

中華民國第 55 屆中小學科學展覽會
作品說明書

高中組 化學科

第二名

040205

醣化學研究—有機合成木通苯乙醇苷 A 類似物

學校名稱：國立新竹女子高級中學

作者： 高二 葉詠睿 高二 何禹萱 高二 李曼慈	指導老師： 戴孟倫
---	------------------

關鍵詞：有機化學、醣基化反應、立體障礙

摘要

近期，新聞提及醣類可以抑制癌症，以及擁有其他醫療效用，醣化學話題因而盛行。

「那些可以抑制癌症的糖是像我們平常說的葡萄糖嗎？」、「既然不是，那它的結構又是怎樣的呢？」、「那麼複雜的結構是怎麼合成出來的呀？」等，許許多多的問題使我們抱著好奇心，開始進行醣化學研究。

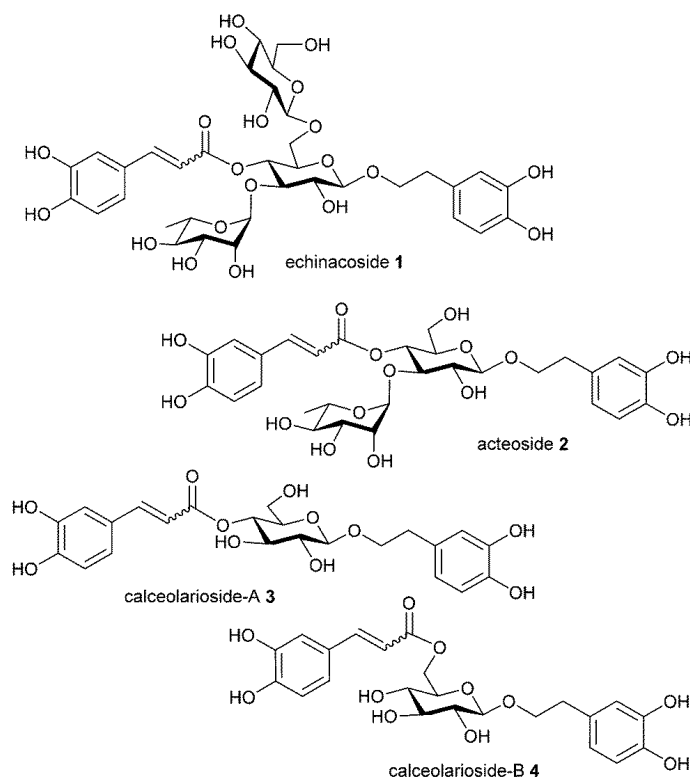
進入了醣化學領域，大多研究都是各種類似物的合成、探討與比較。因而我們開啟了「有機合成木通苯乙醇苷 A 類似物」的研究，進而希望能為醫療做出一些貢獻。

壹、前言（含研究動機與目的）

有機化學是化學科中占據重要性的一環，由基礎化學（二）第二章 有機化合物內，我們得知其分類、結構與特性，而在選修化學（下）第七章 有機化合物，也說明各分類其性質與反應，更提及到今科學家合成較為複雜的有機化合物，可作為醫藥、殺蟲劑及合成聚合物的原料，驅使我們深入進行研究。

2014 年，翁啟惠博士以研究多醣體和醣蛋白的合成榮獲沃爾夫化學獎（Wolf Prize in Chemistry），其發明的「程式化一鍋式反應」是第一個自動化合成多醣體的化學方法，並首位成功以酵素技術大量合成複雜多醣體的科學家，因而掀起了台灣對於醣分子科學的研究發展。

在許多學術界期刊中，echinacoside(松果菊苷)1、acteoside(毛蕊花糖苷)2、calceolarioside-A(木通苯乙醇苷 A)3 及 calceolarioside-B(木通苯乙醇苷 B)4 對於人類前列腺癌細胞的增殖抑制作用比較，多數學家判定毛蕊花糖苷效能最佳。然而，根據 Organic & Biomolecular Chemistry 期刊中 A General Synthetic Strategy and Anti-Proliferation Property of Natural Phenylethanoid Glycosides 的結論，發現木通苯乙醇苷 A 較其他三者為佳。



比較這四者的結構異同，發現其中效能最佳的木通苯乙醇苷 A 具有較為簡單的結構。文獻資料推測擁有較簡單結構的醣類對於人類癌細胞有較佳的抑制作用。以下我們設計了一套研究，為合成更簡單的醣類結構，將木通苯乙醇苷 A 中的葡萄糖本體改以 D-2-脫氧葡萄糖（2-Deoxy-D-glucose）代替，並合成之。

貳、研究設備及藥品

一、設備

(一) 反應設備

低溫反應槽、電磁加熱攪拌器

(二) 處理設備

旋轉減壓濃縮儀、微波爐、真空幫浦系統、熱風機、乾燥箱、電子秤

(三) 鑑定設備

薄層層析片 (Thin layer chromatography, TLC)、

超導核磁共振光譜儀 (Nuclear magnetic resonance, NMR) 500 MHz、

高效液相層析儀 (high performance liquid chromatography, HPLC)、

快速蛋白質液相層析儀 (Fast protein liquid chromatography, FPLC)

二、藥品

(一) 液體反應藥品

乙酸酐 (acetic anhydride, AC_2O)、

三乙胺 (Triethylamine, Et_3N)、吡啶 (Pyridine)、

苯甲醛二甲縮醛 (Benzaldehyde dimethyl acetal)、

三氟甲磺酸 (Trifluoromethanesulfonic acid, $TfOH$)、

三乙胺三氫氟酸鹽 (Triethylamine trihydrofluoride, $3HF \cdot Et_3N$)、

三氟化硼-乙醚錯合物 (Boron trifluoride ethyl ether, $BF_3 \cdot OEt_2$)

(二) 固體反應藥品

D-2-脫氧葡萄糖 (2-deoxy-D-glucose)、

2-吡啶甲酸 (Picolinic acid, $PicoOH$)、

鈉 (Sodium, Na)、氫化鈉 (NaH)、

醋酸銅 (Cupric Acetate Monohydrate)、

對甲基硫酚 (4-Methylbenzenethiol, $HSTol$)、

N-碘代丁二醯亞胺 (N-Iodosuccinimide, NIS)、

二甲氨基吡啶 (4-Dimethylaminopyridine, $DMAP$)、

2-溴甲基萘 (2-(Bromomethyl)naphthalene, $NAPBr$)、

對甲基苯磺酸 (4-methylbenzenesulfonic acid, $TsOH$)、

1-乙基-(3-二甲基氨基丙基)碳酰二亞胺鹽酸鹽 ($EDC \cdot HCl$)、

二氯二氰對苯醌 (2,3-dicyano-5,6-dichlorobenzoquinone, DDQ)、

N,N'-二環己基碳二亞胺 (N,N'-dicyclohexylcarbodiimide, DCC)

(三) 處理產物藥品

硫酸鎂 (MgSO₄)、氯化銨 (NH₄Cl)、硫代硫酸鈉 (Sodium thiosulfate)

(四) 其他

分子篩 (molecular sieve)、帶氫離子樹脂 (resin H⁺)、矽膠 (Si 60, 0.063-0.200mm)

三、溶液

(一) 有機溶液

1、水相溶液

甲醇 (Methanol, MeOH)、二甲基甲醯胺 (dimethylformide, DMF)

2、有機相溶液

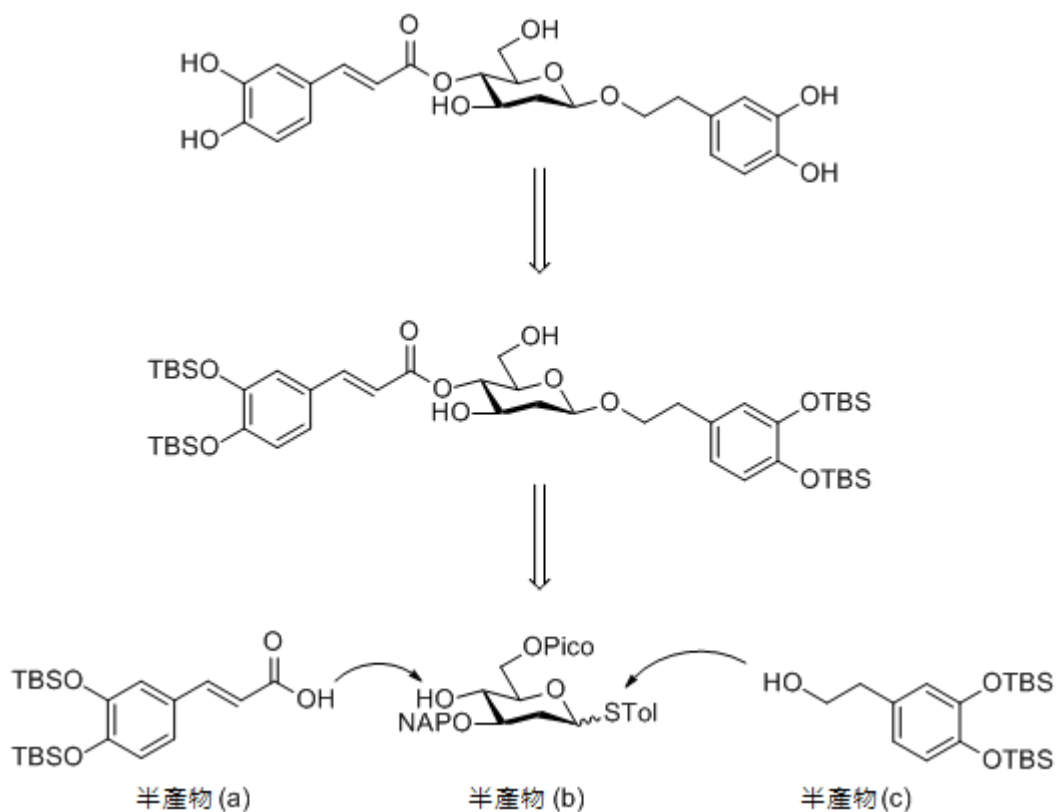
乙酸乙酯 (ethyl acetate, EA)、四氫呋喃 (Oxolane, THF)、正己烷 (Hexane, Hex)、
二氯甲烷 (Dichloromethane, DCM)、乙腈 (Ethanenitrile, CH₃CN)

