌های 10 تا 18). واکنش در دمای بالاتر و پایین‌تر از 100 درجه 0 سانتی‌گراد نیز آزمایش شد که نتیجه در دمای 100 درجه 0 سانتی‌گراد بهتر بود (ردیف‌های 19 و 20). همچنین، واکنش با مقدار 50 مول درصد از پیش‌برنده فلزی آزمایش شد که بازده کمتری حاصل شد (ردیف 21). در پایان، زمان واکنش نیز مورد بررسی دقیق قرار گرفت و مشاهده شد که بهترین بارده واکنش در زمان 6 ساعت قابل حصول است (ردیف 22).

پس از انجام آزمایش‌ها، پیش‌برنده مس(II) کلرید، حلال استونیتریل و دمای 100 °C به عنوان شرایط بهینه انتخاب شد. برای اطمینان از ساختار محصول طیف‌های رزونانس مغناطیسی هسته پروتون و کربن ثبت گردید که طیف پروتون آن در شکل 1 دیده می‌شود.

یک پیک دوتایی با شکافتگی 8/4 هرتز در 8/87 ppm با انتگرال یک مربوط به پروتون (a) حلقه آروماتیک و یک پیک دوتایی در 8/09 ppm با شکافتگی 8/0 هرتز مربوط به پروتون (f) حلقه آروماتیک است. دو پیک دوتایی در 7/88 ppm و 7/79 ppm و هر یک با شکافتگی 8/0 هرتز به ترتیب مربوط به پروتون‌های (e) و (d) است. پیک چندتایی موجود در ناحیه 7/7-56/67 ppm مربوط به پروتون‌های (b) و (c) است که به شکل دو پیک سه تایی نزدیک به هم دیده می‌شوند. پیک یکتایی در 3/16 ppm نیز مربوط به پروتون‌های گروه متیل متصل به نیتروژن است (شکل 1).

واکنش مشتق‌های استایرن با مالئیمیدهای مختلف نیز مورد بررسی قرار گرفت و از این طریق مجموعه‌ای از مشتق‌های بنزو[e]ایزواندول-1،3-دی‌اون حاصل شدند (جدول 2).

همان‌گونه که در جدول دیده می‌شود، گروه‌های الکترون‌دهنده مانند متوکسی، متیل و گروه آریلی به عنوان استخلاف روی استایرن و همچنین گروه‌های الکترون‌کشنده ملایم مانند برم و کلر تحمل‌پذیری بالایی را در واکنش بالا نشان می‌دهند (3a تا 3g). واکنش در مجاورت گروه نیترو (الکترو کشنده قوی) روی استایرن به طور کامل متوقف شد (3h). انواع مختلف مالئیمیدها نیز در این واکنش آزمایش شد که همگی منجر به تولید محصول مربوطه با بازده بالا شدند (3i تا 3n).

سازوکار پیشنهادی این واکنش به صورت زیر است. در ابتدا کمپلکسی بین گونه مس(II) و استایرن تشکیل و سپس واکنش دیلز-آلدر بین استایرن فعال شده و مالئیمید انجام می‌شود. در انتها، پس از آروماتیک شدن اکسایشی حدواسط حاصله در مجاورت مس(II) به عنوان اکسنده، محصول نهایی تشکیل می‌شود (شکل 2).

در ادامه واکنش بر روی حلقه مالئیک انیدرید به جای مالئیمیدها انجام گرفت. نتایج نشان داد که مالئیک انیدرید نیز به طور موفقیت‌آمیزی در واکنش بالا شرکت می‌کند و درستی ساختار ترکیب مورد نظر نیز با استفاده از طیف‌های رزونانس مغناطیسی پروتون و کربن به اثبات رسید. طیف رزونانس مغناطیس هسته پروتون ترکیب نفتو[1،2-c]فوران-3،1-

با قدرت مگاهرتر 500 در حلال $CDCl_3$ در دمای محیط ثبت شدند. برای بررسی پیشرفت واکنش، از روش کروماتوگرافی لایه نازک استفاده شد. همچنین، از حلال اتیل استات و هگزان نرمال به عنوان حلال TLC استفاده شد.

