

一. 課程摘要:

課程名稱：光譜分析實驗 (103學年度下CHEM329001、CHEM329002)

英文名稱：Spectroscopy and Analytical Chemistry Laboratory

任課教師：陳建添 教授

實驗講師：週二班；週五班

上課時間：T5 T6 T7 T8、F1 F2 F3 F4 (有機實驗室)

教室：有機實驗室

分機號碼：35651

二. 課程說明:

教導修課同學操作簡單的有機金屬合成實驗，並利用mass (MS)、infrared (IR)、nuclear magnetic resonance (NMR)、ultraviolet and photoluminescence (UV-PL) spectra來分析鑑定所合成的化合物。

三. 成績考核:

1.實驗報告: 預報 15 % (藥品性質、實驗步驟、注意事項)

結報50% (實驗紀錄、觀察、實驗產率、光譜分析)。

2.期末考: 20%

3.實驗態度: 15%。

六. 注意事項:

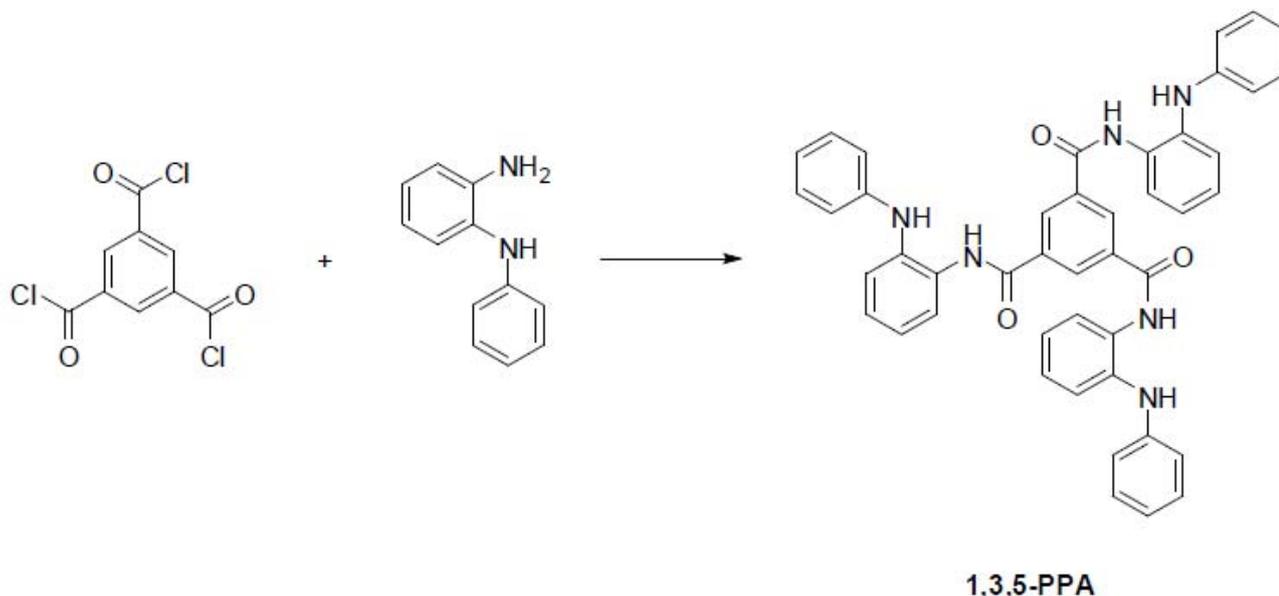
1.請每位同學準備一本A4筆記本，於實驗進行時詳細記錄實驗過程。

2.實驗安全最重要，請遵守實驗室規則。實驗時請穿實驗衣及配戴安全眼鏡。

3.若有其他規定於實驗時再告知。

Part I: Electron Transporting Materials Synthesis of TPBI

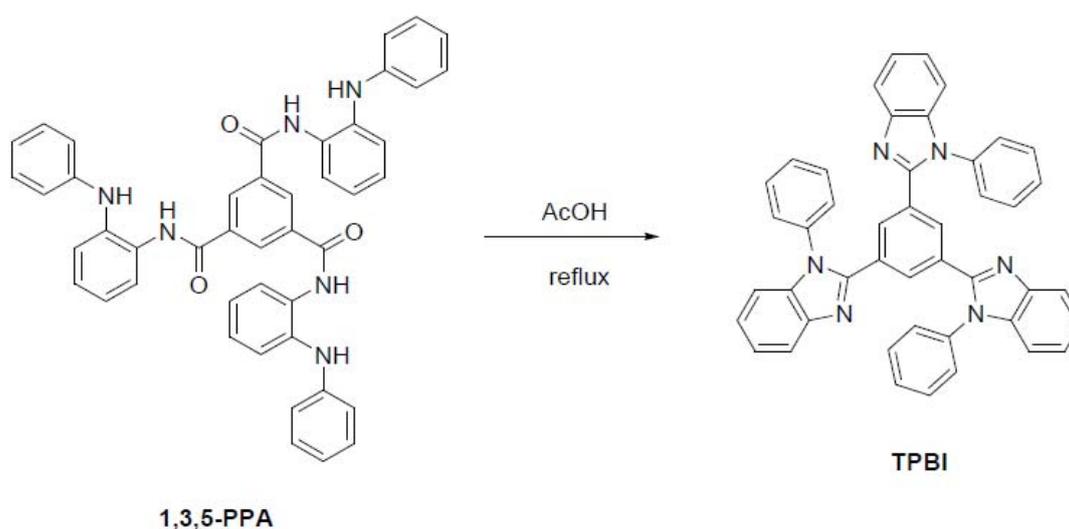
Expt. 1-1: Synthesis of 1,3,5-PPA5



Procedures

The mixture of benzene-1,3,5-tricarboyl trichloride (0.53 g, 2 mmol), *N*-phenylbenzene-1,2-diamine (1.21 g, 6 mmol), triethylamine (4 mL), and dried THF (80 mL) was stirred for 3 h at 55 °C. The solution was poured into water (100 mL) and extracted with dichloromethane. After the solvent was removed, the crude product was recrystallized from methanol and THF to afford a gray solid.

