

# One step molecular synthesis based on Sonogashira Coupling reaction

Hongtao Zhou, Baoling Ma\*

Department of Chemistry, Renmin University of China, Beijing 100872, China

## 内容

1 原料及试剂.....	2
2 合成方法和表征.....	3
2.1 仪器和表征.....	3
2.2 合成方法.....	3
3 附图.....	5

## 1 原料和试剂

四(三苯基膦)钯、六溴苯购于上海源叶生物科技有限公司，甲苯购于南京试剂有限公司，3,3-二甲基-1-丁炔购于上海麦克林神话科技股份有限公司，正丁胺购于西格玛奥德里奇（上海）贸易有限公司，二氯甲烷购于山东茂军化工科技有限公司，碘化铜购于湖北巨胜科技有限公司，己烷购于山东嘉颖化工科技有限公司。

## 2 合成方法及表征

## 2.1 仪器和表征

由 [www.nmrdb.org](http://www.nmrdb.org) 和 [www.nmrium.org](http://www.nmrium.org) 预测  $^1\text{H-NMR}$  和  $^{13}\text{C-NMR}$  光谱。由 [www.nmrdb.org](http://www.nmrdb.org) 和 <https://www.chemicalbook.com/> 提供  $^1\text{H-NMR}$  实验谱图。

## 2.2 合成方法

雪花烯的合成：为一个著名的有机人名反应 Sonogashira 偶联反应的应用。该反应又称

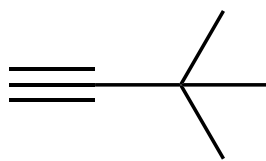
菌头耦合反应，利用钯或铜金属催化金属卤代物与末端炔烃的交叉偶联反应。

在配备磁力搅拌棒、橡胶隔膜和氩气入口针的 1000 mL 圆底压力瓶中装入  $(\text{Ph}_3\text{P})_4\text{Pd}$  (20.76 g, 18 mmol, 0.18 当量) 和 900 mL 甲苯，然后在 2 分钟内添加六溴苯 (110.4g, 200 mmol, 2.0 当量, 白色结晶)。将所得混合物在室温下搅拌 20 分钟，然后加入 3, 3-二甲基-1-丁炔(73.8 g, 900.0 mmol)的混合物和正丁胺 (88.92 mL, 65.82 g, 900 mmol, 9.0 当量) 通过插管在 5 分钟内，从装有隔膜的 500 mL 圆底烧瓶中转移到反应混合物中和氩气入口针。用两份 20 mL 的甲苯冲洗烧瓶，然后通过套管将甲苯转移到压力烧瓶中。将隔膜暂时从压力瓶和碘化铜 (I)中取出 (0.571 g, 2.99 mmol, 0.03 equiv)，分一份添加。用 30 mL 甲苯将粘附在压力瓶侧面的物质冲洗到反应混合物中。然后将压力瓶在氩气下用带螺纹的聚四氟乙烯盖密封，并浸入安全防护罩后面 40 °C 的预热油浴中。透明黄色溶液的颜色在 4 小时内变暗为红色。8 小时后，使混浊的红色混合物冷却至室温，然后通过中等玻璃料烧结玻璃漏斗过滤以除去沉淀的铵盐。固体用 100 mL 己烷洗涤，滤液通过旋转蒸发 (40 °C, 20 mmHg) 浓缩。所得红色油状物用