(二) 水溶液

蒸餾水 (H₂O)、鹽酸 (HCl)、飽和食鹽水 (NaCl)、氫氧化鈉水溶液 (NaOH)

(藥品詳細資料詳見附錄一)

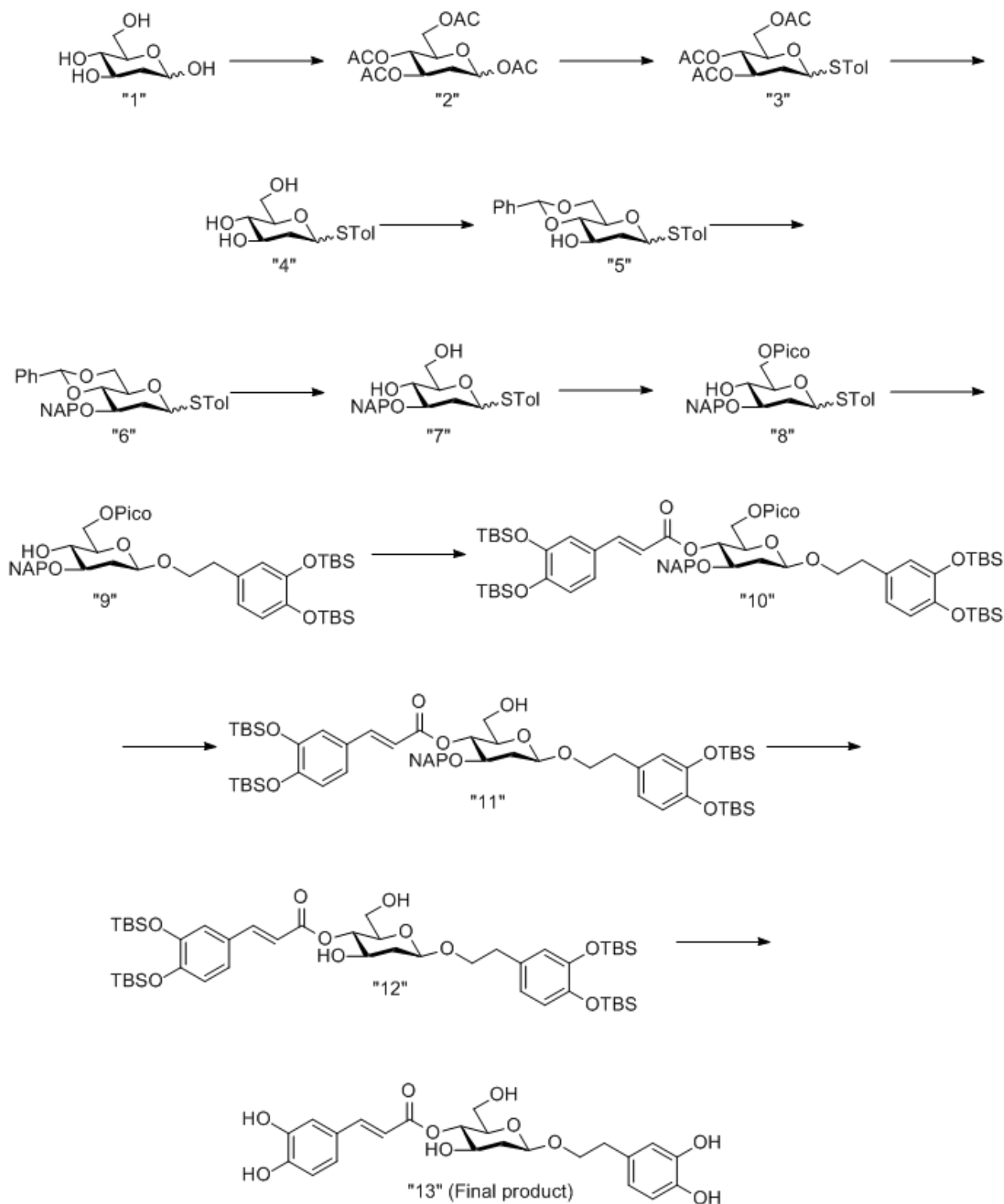
參、研究設計



肆、流程與原理

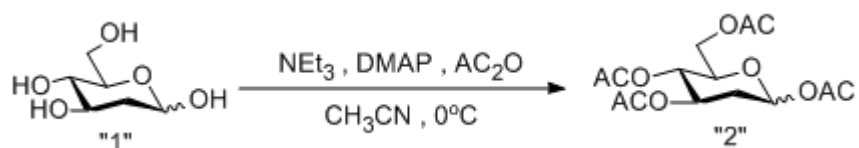
一、全部流程

要合成出我們的最終產物，由 D-2-脫氧葡萄糖（2-Deoxy-D-glucose）開啟研究，須經過 12 個實驗反應（註：實驗詳細內容將於分段流程中說明），流程如下所示：

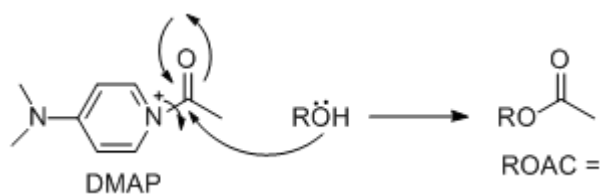


二、分段流程

(一) 乙醯化 (acetylation)

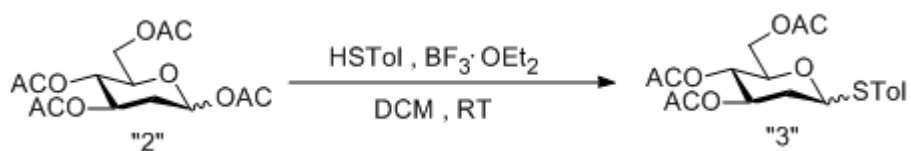


原理：

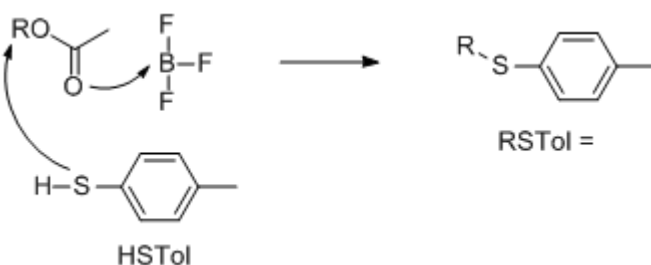


AC_2O 為醣受體(Acceptor)， DMAP 為活化劑， NEt_3 為鹼性條件
〔產率：88%〕

(二) 於 C-1 接上 STol 離去基

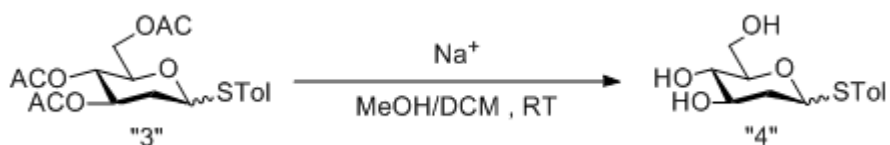


原理：



HSTol 為醣受體(Acceptor)， $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ 為活化劑
〔產率：84%〕

(三) 交換酯作用、水解作用 (hydrolyzation)

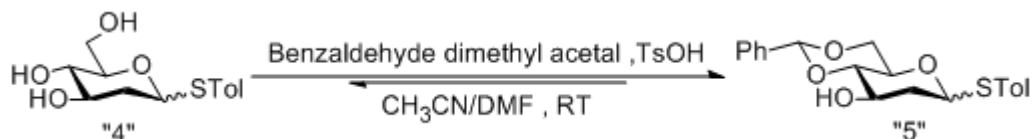


原理：

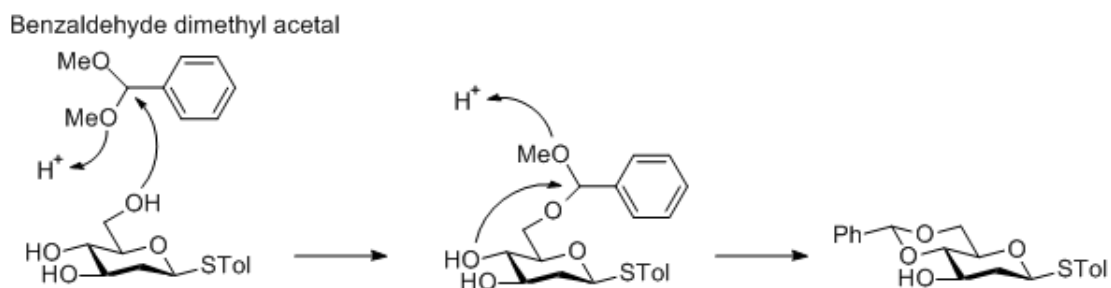


MeOH 為醣受體(Acceptor)， Na^+ 為活化劑兼為鹼性條件
〔產率：84%〕

(四) 於 C-4 與 C-6 接上共同保護基 (苯甲醛二甲縮醛)

