



國立臺灣師範大學化學系

Department of Chemistry, National Taiwan Normal University

碩士論文

利用微波催化將雙苯基丙炔酮合成吡唑及萘並呋喃衍生物之
合成方法

Microwave-mediated cycloaddition of 1,3-diphenylprop-2-yn-1-one to pyrazole and naphthofuran derivatives.

研究生：陳祥麒 (Shiang-Chi Chen)

指導教授：姚清發 博士 (Dr. Ching-Fa Yao)

中華民國 104 年 6 月

摘要

本論文主要分為三個部分，第一部份介紹屬於一鍋化且簡易的合成方式來合成吡啶衍生物，起始步驟使用嗎啉進行麥可加成至雙苯基丙炔酮，再加入苯胼試劑，於酸性環境進行合環反應形成吡啶衍生物，最後使用微波催化使反應時間縮短，得到多種吡啶衍生物。

第二部分則是使用水上條件進行吡啶衍生物的合成，在微波催化下以 150 °C 的高溫在短時間內完成吡啶衍生物的合成。

第三部分是敘述萘並呔喃的合成，首先將雙苯基丙炔酮及 2-萘酚以路易士酸合成起始物，再以鹼性試劑及銅(II)試劑進行合環反應以得到萘並呔喃之產物。

關鍵字：雙苯基丙炔酮、吡啶、萘並呔喃、微波催化、一鍋化。



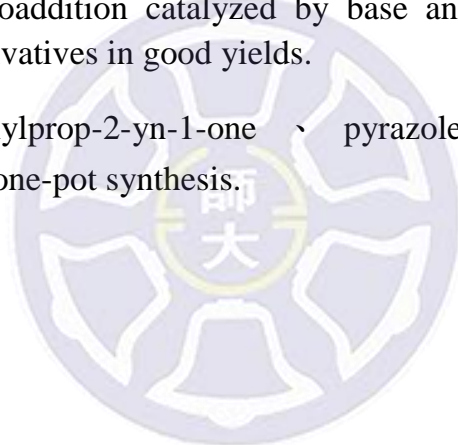
Abstract

This thesis is divided into three chapters. The first Chapter illustrates a convenient procedure for the one-pot synthesis of pyrazole derivatives. In this strategy, the initial step is the Michael addition of morpholine to 1,3-diphenylprop-2-yn-1-one to form an intermediate, and followed by the cycloaddition with phenylhydrazine under acidic condition. Here, we disclosed the reaction in traditional heating as well as microwave heating method.

Chapter two, describes the method for the synthesis of pyrazole under “on water” condition, supported by microwave heating method under 150 °C.

Chapter three deals with the synthesis of naphthofuran derivatives. This reaction involves two steps. In the first step, the reaction of 1,3-diphenylprop-2-yn-1-one and 2-naphthol catalyzed by Lewis acid. And the second step is the intramolecular cycloaddition catalyzed by base and copper(II) reagents to afford naphthofuran derivatives in good yields.

Keywords: 1,3-diphenylprop-2-yn-1-one 、 pyrazole 、 naphthofuran 、 Microwave-mediated 、 one-pot synthesis.



目錄

壹、吡唑衍生物的合成方法

1-1、前言	1
1-1-1、含氮的五元雜環分子.....	3
1-1-2、吡唑衍生物的簡介.....	4
1-1-3、吡唑衍生物(pyrazole)的合成	5
1-1-4、一鍋合成法的簡介及探討	8
1-1-5、微波加熱法簡介.....	9
1-2、研究目標及構想	11
1-3、實驗結果與討論	13
1-3-1、合成 1,3,5-三取代的吡唑衍生物	13
1-3-2、以微波加熱法改良傳統條件進行反應	28
1-3-3、反應機構的探討.....	34
1-3-3、結論.....	39
1-4、實驗部分	40
1-4-1、一般實驗方法.....	40
1-4-2、實驗步驟.....	42
1-5、參考文獻	44
1-6、光譜資料	45
1-7、X-ray.....	56

貳、以水上條件合成吡唑衍生物

2-1、前言	84
2-1-1、綠色化學合成方法的應用	85
2-1-2、水上反應之簡介.....	87
2-2、研究目標及構想	90
2-3、實驗結果與討論	91
2-4、結論	100
2-5、實驗部分	101
2-5-1、一般實驗方法.....	101
2-5-2、實驗步驟.....	103
2-6、參考文獻	104
參、苯並呋喃衍生物之合成	
3-1、前言	105
3-1-1、含氧雜環的簡介.....	105
3-1-2 苯並呋喃衍生物之簡介.....	107
3-1-3 苯並呋喃衍生物之合成方法	108
3-2、研究目標及構想	113
3-3、實驗結果與討論	115
3-4、結論	142
3-5、實驗部分	143
3-5-1、一般實驗方法.....	143
3-5-2、實驗步驟.....	145

3-6、參考文獻	146
3-7、光譜資料	148
3-8、X-ray	161
肆、光譜附圖	
光譜附圖	220



1-1 、前言

雜環化合物(Heterocyclic compound) 指的是分子中具有雜環結構的化合物，而該分子的環狀結構中，除了碳以外，同時具有氮、氧、硫等異原子所形成的多元環。在生物界中雜環分子也扮演著延續生命的重要角色，如維生素 B2、維生素 B3、RNA 的組成元件:腺嘌呤(Adenine)、尿嘧啶(Uracil)、胞嘧啶(Cytosine)、鳥嘌呤(Guanine)等，皆是生物繁衍存續的重要關鍵，如圖 1.1。

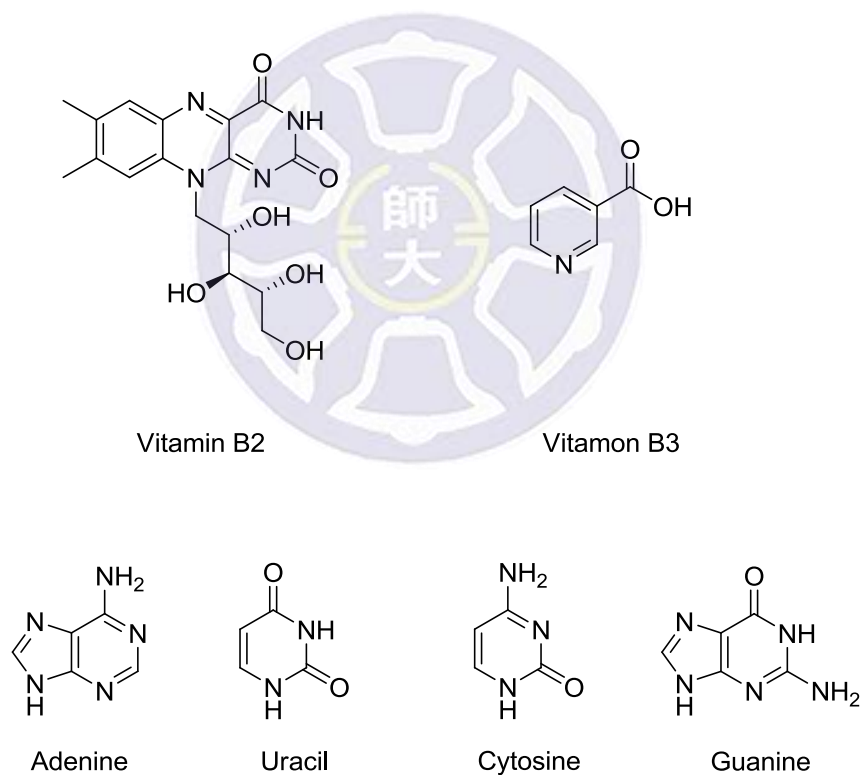


圖 1.1、維生素 B1、B2 及 RNA 組成元件(AUCG)

有機化學中也常以雜環化合物做為反應的溶劑或試劑，常用的雜環溶劑如：四氫呋喃(Tetrahydrofuran)、1,4-二噁烷(1,4-Dioxane)、吡啶(Pyridine)等;而雜

環試劑如含氮雜環化合物多做為鹼性試劑，如：哌啶(Piperidine)、4-二甲氨基吡啶(4-Dimethylpyridine; DMAP)、1,4-二氮雜二環[2.2.2]辛烷(1,4-Diabicyclo[2.2.2]octane; DABCO)等，在有機化學界均有廣泛的使用，如圖 1.2。

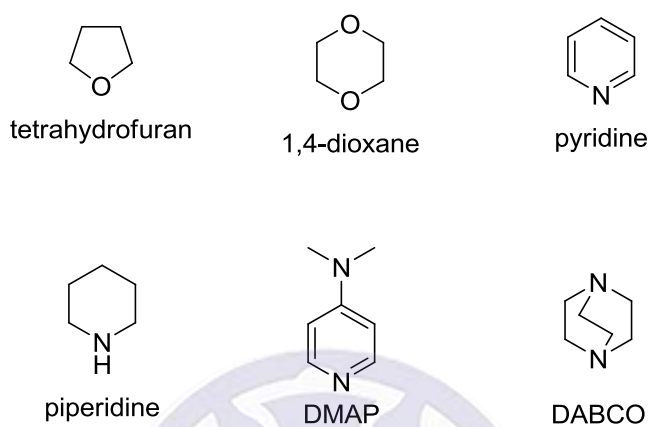


圖 1.2、常用的雜環溶劑及試劑

1-1-1、含氮的五元雜環分子

雜環化合物中，若環狀分子成五元環，且組成的原子含有氮原子及碳原子者，科學家將此種分子定義為氮雜茂(azole)，五元環中只含一個氮原子的稱為吡咯(pyrrole)；含兩個氮原子且相鄰者為吡唑(pyrazole)、不相鄰者為咪唑(imidazole)；含三個氮原子者為三唑(triazole)；含四個氮原子為四唑(tetrazole)，如圖 1.3 所示。

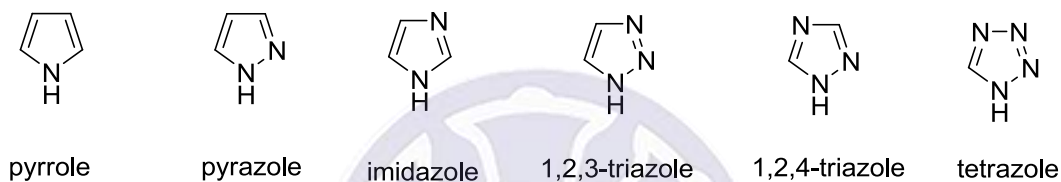


圖 1.3、含氮五元雜環分子

其中吡唑衍生物具有生物活性及發展的潛能，因此做為本論文探討的主要結構。

1-1-2、吡唑衍生物的簡介

吡唑 (pyrazole) 衍生物為含氮的雜環分子，其特徵在於由三個碳原子及兩個相鄰的氮原子所形成的五元環。自然環境中較難發現天然的吡唑化合物，但其衍生物具有多種生物活性，科學家可依據不同衍生物的生物活性，在藥物化學及農業化學做出廣泛的應用¹，吡唑衍生物可做為抗發炎劑(anti-inflammatory)如 Celebrex、性功能障礙治療藥物如 Sildenafil、抗肥胖藥物(antiobesity)如 Acomplia 以及止痛劑(Analgesic)如 Difenamizole 等，其結構如圖 1.4 所示。

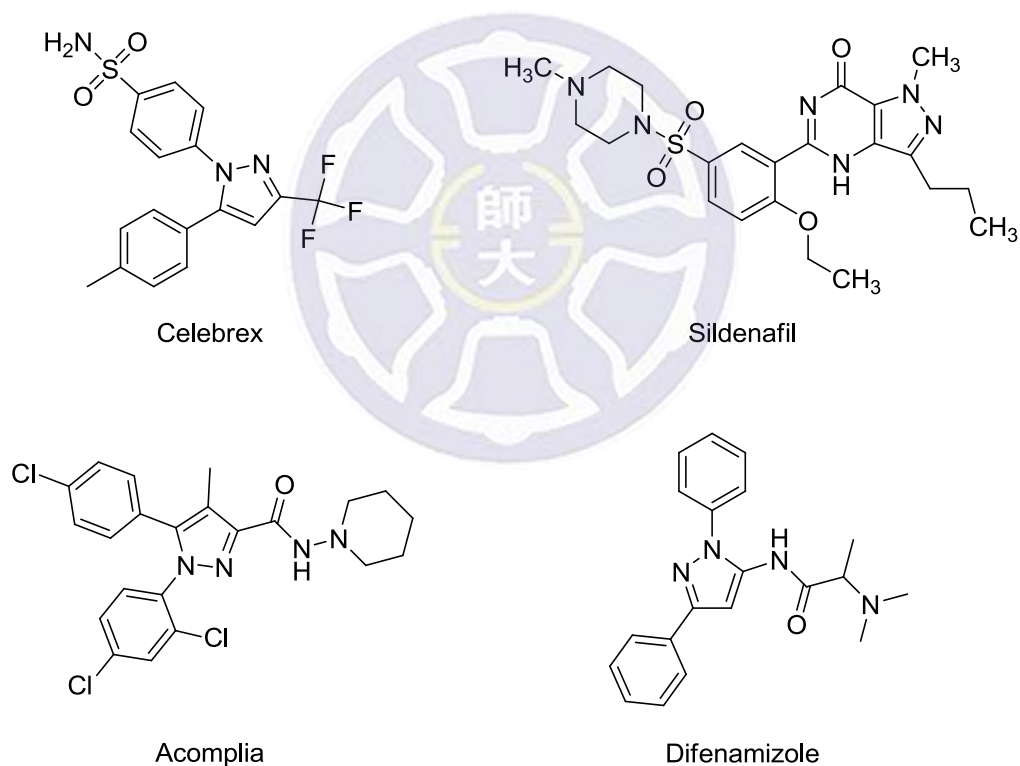


圖 1.4 、具有藥性的吡唑衍生物之結構

1-1-3 、吡唑衍生物(pyrazole)的合成

如前言所述，吡唑及其衍生物具有廣泛的應用性，以及開發為藥物的潛力，但由於自然環境中不易發現吡唑衍生物，因此有機化學家對吡唑衍生物的合成進行研究，利用各種不同的起始物及反應途徑進行吡唑衍生物的合成，望能有效的以具經濟效益且高產率的方法合成吡唑衍生物。

首先，由德國的科學家 Ludig Knorr 於 1883 年定義了吡唑類化合物所應有的結構，並發表了吡唑的合成方法²，即有名的 Knorr pyrazole synthesis，該反應以 1,3-雙羰基化合物(1,3-dicarbonyl compound)以及肼類衍生物(hydrazines)做為起始物，於酸的催化下進行 3+2 的合環反應即可得到具四個取代基的吡唑衍生物，如圖 1.5 所示。



圖 1.5、吡唑衍生物的製備一

時至今日，吡唑衍生物的研究仍持續進行著，近年來仍有多篇論文報導吡唑衍生物的合成方法及生物活性。2014 年，Togo 教授及其團隊報導了以末端炔類(terminal alkynes)、醛類(aldehydes)以及肼類(hydrazines)進行一鍋化的多步反應來得到吡唑衍生物³，如圖 1.6 所示。

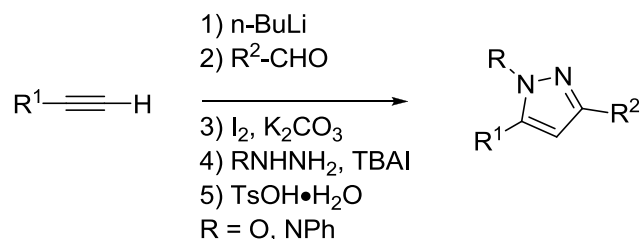


圖 1.6、吡唑衍生物的製備二

2015 年，王磊教授及其團隊報導了以烯丙基羧酸酯做為起始物，經由三正丁基磷試劑催化脫氫[3+2]合環加成反應⁴，得到 1,4,5 三取代的吡唑衍生物，其中 4 號位為羧酸酯基取代的產物，如圖 1.7 所示。

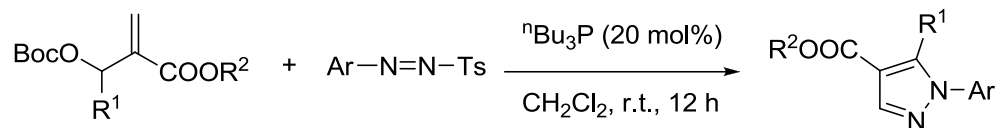


圖 1.7、吡唑衍生物的製備三

同樣是在 2015 年，吳安心教授及其團隊也報導了以苯甲醯甲醛水合物 (phenylglyoxyl monohydrate)、對甲苯磺醯肼 (tosylhydrazine) 搭配具羰基的分子或苯甲醛 (benzaldehyde) 做為起始物，以碳酸鈉於 100°C 的環境下進行合環反應形成吡唑衍生物⁵，該反應的特點在於利用簡單易取得的化合物做為起始物進行合成，而能得到高鏡相選擇性的吡唑類產物，如圖 1.8 所示。

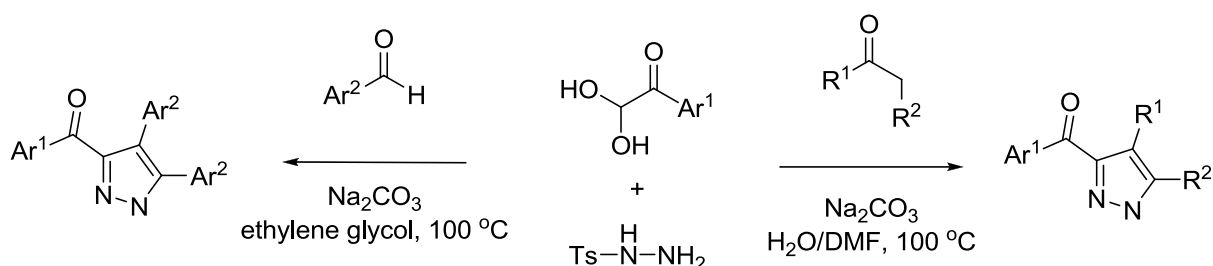


圖 1.8、吡唑衍生物的製備四

國衛院夏克山教授也報導過關於吡唑衍生物的相關研究⁶，主結構吡唑的合成以圖 1.9 為代表，將起始物 1-(thiophen-2-yl)propan-1-one 以 lithium bis(trimethylsilyl)amide (LHMDS) 進行去質子化反應，再和 diethyl oxalate 進行縮合反應得到粗鋰鹽化合物，該粗產物與 2,4-dichlorophenyl hydrazine hydrochloride 在室溫下以乙醇作為溶劑進行縮合反應，形成的半縮合中間體於冰醋酸下加熱迴流行合環反應，而得到基礎產物 pyrazole-3-carboxylate。而本實驗室基於該產物進行官能基的修飾，以探討不同官能基所具有的生物活性。

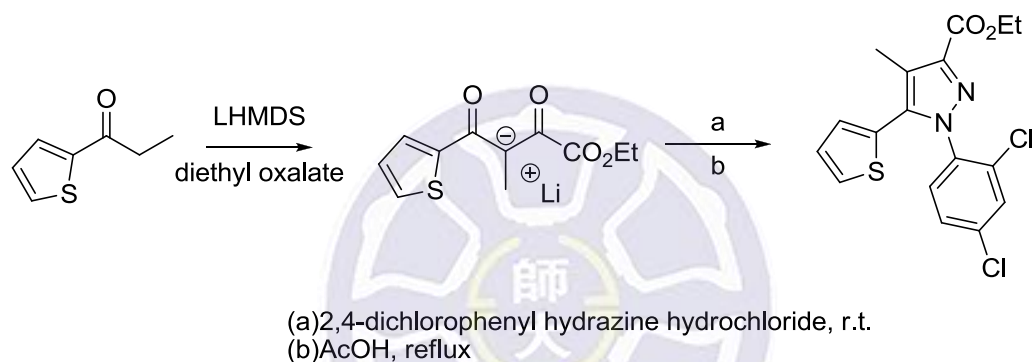


圖 1.9、吡唑衍生物的製備五

1-1-4、一鍋合成法的簡介及探討

有機化學領域中，一鍋合成法可被簡稱為一鍋化或一鍋法，該方法指的是在合成的策略中，省略多步間的純化步驟，轉而在同一容器裡同時或者依序進行多步反應，來達到最高經濟效益及高效率的目的。

一鍋合成法相較於傳統方法有較多的優勢。首先，省略每步間的純化步驟可以減少純化所需資源的消耗，如：溶劑、靜止相(stationary phase)、載流氣體(carrier gas)等資源，可在一鍋化的條件下做有效的節省。除了減少經濟成本的消耗外，也能減少化學廢棄物對環境的危害，進而達到綠色化學的理想目標。另外在步驟間的整合也能節省每一步純化所需的時間，使多步反應能在短時間內完成，提高合成策略的效率。

近年來科學家多對一鍋化合成有所著墨，蓋其能顯著的提升反應策略的效率。近年來國內最著名的一鍋化合成方法，即翁啟惠博士及其研究團隊，於 1999 年報導的一鍋化酵素合成寡糖策略。該方法於去年，即 2014 年獲得沃爾夫化學獎，也代表現今化學界對一鍋化方法的肯定。

1-1-5、微波加熱法簡介

微波技術及其應用在人類歷史上占有不可或缺的地位，如早期的微波通訊，到今日家家戶戶可見的微波爐皆是基於微波的技術展示。微波是一種以電磁波形式存在的能量，其頻率範圍落在 300MHz 至 300GHz，亦即其能量值介於紅外線及無線電波間。

微波技術與化學合成的淵源始於 1986 年，由 Gedye 與 Giguere 等研究團隊，將微波加熱技術成功的引進 Diels-Alder 反應中。該研究所呈現極短的反應時間和高產率吸引了科學界的目光，使得科學家們開始大量投入對微波加熱技術的研究，至今成為了微波合成技術的濫觴。

熱能的傳遞方式分為三種，分別是：傳導、對流以及輻射。在傳統的直接加熱法中，熱能首先藉由接觸傳導至容器及溶液中，在溶液中再度藉由對流傳導將熱能均勻的散佈至整個系統，使得系統整體的溫度得以升高，然而在傳遞的過程中能量難免會有散失；微波加熱法是將熱能以微波的形式，藉由輻射的方式直接傳遞能量到整個系統中，除了可以加速加熱效率外，同時也能減少傳導及對流中所造成的能量損失。兩者加熱法的示意圖可參照圖 1.9 所示，由於上述的原因，微波加熱法相較於傳統方法可以有效的傳遞熱能致反應環境中，進而縮短所需的反應時間。而使用微波快速加熱的原理在於，當極性分子存在於微波場時，分子因為具有偶極矩，而會隨著微波磁場的高速震動而快速旋轉，旋轉時分子間互相摩擦而會產生熱能被分子吸收，使得分子溫度得以快速升高。當極性分子吸收電磁能時，能以每秒數十億次的高速震動來產生熱能，因此熱的來源是來自於物質的本身，在熱力學上稱為內加熱法。

也由於分子需具有偶極矩才能在微波場中快速旋轉，因此反應的溶劑多選用具有高極性的分子，若是低極性分子如：苯、1,4-二噁烷等溶劑則盡可能避免使用於微波系統中，以免微波加热的成效不彰。

至今以微波加热技術應用於有機合成方面的文獻報導，多注重在微波快速的加热方式，所帶來的減少反應時間，而同時也有不少文獻報導微波除了能降低反應所需時間外，也能利用其高效率能量傳導的特性，有效的提高產率並減少副產物的產生。因此微波加热技術除了是高效率的新穎方法外，更是具備高產率以及高選擇性的綠色能源新領域。

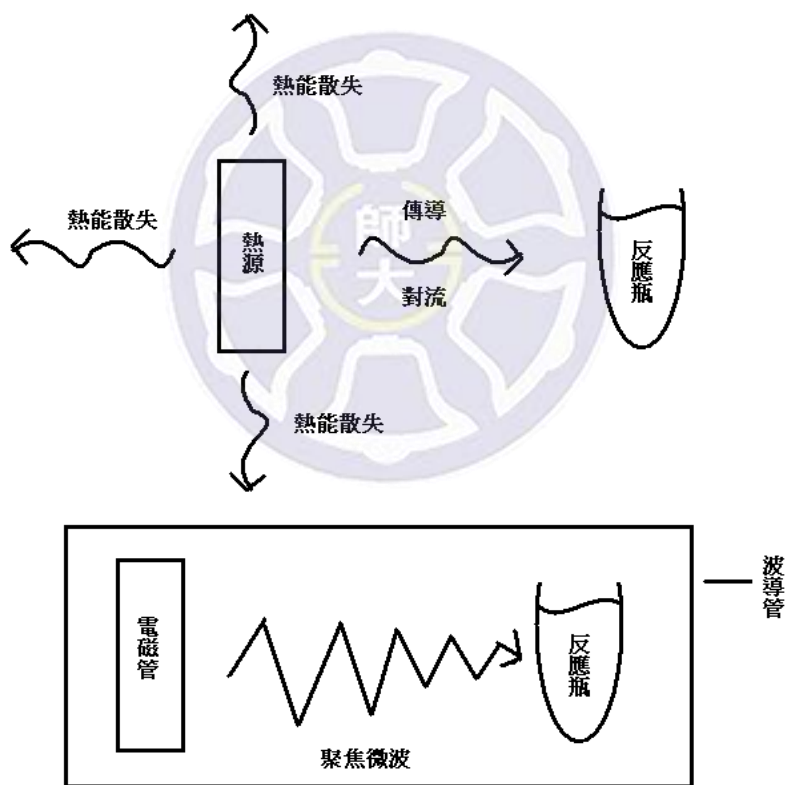


圖 1.9 傳統加热法與微波加热法比較圖

1-2、研究目標及構想

本實驗之構想首先來自於 2004 年 Bishop 教授的研究¹，Bishop 教授使用了雙苯基丙炔酮做為起始物進行吡唑衍生物的合成，報導中於反應時間 3-4 小時得到了 50-91% 的產物，但在產物中同時存在著兩種異構物，如下圖 1.10 所示

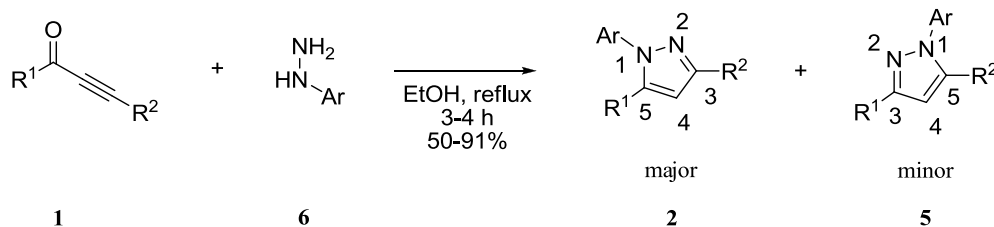


圖 1.10 Bishop 教授吡唑衍生物的合成

本實驗室亦以具有 4-甲基的雙苯基丙炔酮重複該反應，於反應時間兩小時得到 95% 的 NMR 產率，其中亦得到 5% 的異構物，如下圖 1.11 所示。

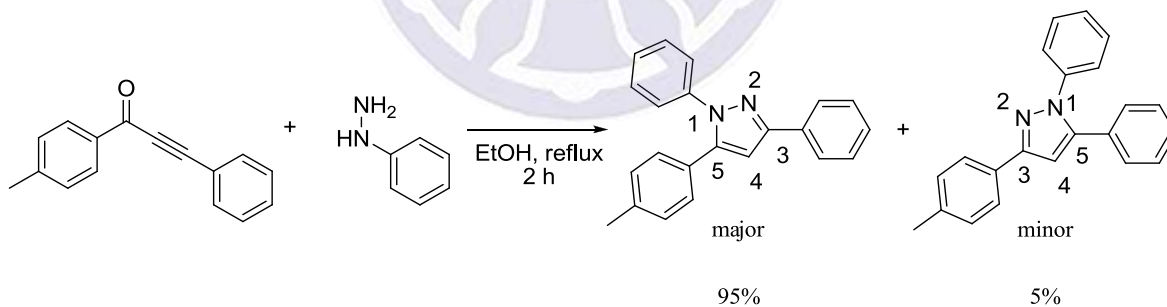


圖 1.11 重複 Bishop 教授的合成方法

以上的結果明確建立了本實驗的研究目標，期望在不影響高產率的前提下，能夠有效的提高反應的選擇性，並縮短反應所需的時間。

本實驗的構想是延續本實驗室郭家銘學長的碩士論文⁷，對其論文中所使用的起始物 **1** 作延伸的研究。首先對起始物 **1** 進行 Michael 加成反應，在其 4 號位上接上雜環分子作為一個好的離去基團，再以一鍋化的條件下加入酸性試劑及苯肼(phenylhydrazine)取代 β 號位置上的離去基，並同時經由酸的催化下縮合形成吡唑結構的產物 **2**，如圖 1.12 所示。本實驗除了希望能以一鍋化方法提升傳統加熱法的效率外，亦希望能將此方法應用於微波合成技術中，將經濟和時間效益發揮到最高，以符合綠色化學的最高理想。

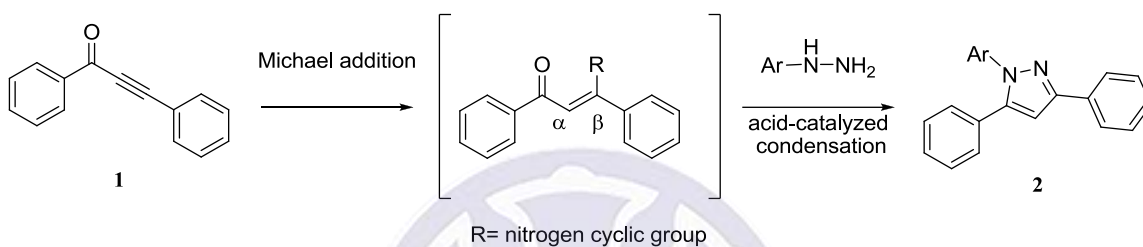


圖 1.12 吡唑衍生物的合成

1-3、實驗結果與討論

1-3-1、合成 1,3,5-三取代的吡啶衍生物

起始物 **1** 的製備，參考郭家銘學長的論文，改良 2006 年由 Srinivasan 教授及其研究團隊所報導的合成步驟⁸，以各種不同的取代基的醯氯試劑(acyl chloride)和苯基乙炔(phenylacetylene)做為反應物，再以三乙胺(triethylamine)為鹼的條件下，以醋酸鈹 palladium(II) acetate 催化進行耦合反應。原先反應是以無溶劑的條件(neat reaction)進行反應，但是醯氯試劑屬於酸性物質，和反應所需的鹼性環境於無溶劑條件下，會劇烈放熱使得產率下降，並且增加反應的危險性。因此在起始物的製備加入了無水二氯甲烷(CH₂Cl₂)做為溶劑降低濃度，以利反應的進行，如圖 1.13 所示。

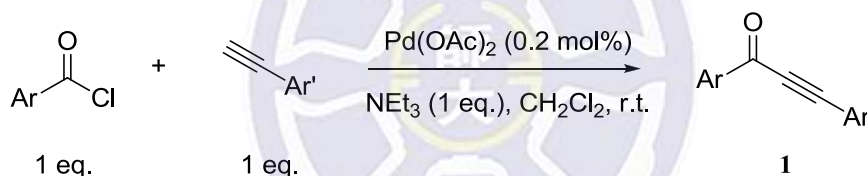


圖 1.13 起始物 **1** 的製備

在順利得到起始物 **1** 後進行研究，發現到若加入 1.2 當量的鹼性含氮雜環試劑例如吡咯或嗎啉與之反應，會進行 1,4-麥可加成反應，然而若在此時於一鍋化的條件下再加入酸性試劑例如 HCl，則會使得加成至起始物 **1** 的含氮雜環進行水解反應而脫去，得到具羰基結構的產物 **3**，結果以及產物 X-ray 光譜如下圖 1.14 所示。

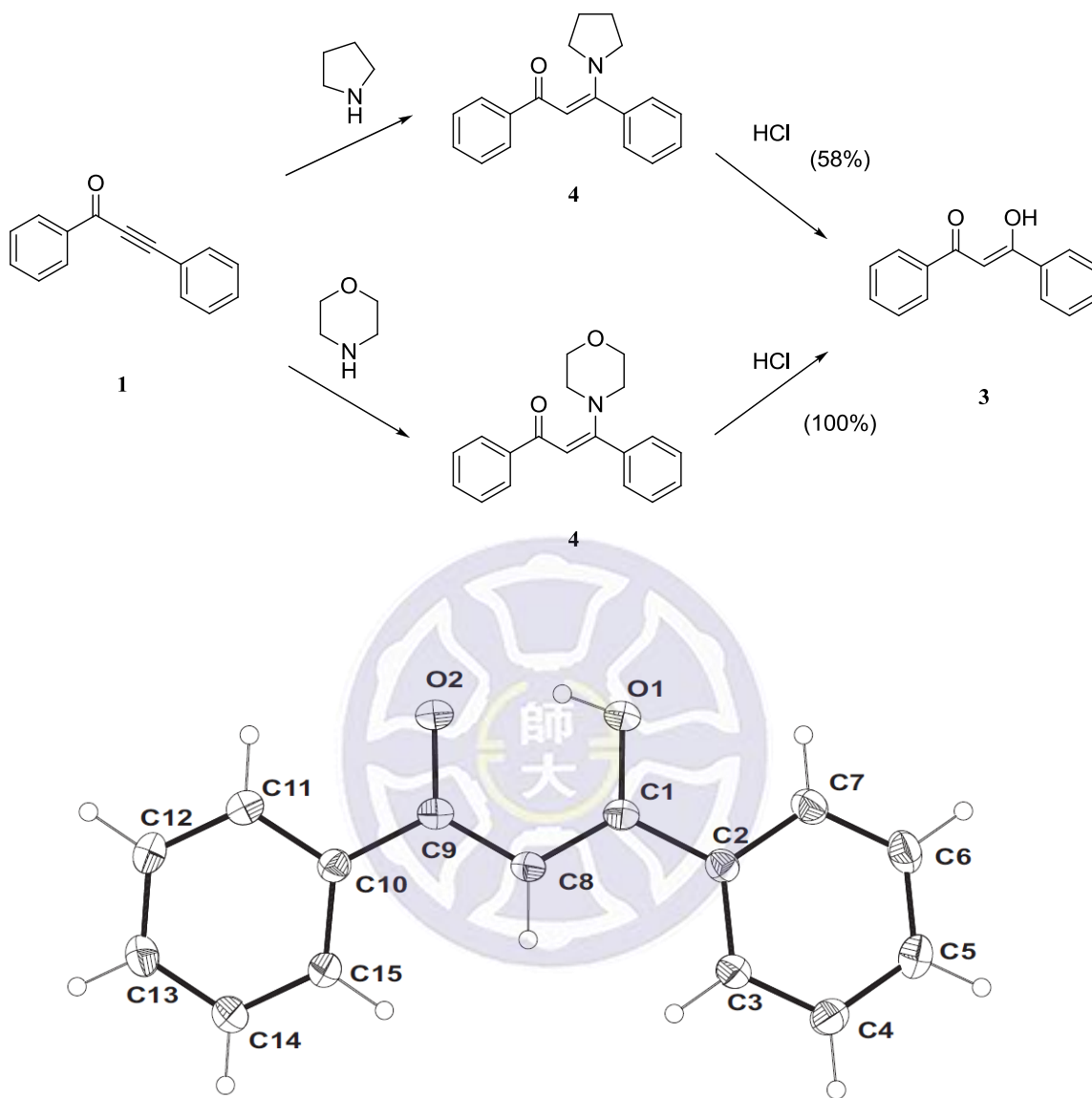
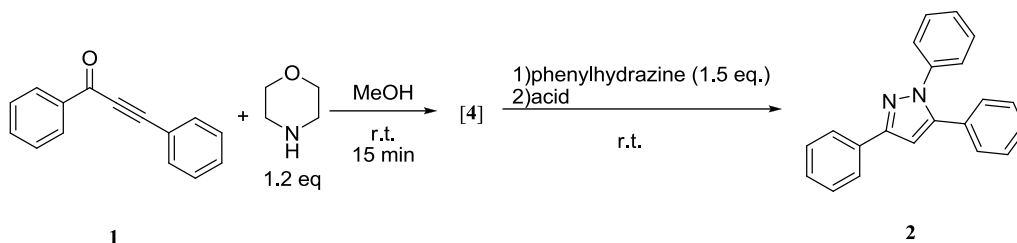


圖 1.14 使用不同的含氮雜環進行一鍋化反應

由上表可以觀察到，以嗎啉做為水解的離去基，相較於吡咯有更短的時間，可以推測在本反應中，嗎啉為一個較好的離去基。基於上述水解反應，研究加入苯肼(phenylhydrazine)做為親核試劑時，以一鍋化條件下在酸性環境下對 1,4-加成的中間產物進行親核加成反應，再進行合環反應形成具吡唑結構的產物 2，在試驗中我們改變了酸的種類及當量數，結果如表 1.1 所示。

表 1.1 改變不同的酸對合環反應進行測試

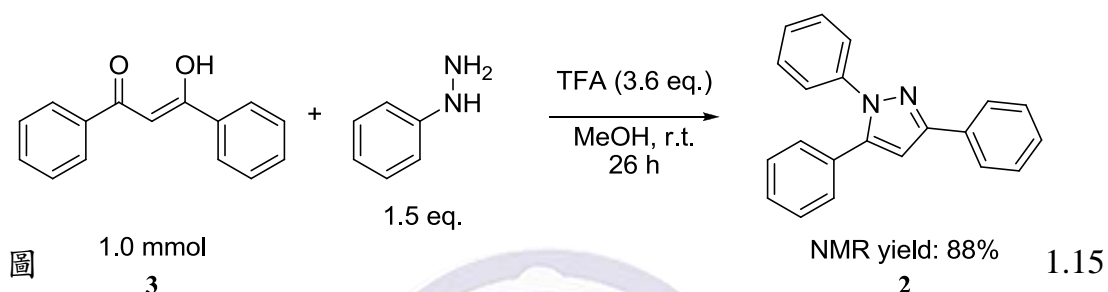


Entry ^a	acid	acid (eq.)	time (h)	Yield (%) ^b
1	none	-	2	N.R.
2	HCl/MeOH	2.4	2	78
3	HCl/MeOH	3.6	1.5	68
4	HCl (aq)	3.6	1	20
5	HOAc	3.6	1	83
6	TFA	3.6	2	95
7	TFA added before adding phenylhydrazine	3.6	6	67

^a All the reactions were conducted on 1.0 mmol scale. ^b Isolated yields.

由上表結果可以發現到，如果不加入酸的條件下進行反應，反應無法啟動。而若提高酸的當量數，雖然產率有些許下降，但反應時間有顯著的減少(entries 2、3)，因此直接以 3.6 當量對不同的酸做反應的測試。在比較不同的酸之後，發現以三氟乙酸(trifluoroacetic acid)的效果最好，反應時間共兩小時而能得到 95%高產率的產物，我們推測本反應的影響因素除了酸的強度外，酸的性質和反應系統的均勻性也占了很大的因素，三氟乙酸同時兼具強酸及有機酸的性質，因此能在本反應發揮最好的效果，決定以 TFA 做為酸的最佳化試劑。又另外發現到若在一鍋化第二步的添加順序有所改變，

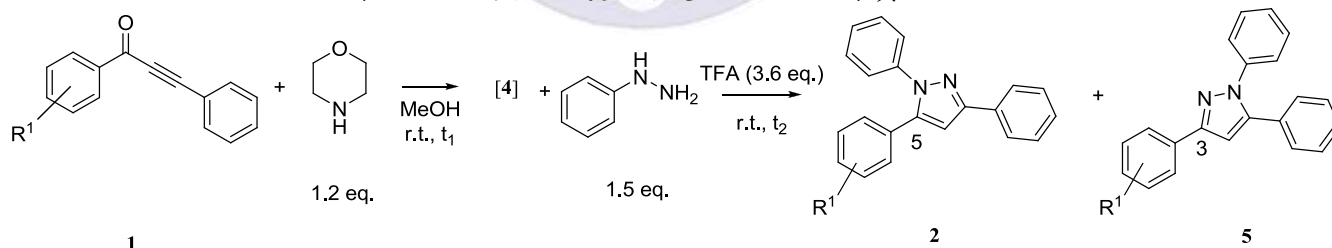
即若先加入三氟乙酸再加入苯胍試劑，則反應會延長至六小時，且產率降低至 67%(entry 7)，推測是中間產物先和酸性試劑形成產物 **3**，再和苯胍試劑反應時，使得反應時間延長且產率下降。因此也先分離出化合物 **3** 直接和苯胍試劑及 TFA 下進行反應，反應時間需延長至 26 小時，產率為 88%，如下圖 1.15。



以化合物 **3** 直接與苯胍試劑進行反應

然而當起始物 **1** 上的苯環帶有取代基時，會有兩種產物產生，分別是 R^1 取代基位於吡唑 5 號位的產物 **2**，以及 R^1 取代基位於吡唑 3 號位的產物 **5**，兩者的比例需視 R^1 上的取代基而定，以各種取代基測試的結果如表 1.2 所示。

表 1.2 以具取代基的起始物 **1** 進行實驗

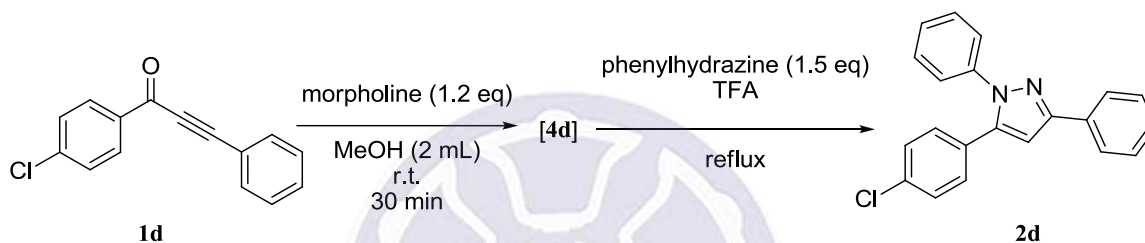


Entry ^a	R^1	t_1 (h)	t_2 (h)	2 (%) ^b	5 (%) ^b
1	4-OMe (1i)	1	0.5	45	17
2	4-NO ₂ (1g)	0.25	5	28	44
3	4-Cl (1d)	0.5	2	57	35

^a All the reactions were conducted on 1.0 mmol. ^b Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard.

表中 t_1 及 t_2 分別代表麥可加成反應及苯肼加成合環反應所需的時間，可看出推電子基如 4-甲氧基，拉電子基如 4-硝基和 4-氯取代基對兩步反應的影響有所不同，然而無論取代基的類型，都會在最終產物產生兩個不同的異構物，與我們期望所能做出的高產率，高選擇性的吡唑產物結果有所差異，因此試圖降低酸性試劑的量以進行篩選，同時為了維持反應的時間，將溫度提高至 70°C 迴流進行反應，以 4-氯取代基的起始物篩選的結果如下表 1.3 所示。

表 1.3 降低酸的量進行選擇性的探討



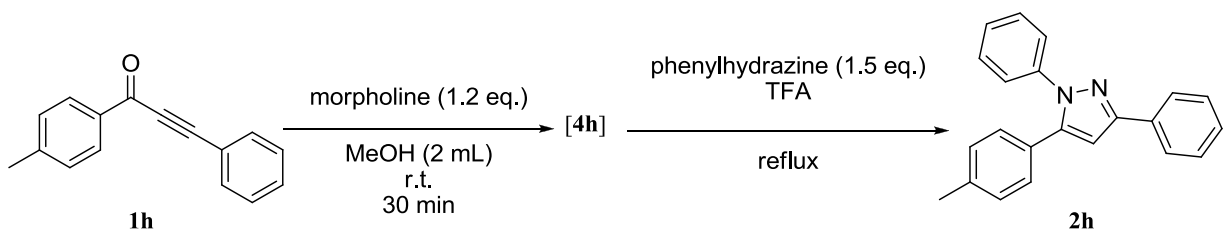
Entry ^a	TFA (eq.)	Time (h)	Yield (%) ^b
1	2 drop (0.26 eq.)	overnight	84
2	1	3	97
3	2	0.75	94

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields.

首先將三氟乙酸減少至 1 至 2 滴催化量時，並將反應時間延長至 overnight，結果具較好的選擇性，在 crude NMR 及產物純化後之 NMR 光譜均未見到另一種產物產生，同時能維持高產率 84%。將三氟乙酸提升至 1 當量及 2 當量，可以發現反應時間有縮短的趨勢，同時產率也能提升至 94% 及 97% (entries 1-3)。

接著地取代基更換為 4-甲基及 3-氯取代基，測試是否能和 4-氯取代基有同樣的結果，如下表 1.4 及 1.5 所示。

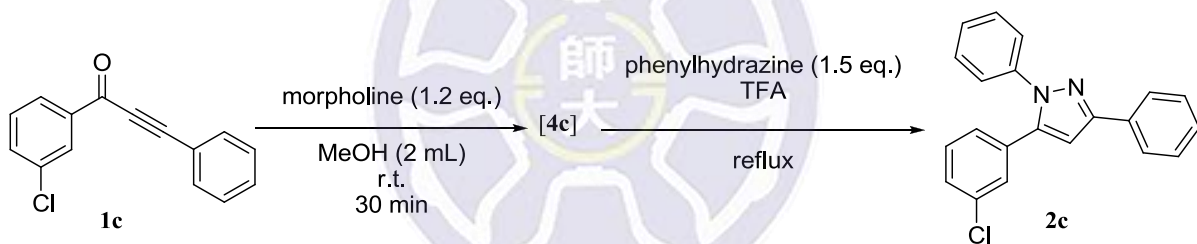
表 1.4 對 4-甲基取代起始物進行酸當量測試



Entry ^a	TFA (eq.)	Time(h)	Yield(%) ^b
1	2 drop (0.26 eq.)	overnight	84
2	1	1	91
3	2	1	86

^a All the reaction were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields.