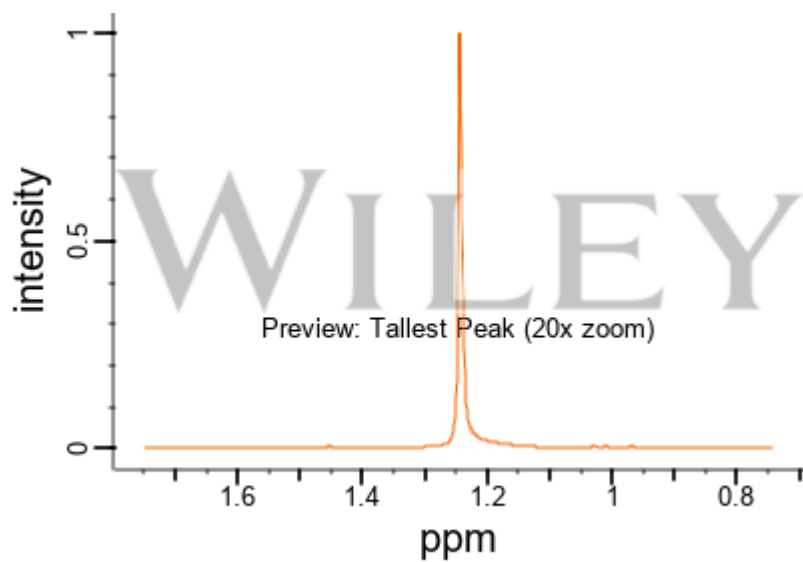
20 mL  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  并浓缩到 40 g 硅胶上 (40 °C, 16 mmHg)。将块状粉末转移到 600 g 硅胶柱 (25 × 8 cm) 中, 并用己烷洗脱。用 1000 mL 己烷洗脱后, 收集 50 mL 级分。合并馏分 6 至 20, 并通过旋转蒸发 (40 °C, 20 mmHg) 浓缩, 得到 12.80–12.97 g (产率约为 75–76%) 所需烯炔, 为黄色液体。

### 3 附图

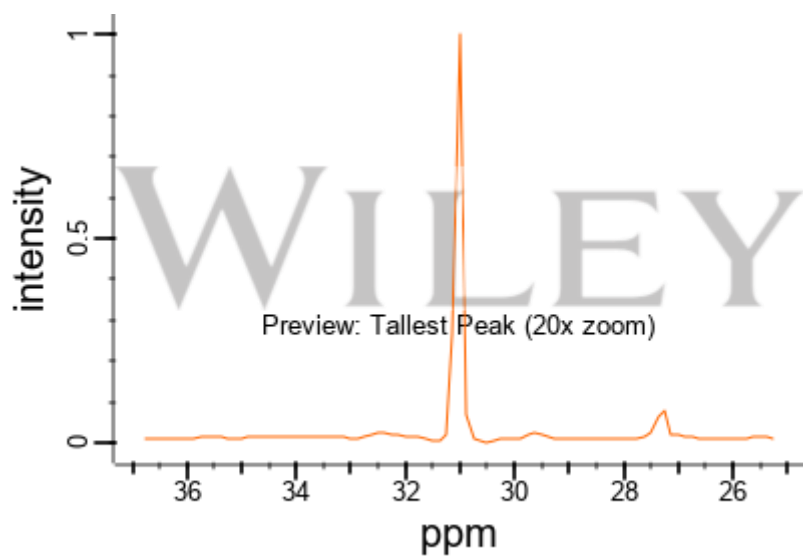
$^1\text{H}$  NMR、 $^{13}\text{C}$  NMR of reactants