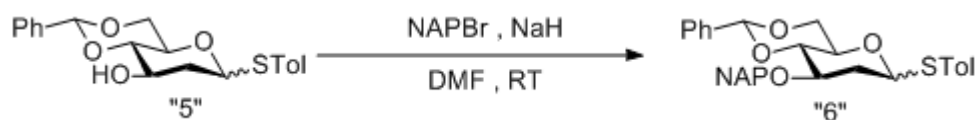


原理：

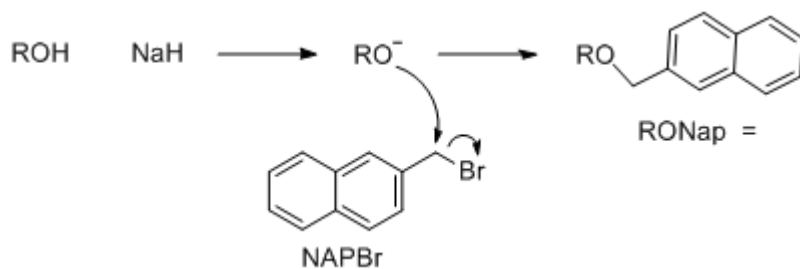


Benzaldehyde dimethyl acetal 為醣受體(Acceptor)兼為活化劑，TsOH 為酸性條件
〔產率：99%〕

(五) 於 C-3 接上 NAP-保護基

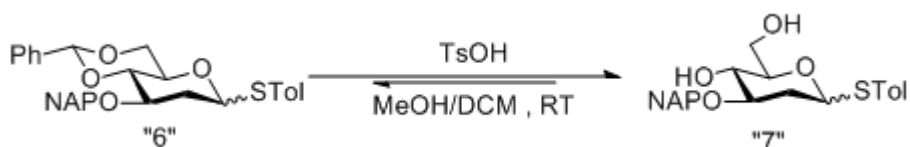


原理：

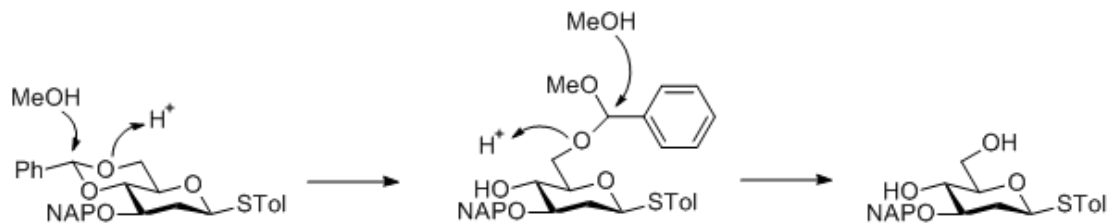


NAPBr 為醚受體(Acceptor)兼為活化劑， NaH 為鹼性條件
 [產率：91%]

(六) 移去 C-4 與 C-6 上的共同保護基，屬水解作用

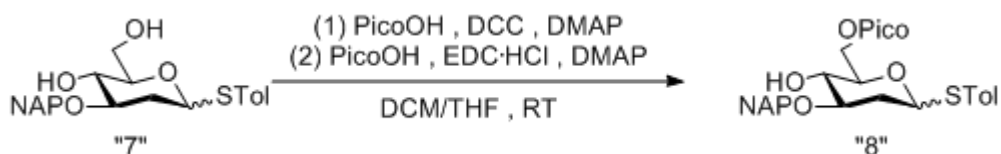


原理：

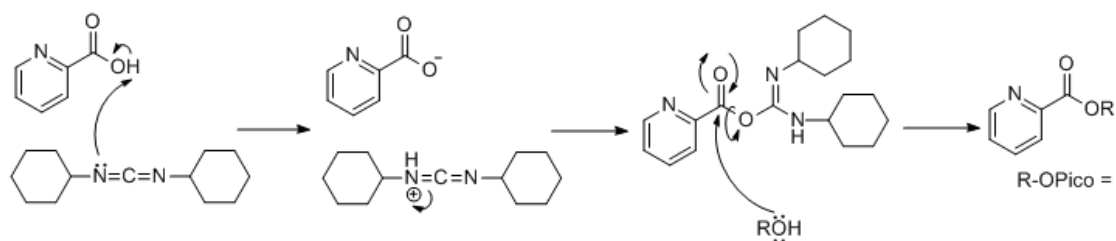


MeOH 為醚受體(Acceptor)兼為活化劑， TsOH 為酸性條件
 [產率：70%]

(七) 於 C-6 接上 Pico-保護基



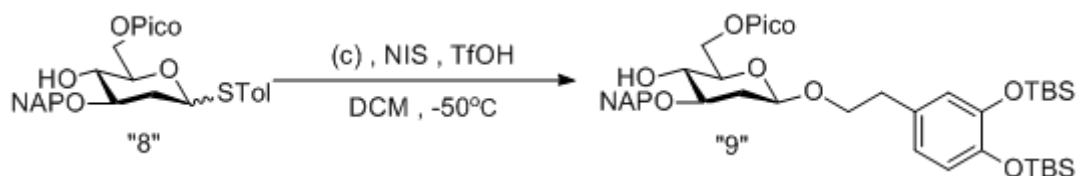
原理：



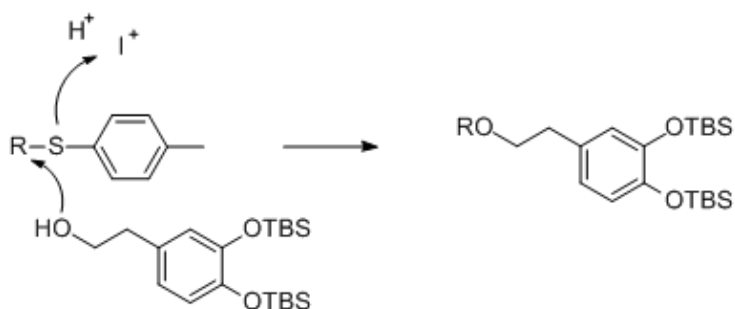
PicoOH 為醣受體(Acceptor)， EDC·HCl 為活化劑 (同 DCC)

[產率：45%]

(八) 移去 C-1 取代基，並接上半產物(c)，開始醣基化反應步驟



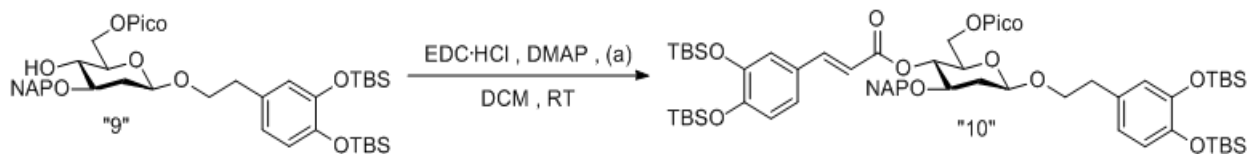
原理：



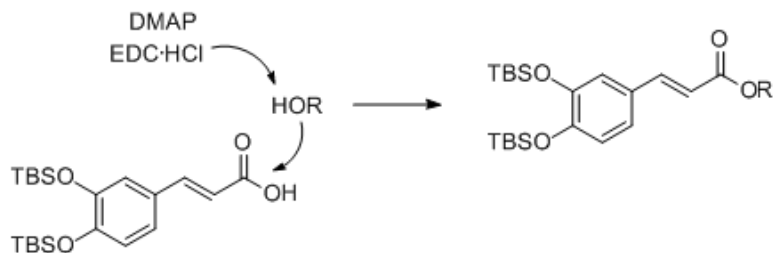
半產物(c)為醣受體(Acceptor)， NIS 為活化劑， TfOH 為酸性條件

[產率：37%]