表 1.5 對 3-氯取代基起始物進行酸當量測試

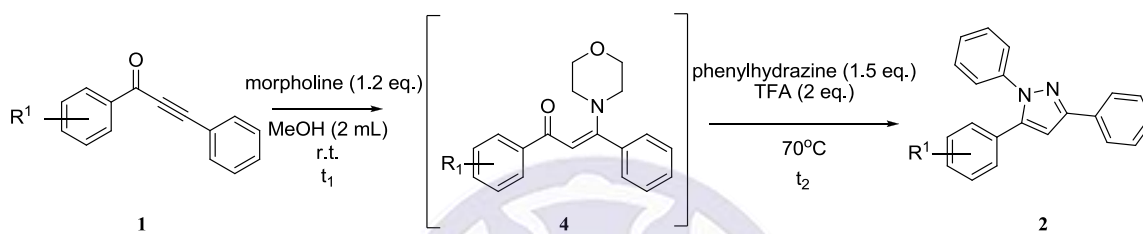


Entry ^a	TFA (eq.)	Time (h)	Yield (%) ^b
1	2 drop (0.26 eq.)	overnight	87 ^c
2	1	4	94
3	2	0.66	100

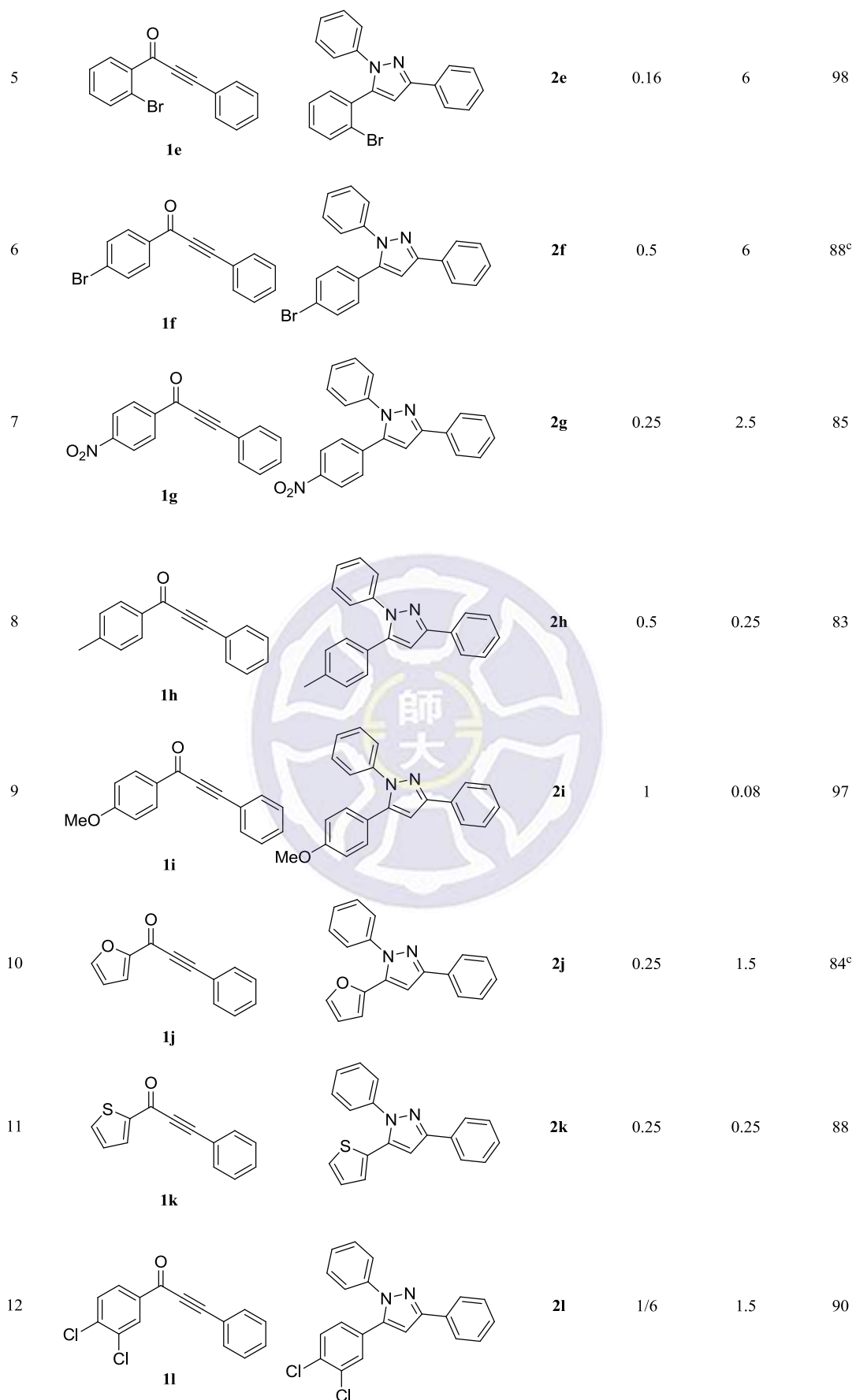
^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields. ^c Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard.

根據表 1.4 及 1.5 的結果，顯示出酸的當量數會影響反應的速率，同時也會影響反應的選擇性，當酸的量較少時，反應時間會延長但同時能保有較好的選擇性；酸的量增大時，雖然能有效的縮短反應時間，但卻會使得產物的選擇性下降。基於上述的結果可以得知，我們將酸的當量數固定為 2 當量，同時溫度提升至 70°C 迴流為最佳條件，對起始物 **1** 進行取代基的置換，以探討此方法對於各種取代基的適用性，如表 1.6 所示：

表 1.6 具不同取代基之二苯基丙炔酮進行反應



Entry ^a	Substrate	Product	t ₁ (h)	t ₂ (h)	Yield(%) ^b
1			0.16	0.25	100
2			0.16	4.5	99
3			1	0.33	100
4			0.5	0.75	94



^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields. ^c The reaction was performed by using 1 eq. TFA.

根據所置換的官能基，當 2 號位上具有取代基如 2-Cl、2-Br (entries 2、5)，在第二步的取代合環反應所需的時間相對於其他取代基明顯較長，顯示反應中 2 號位具有取代基時的立體障礙較大，但產率並未因此下降，代表本方法對二號取代基起始物仍有不錯的反應活性。而取代基為 4-Br 及呋喃 (entries 6、10)，反應產生了兩種異構物，因此根據先前條件的篩選，將酸性試劑的量由兩當量降低為一當量時，希望能提高反應的選擇性得到單一化的產物。4-Br 取代基第二步的反應時間雖延長至六小時，但是提高了產物的選擇性，可以得到 88% 單一化的 **2f** 產物；而呋喃取代基則是能在第二步反應時間為九十分鐘後得到 84% 單一化的 **2j** 產物。

總體而言，針對多種取代基的試驗中，皆能在兩步總反應時間約兩小時內得到 80% 至 99% 的高產率，且在光譜中均未見到另一種副產物，而使用呋喃(furan)、噻吩(thiophene)的雜環分子作為取代基，也能得到 84% 及 88% 的高產率。

之後希望能變更起始物 **1** 的 R^2 取代基，當 R^2 取代基為脂肪族取代時，我們參考並改變了 Tsai 教授及其研究團隊於 2009 年報導的合成方法⁹，使用 acyl chloride 及不同的 terminal alkyne，在 trimethylamine 做為鹼的條件下，利用醋酸鈀配合碘化亞銅(copper iodide)以及三苯基磷(triphenylphosphine)催化進行耦合反應，如圖 1.16 所示。

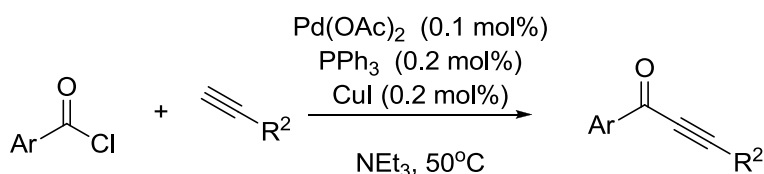


圖 1.16 以鈀試劑催化耦合反應

在得到不同 R² 取代基的起始物 **1** 後，希望以同樣的實驗方法嘗試以嗎啉以及三氟乙酸、苯肼進行一鍋化反應，期望能得到 R² 具有不同取代基的吡唑衍生物，反應結果如下表 1.7 所示：

表 1.7 更換 R² 取代基進行反應

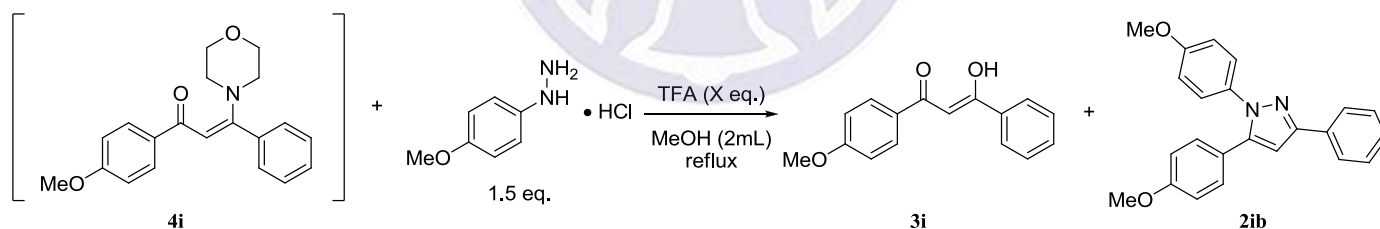
Entry ^a	Substrate	Product	t ₁ (h)	t ₂ (h)	Yield(%) ^b
1			1	0.5	97
2			0.5	0.25	87
3			0.5	0.08	83
4			1	0.66	79
5			1	0.25	75
6			2	3	75

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields.

由上表得知，改變 R² 苯環上的取代基對反應的結果影響不大，嘗試將 R² 變換為脂肪族(entries 3、4、5)時，產率略為下降，但仍能保持在 75% 至 83%，推測可能是由於 R² 沒有芳香環的結構，使得中間產物的共振形式較少而相對不穩定。而 entry 6 的起始物是直接購自廠商，為完全沒有芳香環的起始物，反應時間較長共 5 小時，但仍有 75% 的產率，證明本論文方法也能順利合成出非芳香環的化合物。

最後是對於 R³，即苯胍試劑芳香環的取代基置換，市面上販售具取代基的苯胍，為使藥品穩定，多屬含鹽酸之苯胍酸式鹽。而本實驗一鍋化的第二步驟是以苯胍試劑搭配酸性環境進行反應，因此我們嘗試直接將中間產物 **4** 與苯胍鹽酸鹽直接進行一鍋化反應，以具有 4-甲氧基取代的 **4i** 進行與酸式鹽的測試，結果如下表 1.8 所示：

表 1.8 更換 R² 取代基進行反應



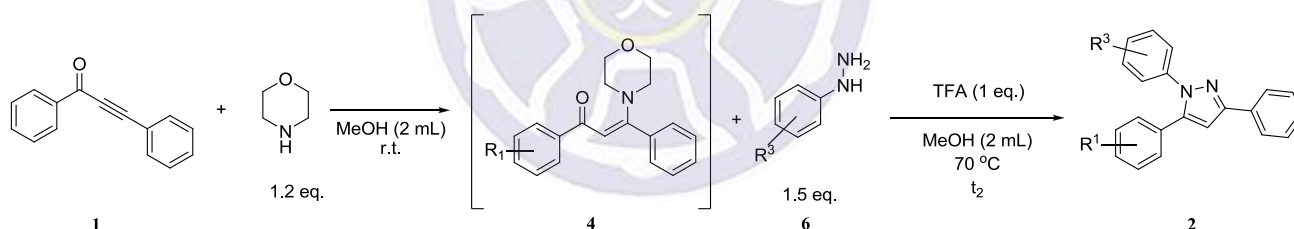
Entry ^a	X (eq.)	time (h)	3i (%) ^b	2ib (%) ^b
1	none	3 ^c	9	76
2	2	0.33	39	19

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard. ^c Reaction uncompleted until added 2 eq. TFA

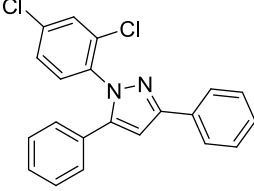
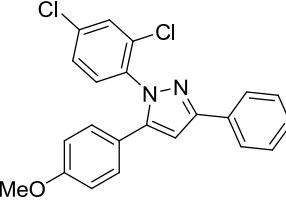
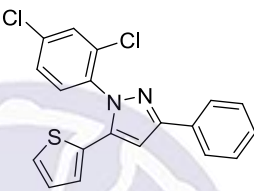
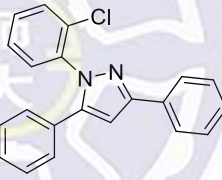
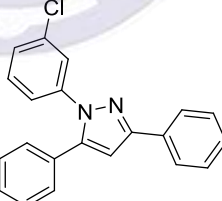
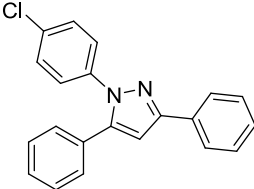
由實驗結果觀察知道，直接以苯胼鹽酸鹽與中間產物 **4i** 進行反應時，會產生副產物 **3i**，即中間產物 **4i** 直接與酸性試劑進行水解反應之產物。推測原因在於直接以苯胼鹽酸鹽進行加成合環反應的活性極差，使得酸性試劑得以與之競爭，對中間產物 **4i** 行水解反應。因此 entry 1 中未加入三氟乙酸，而以苯胼鹽酸鹽直接反應的時間長達三小時，且再加入兩當量三氟乙酸後反應才能結束，得到 76% 的 **2ib** 及 9% 的 **3i** 產物。而 entry 2 由於反應一開始就加入苯胼鹽酸鹽試劑及三氟乙酸，因此中間產物 **4i** 大多直接和酸性試劑反應，而產生了 39% 的產物 **3i**，只能得到 19% 預期的產物 **2ib**。

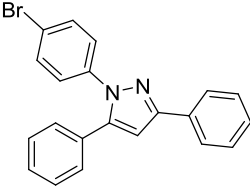
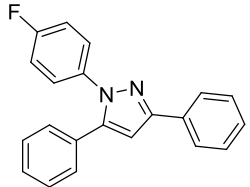
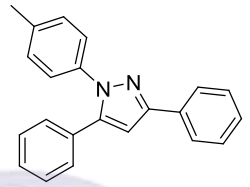
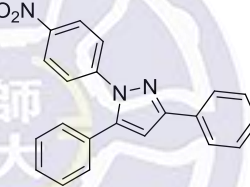
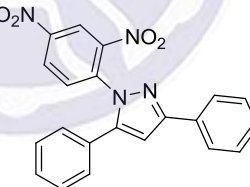
由於苯胼鹽酸鹽的反應活性極差，因此改以鹼性溶劑將苯胼酸式鹽先經中和，得到純化後的苯胼後，再以先前找到的最佳化條件進行一鍋化反應，反應結果如下表 1.9 所示：

表 1.9 對 R³ 做取代基的置換以進行反應



Entry ^a	Substrate 1	R ³	Product	t ₂ (h)	Yield(%) ^b	
1	1a	4-OMe		2ab	6	83
2	1i	4-OMe		2ib	2.5	100

3	1a	2,4-Cl		2ac	0.33	93
4	1i	2,4-Cl		2ic	0.16	95
5	1k	2,4-Cl		2kc	0.16	77 ^c
6	1a	2-Cl		2ad	0.33	100
7	1a	3-Cl		2ae	0.33	100
8	1a	4-Cl		2af	0.5	95

9	1a	4-Br		2ag	0.5	77
10	1a	4-F		2ah	0.5	72
11	1a	4-Me		2ai	0.5	92
12	1a	4-NO ₂		2aj	2.5	N.D.
13	1a	2,4-NO ₂		2ak	0.25	N.D.

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated Yields. ^c The reaction was performed by using 2eq. TFA.

純化後的苯胼可直接與中間產物 **4** 進行取代合環反應，並且不會有起始物的殘留。但由於苯環上帶有取代基的苯胼反應活性較差，若以兩當量的酸做為催化劑，中間產物 **4** 仍然會和酸行水解作用形成產物 **3**。因此使用具有取代基的苯胼進行反應時，需將酸的當量降至一當量進行反應，也因為酸的當量數降低，造成部分反應如 entries 1、2 所需的反應時間較長。而具有

噻吩取代基的試驗(entry 6)產率較低，降至 77%，推測可能是噻吩為雜環系統，反應性較一般苯環不同所致。

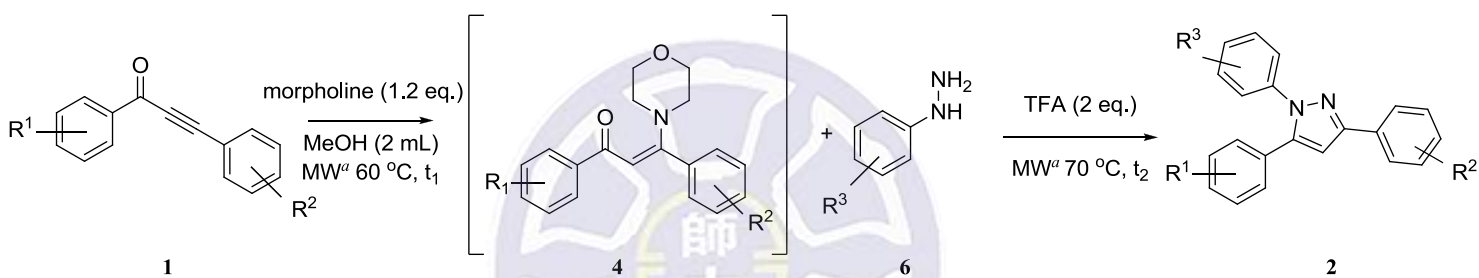
倘若將 R^3 環上的取代基替換為硝基(enteries 13、14)，則會由於硝基的強拉電子性，使得反應的活性極差，產生的產物為直接進行水解反應的化合物 **3**，也證明前段 R^3 具取代基時反應性較差的推論。整體而言，更換 R^3 取代基，產率多落在 70%至 99%不等，仍算是不錯的產率，可看出 R^3 取代基的更換上，除了反應性較弱的具硝基取代的苯脒，本方法仍具有廣泛的應用性。

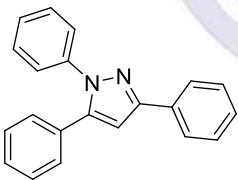
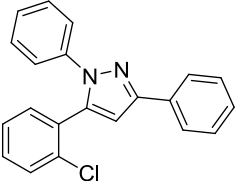
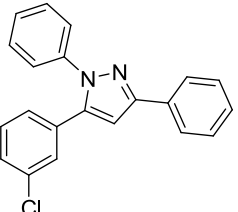


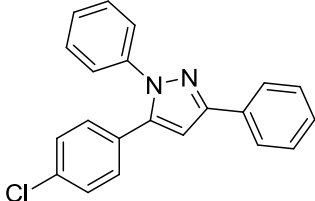
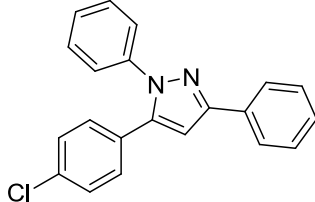
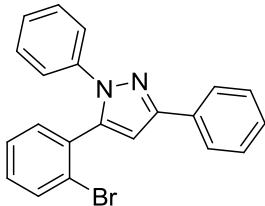
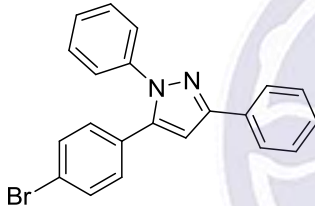
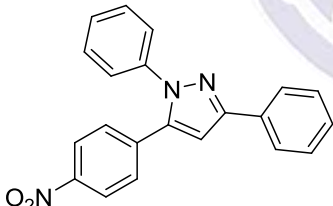
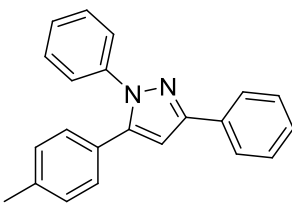
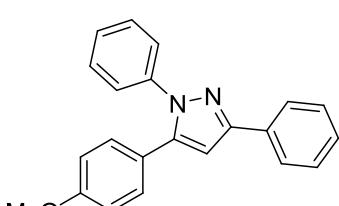
1-3-2、以微波加熱法改良傳統條件進行反應

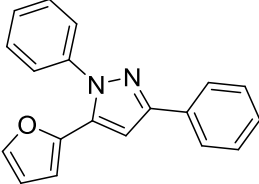
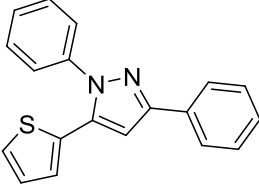
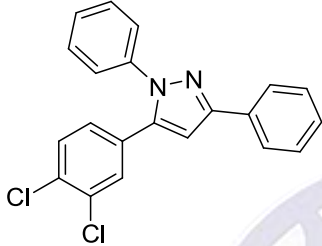
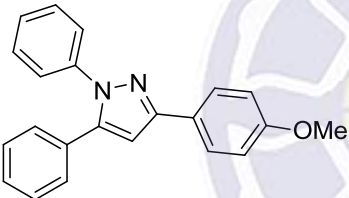
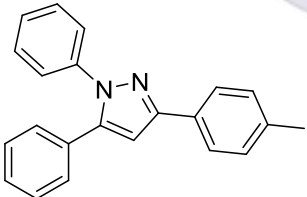
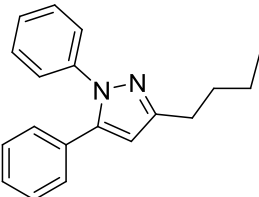
接續第一部份的最佳化條件，發現部分結果的反應時間仍長達數小時，因此期望能將此反應條件套用至微波加熱合成法中，期望能以微波加熱法高加熱效率、低能量散失的特性，來達成縮短反應時間、增高目標產物的產率之目的。因此想利用微波加熱器重複操作上述的試驗，其結果如下表 1.10 所示：

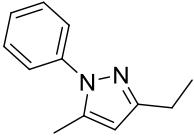
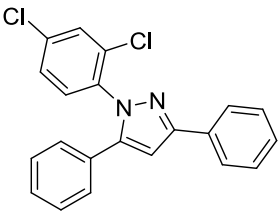
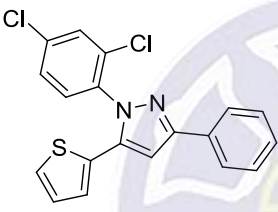
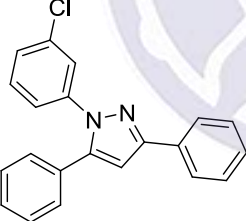
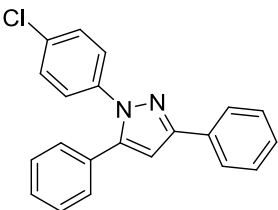
表 1.10 以微波加熱器進行吡唑合成反應



Entry ^b	Product	t ₁ (min)	t ₂ (min)	Yield(%) ^c
1	 2a	1	2	100
2	 2b	1	30	100
3	 2c	2	3	99

4		2d	2	5	82 ^{d,e}
5		2d	2	270	71 ^f
6		2e	1	70	91
7		2f	3	30	86
8		2g	1	60	58 ^f
9		2h	1	2	80
10		2i	2	4	100

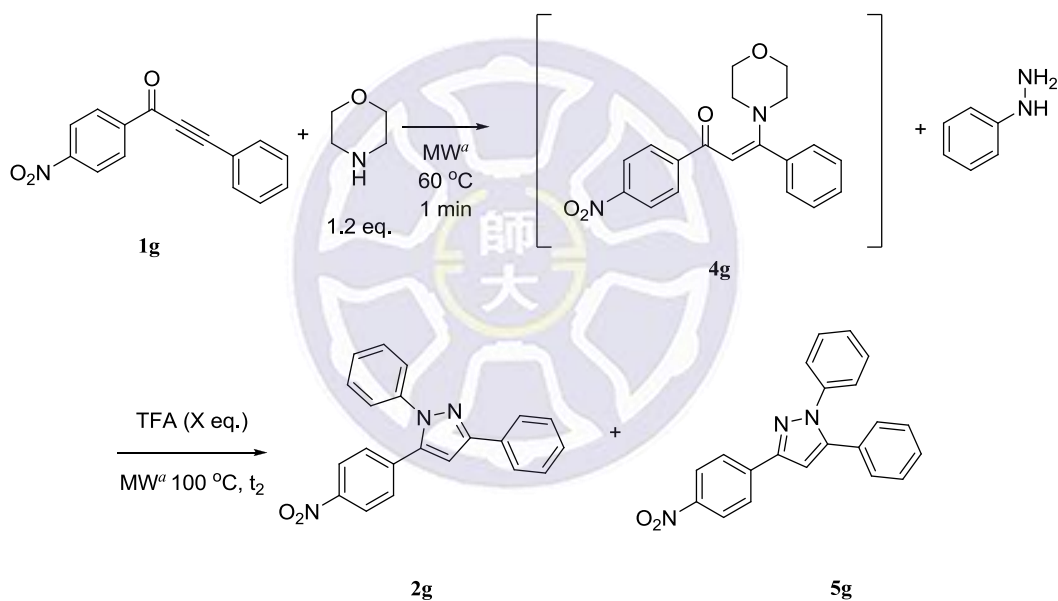
11		2j	1	15	100 ^d
12		2k	1	2	94
13		2l	2	25	95
14		2m	1	3	93
15		2n	1	2	89
16		2o	1	1	100

17		2r	2	30	88 ^d
18		2ac	1	2	77 ^d
19		2kc	1	2	99
20		2ac	1	10	88 ^d
21		2af	1	5	88 ^d

^a 200W, CEM Discover S-Class. ^b All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^c Isolated yields. ^d The reaction was performed by using 1 eq. TFA. ^e Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard, included 71% **2d** and 11% **5d**. ^f The reaction was performed by using 1~2 drop TFA.

實驗結果發現絕大多數的取代基皆能在總反應時間於 1 小時內完成一鍋化反應，如 R¹ 環在 2 號位具拉電子基的試驗(entries 2、6)，反應時間由原來的四至六小時，縮短至 1 小時左右結束，並且能維持原先的高產率。但 R¹ 環在 4 號位具拉電子基如 4-Cl 及 4-NO₂(entries 4、5、7)時，便會產生具取代基之苯環位於吡唑結構不同位置之異構物，因此逐步試驗將三氟乙酸當量數降至催化量 1 至 2 滴，同時將溫度提高至 100°C 維持反應活性，反應才得以完全結束。反應的測試以 4-硝基為例，如下表 1.11 所示。

表 1.11 改變酸之當量數與 4g 之結果



Entry ^b	X (eq.)	t ₂ (min)	4g (%) ^c	5g(%) ^c
1	2	45	48 ^c	9
2	2	20	40	20
3	1	40	86	7
4	0.5	45	73	9
5	1-2 drop	40	58	0

^a 200W, CEM Discover S-Class. ^b All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^c Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard. ^d The reaction was performed at 70 °C

如上圖所示，反應得到兩種產物 **2g** 及 **5g**，在將酸性試劑當量數降低後，方可得到單一化的產物，但此時反應時間延長，且產率有下降的現象發生，推測可能是當取代基於四號位為拉電子基時，微波加熱系統所提供的環境給予足夠能量，使得水解反應得以與合環反應競爭，生成兩種異構物，因此推測微波加熱方法並不適用於 4 號位具有拉電子基的化合物。



1-3-3、反應機構的探討

該反應之反應機構可以從文獻中知道，首先參考 2004 年 Bishop 的研究¹，當起始物 **1** 直接與苯胍試劑 **6** 進行反應，由於 1 號氮上的電子，相較於與苯環相連之 2 號氮上電子反應活性較佳，會和起始物 **1** 分別進行 1,4-或 1,2-加成反應。進行 1,4-加成反應會形成具取代基的 chalcone 結構，此時再由 2 號氮的電子對羰基進行加成反應，脫去一個水分子後便得到具吡唑結構的產物 **2**；而進行 1,2-加成反應則會產生具 C-N 雙鍵的 hydrazone 結構，此時再由 2 號氮的電子對 4 號位進行加成反應形成產物 **5**。此兩種反應機構如下圖 1.17 所示。

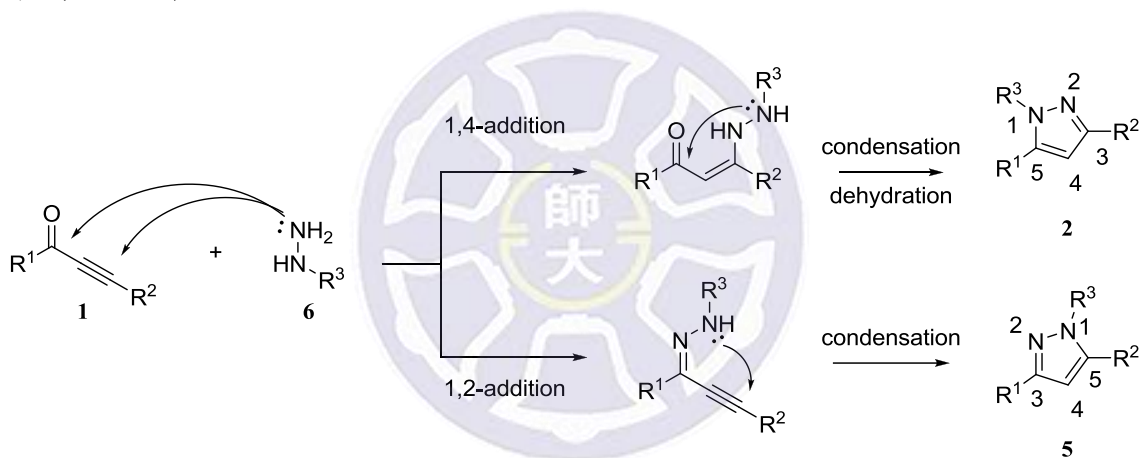


圖 1.17 以化合物 **1** 直接形成化合物 **4**、**5** 之反應機構

而在加入嗎啉與起始物 **1** 反應形成化合物 **4**，在酸性環境的催化下，嗎啉基團會被質子化，形成了帶正電的中間物，此中間物相較於起始物 **1** 為更好的麥可受體，可和水形成化合物 **3**，或是和苯胍進行 1,4 加成反應。若是以苯胍做為麥可供體進行加成反應，其 2 號氮上的電子則會再和羰基進行加成反應，脫去一個水分子後便得到具吡唑結構的產物 **2**，反應機構如下圖 1.18 所示。

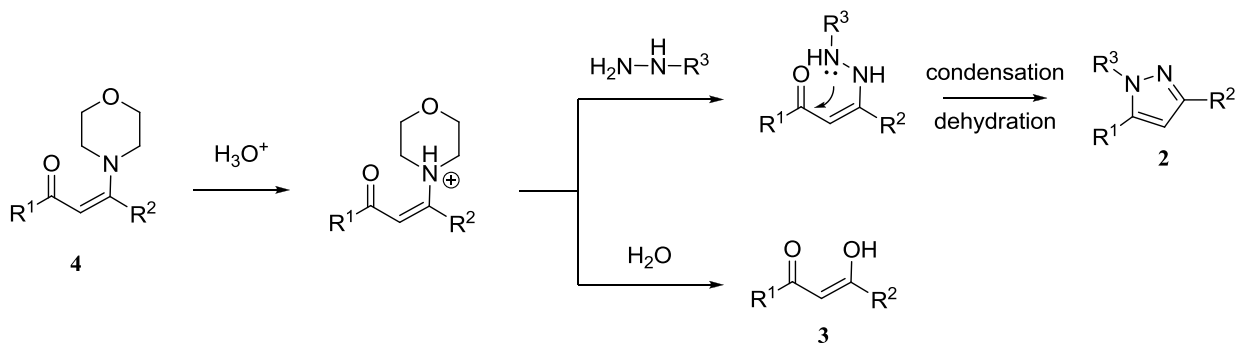


圖 1.18 以嗎啉試劑參與反應之反應機構

在水和苯胼共存的條件下，由於苯胼 1 號氮上電子的親核性較強，因此會優先和帶正電的中間體進行反應，使得化合物 2 成為主要產物，然而若將苯胼的反應活性降低，例如在苯胼上加上硝基等強拉電子基，則會使得水解的優先性大於苯胼，而使化合物 3 成為主要產物。

而當反應所加入的酸過多時，由於酸的濃度升高，使得酸有機會催化羰基的氧原子，使 2 號位的碳具有更強的正電性，進而讓苯胼進行 1,2-加成反應，再進一步合環形成具吡唑結構的產物 5，反應機構如下圖 1.19 所示。

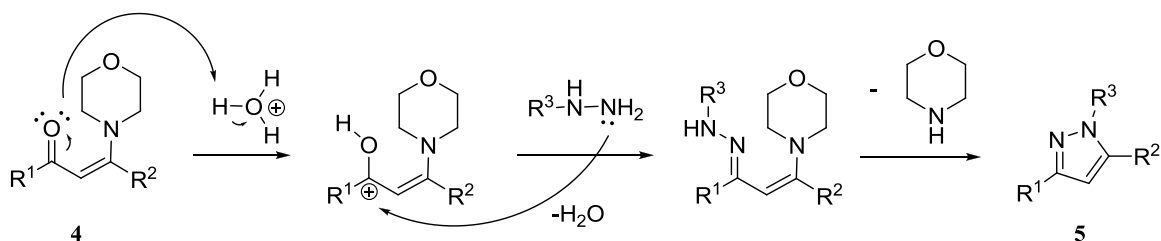


圖 1.19 化合物 3 進行 1,2-加成反應並合環形成產物 5 的反應機構

為了證明反應機構，我們以具 4-甲氧基的起始物 **1i**，以及 benzohydrazide 作為活性較低的苯胼試劑進行本反應，可以順利得到未脫去

水分子的中間產物，並由 X-ray 繞射光譜確認其結構，其結構圖如下圖 1.20 所示。

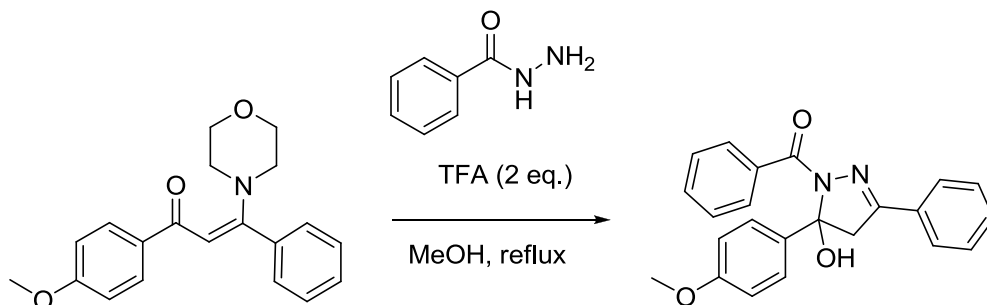
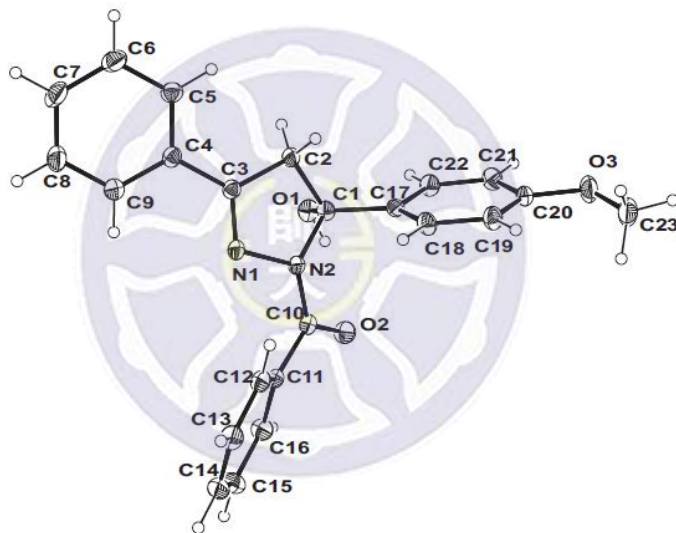
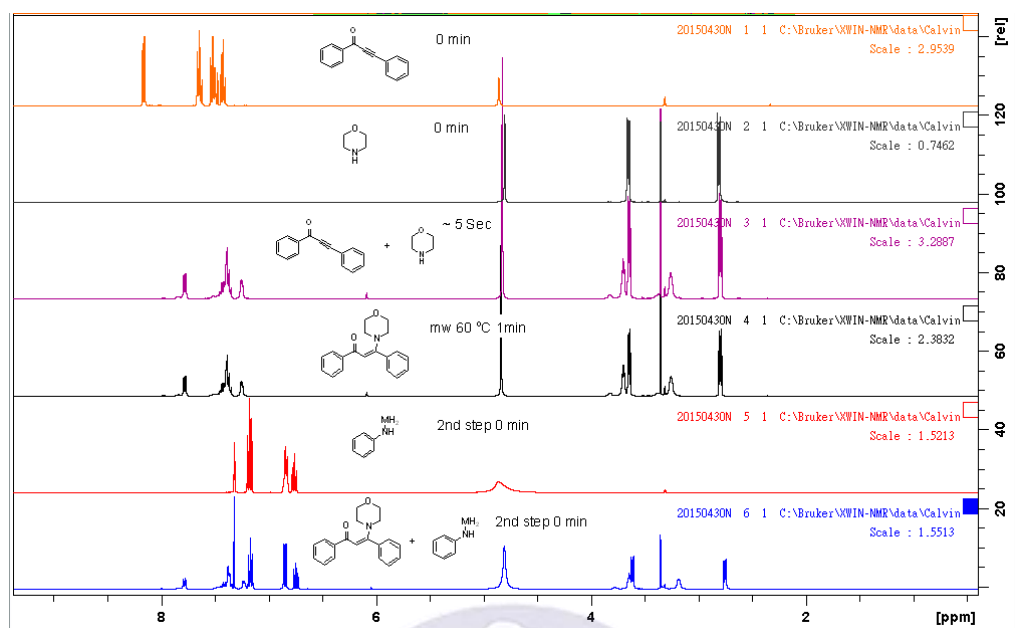


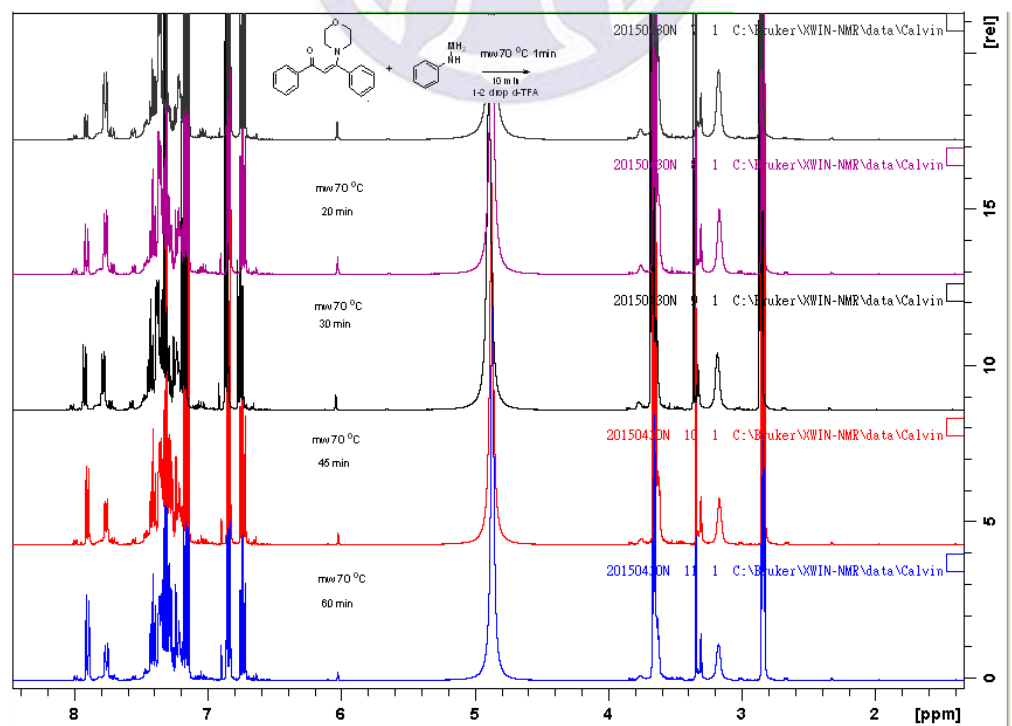
圖 1.20 以 benzohydrazide 得到未脫水的中間產物



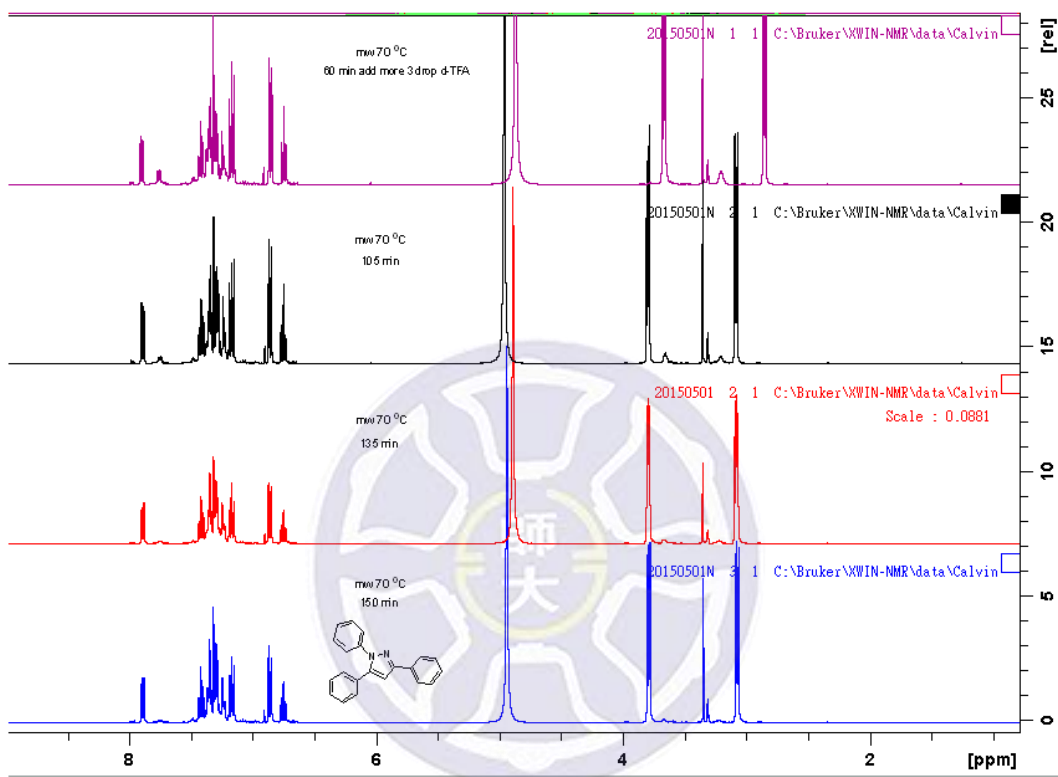
最後以 NMR 光譜追蹤反應的過程，將所使用的試劑改為氘代溶劑，同時為了能追蹤反應的過程，將酸的當量數降至 1-2 滴，使反應可以延長以便持續追蹤反應的進行，其結果如下圖所示：



首先先將二苯基丙炔酮 **1** 及嗎啉分別偵測 NMR 光譜圖，將兩者混合後，在室溫即可以反應生成具嗎啉取代基的中間物 **4**。另外將苯肼試劑測定 NMR 光譜後，與中間物 **4** 混合。



苯胼試劑與中間物 **4** 混合後，加入 1-2 滴的 TFA，並以微波加熱十分鐘，便開始產生產物的特徵峰，即上圖中化學位移最高之訊號，以 10-15 分鐘為一單位追蹤反應，可以發現產物的特徵峰逐漸升高，而中間物 **4** 的特徵峰逐漸縮小。



於反應到達 60 分鐘時，再加入 3-5 滴 TFA 以促進反應的進行，當反應持續加熱共 150 分鐘時，中間物 **4** 的特徵峰完全消失，僅剩產物及部分未完全反應之苯胼的特徵峰。

就 NMR 光譜對本反應的追蹤觀察，首先可以證明本反應中確實有中間物 **4** 的生成，且以中間物 **4** 與苯胼反應的過程中，未發現其他的訊號產生，說明了取代合環的過程沒有產生其他的中間物，且以中間物 **4** 作為麥可受體，與苯胼試劑反應的速度極快，在加成後直接合環形成具吡唑結構的化合物 **2**。

1-3-3、結論

本論文研究成功地發展有效率且適用性廣的有機合成途徑，使用嗎啉進行 1,4-加成反應，形成一個好的離去基後，再以苯脒試劑於酸性環境下行取代嗎啉官能基，並由 2 號氮原子與羰基進行縮合反應，形成 1,3,5 號位具取代基的吡唑結構。

本合成方法的特點在於反應快速、產率高以及適用性廣，同時本反應在適當條件下幾乎沒有副產物產生。除了傳統加熱法可使用外，亦可以套用至微波加熱條件下進行相同的反應，於更短的時間內得到吡唑產物，對於具取代基的苯環取代基及脂肪族取代基的試驗，都能有很好的結果。



1-4、實驗部分

1-4-1、一般實驗方法

1.核磁共振光譜(Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy)，簡稱(NMR): 以 Bruker Avance 400 或 Bruker Avance III HD 400 核磁共振光譜儀做為測定儀器，樣品之溶劑為含氘代氯仿(CDCl_3)或氘代二甲基亞砜($\text{DMSO-}d_6$)。化學位移(chemical shift)以 ppm 為單位， $^1\text{H-NMR}$ 光譜化學位移以氯仿(chloroform)為內標準，定義其化學位移為 $\delta=7.26$ ppm。 $^1\text{H-NMR}$ 光譜分裂形式(splitting pattern)的定義：s，單重峰(singlet)；d，雙重峰(doublet)；t，三重峰(triplet)；q，單重峰(quartet)；quint，五重峰(quintet)；m，多重峰(multiplet)。偶合常數(couple constant)以 J 表示，單位為 Hz。光譜數據之紀錄依序是：化學位移(分裂形式，偶合常數，氫數)。 $^{13}\text{C-NMR}$ 光譜是以同型儀器操作，化學位移以氘代氯仿(CDCl_3)為內標準，定義其化學位移為 $\delta=77.23$ ppm。

2. 薄層色層分析片(Thin Layer Chromatography，簡稱 TLC)：使用 Merck silica gel 60 F₂₅₄ 的鋁箔薄片展開後，以紫外燈或顯色液來檢視薄層色層分析片。

3. 管柱色層分析(Column Chromatography)：使用 Merck Geduran® Si 60 (0.063-0.200 nm) 作為填充物，用加壓快速層析(flash column chromatography)，依 Still 的操作方法來分離。沖提液(eluent)若是兩種溶劑系統，是以體積比值而配置，記錄方法為兩種溶劑之體積比值。

4. 質譜(Mass spectroscopy，簡稱 MS)：低解析質譜(Low Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 LRMS)：是委託師大黃岫妮助教以 Finnigan TSQ 700 EI, LCQ advantage ESI spectrometer。高解析質譜(High Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 HRMS)：委託師大黃岫妮助教以 JEOL JMS 700，以及中

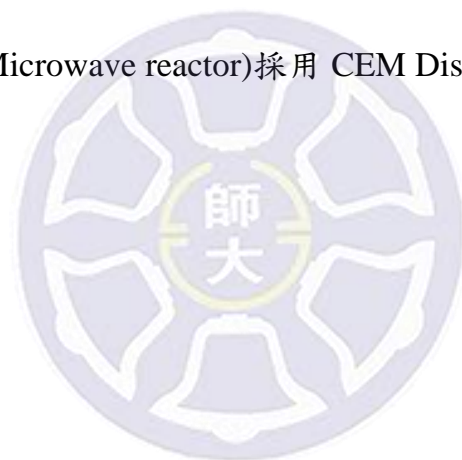
研院林品佑小姐以 JEOL JMS 700、Applied Biosystem, DE-PRO 或 Waters, LCT 代為測定。紀錄形式為質量/電荷(m/z)

5.X-光單晶繞射光譜：使用 Nonius Kappa CCD 及 Bruker Kappa APEX II 作為測定儀器。是委託郭頂審助教及科技部台北貴重儀器使用中心代測。

6.熔點(melting point，簡稱 mp)：是由 Mel-Temp 熔點測定儀器所測定。此儀器並未做校正。

7.所有反應物和溶劑均為試藥級或分析級，若需進一步純化或乾燥，則依標準處理手續。

8.聚焦式微波合成儀(Microwave reactor)採用 CEM Discover S-Class。



1-4-2、實驗步驟

1. 合成起始物 **1** 的合成步驟：

在氮氣環境下，秤取 10 mmol (1 eq.) 的苯醌氯，接著加入 10 mL 的無水二氯甲烷，再加入 10 mmol (1 eq.) 苯乙炔，接著在冰浴下緩緩加入 10 mmol (1 eq.) 三乙胺，最後再加入 0.2 mmol (0.02 eq.) 醋酸鈮(II)，於室溫下反應，以 TLC 片確認反應結束，利用二氯甲烷萃取三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **1a-1n**。

2. 合成化合物 **3** 的實驗步驟

取 1 mmol(1 eq.) 的起始物 **1**，以 1 mL 的甲醇溶解，再將 1.2 mmol (1.2 eq.) 的嗎啉試劑溶於 1 mL 的甲醇中，將含嗎啉的溶液加入含起始物 **1** 的溶液中，於室溫下反應，以 TLC 片確認起始物 **1** 反應完畢及中間物 **3** 的產生。再加入酸性試劑於室溫下反應，以 TLC 確認反應結束，以乙酸乙酯萃取三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **3**。

3. 合成化合物 **2a-2ak** 的實驗步驟：

取 0.5 mmol(1 eq.) 的起始物 **1a-1r**，以 1 mL 的甲醇溶解，再將 0.6 mmol (1.2 eq.) 的嗎啉試劑溶於 1 mL 的甲醇中，將含嗎啉的溶液加入含起始物 **1a-1r** 的溶液中，於室溫下反應，以 TLC 片確認起始物 **1a-1r** 反應完畢及中間物 **4a-4r** 的產生。再依序加入 0.75 mmol(1.5 eq.) 苯肼試劑及 0.5-1.0 mmol(1eq.-2eq.) 三氟乙酸於反應瓶中，將溫度提升至 70°C，並持續使用 TLC 片追蹤，直到反應完全結束後以以乙酸乙酯萃取三次(3*10 mL)，收集有機

層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **2a-2ak**。

4. 以微波加熱法合成化合物 **2a-2o**、**2r**、**2ac**、**2kc**、**2ae**、**2af** 的實驗步驟：

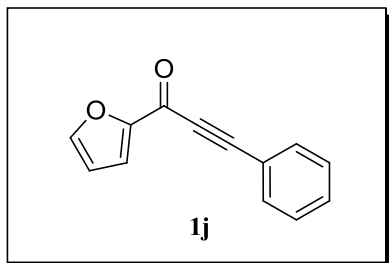
取 0.5 mmol(1 eq.)的起始物 **1a-1o**、**1r**，以 1 mL 的甲醇溶解，再將 0.6 mmol (1.2 eq.)的嗎啉試劑溶於 1 mL 的甲醇中，將含嗎啉的溶液加入含起始物 **1a-1r** 的溶液中，以微波加熱器於 60 °C 下進行反應，以 TLC 片確認起始物 **1a-1r** 反應完畢及中間物 **4a-4r** 的產生。在一鍋化的條件下依序加入 0.75 mmol(1.5 eq.)苯胼試劑及 0.5-1.0 mmol(1eq.-2eq.)三氟乙酸於反應瓶中，以微波加熱器將溫度提升至 70°C，並持續使用 TLC 片追蹤，直到反應完全結束後以以乙酸乙酯萃取三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **2a-2ak**。

1-5、參考文獻

1. Bishop, B. C.; Brands, K. M. J.; Gibb, A.D.; Kennedy, D. J. *Synthesis*, **2004**, *1*, 43-52.
2. Knorr, L. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **1883**, *16*, 2597-2599.
3. Togo, H.; Harigae, R.; Moriyama, K. *J. Org. Chem.* **2014**, *79*, 2049-2058.
4. Wang, L.; Zhang, Q.; Meng, L. G.; Wang, K. *Org. Lett.* **2015**, *17*, 872-875.
5. Wu, A. X.; Shu, W. M.; Zheng, K. L.; Ma, J. R.; Sun, H. Y.; Wang, M. *Org. Lett.* **2015**, *17*, 1914-1917.
6. Shia, K.- S.; Chu, C.- M.; Hung, M.- S.; Hsieh, M.- T.; Kuo, C.- W.; Suja, T. D.; Song, J. S. *Org. Biomol. Chem.* **2008**, *6*, 3399-3407.
7. 郭家銘，第二章 4',6'-二苯基-2'-羥基苯乙酮之合成研究，國立台灣師範大學化學系碩士論文，民 102[2013]。
8. Palimkar, S. S.; Kumar, P. H.; Jogdand, N. R.; Daniel, T.; Lahoti, R. J.; Kumar, V. S. *Tetrahedron Lett.* **2006**, *47*, 5527-5530.
9. Tsai, F. Y.; Chen, J. Y.; Lin, T. C.; Chen, S. C.; Chen, A. J.; Mou, C. Y. *Tetrahedron Lett.* **2009**, *65*, 10134-10141.

