

2008 年度_岩澤

実験ノートの付け方

1. コクヨ B 中横罫 6mm×35 行 (30 枚または 50 枚) のキャンバスノートを使用。
2. 表紙には「実験ノート、使用開始年月日 (例えば 2008 年 4 月 1 日)、漢字氏名、巻番号 (何冊目か)、開始実験番号」の 5 点を必ず記す。
3. 実験番号はイニシャル (名のイニシャルと姓のイニシャル) に番号を付ける。例えば西本宣記 (にしもとよしき) の 100 番目の実験番号は「YN100」とする。
4. 見開き 2 ページを 1 つの実験番号相當にする。TLC の図は右下にまとめる。
5. 必須記載項目の代表例は、実験番号、日付、開始時の天候、参考にした引用文献、スペクトルID番号 (NMR,MS,EAなど)、TLCの図。別紙参照。実験番号はスペクトル生データ、卒業・修士論文、週報、残保管試薬全てにおいて一対一対応させる。

スペクトルデータの処理方法 : ^1H -, ^{13}C -, ^{31}P -NMR ;

- ①. NMR データの Lot 番号は「実験番号- 1」のように通し番号にすること。そうすればチャート番号を見ただけでどの実験番号のデータかが即わかる。例えば亀井俊徳 (イニシャル TK) の実験番号 TK220 における ^1H NMR ならば「HMR 220-1, HMR 220-2, HMR 220-3, や CMR 220-4」等に統一する。
- ②. 右下空欄にチャートの Lot 番号、スキーム、定性、定量 (%y, 00 mg 等)、粗生成物か精製済か等を分かりやすく記す。
- ③. 原則全てのデータについて、パソコン上に保存するだけではなく必ず印刷版をファイルに綴じる。
- ④. 原則として、化学シフト値の幅は固定する。
- ⑤. 必ず測定直後に解析し、スペクトルデータをノートに書きつける。表記方法は ACS (アメリカ化学会) 誌投稿規程に従う。新規化合物は当然のこと、既知化合物でも実験者にとって初めての化合物ならば必ず書きつける。

スペクトルデータの処理方法 : MS ;

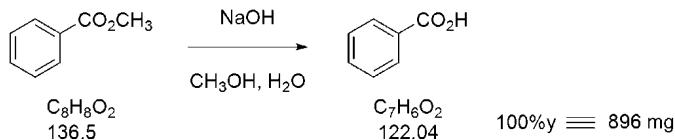
- ①. Lot 番号 (実験番号) 化合物の構造式、組成式、ExactMass 値を小数点以下 4 衡まで (ChemDraw の Analysis 機能を使う) の 4 点を必ずチャートに書きつける。
- ②. フラグメンテーションを調べる。
- ③. その他、基本事項は上記 NMR データに関する事項と同じ。

- 以上、わからないことがあれば必ず岩澤まで尋ねてください。
- 続く別紙に具体例を示します。

2008 年度_岩澤

TK328

Apr. 30. '09



①methyl benzoate (kanto)	998 mg	7.34 mmol	1 eq
②NaOH (wako, 80w/w% aq, FW 40.0)	500 mg	10.0 mmol	1.1 eq
③water (水道水)	5 mL		
④methanol (dist.)	50 mL		

[under an Ar atmosphere, 100 mL one-neck round-bottomed flask]

fine

再現性が確認できるように実験ノートはつけなければならない。それ故、
1. 正確な反応時間、
2. 加えた順番、
3. 特別に工夫を凝らした操作、
4. 使った実験器具 (100mL of flask, 一径, 二径, シュレンク等)、
5. 搅拌時間、
6. 定性状態
を丁寧に記す。

10 : 15

quench 14:10

workup 14:55

crude

yellow solid materials, 1.29 g (>896 mg)

HMR 328-1

purification

c.c. (SiO₂, 65 g, × 50 倍, eluent Hexane/EtOAc=4/1, クロマト管直径 3.1 cm, シリカ高 12 cm)

HMR 328-2

colorless needles, 690 mg (77%)

Recrystallization from ethanol (8 mL)

yellow oil 459 mg (51%)

HMR 328-3

¹H NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ 11.2 (s, 1H), 10.6 (s, 2H, CHO), 8.56 (s, 1H), 8.30 (d, J = 8.4 Hz, 2H), 8.11 (dd, J = 6.6 Hz, 1.8 Hz, 2H), 7.69 (dd, J = 8.4 Hz, 1.8 Hz, 2H).