(九) 於 C-4 接上半產物(a)，屬酯化反應

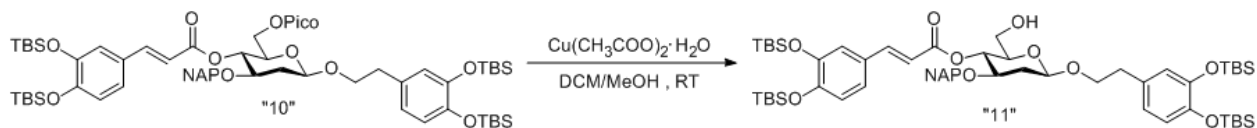


原理：

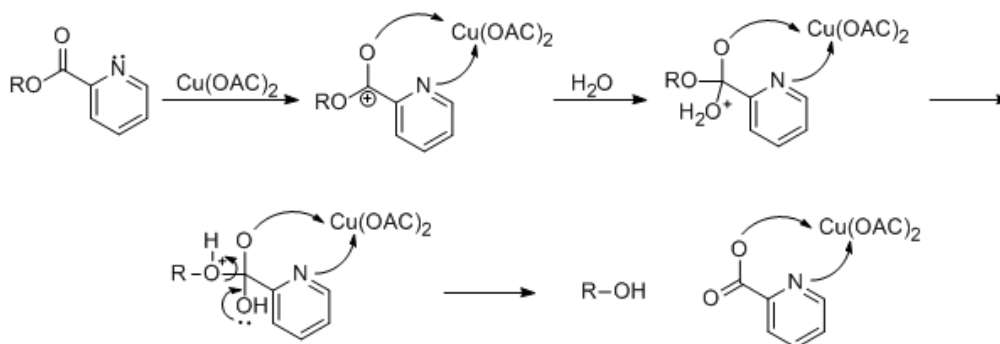


半產物(a)為醣受體(Acceptor)， DMAP、EDC·HCl 為活化劑
〔產率：43%〕

(十) 移去 C-6 保護基，屬水解作用

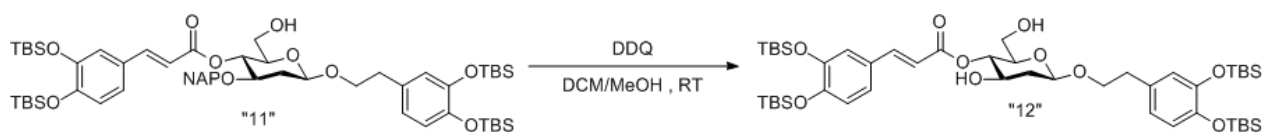


原理：

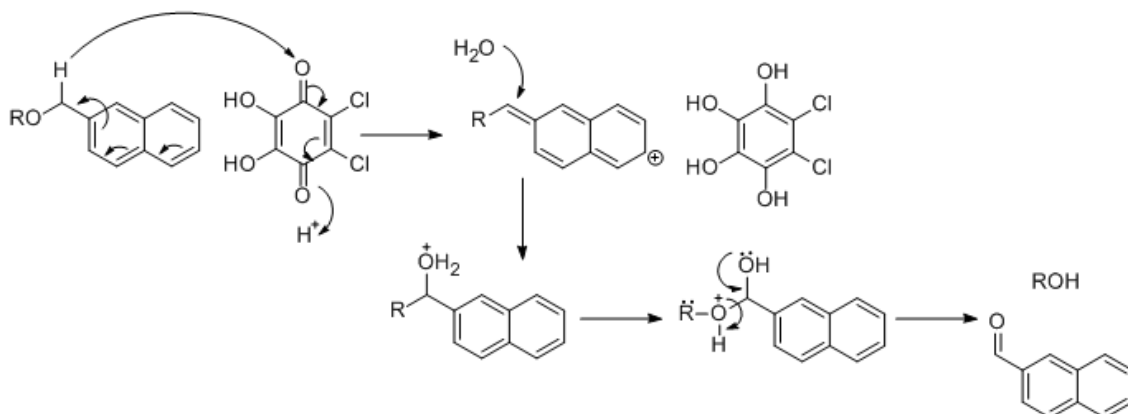


$\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 為醣受體(Acceptor)兼為活化劑， TfOH 為酸性條件
〔產率：58%〕

(十一) 移去 C-3 保護基，屬水解作用



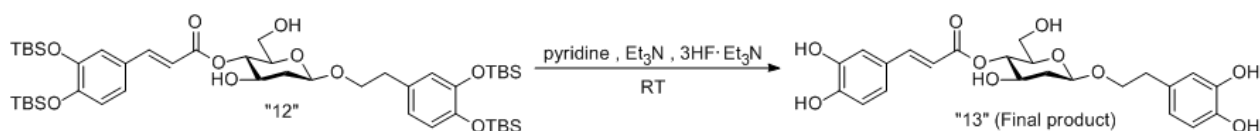
原理：



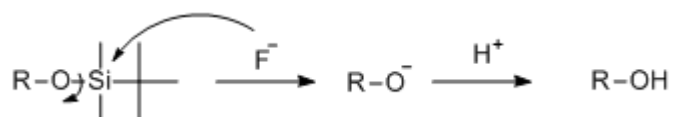
DDQ 為醌受體(Acceptor)兼為活化劑

[產率：22%]

(十二) 移去半產物(a)(c)上的 TBS-保護基，屬水解作用。完成全反應，得到最終產物。



原理：



3HF·Et3N 為醌受體(Acceptor)兼為活化劑

[產率：?%]

伍、合成進行方法

一、反應（參照 肆、流程與原理）

二、萃取（「基礎化學二」實驗中的「萃取法」）

（一）原理

利用物質在不同溶劑中溶解度的差異，將混合物中的某一特定成分轉移到另一溶劑中，以達到分離的目的。

（二）器材

試樣溶液、萃取溶劑、分液漏斗、漏斗、錐形瓶、鐵架及鐵環

（三）操作

1、萃取

準備試樣溶液（其含溶有待萃取物的溶液及萃取溶劑）→放氣洩壓→搖振萃取
→靜置分層→分層分離

2、乳化現象的處理（註：乳化現象為不易分離的現象）

可靜置、加入飽和食鹽水、或更多萃取溶劑

3、萃取液的處理

加入硫酸鎂（乾燥劑）→過濾去除硫酸鎂→減壓濃縮去除溶劑→真空抽乾

4、得到萃取物，秤量並記錄

三、薄層層析

（一）原理

利用化合物與靜相（吸附劑，本研究均使用矽膠）之吸附力和流動相（展開液）間溶解度的差異，藉其毛細作用移動速率不同，以達到分離的目的。

（二）器材

試樣溶液、薄層層析片、鑷子、毛細管、展開液（依反應調配其極性）及紫外光燈

（三）操作

1、點片

畫記起始點→點片

2、展開

調配展開液→放置層析片→展開

3、顯像

使用紫外光燈→畫記螢光處→燒片

（本研究染劑主要使用鉬酸鉍鈾溶液——Cerium Molybdate）

4、標示並紀錄

四、管柱層析（本研究均使用濕式填充法）

（一）原理

利用化合物與靜相（吸附性固態填充物，本研究均使用矽膠）之吸附力和流動相（液態沖提劑）間溶解度的差異，而造成各成分物被沖提的速率不同，以達到區帶分離的目的。

（二）器材

試樣溶液、鐵架、鐵夾、玻璃管柱、燒杯、錐形瓶、玻璃棒、拍振棒、滴管、試管、試管架、矽膠、沖提劑、海砂

（三）操作

1、準備靜相

取適量的矽膠與沖提劑，將矽膠慢慢攪拌加入於溶劑中，混合攪拌至呈稀泥狀且沒有氣泡存在為止

2、填充管柱

架設玻璃管柱→加沖提劑→填充管柱→緩衝層

3、載入試樣

4、沖提分離與收集

5、使用薄層層析顯像並記錄

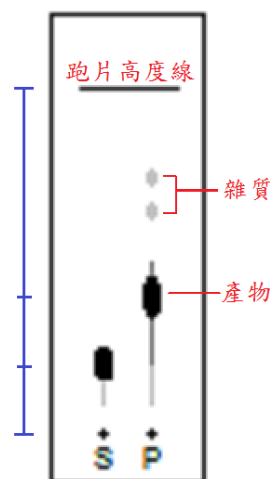
陸、討論

一、探討反應完成與否

由於反應中各個階段的產物極性不大相同，我們以 TLC 片點樣 S (sample, 反應物)與 P (product, 產物)，並置於調配後的展開液，比較其在薄片上的爬升情形（註：此處我們以 R_f 值來判斷， R_f ：至起始處到最後停留位置間的距離與展開液可移動之最大距離的比值），如圖所示。

經由 TLC 片判斷已有新產物生成後，我們將其萃取並用管柱層析的方式去除雜質，接著以儀器得到反應物的核磁共振圖譜，確認其結構，得知反應是否完成。

（部分圖譜詳見附錄二）

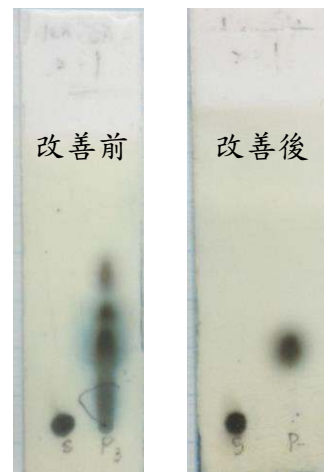


二、探討實驗過程中的產率

產率在有機化學的反應中是個很重要的參考值，而我們這十二步的反應與文獻對比後，大致上皆屬於較高產率的合成方式，不過我們發現有更的好方式能提高產率，以此作為探討。

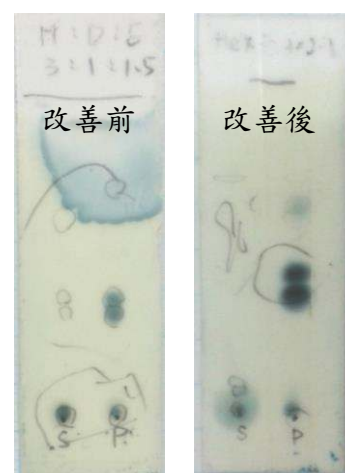
(一) 實驗一 (產物"1"到產物"2")