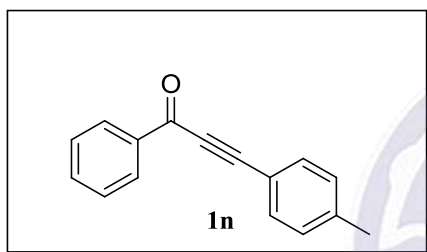
1-6、光譜資料

1-(furan-2-yl)-3-phenylprop-2-yn-1-one (1j)



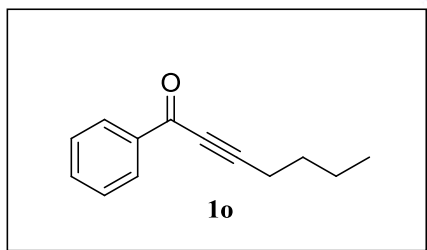
Brown oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.64 (s, 1H), 7.59-7.57 (m, 2H), 7.44-7.33 (m, 4H), 6.56-6.55 (m, 1H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 164.9, 153.3, 148.2, 133.2, 131.1, 128.8, 121.2, 120.0, 112.9, 92.1, 86.4 ; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{13}\text{H}_8\text{O}_2$ ($\text{M}+\text{H}$) 167.0602, found 197.0608.

1-phenyl-3-p-tolylprop-2-yn-1-one (1n)



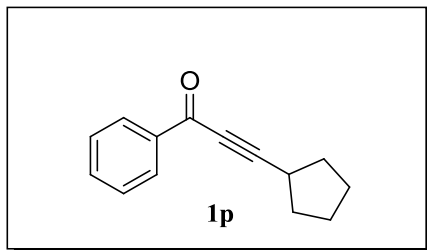
Brown solid with the melting point 59-60 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 8.23 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.65-7.58 (m, 3H), 7.52 (t, $J = 7.7$ Hz, 2H), 7.23 (d, $J = 8.2$ Hz, 2H), 2.41 (s, 3H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 178.3, 141.8, 137.2, 134.2, 133.3, 129.8, 129.7, 128.8, 117.2, 94.0, 87.0, 22.0; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}$ (M^+) 220.0888, found 220.0890.

1-phenylhept-2-yn-1-one (1o)



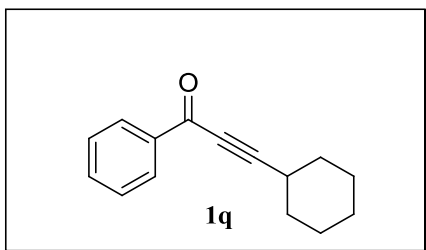
Yellow oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 8.13 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.58 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H), 7.46 (t, $J = 7.7$ Hz, 2H), 2.49 (t, $J = 7.1$ Hz, 2H), 1.68-1.61 (m, 2H), 1.54-1.44 (m, 2H), 0.95 (t, $J = 7.3$ Hz, 3H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 178.4, 137.1, 134.0, 19.7, 128.6, 97.0, 79.8, 30.0, 22.2, 19.0, 13.6; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}$ (M^+) 186.1045, found 186.1039.

3-cyclopentyl-1-phenylprop-2-yn-1-one (1p)



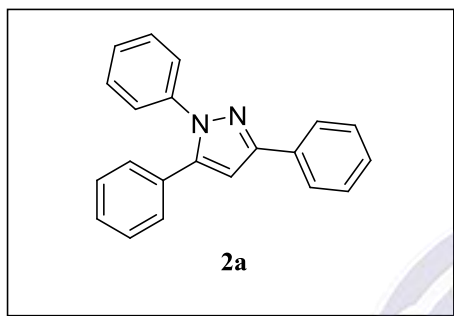
Yellow oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 8.13-8.10 (m, 2H), 7.60-7.56 (m, 1H), 7.48-7.44 (m, 2H), 2.91 (quin, $J = 7.1$ Hz, 1H), 2.08-2.02 (m, 2H), 1.85-1.76 (m, 4H), 1.68-1.61 (m, 2H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 178.5, 137.2, 134.0, 129.7, 128.6, 101.1, 79.3, 33.5, 30.4, 25.4; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}$ (M^+) 198.1045, found 198.1051.

3-cyclohexyl-1-phenylprop-2-yn-1-one (1q)



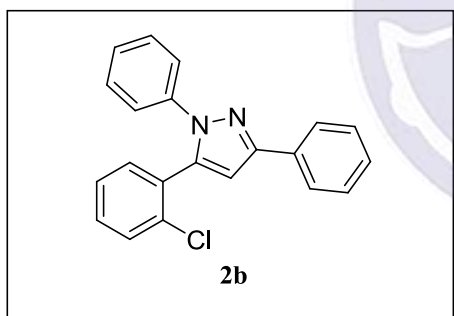
Yellow oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 8.15-8.13 (m, 2H), 7.58 (dd, $J = 7.3$ Hz, $J = 7.3$ Hz, 1H), 7.49-7.45 (m, 2H), 2.73-2.66 (m, 1H), 1.94-1.92 (m, 2H), 1.79-1.75 (m, 2H), 1.66-1.53 (m, 2H), 1.42-1.37 (m, 2H), 1.29-1.25 (m, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 178.5, 137.2, 134.0, 129.7, 128.6, 100.6, 79.7, 31.9, 29.6, 25.8, 24.9 HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}$ (M^+) 212.1201, found 212.1202.

1,3,5-triphenyl-1H-pyrazole (2a)



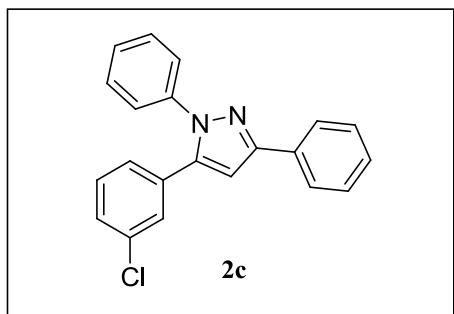
Brown solid with melting point of 142-143 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.95 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.45 (t, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.40-7.28 (m, 11H), 6.84 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.2, 144.6, 140.4, 133.2, 130.8, 129.1, 128.9, 128.8, 128.7, 128.5, 128.2, 127.6, 126.0, 125.5, 105.4; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{21}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Na}$ ($\text{M}^+\text{+Na}$) 319.1212, found 319.1224.

5-(2-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2b)



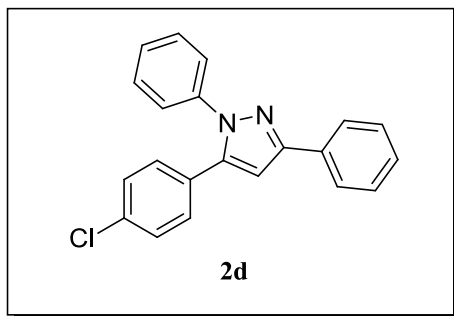
Brown oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.96 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.46-7.24 (m, 12H), 6.85 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 151.2, 141.3, 140.2, 134.2, 133.1, 132.3, 130.5, 130.4, 130.2, 129.0, 128.8, 127.3, 126.9, 126.0, 124.2, 107.0; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{Na}$ ($\text{M}^+\text{+Na}$) 353.0822, found 353.0839.

5-(3-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2c)



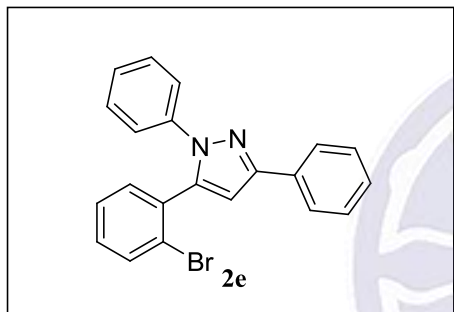
Brown oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.93 (d, $J = 7.9$ Hz, 2H), 7.44 (t, $J = 15.2$ Hz, 3H), 7.39-7.30 (m, 9H), 7.23 (t, $J = 15.6$ Hz, 1H), 6.85 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.3, 143.1, 140.0, 134.6, 133.0, 132.5, 129.9, 129.3, 128.9, 128.9, 128.6, 128.3, 128.0, 127.1, 126.0, 125.5, 105.7; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClN}_2$ ($\text{M}^+\text{+H}$) 330.0923, found 330.0938.

5-(4-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2d)



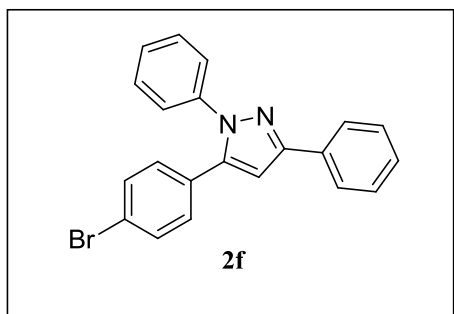
Yellow solid with melting point of 109-111 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.94 (d, $J = 7.44$ Hz, 2H), 7.45, (t, $J = 7.6$ Hz, 2H), 7.38-7.29 (m, 8H), 7.23-7.21 (m, 2H), 6.83(s, 1H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.3, 143.4, 140.1, 134.6, 133.1, 130.1, 129.2, 129.2, 129.0, 128.9, 129.3, 127.8, 126.0, 125.5, 105.5; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClN}_2$ ($\text{M}^+\text{+H}$) 331.1002, found 331.1012.

5-(2-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2e)



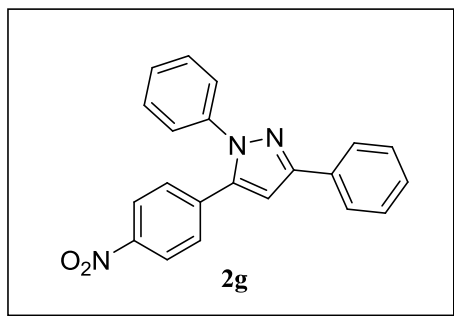
Yellow oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.86(d, $J = 7.8$ Hz, 2H), 7.51 (d, $J = 7.8$ Hz, 1H), 7.34(t, $J = 7.3$ Hz, 2H), 7.26-7.11 (m, 9H), 6.74 (s, 1H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 151.8, 142.8, 140.2, 133.3, 133.1, 132.6, 132.4, 130.5, 128.9, 128.8, 128.2, 127.4, 127.2, 126.0, 124.2, 106.9 ; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{BrN}_2\text{Na}$ ($\text{M}^+\text{+Na}$) 397.0316, found 397.0329.

5-(4-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2f)



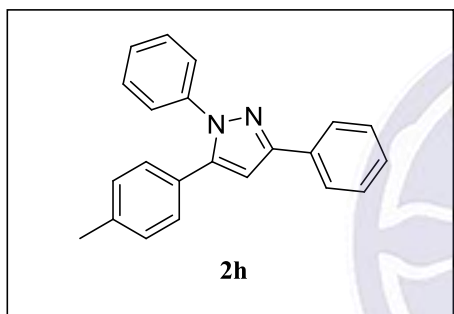
Orange solid with melting point of 127-129 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.93 (d, $J = 7.7$ Hz, 2H), 7.47-7.42 (m, 4H), 7.38-7.34(m, 6H), 7.17-7.13 (m, 2H), 6.83 (s, 1H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.3, 143.4, 140.1, 133.1, 131.9, 130.4, 129.7, 129.3, 128.9, 128.3, 127.9, 126.0, 125.5, 122.8, 105.5 ; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{BrN}_2\text{Na}$ ($\text{M}^+\text{+Na}$) 397.0316, found 397.0328.

5-(4-nitrophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2g)



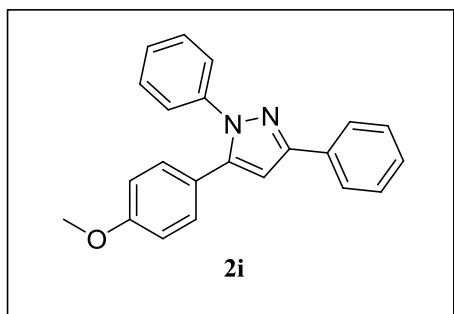
Black solid with melting point 161-163 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.12(d, *J* = 8.7 Hz, 2H), 7.92(d, *J* = 7.1 Hz, 2H), 7.47-7.34 (m, 10H), 6.95 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 152.6, 147.5, 142.2, 139.8, 136.9, 132.7, 129.5, 129.5, 129.0, 128.4, 126.0, 125.6, 124.0, 106.4 ; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₁H₁₅N₃O₂Na (M⁺+Na) 342.1242, found 342.1253.

1,3-diphenyl-5-p-tolyl-1H-pyrazole (2h)



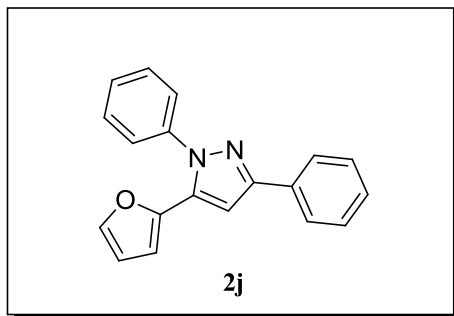
Yellow solid with melting point of 118-119°C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96 (d, *J* = 7.6 Hz, 2H), 7.48-7.30 (m, 8H), 7.17 (dd, *J* = 22.1 Hz, *J* = 8.1 Hz, 4H), 6.82 (s, 1H), 2.38 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 152.1, 144.7, 140.4, 138.4, 133.3, 129.4, 129.1, 128.8, 128.1, 127.9, 127.5, 126.0, 125.5, 105.1, 105.1, 21.4 ; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₈N₂Na (M⁺+Na) 333.1368, found 333.1382.

5-(4-methoxyphenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2i)



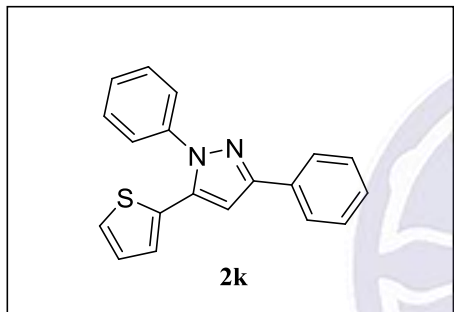
Brown solid with melting point of 76-78 °C ; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.94 (d, *J* = 7.6 Hz, 2H), 7.46-7.29(m, 8H), 6.86 (d, *J* = 8.76 Hz, 2H), 6.78(s, 1H), 3.81 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 159.8, 152.1, 144.4, 140.4, 133.3, 130.2, 129.1, 128.8, 128.1, 127.5, 126.0, 125.5, 123.2, 114.1, 104.9, 55.4 HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₈N₂ONa (M⁺+Na) 349.1317, found 349.1328.

5-(furan-2-yl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2j)



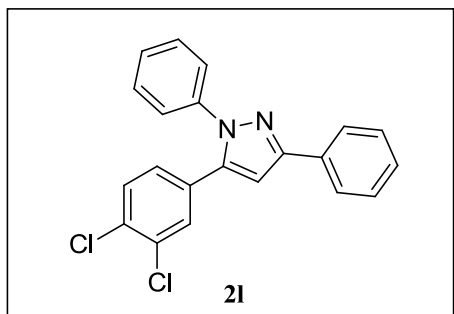
Brown oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.95 (d, $J = 7.6$ Hz, 2H), 7.53-7.43 (m, 8H), 7.36 (t, $J = 7.32$, 1H), 7.02 (s, 1H), 6.36 (dd, $J = 3.3$ Hz, $J = 1.8$ Hz, 1H), 6.01 (d, $J = 3.4$ Hz, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.2, 144.6, 142.7, 140.4, 135.9, 133.0, 129.2, 128.8, 128.7, 128.2, 126.2, 126.0, 114.4, 109.1, 103.5; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{O}$ ($\text{M}^+\text{+H}$) 287.1179, found 287.1180.

1,3-diphenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole (2k)



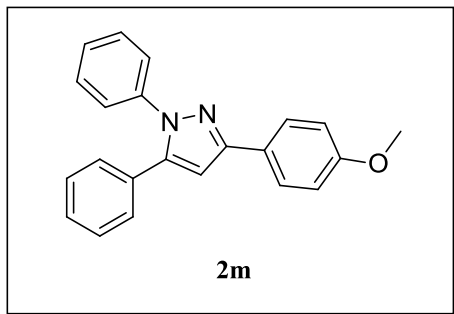
Orange solid with the melting point 109-111 $^\circ\text{C}$; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.94 (d, $J = 7.8$ Hz, 2H), 7.50-7.34 (m, 8H), 7.30 (d, $J = 4.9$ Hz, 1H), 6.97 (dd, $J = 5.0$ Hz, $J = 3.7$ Hz, 1H), 6.90 (s, 1H), 6.87 (d, $J = 3.6$ Hz, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 151.8, 142.8, 140.2, 133.3, 133.1, 132.6, 132.4, 130.5, 128.9, 128.8, 128.2, 127.4, 127.2, 126.0, 124.2, 106.99; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{SNa}$ ($\text{M}^+\text{+Na}$) 325.0776, found 325.0788.

5-(3,4-dichlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole (2l)



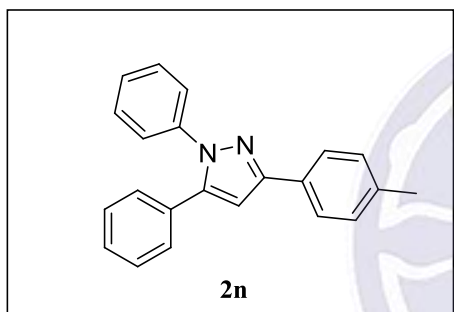
Brown oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.92 (d, $J = 7.5$ Hz, 2H), 7.47-7.35 (m, 10H), 7.02 (d, $J = 8.1$ Hz, 1H), 6.84 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.3, 142.0, 139.8, 132.9, 132.8, 132.7, 130.6, 130.5, 129.3, 129.3, 128.9, 128.4, 128.1, 128.0, 126.0, 125.5, 105.7; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2$ (M^+) 364.0534, found 364.0536.

3-(4-methoxyphenyl)-1,5-diphenyl-1H-pyrazole (2m)



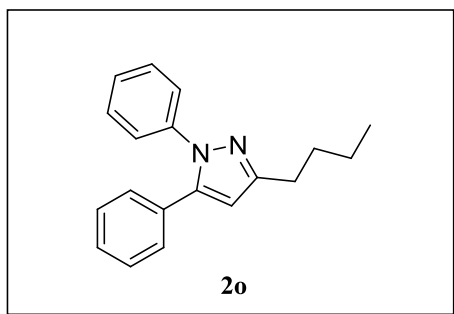
Brown solid with melting point of 141-142 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.87 (d, *J* = 7.1 Hz, 2H), 7.39-7.28 (m, 10H), 6.98 (d, 7.7 Hz, 2H), 6.76 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 159.8, 152.0, 144.5, 140.4, 130.9, 129.1, 128.9, 128.37, 128.4, 127.5, 127.3, 126.1, 125.5, 114.3, 105.0, 55.5; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₉N₂O (M⁺+H) 327.1497, found 327.1506.

1,5-diphenyl-3-p-tolyl-1H-pyrazole (2n)



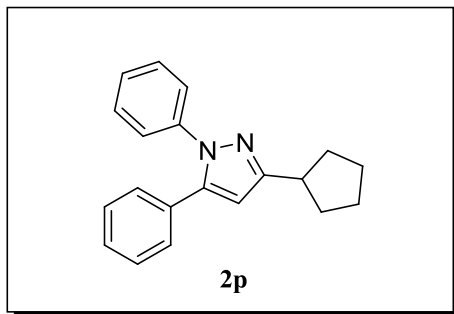
Brown solid with the melting point 132-134 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.85 (d, *J* = 8.2 Hz, 2H), 7.41-7.28 (m, 12H), 6.82 (s, 1H), 2.42 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 152.2, 144.5, 140.4, 138.0, 130.9, 13.4, 129.5, 129.1, 128.9, 128.6, 128.4, 127.5, 125.9, 125.5, 105.3, 21.5; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₈N₂ (M⁺) 310.1470, found 310.1465.

3-butyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole (2o)



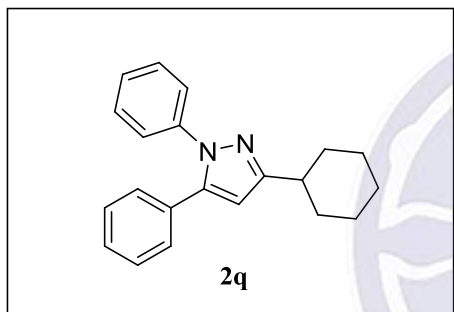
Brown oil; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.22-7.13 (m, 10H), 6.24 (s, 1H), 2.65 (t, *J* = 15.6 Hz, 2H), 1.65 (quin, *J* = 7.7 Hz, 2H), 1.38 (sex, *J* = 7.4Hz, 2H), 0.89 (t, *J* = 7.3 Hz, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 152.3, 142.0, 139.8, 132.9, 132.8, 132.7, 130.6, 130.5, 129.3, 129.3, 128.9, 128.4, 128.1, 128.0, 126.0, 125.5, 105.7 ; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₉H₂₀N₂ (M⁺) 276.1621, found 276.1629.

3-cyclopentyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole (2p)



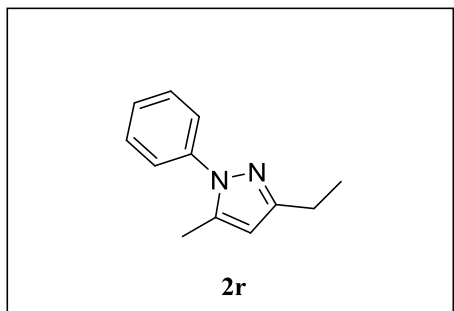
Yellow solid with the melting point 65-67 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.28-7.20 (m, 10H), 6.33 (s, 1H), 3.20 (quin, *J* = 7.9 Hz, 1H), 2.12 (t, *J* = 7.3 Hz, 2H), 1.82-1.67 (m, 6H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 158.4, 143.6, 140.4, 131.1, 129.9, 128.8, 128.5, 128.1, 127.1, 125.3, 105.5, 39.3, 33.7, 25.7; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₀H₂₁N₂ (M⁺+H) 289.1699, found 289.1699.

3-cyclohexyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole (2q)



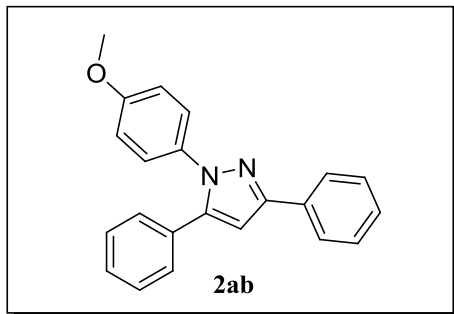
Brown oil; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.22-7.12 (m, 10H), 6.24 (s, 1H), 2.68 (tt, *J* = 11.5Hz, *J* = 3.5 Hz, 1H), 2.01-1.98 (m, 2H), 1.75 (dt, *J* = 12.4 Hz, *J* = 3.0Hz, 4H), 1.67-1.63 (m, 4H), 1.48-1.18 (m, 6H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 159.2, 143.4, 140.4, 131.2, 129.0, 128.8, 128.5, 128.1, 127.1, 125.3, 105.2, 37.9, 33.5, 26.6, 26.3; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₁H₂₃N₂ (M⁺+H) 303.1856, found 303.1860.

3-ethyl-5-methyl-1-phenyl-1H-pyrazole (2r)



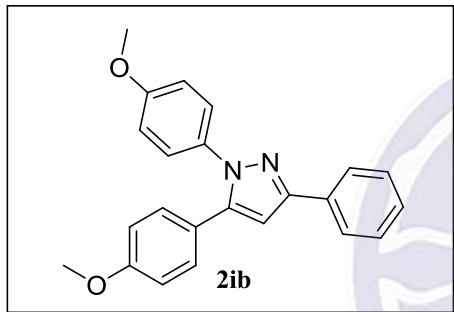
Brown oil; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.43 (d, *J* = 4.4 Hz, 4H), 7.33 (sex, *J* = 4.4 Hz, 1H), 6.03 (s, 1H), 2.68 (q, *J* = 7.6 Hz, 2H), 2.31 (s, 1H), 1.28 (t, *J* = 7.6 Hz, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 155.1, 140.1, 139.4, 129.1, 127.3, 124.9, 105.5, 21.6, 14.1, 12.6; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₂H₁₄N₂ (M⁺) 186.1157, found 186.1156.

1-(4-methoxyphenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ab)



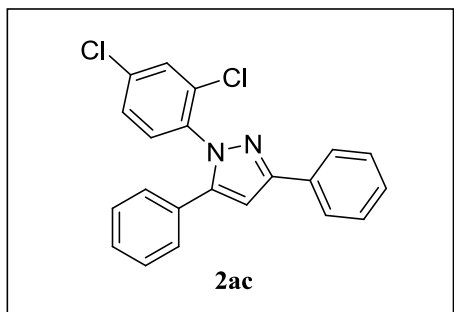
Brown solid with the melting point 117-118 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.91 (d, *J* = 7.0 Hz, 2H), 7.43 (t, *J* = 7.5 Hz, 2H), 7.36-7.27 (m, 8H), 6.87 (d, *J* = 9.0 Hz, 2H), 6.81 (s, 1H), 3.82 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 158.9, 151.7, 144.4, 133.5, 133.3, 130.7, 128.7, 128.7, 128.5, 128.2, 128.0, 126.8, 125.8, 114.2, 104.7, 55.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₈N₂O (M⁺) 326.1419, found 326.1425.

1,5-bis(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-1H-pyrazole (2ib)



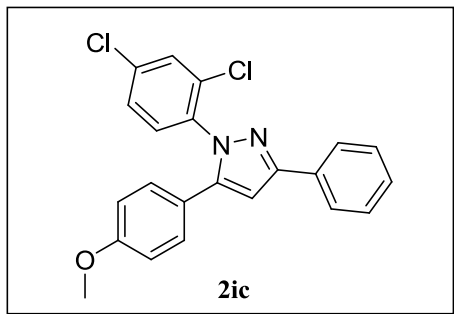
Brown solid with the melting point 93-94 °C ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.91 (d, *J* = 7.2 Hz, 2H), 7.42 (t, *J* = 7.5 Hz, 2H), 7.34 (d, *J* = 7.3 Hz, 1H), 7.29 (d, *J* = 9.0 Hz, 2H), 7.20 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H), 4.09 (dd, *J* = 12.2 Hz, *J* = 8.8 Hz, 4H), 6.75 (s, 1H), 3.82 (s, 1H), 3.81 (s, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 159.7, 158.9, 151.7, 144.4, 133.7, 133.4, 130.2, 128.8, 128.0, 126.9, 125.9, 123.2, 114.3, 114.1, 104.3, 55.7, 55.4; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₃H₂₀N₂O₂ (M⁺) 356.1525, found 356.1522.

1-(2,4-dichlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ac)



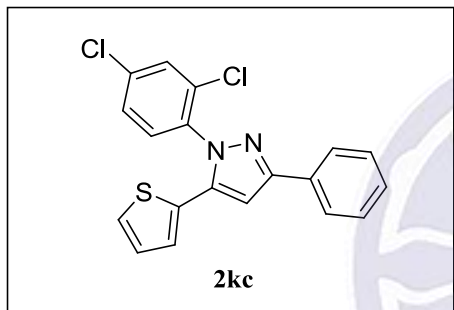
Yellow solid with the melting point 124-126 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.90 (d, *J* = 7.7 Hz, 2H), 7.46-7.23 (m, 11H), 6.86 (s, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 153.0, 146.6, 137.2, 135.7, 133.6, 133.0, 131.0, 130.5, 130.1, 128.9, 128.8, 128.7, 128.4, 128.2, 128.1, 126.1, 104.2; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₁H₁₄Cl₂N₂ (M⁺) 364.0534, found 364.0536.

1-(2,4-dichlorophenyl)-5-(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-1H-pyrazole (2ic)



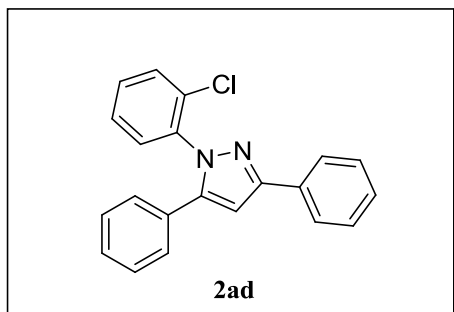
White solid with the melting point 130-133 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.90 (d, *J* = 7.20, 2H), 7.47-7.41 (m, 4H), 7.36-7.32 (m, 2H), 7.16 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 6.84-6.80 (m, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 159.9, 152.9, 146.4, 137.2, 135.5, 133.6, 133.1, 131.1, 130.5, 129.5, 128.9, 128.3, 128.1, 126.1, 122.5, 114.2, 103.5, 55.4; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₆Cl₂N₂O (M⁺) 394.0640, found 394.0634.

1-(2,4-dichlorophenyl)-3-phenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole (2kc)



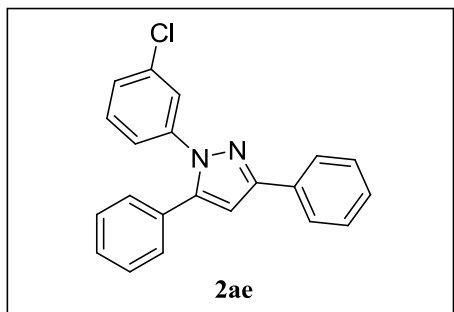
White solid with the melting point 141-142 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.90-7.88 (m, 2H), 7.54 (d, *J* = 2.2 Hz, 1H), 7.51 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.45-7.39 (m, 3H), 7.28-7.26 (m, 1H), 6.96 (dd, *J* = 5.1 Hz, *J* = 3.7 Hz, 1H), 6.93(s, 1H), 6.87-6.85 (m, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 153.0, 140.3, 136.7, 136.5, 134.6, 132.7, 131.4, 130.9, 130., 128.9, 128.5, 128.2, 127.7, 126.7, 126.6, 126.1, 103.6; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₉H₁₂Cl₂N₂S (M⁺) 370.0098, found 370.0096.

1-(2-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ad)



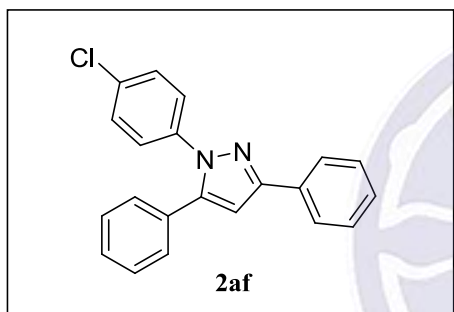
Red oil; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.94 (d, *J* = 7.2 Hz, 2H), 7.54-7.52 (m, 1H), 7.46-7.42 (m, 3H), 7.39-7.34 (m, 3H), 7.30-7.26 (m, 5H), 6.89 (s, 1H) ; ¹³C NMR (150 MHz, CDCl₃): δ 152.6, 146.5, 138.4, 133.2, 132.6, 130.6, 130.4, 130.3, 130.3, 128.8, 128.6, 128.5, 128.3, 128.1, 127.7, 126.1, 103.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₁H₁₅ClN₂ (M⁺) 330.0924, found 330.0925.

1-(3-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ae)



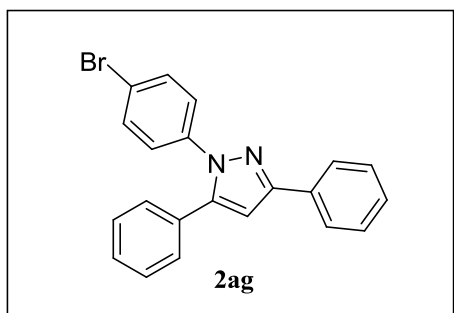
Yellow oil; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.81 (d, $J = 7.3$ Hz, 2H), 7.41 (dd, $J = 1.7$, $J = 1.7$, 1H), 7.32 (t, $J = 7.5$ Hz), 7.25-7.01(m, 9H), 6.69(s, 1H); ^{13}C NMR (150 MHz, CDCl_3): δ 152.5, 144.7, 141.3, 134.7, 132.9, 130.4, 129.9, 128.9, 128.9, 128.8, 128.8, 128.4, 127.6, 126.0, 125.4, 123.3, 105.9; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{ClN}_2$ (M^+) 330.0924, found 330.0925

1-(4-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2af)



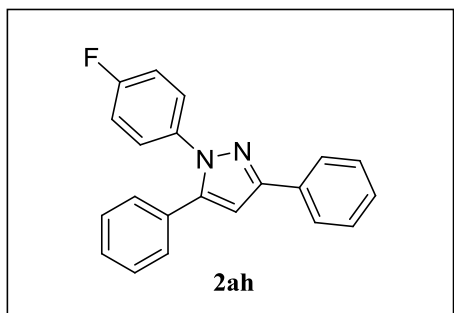
Yellow solid with the melting point 113-115 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.91 (d, $J = 8.0$ Hz, 2H), 7.44 (t, $J = 7.6$ Hz, 2H), 7.37-7.27 (m, 10H), 6.82 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.5, 144.6, 138.9, 133.2, 133.0, 130.5, 129.2, 129.0, 128.9, 128.9, 128.8, 128.4, 126.5, 126.0, 105.8; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{ClN}_2$ (M^+) 330.0924, found 330.0916.

1-(4-bromophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ag)



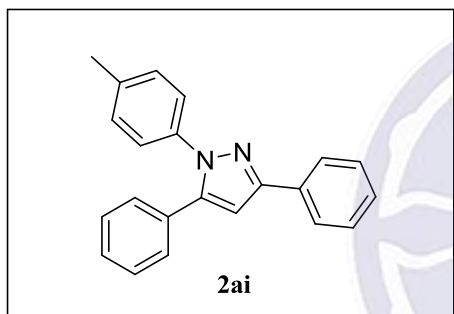
Orange solid with the melting point 141-142 °C; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.94 (d, $J = 7.1$ Hz, 2H), 7.51-7.44 (m, 4H), 7.40-7.35 (m, 4H), 7.33-7.27 (m, 4H), 6.84 (s, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 152.5, 144.6, 139.4, 133.0, 132.2, 130.5, 129.0, 128.9, 128.9, 128.7, 128.4, 126.8, 126.0, 121.1, 105.9; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{BrN}_2$ (M^+) 374.0419, found 374.0411.

1-(4-fluorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole (2ah)



Yellow solid with the melting point 108-110 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.92 (d, *J* = 7.4 Hz, 2H), 7.44 (t, *J* = 7.5 Hz, 2H), 7.37-7.34 (m, 6H), 7.29-7.26 (m, 2H), 7.05 (t, *J* = 8.5 Hz, 2H), 6.83 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 163.1, 160.6, 152.3, 144.7, 136.6, 136.5, 133.1, 130.6, 128.9, 128.9, 128.8, 128.6, 128.3, 127.3, 127.2, 126.0, 116.1, 115.9, 105.4; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₁H₁₅FN₂ (M⁺) 314.1219, found 314.1215.

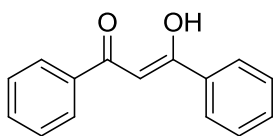
3,5-diphenyl-1-p-tolyl-1H-pyrazole (2ai)



White solid with the melting point 108-110 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.97-7.93 (m, 2H), 7.45 (t, *J* = 7.5 Hz, 2H), 7.37-7.26 (m, 8H), 7.17 (d, *J* = 8.3 Hz, 2H), 6.84 (s, 1H), 2.38 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 151.9, 144.5, 178.0, 137.5, 133.4, 130.9, 129.7, 128.9, 128.8, 128.6, 128.4, 128.1, 126.0, 125.4, 105.1, 21.3; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₂H₁₈N₂ (M⁺) 310.1470, found 310.1469.

1-7、X-ray

Single-Crystal X-ray diffraction of 3



3

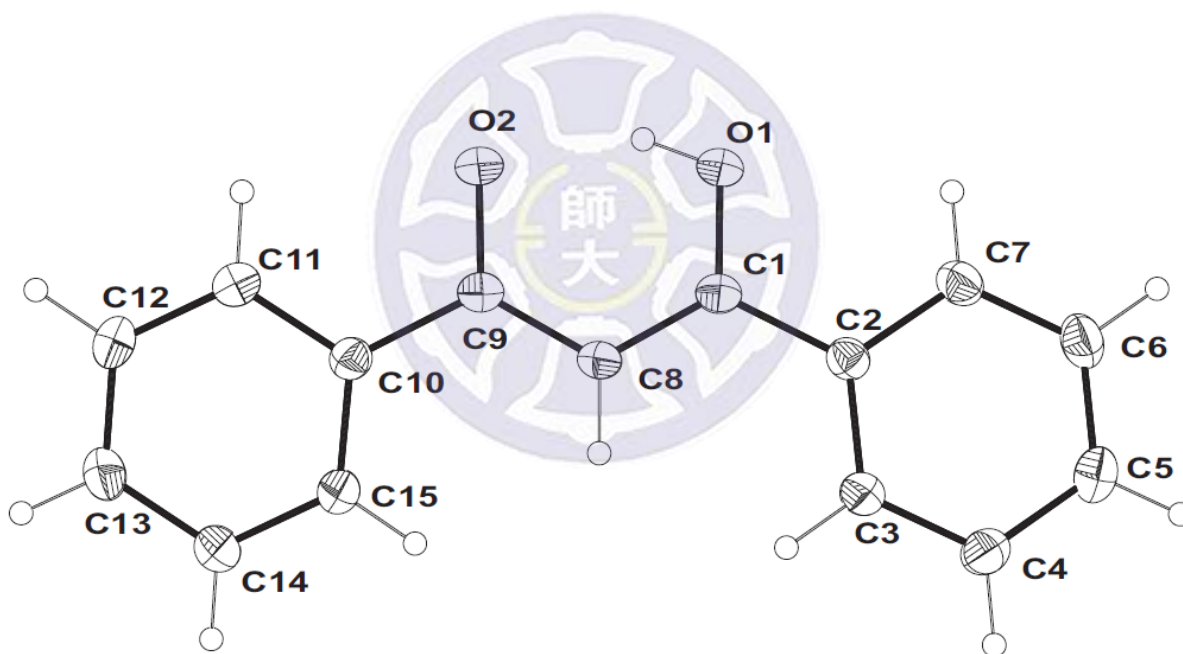
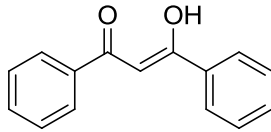


Table 1. Crystal data and structure refinement for 15109.

Identification code	15109	
Empirical formula	C ₁₅ H ₁₂ O ₂	
Formula weight	224.25	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 12.5499(5) Å	α = 90°.
	b = 11.8072(5) Å	β = 103.356(3)°.
	c = 7.8676(3) Å	γ = 90°.
Volume	1134.28(8) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.313 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.086 mm ⁻¹	
F(000)	472	
Crystal size	0.59 x 0.31 x 0.14 mm ³	
Theta range for data collection	1.67 to 25.26°.	
Index ranges	-13 ≤ h ≤ 15, -14 ≤ k ≤ 12, -9 ≤ l ≤ 7	
Reflections collected	7116	
Independent reflections	2049 [R(int) = 0.0386]	
Completeness to theta = 25.26°	99.8 %	
Absorption correction	multi-scan	

Max. and min. transmission	0.9880 and 0.9508
Refinement method	Full-matrix least-squares on F^2
Data / restraints / parameters	2049 / 0 / 154
Goodness-of-fit on F^2	1.105
Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0484, wR2 = 0.1397
R indices (all data)	R1 = 0.0720, wR2 = 0.1748
Largest diff. peak and hole	0.250 and -0.392 e. \AA^{-3}



Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for 15109. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	9311(2)	7960(2)	1408(2)	33(1)
C(2)	10349(2)	7594(2)	995(2)	33(1)
C(3)	10651(2)	6462(2)	999(3)	40(1)
C(4)	11630(2)	6151(2)	621(3)	46(1)
C(5)	12326(2)	6969(2)	235(3)	46(1)
C(6)	12036(2)	8093(2)	231(3)	48(1)
C(7)	11058(2)	8409(2)	608(3)	42(1)
C(8)	8525(2)	7216(2)	1751(2)	34(1)
C(9)	7560(2)	7621(2)	2128(2)	34(1)
C(10)	6679(2)	6864(2)	2445(3)	34(1)
C(11)	5814(2)	7322(2)	3031(3)	43(1)
C(12)	4965(2)	6652(2)	3276(3)	49(1)
C(13)	4952(2)	5519(2)	2923(3)	49(1)
C(14)	5813(2)	5045(2)	2358(4)	66(1)
C(15)	6667(2)	5714(2)	2121(3)	58(1)
O(1)	9151(1)	9042(1)	1430(2)	50(1)
O(2)	7387(1)	8695(1)	2200(2)	47(1)

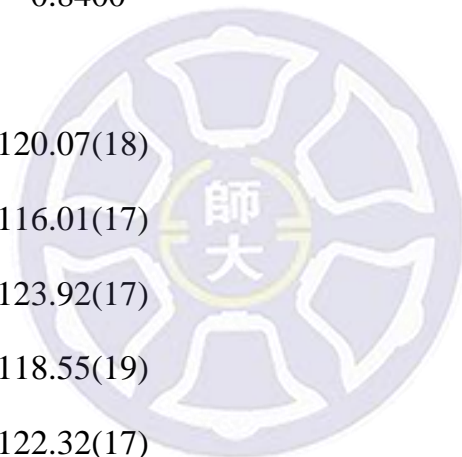


Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for 15109.