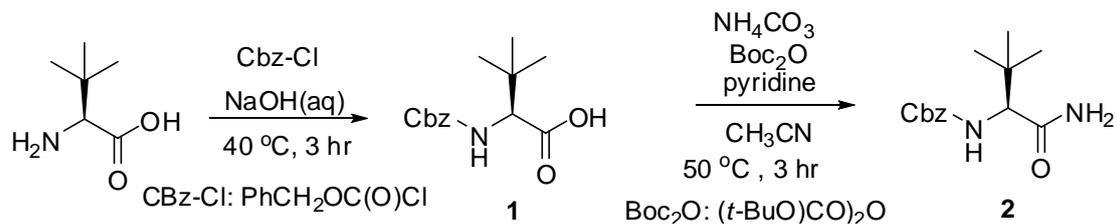
Expt. 1-1: Synthesis of TPBI



Procedures

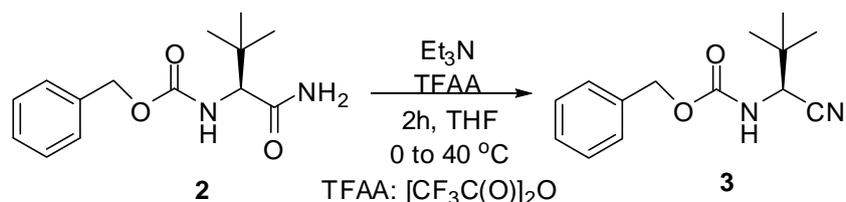
1,3,5-PPA (3.672 g, 10.0 mmol) was refluxed in propanoic acid (35 mL) for 4 h before the solvent was removed under reduced pressure to give a gray solid.

Part II.
Chiral α -Amino Tetrazole



取一 100 毫升單頸瓶，內置攪拌子，秤第三丁基白胺酸 (1975 毫克，15 毫莫耳，1 當量) 溶於氫氧化鈉水溶液 (24 毫升) 中，攪拌 10 分鐘後，取氯甲酸苄酯 (2.7 毫升，18 毫莫耳，1.2 當量) 注入單頸瓶中，加熱至 40 °C 反應時間 3 小時，用乙醚 (15 毫升 × 3) 萃取，取水層，加入鹽酸水溶液中中和至 pH 值為 2，接著再用乙酸乙酯 (15 毫升 × 3) 萃取，取有機層，加入無水硫酸鎂乾燥後過濾，接著利用迴旋濃縮儀和真空幫浦將溶劑移除得到化合物 **1**。

將 **1** (3776 毫克，14.2 毫莫耳，1 當量) 溶於乙腈 (24 毫升，0.6 M) 中，加入吡啶 (3.4 毫升，42.7 毫莫耳，3 當量) 和二碳酸二叔丁酯 (4.3 毫升，18.5 毫莫耳，1.3 當量)，攪拌約 10 分鐘後加入碳酸銨 ((NH₄)HCO₃)，1418 毫克，17.9 毫莫耳，1.26 當量)，會有二氧化碳氣泡產生，通氮氣，加熱至 50 °C 攪拌 3 小時後，利用迴旋濃縮儀和真空幫浦將溶劑移除，接著用水洗 (30 毫升 × 3)，取固體，乾燥過後用丙酮溶解其固體，再用迴旋濃縮和真空幫浦將溶劑移除，即可得到白色固體化合物 **2**。



將 **2** (3224 毫克，12.2 毫莫耳，1 當量) 完全溶解於無水四氫呋喃 (15 毫升)，加入無水三乙胺 (10 毫升，73.2 毫莫耳，6 當量) 在冰浴下用針頭滴入無水三氟醋酸酐 (5.1 毫升，36.6 毫莫耳，3 當量)，加入後即可將冰浴移除，溶液呈現黃橘色，在氮氣下加熱至 40 °C 攪拌約莫 2 小時，加入水 (10 毫升) 淬息反應，接著用乙醚 (15 毫升 × 3) 萃取，取有機層，加入無水硫酸鎂乾燥後過濾，以迴旋濃縮儀抽乾得粗產物，以管柱層析法純化 (乙酸乙酯/正己烷，1/1) 得黃色油狀物化合物 **3**。收集氫譜、碳譜、IR 和質譜。