大多文獻在進行接上乙酸酐時，是使用對甲基苯磺酸來進行反應，但我們在進行實驗時發現，在酸性環境下，溫度過低（冰浴）時，反應過慢；溫度過高（常溫）時，易進行消去反應，產生副產物。因此，我們改以鹼性環境（三乙胺）及冰浴來進行反應，發現產率有明顯提升，如右圖所示。



(二) 實驗四 (產物"4"到產物"5")

此實驗屬於雙向反應，當苯甲醛二甲縮醛接上醣體時會產生甲醇，甲醇會促使逆反應的進行，因此反應過程中，我們用旋轉減壓濃縮儀控壓將甲醇抽出，以提高產物量，如右圖所示。



(三) 探討最終實驗

在進行實驗十二 (產物"12"到產物"13")時，產物"12"最初僅有 20mg (0.0235mmol)。於反應後我們使用 TLC 片多次檢測，但並未發現任何明顯物質，因此我們選擇以管柱層析分管，以進行 NMR 結構測定；從圖譜上得知其中的第 3、4 管似乎有醣類結構，於是我們又進行了 FPLC (快速蛋白質液相層析儀)做再次的純化，而後收取 95 管中的四管測定結構，卻發現其中的物質並沒有醣類結構，在此我們斷定，最終實驗並未成功。

以下推測反應失敗原因有三種可能性：

原因一，此實驗中的物質量都極少，因此在反應上較為困難，也因處理技術上的不足，無法得到最終產物。

原因二，在檢測時，並沒有得到產物"13"生成的依據，由此我們將層面推廣到反應的可行性。

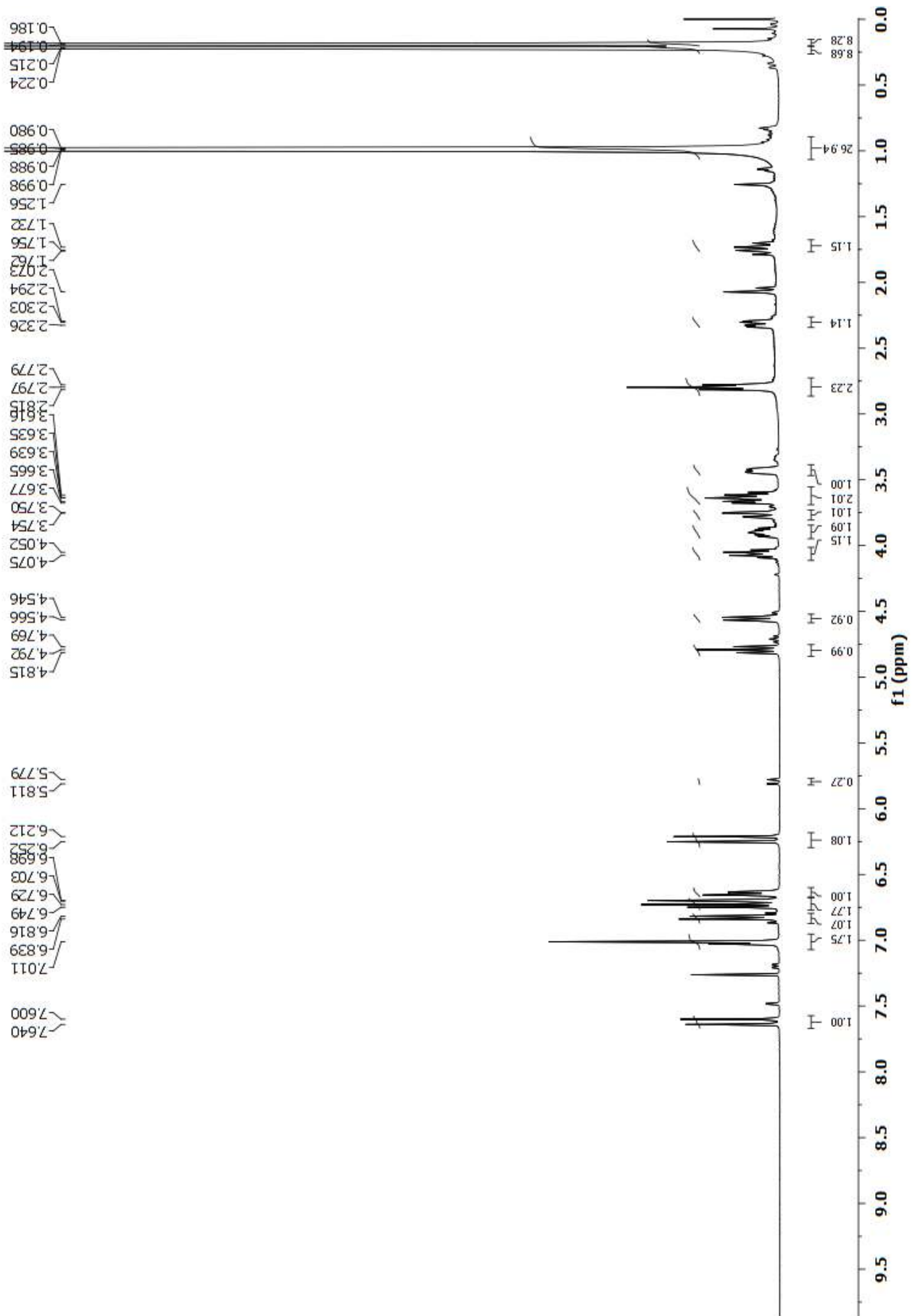
原因三，我們將實驗中所使用的溶劑（吡啶）判定為最主要原因。在進行 TLC 片檢測時，吡啶會影響物質的爬升情形，使我們無法確切判斷反應結果。且因吡啶分子較小，在進行管柱時，其不易被矽膠吸附，而直接被沖提液帶出，無法達到分離效果。

柒、分子鑑定

（此部分圖譜由 超導核磁共振光譜儀 (NMR) 500 MHz 所測得之結構分析）

產物"12"（尚未天然化之產物）NMR 光譜圖，請見下頁所示：

$^1\text{H-NMR}$ (註: ^1H 核磁共振 / 質磁共振 (Proton Magnetic Resonance, 簡稱 PMR))



捌、結論

在我們進行各個階段的實驗時，後續的處理步驟中皆會喪失一些產物，例如萃取時，某些產物會微溶於水相，因此在分離有機相和水相時，會造成產率的降低；以及進行管柱時，於沖提的過程中，少部分產物會吸附在矽膠上，導致產物流失。

經過十二步的反應後，我們進行到最終產物的部分，而由於此時產量已十分稀少（約莫 10mg），且進行管柱層析時，屬水溶性的最終產物在分離上較為困難，礙於處理上的技術不足，無法得到核磁共振圖譜來鑑定其結構。

我們以產物"12"作結（參照 柒、分子鑑定），得到尚未完全天然化的半成品。若將 TBS-保護基移除，並接上羥基，使其天然化，可被人類細胞所吸收。

玖、未來展望

經由以上所述之實驗研究的結果得知，合成木通苯乙醇苷 A 之類似物（以 D-2-脫氧葡萄糖代替原葡萄糖本體）可成功被合成。由於此化合物仍屬於研究階段，因此我們希望未來能有機會提升其產量，以達到進行醫學測試所需之量值。

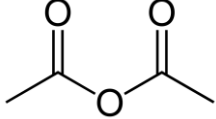
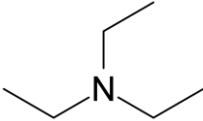
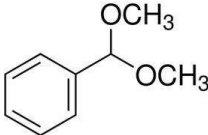
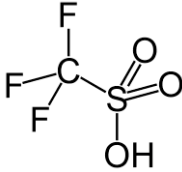
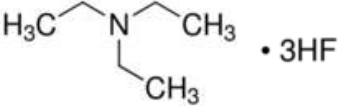
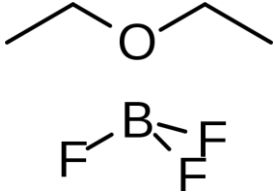
若此醣類對於人類癌細胞增長之抑制作用得到證實，醫學界將能以其作為新藥品之原料，將其運用於癌細胞的抑制，與其他醫療功用。