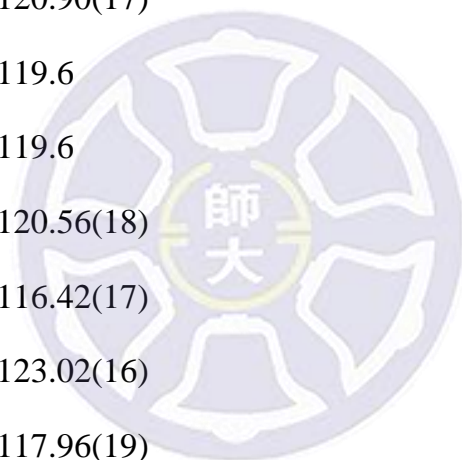
C(1)-O(1)	1.294(2)
C(1)-C(8)	1.392(3)
C(1)-C(2)	1.478(3)
C(2)-C(3)	1.389(3)
C(2)-C(7)	1.391(3)
C(3)-C(4)	1.380(3)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.382(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.376(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.379(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-H(7)	0.9500
C(8)-C(9)	1.396(3)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-O(2)	1.290(2)
C(9)-C(10)	1.486(3)
C(10)-C(15)	1.381(3)
C(10)-C(11)	1.383(3)
C(11)-C(12)	1.376(3)

C(11)-H(11)	0.9500
C(12)-C(13)	1.366(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-C(14)	1.379(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.378(3)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-H(15)	0.9500
O(1)-H(1)	0.8400

O(1)-C(1)-C(8)	120.07(18)
O(1)-C(1)-C(2)	116.01(17)
C(8)-C(1)-C(2)	123.92(17)
C(3)-C(2)-C(7)	118.55(19)
C(3)-C(2)-C(1)	122.32(17)
C(7)-C(2)-C(1)	119.13(18)
C(4)-C(3)-C(2)	120.80(19)
C(4)-C(3)-H(3)	119.6
C(2)-C(3)-H(3)	119.6
C(3)-C(4)-C(5)	120.1(2)
C(3)-C(4)-H(4)	120.0
C(5)-C(4)-H(4)	120.0
C(6)-C(5)-C(4)	119.6(2)



C(6)-C(5)-H(5)	120.2
C(4)-C(5)-H(5)	120.2
C(5)-C(6)-C(7)	120.55(19)
C(5)-C(6)-H(6)	119.7
C(7)-C(6)-H(6)	119.7
C(6)-C(7)-C(2)	120.4(2)
C(6)-C(7)-H(7)	119.8
C(2)-C(7)-H(7)	119.8
C(1)-C(8)-C(9)	120.90(17)
C(1)-C(8)-H(8)	119.6
C(9)-C(8)-H(8)	119.6
O(2)-C(9)-C(8)	120.56(18)
O(2)-C(9)-C(10)	116.42(17)
C(8)-C(9)-C(10)	123.02(16)
C(15)-C(10)-C(11)	117.96(19)
C(15)-C(10)-C(9)	122.51(18)
C(11)-C(10)-C(9)	119.50(17)
C(12)-C(11)-C(10)	121.04(19)
C(12)-C(11)-H(11)	119.5
C(10)-C(11)-H(11)	119.5
C(13)-C(12)-C(11)	120.5(2)
C(13)-C(12)-H(12)	119.8
C(11)-C(12)-H(12)	119.8



C(12)-C(13)-C(14)	119.3(2)
C(12)-C(13)-H(13)	120.4
C(14)-C(13)-H(13)	120.4
C(15)-C(14)-C(13)	120.2(2)
C(15)-C(14)-H(14)	119.9
C(13)-C(14)-H(14)	119.9
C(14)-C(15)-C(10)	121.0(2)
C(14)-C(15)-H(15)	119.5
C(10)-C(15)-H(15)	119.5
C(1)-O(1)-H(1)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

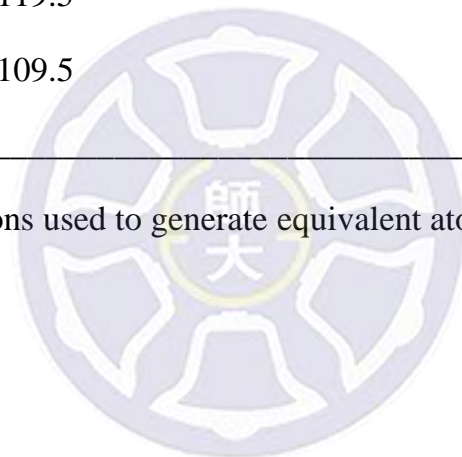


Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 15109. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	38(1)	28(1)	33(1)	2(1)	6(1)	2(1)
C(2)	34(1)	32(1)	33(1)	3(1)	6(1)	-1(1)
C(3)	42(1)	33(1)	48(1)	3(1)	17(1)	-1(1)
C(4)	46(1)	41(1)	53(1)	2(1)	18(1)	7(1)
C(5)	36(1)	59(1)	46(1)	2(1)	14(1)	3(1)
C(6)	41(1)	51(1)	54(1)	7(1)	16(1)	-9(1)
C(7)	42(1)	34(1)	49(1)	6(1)	10(1)	-3(1)
C(8)	37(1)	25(1)	40(1)	1(1)	9(1)	0(1)
C(9)	38(1)	29(1)	34(1)	-1(1)	6(1)	1(1)
C(10)	32(1)	34(1)	36(1)	-1(1)	7(1)	1(1)
C(11)	43(1)	36(1)	52(1)	-1(1)	15(1)	4(1)
C(12)	39(1)	52(1)	61(2)	0(1)	23(1)	5(1)
C(13)	38(1)	49(1)	62(2)	4(1)	18(1)	-6(1)
C(14)	55(2)	38(1)	117(2)	-12(1)	43(2)	-11(1)
C(15)	49(1)	38(1)	98(2)	-12(1)	41(1)	-5(1)
O(1)	50(1)	25(1)	82(1)	3(1)	28(1)	1(1)
O(2)	47(1)	27(1)	70(1)	-2(1)	22(1)	4(1)



Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for 15109.

	x	y	z	U(eq)
H(3)	10177	5895	1265	48
H(4)	11827	5373	625	55
H(5)	13001	6756	-27	56
H(6)	12513	8657	-34	57
H(7)	10867	9188	604	50
H(8)	8647	6423	1729	41
H(11)	5807	8110	3268	51
H(12)	4383	6981	3693	58
H(13)	4356	5061	3066	59
H(14)	5818	4255	2130	79
H(15)	7256	5379	1730	69
H(1)	8545	9171	1671	75

Single-Crystal X-ray Diffraction of (5-hydroxy-5-(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-4,5-dihydro-1H-pyrazol-1-yl)(phenyl)methanone

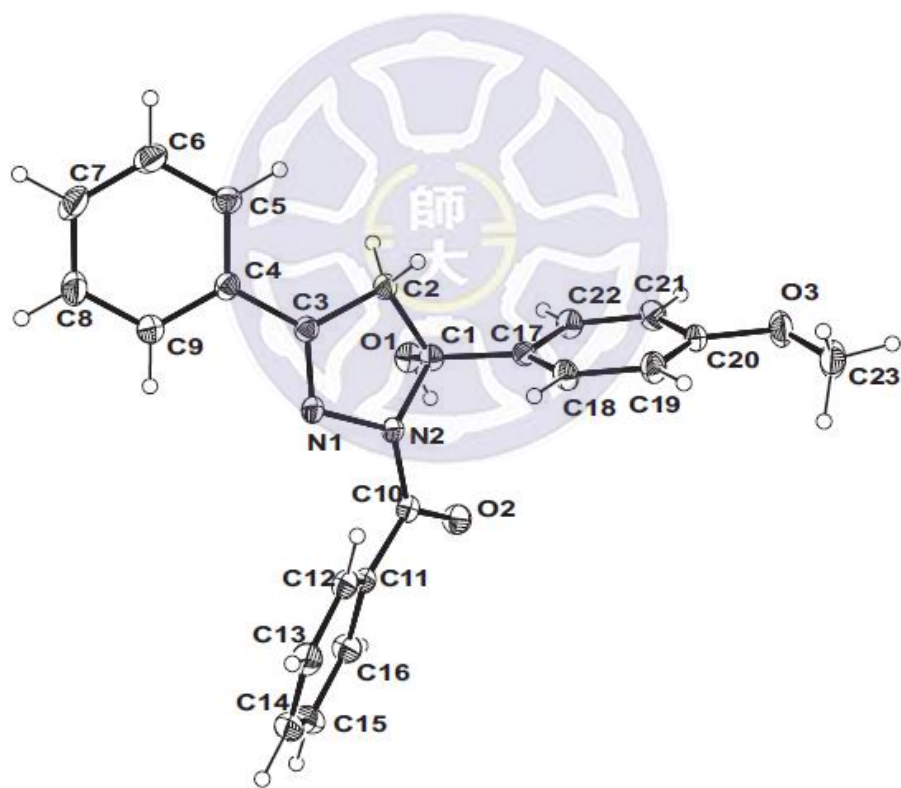
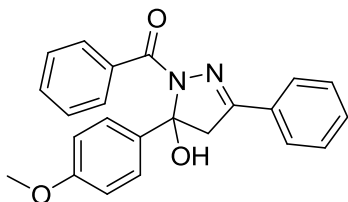
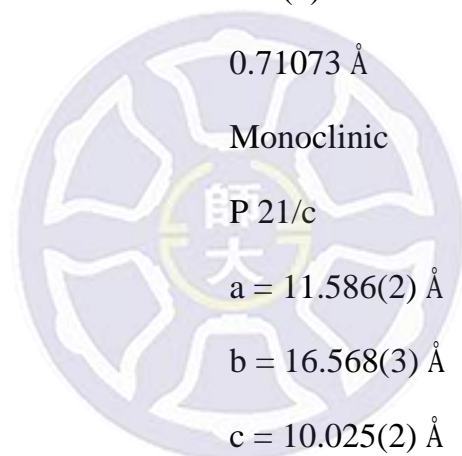
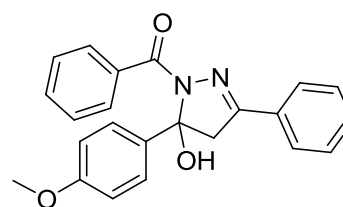


Table 1. Crystal data and structure refinement for a15850.

Identification code	a15850	
Empirical formula	C ₂₃ H ₂₀ N ₂ O ₃	
Formula weight	372.41	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 11.586(2) Å b = 16.568(3) Å c = 10.025(2) Å	α = 90°. β = 99.168(9)°. γ = 90°.
Volume	1899.8(6) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.302 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.087 mm ⁻¹	
F(000)	784	
Crystal size	0.32 x 0.18 x 0.06 mm ³	
Theta range for data collection	1.78 to 25.13°.	
Index ranges	-13 ≤ h ≤ 13, -19 ≤ k ≤ 19, -11 ≤ l ≤ 10	



Reflections collected	11857
Independent reflections	3312 [R(int) = 0.0515]
Completeness to theta = 25.13°	98.0 %
Absorption correction	multi-scan
Max. and min. transmission	0.9948 and 0.9727
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3312 / 0 / 253
Goodness-of-fit on F ²	1.035
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0504, wR2 = 0.1234
R indices (all data)	R1 = 0.0871, wR2 = 0.1500
Largest diff. peak and hole	0.398 and -0.503 e.Å ⁻³

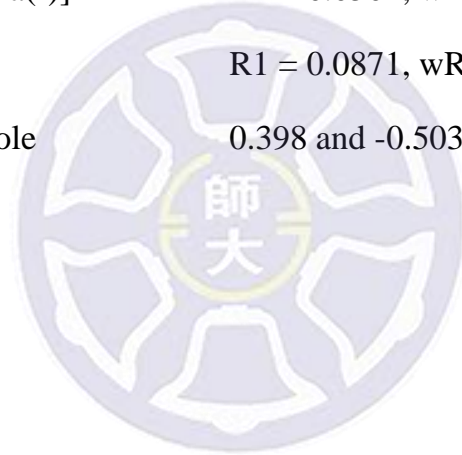


Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a15850. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
C(1)	4391(2)	1232(1)	6118(2)	27(1)
C(2)	4848(2)	485(1)	6920(3)	30(1)
C(3)	6108(2)	703(1)	7393(2)	27(1)
C(4)	7042(2)	134(1)	7919(2)	30(1)
C(5)	6776(2)	-606(1)	8447(3)	35(1)
C(6)	7656(2)	-1135(2)	8960(3)	43(1)
C(7)	8804(2)	-934(2)	8924(3)	48(1)
C(8)	9078(2)	-210(2)	8384(3)	46(1)
C(9)	8206(2)	324(2)	7881(3)	38(1)
C(10)	5301(2)	2602(1)	6226(2)	28(1)
C(11)	6220(2)	3166(1)	6881(2)	26(1)
C(12)	6622(2)	3165(1)	8260(3)	32(1)
C(13)	7425(2)	3736(1)	8820(3)	39(1)
C(14)	7841(2)	4303(2)	8004(3)	43(1)
C(15)	7459(2)	4306(2)	6637(3)	44(1)
C(16)	6640(2)	3748(1)	6076(3)	36(1)
C(17)	3144(2)	1452(1)	6241(2)	26(1)

C(18)	2858(2)	1809(1)	7382(3)	33(1)
C(19)	1708(2)	1975(2)	7521(3)	35(1)
C(20)	826(2)	1775(1)	6480(3)	32(1)
C(21)	1087(2)	1393(2)	5339(3)	37(1)
C(22)	2237(2)	1241(1)	5210(3)	34(1)
C(23)	-646(2)	2371(2)	7581(3)	56(1)
N(1)	6318(2)	1461(1)	7314(2)	29(1)
N(2)	5267(1)	1838(1)	6736(2)	27(1)
O(1)	4535(1)	1098(1)	4764(2)	36(1)
O(2)	4563(1)	2814(1)	5276(2)	38(1)
O(3)	-342(1)	1917(1)	6487(2)	48(1)

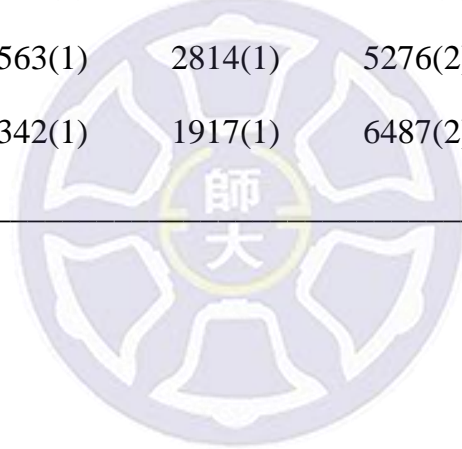
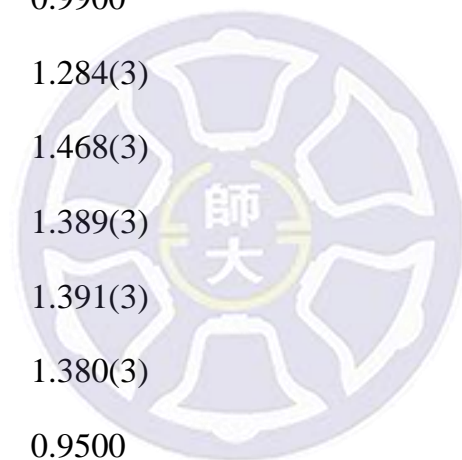
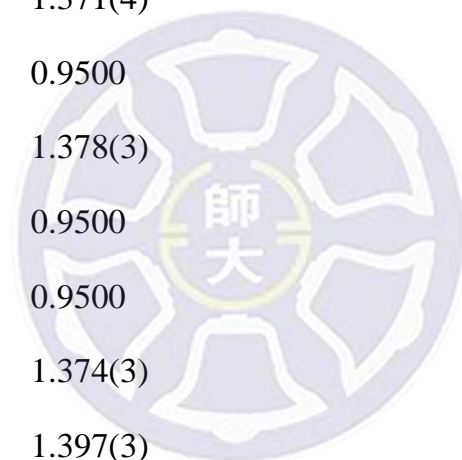


Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for a15850.

C(1)-O(1)	1.412(3)
C(1)-N(2)	1.491(3)
C(1)-C(17)	1.514(3)
C(1)-C(2)	1.523(3)
C(2)-C(3)	1.505(3)
C(2)-H(2A)	0.9900
C(2)-H(2B)	0.9900
C(3)-N(1)	1.284(3)
C(3)-C(4)	1.468(3)
C(4)-C(5)	1.389(3)
C(4)-C(9)	1.391(3)
C(5)-C(6)	1.380(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.378(4)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.374(4)
C(7)-H(7)	0.9500
C(8)-C(9)	1.377(3)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-O(2)	1.226(3)

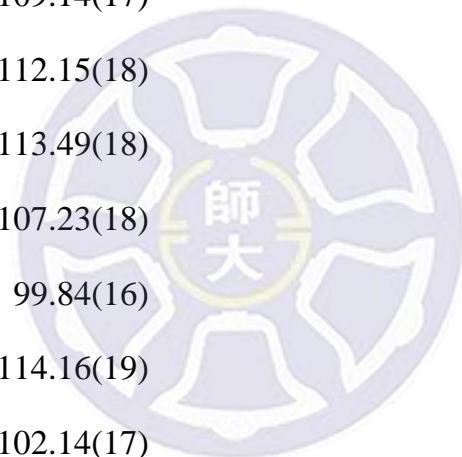


C(10)-N(2)	1.369(3)
C(10)-C(11)	1.488(3)
C(11)-C(12)	1.386(3)
C(11)-C(16)	1.393(3)
C(12)-C(13)	1.381(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-C(14)	1.382(4)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.371(4)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-C(16)	1.378(3)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-H(16)	0.9500
C(17)-C(18)	1.374(3)
C(17)-C(22)	1.397(3)
C(18)-C(19)	1.390(3)
C(18)-H(18)	0.9500
C(19)-C(20)	1.380(3)
C(19)-H(19)	0.9500
C(20)-O(3)	1.374(3)
C(20)-C(21)	1.382(3)
C(21)-C(22)	1.383(3)
C(21)-H(21)	0.9500

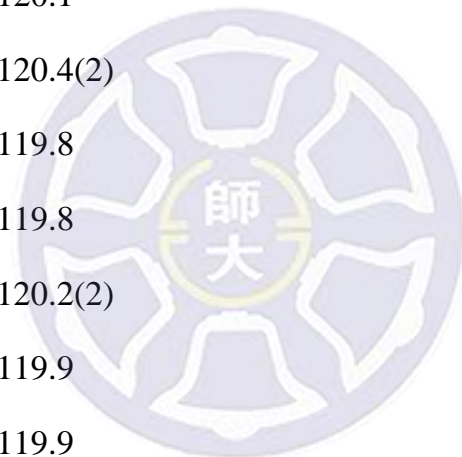


C(22)-H(22)	0.9500
C(23)-O(3)	1.419(3)
C(23)-H(23A)	0.9926
C(23)-H(23B)	0.9869
C(23)-H(23C)	1.0118
N(1)-N(2)	1.409(2)
O(1)-H(1')	0.8590

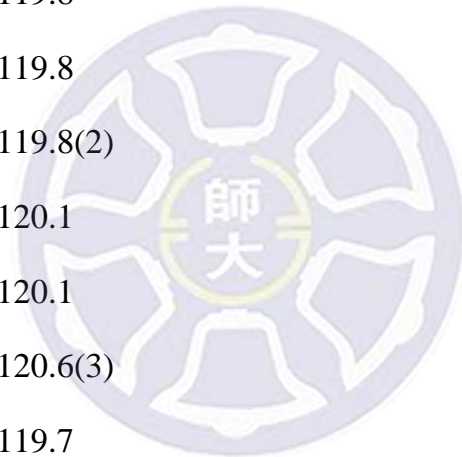
O(1)-C(1)-N(2)	109.14(17)
O(1)-C(1)-C(17)	112.15(18)
N(2)-C(1)-C(17)	113.49(18)
O(1)-C(1)-C(2)	107.23(18)
N(2)-C(1)-C(2)	99.84(16)
C(17)-C(1)-C(2)	114.16(19)
C(3)-C(2)-C(1)	102.14(17)
C(3)-C(2)-H(2A)	111.3
C(1)-C(2)-H(2A)	111.3
C(3)-C(2)-H(2B)	111.3
C(1)-C(2)-H(2B)	111.3
H(2A)-C(2)-H(2B)	109.2
N(1)-C(3)-C(4)	120.9(2)
N(1)-C(3)-C(2)	113.53(19)
C(4)-C(3)-C(2)	125.6(2)



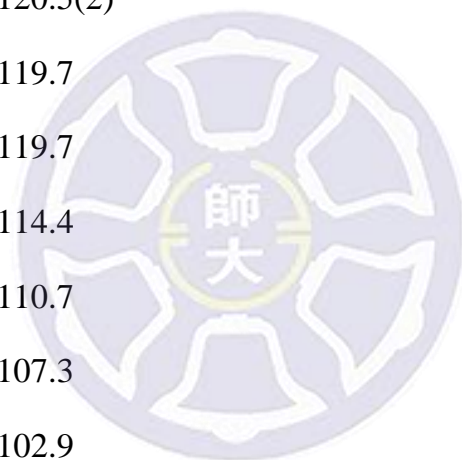
C(5)-C(4)-C(9)	119.0(2)
C(5)-C(4)-C(3)	120.5(2)
C(9)-C(4)-C(3)	120.5(2)
C(6)-C(5)-C(4)	120.5(2)
C(6)-C(5)-H(5)	119.8
C(4)-C(5)-H(5)	119.8
C(7)-C(6)-C(5)	119.7(2)
C(7)-C(6)-H(6)	120.1
C(5)-C(6)-H(6)	120.1
C(8)-C(7)-C(6)	120.4(2)
C(8)-C(7)-H(7)	119.8
C(6)-C(7)-H(7)	119.8
C(7)-C(8)-C(9)	120.2(2)
C(7)-C(8)-H(8)	119.9
C(9)-C(8)-H(8)	119.9
C(8)-C(9)-C(4)	120.2(2)
C(8)-C(9)-H(9)	119.9
C(4)-C(9)-H(9)	119.9
O(2)-C(10)-N(2)	119.8(2)
O(2)-C(10)-C(11)	121.7(2)
N(2)-C(10)-C(11)	118.5(2)
C(12)-C(11)-C(16)	119.0(2)
C(12)-C(11)-C(10)	122.8(2)



C(16)-C(11)-C(10)	118.0(2)
C(13)-C(12)-C(11)	120.1(2)
C(13)-C(12)-H(12)	119.9
C(11)-C(12)-H(12)	119.9
C(12)-C(13)-C(14)	120.0(3)
C(12)-C(13)-H(13)	120.0
C(14)-C(13)-H(13)	120.0
C(15)-C(14)-C(13)	120.4(2)
C(15)-C(14)-H(14)	119.8
C(13)-C(14)-H(14)	119.8
C(14)-C(15)-C(16)	119.8(2)
C(14)-C(15)-H(15)	120.1
C(16)-C(15)-H(15)	120.1
C(15)-C(16)-C(11)	120.6(3)
C(15)-C(16)-H(16)	119.7
C(11)-C(16)-H(16)	119.7
C(18)-C(17)-C(22)	118.1(2)
C(18)-C(17)-C(1)	122.1(2)
C(22)-C(17)-C(1)	119.6(2)
C(17)-C(18)-C(19)	122.1(2)
C(17)-C(18)-H(18)	119.0
C(19)-C(18)-H(18)	119.0
C(20)-C(19)-C(18)	118.9(2)



C(20)-C(19)-H(19)	120.6
C(18)-C(19)-H(19)	120.6
O(3)-C(20)-C(19)	124.4(2)
O(3)-C(20)-C(21)	115.4(2)
C(19)-C(20)-C(21)	120.2(2)
C(20)-C(21)-C(22)	120.1(2)
C(20)-C(21)-H(21)	119.9
C(22)-C(21)-H(21)	119.9
C(21)-C(22)-C(17)	120.5(2)
C(21)-C(22)-H(22)	119.7
C(17)-C(22)-H(22)	119.7
O(3)-C(23)-H(23A)	114.4
O(3)-C(23)-H(23B)	110.7
H(23A)-C(23)-H(23B)	107.3
O(3)-C(23)-H(23C)	102.9
H(23A)-C(23)-H(23C)	107.9
H(23B)-C(23)-H(23C)	113.9
C(3)-N(1)-N(2)	107.33(18)
C(10)-N(2)-N(1)	119.27(17)
C(10)-N(2)-C(1)	121.78(18)
N(1)-N(2)-C(1)	111.09(16)
C(1)-O(1)-H(1')	106.7
C(20)-O(3)-C(23)	117.5(2)



Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:



Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for a15850. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	26(1)	31(1)	24(2)	-6(1)	1(1)	-1(1)
C(2)	24(1)	28(1)	38(2)	-4(1)	1(1)	1(1)
C(3)	26(1)	28(1)	27(2)	-1(1)	2(1)	1(1)
C(4)	28(1)	30(1)	29(2)	-4(1)	-1(1)	3(1)
C(5)	36(1)	29(1)	38(2)	-1(1)	0(1)	-1(1)
C(6)	49(2)	31(1)	46(2)	5(1)	-4(1)	4(1)
C(7)	46(2)	38(2)	53(2)	1(2)	-10(1)	15(1)
C(8)	28(1)	48(2)	59(2)	-3(2)	-4(1)	6(1)
C(9)	32(1)	34(1)	45(2)	1(1)	1(1)	0(1)
C(10)	26(1)	30(1)	28(2)	1(1)	4(1)	5(1)
C(11)	24(1)	26(1)	29(2)	0(1)	5(1)	4(1)
C(12)	32(1)	33(1)	31(2)	0(1)	8(1)	5(1)
C(13)	37(1)	43(2)	34(2)	-11(1)	-2(1)	2(1)
C(14)	33(1)	36(1)	57(2)	-12(2)	2(1)	-4(1)
C(15)	40(2)	38(1)	53(2)	5(2)	7(1)	-9(1)
C(16)	38(1)	38(1)	33(2)	4(1)	2(1)	-2(1)
C(17)	24(1)	25(1)	26(2)	-2(1)	1(1)	-1(1)

C(18)	25(1)	42(1)	30(2)	-6(1)	-2(1)	-2(1)
C(19)	30(1)	42(1)	35(2)	-8(1)	8(1)	2(1)
C(20)	21(1)	32(1)	41(2)	1(1)	2(1)	1(1)
C(21)	28(1)	42(1)	37(2)	-3(1)	-7(1)	-1(1)
C(22)	31(1)	38(1)	30(2)	-6(1)	0(1)	1(1)
C(23)	33(1)	57(2)	80(3)	-19(2)	16(2)	5(1)
N(1)	22(1)	30(1)	32(1)	1(1)	1(1)	3(1)
N(2)	21(1)	27(1)	31(1)	1(1)	-2(1)	2(1)
O(1)	36(1)	41(1)	30(1)	-4(1)	4(1)	3(1)
O(2)	37(1)	41(1)	34(1)	5(1)	-6(1)	2(1)
O(3)	23(1)	57(1)	62(1)	-8(1)	4(1)	4(1)

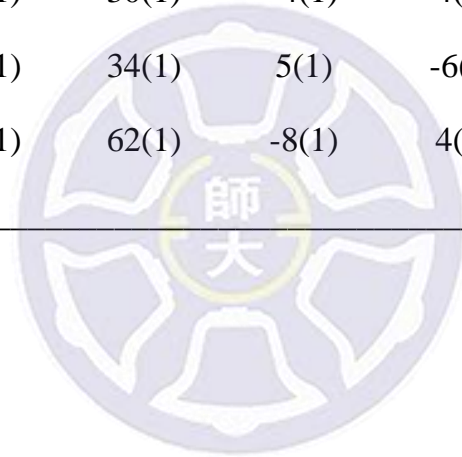


Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a15850.

	x	y	z	U(eq)
H(2A)	4427	394	7692	37
H(2B)	4779	-2	6341	37
H(5)	5983	-748	8455	42
H(6)	7470	-1636	9336	52
H(7)	9410	-1299	9274	57
H(8)	9872	-77	8359	55
H(9)	8399	823	7506	45
H(12)	6345	2771	8820	38
H(13)	7692	3738	9766	47
H(14)	8395	4693	8392	51
H(15)	7757	4691	6078	52
H(16)	6360	3760	5133	44
H(18)	3466	1946	8098	39
H(19)	1531	2223	8320	42
H(21)	474	1236	4641	45
H(22)	2412	990	4413	40

H(23A)	-408	2119	8481	67
H(23B)	-289	2912	7614	67
H(23C)	-1530	2376	7385	67
H(1')	4333	1537	4332	43



2-1、前言

19 世紀時，人類史發生了走向近代化的重大事件 - 工業革命，改變了產業及社會結構，大量的礦產、石油等自然資源，從這段時期開始被大量開發直至今日。為了提升生活及產業品質，科學研究受到人類的重視，合成方法廣泛的應用工業及生物醫學上，合成研究因此開始蓬勃發展，許多現今可見的化學期刊亦可追溯至此時期開始刊登。然而在此同時，工業及相關產業研究所帶來的污染卻也同時荼毒了整個大自然，造成現代人多種健康問題的來源，亦使得自然生態受到了不可回復的破壞。

有鑑於化學廢棄物對環境的破壞，科學家開始反思除了在追求產值及品質的提升之外，是否也該考慮降低對環境的傷害。1991 年，美國化學會 (ACS) 提出了綠色化學的概念，對研究所產生的污染物做有效的防治以及處理，強調對環境無害的化學研究，以對環境友好並與之共生為最高目標。此一概念提出後立即得到各國科學家的支持，綠色化學自此獨樹一格，形成了主流化學的研究項目之一，如英國皇家學會便於 1999 年創立了綠色化學刊物。

綠色化學的主要訴求為下列 12 點：防止環境污染物、設計更安全之化合物及產物、降低合成方法危險性、使用可再生原料、以催化劑取代當量試劑、避免衍生物的產生、原子經濟最大化、使用安全溶劑及反應條件、提高能源效率、設計可被環境分解之產物、全程監控降低污染以及反應危險性的降低。

根據上述的原則，科學家努力設計了各種合成方法，試圖滿足上述的 12 點原則，例如在反應中減少溶劑的使用，或者使用水作為溶劑，在催化劑的選用上也以綠色催化劑為主，強調低污染性以及可回收性。在 2005 年，野依良治教授提出了綠色化學的三個突破點¹：使用超臨界二氧化碳作為綠色溶劑、水相過氧化氫的清潔氧化反應、在不對稱合成中使用氫氣，足以證明綠色化學之蓬勃發展。

2-1-1、綠色化學合成方法的應用

綠色化學旨在降低對環境的污染性，因此科學家們試圖去開發不同於傳統有機化學的合成方法，例如使用離子液體(ionic liquids, ILS)便是改良既有合成方法的途徑之一。離子液體相較於有機溶劑有許多優點，例如離子液體較有機溶劑有較低的蒸氣壓，因此不易揮發，與易揮發的有機溶劑相較，對環境的污染性較低；另外離子液體的性質與電解質相近，因而可以促進反應中陰陽離子的相互反應；離子液體亦可和有機互溶，用以增強反應物於有機溶劑中之反應性。

離子液體雖有上述優點，但其成本較高，且部分離子液體相較於有機溶劑，對環境仍有很大的危害，因此科學家試圖以多孔性物質吸附離子液體進行反應，降低離子液體的使用量及流動性，稱為輔助性離子液體相(supported ionic liquid phase, SILP)。2013年 Rashinkar 教授報導了以氣凝膠輔助離子液體(aerogel supported ionic liquid phase, ASILP)，混合金屬試劑(Cp_2ZrCl_2)做為催化劑，進行 1,5-苯二氮平的合成²，如下圖 2.1 所示。

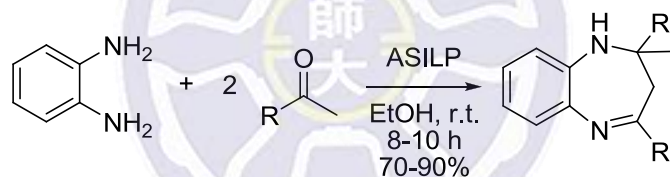


圖 2.1 以氣凝膠輔助離子液體催化有機反應合成

將反應中所使用之催化劑回收再利用，亦是能夠有效減少化學廢棄物的方法。近年來，科學家報導了各種方法重複利用催化劑，其中一種方法是使用固體輔助基質，使金屬試劑得以附著其上，在反應中加入該混合物可有效催化反應，而在反應結束後亦可輕易將該混合物移除，並重複使用。常見的固體輔助基質包括；矽膠(silica gel)、沸石(zeolites)、磁性物質(magnetic - materials)以及聚合物等。2013年，Varma 教授報導了以苯基乙炔(phenylacetylene)以及疊氮化物做為起始物，加入銅試劑做為催化劑進行合環反應，形成三唑化合物³。其中 Varma 教授以殼聚糖(chitosan)做為輔助基質，將殼聚糖加於硫酸銅水溶液中，形成懸浮物，經過三小時後硫酸銅會靜止附著於殼聚糖上，再以離心分離機分離出具銅試劑的殼聚糖混合物，以真空乾燥八小時後，便可做為該反應之催化劑。該研究的特色在於以銅試劑搭配輔

助基質，反應結束可直接以乙酸乙酯溶解產物，而催化物則仍以固體存在，多次以溶劑清洗後，以真空乾燥催化物便可重複使用，實驗數據顯示在重複使用 5 次後，產率仍能保持 97%，如下圖 2.2 所示。

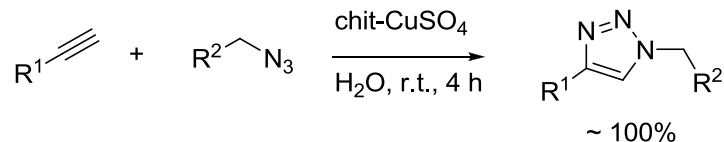


圖 2.2 以固體輔助基質搭配銅試劑催化反應

本實驗室亦於 2006 年報導了綠色化學的合成方法⁴，使用 aryl 1,2-diamine 以及 1,2-dicarbonyl compounds 做為起始物進行合環反應，合成喹啉啉(quinoxaline)的衍生物。傳統方法是使用乙醇或者醋酸做為溶劑，於迴流的高溫下進行反應，亦有科學家搭配分子篩⁵、微波加熱法⁶或者是固相反應⁷來促使反應進行，然而多數得到的產率並不讓人滿意，且在反應中所使用的金屬催化劑多屬昂貴且高毒性的試劑，違背了綠色化學中提高原子經濟及對環境友善的目標。而本實驗室所報導的方法，是使用較為便宜的 CAN 試劑 (cerium(IV) ammonium nitrate) 作為催化劑，並使用水做為溶劑於室溫進行反應，減少對環境的危害，而在滿足綠色化學訴求的前提下可得到 80-98% 的產率，如下圖 2.3 所示。

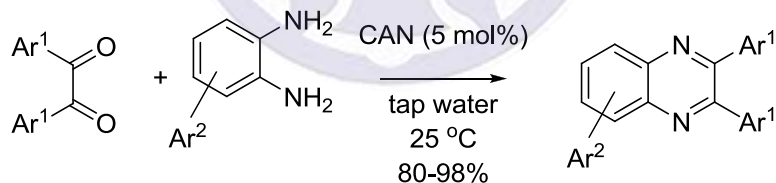


圖 2.3 本實驗室發表的綠色化學合成反應

2-1-2、水上反應之簡介

溶劑的篩選做為綠色化學重要的學問之一，傳統所使用的有機溶劑多屬於易燃、高揮發性、具易爆性、高汙染性且對人體有害，因此科學家於綠色化學研究中多採用替代性溶劑或其他條件進行反應，其他溶劑如：水或者是醇類與水的混合溶液、PEG (Polyethylene glycol)、離子液體等，均被做為綠色化學合成的主要溶劑。

其中以水作為溶劑為綠色化學的主流方法之一，以水作為溶劑最大的難題在於有機物質對水的低溶解性，就以往的觀點，非勻相的反應性往往較勻相反應要來的差，因此早期的反應多使用能溶於水中的起始物，或者加入少量的醇類試劑提高溶解度，以勻相的水中(in water)條件進行反應。

然而在 2005 年，美國的 Sharpless 教授報導了水上(on water)反應的相關合成方法⁸，有別於以往的水中勻相反應，水上反應的特點便在於反應中有機相的起始物，並非做為溶質溶於水中，而是在反應劇烈攪拌時，以懸浮物的方式存在於整個反應系統內。以 Sharpless 教授於論文中報導的 quadricyclane 與偶氮試劑進行進行[2+2]合環反應為例，兩者起始物首先是以油水分層的形式漂浮於水上，在經過劇烈攪拌後形成懸浮物並開始反應，最後形成的產物沉積於反應瓶底端，如下圖 2.4 所示。

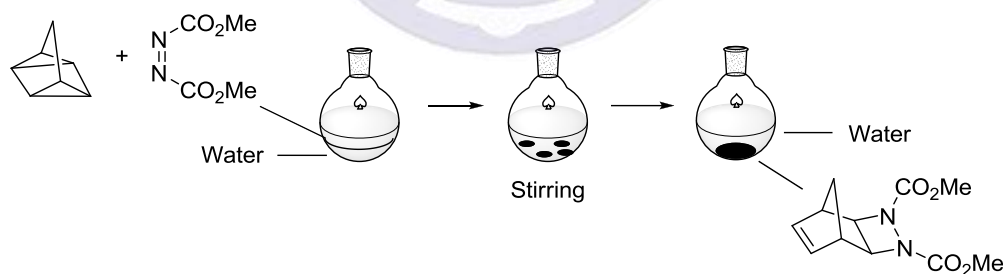


圖 2.4 水上反應示意圖

在此反應中，相較於傳統使用甲苯作為溶劑，或者不使用溶劑進行反應的合成方法，水上反應的時間相較於兩者縮短許多，自 24-48 小時縮短至 1.5 小時，且產率也有顯著的提升，自 74-85% 提升至 93%。

水上反應的特點在於反應物與水的不均勻度，其優點在於當反應物與水不均勻共存時，水所具有的自由羥基可對反應物形成氫鍵，降低了反應所

需的活化能。然而當傳統水中勻相反應進行時，反應物做為溶質融入水中，以微觀的角度觀察，水分子反而如同籠子般將反應物困住，降低了反應的碰撞機率，亦即降低了反應性，因此需要較高的能量來提高有效碰撞，其示意圖如下圖 2.5 所示。

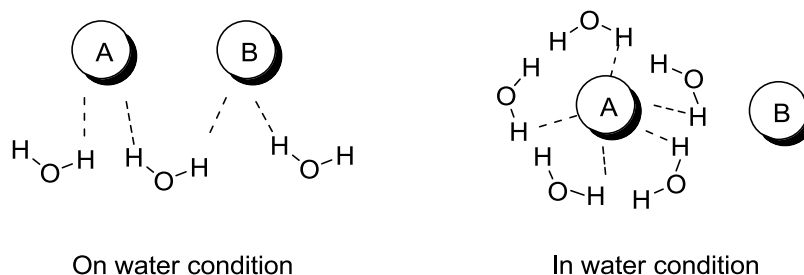
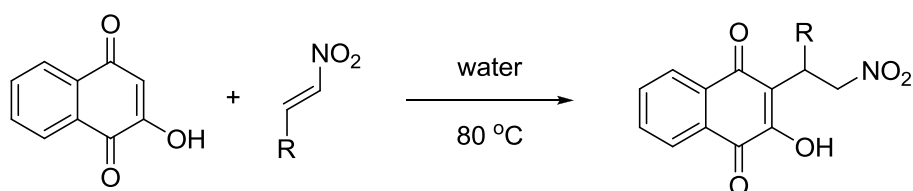


圖 2.5 水上反應與水中反應之比較圖

相較於無溶劑反應(neat condition)，水上反應的反應物濃度相對較低，因為其具有水做為將反應物均勻分散的介質，使得反應在進行時不會由於反應物濃度過高而產生副產物甚至造成部分起始物的分解。由於水並不會與有機物互溶的緣故，在純化產物的過程中，也能輕易的將水自產物中分離，減少有機溶劑的消耗，亦能達到綠色化學減少環境危害的主要目標。

本實驗室亦報導過水上反應的相關合成方法⁹。2009 年本實驗室報導了以具有取代基的硝基乙烯試劑，於水上反應條件下，在室溫對 2-hydroxy-1,4-naphthoquinone 之 3 號位進行烷基化反應(alkylation)，得到以萘醌為主要結構，且同時具有硝基烷基的產物。該合成方法的特色在於反應中未加入任何催化劑或其他試劑，僅由兩個起始物於水上反應條件中進行反應。在該反應的反應機構中，水分子利用了上文所述的自由羥基，以氫鍵鍵結了兩個起始物，拉近了兩個起始物分子，使得反應更容易進行，該反應方程式及其反應機構如下圖 2.6 所示。



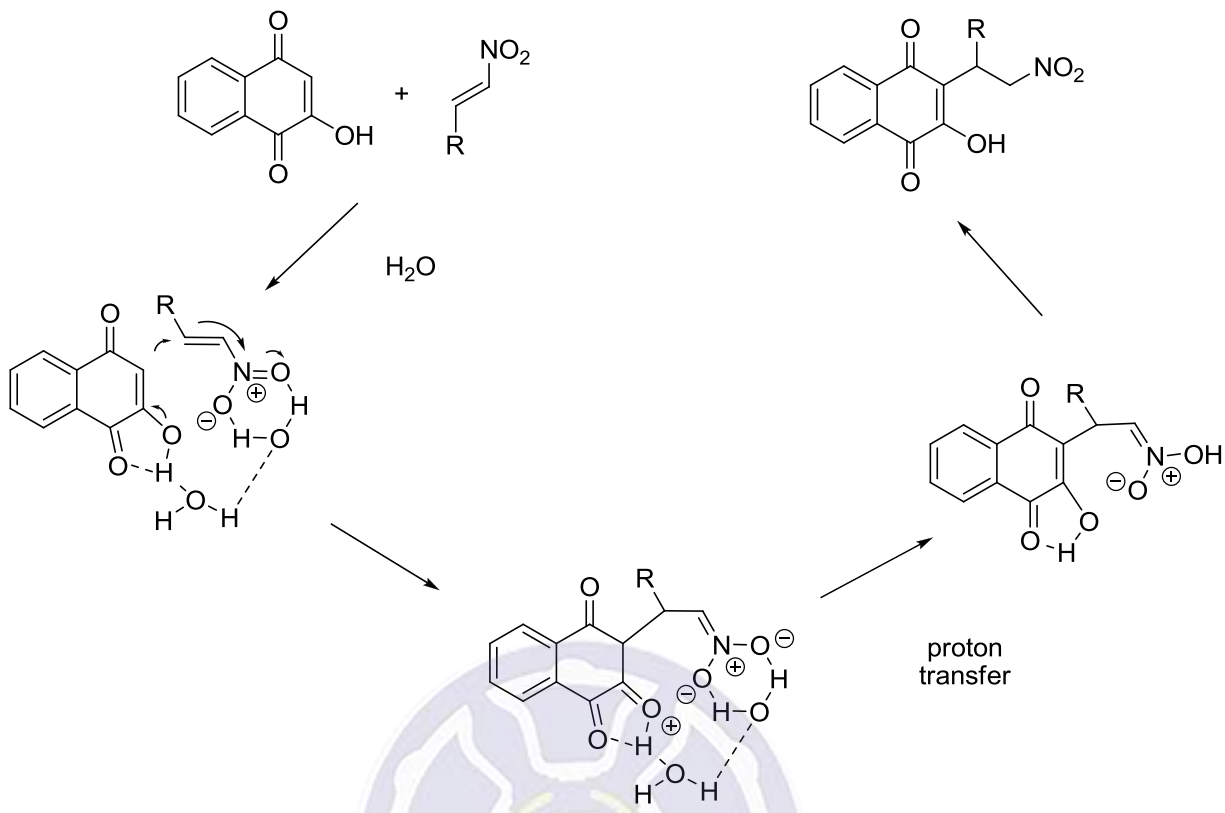


圖 2.6 本實驗室發表的水上反應及其反應機構

2-2、研究目標及構想

本實驗構想來自 2004 年 Bishop 教授的報導¹⁰，該合成方法中，Bishop 教授將雙苯基丙炔酮與苯脒試劑溶於乙醇中，以傳統加熱法加熱至 70 °C 迴流，進行 3+2 的吡唑合環反應，反應時間約 3-4 小時，而能得到 50-91% 的產物，但在分離的產物中具有兩種吡唑產物，分別是在 3 號位及 5 號位具有相反取代基的吡唑衍生物，如下圖 2.7 所示。

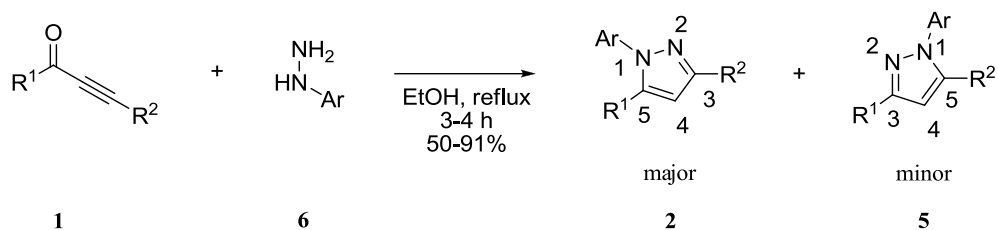


圖 2.7 Bishop 教授發表之合成方法

依據 Bishop 教授的研究，以及第一部份以微波加熱法合成吡唑衍生物的啟發，我們試圖以水取代該反應的乙醇作為溶劑，搭配微波加熱法維持反應的活性並期望能縮短反應時間，將該反應的條件提升至符合綠色化學的前提下得到高產率的產物，本構想如下圖 2.8 所示。

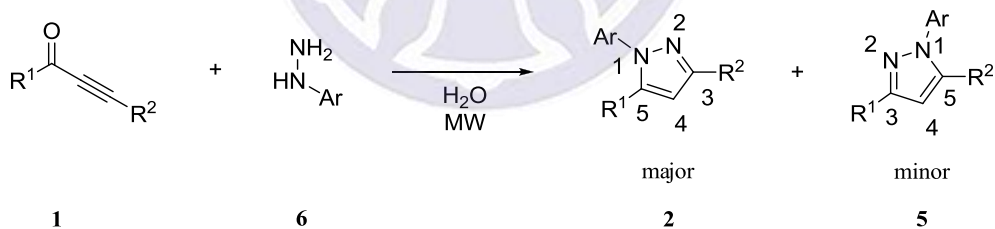


圖 2.8 本研究預期的合成方法

2-3、實驗結果與討論

起始物 **1** 的製備，同第一部分，參考郭家銘學長的論文，改良 2006 年由 Srinivasan 教授及其研究團隊所報導的合成步驟¹¹，以各種不同的取代基的醯氯試劑(acid chloride)和苯基乙炔(phenylacetylene)做為反應物，再以三乙胺(triethylamine)為鹼的條件下，以醋酸鈀 palladium(II) acetate 催化進行耦合反應。原先反應是以無溶劑的條件(neat reaction)進行反應，但是醯氯試劑屬於酸性物質，和反應所需的鹼性環境於無溶劑條件下，會劇烈放熱使得產率下降，並且增加反應的危險性。因此在起始物的製備加入了無水二氯甲烷(CH₂Cl₂)做為溶劑降低濃度，以利反應的進行，如圖 2.9 所示。

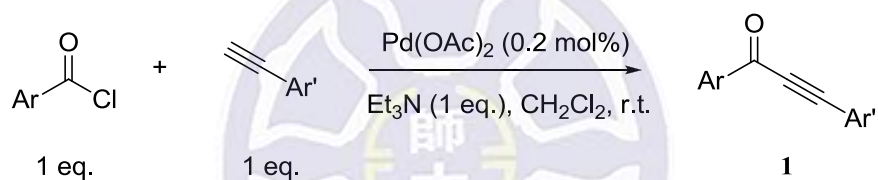


圖 2.9 起始物 **1** 的製備

而在當起始物 **1** 具有脂肪族取代基時，亦同樣參考自 Tsai 教授及其研究團隊於 2009 年報導的合成方法¹²，使用 acyl chloride 及不同的 terminal alkyne，在 trimethylamine 做為鹼的條件下，利用醋酸鈀配合碘化亞銅(copper iodide)以及三苯基磷(triphenylphosphine)催化進行耦合反應，如圖 2.10 所示。

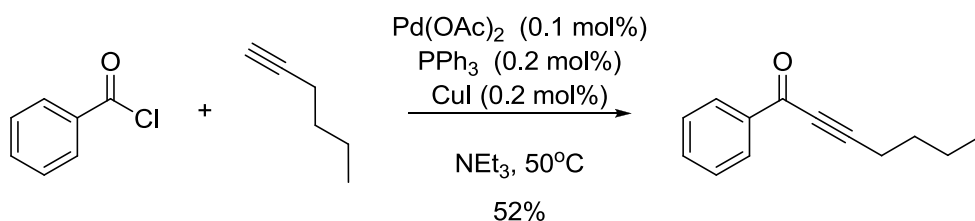


圖 2.10 以鈀試劑催化耦合反應

在得到具有各種不同取代基之起始物 **1** 後，我們首先以微波加熱系統重複 Bishop 教授的合成方法，以及加入酸性試劑進行反應做比較，觀察是否能縮短反應時間，如下圖 2.11 所示。

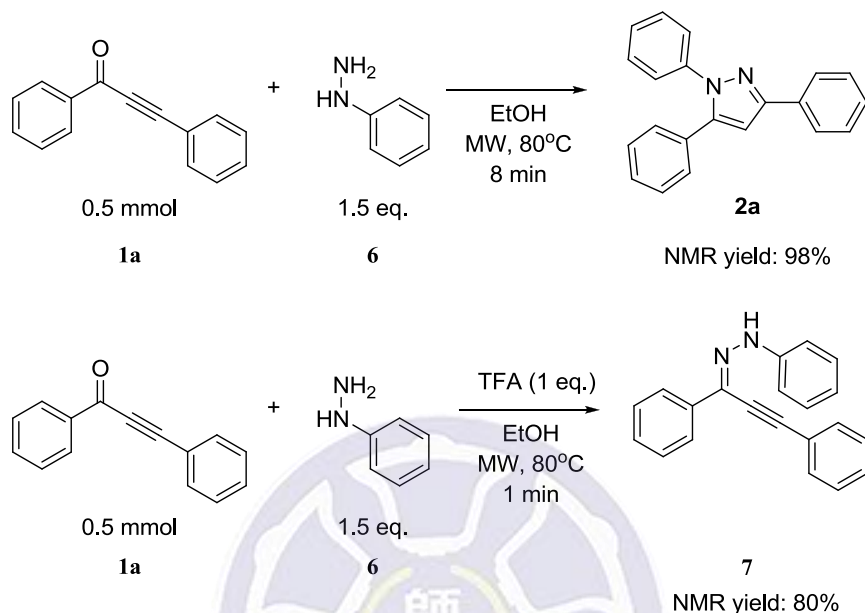


圖 2.11 以微波加熱系統對反應進行測試

由上圖所示，可以觀察到本反應於微波加熱系統中能夠顯著的縮短反應時間，反應時間由 3-4 小時縮短至 8 分鐘完成反應，而產率也能維持 98% 的高產率。然而在加入酸性試劑時，反應時間縮短至 1 分鐘結束，但是卻得到了 80% 具有 C-N 雙鍵的腙(hydrazone)類產物，推測是質子和羰基的氧原子上結合，經電子傳遞後使得羰基的碳原子帶有正電荷，促使苯肼 1 號氮上的電子攻擊羰基，經質子轉移並脫去水分子後形成腙類產物，反應機構如下圖 2.12 所示。

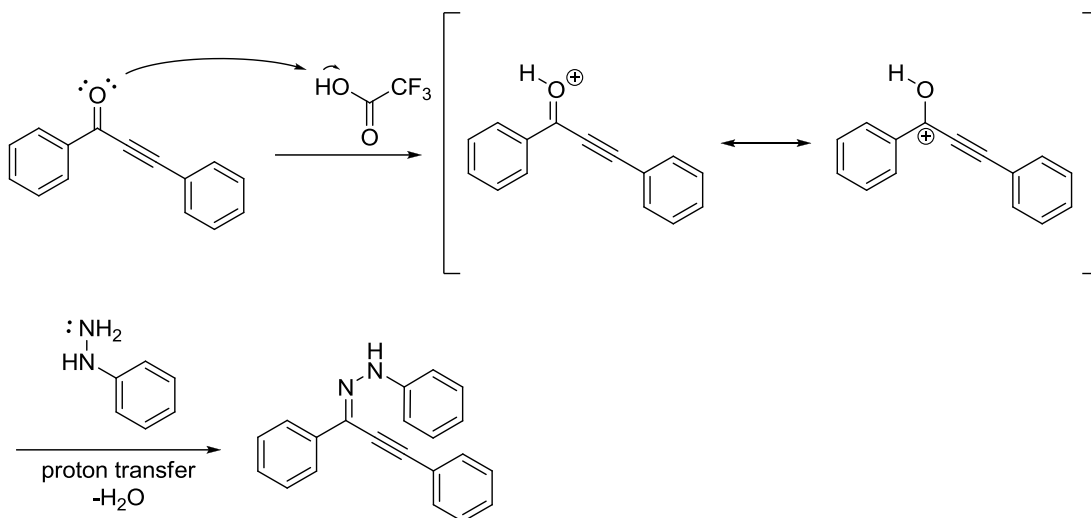
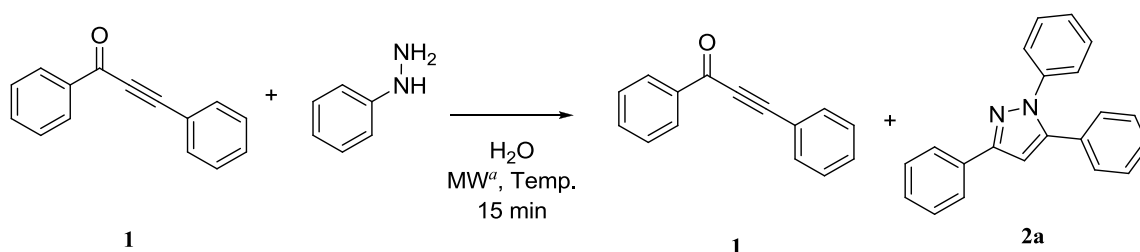


圖 2.12 脞類化合物生成之反應機構

在得到微波能縮短反應時間，以及酸性環境不利於吡唑衍生物生成的兩個結論後，試圖以微波加熱法搭配以水做為反應溶劑進行反應。在本反應中，二苯基丙炔酮以及苯肼皆不溶於水中，而是以懸浮物的形式存於反應系統內，故為水上(on water)反應。而在試驗中發現到反應能順利啟動，但仍有部分起始物尚未反應完畢，因此試圖將溫度提高，希望能提高產率並能將起始物反應完畢，如表 2.1 所示。

表 2.1 改變溫度對水上反應進行探討



Entry ^b	Temp. (°C)	1 ^c	2 ^c
1	80	15	62
2	100	10	78
3	120	10	79
4	150	-	88

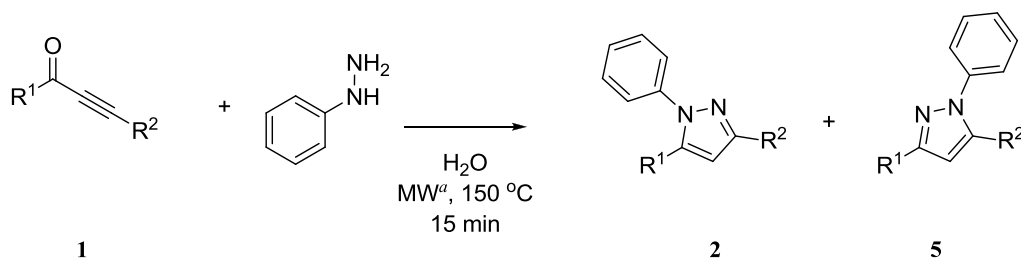
^a 200W, CEM Discover S-Class. ^b All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale for 15 minutes.

