

肆、 實驗部分

一. 一般敘述

1. 熔點測定係使用 Thomas 毛細管熔點測定儀，儀器溫度未校定。
2. 氫核磁共振光譜及碳核磁共振光譜係使用 Varian Unity-300MHz 核磁共振光譜儀測定之。測定樣品以氘氯仿 (deuteriochloroform, CDCl_3) 為溶劑，並以四甲基矽烷 (tetramethylsilane, TMS) 為內部基準 (internal standard) 化學位移以 ppm 為單位，氯仿為 δ 7.26、四甲基矽烷為 δ 0.00、二氯甲烷為 δ 5.32。碳核磁共振光中氘氯仿為 δ 77.00, 四甲基矽烷為 δ 0.00, 偶合常數 (coupling constant) 以 J 表示, 單位為 Hz。分裂型式 (splitting pattern) 定義如下: s 表單峰 (singlet); d 表雙重峰 (doublet); t 表三重峰 (triplet); q 表四重峰 (quartet); m 表多重峰 (multiplet); br 表寬峰 (broad); bs 表寬單峰 (broad singlet); bd 表寬雙峰 (broad doublet)。碳核磁共振光譜中, s 表四級碳, d 表三級碳, t 表二級碳, q 表一級碳。
3. 紅外線光譜使用 1725XFT-IR (Fourier Transform Infrared) 紅外線光譜儀。固體樣品使用溴化鉀混合打片測定, 光譜單位為波數 (cm^{-1})。
4. 質譜 (Mass spectroscopy), 委託國科會中部貴重儀器中心, 使用 JOEL JMS-SX/SX 102 A 型質譜儀和台南貴重儀器中心, 使用 VG 70-250 GC/MS 代測。相對於基峰強度的百分比, 列在括弧內, 單位為 m/z , 離子化的電壓為 12 或 70 eV。FAB 游離法之 matrix 為 3-nitrobenzyl alcohol (NBA)。
5. 高解析質譜 (Mass Spectroscopy) 係委託國科會中部貴重儀器中心之 JOEL

JMS-SX 102A 型質譜儀代測，游離方法為電子撞擊法 (EI)及快速原子撞擊法 (FAB)。

6. 元素分析 (Elemental Chromatography) 係委託國科會中部貴重儀器中心之 Heraeus CHNO Rapid 元素分析儀代測。
7. 色層管柱分離 (Column Chromatography)，使用 Merck 230-400mesh ASTM 9385 Kieselgel 60 H 型矽膠，及使用 Merck 400 mesh 以上 ASTM 7736 Kieselgel 60 H 型矽膠。操作方式如下：將 7736 型矽膠加入正己烷，使均勻填充於有過濾片的玻璃管柱中，再將 9385 型矽膠以四倍量於待分離之混合物的重量，加入以二氯甲烷或介電常數大的溶液中混合攪拌，用減壓旋轉濃縮機除去溶劑，再均勻平鋪於玻璃管柱內 7736 型矽膠上，以配制好之沖提液沖提，管柱上加壓空氣球加壓，使沖提液快速通過矽膠，分瓶收集並以薄層色層分析片 (T.L.C) 檢定收集範圍。
8. 薄層色層分析片 (Thin Layer Chromatography, T.L.C.)，係使用 Merck 5735 DC-Plastikfolien Kieselgel 60 F 型薄層色層分析片。
9. 反應用的試劑、測光譜用的溶劑，皆為 Merck 或 Aldrich 試藥。反應用試劑均經過適當純化手續，萃取的溶劑係使用工業級溶劑再經過蒸餾後使用，有機萃取液乾燥係使用何光試藥 EP 級無水硫酸鎂加以除水。