拾、參考資料及其他

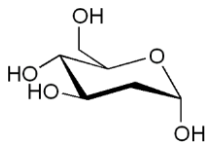
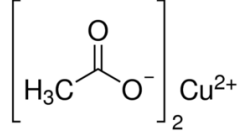
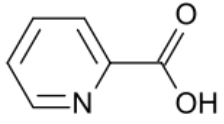
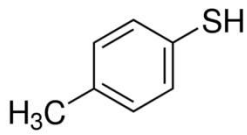
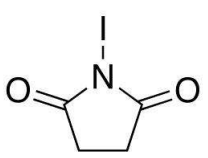
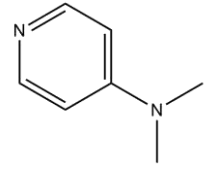
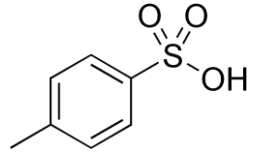
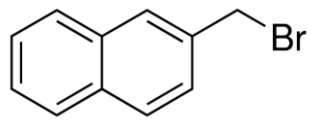
- 一、基礎化學（二），葉名倉 主編，(民 103)，臺南市，南一書局
- 二、選修化學（下），葉名倉 主編，(民 103)，臺南市，南一書局
- 三、基礎化學（二）實驗活動手冊，葉名倉 主編，(民 103)，臺南市，南一書局
- 四、Organic & Biomolecular Chemistry, J. Name., **2013**, 00, 1-3; A General Synthetic Strategy and Anti-Proliferation Property of Natural Phenylethanoid Glycosides; Shaheen K. Mulani, Jih-Hwa Guh, and Kwok-Kong Tony Mong
- 五、PLoS ONE, February **2012**, Volume 7, Issue 2, e31286; Caffeic Acid Phenethyl Ester Causes p21Cip1 Induction, Akt Signaling Reduction, and Growth Inhibition in PC-3 Human Prostate Cancer Cells; Hui-Ping Lin, Shih Sheng Jiang, Chih-Pin Chuu
- 六、Journal of Asian Natural Products Research, Vol. 13, No. 5, May **2011**, 449-464; Advanced research on acteoside for chemistry and bioactivities; Jiang He, Xiao-Peng Hu, Yong Zeng, Yan Li, Hai-Qiang Wu, Rong-Zhu Qiu, Wen-Jie Ma, Tao Li, Chen-Yang Li and Zhen-Dan He
- 七、Elsevier, Carbohydrate Research 343 (**2008**) 957-964; Versatile acetylation of carbohydrate substrates with bench-top sulfonic acids and application to one-pot syntheses of peracetylated thioglycosides ; Chin-Sheng Chao, Min-Chun Chen, Shih-Che Lin and Kwok-Kong T. Mong
- 八、Elsevier, Carbohydrate Research 299 (**1997**) 281-285; Total synthesis of the phenylpropanoid glycoside, grayanoside A; San-Qi Zhang, Zhong-Jun Li, An-Bang Wang, Meng-Shen Cai, Rui Feng
- 九、Elsevier, Carbohydrate Research 342 (**2007**) 2309-2315; Total synthesis of phenylpropanoid glycosides, grayanoside A and syringalide B, through a common intermediate; Saibal Kumar Das, K. Anantha Reddy and K. Mukkanti
- 十、Elsevier, Bioorganic & Medicinal Chemistry 18 (**2010**) 1882-1890; Acylated phenylethanoid oligoglycosides with hepatoprotective activity from the desert plant Cistanche tubulosa; Toshio Morikawa, Yingni Pan, Kiyofumi Ninomiya, Katsuya Imura, Hisashi Matsuda, Masayuki Yoshikawa, Dan Yuan, Osamu Muraoka
- 十一、ChemComm, November **2014**, DOI: 10.1039/c4cc08465a; C6 picoloyl protection: a remote stereodirecting group for 2-deoxy- β -glycoside formation; Jyh-Herng Ruei, Patteti Venukumar, Arun B. Ingle and Kwok-Kong Tony Mong
- 十二、Journal of The American Chemical Society **2012**, 134, 20097-20102; Effect of Remote Picolinyl and Picoloyl Substituents on the Stereoselectivity of Chemical Glycosylation; Jagodige P. Yasomane and Alexei V. Demchenko
- 十三、天然糖化学，屠鹏飞 主编，北京，化学工业出版社
- 十四、繪圖軟體：ChemDraw Pro 12.0 (Microsoft Windows), www.cambridgesoft.com/ChemDraw

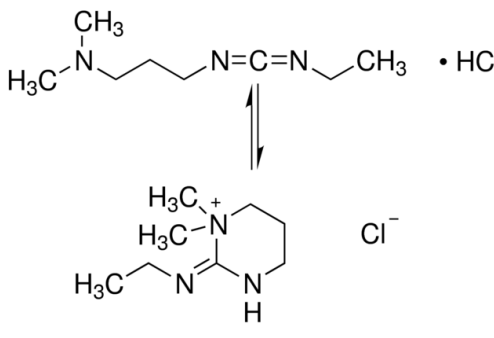
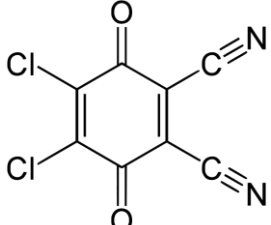
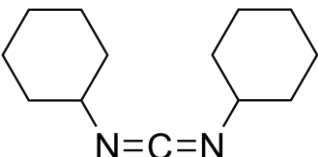
附錄一（藥品資料）

一、液體反應藥品

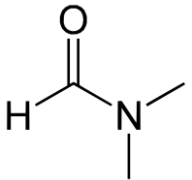
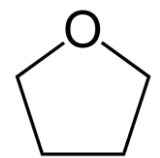
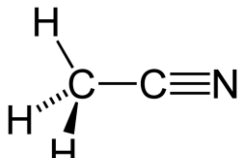
藥品名稱	熔點／沸點	外觀	備註	化學式
乙酸酐(acetic anhydride, AC ₂ O)	熔點：-73.1 °C 沸點：139.8 °C	無色透明液體	常用作乙醯化試劑，在第一反應中作為有機溶劑及乙醯化試劑。	C ₄ H ₆ O ₃ 
三乙胺(Triethylamine, Et ₃ N)	熔點：-115°C 沸點：90°C	淡黃色透明液體	具鹼性，可作為催化劑或者酸鹼中和用的有機鹼。	C ₆ H ₁₅ N 
苯甲醛二甲縮醛(Benzaldehyde Dimethyl Acetal)	沸點：87~89°C	無色透明液體	在第四反應作為保護基與醌予體進行縮合反應。	C ₉ H ₁₂ O ₂ 
三氟甲磺酸(Trifluoromethane sulfonic Acid, TfOH)	熔點：-40°C 沸點：162°C	無色透明液體	具吸水性，為超強酸。在第八反應與N-碘代丁二醯亞胺作為促進劑。	CF ₃ SO ₃ H 
三乙胺三氫氟酸鹽(Triethylamine Trihydrofluoride, 3HF·Et ₃ N)	熔點：-29°C 沸點：70°C	無色至淺黃色液體	可分解出三乙胺及氫氟酸。在第十二反應作為催化劑以及中和用有機鹼。	(C ₂ H ₅) ₃ N·(HF) ₃ 
三氟化硼-乙醚錯合物(Boron Trifluoride Ethyl Ether, BF ₃ ·OEt ₂)	熔點：-48°C 沸點：125°C	無色至淡黃色液體	在常溫易發煙，遇水會釋放氟化氫氣體。在第二反應作為路易斯酸催化劑。	(C ₂ H ₅) ₂ O·BF ₃ 

二、固體反應藥品

藥品名稱	外觀	備註	化學式
D-2-脫氧葡萄糖 (2-deoxy-D-glucose)	白色結晶 粉末	葡萄糖上 2 號碳的羥基以 氫基取代。為天然抗代謝 物類抗生素。	$C_6H_{12}O_5$ 
醋酸銅(Cupric Acetate Monohydrate)	藍綠色結 晶粉末	在第十反應作為催化劑。	$Cu_2(CH_3COO)_4$ 
2-吡啶甲酸 (Picolinic acid, PicoOH)	白色至黃 褐色結晶 粉末	在第七反應作為保護基與 醣予體進行縮合反應。	$C_6H_5NO_2$ 
對甲基硫酚 (4-Methylbenzene thiol, HSTol)	白色至黃 色粉末	在第二反應中作為糖苷鍵 保護基與醣予體進行縮合 反應。	C_7H_8S 
N-碘代丁二醯亞胺 (N-Iodosuccini mide, NIS)	白色結晶 粉末	照光分解。在第八反應與 三氟甲磺酸作為促進劑。	$C_4H_4INO_2$ 
二甲氨基吡啶 (4-Dimethylamino pyridine, DMAP)	無色至黃 棕色結晶 粉末	吡啶衍生物，屬親核性催 化劑。在反應中作為催化 劑。	$C_7H_{10}N_2$ 
對甲基苯磺酸 (4-Methylbenzene sulfonic Acid, TsOH)	白色結晶 粉末	易潮解。在反應中作為有 機酸催化劑。	$C_7H_8O_3S$ 
氫化鈉(NaH)	無色至灰 色固體	易燃，通常以煤油保護。 在第五反應作為鹼催化 劑。	NaH
2-溴甲基萘 (2-(Bromomethyl)naphthalene, NAPBr)	白色結晶 粉末	在第五反應中作為保護基 與醣予體進行縮合反應。	$C_{11}H_9Br$ 

1-乙基-(3-二甲基氨基丙基)碳酰二亞胺鹽酸鹽 (3-(Ethyliminomethylideneamino)-N,N-Dimethylpropan-1-amine·Hydrochloride, EDC·HCl)	白色結晶粉末	在有機合成中常作為羧基活化試劑。在第九反應中與二甲氨基吡啶同作為有機酯化反應的催化劑。	$C_8H_{17}N_3 \cdot HCl$ 
二氯二氰對苯醌 (2,3-Dicyano-5,6-Dichlorobenzoquinone, DDQ)	黃色至橙色粉末	遇水釋放氰化氫氣體。在有機實驗中常作為高活性氧化劑。在第十一反應藉由氧化還原進行水解。	$C_8Cl_2N_2O_2$ 
N,N'-二環己基碳二亞胺 (N,N'-Dicyclohexylcarbodiimide, DCC)	白色結晶粉末	在有機合成中常作為脫水劑。	$C_{13}H_{22}N_2$ 