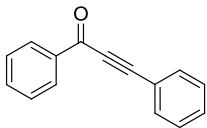
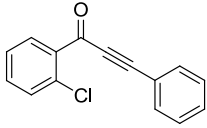
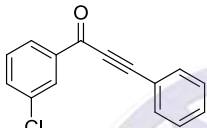
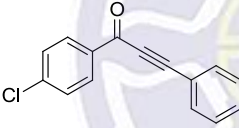
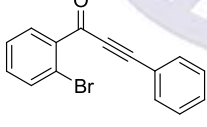
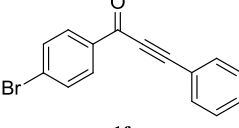
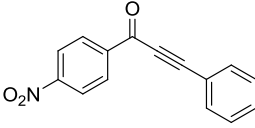
^c Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard.

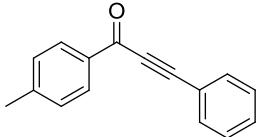
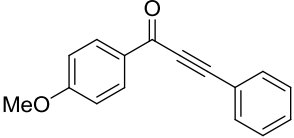
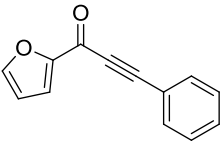
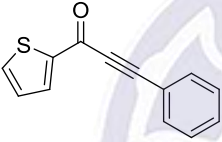
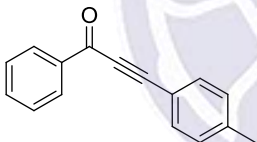
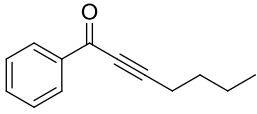
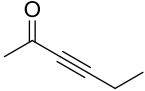
當溫度於 80 °C 進行反應時(entry 1)，於 15 分鐘後仍有 15%的起始物，得到 62%的產物 **2**，證明了反應確實能於水上反應進行，而在將溫度升高的過程中，於 100 °C 及 120°C 進行反應(entries 2, 3)，皆仍有 10%的起始物未反應完畢，並且皆得到約 80%的產物。最後再反映溫度提升至 150 °C 並且反應 15 分鐘時，在 NMR 光譜中起始物的特徵峰完全消失，並且得到 88% 高產率的產物 **2a**。

微波基於上述反應能在 150 °C 下，以及在沒有加入其他試劑的條件下，反應 15 分鐘後得到 88%的高產率化合物，期望能在起始物具有其他取代基的條件下，亦能得到如此令人振奮的結果，因此開始以相同的條件，對各種不同取代基做反應的測試，反應結果如下表 2.2 所示。

表 2.2 以不同取代基起始物對水上反應進行測試



Entry ^b	1	2 ^c (%)	5 ^c (%)
1	 1a	88	-
2	 1b	73	-
3	 1c	79	-
4	 1d	56	11
5	 1e	94	6
6	 1f	84	6
7	 1g	70	7

8	 1h	70	15
9	 1i	70	5
10	 1j	80	-
11	 1k	92	-
12	 1n	82	3
13	 1o	69	trace
14	 1r	50	trace

^a 200W, CEM discover S-Class. ^b All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^c Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard.

根據上表可以觀察到，以水上反應進行吡啶衍生物的合成，可以得到約 50-94%的產率。首先在本反應中，並無法完全的得到單一產物 2 或 5，與 2004 年 Bishop 教授的研究結果相同，得到主要產物 2 的同時，亦得到了一小部分的產物 5。

觀察 2 號位具有鹵素取代基的試驗(entries 2、5)，於本合成方法中，與其他取代基同樣能在 15 分鐘完成反應，與第一部份 2 號位具有鹵素取代基需要較久的時間有所不同，推測是於本方法中，反應溫度已提高至 150 °C，在高溫下提供了反應較高的能量，因此克服了立體障礙，使得反應性提高，導致反應時間縮短。

取代基位於 4 號位時，無論是拉電子基或是推電子基(entries 4、6-9)，較取代基位於 2 號位及 3 號位(entries 2、3)容易產生異構物 5，推測原因在於 2、3 號位具有取代基時，苯脒 1 號氮上電子加成至羰基所需克服的立體障礙較大，雖然溫度提升至 150 °C 能縮短反應時間，但反應選擇性上，雙苯基丙炔酮之 4 號位仍優於 2 號位，因此 2、3 號位具有取代基的試驗中，幾乎無法觀察到異構物 5 的存在。然而在 2 號位取代基為溴原子時(entry 5)，仍觀察到 6%的產物 5，推測原因為溴原子雖然是拉電子基且是較大的原子基團，但由於溴原子的電子密度較高，其未鍵結電子可與苯環形成 overlap，穩定了苯環結構，進而提高了與該苯環連結之羰基的反應性，使得苯脒 1 號氮上電子加成至雙苯基丙炔酮之選擇性下降，而同時產生了兩種異構物。

而探討到雜環系統，可以發現到以咪喃及硫代咪喃進行反應(entries 10、11)，能夠得到 80-92%的高產率，證明雜環取代基亦能在本合成方法中得到高產率，具有良好的反應性。然而當取代基為脂肪族時(entries 13、14)，反應雖然亦能在 15 分鐘完成，但產率略為下降至 50-69%，同時可能有少部分形成了異構物 5，推測是具脂肪族取代基的起始物(1o、1r)的共振強度較弱，反應性較差所致。

於 2004 年 Bishop 教授的研究中，曾經使用了具 2,4-硝基的苯脒進行取代基的測試，因此也嘗試以 2,4-硝基的苯脒進行微波加熱的水上反應，反應結果如下圖 2.13 所示。

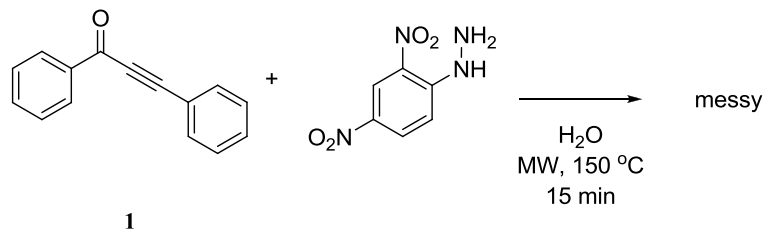
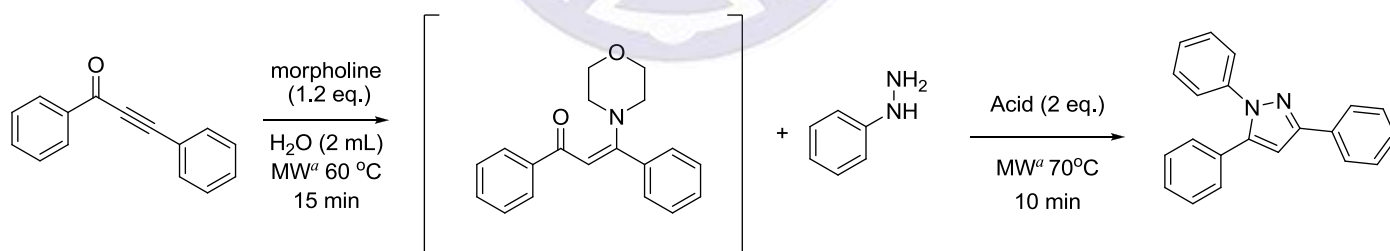


圖 2.13 以 2,4-硝基之苯肼進行微波加熱水上反應

如上圖所示，以 2,4-硝基之苯肼進行微波加熱反應，並無法成功得到具吡唑結構之產物，懷疑首先是 2,4-硝基苯肼的反應性過低，無法和二苯基丙炔酮進行反應，同時微波加熱法所供給的能量太高，使 2,4-硝基苯肼在高溫且無法進行反應的狀態下自行分解，而產生了大量的副產物，在 TLC 片及 NMR 光譜中難以判斷產生何種產物。就上述觀察的結果，2,4-硝基之苯肼並不適用本合成方法進行吡唑衍生物的合成。

而參考自第一部分的研究，以嗎啉試劑與二苯基丙炔酮進行麥可加成反應形成中間物，再和苯肼試劑進行取代合環反應，期望能加快反應的速度，因此以最佳化條件搭配以水做為溶劑進行反應，反應結果如下表 2.3 所示。

表 2.3 以水做為溶劑進行取代合環反應



Entry ^b	Acid (2 eq.)	Yield(%) ^c
1	TFA	47
2	PTSA	45

^a 200W, CEM Discover S-Class. ^bAll the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^c Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard.

如上表所示，以水做為溶劑進行第一步加成反應的反應性極差，反應時間由 1 分鐘延長至 15 分鐘，且在第二步反應，產率由原先的 100% 降低至 47% (entry 1)。而試圖將酸性試劑改為對甲苯磺酸 (PTSA)，亦只能得到 45% 的產物 (entry 2)。推測產率下降的原因，在於反應中所加入苯腈以及酸性試劑，會先在水層進行酸鹼中和反應形成鹽類溶於水中，進而影響了與二苯基丙炔酮於水上 (on water) 條件反應的活性，使得產率有明顯下降，因此推測本反應較不適用於水上條件中進行。



2-4、結論

本合成方法成功使用了微波加熱法以及水上條件進行反應，以二苯基丙炔酮及苯胼試劑進行合環反應得到吡唑類產物，雖然產物中包含部分異構物，但兩者比率相當懸殊。反應時間共 15 分鐘，產率介於 54-90%，本合成方法的優點在於減少有機溶劑的使用，且不加入其他試劑進行反應，並使用微波加熱法減少了反應所需的時間，大大的降低了合成及純化所產生之化學廢棄物的用量，可說為吡唑衍生物的合成，在綠色化學合成領域中跨出了一大步。



2-5、實驗部分

2-5-1、一般實驗方法

1.核磁共振光譜(Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy)，簡稱(NMR): 以 Bruker Avance 400 或 Bruker Avance III HD 400 核磁共振光譜儀做為測定儀器，樣品之溶劑為含氘代氯仿(CDCl_3)或氘代二甲基亞砜($\text{DMSO-}d_6$)。化學位移(chemical shift)以 ppm 為單位， $^1\text{H-NMR}$ 光譜化學位移以氯仿(chloroform)為內標準，定義其化學位移為 $\delta=7.26$ ppm。 $^1\text{H-NMR}$ 光譜分裂形式(splitting pattern)的定義：s，單重峰(singlet)；d，雙重峰(doublet)；t，三重峰(triplet)；q，單重峰(quartet)；quint，五重峰(quintet)；m，多重峰(multiplet)。偶合常數(couple constant)以 J 表示，單位為 Hz。光譜數據之紀錄依序是：化學位移(分裂形式，偶合常數，氫數)。 $^{13}\text{C-NMR}$ 光譜是以同型儀器操作，化學位移以氘代氯仿(CDCl_3)為內標準，定義其化學位移為 $\delta=77.23$ ppm。

2. 薄層色層分析片(Thin Layer Chromatography，簡稱 TLC)：使用 Merck silica gel 60 F₂₅₄ 的鋁箔薄片展開後，以紫外燈或顯色液來檢視薄層色層分析片。

3. 管柱色層分析(Column Chromatography)：使用 Merck Geduran® Si 60 (0.063-0.200 nm) 作為填充物，用加壓快速層析(flash column chromatography)，依 Still 的操作方法來分離。沖提液(eluent)若是兩種溶劑系統，是以體積比值而配置，記錄方法為兩種溶劑之體積比值。

4. 質譜(Mass spectroscopy，簡稱 MS)：低解析質譜(Low Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 LRMS)：是委託師大黃岫妮助教以 Finnigan TSQ 700 EI, LCQ advantage ESI spectrometer。高解析質譜(High Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 HRMS)：委託師大黃岫妮助教以 JEOL JMS 700，以及中

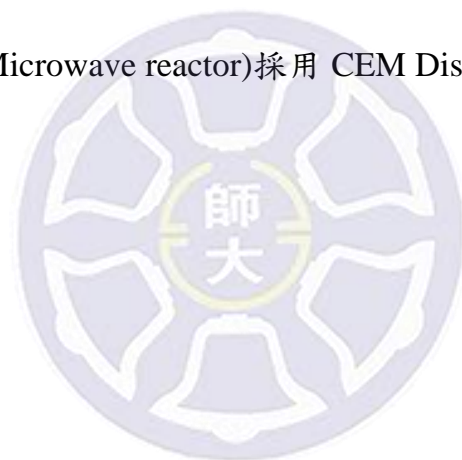
研院林品佑小姐以 JEOL JMS 700、Applied Biosystem, DE-PRO 或 Waters, LCT 代為測定。紀錄形式為質量/電荷(m/z)

5.X-光單晶繞射光譜：使用 Nonius Kappa CCD 及 Bruker Kappa APEX II 作為測定儀器。是委託郭頂審助教及科技部台北貴重儀器使用中心代測。

6.熔點(melting point，簡稱 mp)：是由 Mel-Temp 熔點測定儀器所測定。此儀器並未做校正。

7.所有反應物和溶劑均為試藥級或分析級，若需進一步純化或乾燥，則依標準處理手續。

8.聚焦式微波合成儀(Microwave reactor)採用 CEM Discover S-Class。



2-5-2、實驗步驟

1. 以水上微波加熱法合成化合物 **2a-2k**、**2n**、**2o**、**2r** 的實驗步驟：

取 0.5 mmol(1 eq.)的起始物 **1a-1k**、**1n**、**1o**、**1r**，加入 2 mL 的水，以及 0.75 mmol(1.5 eq.)苯肼試劑，以微波加熱器於 150 °C 下進行反應 15 分鐘，反應結束後以以乙酸乙酯萃取三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得產物以二溴甲烷做為內標標定物，以 NMR 儀器測定內標產率。



2-6、參考文獻

1. Noyori, R. *Chem. Commun.* **2005**, 1807–1811.
2. Rashinkar, G.; Kurane, R.; Jadhav, J.; Khanapure, S.; Salunkhe, R. *Green Chem.* **2013**, *15*, 1849-1856.
3. Varma, R. S.; Baig, R. B. N. *Green Chem.* **2013**, *15*, 1839-18343.
4. Yao, C.-F.; More, S. V.; Sastry, M. N. V. *Green Chem.* **2006**, *8*, 91-95.
5. Taylor, R. J. K.; Raw S. A.; Wilfred, C. D. *Chem. Commun.* **2003**, 2286-2287.
6. Lindsley, C. W.; Zhao, Z.; Wisnoski, D. D.; Wolkenberg, S. E.; Leister, W. W.; Wang, Y. *Tetrahedron Lett.* **2004**, *45*, 4873-4876.
7. Ede, N. J.; Wu, Z. *Tetrahedron Lett.* **2001**, *42*, 8115-8118.
8. Sharpless, K. B.; Narayan, S.; Muldoon, J.; Finn, M. G.; Fokin, V. V.; Kolb, H. C. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2005**, *44*, 3275-3279.
9. Yao, C.-F.; Barange, D. K.; Kavala, V.; Raju, B. R.; Kuo, C.-W.; Tseng, C.; Tu, Y.-C. *Tetrahedron Lett.* **2009**, *50*, 5116-5119.
10. Bishop, B. C.; Brands, K. M. J.; Gibb, A.D.; Kennedy, D. J. *Synthesis*, **2004**, *1*, 43-52.
11. Palimkar, S. S.; Kumar, P. H.; Jogdand, N. R.; Daniel, T.; Lahoti, R. J.; Kumar, V. S. *Tetrahedron Lett.* **2006**, *47*, 5527-5530.
12. Tsai, F. Y.; Chen, J. Y.; Lin, T. C.; Chen, S. C.; Chen, A. J.; Mou, C. Y. *Tetrahedron Lett.* **2009**, *65*, 10134-10141.

3-1、前言

3-1-1、含氧雜環的簡介

雜環化學除了對含氮雜環(nitrogen heterocyclic ring)有大量的學術相關研究外，含氧雜環(oxygen heterocyclic ring)亦為雜環化學研究的主流趨勢之一。含氧雜環，顧名思義便是於有機環狀化合物中，其環狀結構除了碳原子以外，亦由氧原子所組成，常見的含氧雜環包括呋喃(furan)、吡喃(pyran)、冠醚(如18-冠-6)、內酯(lactone)以及二噁烷(dioxane)等化合物，如圖 3.1

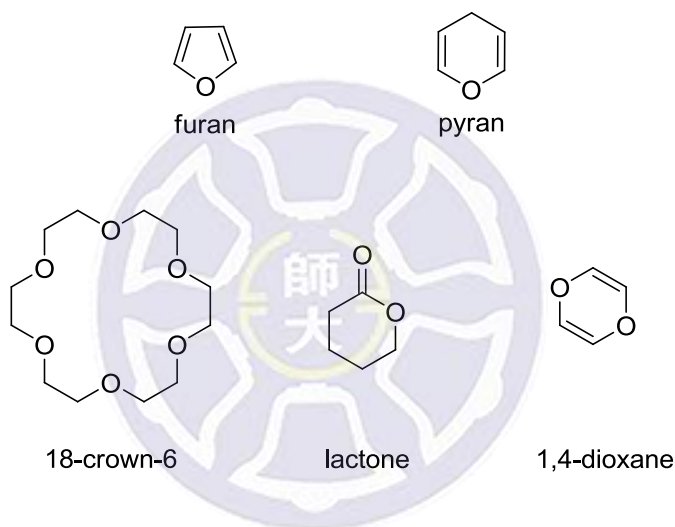
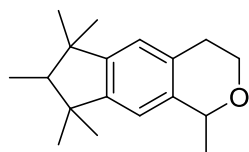
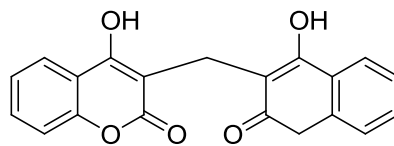


圖 3.1 含氧雜環化合物

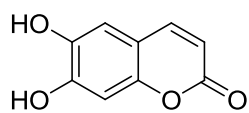
含氧雜環化合物可用來做廣泛的使用，如佳樂麝香(Galaxolide)為常用的合成香料、雙香豆素(Dicoumarol)可做為抗凝血藥物、七葉內酯可用以治療細菌性瘧疾等。然而，含氧雜環的化合物也可能對生物造成危害，如被稱為「世紀之毒」的 2,3,7,8-四氯二苯並戴奧辛(2,3,7,8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin, TCDD)，亦屬含氧雜環家族成員；足見含氧雜環的生物活性，對生物存亡影響之深遠。



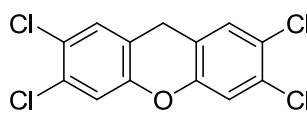
Galaxolide



Dicoumarol



Aesculetin



TCDD

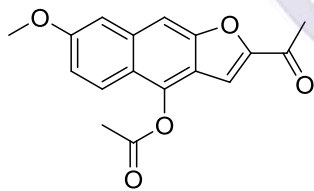
圖 3.2 具用途性的含氧雜環化合物



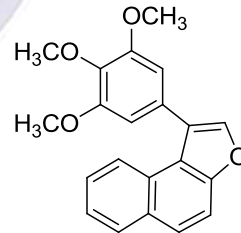
3-1-2 苯並呋喃衍生物之簡介

當化合物具有呋喃且同時以苯環相併時，將其命名為苯並呋喃。苯並呋喃本身為無色帶有香氣的油狀液體，是在將煤轉化成煤油的過程中所製造出來，其本身並不具有商業價值，但包含該物質的煤油可做為油漆及亮光漆的原料。而苯並呋喃本身之聚合物也可做為樹脂在生活中進行應用，由於苯並呋喃可被稱為香豆酮或氧茛，因此該樹脂又可稱為香豆酮樹脂或氧茛樹脂。當前實驗發現老鼠長期攝入苯並呋喃會導致罹患腎臟、肺、胃以及肝臟癌的可能性上升，但人體尚未有直接相關的案例發生，因此苯並呋喃尚未被列入致癌物而加以管制¹。

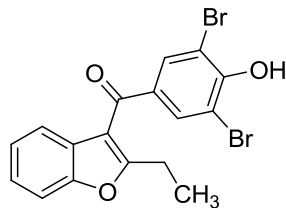
相對於無取代基之苯並呋喃多用於工業原料的使用，具取代基的苯並呋喃則具有生物活性，如 2-acetyl-7-methoxynaphtho[2,3-b]furan-4-yl acetate 可做為克氏錐蟲(*Trypanosoma cruzi*)的生長抑制劑(growth inhibitory)，對於查加斯病(Chagas' disease)的治療有很大的潛力²；1-(3',4',5'-trimethoxy) phenyl naphtho[2,1b]furan 則據研究指出具有對抗癌症的生物活性³；benzobromarone 可作為促尿酸排泄藥物(uricosuric agent)，為市面上痛風治療藥物的主要成分之一⁴。而自然界中也可以發現具有苯並呋喃的天然物，如 Anigopreissin A 可由奧班尼貓爪花 (Albany cat's paw) 或蕉類(*Musa cavendish*)的根莖中分離而出⁵。



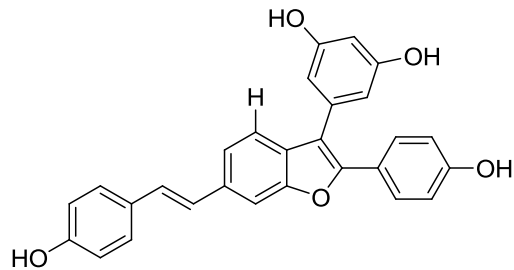
2-acetyl-7-methoxynaphtho[2,3-b]furan-4-yl acetate



1-(3',4',5'-trimethoxy) phenyl naphtho[2,1b]furan



Benzbromarone



Anigopreissin A

圖 3.3 具生物活性之苯並呋喃衍生物

3-1-3 苯並呔喃衍生物之合成方法

根據前文所述，研究苯並呔喃衍生物的合成方法，能有效的制定合成藥物或天然物的合成策略，因此科學家利用各種不同的起始物，希望能成功研究出合成苯並呔喃的結構，進一步應用在藥物及天然物的合成研究中。

首先是京都大學的佐治英郎教授，於 2010 年報導了以五號位具有取代基的水楊醛做為起始物，以三步反應得到了苯並呔喃結構⁶，再針對該結構做取代基的合成及修飾，研究衍生物之生物活性，合成苯並呔喃結構的方法如下圖 3.4 所示。

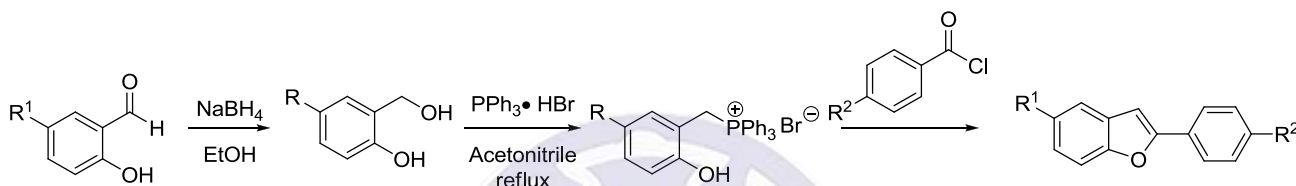
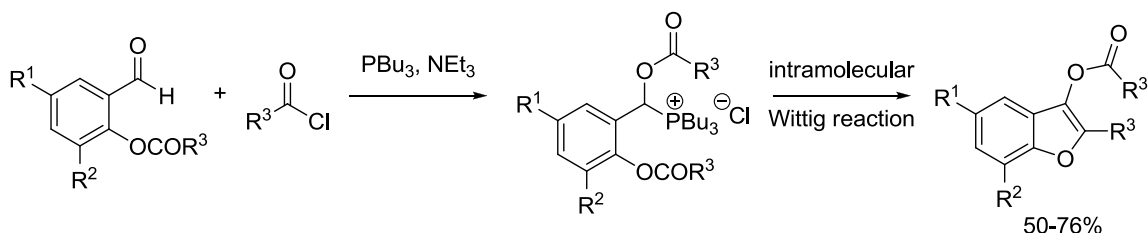


圖 3.4 苯並呔喃衍生物的製備

本校林文偉教授實驗室，也於 2011 年報導了以分子內 Wittig-reaction 的方法合成多種雜環分子⁷，當起始物為鄰位具有酯基或羥基的苯甲醛時，便能以此方法合成出苯並呔喃的結構。該方法首先以苯甲醛之羰基做為麥克受體(Michael acceptor)，以三丁基磷對羰基進行 1,2-加成反應，並加入醯氯試劑(aryl chloride)進行醯化反應得到該反應之中間體，在反應環境中具有三乙基胺試劑的條件下，能夠啟動分子內之 Wittig-reaction 進行合環反應，而得到具苯並呔喃結構之衍生物，反應方法如下圖 3.5 所示



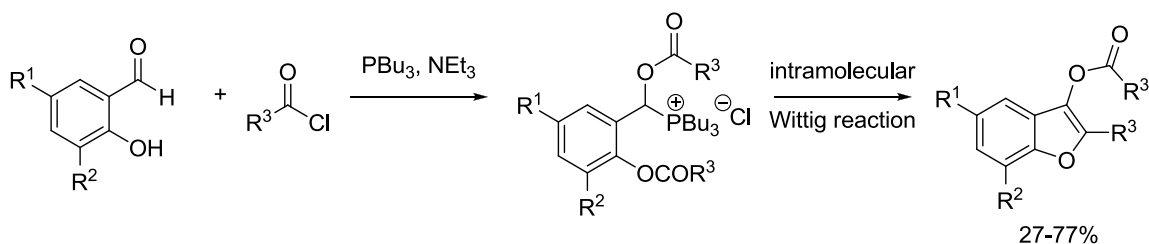


圖 3.5 苯並咪喃衍生物的製備

同樣是在 2010 年，國家衛生研究院的謝興邦博士，報導了以三步方法得到萘並咪喃衍生物的合成方法⁸，以 2-萘酚(2-naphthol)做為起始物，首先由氫化鈉(sodium hydride)對羥基進行去質子反應，對碘甲烷(iodomethane)進行取代反應，得到 2-甲氧基萘。再和苯基醯氯(benzoylchloride)及三氯化鋁進行 Friedel-Crafts 反應得到具有酮基的中間物，最後和 2-溴基苯乙酮(2-bromoacetophenone)進行反應得到 8%的萘並咪喃衍生物，如圖 3.6 所示。

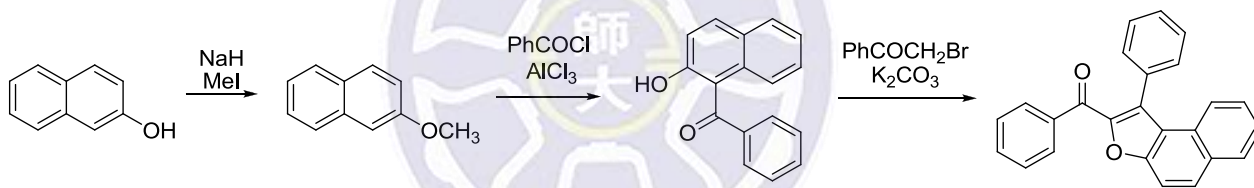


圖 3.6 萘並咪喃衍生物的製備

2012 年，中國西北師範大學的霍聰德教授報導了以 2-萘酚及查爾酮過氧化物(chalcone epoxide)做為起始物，藉由 tris(4-bromophenyl)-aminium hexachloro-antimonate(TBPA⁺SbCl₆⁻)作為 Friedel-Crafts 的起始劑進行合環反應，形成非芳香環的五元含氧雜環，再以 2,3-二氯-5,6-二氰對苯醌(2,3-dichloro-5,6-dicyano-1,4-benzoquinone, DDQ)進行一鍋化反應，將雜環之單鍵氧化成雙鍵，使其形成芳香環結構之萘並咪喃衍生物⁹，可於約 6 小時得到約 53-83%的產物，如圖 3.7 所示。

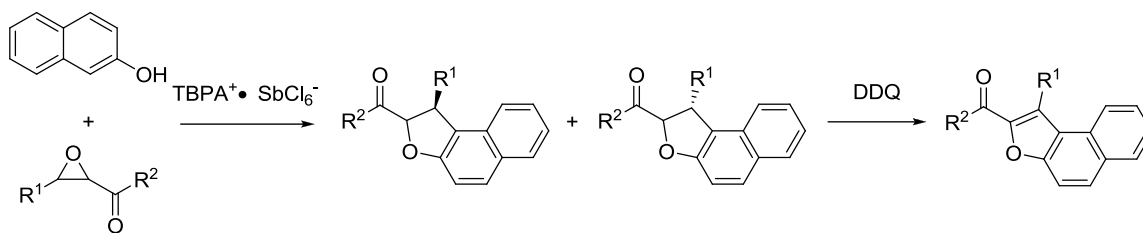


圖 3.7 萘並吡喃生物的製備

2013 年，俄國 Osyanin 博士同樣發表了五元含氧雜環化合物的合成方法¹⁰，使用 1-[(dimethylamino)methyl]-2-naphthol 以及 *N*-phenacylpyridinium bromide 作為起始物，以 DBU 作為鹼性試劑進行反應，首先 1-[(dimethylamino)methyl]-2-naphthol 先和 DBU 反應生成 *o*-quinone methides，再和 *N*-phenacylpyridinium bromide 進行加成反應，並合環脫去吡啶結構，得到具有非芳香環的五元含氧雜環，且同時具有高鏡像選擇性，而該產物亦能藉由 DDQ 試劑進行氧化反應，形成芳香環結構之萘並吡喃衍生物，產率約 34-90%，如圖 3.8 所示。

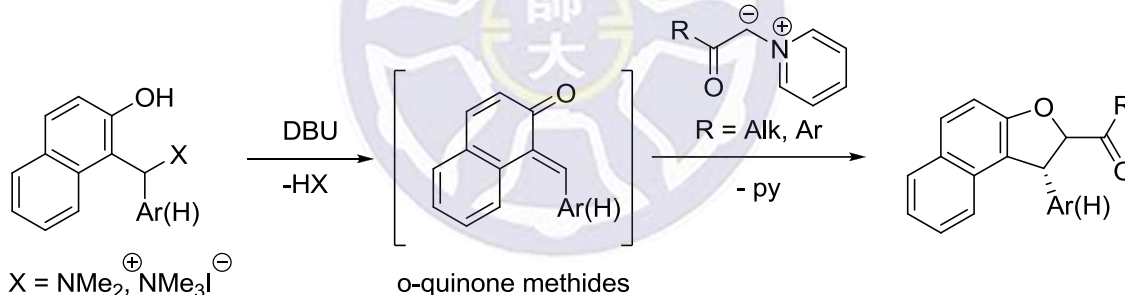


圖 3.8 萘並吡喃生物的製備

2013 年，印度 Anil Kumar 教授以 2-萘酚及苯基乙炔(phenylacetylene)做為起始物，首先以三氟甲基磺酸銻(Indium(III) trifluoromethanesulfonate)做為路易斯酸，以微波加熱法進行反應，生成 α -羥基苯乙烯(α -hydroxy styrenes)。接著以醋酸鈮(II)催化與碘苯(iodobenzene)同時進行赫克反應(Heck-reaction)及氧基合環反應(oxyarylation)而得到具有萘並吡喃結構之衍生物¹¹，產率約 32-76%，如圖 3.9 所示。

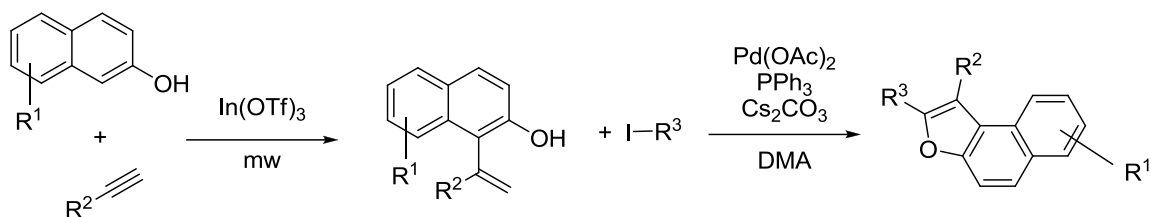


圖 3.9 萘並呋喃衍生物的製備

2013 年，本校的陳焜銘教授也報導了一系列以硝基醋酸烯(nitroallylic acetates)做為起始物，同步進行 Friedel-Crafts、oxa-Michael、aromatic annulation 反應後形成苯並呋喃以及萘並呋喃衍生物¹²，如下圖 3.10 所示。

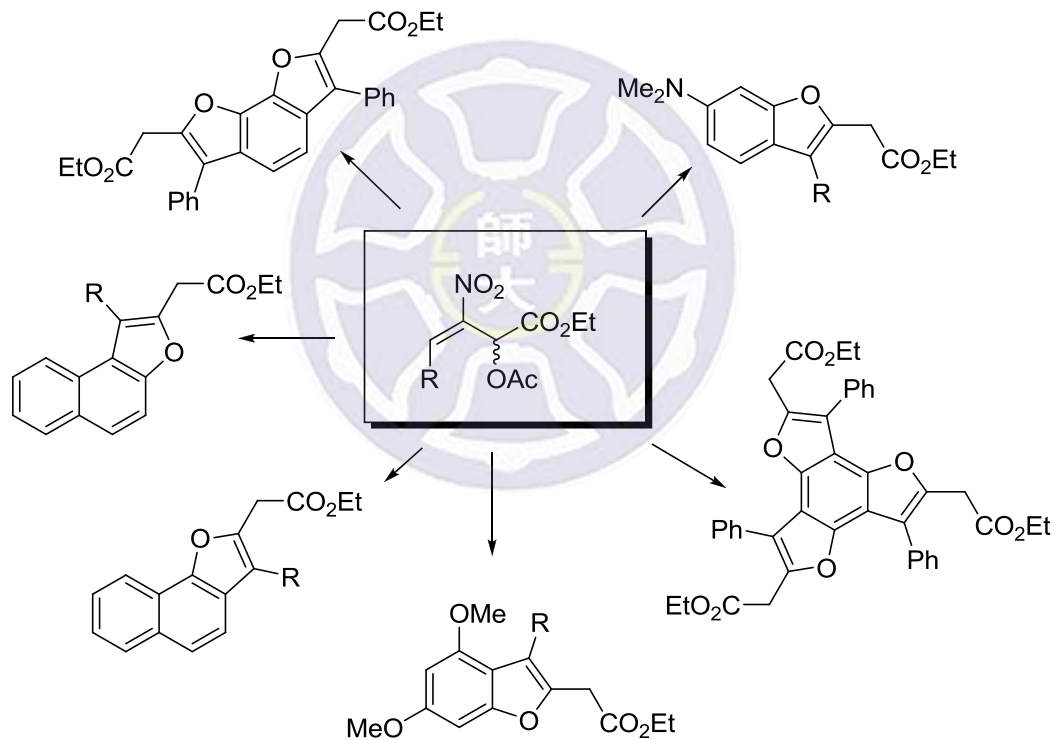


圖 3.10 苯並呋喃及萘並呋喃衍生物的製備

天然物的合成部分，如前文所提到的 Anigopreissin A，於 2012 年由 Chiumminto 博士報導了全合成策略⁵，目標在合成 Anigopreissin A 的衍生物，並經 8 個步驟得到了 28% 的高產率，如下圖 3.11 所示。

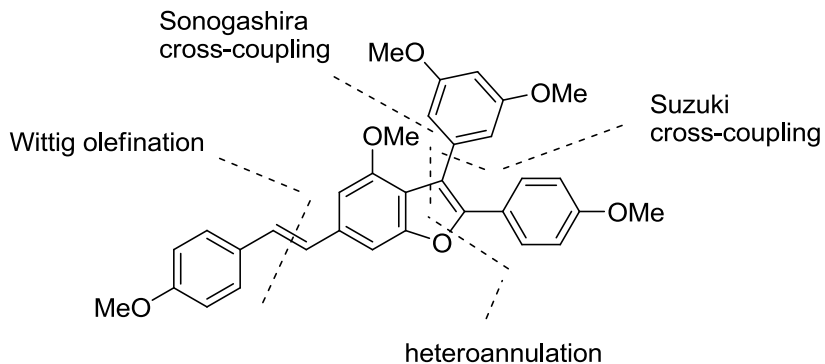


圖 3.11 苯並呋喃天然物 Anigopreissin A 的製備



3-2、研究目標及構想

本實驗之構想亦是來自郭家銘學長之論文¹³，學長曾經於本實驗室報導過，以二苯基丙炔酮 **1** 作為起始物，與 2 當量的 2,4-戊二酮 **2** 及 1 當量的 DBU 以乙腈(Acetonitrile)作為反應溶劑，進行一鍋化反應後，可於總反應時間四小時內，得到高產率的化合物 **4**(81%)。該反應首先是以 DBU 作為強鹼試劑，抓取 2,4-戊二酮 **2** 的 α 氫，進行 1,4 加成及質子轉移後，得到中間產物 **3**。

當溫度提高後會直接進行第二步反應，DBU 會再抓取化合物 **3** 酮基的末端氫，電子會攻打羰基生成六元環，脫水後以較為穩定的芳香性烯醇形式存在，即產物 **4**。其反應如下圖 3.12 及 3.13 所示

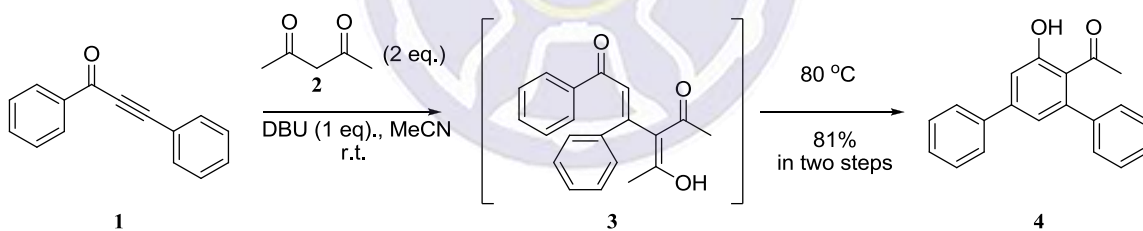


圖 3.12 以起始物 **1** 合成至產物 **4** 的一鍋化方法

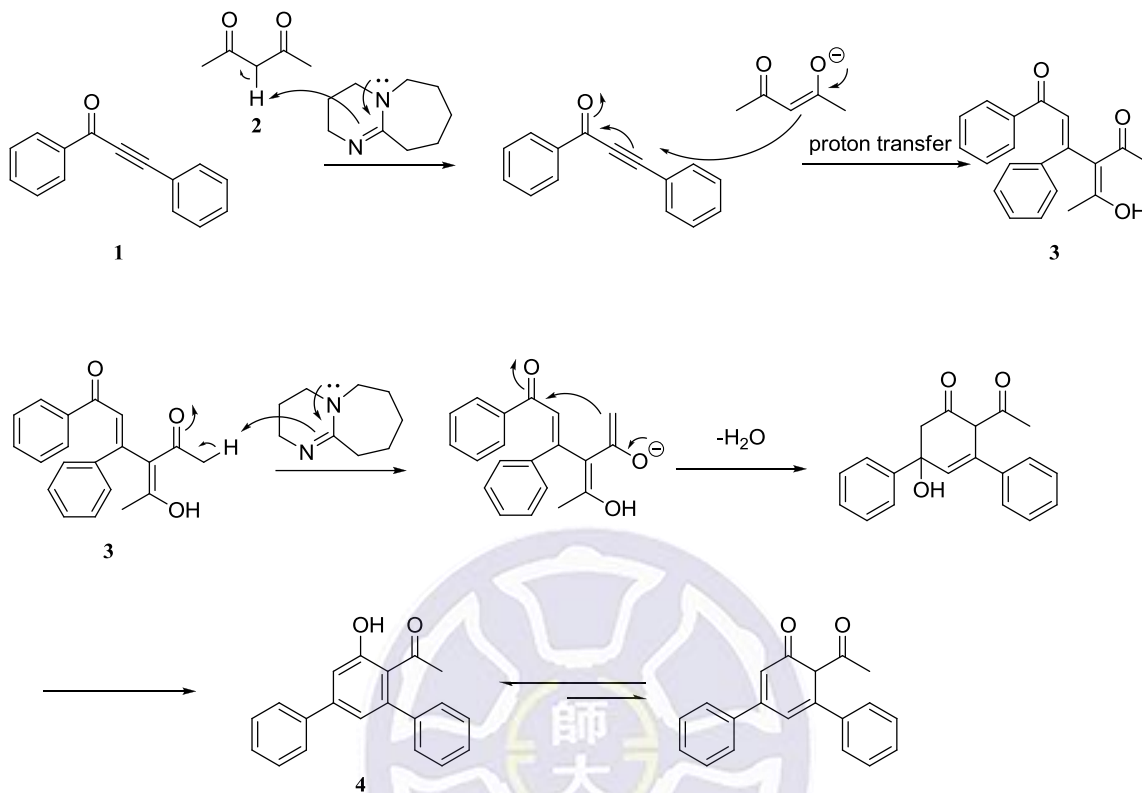


圖 3.13 以起始物 **1** 合成至產物 **4** 之反應機構

基於上述的研究報導，本研究同樣嘗試二苯基丙炔酮 **1** 作為起始物，與 2-萘酚 **5** 進行反應，先進行 1,4-加成形成中間產物 **6** 後，再針對萘環上的羥基進行去質子反應，形成親核基後進行合環反應，得到具有雙取代的萘並呔喃(naphthofuran)衍生物。如下圖 3.14 所示

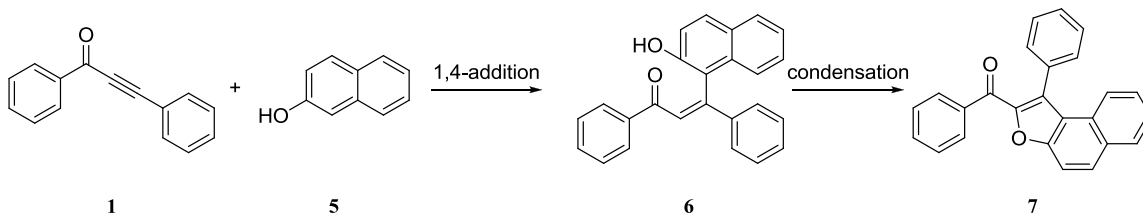
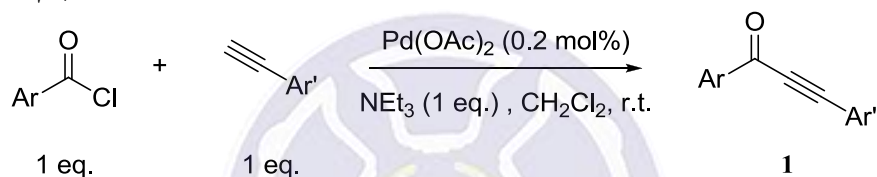


圖 3.14 以二苯基丙炔酮 **1** 逐步合成萘並呔喃產物

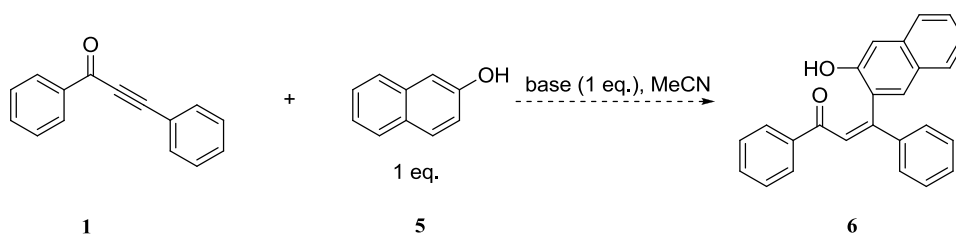
3-3、實驗結果與討論

以二苯基丙炔酮 **1** 做為本研究的起始物，改良自 2006 年由 Srinivasan 教授及其研究團隊所報導的合成步驟¹⁴，以各種不同的取代基的醯氯試劑 (acyl chloride) 和 苯基乙炔 (phenylacetylene) 做為起始物，以三乙胺 (triethylamine) 為鹼的條件下，使用醋酸鈀 (palladium(II) acetate) 催化進行耦合反應。起初反應是以無溶劑的條件 (neat reaction) 進行反應，在大量製備時，在無溶劑條件下，會劇烈放熱使得產率下降及增加反應的危險性。因此加入了無水二氯甲烷 (CH₂Cl₂) 做為溶劑，以利反應的進行，並提高反應的產率，如圖 3.15 所示。



得到起始物 **1** 後，參考自郭家銘學長的方法，欲以鹼性試劑對 2-萘酚 做去質子反應，使其做為 Michael donor，對二苯基丙炔酮 **1** 進行麥可加成反應，嘗試在實驗中更換不同的鹼性試劑作測試，結果如表 3.1 所示

表 3.1 以不同鹼性試劑進行起始物的合成



Entry ^a	Base	Temperature(°C)	Time(min)	Yield(%)
1	DBU	r.t.	10	S.M. decomposed
2	DMAP	r.t.	120	messy ^b
3	DMAP	60	30	messy
4	DABCO	60	overnight	messy

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Trace of S.M. was recovered in 2 h.