روش کلی سنتز مشتق‌های بنزو[e]ایزواندول-1،3-دی‌اون

به منظور انجام این واکنش، استایرن (3 میلی‌مول) و مالئیمید (یک میلی‌مول) به همراه مس کلرید (یک میلی‌مول) در حلال استونیتریل حل شد. سپس مخلوط به دست آمده در دمای 100 درجه 0 سانتی‌گراد به مدت 6 ساعت گرم شد. پس از استخراج با مخلوط دی‌کلرومتان و آب، مخلوط به دست آمده با کروماتوگرافی صفحه‌ای خالص‌سازی شد.

2-Methyl-2H-benzo[e]isoindole-1,3-dione (3a).

1H NMR (400 MHz, $CDCl_3$) δ 8.88 (d, $J = 8.4$ Hz, 1H), 8.09 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.89 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.80 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.57-7.68 (m, 2H), 3.16 (s, 3H).

^{13}C NMR (100 MHz, $CDCl_3$) δ 169.1, 167.8, 136.6, 134.9, 131.5, 130.9, 129.5, 128.8, 128.7, 128.0, 125.0, 118.5, 23.9 (جدول 2 ردیف 1).

2,8-Dimethyl-2H-benzo[e]isoindole-1,3-dione (3b).

1H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 8.75 (s, 1H), 8.13 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.87 (d, $J = 8.7$ Hz, 1H), 7.82 (d, $J = 8.7$ Hz, 1H), 7.51 (dd, $J = 8.0$ Hz, 1.5 Hz, 1H), 3.25 (3H), 2.62 (s, 3H).

^{13}C NMR (100 MHz, $CDCl_3$) δ 170.0, 169.3, 140.0, 135.0, 134.6, 131.6, 131.1, 130.9, 128.5, 128.3, 123.7, 117.6, 23.8, 22.1 (جدول 2 ردیف 2).

روش کلی سنتز مشتقات نفتو[1،2-c]فوران-2،1-3-دی‌اون

برای این منظور، مقدار یک میلی‌مول استایرن و 10 میلی‌مول مالئیک انیدرید به همراه یک میلی‌مول مس کلرید در حلال استونیتریل حل شد. سپس، این مخلوط به مدت 6 ساعت در دمای 100 درجه 0 سانتی‌گراد حرارت داده شد. در پایان، محصول به وسیله کروماتوگرافی صفحه‌ای خالص‌سازی شد.

Naphtho[1,2-c]furan-1,3-dione (3o).

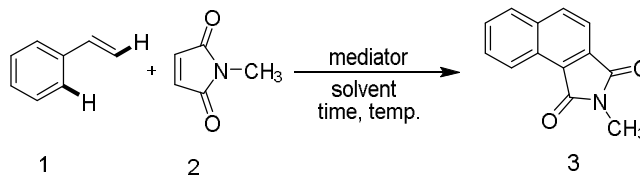
1H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 8.90 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 8.36 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 8.10 (d, $J = 8.0$ Hz, 1H), 7.98 (d, $J = 8.5$ Hz, 1H), 7.89 (dt, $J = 7.0, 1.2$ Hz, 1H), 7.83 (dt, $J = 7.0, 1.2$ Hz, 1H).

^{13}C NMR (100 MHz, $CDCl_3$) δ 163.4, 163.3, 137.5, 137.0, 130.7, 130.3, 129.1, 128.8, 128.1, 127.7, 125.0.

