|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 構造式 | 実験者 | データ確認者 | | 最終更新日2021/01/27 | 化合物番号 |
| 実験番号（関連するもの全て記載） | | | |
| 1H NMR (400 MHz, CDCl3, 0.03% TMS) δ  総プロトン数： FIDファイル名： | | | | |
| 化合物名（新規・既知） |
| CAS番号（*R*, *S*, *rac*） |
| 注意：s = singlet, d = doublet, t = triplet, q = quartet, quin =quintet, sext = sextet, sep = septet, b = broad, m = multiplet  ケミカルシフトは降べき順に記載し，範囲を示す場合はen dash (−) を使用する．カップリングしているもの同士は同じ*J*値（平均値）を記載すること．記入例：1H NMR (400 MHz, CDCl3) δ. 8.05 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.50−7.40 (m, 4H), 7.38−7.28 (m, 6H), 7.22 (t, *J* = 7.2 Hz, 1H), 6.98 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 2.56 (dq, *J* = 13.9, 7.4 Hz, 1H), 2.42 (dq, *J* = 13.9, 7.4 Hz, 1H), 0.86 (t, *J* = 7.4 Hz, 3H) | | | | |
| 文献（合成法・物性データ←文献後に記入） |
| 分子式 | 13C NMR (100 MHz, CDCl3, 0.03% TMS) δ  総カーボン数： FIDファイル名： | | | | |
| 分子量 |
| 色・状態 |
| mp 83.6–84.2 |
| HRMS (FAB+) [M+Na]+ calculated for C20H24O3Na 335.1617, found 335.1625; | 注意：ケミカルシフトは降べき順に記載し，小数点以下第二位を四捨五入する．ケミカルシフトが同じものが二つある場合は126.7 (2)と記載する．含フッ素・リン化合物は*J*値も記載する．記入例：13C NMR (150 MHz, CDCl3) δ 171.8, 167.5, 150.4, 150.2, 149.3, 140.0, 130.0, 129.7, 129.6, 126.7 (2), 126.5, 125.8, 123.3, 121.6, 121.3, 115.9, 60.9, 28.4, 8.3 | | | | |
| 元素分析  calcd: C, H, N,  found: C, H, N, | IR (neat or KBr) 2972, 1732, 1470, 1263, 1067 cm–1 | | | | |
| HPLC・GC分離条件（チャート添付必要）  DAICEL CHIRALPAK® IA-3 (hexane/*i-*PrOH = 95/5, v/v, flow rate = 1.0 mL/min, 30 °C, UV = 254 nm), TR = 10.5 min (minor) and TR = 12.7 min (major), 97:3 er | | 比旋光度（既知化合物の場合，その文献値も併記）  [α] 20D +34.0 (*c* 0.16, CHCl3, 92:8 er). | | |
| 単結晶X線構造解析：有・無 |
| 萬代の確認 | 文献値：[α] 20D +34.0 (*c* 0.16, CHCl3, 92:8 er). | | |

**クリアファイル**に入れるものチェックリスト

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ↓該当するものに◯ | 化合物  データカード | 1H NMR  チャート | 13C NMR  チャート | IR  チャート | 文献コピー | ハイマス（元分）の測定データ（紙） | 1H, 13C NMR, IR  生データ保存 | 光学活性化合物の場合 | |
| HPLC | 比旋光度 |
| 従来法とは全く異なる方法で合成した既知化合物（不斉触媒反応による合成も含む） |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 新規化合物 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**太枠**は必須項目．上記必須項目の電子データは化合物ごとにフォルダを作り，それらを共通HDDとCD-ROM（萬代に提出）に保存すること．