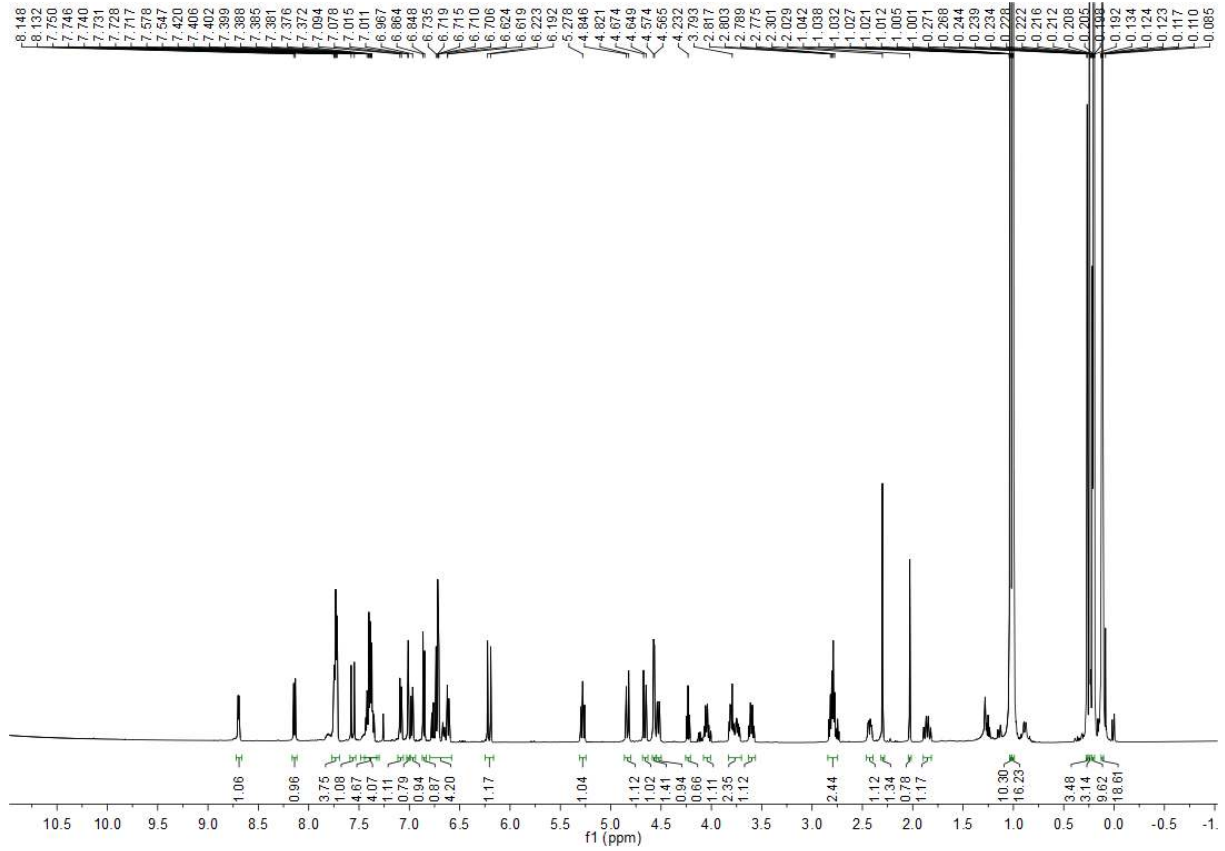
三、溶劑

藥品名稱	熔點／沸點	外觀	備註	化學式
二甲基甲醯胺 (Dimethylformide, DMF)	熔點：-61 °C 沸點：153 °C	無色透明液體	與水和多種有機液體無限混溶，屬於高極性非質子性溶劑。	C_3H_7NO 
四氫呋喃 (Oxolane, THF)	熔點：-108°C 沸點：66°C	無色透明液體	與水和多種有機液體無限混溶，屬於中等極性非質子性溶劑。	C_4H_8O 
乙腈 (Ethanenitrile, CH ₃ CN)	熔點：-45°C 沸點：82°C		與水和多種有機液體無限混溶，屬於高極性非質子性溶劑。	CH_3CN 

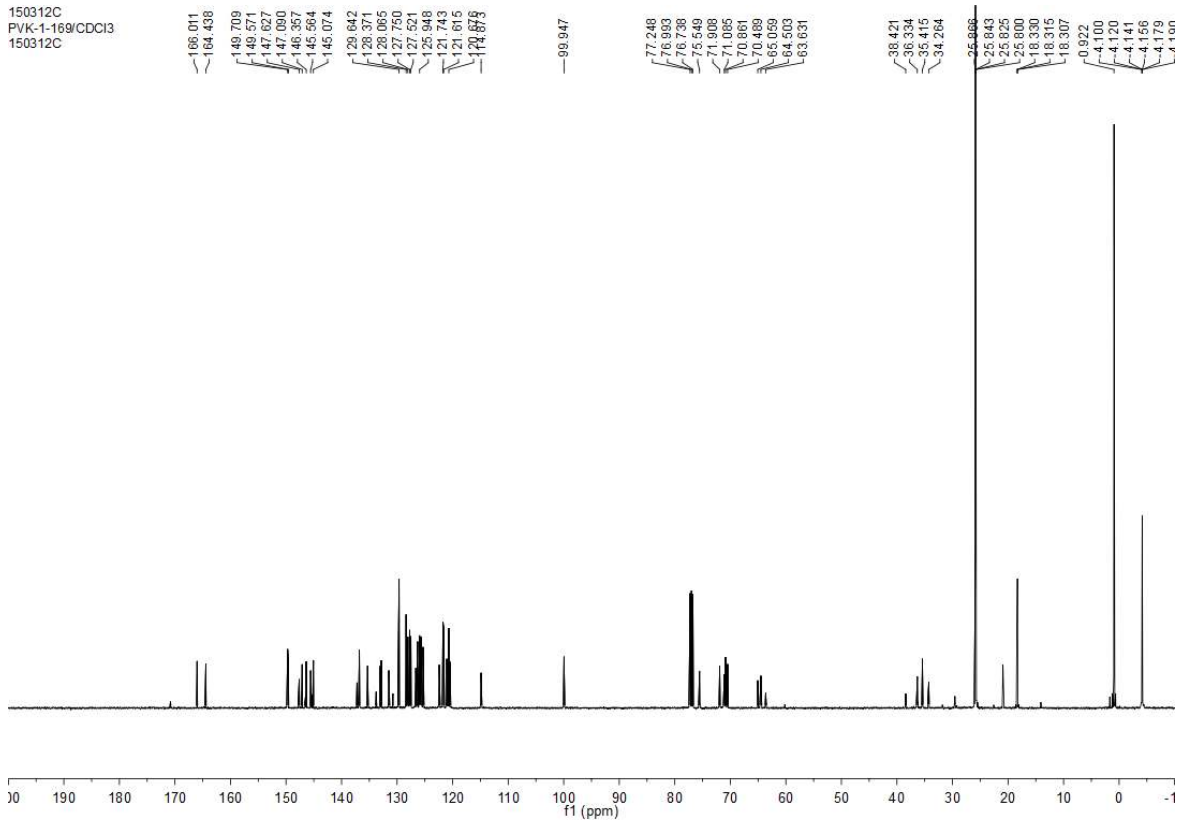
附錄二 (核磁共振圖譜)

<產物 "10">

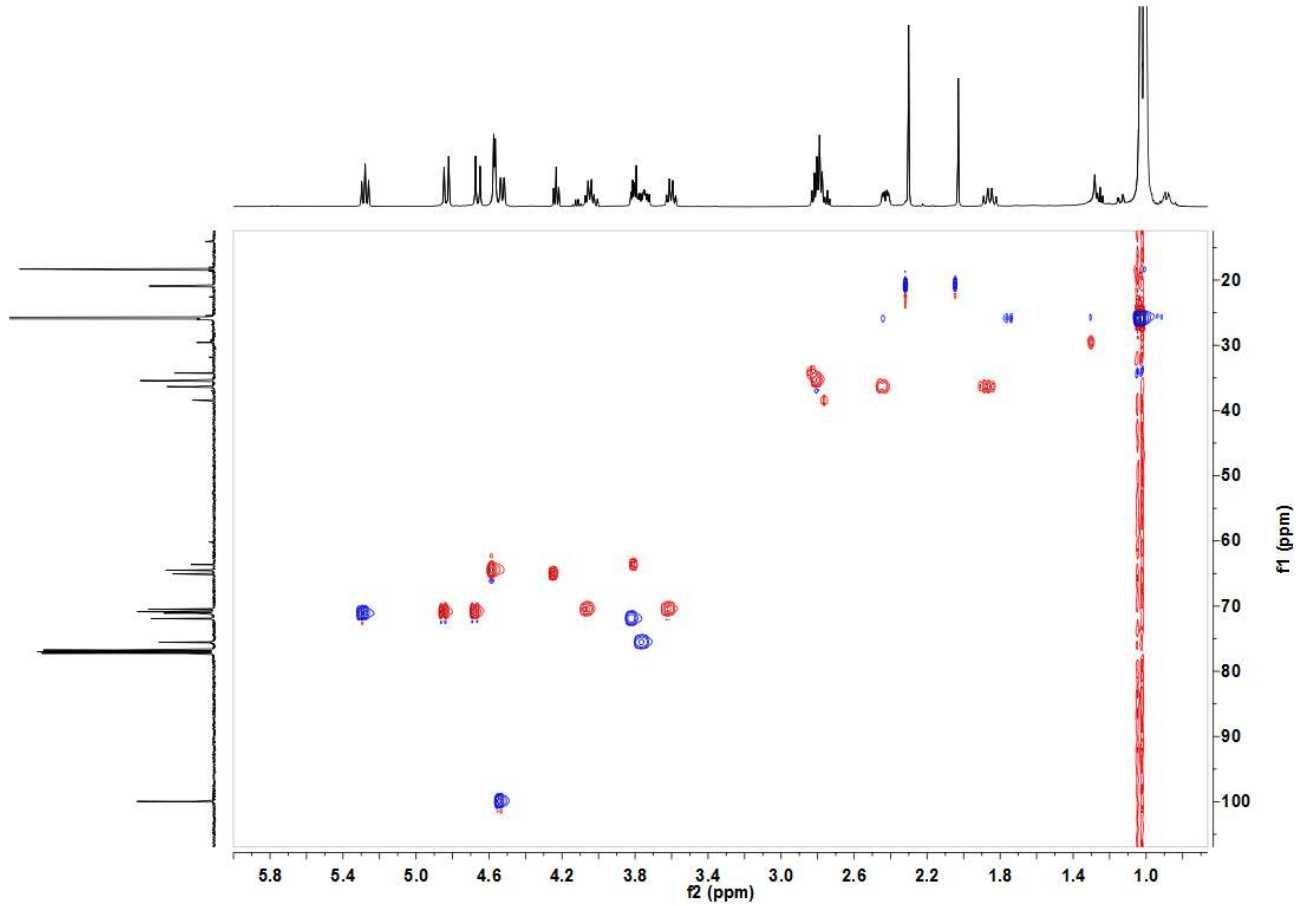
¹H_NMR (註: ¹H 核磁共振 /質磁共振 (Proton Magnetic Resonance, 簡稱 PMR))