بحث در نتایج

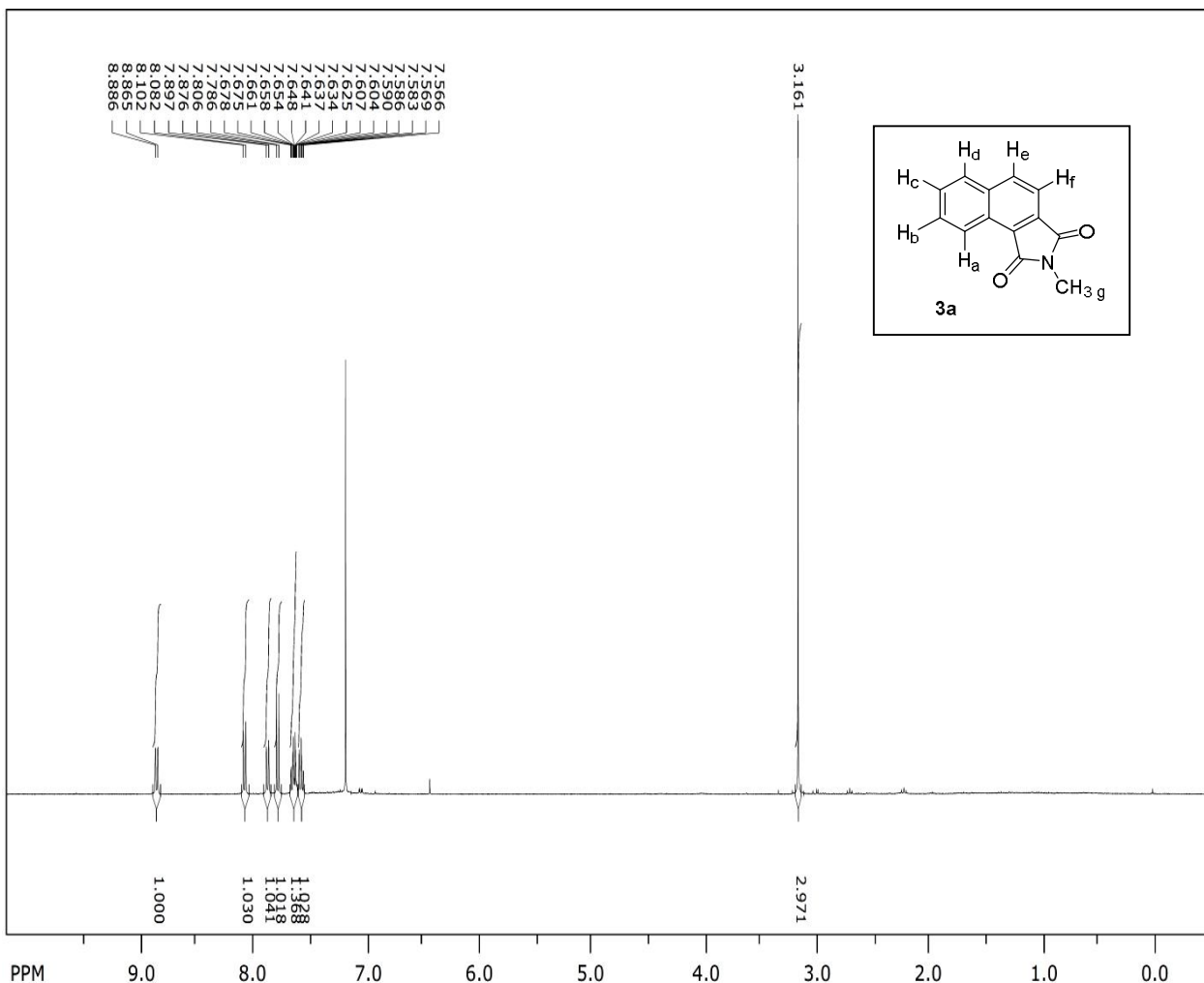
برای بهینه سازی شرایط واکنش، واکنش استایرن با N -متیل مالئیمید در حلال استونیتریل به عنوان واکنش‌الگو انتخاب شد (جدول 1). در ابتدا، واکنش مورد نظر در مجاورت پیش‌برنده‌هایی مانند مس(II) نترات، مس(II) برمید، آهن(II) کلرید، آهن(III) کلرید، مس(II) یدید،