**新規化合物の場合** (化合物データが報告されていない既知化合物を含む)

* 1H NMR, 13C NMR, IR, 元素分析 or HRMS, 固体の場合はmp 例：54.6–56.0 °C, 蒸留精製の場合はbp と mmHg 例：76.4–79.0 °C (18.6 mmHg)
* 1H NMR, 13C NMR, IR のスペクトルチャート
* 測定オペレーターからもらった元素分析or HRMS (exact massの計算値および測定値)の測定データの印刷物
* 旋光度 (光学活性化合物の場合)
* ラセミ体及びer決定に用いたHPLC又はGCチャート (光学活性化合物の場合)
* X線測定時は、ortep図、rtfファイル、cifファイル

**従来法と同じ手順で合成した既知化合物の場合**（触媒，反応基質など）

○ その合成法と化合物データの記された文献．

**従来法とは全く異なる方法で合成した既知化合物の場合**（従来法の改良も含む）

◯ 新規化合物の場合に準ずる．ただmpとハイマスが文献で報告されている場合は，そのデータは必要なし．

◯ 1H NMR, 13C NMR, IR のスペクトルチャート

実験項記入例

**(*S*)-Diphenyl 3-methyl-2-oxoindoline-1,3-dicarboxylate (3a)**

According to the general procedure, substrate **2a** (38.7 mg, 0.100 mmol) with catalyst **1a** (3.60 mg, 9.88 μmol) in THF (0.250 mL) at 0 ºC gave a pale yellow solid (38.3 mg, 98.9 μmol, >98% yield): enantiomeric ratio was determined by HPLC with DAICEL CHIRALPAK® AD-H (hexane/*i-*PrOH = 97.5/2.5, v/v, flow rate = 1.00 mL/min, 30 °C, UV = 254 nm), TR = 25.5 min (minor) and TR = 38.4 min (major), 92:8 er; 1H NMR (400 MHz, CDCl3) δ 8.05 (d, *J* = 8.4, 1H), 7.49−7.40 (m, 4H), 7.37−7.28 (m, 6H), 7.24−7.16 (m, 1H), 7.00−6.95 (m, 2H), 1.90 (s, 3H); 13C NMR (100 MHz, CDCl3) δ 151.3, 151.0, 150.0, 148.7, 149.3, 137.2, 132.3, 129.8, 129.7, 128.2, 126.7, 126.6, 125.3, 123.8, 121.7, 120.8, 119.2, 115.6, 106.5, 7.1; IR (KBr) 2360, 1810, 1784, 1750, 1480, 1349, 1190, 1161, 985 cm–1; [α] 20D +34.0 (*c* 0.16, CHCl3, 92:8 er).

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Racemic sample of **3a** | (*S*)- **3a** from **1a** | **(*S*)- 3a** from **1c** |
|  |  |  |
| |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | **Peak #** | **Ret. Time** | **Area** | **Area %** | | 1 | 25.783 | 848083 | 49.208 | | 2 | 39.633 | 875374 | 50.792 | | |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | **Peak #** | **Ret. Time** | **Area** | **Area %** | | 1 | 25.487 | 22100 | 8.025 | | 2 | 38.422 | 130713 | 91.975 | | |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | **Peak #** | **Ret. Time** | **Area** | **Area %** | | 1 | 25.288 | 4318673 | 5.243 | | 2 | 36.155 | 78058936 | 94.757 | |
| 注意事項（触媒組共通ルールから一部抜粋）   * 実験項の試薬などの数字は有効数字3桁で揃える. ただし, 反応に対して当量関係のないものについては揃えなくて良い.   例: クエンチで使用した水 (10 mL), 分液時の洗浄に用いた水 (5 mL × 2) 収率 (90% yield).   * 白色固体(White solid)とは言わない．この場合は無色固体(colorless solid)． * “範囲”と“マイナス”を示すときはen dash (−)を使う   例：7.00−6.95 (m, 2H) mp 133.1−133.7 ºCなど   * HPLCのラセミ体と触媒反応で得られた生成物のチャートの時間の範囲を合わせ，チャートの線は3ポイントにする． * 比旋光度の濃度(*c*)は出来るだけ1に近づける（常識です）． | | |