

## 第四章 實驗部份

### 第一節 試藥、溶媒與材料

#### 一、試藥

##### 1.購自德國 E.Merck 公司者

Sodium hydride suspension ( 80% in paraffin oil )

Diethyl malonate ( >98% )

Chloroacetyl chloride ( >98% )

Benzyl chloride ( >99% )

Aniline ( >98% )

*m*-Toluidine

*p*-Toluidine

*m*-Anisidine

*p*-Anisidine

*m*-Phenetidine

*p*-Phenetidine

*m*-Chloroaniline

*p*-Chloroaniline

*m*-Fluoroaniline

*p*-Fluoroaniline

*m*-Bromoaniline

*p*-Bromoaniline

*o*-Bromoaniline

2,4-Dichloroaniline

3,5-Dichloroaniline

3,4-Dichloroaniline

2,4-Dimethoxyaniline

3,4-Dimethoxyaniline

3,4-Dimethylaniline

3,4-Dimethoxyaniline

Glacial acetic acid

Potassium bromide

##### 2.購自瑞士 Fluka 公司者

*m*-Ethylaniline ( >98% )

*p*-Ethylaniline ( >98% )

### 3.購自日本東京化成工業株式會社者

*o*-Methylbenzyl chloride  
*m*-Methylbenzyl chloride  
*p*-Methylbenzyl chloride  
*m*-Methoxybenzyl chloride  
*p*-Methoxybenzyl chloride  
*o*-Fluorobenzyl chloride  
*m*-Fluorobenzyl chloride  
*p*-Fluorobenzyl chloride  
*o*-Chlorobenzyl chloride  
*m*-Chlorobenzyl chloride  
*p*-Chlorobenzyl chloride  
*o*-Nitrobenzyl chloride  
*m*-Nitrobenzyl chloride  
*p*-Nitrobenzyl chloride  
Anhydrous potassium carbonate  
3,4-Methylenedioxyaniline  
2-Chloropropionyl chloride  
Phenylhydrazine  
2-Chlorophenylhydrazine  
3-Chlorophenylhydrazine  
4-Chlorophenylhydrazine  
2,4-Dichlorophenylhydrazine  
3,4-Dihlorophenylhydrazine  
2,4,6-Trichlorophenylhydrazine

## 二、溶媒

### 1.購自德國 E.Merck 公司者

Acetone  
Ethyl acetate  
n-Hexane  
Methanol  
Tetrahydrofuran  
Dimethyl sulfoxide-*d*<sub>6</sub> for NMR spectroscopy ( 99.8% )  
Chloroform-*d* for NMR spectroscopy ( 99.8% )  
Chloroform ACS.  
*N,N*-Dimethylformamide ( >99.5% )  
Diphenyl ether ( >98% )  
Trifluoroacetic acid-*d*

2.購自台灣省煙酒公賣局者

95% Ethanol

### 三、材料

1.購自德國 E.Merck 公司者

Molecular sieve 0.4 nm

Silica gel 60 for C.C. ( 70-230 mesh , ASTM )

Pre-coated aluminium TLC sheets (Silica gel 60 F<sup>254</sup>, 20×20cm,  
0.2 mm layer)

## 第二節 儀器

### 一、熔點測定器 ( Melting Point Apparatus )

Yanaco MP-500D Micro Melting Point Apparatus , 測定範圍在 40- 500 之間, 其測定溫度數據為未經校正者。

### 二、紫外-可見光譜儀 ( UV - visible Spectrophotometer )

Shimadzu UV- 160A UV- visible Recording Spectrometer 紫外可見光譜儀測定。使用甲醇為溶劑,最大吸收波長( $\lambda_{\max}$ )單位為 nm , 而以  $\log \epsilon$  表示 Molar absorptivity。

### 三、紅外線光譜儀 ( Infrared Spectrophotometer, 簡稱 IR )

使用 Nicolet Impact 400 FT-IR Spectrophotometer, 以 KBr 打錠法測定, 光譜單位為波數( $\text{cm}^{-1}$ )。

### 四、質譜儀 ( Mass Spectrophotometer )

EIMS 以 VG Platform II GC-MS Instruments 測定, 離子化電壓 (ionization voltage )為 75 eV, 單位為 m/z。

### 五、核磁共振光譜儀 ( Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer ) :

( 1 ) Varian VXR-300 FT-NMR Spectrometer (國科會貴重儀器中部使用中心 ) 。

( 2 ) Bruker ARX-300 FT-NMR Spectrometer

( 3 ) Bruker ADVANCE DPX-200 FT-NMR Spectrometer

Internal standard : Tetramethylsilane ( TMS ) , 化學位移(chemical shift)以  $\delta$  表示, 單位 ppm , 以  $J$  表示偶合常數( coupling constant ) ,單位 Hz ; 峰線訊號以 s 表示單峰( singlet ) , d 表示雙重峰 (doublet) , t 表示三重峰 (triplet) , q 表示四重峰 (quartet) , m 表示多重峰( multiplet ) 。

### 六、元素分析

採用 Perkin Elmer PE 2400 series II CHNS/O Analyzer 元素分析儀測定 , 元素分析值皆在理論值  $\pm 4\%$  以內。