جدول 1. بهینه سازی شرایط واکنش



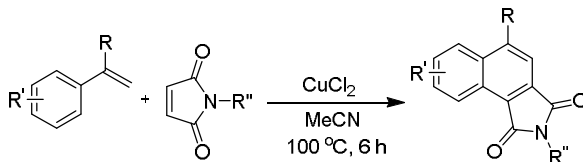
بازده (%) ^a	حلال	پیش‌برنده فلزی	ردیف
-	استونیتریل	Cu(NO ₃) ₂	1
51	استونیتریل	CuBr	2
53	استونیتریل	FeCl ₂	3
39	استونیتریل	FeCl ₃	4
-	استونیتریل	CuI ₂	5
43	استونیتریل	AgOAc	6
-	استونیتریل	CuO	7
49	استونیتریل	NiCl ₂ .6H ₂ O	8
80	استونیتریل	CuCl ₂	9
-	دی‌متیل فرمامید	CuCl ₂	10
40	دی‌متیل سولفوکسید	CuCl ₂	11
34	تولون	CuCl ₂	12
54	اتیل استات	CuCl ₂	13
64	دی کلرواتان	CuCl ₂	14
66	اتانول	CuCl ₂	15
-	آب	CuCl ₂	16
51	دی اکسان	CuCl ₂	17
60	کلروبنزن	CuCl ₂	18
73	استونیتریل	CuCl ₂	19 ^b
68	استونیتریل	CuCl ₂	20 ^c
53	استونیتریل	CuCl ₂	21 ^d
80	استونیتریل	CuCl ₂	22 ^e

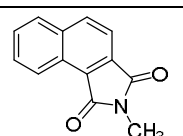
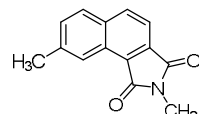
^aشرایط واکنش: استایرن (3 میل مول)، *N*-متیل مالنیمید (1 میلی مول)، پیش‌برنده فلزی (1 میلی‌مول)، حلال (5 میلی‌لیتر)، 22 ساعت و دمای 100 درجه سانتی‌گراد. (b) دمای 120 درجه سانتی‌گراد. (c) دمای 80 درجه سانتی‌گراد. (d) مقدار پیش‌برنده فلزی 50 مول درصد. (e) زمان واکنش 6 ساعت.



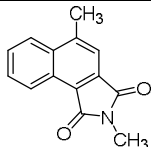
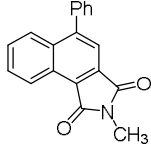
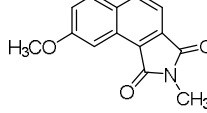
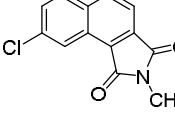
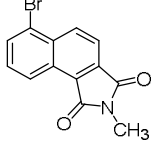
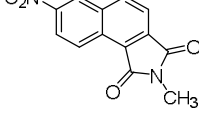
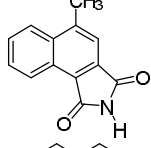
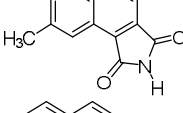
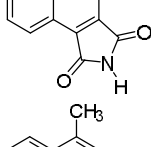
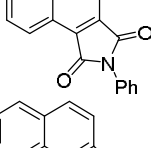
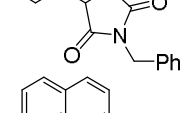
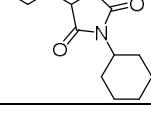
شکل 1. طیف طیف رزونانس مغناطیس هسته پروتون ترکیب بنزو[e]ایزواپندول-3،1-دی‌اوان.