由實驗結果可以發現，首先當我們以與文獻報導所使用的 DBU 作為鹼性試劑時，在本條件下會導致起始物二苯基丙炔酮 **1** 分解，因此改採用強度較弱的 4-二甲氨基吡啶(DMAP)，以及 1,4-二氮雜二環[2,2,2]辛烷(DABCO) 作為鹼性試劑，首先以 DMAP 作為試劑於反應時，於兩小時後起始物仍存在於反應之中。因此將溫度提升至 60 °C，再以 DMAP 試劑進行反應，半小時後反應結束，但仍無法生成預期的 1,4 加成產物，而使用 DABCO 的結果也與使用 DMAP 相同。基於上述反應的結果，推測需要的目標起始物並不適用於鹼性試劑進行反應，因此嘗試尋求其他的合成方式進行中間產物的合成。

參考自前文所述 Anil Kumar 教授的合成方法¹¹，試圖以路易斯酸催化 2-萘酚加成至炔煙之反應，以不同的路易斯酸或是改變反應溫度進行研究，結果如下表 3.2 所示：



Entry ^a	Lewis acid	Solvent	Temperature (°C)	Time (day)	S.M. (%) ^b	Yield (%) ^c
1	I ₂	DCM	r.t.	1	N.R.	N.R.
2	FeCl ₃	DCM	r.t.	3	6	24 ^d
3	FeCl ₃	toluene	80°C	2	20	22
4	FeCl ₃	toluene	reflux	2	33	22
5	AlCl ₃	DCM	r.t.	5	trace	11
6	BF ₃ •Et ₂ O	DCM	r.t.	2	-	53
7	BF ₃ •Et ₂ O	toluene	reflux	overnight	-	92
8	BF ₃ •Et ₂ O	toluene	reflux	overnight	-	100 ^e

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Yields were determined from crude ¹H NMR spectra with dibromomethane as an internal standard. ^c Isolated yield. ^d One mole equivalent of FeCl₃ was added after 12 h. ^e 5 mol% CSA was used.

根據上表的結果，可以發現到當所使用的路易斯酸強度較弱，如碘(I_2)以及三氯化鐵($FeCl_3$)試劑(entries 1-4)，反應時間長達數天，且起始物無法反應完畢，若是將溫度升高或將試劑當量數提高，皆無法改善反應不完全的問題，證明強度較弱的路易士酸不適合本反應。因此，改採用強度較強的路易士酸，如三氯化鋁($AlCl_3$)及三氟化硼的乙醚溶液($BF_3 \cdot Et_2O$)時，令人高興的是反應可以完全結束，然而三氯化鋁反應所需的時間較長且產率過低，因此採用三氟化硼試劑做溫度的探討，發現若溶劑由二氯甲烷改為甲苯，同時將溫度提高至 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 迴流時，可在隔夜後得到產率 92%。在本反應中，起始物 **1** 可被視為具有共軛結構之麥可受體，根據文獻¹⁵⁻¹⁷，在麥可加成反應中可加入酸性試劑做為添加物，提升產物的產率，因此試圖加入樟腦磺酸(CSA)作為添加劑，發現可以促進反應的進行，進而提升反應的產率至 100%；將所得到的產物經由再結晶後，晶體由 X-ray 繞射光譜鑑定結構，確認為化合物 **6** 晶體結構如下圖 3.16 所示。

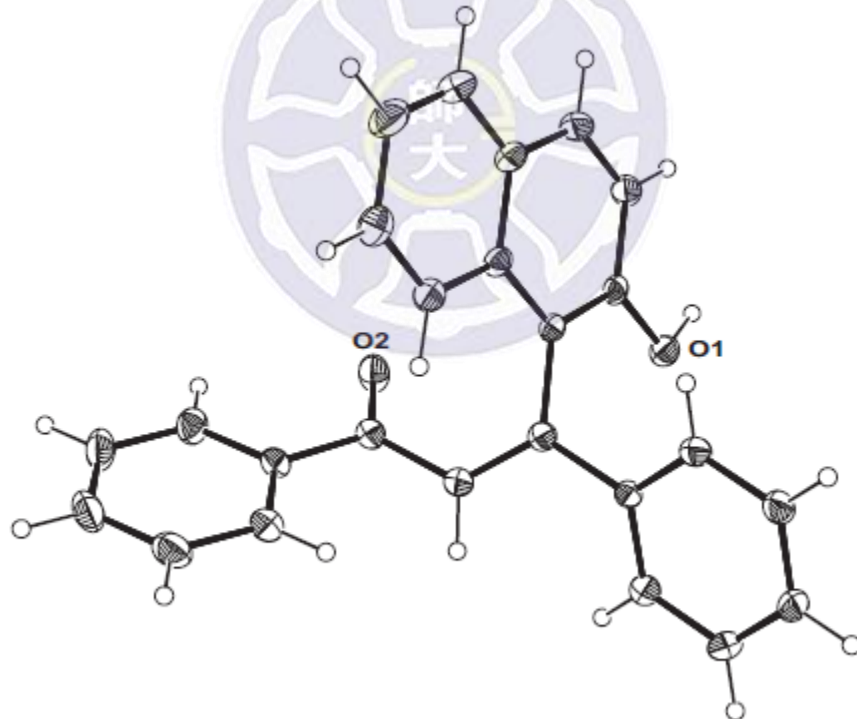
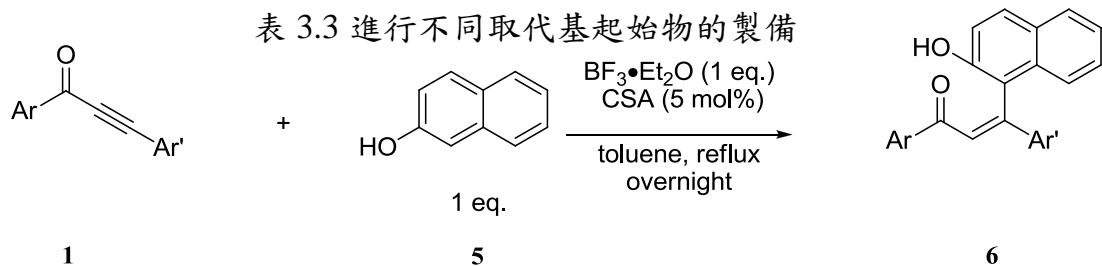
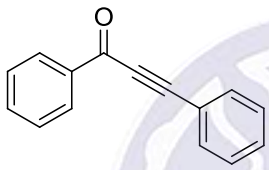
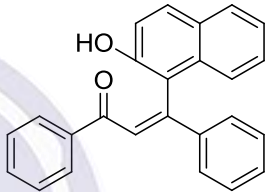
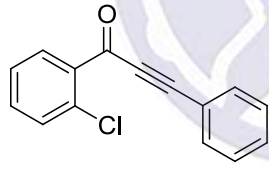
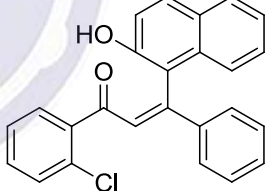
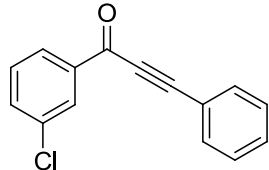
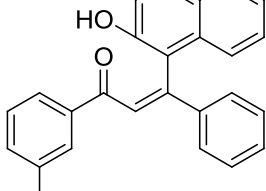
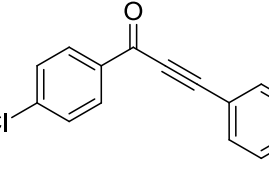
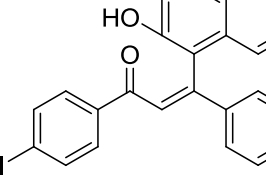
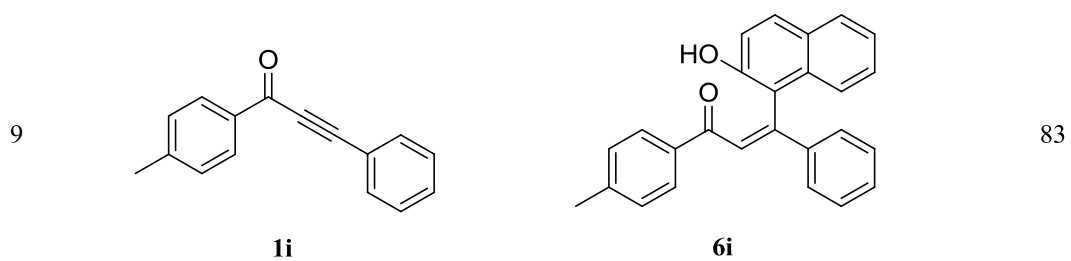
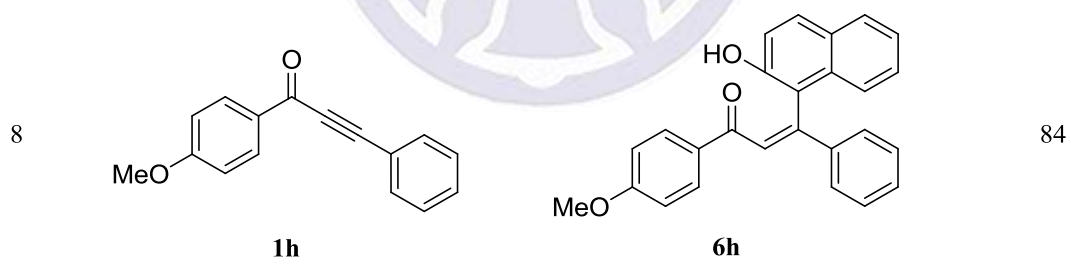
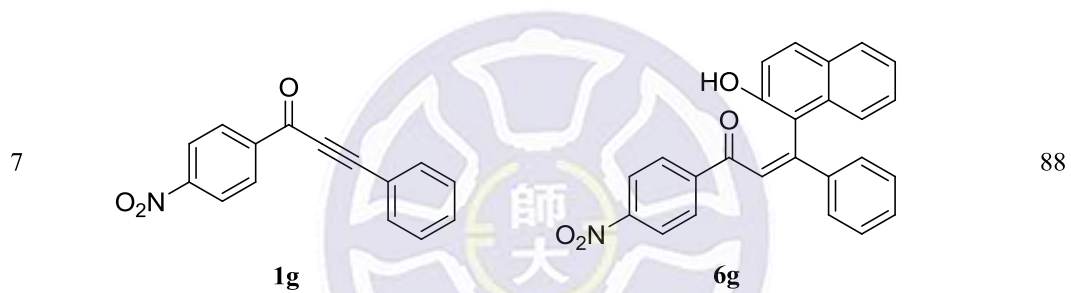
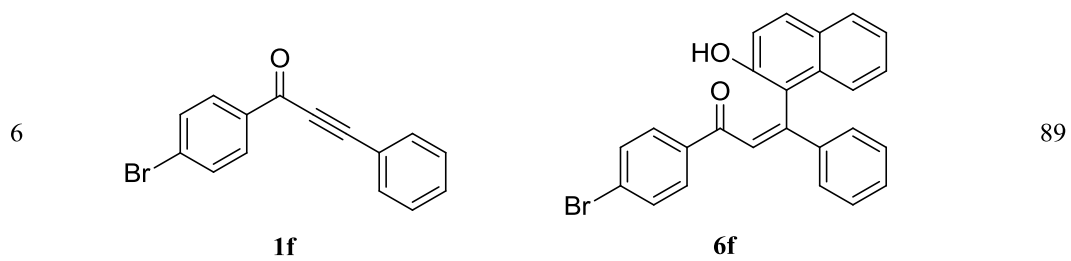
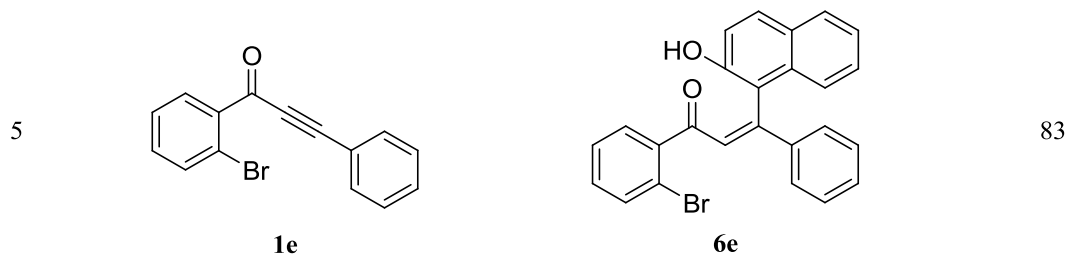


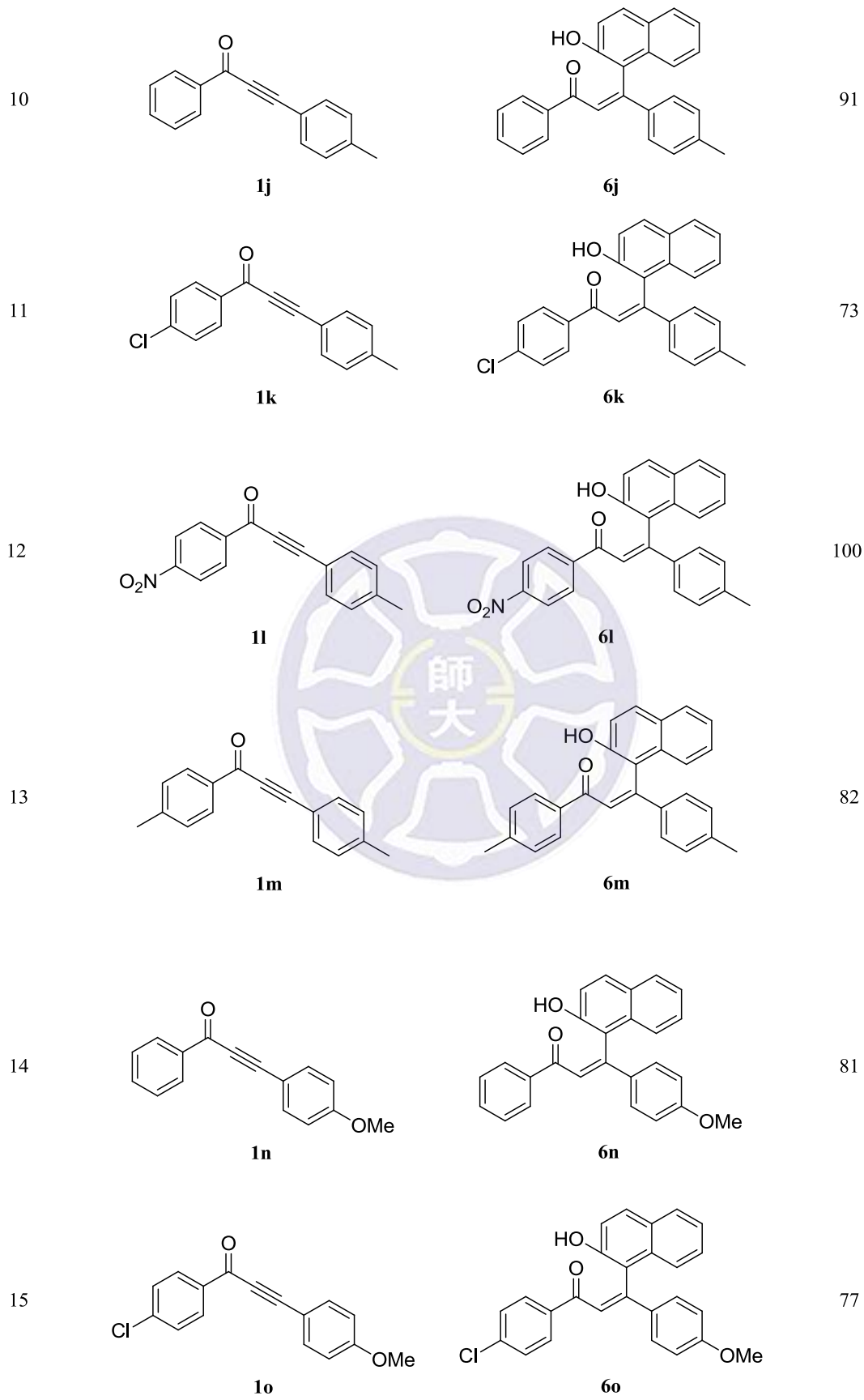
圖 3.16 以 X-ray 繞射光譜鑑定之起始物結構

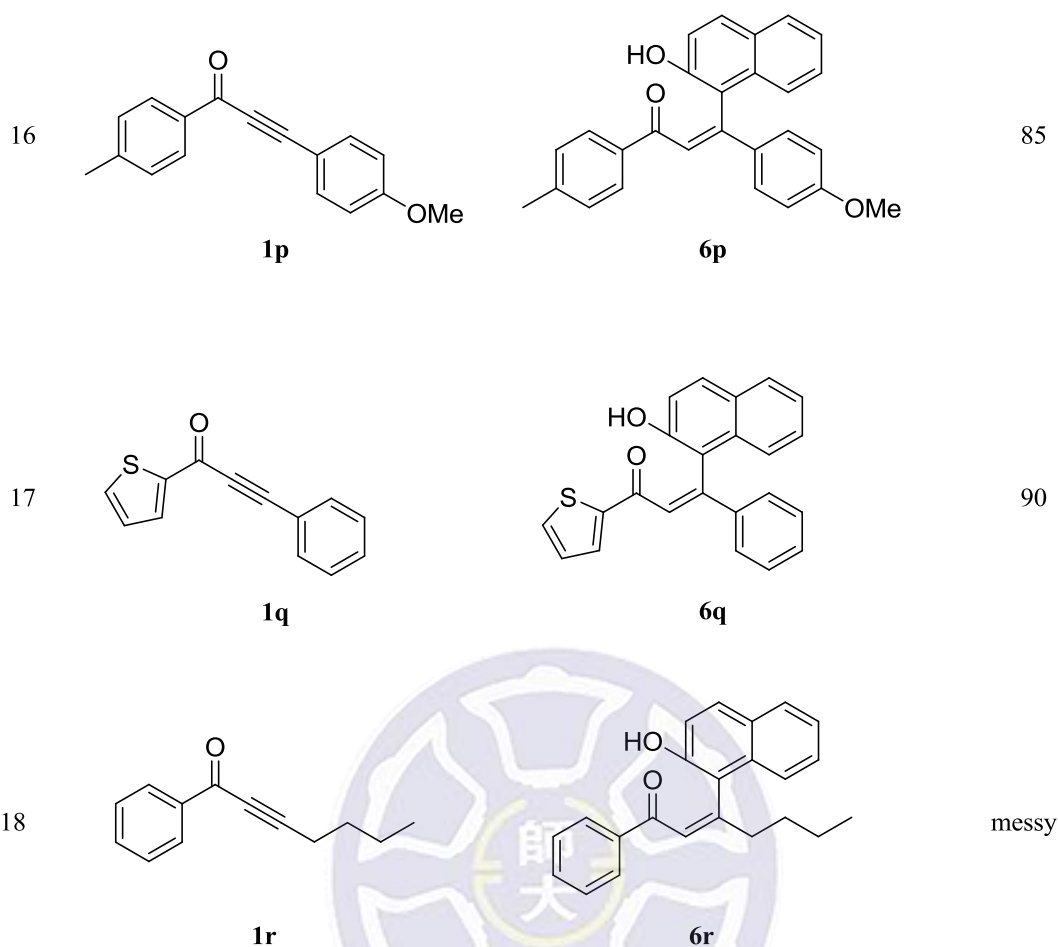
基於上述的條件篩選，反應最佳化的條件是以一當量的三氟化硼試劑搭配 5 mol% 的樟腦磺酸，以甲苯作為溶劑，於迴流的溫度下與起始物 **1** 及 **5** 進行不同取代基的試驗，反應的結果如下表 3.3 所示



Entry ^a	Substrate 1	Product	Yield(%) ^b
1			100
2			73
3			73
4			89





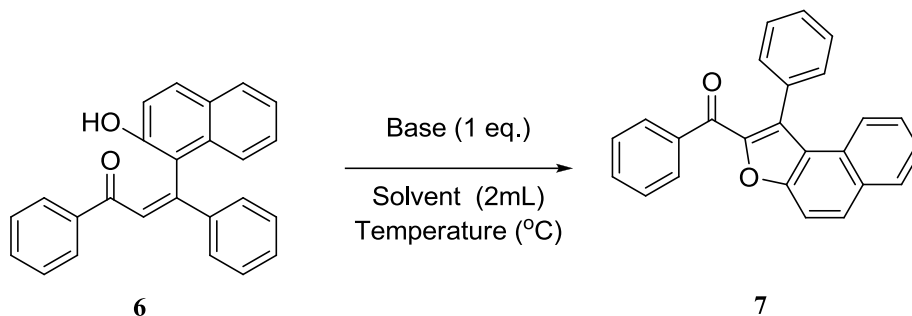


^a All the reactions were conducted on 5 mmol scale. ^b Isolated yields.

實驗結果顯示，以不同取代基的二苯基丙炔酮 **1** 和 2-萘酚 **5** 進行加成反應時，使用三氟化硼做為路易斯酸，以及樟腦磺酸做為催化劑，皆能得到相當不錯的產率，產率約 70-100%。即使是雜環系統的噻吩取代基(entry 17)亦能得到 90%的產率。可惜的是當起始物丙炔酮 **1** 具有脂肪族取代基(entry 18)時，則無法得到我們所需要的 1,4-加成產物，推測原因在於起始物 **1r** 在進行加成反應時，由於缺少一個苯環取代基，使得共振結構減少，進而讓起始物受路易斯酸催化後不穩定，因此無法和 2-萘酚生成預期的產物 **6r**。

基於目標中間物的反應條件已篩選完成，試圖以鹼性試劑脫去羥基上的質子，讓帶負電的氧原子對雙鍵進行加成反應，以產生具萘並呋喃的目標產物，開始先對不同的鹼性試劑及反應溫度進行最佳化條件篩選，反應結果如下表 3.4 所示。

表 3.4 針對鹼性試劑對最佳化條件進行篩選



Entry ^a	Base	Solvent	Temperature (°C)	Time (h)	Yield (%) ^b
1	DMAP	MeCN	80°C	overnight	N.R.
2	DBU	MeCN	80°C	overnight	N.R.
3	K ₂ CO ₃	MeCN	80°C	6	N.R.
4	K ₂ CO ₃	DMF	120°C	overnight	49

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated Yields.

首先由於一般 2-萘酚的 pKa 約 9-10 之間，可與部分有機鹼進行去質子化反應，因此我們先使用有機鹼如 DMAP 及 DBU 試劑，以乙腈作為溶劑於 80 °C 進行反應測試，但不能促使反應發生。因此嘗試改變反應策略以無機鹼性試劑進行反應，以碳酸鉀於 80 °C 進行反應，反應仍無法順利啟動，於是我將溶劑改為 DMF 並將反應溫度提升至 120 °C，則順利得到產率 49% 的產物；得到的產物經由再結晶純化後，晶體由 X-ray 繞射光譜測定，以鑑定結構確認推測產物之正確性，晶體結構如下圖 3.17 所示。

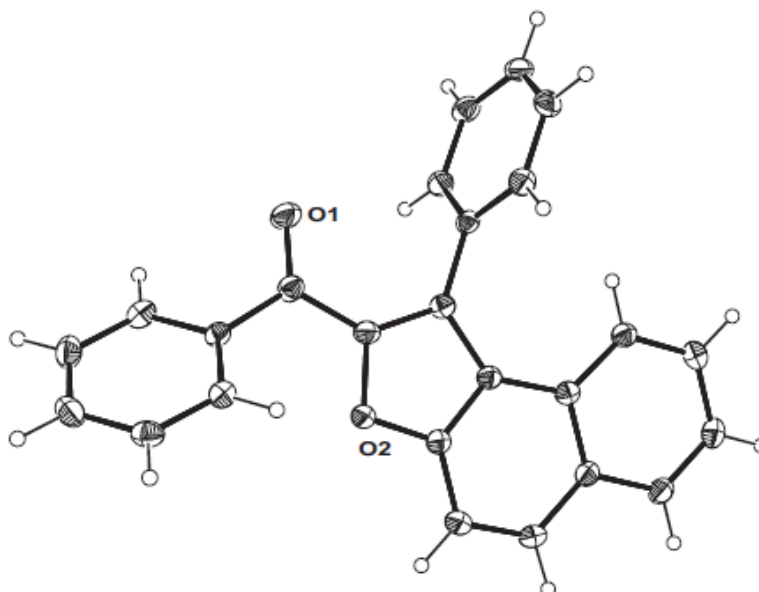


圖 3.17 以 X-ray 繞射光譜鑑定產物之結構

表 3.5 以不同鹼性試劑合成目標產物



Entry ^a	Base	Yield (%) ^b
1	K ₃ PO ₄	40
2	K ₂ CO ₃	49
3	KOH	50
4	t-BuOK	58
5	t-BuOK	37 ^c
6	Na ₂ CO ₃	58
7	Cs ₂ CO ₃	60

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated Yields. ^c reaction under nitrogen condition, recovered 2% S.M.

基於使用碳酸鉀做為鹼性試劑能順利目標產物，反應便以 DMF 作為溶劑及溫度控制在 120 °C 以下，搭配不同種類的無機鹼進行鹼性試劑的篩選，反應結果如上表 3.5 所示當使用 DMF 作為溶劑於 120°C 進行反應時，反應時間皆需 overnight，當無機鹼為含鉀鹽類如磷酸鉀、碳酸鉀、氫氧化鉀以及叔丁醇鉀，產率約在 40-58%。而使用不同的碳酸鹽類進行反應測試，發現到以碳酸銫所能得到的產率 60% 為最高產率。

表 3.6 變更溫度及溶劑進行條件篩選

Reaction scheme: O=C(O)C=C(c1ccccc1)c2ccc(O)cc2 + Cs2CO3 (1 eq.) -> O=C(O)C1=C(c2ccccc2)OC3=CC=CC=C3 + Solvent (2 mL) Temperature(°C)

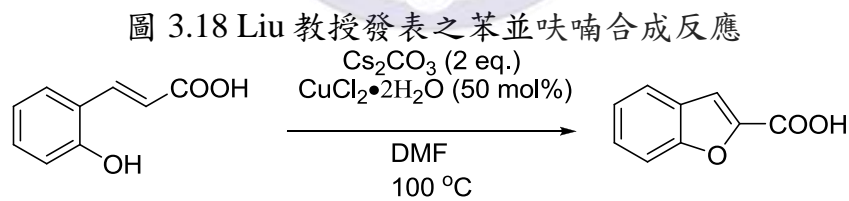
Entry ^a	Solvent	Temperature (°C)	Time (h)	Yield (%) ^b
1	DMF	r.t.,)))	9	N.R.
2	DMF	80	overnight	N.R.
3	DMF	100	overnight	52 ^{c,d}
4	DMF	120	overnight	60
5	DMF	r.t.→120	overnight	67
6	DMF	140	overnight	20
7	DMSO	120	overnight	52
8	DMAc	120	18	56
9	PEG	120→140	overnight	25
10	DMAc	140	overnight	44
11	DMF	120	9	49 ^e

^a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. ^b Isolated yields. ^c The reaction was uncompleted, recovered 11% S.M. ^d Yields were determined from crude ¹H NMR with dibromomethane as an internal standard. ^e The reaction was performed by using 2 eq Cs₂CO₃.

而我們也針對碳酸鈉做反應條件的篩選，研究結果如上表 3.6 所示。首先再針對反應所需的溫度進行篩選，當反應溫度低於 100 °C 時 (entries 1、2)，則反應完全不會發生，溫度在 100 °C 時則只能得到 52% 的產物，同時回收 11% 的起始物 5。溫度提升至 140 °C 時則只能得到 20% 的產物，可能是產物具有熱不穩定性，導致產率下降。而我們發現若將起始物及試劑添加完畢，再由室溫升溫至 120 °C (entry 5)，則可以得到 67% 的產物。

另外也對反應的溶劑進行篩選，以 DMSO 及 DMAc 作為溶劑，於 120 °C 及 140 °C 進行反應，只能得到約 44-56% 左右的產率，而以 PEG (polyethylene glycol) 作為溶劑，當溫度為 120 °C 時無法發生反應，因此提升溫度至 140 °C 後反應啟動，但僅能得到 25% 的產物。因此本實驗還是以 entry 5 做為最佳條件繼續進行反應條件的探討。

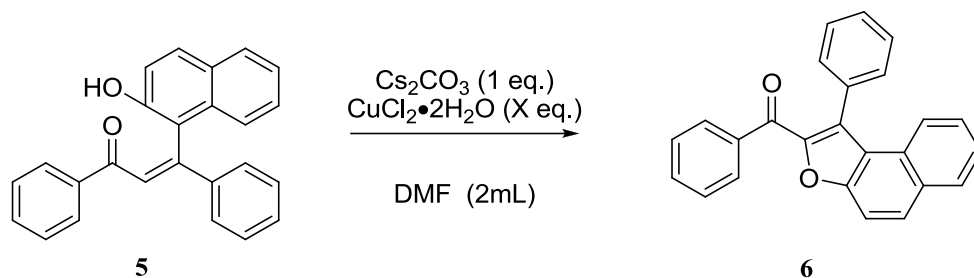
2014 年 Liu 教授及其研究團隊發表了一篇以鹼性試劑，配合銅金屬試劑做為催化劑，進行苯並呋喃的合成反應¹⁸，反應如下圖 3.18 所示



Li, H.S.; Liu, G. *J. Org. Chem.* **2014**, *79*, 509-516

參考自 Liu 教授的報導，嘗試加入銅金屬催化試劑進行反應的測試，反應的結果如下表 3.7 所示

表 3.7 加入銅(II)試劑進行反應測試

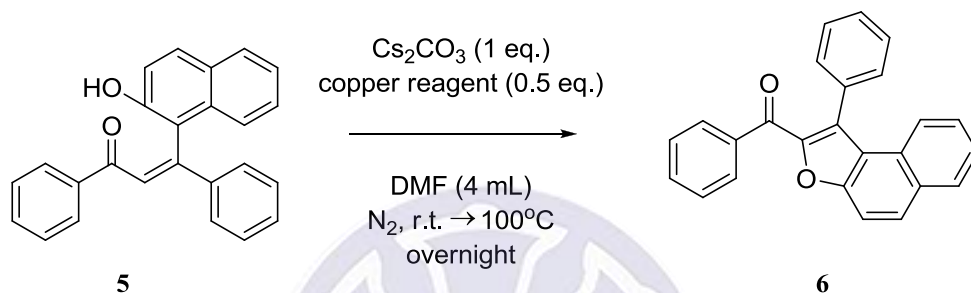


Entry ^a	X (eq.)	Temperature (°C)	Time (h)	Yield (%) ^b
1	0.25	r.t.→120	3.5	19
2	0.5	r.t.→120	5.5	34
3	0.5	r.t.→100	overnight	45
3	0.5	r.t.→80	overnight	24
4	0.5	r.t.→80→100	overnight	48 ^c
5	0.5	r.t.→80	overnight	20 ^d

a All the reactions were conducted on 0.5 mmol scale. b Isolated yields. ^c Reaction was performed under N₂ atmosphere, and completed at 100 °C. ^d Reaction was performed under O₂ atmosphere.

由上述結果可以發現到，將銅試劑加入至原先的最佳反應條件中，反應時間會由 overnight 減少至 3-6 小時，但產率卻降低至 20-35% (entries 1、2)，同時發現到反應於加熱的過程中即可啟動反應，因此將反應溫度降低至 100 °C 及 80 °C 進行測試(entris 3-5)，發現反應亦可在較低的溫度下進行，但溫度要提升至 100 °C 才能反應完畢同時有較好的產率，而在氮氣條件下能讓產率略為提升至 48%，因此將 entry 4 做為最佳條件，篩選不同的銅試劑，結果如下表 3.8 所示

表 3.8 使用不同的銅(II)試劑進行反應

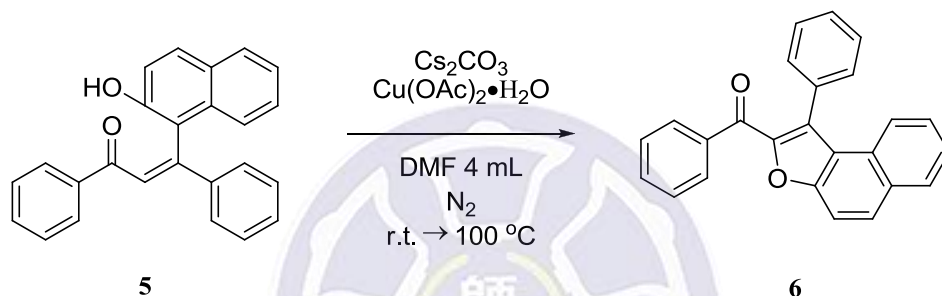


Entry ^a	Copper reagent	yield (%) ^b
1	-	52 ^c
2	$\text{Cu}(\text{acac})_2$	messy
3	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	45
4	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$	49
5	CuO	50
6	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	58
7	$\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	66
8	$\text{Cu}(\text{OAc})_2$	68
9	CuCl	21
10	CuI	59 ^d
11	MnCl_2	42

^a All the reactions were conducted on 1 mmol scale. ^b Isolated yields. ^cThe reaction was uncompleted, and 11% S.M was recovered. ^d The reaction was uncompleted, and 14% S.M. was recovered.

根據上表結果，使用了不同的銅(II)試劑，若使用乙酰丙酮酸銅(entry 2)進行反應，反應結果極差，無法得到我們的目標產物；而使用含水的氯化銅(II)及硝酸銅(II)(entries 3-4)，可得到 45-49%的產物；使用氧化銅(II)及硫酸銅，則可得到 58-66%的產物，其中產率最好的是使用含水醋酸銅(II)試劑，可以得到較高的 66%產率，而我們也以不含水的醋酸銅(II)試劑進行反應來比較，發現兩者產率差異不大。我們同時也使用銅(I)試劑及錳(II)試劑進行比較(entries 9-11)，反應性皆不如銅(II)，產率僅得到 20-59%。在產率及藥品價格高低的考量下，選擇採用含水醋酸銅(II)做為最佳的銅(II)試劑，繼續對條件進行篩選，如下表 3.9 所示。

表 3.9 以醋酸銅試劑改變不同條件進行反應



Entry ^a	Cs_2CO_3 (eq.)	$\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (eq.)	Gas	time (h)	yield (%) ^b
1	1	0.5	N_2	overnight	67
2	1	0.5	Ar	11	57
3	1	0.5	atmosphere	1.5	59
4	1	1	N_2	2	52 ^c
5	1	1	N_2	overnight	59
6	0.5	1	N_2	24	67
7	0	1	N_2	16	57
8	1	1	atmosphere	1.5	57
9	0.5	2	atmosphere	5	62
10	1	2	atmosphere	4	66

^a All the reactions were conducted on 1 mmol scale. ^b Isolated yields. ^c 23% S.M. was recovered after column chromatography.

以含水醋酸銅做為銅試劑時，首先將反應條件改於氫氣下進行反應 (entry 4)，雖然反應時間縮短，但產率卻下降至 57%，因此還是以氫氣作為條件進行對銅試劑以及碳酸銨試劑的調整。當醋酸銅的當量數提升至 1 當量時，起始物於 2 小時於 TLC 片上消失(entry 2)，但在經過萃取及管柱層析純化後，卻只得到 52% 的產率，同時回收了 23% 的起始物。推測反應是起始物先和銅(II)試劑形成螯合中間體，反應於兩個鐘頭時，除了產物外，仍有部分中間體尚未反應完畢，因此在純化後回收到起始物。

而在將反應時間延長至 overnight(entry 3)，純化後沒有得到起始物，而得到了 59% 的合環產物。在這裏懷疑是否是鹼性試劑過多或者是加熱的時間過長，進而破壞了產物。因此對鹼性試劑的用量進行調整(entries 5、6)，但在反應時間及產率上都無法突破先前得到的最佳化條件。

以銅(II)試劑及鹼性試劑皆為 1 當量進行反應時，試圖將反應系統對空氣開放(entry 7)，而不使用密閉系統或氮氣球，發現到反應能在 1.5 小時完全反應完，且經過純化後沒有收到任何的起始物，得到 55% 的產率，雖然在先前的試驗發現到在氫氣下進行反應，能夠得到最好的產率，但在反應時間上始終無法突破。但根據 entry 7 的結果，空氣或許能有效的降低反應的時間。因此改變銅(II)試劑的使用量至 0.5 及 2 當量(entries 3、10)，發現反應能在 1.5-5 小時便能反應完畢，其中 entry 10 最接近先前得到的最佳產率，而反應時間由隔夜大幅縮短至 4 小時，可說在反應時間上有很大的突破。而根據 entry 6 的結果，將鹼性試劑的使用量降至 0.5 當量觀察是否能提升產率(entry 9)，但相對的只得到 62% 的產率，因此還是以使用 1 當量的鹼性試劑以及 2 當量的銅(II)試劑，在空氣下將溫度自室溫提升至 100 °C 做為最佳條件。

嘗試純化僅使用銅(II)試劑的 entry 7 時，發現產物除了化合物 6 外，亦得到了 11% 的具有氧原子之六元雜環產物，該產物結構經由再結晶純化後，晶體由 X-ray 繞射光譜測定，以鑑定結構確認推測產物之正確性，其反應式及 X-ray 繞射光譜圖如下圖 3.18 所示。

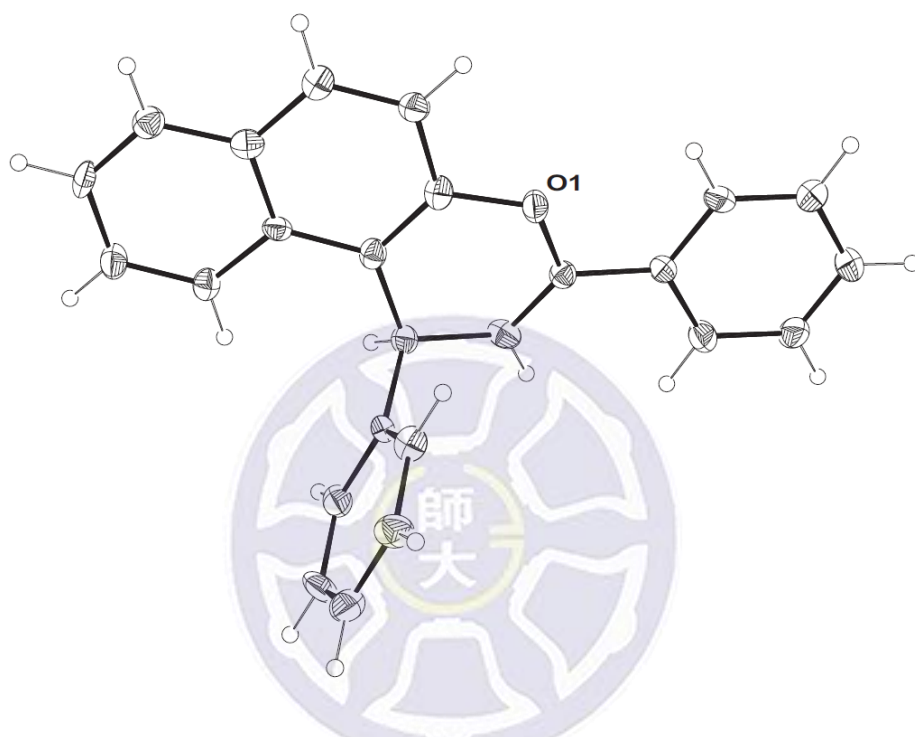
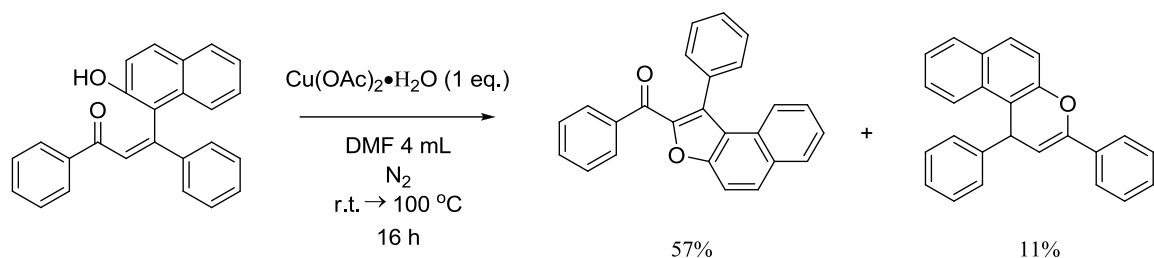
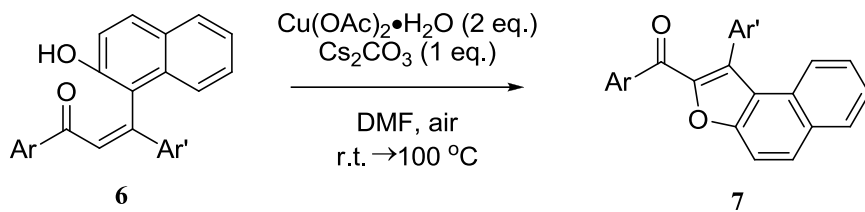


圖 3.18 以銅(II)試劑單獨催化得到的六元雜環產物

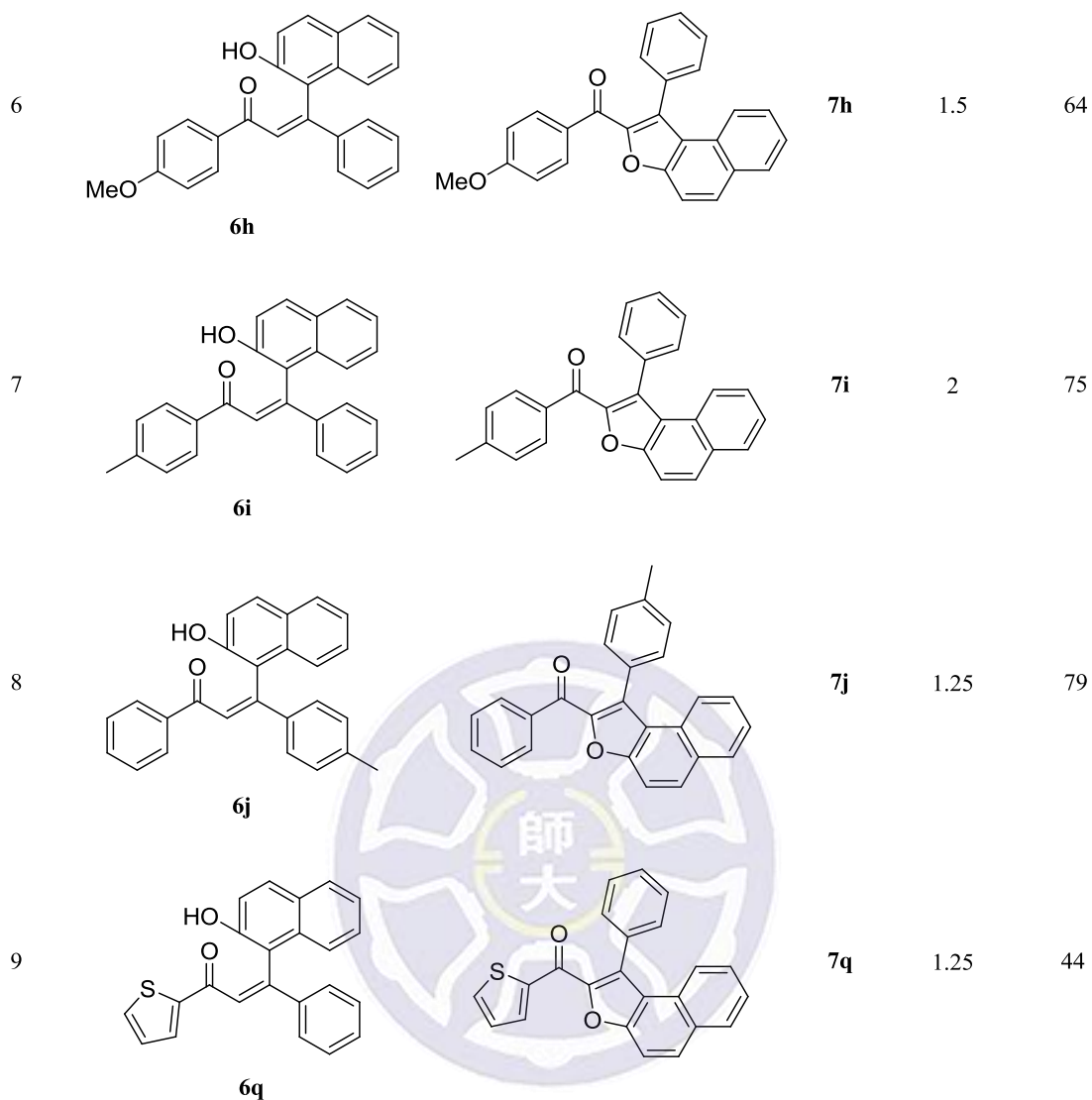
本反應之六元雜環副產物推測可能在銅(II)催化的條件下，經由另一反應途徑，為羥基以及羰基之雙鍵對銅(II)試劑進行螯合反應，再進行還原消去反應後所得到的副產物，對於上述假設，有待進一步的研究來驗證。

在茶並呋喃的合成方法得到最佳化條件後，便嘗試以不同取代基之起始物進行反應，藉此觀察該方法的應用性，如表 3.10 所示：

表 3.10 以不同取代基起始物進行反應



Entry ^a	Substrate	Product	Time(h)	Yield(%) ^b
1	<p>6a</p>	<p>7a</p>	4	66
2	<p>6c</p>	<p>7c</p>	3	68
3	<p>6d</p>	<p>7d</p>	1.5	61
4	<p>6f</p>	<p>7f</p>	3.5	71
5	<p>6g</p>	<p>131</p>	2	81

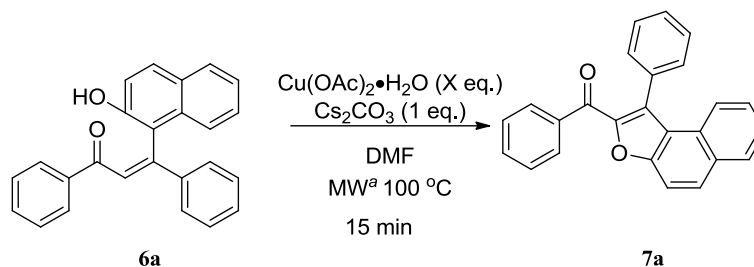


^a All the reactions were conducted on 1 mmol scale. ^b Isolated yields.