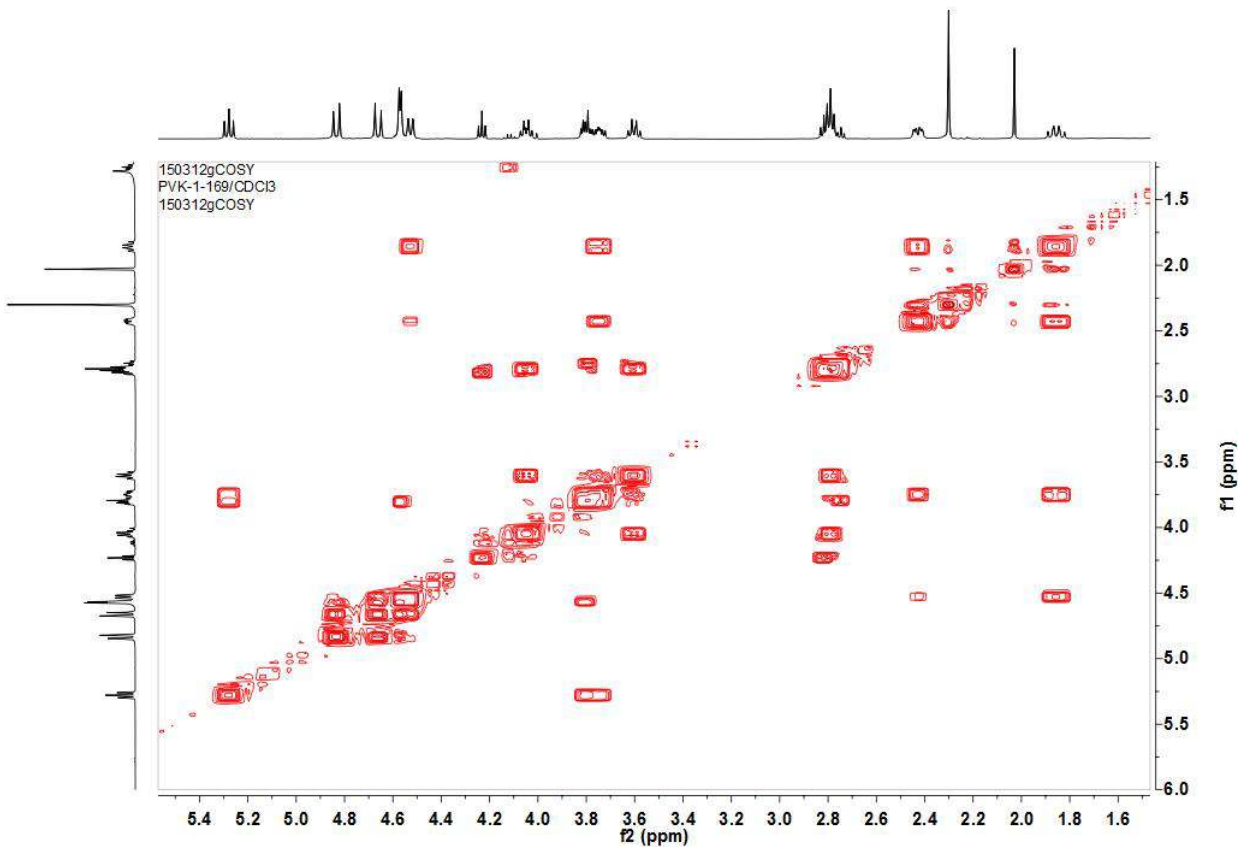
¹³C_NMR (註: ¹³C 核磁共振 (Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance, 簡稱 CMR))



HSQC_NMR (註：異核單量子相關譜 (Heteronuclear single-quantum correlation spectroscopy))

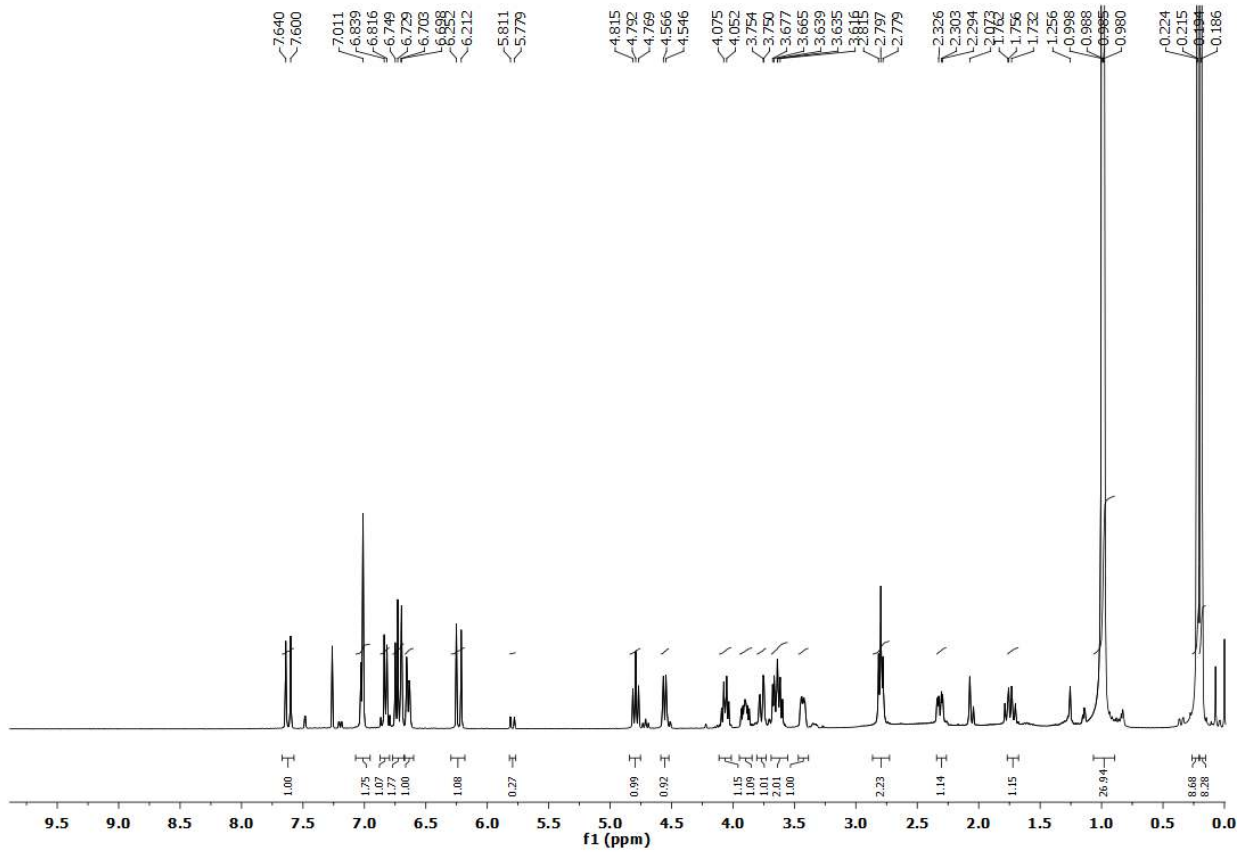


COSY_NMR (註：關聯性磁振頻譜 (Correlation spectroscopy)，為二維核磁共振)



<産物 "11">

$^1\text{H-NMR}$ (註: ^1H 核磁共振 / 質磁共振 (Proton Magnetic Resonance, 簡稱 PMR))



【評語】 040205

研究的主要訴求為有機合成之方式合成木通苯乙醇苷 A 之類似物。合成共分 12 個步驟，困難度不低，雖然最後一步尚未成功，但仍有相當的應用價值。