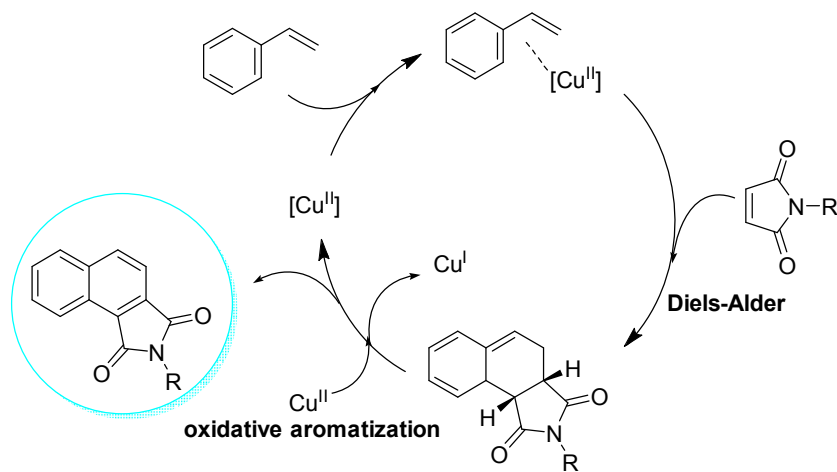
جدول 2. سنتز مشتق‌های بنزو[e]ایزواپندول-3،1-دی‌اوان با استفاده از استایرن‌ها و مالئیمیدهای مختلف



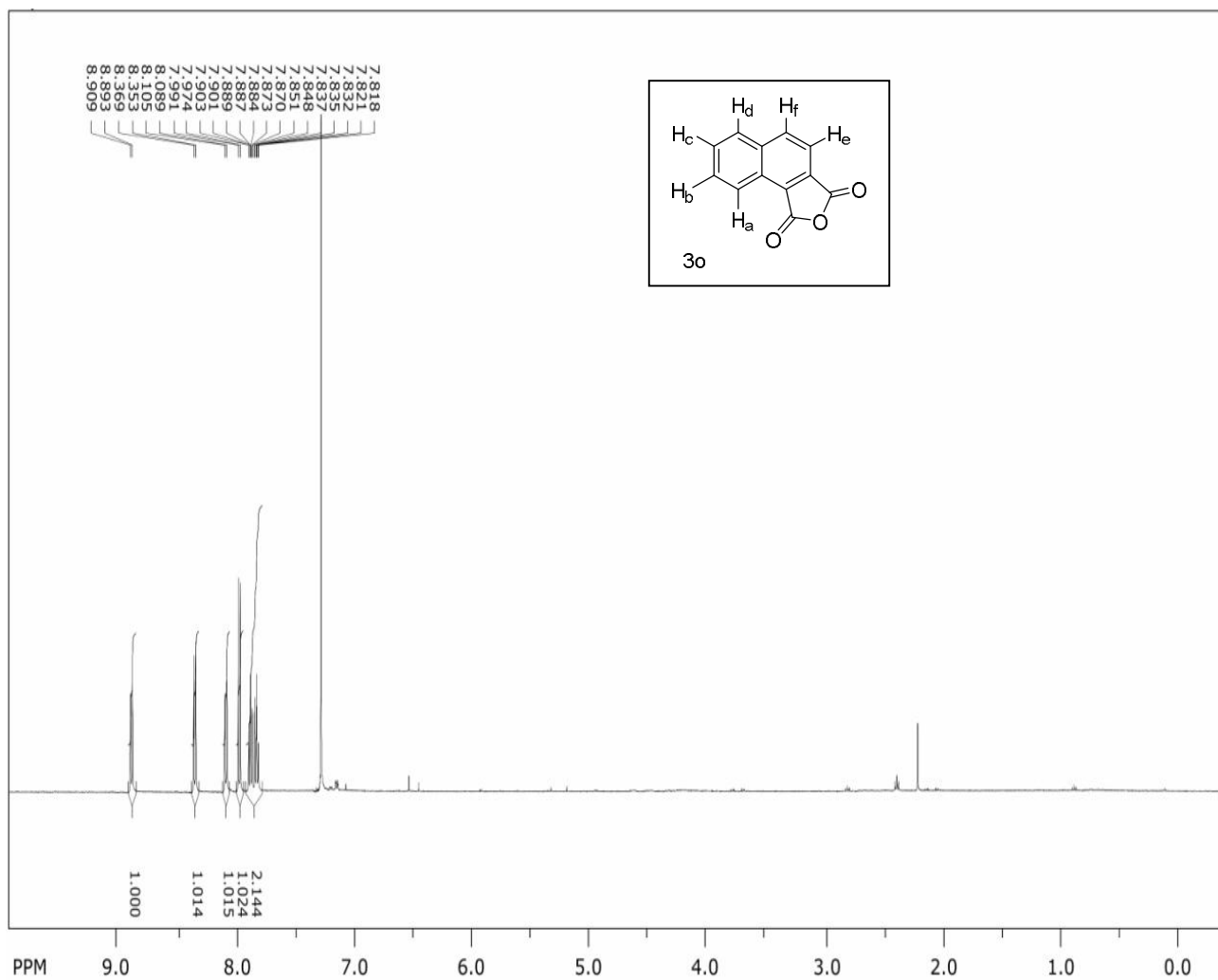
ترکیب	ساختار	نقطه ذوب مشاهده شده (°C)	نقطه ذوب گزارش شده (°C)	بازده (%)
3a		156	156-157	80
3b		171-173	170-172	77