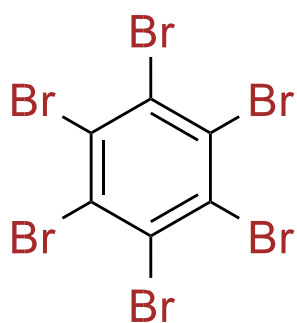


$^1\text{H}$  NMR

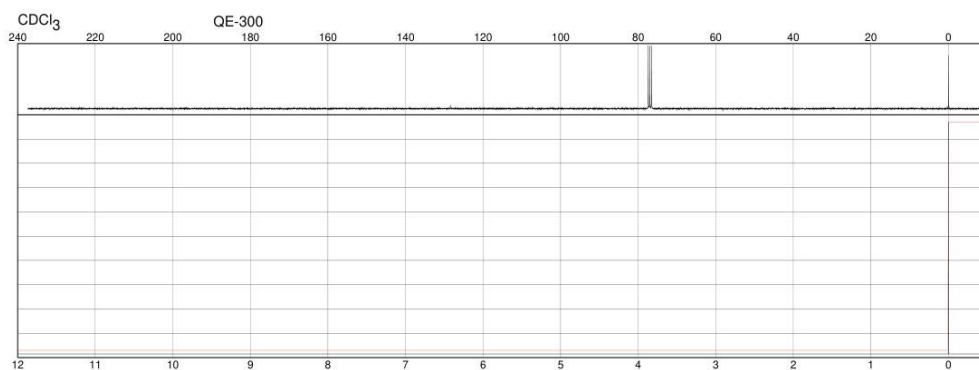


$^{13}\text{C}$  NMR

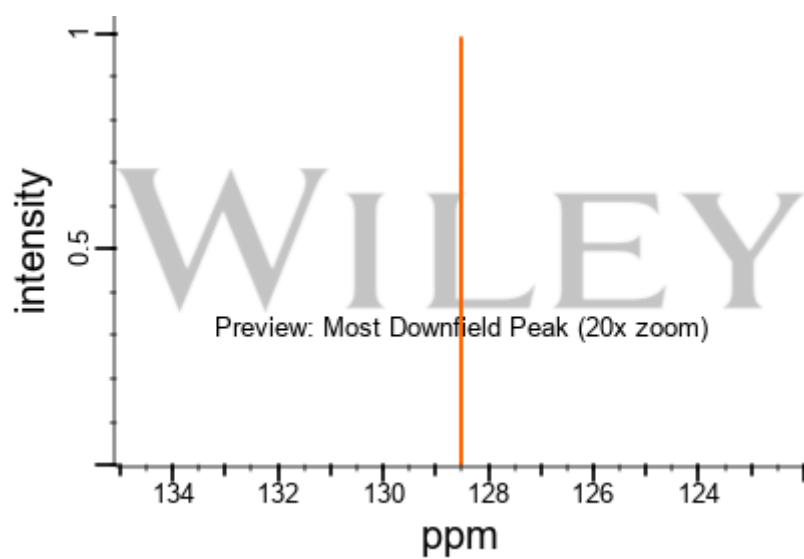




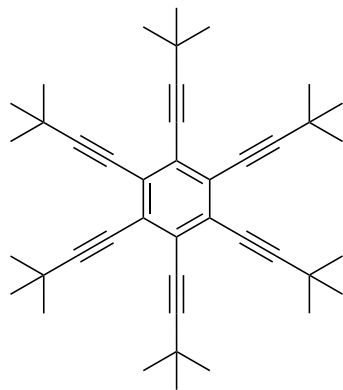
### <sup>1</sup>H NMR



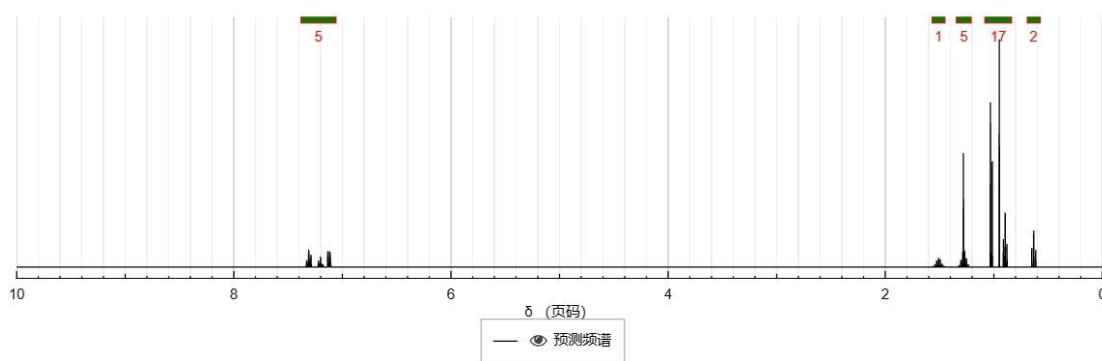
### <sup>13</sup>C NMR



$^1\text{H}$  NMR、 $^{13}\text{C}$  NMR of products (Prediction spectrum)



$^1\text{H}$  NMR



$^{13}\text{C}$  NMR