CMR 328-4

¹³C NMR (dmsO-d₆, 100 MHz) δ 164.5, 151.3 – 150.9 (broad), 36.8, 31.1, 30.1,

コメント [t1]: 実験番号

コメント [t2]: 日付

コメント [t3]: 実験番号内での化合物番号、化合物名 (略記可、化合物のロット番号や購入した会社、精製操作等の有無)、重さ、モル数、当量の順に記す。

コメント [t4]: 自分にとって初めての化合物ならば分子量、沸点、融点、密度 density、等をアルドリッヂのカタログを見て調べる。

コメント [t5]: 反応系の条件や、用いたフラスコ等を記載

コメント [t6]: 実験操作時刻を記載

コメント [t7]: 節目になる実験操作を記載

コメント [t8]: 定性を必ず記載

コメント [t9]: 定量を必ず記載

コメント [t10]: マスバランスのチェックを必ず記載

コメント [t11]: クルードの NMR 番号、実験番号+通し番号

コメント [t12]: column chromatography の略記。

コメント [t13]: カラム条件を必ず記載

コメント [t14]: 精製操作後化合物の NMR 番号、実験番号+通し番号、

コメント [t15]: 定性と定量を記載

コメント [t16]: 再結晶操作を行った場合は必ず用いた溶媒量や溶解度を記載

コメント [t17]: このように書く。用いた重溶媒、周波数、化学シフト値等。

lit) Iwasawa, T.; Hooley, R. J.; Rebek, J., Jr. *J. Am. Chem. Soc.* **2007**, *128*, 10655-10656.

引用文献は右上部
の空白部分に記
す。

26.3, 22.0, 13.7.

PMR 328-5

^{31}P NMR (162 MHz, CDCl_3) δ 142.7.

MS 328-1

MS (EI) m/z 135 (MH^+).

MS 328-2

ESI-MS m/z : 1525 (M^+), 1548 ($\text{M}+\text{Na}^+$).

MS 328-3

HRMS (ESI, m/z , MH^+) Calcd. For $\text{C}_{130}\text{H}_{159}\text{N}_8\text{O}_{15}$: 2072.1919. Found: 2072.1859 (error 2.9 ppm).

EA

Anal. Calcd. For $\text{C}_{96}\text{H}_{132}\text{N}_4\text{O}_8\text{Si}_2$: C, 75.55; H, 8.72; N, 3.67. Found: C, 75.32; H, 8.84; N, 3.65.

コメント [t18]: 高分解能 MS の場合の書き方。元素分析と同じように書き、誤差を最後に書く。5ppm 以下が望ましい。

コメント [t19]: 元素分析データの書き方。そっくり真似ること。誤差 0.4 以下が望ましい。

余白には当該実験の反応機構や、収率を出す時の計算等、実際的なデータ・考え等を書いてよい。

TLC (SiO_2) $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{EtOAc}=19/1 \times 1$ ハネシアン、 Δ)

コメント [t20]: TLC の定性を書く。

コメント [t21]: シリカかアルミナどちらか。

コメント [t22]: 展開溶媒、とその比。

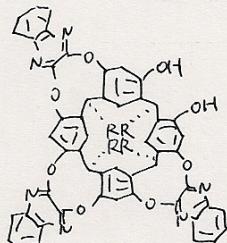
コメント [t23]: 何回展開の結果か。2回、3回の時は、 $\times 2$ 、 $\times 3$ としていく。随時下欄にも書き込んでいく。詳しくは上級生のノート参照。

コメント [t24]: 用いた発色液を書く。

コメント [t25]: 加熱したら Δ と書く。

No. TN84

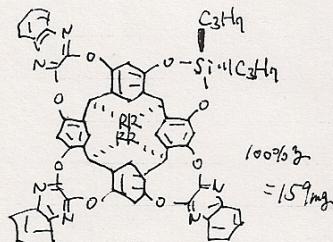
Date Dec 7 '07



$R = C_{11}H_{23}$
 $C_{96}H_{118}N_6O_8$
1482.90

$(C_3H_7)_2SiCl_2$
1.1eq

$Et_3N (2.4\text{eq})$
rt, 2h



$R = C_{11}H_{23}$
 $C_{102}H_{130}N_6O_8Si$
1594.97

① 3wall cavitand	148mg	0.1mmol	1eq
② $(C_3H_7)_2SiCl_2$ (185.17, d 1.017, bp 165-166°C, AlfaAesar)	20mg (0.020mL)	0.11mmol	1.1eq
③ Et_3N (101.19, d 0.726, bp 89°C, 関東)	24mg (0.033mL)	0.24mmol	2.4eq
④ toluene (dist, under Ar)	2mL		

cloudy 10:00 [under Ar, Shlenk-tube]