جدول 2. ادامه

83	160-162	161-162		3c
86	190-191	191-192		3d
77	162-163	162-163		3e
65	200-202	201-203		3f
81	165-168	166-168		3g
0	-	-		3h
79	در تجزیه شد 232	در تجزیه شد 231		3i
75	در تجزیه شد 220	در تجزیه شد 221		3j
73	-	در تجزیه شد 163		3k
65	176-178	177-179		3l
74	147-149	147-148		3m
71	162-164	165-167		3n

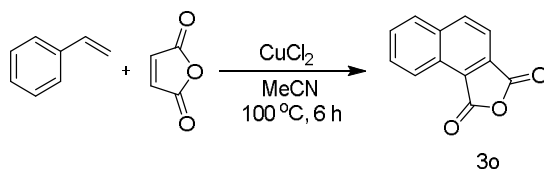


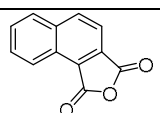
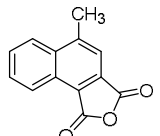
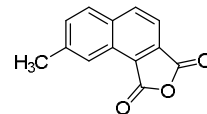
شکل 2. سازوکار پیشنهادی واکنش.



شکل 3. طیف طیف رزونانس مغناطیس هسته پروتون ترکیب نفتو[2،1-c]-فوران-1،3-دی‌اون.

جدول 3. سنتز مشتق‌های از واکنش مالنیک انیدرید و استایرن‌های مختلف



ترکیب	ساختار	نقطه ذوب مشاهده شده (°C)	نقطه ذوب گزارش شده (°C)	بازده (%)
3o		144-145	144-145	78
3p		148-151	-	74
3q		146-147	146-147	76

اختیار شیمی‌دان‌های آلی می‌گذارد.

سپاسگزاری

نویسندگان از دانشگاه گیلان به دلیل حمایت‌های مالی جهت انجام این پروژه تقدیر و تشکر می‌کنند.

مراجع

- 1) a) T.P. Nicholls, G.E. Constable, J.C. Robertson, M.G. Gardiner, A.C. Bissember, ACS Catal. 6 (2016) 451; b) A.K. Yadav, L.D.S. Yadav, Tetrahedron Lett. 58 (2017) 552.
- 2) M. Sheykhani, M. Shafiee-Pour, M. Abbasnia, Org. Lett. 19 (2017) 1270.
- 3) S. Manna, A.P. Antonchick, Chem. Eur. J. 23 (2017) 7825.
- 4) M. Gulas, J.L. Mascareñas, Angew. Chem. Int. Ed. 55 (2016) 2.
- 5) a) J.K. Stille, D.C. Chung, Macromolecules 8 (1975) 83; b) L.S. Kocsis, E. Benedetti, K.M. Brummond, Org. Lett. 14 (2012) 4430.
- 6) a) L. Hui, J. Zhou, Org. Chem. Front. 2 (2015)