10:51 ① in Shlenk-tube, Ar flush $\times 3$ / toluene (2mL) ↓
do 6min, rt (colorless soln)

10:57 The mixture was added ③ (0.033mL)
do 11min, rt (yellow soln)

11:08 ② (0.020mL) ↓ (加えた直後に白煙が生じた)
do 2h, rt (pale yellowish white susp)

workup

file (10ml = 縞) / washed with toluene (20mL)

/ evapo
pale yellowish white viscous materials, 203mg ($\approx 148+20 = 168\text{mg}$)

14:20 crude

purification / 6:20 short-plug C.C. (SiO₂, 関東), CH₂Cl₂ only
evapo / (white viscous materials, 182mg)

reprecipitation / 6:59 The materials were dissolved in CHCl₃ (0.5mL + 1mL)

/ To the mixture was added MeOH (6mL + 3mL) dropwise over 10min
do 10 min (gummy ~~糊~~ ~~糊~~)

file (90mL) / washed with MeOH (50mL)

18:00 真空 $\Delta = 70^\circ\text{C}$ 乾燥 rt, 70min

HMR YN84-01

TN84-02

TN84-03

TN84-04-tol

CMR, YN84-05
-C-51²

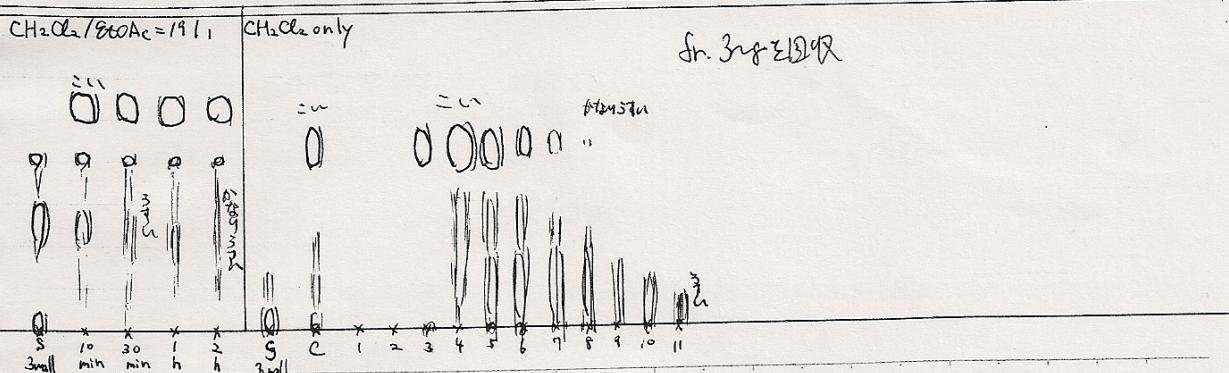
white powders, 126mg (79%)

YN84-05-C51², ¹³C NMR (100MHz, CDCl₃) δ 153.2, 153.0, 152.8, 152.7, 152.4, 152.3, 150.4, 140.0, 139.9 (2peaks are overlapped), 136.8, 136.1, 134.4, 132.3, 129.4, 129.3, 129.1, 128.0, 127.9, 127.8, 124.0, 122.8, 118.8, 115.8. (JX±, ²HCOSY 24種分), 34.9, 34.4, 34.1, 32.7, 32.6, 32.4, 32.2 (many peaks are overlapped), 30.0 (many peaks are overlapped), 29.6 (many peaks are overlapped), 28.3, 28.1, 22.9 (many peaks are overlapped), ~~14.5~~, 18.0 (Si-C₃H₇), 17.8 (Si-C₃H₇), 16.2 (Si-C₃H₇), 15.8 (Si-C₃H₇), 15.3 (Si-C₃H₇), 14.3 (many peaks are overlapped), 13.6 (Si-C₃H₇), 11.6 (Si-C₃H₇), 7.89-9.84 (m, 4H), 7.64 (d, J=8.5Hz, 2H), 7.57-7.42 (m, 6H), 7.31 (d, 2H), 7.13 (d, 4H), 5.72 (t, J=8.0Hz, 1H, opposite OH's), 5.65 (t, J=8.0Hz, 2H, center), 4.53 (t, J=8.0Hz, 1H, close to OH's), 2.35-2.16 (m, 8H), 1.66 (t, J=7.3Hz, 8.5Hz, 2H, CH₂ out), 1.54-1.21 (m, 7.2H), 1.09 (t, J=7.3Hz, 3H, CH₃ out), 1.00-0.88 (m, 16H, in CH₂ & out SiCH₂ 走査), 0.43 (t, J=7.3Hz, 3H, CH₃ in), -0.087 (t, J=8.5Hz, 2H, SiCH₃ in).