دی‌اوم در شکل 3 دیده می‌شود. در این طیف، دو دسته پیک دوتایی در 8/90 ppm و 8/36 ppm و هرکدام با شکافتگی 8/2 هرتز به ترتیب مربوط به پروتون‌های (a) و (e) حلقه آروماتیک است. دو پیک دوتایی دیگر در 8/10 ppm و 7/98 ppm و با شکافتگی‌های 8/0 به ترتیب 8/2 و 8/2 هرتز به ترتیب مربوط به پروتون‌های (d) و (f) است. یک پیک دوتایی از سه تایی در 7/89 ppm با شکافتگی 7/0 هرتز و 1/2 هرتز مربوط به پروتون (b) و یک پیک دوتایی از سه تایی دیگر در 7/83 ppm با شکافتگی 7/0 هرتز و 1/2 هرتز متعلق به پروتون (c) حلقه آروماتیک است.

مشتق‌های نفتو [c-2،1] فوران-3،1-دی‌اوم‌های سنتز شده (3o تا 3q) در جدول 3 نشان داده شده‌اند. این ترکیب‌ها از نظر دارویی بسیار پرارزش می‌باشند [11] و به دلیل خواص لومینسانس، کاربردهای گسترده‌ای را دارا هستند [12].

نتیجه‌گیری

در این پژوهش، برای نخستین بار واکنش دیلز-آلدر با استفاده از مشتق‌های استایرن به عنوان دی‌اوم با پیش‌برنده مس گزارش شد. این واکنش یک مرحله‌ای به سنتز ترکیب‌های با ارزش بنزوایزواپندول-3،1-دی‌اوم‌ها انجامید. بر خلاف سه روش قبلی سنتز این ترکیب‌ها، که مراحل بسیار زیاد سنتز دارند و از بازده‌های نهایی بسیار پایین برخوردار هستند، روش حاضر فقط در یک مرحله به طور مستقیم با استفاده از مواد اولیه دسترس و تجاری استایرن انجام و بازده‌های بالایی از محصول‌ها در



- 10) M. Mizuno, M. Yamano, *Heterocycles* 67 (2006) 807.
- 11) a) C.H. Chen, K.D. Berlin, *J. Org. Chem.* 36 (1971) 2791.
- 12) Y. Kubo, Y. Tanaka, T. Araki, *Chem. Lett.* 4 (1991) 725.
- 13) K. Midha, V.P. Shah, S. Stavchansky, D.M. Barends, *J. Pharm. Sci.* 99 (2009) 1639.
- 14) A.R. Khataee, M. Zarei, *Desalin.* 273 (2011) 453.
- 15) U.I. Gaya, A.H. Abdullah, *J. Photochem. Photobiol. C*: 9 (2008) 1.
- 16) D. Kanakaraju, B.D. Glass, M. Oelgemoller, *J. Environ. Manag.* 219 (2018) 189.
- 17) S. Chakrabarti, B.K. Dutta, *J. Hazard. Mater.* 112 (2004) 269.
- 7) J.M. Quan, H. Yue, F. Lu, C. Shen, *Bioorg. Chem.* 61 (2015) 21.
- 8) H. Zou, L. Zhou, Y. Li, Y. Cui, H. Zhong, Zh. Pan, Zh. Yang, J. Quan, *J. Med. Chem.* 53 (2010) 994.
- 9) H. Zou, L. Zhou, Y. Li, Y. Cui, H. Zhong, Z. Pan, Z. Yang, J. Quan, *J. Med. Chem.* 53 (2010) 994.
- b) K.R. Bettadapur, V. Lanke, K.R. Prabhu, *Org. Lett.* 17 (2015) 4658; c) V. Lanke, K.R. Bettadapur, K.R. Prabhu, *Org. Lett.* 17 (2015) 4662; d) P. Keshri, K.R. Bettadapur, V. Lanke, K. R. Prabhu, *J. Org. Chem.* 81 (2016) 6056; e) R. Shintani, W.-L. Duan, T. Hayashi, *J. Am. Chem. Soc.* 128 (2006) 5628; f) B. Gopula, S.-H. Yang, T.-S. Kuo, J.-C. Hsieh, P.-Y. Wu, J.P. Henschke, H.-L. Wu, *Chem. Eur. J.* 21 (2015) 11050.