HMR YN84-03

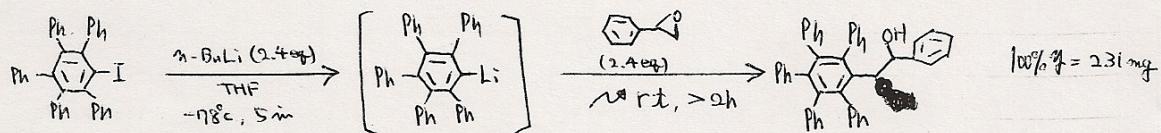
HMR YN84-04-tol

¹H NMR (400MHz, toluene-d8) δ 8.69 (d, 2H), 7.97 (d, J=7.9Hz, 2H), 7.15 (d, 2H), 7.69-7.52 (m, 10H), 7.48 (d, 2H), 7.22 (dd, J=7.3Hz, 7.3Hz, 2H), 6.16 (t, J=7.3Hz, 2H, center), 6.06 (t, J=7.3Hz, 1H, opposite OH's), 4.83 (t, J=7.3Hz, 1H, close to OH's), 2.53-2.33 (m, 8H), 1.67 (t, J=7.3Hz, 7.3Hz, 2H, CH₂ out), 1.60-1.25 (m, 7.2H), 1.06 (t, J=7.3Hz, 3H, CH₃ out), 1.00-0.90 (m, 12H), 0.79 (t, J=7.3Hz, 2H, SiCH₂ out), 0.71 (t, J=7.3Hz, 7.3Hz, 2H, CH₃ ~~out~~), 0.081 (t, J=7.3Hz, 3H, CH₃ in), -0.77 (t, J=7.3Hz, 2H, SiCH₃ in).

TLC (SiO₂, UV, Hanessian, ↓)

No. TK 110

Date Dec. 18. 07



$C_{36}H_{25}I$
584.10

① iodide (TK55.56)	234 mg	0.4 mmol	1 eq
② n-BuLi (1.6 M in Hex)	0.5 mL	0.8 "	2 "
③ THF (obs, 40%)	6.6 mL		
④ styrene oxide (^{fw = 120.15} ^{d = 1.054})	0.109 mL (115 mg) 0.109 mL (115 mg)	0.96 "	2.4 "

fine [under Ar atmosphere]

10:00

To the flask charged with ① was added ③ /dipped into pre-heated oil-bath (65°C) /dissolved / [colorless soln] / d (>10 mL) / ∇ rt

12:10

$\hookrightarrow -78^\circ C$ / d (>10 mL) / To the soln was added ② dropwise over 3 mL / [yellow soln] / d (5 mL)

12:31

$\rightarrow -78^\circ C$ / To the soln was added ④ dropwise over 3 mL / [yellow soln \rightarrow yellow soln] / d (2.5 h) / [yellow soln]

quench 15:00

$\hookrightarrow -78^\circ C$ / To the soln was added water (10 mL) / d (>30 mL) / ∇ rt

work up 16:30

To the mixture was transferred into a separatory funnel with CH_2Cl_2 (20 mL) / org-phase was separated / water-phase was extracted with CH_2Cl_2 (20 mL x 3) and $CHCl_3$ (20 mL x 2) / combined org-phase was washed with Brine (30 mL) / dried over Na_2SO_4 / f / f / washed with CH_2Cl_2 (20 mL) and $CHCl_3$ (20 mL) / evapo / concentrated in vacuo (110°C, >1h)

crude

[pale yellow solid] 218 mg (< 231 mg)

HMR
(TK 110-01)