根據上表的結果，由最佳化的條件所得到的產率約在 44-81%，不同取代基的產率間並沒有太大的變化，而時間也都控制在 4 小時以內，唯一產率較差的為 R¹ 是噻吩取代基時(entry 9)，產率會降低至 44%，推測是雜環系統的反應活性較一般苯環取代基不同所致。

本條件使用傳統方法可以得到 44-81% 的產率，仍有進步的空間。因此我們想藉由微波加熱系統進行反應的測試，希望能提高產率或者降低反應所需的時間。由於反應所需的銅(II)試劑高達兩當量，因此以微波加熱系統進行反應測試並調整銅(II)的當量數，其結果如下表 3.11 所示。

表 3.11 以微波加熱法搭配不同當量醋酸銅(II)試劑進行反應

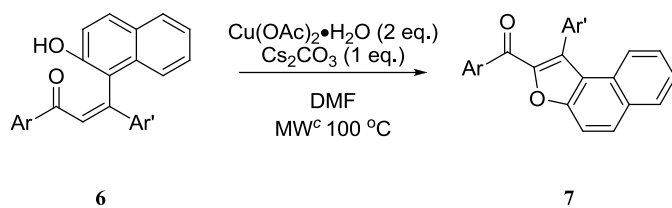


Entry ^b	Cu(OAc) ₂ ·H ₂ O (X eq.)	Time (min)	Yield (%) ^c
1	0.5	90	57
2	1	60	55
3	2	15	66

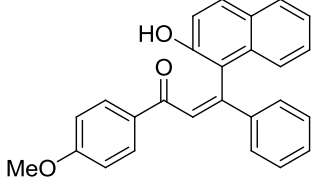
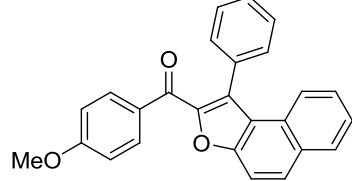
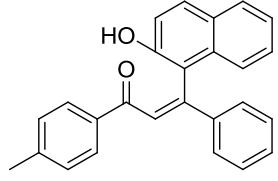
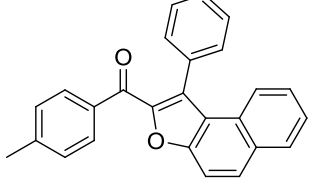
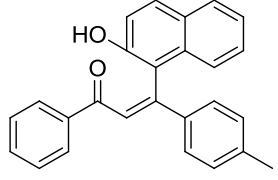
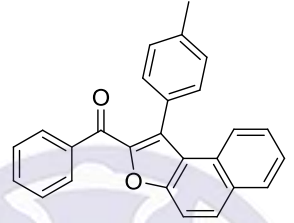
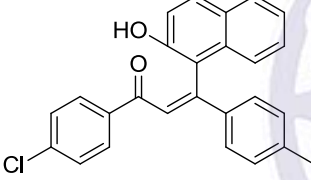
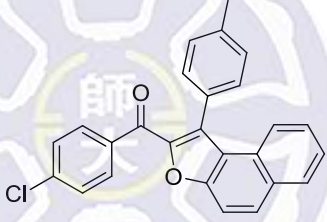
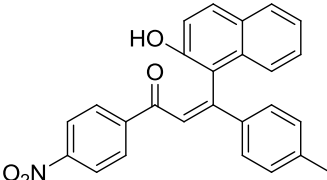
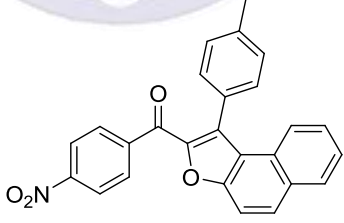
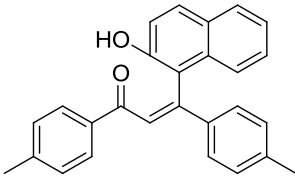
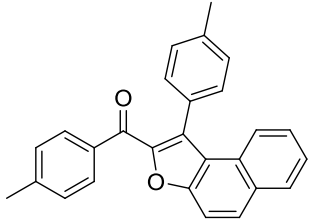
^a 200 MW, CEM Discover S-Class. ^b All the reactions were conducted on 1 mmol scale. ^c Isolated yields.

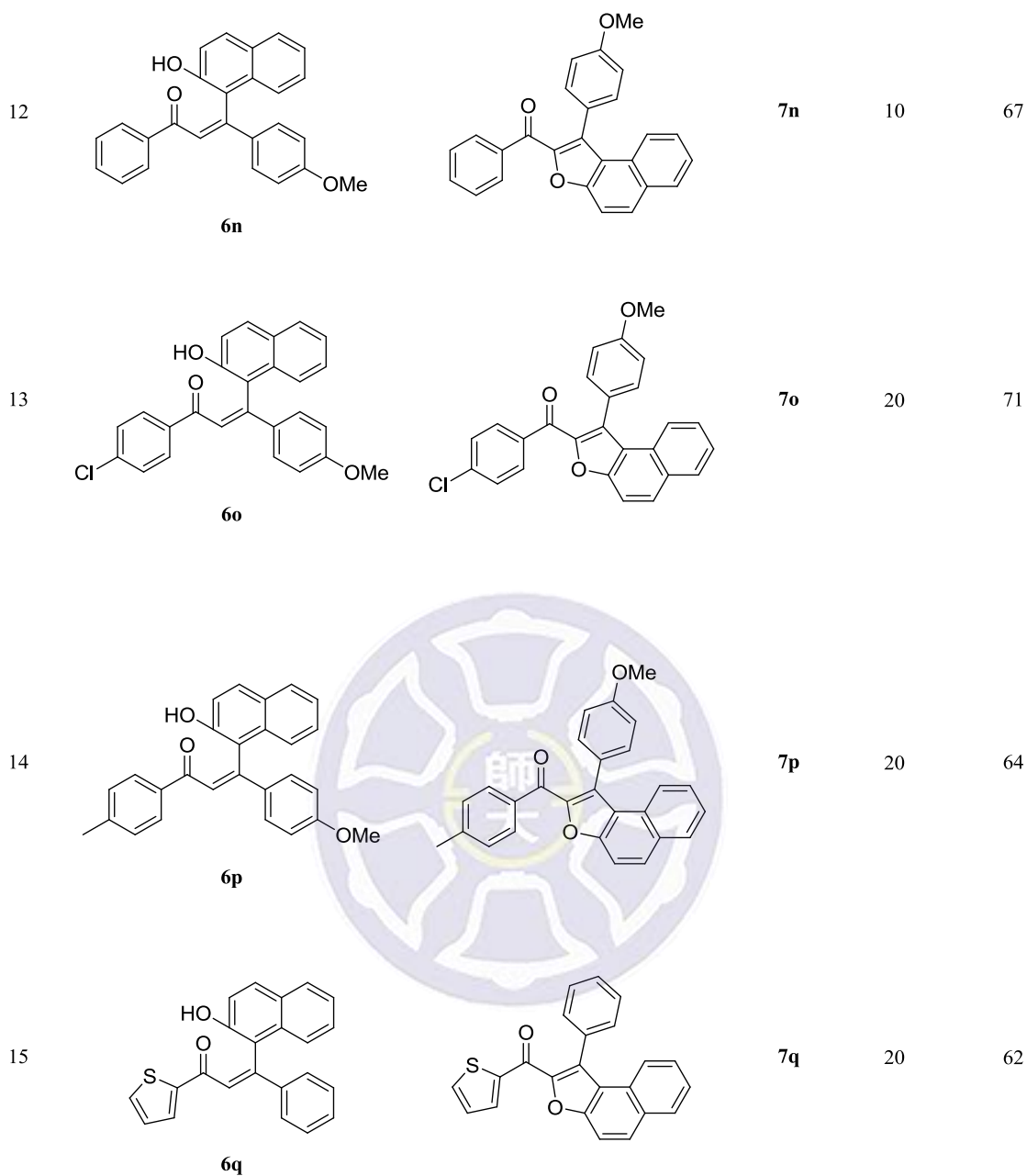
如上表所示，當醋酸銅(II)試劑當量數降低至 0.5 及 1 當量(Entries 1、2)，所得到的產率為 55-57%，而反應時間為 60-90 分鐘。而使用先前所得到的最佳化條件，以 2 當量的醋酸銅(II)試劑進行反應，則能在反應時間 15 分鐘便能達到 66%較佳的產率。因此以 Entry 3 做為最佳化條件，使用微波加熱法搭配 2 當量的醋酸銅(II)試劑進行反應，以維持最短的反應時間及最佳產率。使用微波加熱法對 15 種不同取代基的化合物進行反應的測試，反應結果如下表 3.12 所示。

表 3.12 以微波加熱法對不同取代基起始物進行反應



Entry ^a	Substrate	Product	Time(min)	Yield(%) ^b
1			15	68
2			20	51
3			15	65
4			25	66
5			35	72

6	 <p>6h</p>	 <p>7h</p>	15	64
7	 <p>6i</p>	 <p>7i</p>	15	67
8	 <p>6j</p>	 <p>7j</p>	20	72
9	 <p>6k</p>	 <p>7k</p>	30	70
10	 <p>6l</p>	 <p>7l</p>	30	61
11	 <p>6m</p>	 <p>7m</p>	20	71

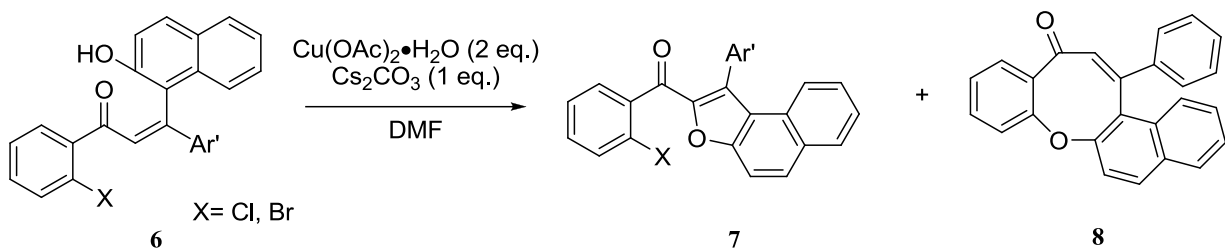


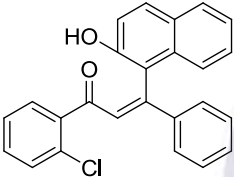
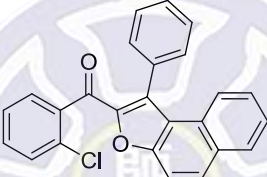
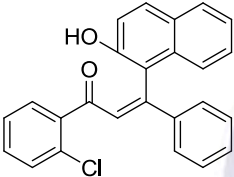
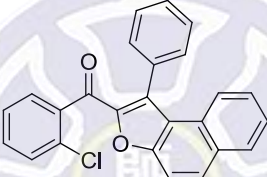
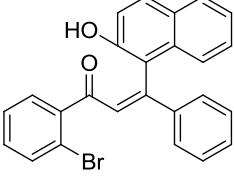
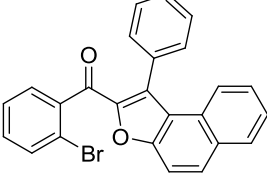
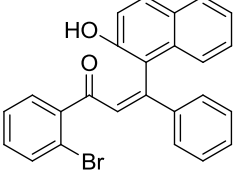
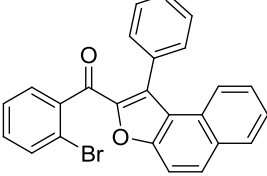
^a All the reactions were conducted on 1 mmol scale. ^b Isolated Yields. ^c 200MW, CEM Discover S-Class.

根據上表結果，使用微波加熱器進行本實驗之反應，能有效的將反應時間由傳統加熱法的 1 到 3 小時，降低至 30 分鐘完成，但在產率方面，並沒有很明顯的提升，亦多落在 51-72% 之間。由於微波加熱條件所得到的結果較佳，因此在原本苯基乙炔的苯環上加入取代基進行討論，加入的取代基為 4-甲基以及 4-甲氧基，與不同取代基的苯基醯氯經由兩步合成起始物後進行本反應(entries 8-14)，反應時間於 30 分鐘內得到 64-71% 的產率。

在進行不同取代基的試驗時，我們發現到，當起始物於羰基旁的苯環具有 2 號位鹵素取代時，反應會產生兩種產物，其結果如下表 3.13 所示。

表 3.13 以 2 號鹵素取代基之起始物進行反應



Entry ^a	Substrate	Product	condition	7(%) ^b	8(%) ^b
1			r.t. → 100 °C	45 ^c	17 ^c
2			100 °C Microwave ^d	31	36
3			r.t. → 100 °C	trace	64
4			100 °C Microwave ^d	trace	75

^a All the reaction were conducted on 1 mmol scale. ^b Isolated yields. ^c NMR yields. ^d MW; 200W, CEM Discover D-Class.

根據上表結果，無論是以傳統方法，或是以微波加熱法，都會得到兩種產物，分別為原先預期具有呋喃的產物 7，

以及具有八元環結構的產物 **8**，產物 **8** 的結構是經由再結晶純化後，晶體藉由 X-ray 光譜測定所鑑定的結構，晶體結構如下圖 3.19 所示。

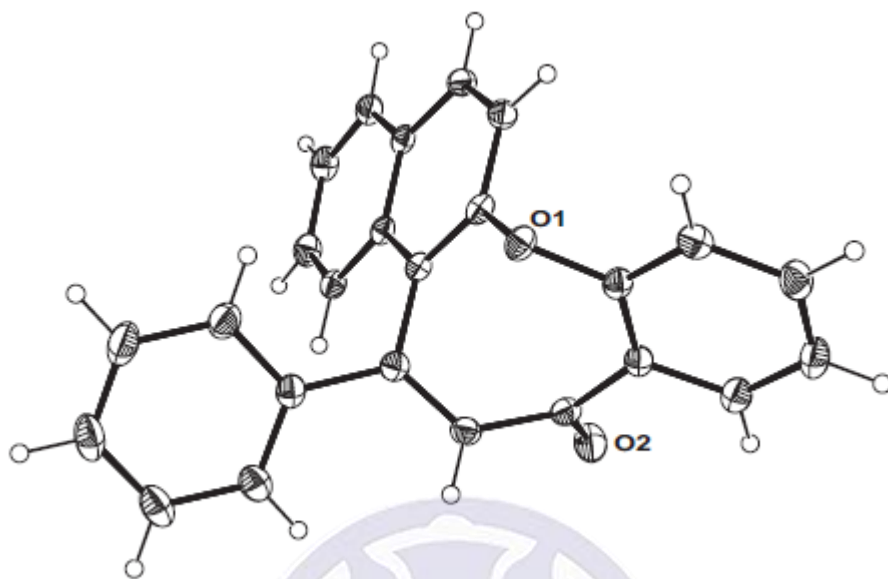


圖 3.19 八元環產物之 X-ray 繞射圖譜

當 2 號位鹵素為氯時(entries 1、3)，以傳統方法會得到 45% 的 **7b** 產物及 17% 的 **8** 產物，而以微波加熱法則會得到 31% 的 **7b** 產物及 36% 的 **8** 產物，推測原因在於生成 **8** 產物所需要的能量較高，而微波加熱法提供反應的能量較強，使得生成 **8** 產物的比例提升。

而當 2 號位鹵素為溴時(entries 2、4)，則會幾乎得到單一化的產物 **8**，產物 **7e** 僅以 trace 的產率存在，以傳統方法及微波加熱法所得到的產率分別為 64% 及 75%，可看出微波加熱法的產率較傳統加熱法來的高，進而可以驗證上述產物 **8** 生成所需能量較高的推論。

針對化合物 **7** 的反應機構，首先我們推測本反應是否可能是屬於自由基反應，因此在反應中分別加入自由基抑制劑 Galvinoxyl，以及將反應於氧氣環境下反應，反應結果如下圖 3.20 所示

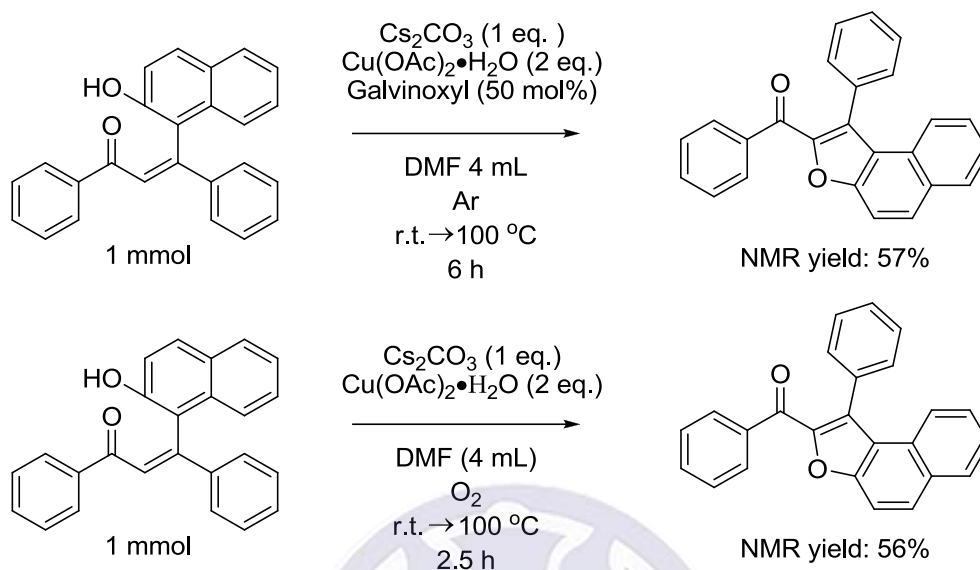


圖 3.20 以不同條件測試是否為自由基反應

由上圖可以發現到，雖然加入 Galvinoxyl 較於氧氣中反應的時間略長，但反應於開始加熱後便開始啟動，且兩組實驗所得到的產率分別為 56、57%，可看出兩者的差異性不大，經由測試所得到的結果來推測，本反應並非屬於自由基反應。

參考自 Liu 教授的論文¹⁸，推測本反應進行的反應機構，首先是由鹼性試劑對起始物 **6** 上的羥基進行去質子反應，使得氧原子帶有負電荷，同時銅(II)試劑受鹼性試劑影響，還原成銅(I)化合物，此時具負電的氧原子以及羰基旁的雙鍵，會與銅(I)化合物進行螯合反應，形成具有 Cu(III)的螯合物，最後進行還原消去反應後，便能得到預期的茚並呋喃產物 **7**，反應機構如下圖 3.21 所示。

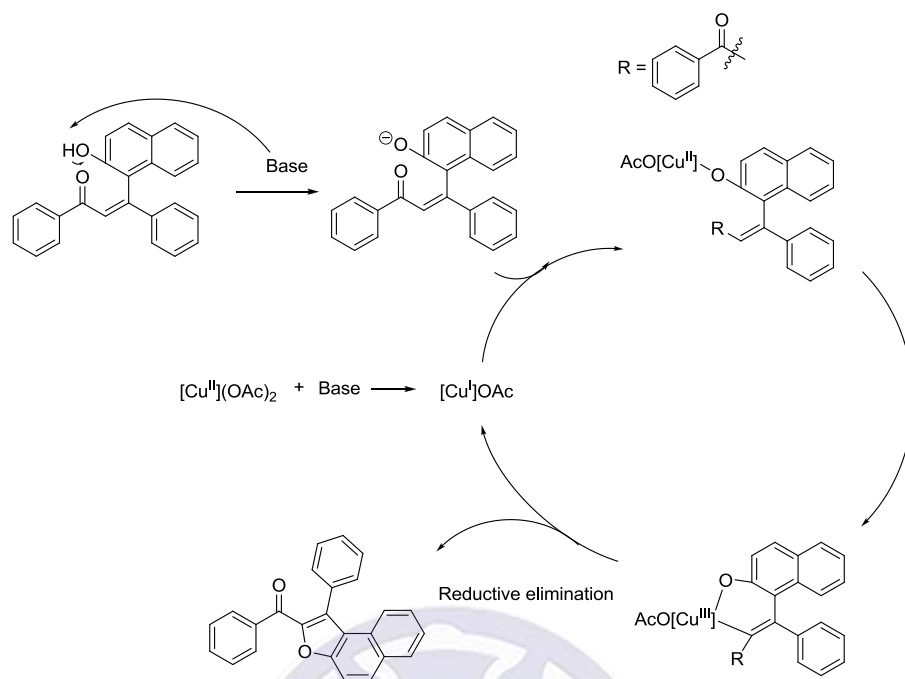


圖 3.21 推測本反應之反應機構

若是以帶有 2 號取代鹵素的起始物進行反應時，首先同樣是由鹼性試劑對羥基進行去質子化反應，以及銅(II)還原至銅(I)，但此時由於苯環二號位帶有鹵素的關係，會由氧負離子(oxide)以及苯環二號位對銅(I)進行螯合反應，形成螯合物後同樣進行還原消去反應，便得到八元環產物 **8**，推測反應機構如下圖 3.22 所示。

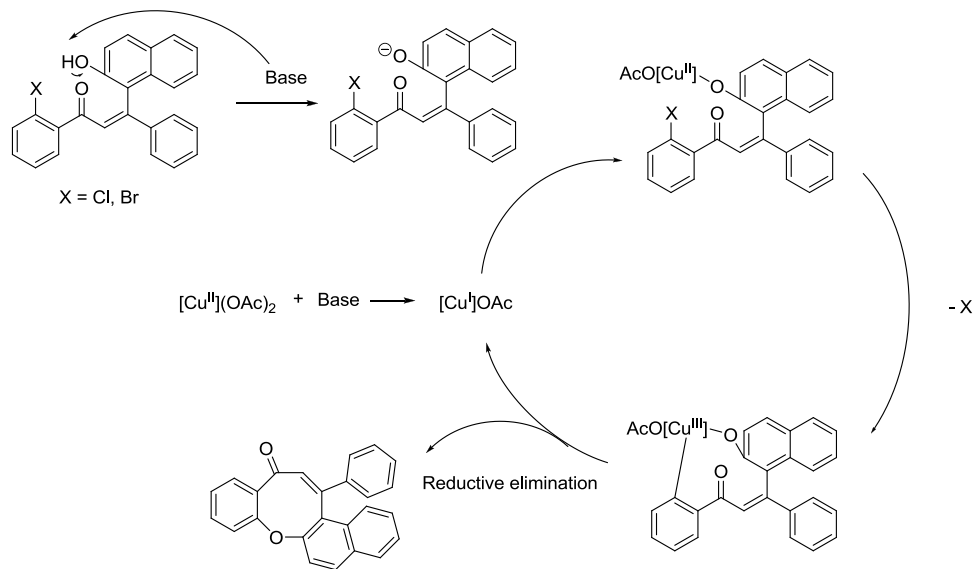


圖 3.22 推測生成八元環產物之反應機構

如上述反應機構，此反應會和原先預期的茶並呔喃生成反應發生競爭，若 2 號位上的鹵素為溴時，由於溴相較於氯為較好的離去基，其二號位較易與銅(I)形成螯合反應。因此在以二號溴取代的起始物 **6e** 進行反應時，反應會得到八元環產物 **8**，而幾乎沒有得到原先預期的茶並呔喃產物 **7e**。

3-4、結論

本實驗利用簡單且有效率的方法，以二苯基丙炔酮做為起始物，先與 2-萘酚以三氟化硼試劑催化進行 1,4 加成反應，再以碳酸銫及含水醋酸銅(II) 試劑，以微波加熱方法進行合環反應，並成功得到具有雙取代基的萘並呔喃產物。

本反應的特點在於反應時間短、以及適用性廣，對於多種取代基均能得到 60-80% 不錯的產率。



3-5、實驗部分

3-5-1、一般實驗方法

1.核磁共振光譜(Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy)，簡稱(NMR): 以 Bruker Avance 400 或 Bruker Avance III HD 400 核磁共振光譜儀做為測定儀器，樣品之溶劑為含氘代氯仿(CDCl_3)或氘化二甲基亞砜($\text{DMSO-}d_6$)。化學位移(chemical shift)以 ppm 為單位， $^1\text{H-NMR}$ 光譜化學位移以氯仿(chloroform)為內標準，定義其化學位移為 $\delta= 7.26$ ppm。 $^1\text{H-NMR}$ 光譜分裂形式(splitting pattern)的定義：s，單重峰(singlet)；d，雙重峰(doublet)；t，三重峰(triplet)；q，單重峰(quartet)；quint，五重峰(quintet)；m，多重峰(multiplet)。偶合常數(couple constant)以 J 表示，單位為 Hz。光譜數據之紀錄依序是：化學位移(分裂形式，偶合常數，氫數)。 $^{13}\text{C-NMR}$ 光譜是以同型儀器操作，化學位移以氘化氯仿(CDCl_3)為內標準，定義其化學位移為 $\delta=77.23$ ppm。

2. 薄層色層分析片(Thin Layer Chromatography，簡稱 TLC)：使用 Merck silica gel 60 F₂₅₄ 的鋁箔薄片展開後，以紫外燈或顯色液來檢視薄層色層分析片。

3.管柱色層分析(Column Chromatography)：使用 Merck Geduran® Si 60 (0.063-0.200 nm) 作為填充物，用加壓快速層析(flash column chromatography)，依 Still 的操作方法來分離。沖提液(eluent)若是兩種溶劑系統，是以體積比值而配置，記錄方法為兩種溶劑之體積比值。

4.質譜(Mass spectroscopy，簡稱 MS)：低解析質譜(Low Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 LRMS)：是委託師大黃岫妮助教以 Finnigan TSQ 700 EI, LCQ advantage ESI spectrometer。高解析質譜(High Resolution Mass Spectroscopy，簡稱 HRMS)：委託師大黃岫妮助教以 JEOL JMS 700，以及中

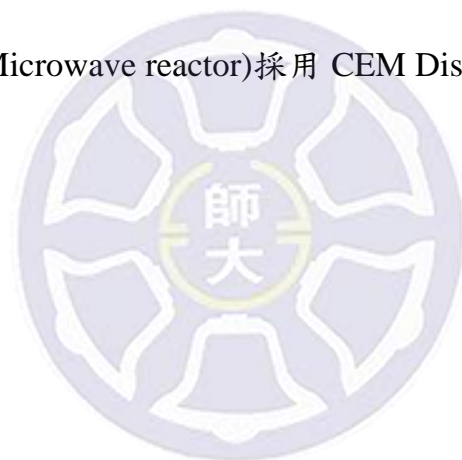
研院林品佑小姐以 JEOL JMS 700、Applied Biosystem, DE-PRO 或 Waters, LCT 代為測定。紀錄形式為質量/電荷(m/z)

5.X-光單晶繞射光譜：使用 Nonius Kappa CCD 及 Bruker Kappa APEX II 作為測定儀器。是委託郭頂審助教及科技部台北貴重儀器使用中心代測。

6.熔點(melting point，簡稱 mp)：是由 Mel-Temp 熔點測定儀器所測定。此儀器並未做校正。

7.所有反應物和溶劑均為試藥級或分析級，若需進一步純化或乾燥，則依標準處理手續。

8.聚焦式微波合成儀(Microwave reactor)採用 CEM Discover S-Class。



3-5-2、實驗步驟

1. 合成起始物 **1** 的合成步驟：

在氮氣環境下，秤取 10 mmol (1 eq.) 的苯醌氯，接著加入 10 mL 的無水二氯甲烷，再加入 10 mmol (1 eq.) 苯乙炔，接著在冰浴下緩緩加入 10 mmol (1 eq.) 三乙胺，最後再加入 0.2 mmol (0.02 eq.) 醋酸鈮(II)，於室溫下反應，以 TLC 片確認反應結束，利用二氯甲烷萃取三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **1a-1n**。

2. 合成起始物 **6a-6q** 的合成步驟：

秤取 5mmol(1 eq.) 的化合物 **1a-1q**，接著加入 5mmol(1 eq.) 的 2-萘酚及 0.25mmol(5 mol%) 的樟腦磺酸，加入 25mL 的甲苯作為溶劑，再加入 5mmol (1 eq.) 的三氟化硼試劑，將溫度提升至 120 °C 使之迴流，以 TLC 片確認反應結束，使用迴旋濃縮移除溶劑，以布氏漏斗過濾反應所生成之固體，並以二氯甲烷或乙酸乙酯清洗三次(3*10 mL)，將固體烘乾後得到產物 **6a-6q**。

3. 合成起始物 **7a-7q** 的合成步驟：

秤取 1mmol(1 eq.) 的化合物 **1a-1q**，接著加入 2 mmol (2 eq.) 的含水醋酸銅(II)，加入 4 mL 的 DMF 作為溶劑，再加入 1 mmol (1 eq.) 的碳酸鈉，以微波加熱器將溫度提升至 100 °C 進行反應，以 TLC 片確認反應結束，利用乙酸乙酯萃取三次(3*10 mL)，再將有機層以水清洗三次(3*10 mL)，收集有機層用無水硫酸鎂除水，使用迴旋濃縮移除溶劑，所得混合物以管柱層析(EA/Hex = 1:20)分離得到產物 **7a-7q**。

3-6、參考文獻

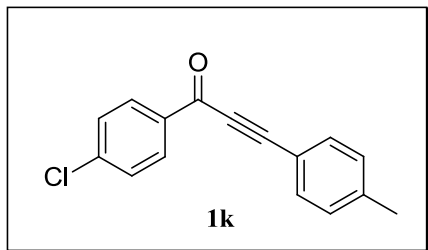
1. Toxicological profiles for 2,3- benzofuran. Atlanta, GA: U.S. department of health and human services, public health service. *Agency for toxic substances and disease registry (ATSDR)*. **1995**
2. Romanha, A. J.; Ribeiro-Rodrigues, R.; Santos, W. G.; Oliveira, A. B.; Snieckus, V.; Zani, C. L. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **1995**, *5*, 1509-1512.
3. Negi, A. S.; Srivastava, V.; Kumar, J. K.; Faridi, U.; Sisodia, B. S.; Darokar, M. P.; Luqman, S.; Khanuja, S. P. S. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2006**, *16*, 911-914.
4. Rettie, A. E.; McDonald, M. G. *Chem. Res. Toxicol.* **2007**, *20*, 1883-1842.
5. Chiummiento, L.; Funicello, M.; Lopardo, M. T.; Lupattelli, P.; Choppin, S.; Colobert, F. *Eur. J. Org. Chem.* **2012**, *1*, 188-192.
6. Saji H.; Cheng, Y.; Ono M.; Kimura, H.; Kagawa, S.; Nishii, R.; Kawashima, H. *Med. Chem. Lett.* **2010**, *1*, 321-325.
7. Lin, W.; Syu, S.; Lee, Y.- T.; Jang, Y.-J. *Org. Lett.* **2011**, *13*, 2970-2973.
8. Hsieh, S. N.; Yeh, J. Y.; Coumar, M. S.; Horng, J. T.; Shiao, H. Y.; Kuo, F. M.; Lee, H. L.; Chen, I. C.; Chang, C. W.; Tang, W. F.; Tseng, S. N.; Chen, C. J.; Shih, S. R.; Hsu, J. T. -A.; Liao, C. C.; Chao, Y. S. *J. Med. Chem.* **2010**, *53*, 1519-1533.
9. Huo C.; Xu, X.; An, J.; Jia, X.; Wang, X.; Wang, C. *J. Org. Chem.* **2012**, *77*, 8310-8316.
10. Osyanin, V. A.; Osipov, D. V.; Klimochkin, Y. N. *J. Org. Chem.* **2013**, *78*, 5505-5520.
11. Kumar, A.; Rao, V. K.; Shelke, G. M.; Tiwari, R.; Parang, K. *Org. Lett.* **2013**, *15*, 2190-2193.
12. Chen, K.; Anwar, S.; Huang, W. Y.; Chen, C. H., Cheng, Y. S. *Chem. Eur. J.* **2013**, *19*, 4344-4351.
13. 郭家銘，第二章 4',6'-二苯基-2'-羥基苯乙酮之合成研究，國立台灣師範大學化學系碩士論文，民 102[2013]。

14. Palimkar, S. S.; Kumar, P. H.; Jogdand, N. R.; Daniel, T.; Lahoti, R. J.; Kumar, V. S. *Tetrahedron Lett.* **2006**, *47*, 5527-5530.
15. Alexakis, A.; Andrey, O. *Org. Lett.* **2002**, *4*, 3611-3614.
16. Kotsuki, H.; Ishii, T.; Fujioka, S.; Sekiguchi, Y. *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, *126*, 9558-9559.
17. Gong, L. Z.; Zhu, M. K.; Cun, L. F.; Mi, A. Q.; Jiang, Y. Z., *Tetrahedron: Asymmetry*, **2006**, *17*, 491-493.
18. Li, H. S.; Liu, G. *J. Org. Chem.* **2014**, *79*, 509-516.



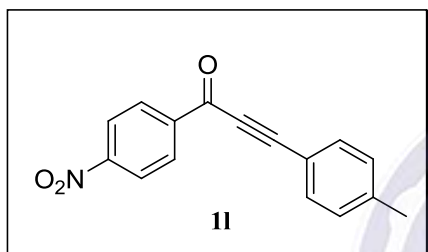
3-7、光譜資料

1-(4-chlorophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one (1k)



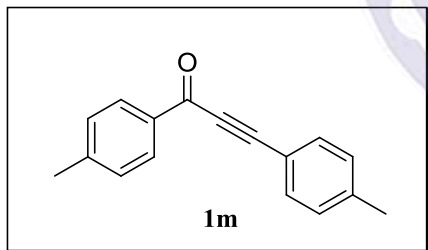
Brown solid with the melting point 114-115 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.15 (dt, *J* = 9.0 Hz, *J* = 2.1 Hz, 2H), 7.58 (dt, *J* = 8.2 Hz, *J* = 1.7 Hz, 1H), 7.48 (dt, *J* = 9.2 Hz, *J* = 2.2 Hz, 2H), 7.24-7.22 (m, 2H), 2.41 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 176.9, 142.0, 140.8, 135.6, 133.4, 131.0, 129.8, 129.2, 117.0, 94.6, 86.7, 22.0 HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₆H₁₁OCl (M⁺) 254.0498, found 254.0504.

1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one (1l)



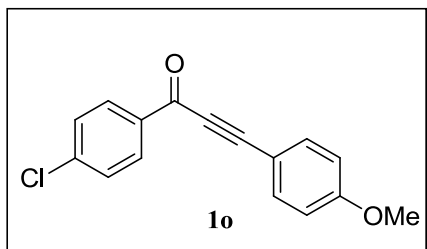
Brown solid with the melting point 161-162 °C ; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.36 (s, 4H), 7.60 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.26 (d, *J* = 8.0 Hz, 2H), 2.42 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 176.1, 151.0, 142.6, 141.3, 133.6, 130.6, 129.9, 124.0, 116.5, 96.4, 86.7, 22.0; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₆H₁₁NO₃ (M⁺) 265.0739, found 265.0742.

1,3-dip-tolylprop-2-yn-1-one (1m)



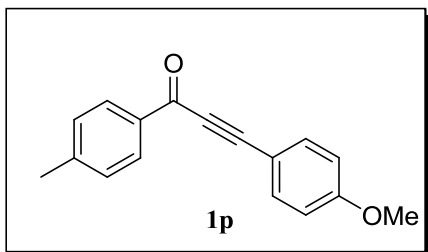
Yellow solid with the melting point 86-88 °C ; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.11 (d, *J* = 8.2 Hz, 2H), 7.57 (d, *J* = 8.0 Hz, 2H), 7.31 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.22 (d, *J* = 8.0 Hz, 2H), 2.44 (s, 3H), 2.41 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 178.0, 145.3, 141.6, 134.9, 133.3, 129.9, 129.7, 129.5, 117.4, 93.5, 87.1, 22.0, 21.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₇H₁₅O (M⁺+H) 235.1123, found 235.1123.

1-(4-chlorophenyl)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-yn-1-one (1o)



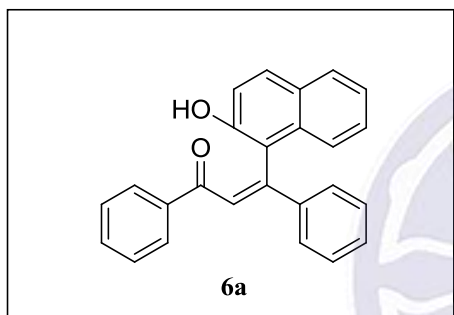
Brown solid with the melting point 118-119 °C ; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.15 (d, *J* = 8.5 Hz, 2H), 7.64 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H), 7.49 (d, *J* = 8.5 Hz, 2H), 6.94 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 3.87 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): 176.9, 162.1, 140.7, 135.7, 135.4, 131.0, 129.1, 114.7, 111.8, 95.1, 86.8, 55.7; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₆H₁₂O₂Cl (M⁺+H) 271.0526, found 271.0526.

3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-yn-1-one (1p)



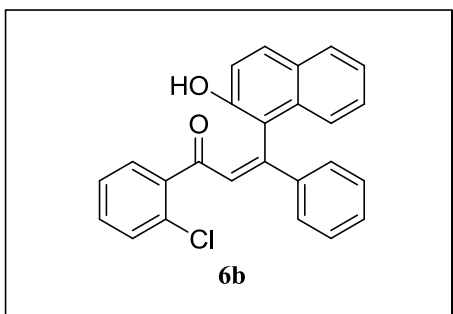
Brown solid with the melting point 100-102 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.11 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.64 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 7.30 (d, *J* = 7.9 Hz, 2H), 6.93 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 3.85 (s, 3H), 2.44 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): 178.0, 161.8, 145.2, 135.3, 135.0, 129.8, 129.5, 114.6, 112.2, 94.0, 87.1, 55.6, 22.0; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₁₇H₁₅O₂ (M⁺+H) 251.1072, found 251.1072.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1,3-diphenylprop-2-en-1-one (6a)



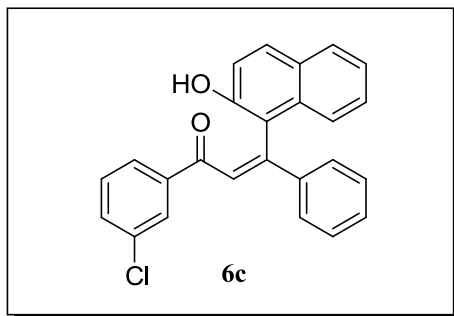
Orange solid with the melting point 265-267 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆): δ 7.90 (d, *J* = 7.2 Hz, 2H), 7.84 (s, 1H), 7.78-7.76 (m, 1H), 7.73 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.54 (t, *J* = 7.3 Hz, 1H), 7.48-7.33 (m, 8H), 7.24-7.18 (m, 2H), 7.14 (d, *J* = 8.8 Hz, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆): δ 190.0, 151.4, 18.7, 139.9, 138.1, 132.9, 132.7, 129.3, 128.9, 128.7, 128.5, 128.2, 128.0, 127.8, 127.2, 126.2, 125.2, 123.9, 122.4, 118.7, 118.2; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₇O₂ (M⁻H) 349.1229, found 349.1225.

(Z)-1-(2-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6b)



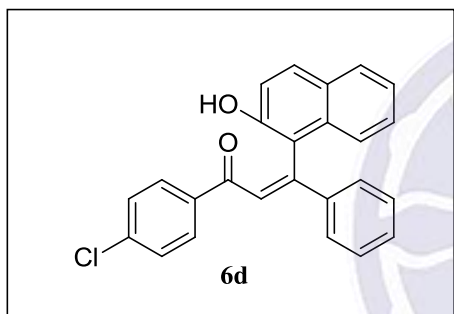
Orange solid with melting point 175-177 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.66 (d, *J* = 9.2 Hz, 1H), 8.42-8.40 (m, 2H), 8.20 (d, *J* = 9.2 Hz, 1H), 8.09 (d, *J* = 7.9 Hz, 1H), 7.83 (d, *J* = 8.6 Hz, 1H), 7.74-7.68 (m, 4H), 7.66-7.59 (m, 5H), 7.46-7.42 (m, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 168.8, 167.9, 161.7, 144.9, 138.0, 135.6, 134.4, 133.9, 133.0, 132.5, 131.7, 130.9, 130.5, 130.3, 129.9, 129.0, 128.3, 128.2, 128.2, 128.0, 124.5, 122.7, 117.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₆ClO₂ (M⁻H) 383.0839, found 383.0836.

(Z)-1-(3-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6c)



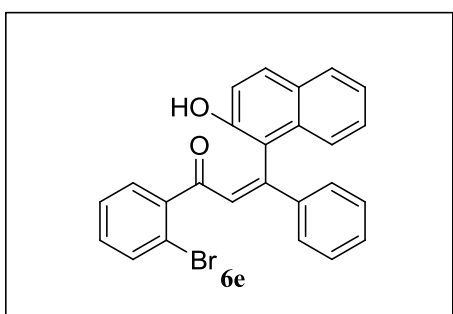
Orange solid with the melting point 250-252 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆): δ 9.56 (s, 1H), 7.82-7.71(m, 5H), 7.57-7.55 (m, 1H), 7.49-7.47 (m, 2H), 7.42-7.33 (m, 5H), 7.26-7.18 (m, 2H), 7.13(d, *J* = 8.9 Hz) ; ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 189.4, 151.5, 149.5, 139.9, 139.7, 133.3, 132.8, 132.2, 130.3, 129.5, 129.1, 128.7, 128.0, 127.8, 127.7, 127.3, 126.6, 126.3, 125.1, 123.8, 122.5, 118.3, 118.1; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₇ClO₂ (M⁺) 384.0917, found 384.0914.

(Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6d)



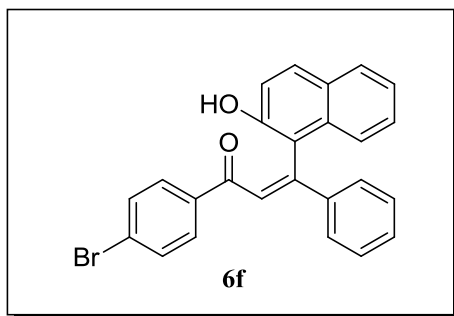
Orange solid with the melting point 290-292 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆): δ 7.89 (d, *J* = 8.6 Hz, 2H), 7.81 (s, 1H), 7.75 (t, *J* = 9.6 Hz, 2H), 7.46 (t, *J* = 7.9 Hz, 4H), 7.39-7.33 (m, 4H), 7.24-7.18 (m, 2H), 7.15 (d, *J* = 8.8 Hz, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 189.2, 151.5, 149.2, 139.8, 137.5, 136.8, 132.8, 130.0, 129.4, 129.0, 128.7, 128.5, 128.0, 127.8, 127.2, 126.3, 125.0, 123.9, 122.5, 118.5, 118.2; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₆ClO₂ (M-H) 383.0839, found 383.0839.

(Z)-1-(2-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6e)



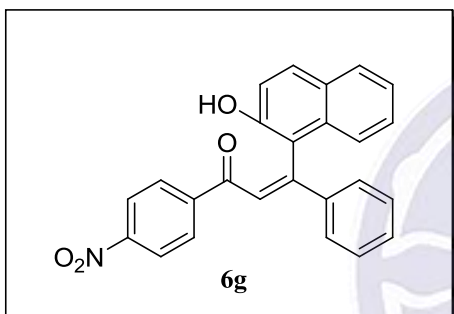
Orange solid with the melting point 138-140 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.65-7.61 (m, 2H), 7.49 (s, 1H), 7.45-7.43 (m, 3H), 7.37-7.21 (m, 6H), 7.06 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 6.97-6.87 (m, 3H), 5.61 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 195.1, 151.1, 147.1, 140.9, 138.8, 132.8, 132.8, 131.4, 130.6, 130.4, 130.2, 129.4, 129.2, 129.2, 128.1, 127.6, 126.9, 126.9, 125.1, 123.7, 119.3, 118.1, 118.0 ; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₆BrO₂ (M-H) 427.0334, found 427.0332.

(Z)-1-(4-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6f)



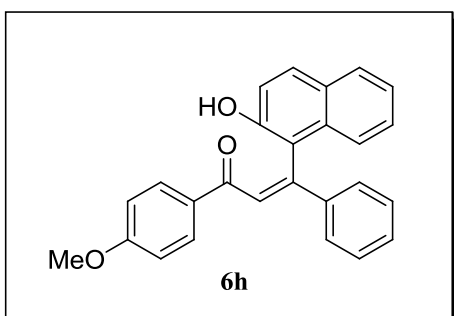
Orange solid with the melting point 304-306 °C; ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_6): δ 7.83-7.73 (m, 5H), 7.48-7.46 (m, 2H), 7.39-7.32 (m, 4H), 7.25-7.18 (m, 4H), 7.14 (d, $J = 8.8$ Hz, 1H); ^{13}C NMR (100 MHz, DMSO- d_6): δ 189.4, 151.4, 149.2, 139.7, 137.1, 132.8, 131.5, 130.2, 129.4, 129.0, 128.7, 128.0, 127.8, 127.2, 126.6, 126.3, 125.0, 123.9, 122.4, 118.5, 118.2; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{25}\text{H}_{16}\text{BrO}_2$ (M^- -H) 427.0334, found 427.0336.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6g)



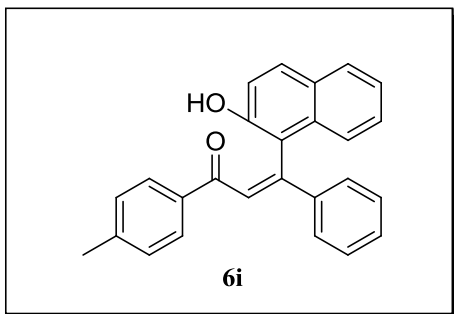
Orange solid with the melting point 383.1-383.8 °C; ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_6): δ 8.12 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.97 (d, $J = 8.2$ Hz, 2H), 7.77-7.69 (m, 4H), 7.50-7.48 (m, 2H), 7.37-7.35 (m, 4H), 7.27-7.18 (m, 2H), 7.10 (d, $J = 8.9$ Hz, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, DMSO- d_6): δ 190.2, 151.7, 150.3, 149.3, 143.2, 139.5, 132.8, 129.8, 129.4, 129.1, 128.8, 128.1, 127.8, 127.4, 126.5, 125.4, 123.9, 123.4, 122.6, 118.1, 118.1; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{25}\text{H}_{17}\text{NO}_4$ (M^+) 395.1158, found 395.1158.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-methoxyphenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one (6h)



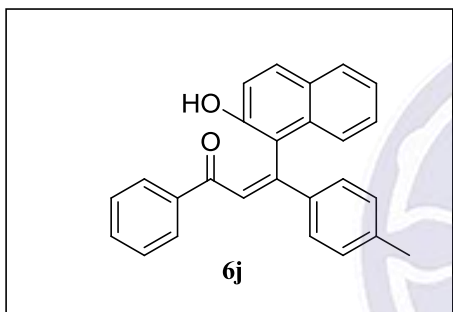
Orange solid with the melting point 304-305 °C; ^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_6): δ 7.97 (d, $J = 8.8$ Hz, 2H), 7.78-7.70 (m, 3H), 7.46-7.40 (m, 3H), 7.33-7.31 (m, 4H), 7.32-7.20 (m, 2H), 6.88 (d, $J = 8.8$ Hz, 2H), 3.84 (s, 3H); ^{13}C NMR (100 MHz, DMSO- d_6): δ 192.3, 164.1, 151.9, 147.1, 140.2, 132.8, 131.4, 130.4, 130.3, 129.6, 129.5, 129.0, 128.3, 127.7, 127.4, 126.6, 125.1, 123.5, 119.9, 119.6, 114.0, 55.7; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{26}\text{H}_{20}\text{O}_3$ (M^+) 380.1412, found 380.1405.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-p-tolylprop-2-en-1-one (6i)



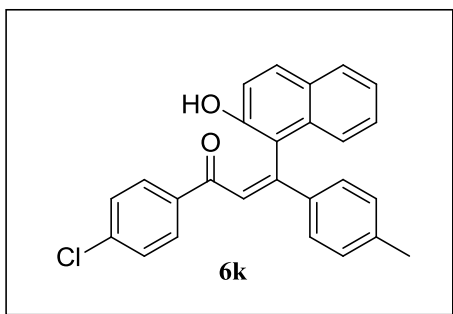
Orange solid with the melting point 278-290 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.88 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.78-7.71 (m, 3H), 7.46-7.72 (m, 3H), 7.34-7.30 (m, 4H), 7.23-7.19 (m, 4H), 6.69 (s, 1H), 2.37 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 193.1, 151.8, 147.7, 147.6, 144.6, 140.0, 134.9, 132.7, 130.4, 129.8, 129.5, 129.1, 129.1, 128.3, 127.6, 127.4, 126.7, 125.0, 123.5, 119.7, 119.4, 21.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₂₀O₂ (M⁺) 364.1463, found 364.1459.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-phenyl-3-p-tolylprop-2-en-1-one (6j)



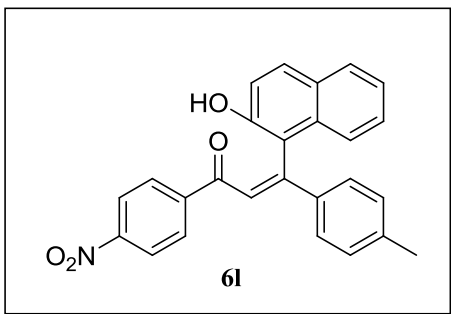
Orange solid with the melting point 278-280 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆): δ 9.46 (s, 1H), 7.90-7.88 (m, 2H), 7.82 (s, 1H), 7.78-7.75 (m, 1H), 7.73 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.56-7.52 (m, 1H), 7.42 (t, *J* = 4.2 Hz, 2H), 7.38-7.36 (m, 3H), 7.24-7.18 (m, 2H), 7.16-7.13 (m, 3H), 7.29 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆): δ 189.8, 15.13, 148.9, 139.1, 138.2, 137.0, 132.8, 132.5, 129.2, 128.7, 128.4, 128.1, 127.9, 127.8, 127.2, 126.1, 123.9, 123.9, 122.3, 118.8, 118.2, 20.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₂₀O₂ (M⁺) 364.1463, found 364.1459.

(Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one (6k)



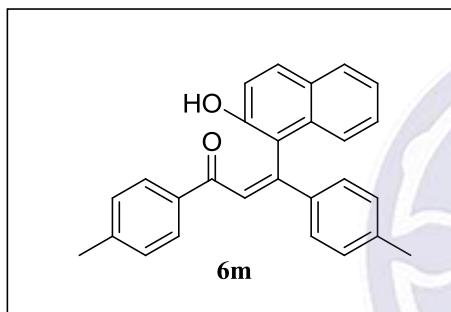
Orange solid with the melting point 311-313 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆): δ 7.88 (dt, *J* = 9.2 Hz, *J* = 2.2 Hz, 2H), 7.88 (s, 1H), 7.77-7.45 (m, 1H), 7.73 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.46 (dt, *J* = 9.2 Hz, *J* = 2.2 Hz, 2H), 7.38-7.33 (m, 3H), 7.24-7.18 (m, 2H), 7.16-7.13 (m, 3H), 2.29 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆): δ 188.9, 151.3, 149.3, 139.2, 137.3, 136.9, 136.8, 132.8, 129.9, 129.2, 128.8, 128.4, 127.9, 128.8, 127.2, 126.1, 123.8, 123.7, 122.3, 118.6, 118.1, 20.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₉ClO₂ (M⁺) 398.1074, found 398.1074.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one (6l)



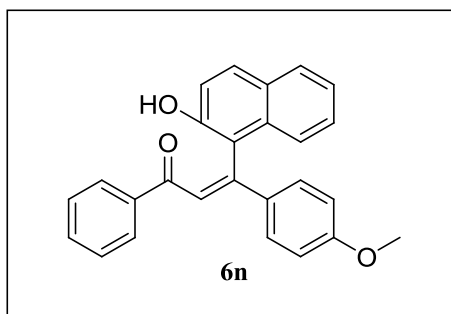
Orange solid with the melting point 302-304 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆): δ 9.58 (s, 1H), 8.12 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H), 7.96 (d, *J* = 8.7 Hz, 2H), 7.40-7.33 (m, 3H), 7.25-7.09 (m, 6H), 2.30 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 189.8, 151.5, 150.4, 149.1, 143.3, 139.5, 136.5, 132.7, 129.3, 129.2, 129.0, 127.9, 127.7, 127.3, 126.3, 124.1, 123.8, 123.2, 122.4, 118.1, 118.0, 20.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₉NO₄ (M⁺) 409.1314, found 409.1314.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1,3-dip-tolylprop-2-en-1-one (6m)



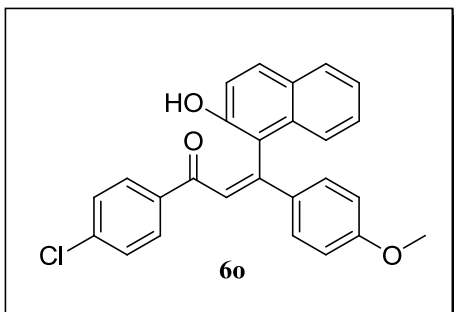
Orange solid with the melting point 293-294 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆): δ 9.42 (s, 1H), 7.83-7.81 (m, 3H), 7.78-7.75 (m, 1H), 7.73 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.37-7.34 (m, 3H), 7.25 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.22-7.18 (m, 2H), 7.15-7.13 (m, 3H), 2.34 (s, 3H), 2.29 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 189.1, 151.3, 148.5, 142.9, 139.0, 137.0, 135.7, 132.8, 129.2, 129.0, 129.6, 128.3, 127.9, 127.8, 127.1, 126.0, 123.9, 123.9, 122.3, 118.2, 21.1, 20.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₇H₂₁O₂ (M-H) 377.1542, found 377.1540.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-phenylprop-2-en-1-one (6n)



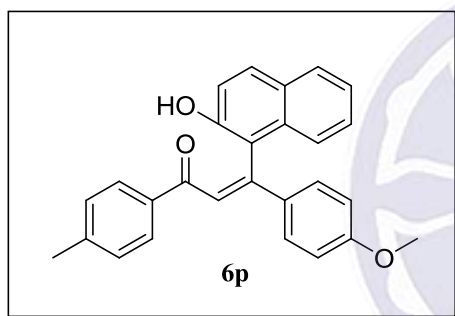
Orange solid with the melting point 257-259 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.93-7.91 (m, 2H), 7.77-7.71 (m, 3H), 7.50-7.43 (m, 2H), 7.39-7.35 (m, 4H), 7.27 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.26-7.22 (m, 3H), 6.84-6.81 (m, 2H), 6.31 (s, 1H), 3.78 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 192.9, 161.3, 151.5, 148.0, 137.9, 133.3, 132.8, 132.0, 130.4, 129.4, 129.1, 128.7, 128.7, 128.3, 126.7, 125.0, 124.9, 123.5, 119.6, 119.1, 114.5, 55.6; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₉O₃ (M-H) 379.1334, found 379.1334.

(Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-en-1-one (6o)



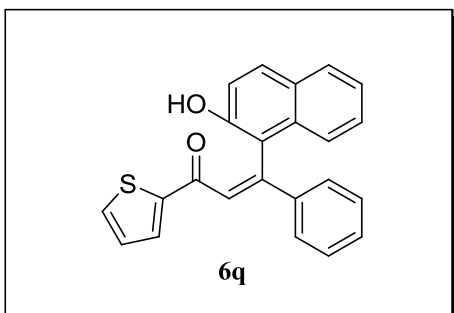
Orange solid with the melting point 295-296 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 9.43 (s, 1H), 7.89 (d, *J* = 8.4 Hz, 2H), 7.77-7.73 (m, 3H), 7.48-7.34 (m, 5H), 7.24-7.13 (m, 3H), 6.90 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 3.75 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 188.5, 160.5, 151.2, 149.4, 137.2, 137.1, 132.8, 131.7, 129.9, 128.9, 128.7, 128.4, 127.9, 127.8, 126.1, 123.8, 122.3, 122.2, 118.7, 118.1, 114.1, 55.3; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₈O₃Cl (M⁻H) 413.0943, found 413.0944.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-en-1-one (6p)



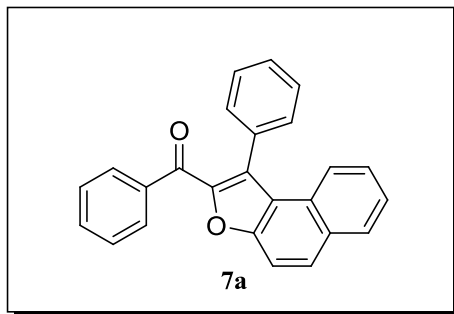
Orange solid with the melting point 225-227 °C; ¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆): δ 9.40 (s, 1H), 7.83-7.73 (m, 5H), 7.42-7.36 (m, 3H), 7.26-7.15 (m, 5H), 6.90-6.88 (m, 2H), 3.74 (s, 3H), 2.34 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 188.8, 160.3, 151.2, 148.5, 142.7, 135.9, 132.8, 132.0, 129.0, 128.8, 128.5, 128.2, 127.9, 127.8, 126.0, 123.9, 122.4, 122.3, 119.1, 118.2, 114.0, 55.2, 21.1 HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₇H₂₁O₃ (M⁻H) 393.1491, found 393.1491.

(Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-(thiophen-2-yl)prop-2-en-1-one (6q)



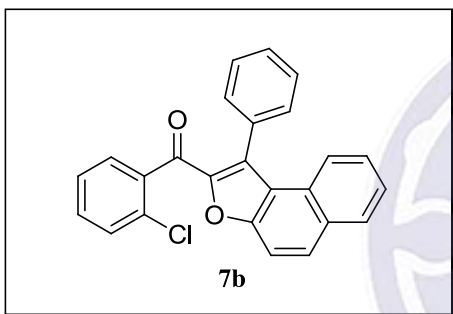
Orange solid with the melting point 264-266 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.87-7.86 (m, 1H), 7.80 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.75-7.73 (m, 2H), 7.62-7.61 (m, 1H), 7.44-7.40 (m, 3H), 7.35-7.29 (m, 4H), 7.24-7.21 (m, 2H), 7.13-7.10 (m, 1H), 6.26 (s, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-d₆): δ 184.1, 151.5, 149.2, 145.2, 139.9, 134.7, 132.7, 132.6, 130.5, 130.2, 129.5, 129.1, 128.5, 128.4, 127.6, 126.7, 125.7, 125.0, 123.6, 119.6, 119.2; HRMS(EI) *m/z* calcd. for 356.0871 C₂₃H₁₆O₂S (M⁺) 356.0871, found 356.0874.

phenyl(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7a)



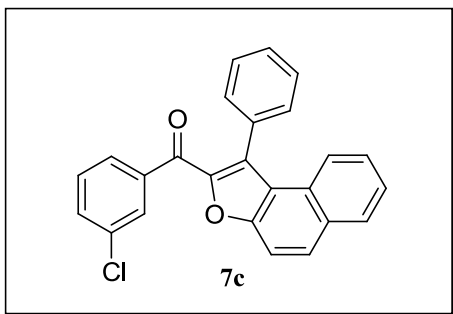
Yellow solid with the melting point 142-144 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.97-7.92 (m, 4H), 7.75 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.69 (d, *J* = 8.3 Hz, 1H), 7.52-7.45 (m, 7H), 7.40-7.33 (m, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 184.9, 153.2, 148.0, 137.7, 133.0, 132.6, 131.7, 131.3, 130.5, 130.1, 129.9, 129.4, 129.0, 128.8, 128.5, 128.3, 127.2, 125.4, 123.5, 122.2, 112.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₆O₂ (M⁺) 348.1150, found 348.1144.

(2-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7b)



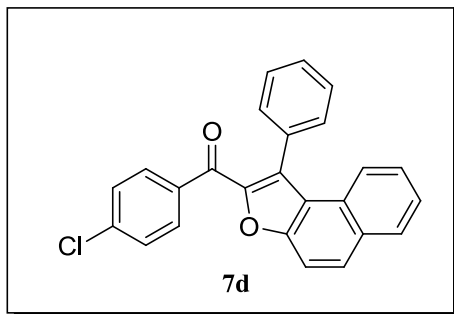
Yellow solid with the melting point 167-169 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): 7.94 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.93 (d, *J* = 7.9 Hz, 1H), 7.74 (d, *J* = 9.1 Hz, 1H), 7.51 (d, *J* = 8.5 Hz, 1H), 7.47-7.43 (m, 1H), 7.38-7.35 (m, 2H), 7.32-7.24 (m, 5H), 7.20-7.14 (m, 2H), 7.18-7.08 (m, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 184.4, 154.0, 147.7, 138.5, 132.8, 131.0, 131.6, 131.4, 131.3, 131.2, 129.8, 129.7, 129.5, 129.4, 129.1, 128.5, 128.5, 127.4, 126.5, 125.5, 123.2, 122.4, 113.0; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₆ClO₂ (M⁺+H) 383.0839, found 383.0832.

(3-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7c)



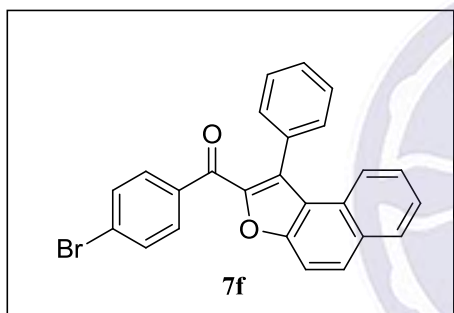
Yellow solid with the melting point 155-157 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96 (d, *J* = 8.8 Hz, 1H), 7.86 (t, *J* = 1.8 Hz, 1H), 7.80-7.75 (m, 2H), 7.70 (d, *J* = 8.3 Hz, 1H), 7.50-7.43 (m, 7H), 7.38-7.29 (m, 2H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 183.4, 153.4, 147.5, 139.2, 134.3, 132.7, 132.4, 131.3, 131.0, 130.0, 129.9, 129.6, 129.5, 128.9, 128.8, 128.7, 127.8, 127.3, 125.5, 123.4, 122.1, 112.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₅ClO₂ (M⁺) 382.0761, found 382.0761.

(4-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7d)



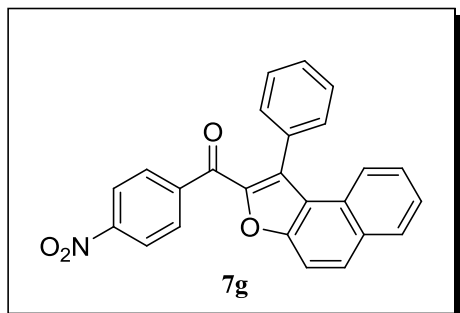
Yellow solid with the melting point 146-148 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96 (d, *J* = 8.9 Hz, 2H), 7.92-7.88(m, 2H), 7.74 (d, *J* = 9.0 Hz, 2H), 7.70 (d, *J* = 8.2Hz, 1H), 7.52-7.46 (m, 6H), 7.38-7.34 (m, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 183.4, 153.2, 147.7, 138.9, 136.0, 132.9, 132.1, 131.3, 130.8, 130.0, 129.5, 128.9, 128.8, 128.7, 128.6, 127.3, 125.5, 123.5, 122.2, 112.8 ; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₅ClO₂ (M⁺) 382.0761, found 382.0760.

(4-bromophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7f)



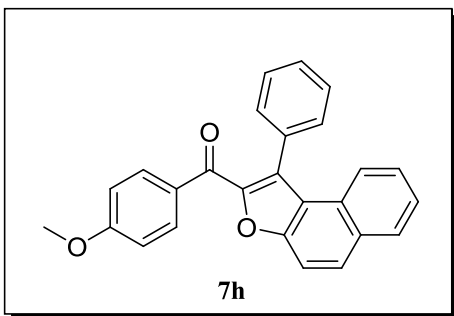
Yellow solid with the melting point 152-155 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 7.82 (d, *J* = 8.4 Hz, 2H), 7.74 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.69 (d, *J* = 8.3 Hz, 1H), 7.54-7.46 (m, 8H), 7.38-7.34 (m, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 183.6, 153.3, 147.7, 136.4, 132.9, 132.2, 131.6, 131.4, 131.3, 130.9, 130.0, 129.5, 128.9, 128.8, 128.7, 127.6, 127.3, 125.5, 123.5, 122.2, 112.8; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₅BrO₂ (M⁺) 426.0255, found 426.0250.

(4-nitrophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7g)



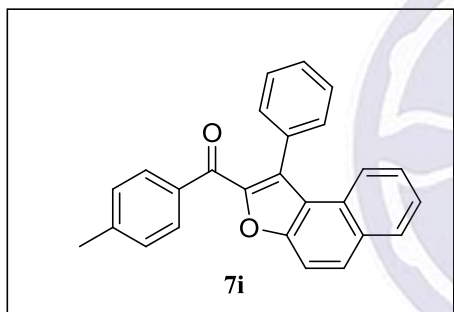
Yellow solid with the melting point 177-179 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.20-8.18 (m, 2H), 8.01-7.95 (m, 4H), 7.74 (d, *J* = 9.0 Hz), 7.68 (d, *J* = 8.4 Hz), 7.51-7.47 (m, 6H), 7.38-7.35 (m, 1H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 182.9, 153.8, 149.7, 147.2, 142.9, 133.3, 132.5, 131.6, 131.4, 130.5, 130.0, 129.6, 128.9, 128.9, 127.6, 125.8, 123.4, 123.3, 122.2, 112.8 HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₅O₄N (M⁺) 392.1001, found 392.1001.

(4-methoxyphenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7h)



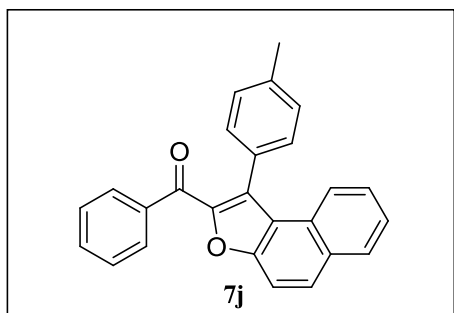
Yellow solid with the melting point 139-141 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.02 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 7.94 (t, *J* = 8.5 Hz, 2H), 7.75 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.70 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.55-7.45 (m, 6H), 7.35 (t, *J* = 7.6 Hz, 1H), 6.91 (d, *J* = 8.8 Hz, 2H), 3.87 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 183.3, 163.4, 152.9, 148.3, 133.3, 132.5, 131.3, 130.9, 130.4, 130.1, 130.1, 129.4, 129.0, 128.8, 128.4, 127.1, 125.3, 123.5, 122.2, 113.7, 112.9, 55.6; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₈O₃ (M⁺) 378.1256, found 378.1255.

(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone (7i)



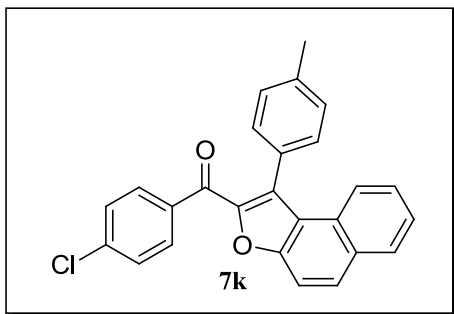
Yellow solid with the melting point 127-129 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.95 (t, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.90 (d, *J* = 8.2 Hz, 2H), 7.75 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.71 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.55-7.46 (m, 6H), 7.37-7.33 (m, 1H), 7.22 (d, *J* = 8.0 Hz, 2H), 2.41 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 184.5, 153.0, 148.2, 143.4, 135.0, 133.2, 131.3, 130.3, 130.1, 130.0, 129.4, 129.0, 129.0, 128.7, 128.4, 127.1, 125.4, 123.5, 122.2, 112.9, 21.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₈O₂ (M⁺) 362.1307, found 362.1297.

phenyl(1-p-tolynaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7j)



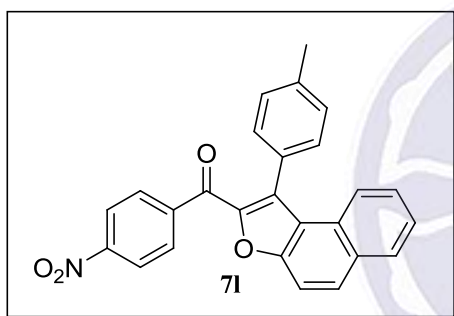
Yellow solid with the melting point 129-130 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96-7.93 (m, 4H), 7.77 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.74 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.53-7.46 (m, 2H), 7.41-7.34 (m, 5H), 7.28-7.26 (m, 2H), 2.45 (s, 3H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 184.9, 153.1, 148.0, 138.3, 137.7, 132.5, 131.8, 131.2, 130.4, 129.9, 129.9, 129.9, 129.5, 129.4, 129.1, 128.2, 127.1, 125.4, 123.5, 122.2, 112.9, 21.7; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₈O₂ (M⁺) 362.1307, found 362.1297.

(4-chlorophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7k)



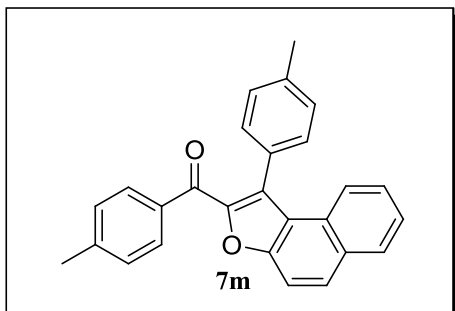
Yellow solid with the melting point 145-147 °C ; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3): δ 7.95 (d, $J = 7.9$ Hz, 1H), 7.95 (d, $J = 9.0$, 1H), 7.90-7.88 (m, 2H), 7.78 (d, $J = 8.2$ Hz, 1H), 7.73 (d, $J = 9.1$ Hz, 1H), 7.48 (td, $J = 11.0$ Hz, $J = 1.1$ Hz, 1H), 7.39-7.35 (m, 5H), 7.29 (d, $J = 7.9$ Hz, 2H), 2.48 (s, 3H) ; ^{13}C NMR (150 MHz, CDCl_3): δ 183.5, 153.3, 147.8, 138.9, 138.5, 136.1, 132.3, 131.3, 131.3, 130.8, 129.9, 129.7, 129.6, 129.5, 129.1, 128.6, 127.3, 125.5, 123.5, 122.2, 112.8, 21.7; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{26}\text{H}_{17}\text{ClO}_2$ (M^+) 396.0917, found 396.0921.

(4-nitrophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7l)



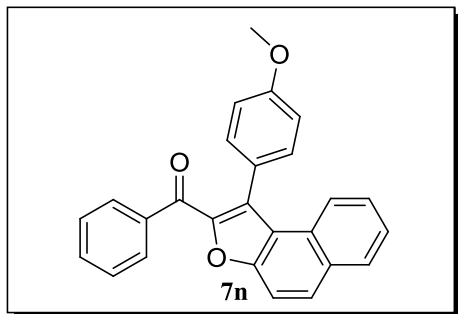
Brown solid with melting point 188-190 °C ; ^1H NMR (600 MHz, CDCl_3): δ 8.18 (d, $J = 8.6$ Hz, 2H), 7.99-7.95 (m, 4H), 7.76-7.72 (m, 2H), 7.51-7.47 (m, 1H), 7.40-7.33 (m, 3H), 7.26-7.24 (m, 2H), 2.43 (s, 1H) ; ^{13}C NMR (150 MHz, CDCl_3): δ 183.0, 153.8, 149.6, 147.3, 143.0, 139.0, 133.6, 131.6, 131.4, 130.6, 129.9, 129.6, 129.6, 129.4, 129.3, 129.0, 127.5, 125.8, 123.5, 123.3, 122.2, 112.8; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{26}\text{H}_{17}\text{NO}_4$ (M^+) 407.1158, found 407.1163.

p-tolyl(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7m)



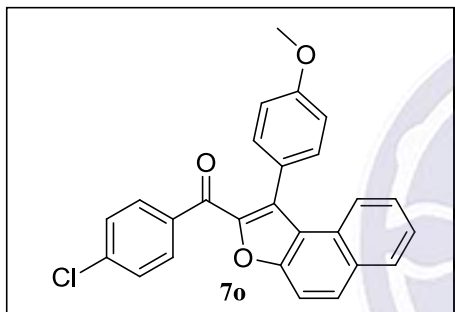
Yellow oil °C ; ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.96-7.90 (m, 4H), 7.80 (d, $J = 8.2$ Hz, 1H), 7.74 (d, $J = 9.0$ Hz, 1H), 7.50-7.35 (m, 4H), 7.31-7.29 (d, $J = 7.6$ Hz, 2H), 7.23 (d, $J = 7.9$ Hz, 2H), 2.48 (s, 3H), 2.42 (s, 3H) ; ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 184.4, 152.9, 148.2, 143.3, 138.2, 135.1, 131.4, 131.2, 130.2, 130.1, 130.0, 129.9, 129.5, 129.3, 129.0, 129.0, 127.1, 125.3, 123.5, 122.3, 112.9; HRMS(EI) m/z calcd. for $\text{C}_{27}\text{H}_{21}\text{O}_2$ (M^+H) 377.1542, found 377.1540.

(1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(phenyl)methanone (7n)



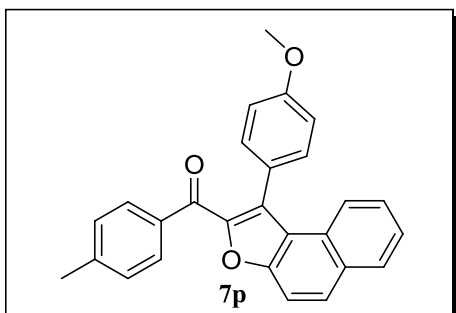
Yellow solid with the melting point 147-148 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96-7.92 (m, 4H), 7.81 (d, *J* = 8.4 Hz, 1H), 7.74 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.53-7.46 (m, 2H), 7.44-7.36 (m, 5H), 7.00 (d, *J* = 8.5 Hz, 2H), 3.89 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 185.0, 159.8, 153.2, 148.1, 137.8, 132.5, 131.5, 131.4, 131.3, 130.5, 129.9, 129.4, 129.1, 128.2, 127.2, 125.4, 124.9, 123.5, 122.3, 114.3, 112.9, 55.5; HRMS(EI) *m/z* calcd. C₂₆H₁₉O₃ (M⁺+H) 379.1334, found 379.1336.

(4-chlorophenyl)(1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone (7o)



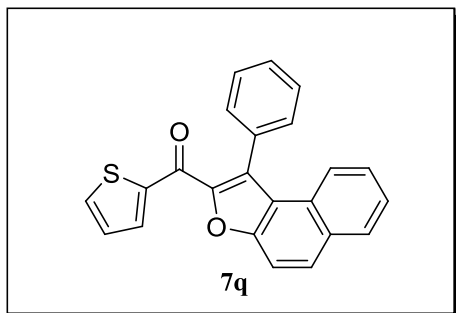
Yellow solid with the melting point 156-158 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.96-7.87 (m, 4H), 7.80 (d, *J* = 8.3 Hz, 1H), 7.73 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.50-7.36 (m, 6H), 7.02-7.00 (m, 2H), 3.90 (s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 183.6, 160.0, 153.3, 147.8, 138.8, 136.1, 132.0, 131.3, 131.3, 130.8, 129.5, 129.1, 128.6, 127.3, 125.5, 124.7, 123.5, 122.3, 114.4, 112.9, 55.6; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₆H₁₈ClO₃ (M⁺+H) 413.0944, found 413.0942.

(1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone (7p)



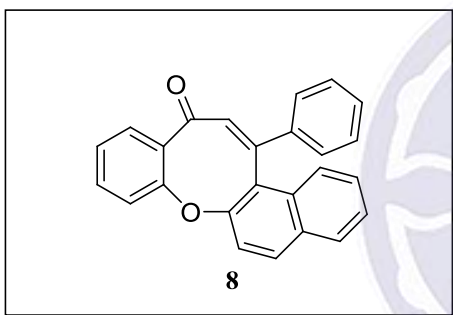
Yellow solid with the melting point 100-101 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.94(t, *J* = 9.3 Hz, 2H), 7.88 (d, *J* = 8.1 Hz, 2H), 7.80 (d, *J* = 8.2 Hz, 1H), 7.73 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.49-7.43 (m, 3H), 7.39-7.35 (m, 1H), 7.23-7.20 (m, 2H), 7.02-6.99(m, 2H), 3.90 (s, 3H), 2.41(s, 3H) ; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 184.6, 159.8, 153.0, 148.3, 143.4, 135.1, 131.3, 131.3, 131.2, 130.3, 130.2, 129.4, 129.1, 129.0, 127.1, 125.4, 125.0, 123.5, 122.4, 114.2, 112.9, 55.5, 21.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₇H₂₁O₃ (M⁺+H) 393.1491, found 393.1494.

(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)(thiophen-2-yl)methanone (7q)



Brown solid with the melting point 150-152 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 8.38 (d, *J* = 3.8 Hz, 1H), 7.97-7.95 (m, 2H), 7.78 (d, *J* = 9.0 Hz, 1H), 7.72 (d, *J* = 5.0 Hz, 1H), 7.66 (d, *J* = 8.3 Hz, 1H), 7.62-7.52 (m, 5H), 7.48 (t, *J* = 7.5 Hz, 1H), 7.36 (t, *J* = 7.7 Hz, 1H), 7.23 (t, *J* = 4.4 Hz, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 174.9, 152.9, 147.1, 143.6, 134.5, 134.5, 133.1, 131.8, 131.3, 130.6, 129.7, 129.4, 128.9, 128.6, 128.5, 128.4, 127.3, 125.5, 123.6, 122.5, 112.7; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₃H₁₄O₂S (M⁺) 354.0715, found 354.0715.

(Z)-12-phenyl-14H-benzo[b]naphtho[1,2-g]oxocin-14-one (8)



Yellow solid with the melting point 186-188 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.92 (d, *J* = 7.8 Hz, 1H), 7.78 (d, *J* = 8.9 Hz, 1H), 7.75 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 7.60-7.56 (m, 1H), 7.53-7.51 (m, 1H), 7.47-7.44 (m, 1H), 7.42-7.40 (m, 2H), 7.37-7.20 (m, 7H), 6.88 (s, 1H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 193.6, 131.8, 155.0, 139.8, 139.7, 135.0, 131.9, 131.9, 131.8, 131.3, 130.4, 129.1, 129.0, 128.9, 128.3, 127.2, 127.1, 127.0, 127.0, 125.9, 125.1, 122.8, 120.9; HRMS(EI) *m/z* calcd. for C₂₅H₁₇O₂ (M⁺+H) 349.1229, found 349.1229.

3-8、X-ray

Single-Crystal X-ray Diffraction of 6a

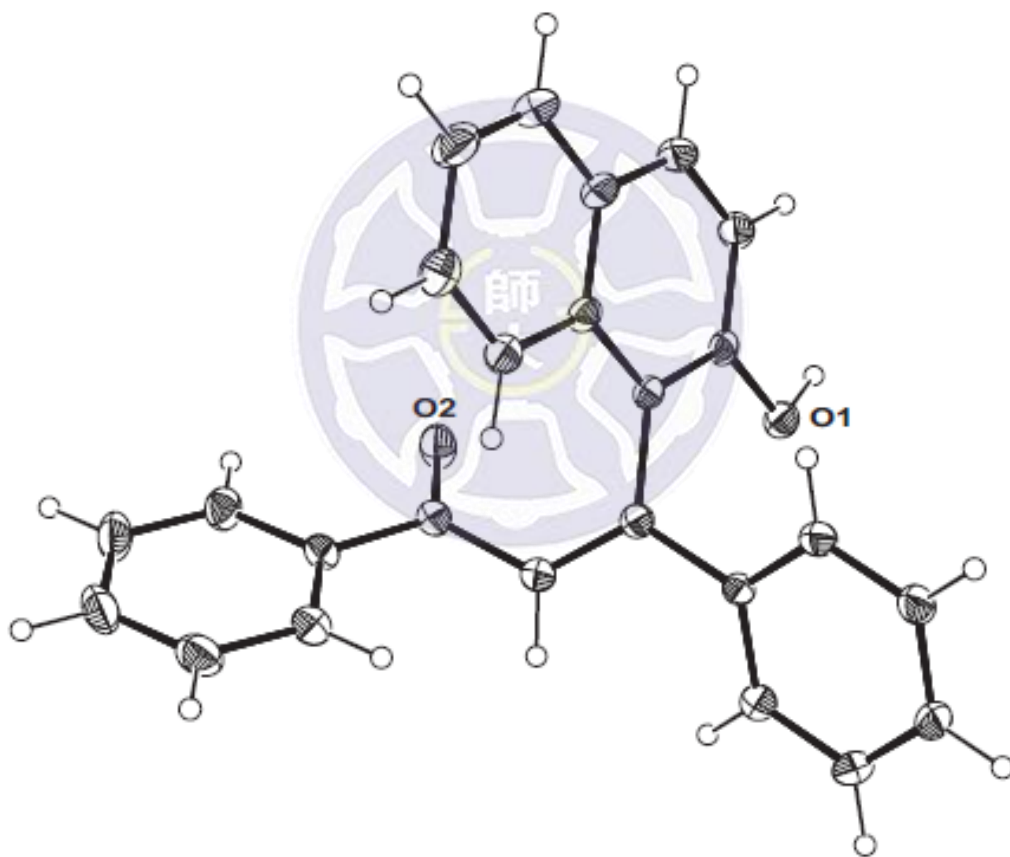
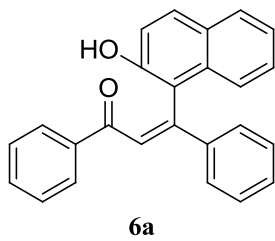
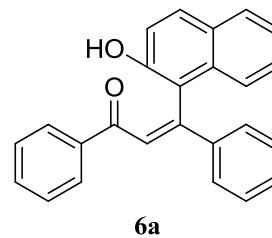


Table 1. Crystal data and structure refinement for ch16041.

Identification code	ch16041	
Empirical formula	C ₂₅ H ₁₈ O ₂	
Formula weight	350.39	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/n	
Unit cell dimensions	a = 9.4840(3) Å	α = 90°.
	b = 20.2580(6) Å	β = 112.572(2)°.
	c = 10.3453(3) Å	γ = 90°.
Volume	1835.35(10) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.268 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.079 mm ⁻¹	
F(000)	736	
Crystal size	0.65 x 0.54 x 0.48 mm ³	
Theta range for data collection	2.01 to 25.07°.	
Index ranges	-11 ≤ h ≤ 11, -20 ≤ k ≤ 24, -12 ≤ l ≤ 10	
Reflections collected	12724	
Independent reflections	3250 [R(int) = 0.0347]	
Completeness to theta = 25.07°	99.5 %	
Absorption correction	multi-scan	



Max. and min. transmission	0.9629 and 0.9503
Refinement method	Full-matrix least-squares on F^2
Data / restraints / parameters	3250 / 0 / 244
Goodness-of-fit on F^2	1.109
Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	R1 = 0.0401, wR2 = 0.1147
R indices (all data)	R1 = 0.0567, wR2 = 0.1414
Largest diff. peak and hole	0.226 and -0.273 e. \AA^{-3}



Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for ch16041. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	5930(2)	9709(1)	8938(2)	27(1)
C(2)	7439(2)	9891(1)	9776(2)	35(1)
C(3)	8551(2)	9424(1)	10237(2)	39(1)
C(4)	8239(2)	8750(1)	9896(2)	35(1)
C(5)	9400(2)	8264(1)	10334(2)	46(1)
C(6)	9084(2)	7617(1)	9967(2)	49(1)
C(7)	7581(2)	7430(1)	9146(2)	43(1)
C(8)	6431(2)	7884(1)	8704(2)	34(1)
C(9)	6710(2)	8561(1)	9063(2)	29(1)
C(10)	5543(2)	9056(1)	8601(2)	26(1)
C(11)	3918(2)	8888(1)	7722(2)	26(1)
C(12)	3311(2)	9112(1)	6242(2)	26(1)
C(13)	4301(2)	9180(1)	5543(2)	31(1)
C(14)	3761(2)	9356(1)	4148(2)	37(1)
C(15)	2230(2)	9474(1)	3434(2)	41(1)
C(16)	1222(2)	9413(1)	4103(2)	41(1)
C(17)	1763(2)	9233(1)	5500(2)	35(1)

C(18)	3059(2)	8504(1)	8192(2)	30(1)
C(19)	3556(2)	8223(1)	9613(2)	31(1)
C(20)	3249(2)	7512(1)	9743(2)	32(1)
C(21)	3557(2)	7249(1)	11071(2)	40(1)
C(22)	3322(2)	6586(1)	11220(2)	49(1)
C(23)	2790(2)	6181(1)	10056(3)	52(1)
C(24)	2490(2)	6433(1)	8741(2)	49(1)
C(25)	2713(2)	7097(1)	8580(2)	40(1)
O(1)	4810(1)	10174(1)	8454(1)	33(1)
O(2)	4215(2)	8557(1)	10667(1)	42(1)

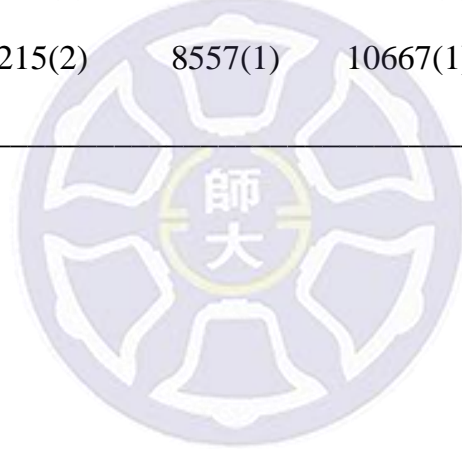
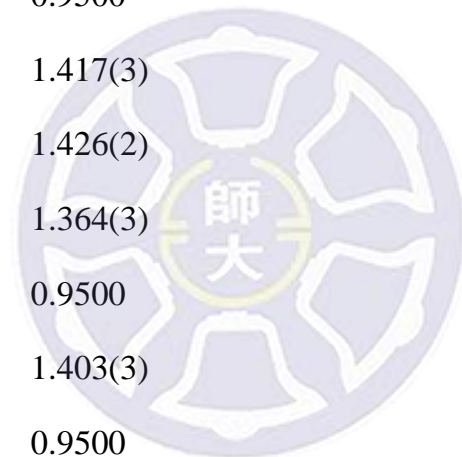
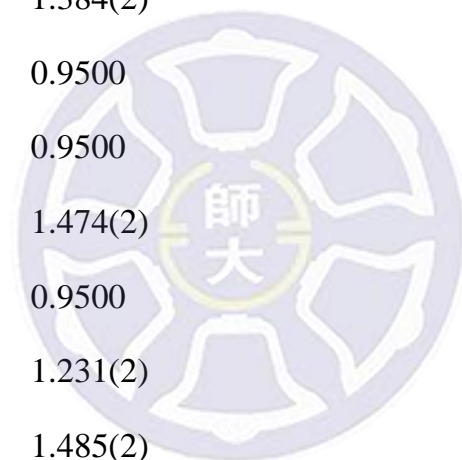


Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for ch16041.

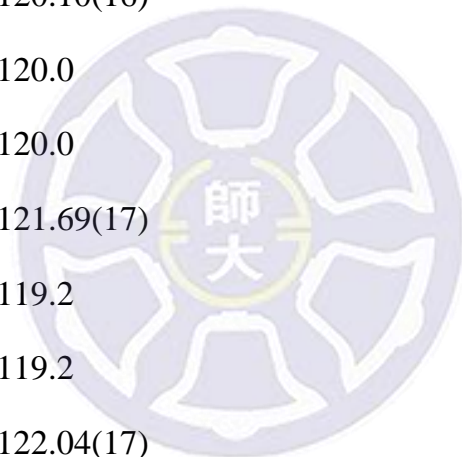
C(1)-O(1)	1.3634(19)
C(1)-C(10)	1.382(2)
C(1)-C(2)	1.409(2)
C(2)-C(3)	1.359(3)
C(2)-H(2)	0.9500
C(3)-C(4)	1.412(3)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.417(3)
C(4)-C(9)	1.426(2)
C(5)-C(6)	1.364(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.403(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.364(2)
C(7)-H(7)	0.9500
C(8)-C(9)	1.421(2)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.431(2)
C(10)-C(11)	1.497(2)
C(11)-C(18)	1.346(2)
C(11)-C(12)	1.486(2)



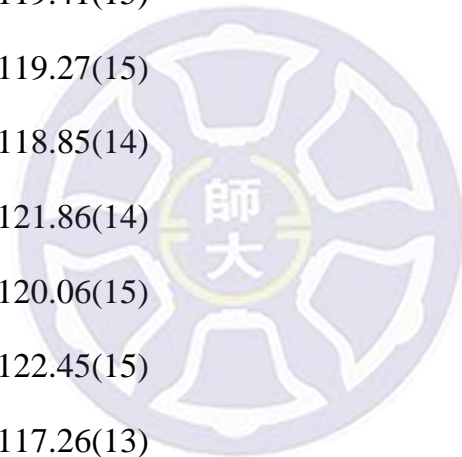
C(12)-C(17)	1.393(2)
C(12)-C(13)	1.394(2)
C(13)-C(14)	1.381(2)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.373(3)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-C(16)	1.384(3)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(17)	1.384(2)
C(16)-H(16)	0.9500
C(17)-H(17)	0.9500
C(18)-C(19)	1.474(2)
C(18)-H(18)	0.9500
C(19)-O(2)	1.231(2)
C(19)-C(20)	1.485(2)
C(20)-C(25)	1.395(2)
C(20)-C(21)	1.396(2)
C(21)-C(22)	1.381(3)
C(21)-H(21)	0.9500
C(22)-C(23)	1.383(3)
C(22)-H(22)	0.9500
C(23)-C(24)	1.377(3)
C(23)-H(23)	0.9500



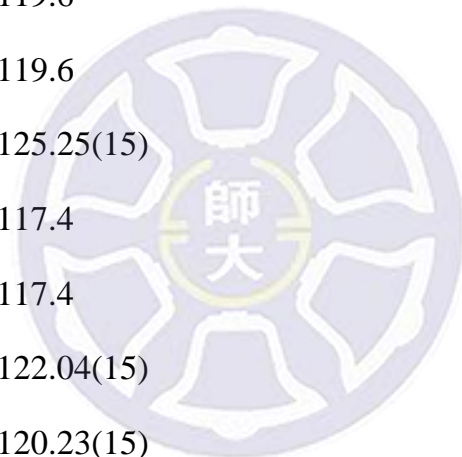
C(24)-C(25)	1.380(3)
C(24)-H(24)	0.9500
C(25)-H(25)	0.9500
O(1)-H(1')	0.9450
O(1)-C(1)-C(10)	118.39(14)
O(1)-C(1)-C(2)	120.59(15)
C(10)-C(1)-C(2)	121.01(16)
C(3)-C(2)-C(1)	120.10(16)
C(3)-C(2)-H(2)	120.0
C(1)-C(2)-H(2)	120.0
C(2)-C(3)-C(4)	121.69(17)
C(2)-C(3)-H(3)	119.2
C(4)-C(3)-H(3)	119.2
C(3)-C(4)-C(5)	122.04(17)
C(3)-C(4)-C(9)	118.47(16)
C(5)-C(4)-C(9)	119.48(17)
C(6)-C(5)-C(4)	121.21(18)
C(6)-C(5)-H(5)	119.4
C(4)-C(5)-H(5)	119.4
C(5)-C(6)-C(7)	119.44(18)
C(5)-C(6)-H(6)	120.3
C(7)-C(6)-H(6)	120.3



C(8)-C(7)-C(6)	121.17(18)
C(8)-C(7)-H(7)	119.4
C(6)-C(7)-H(7)	119.4
C(7)-C(8)-C(9)	121.22(17)
C(7)-C(8)-H(8)	119.4
C(9)-C(8)-H(8)	119.4
C(8)-C(9)-C(4)	117.47(16)
C(8)-C(9)-C(10)	123.10(15)
C(4)-C(9)-C(10)	119.41(15)
C(1)-C(10)-C(9)	119.27(15)
C(1)-C(10)-C(11)	118.85(14)
C(9)-C(10)-C(11)	121.86(14)
C(18)-C(11)-C(12)	120.06(15)
C(18)-C(11)-C(10)	122.45(15)
C(12)-C(11)-C(10)	117.26(13)
C(17)-C(12)-C(13)	118.34(15)
C(17)-C(12)-C(11)	122.05(14)
C(13)-C(12)-C(11)	119.55(14)
C(14)-C(13)-C(12)	120.96(16)
C(14)-C(13)-H(13)	119.5
C(12)-C(13)-H(13)	119.5
C(15)-C(14)-C(13)	119.84(16)
C(15)-C(14)-H(14)	120.1



C(13)-C(14)-H(14)	120.1
C(14)-C(15)-C(16)	120.45(16)
C(14)-C(15)-H(15)	119.8
C(16)-C(15)-H(15)	119.8
C(15)-C(16)-C(17)	119.68(17)
C(15)-C(16)-H(16)	120.2
C(17)-C(16)-H(16)	120.2
C(16)-C(17)-C(12)	120.72(16)
C(16)-C(17)-H(17)	119.6
C(12)-C(17)-H(17)	119.6
C(11)-C(18)-C(19)	125.25(15)
C(11)-C(18)-H(18)	117.4
C(19)-C(18)-H(18)	117.4
O(2)-C(19)-C(18)	122.04(15)
O(2)-C(19)-C(20)	120.23(15)
C(18)-C(19)-C(20)	117.73(15)
C(25)-C(20)-C(21)	119.23(16)
C(25)-C(20)-C(19)	121.75(15)
C(21)-C(20)-C(19)	118.99(16)
C(22)-C(21)-C(20)	119.98(19)
C(22)-C(21)-H(21)	120.0
C(20)-C(21)-H(21)	120.0
C(21)-C(22)-C(23)	120.01(18)



C(21)-C(22)-H(22)	120.0
C(23)-C(22)-H(22)	120.0
C(24)-C(23)-C(22)	120.57(18)
C(24)-C(23)-H(23)	119.7
C(22)-C(23)-H(23)	119.7
C(23)-C(24)-C(25)	119.8(2)
C(23)-C(24)-H(24)	120.1
C(25)-C(24)-H(24)	120.1
C(24)-C(25)-C(20)	120.37(18)
C(24)-C(25)-H(25)	119.8
C(20)-C(25)-H(25)	119.8
C(1)-O(1)-H(1')	105.7

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for ch16041. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	33(1)	30(1)	19(1)	3(1)	9(1)	-2(1)
C(2)	38(1)	36(1)	26(1)	-2(1)	7(1)	-10(1)
C(3)	32(1)	49(1)	29(1)	1(1)	2(1)	-10(1)
C(4)	31(1)	43(1)	25(1)	6(1)	4(1)	0(1)
C(5)	32(1)	55(1)	42(1)	10(1)	3(1)	5(1)
C(6)	41(1)	51(1)	49(1)	12(1)	10(1)	15(1)
C(7)	47(1)	35(1)	46(1)	6(1)	16(1)	7(1)
C(8)	35(1)	33(1)	32(1)	2(1)	10(1)	0(1)
C(9)	29(1)	34(1)	21(1)	5(1)	8(1)	2(1)
C(10)	27(1)	30(1)	19(1)	3(1)	7(1)	-2(1)
C(11)	28(1)	23(1)	27(1)	-1(1)	10(1)	0(1)
C(12)	25(1)	23(1)	25(1)	-1(1)	6(1)	-4(1)
C(13)	28(1)	36(1)	27(1)	-1(1)	8(1)	-5(1)
C(14)	38(1)	46(1)	27(1)	0(1)	12(1)	-12(1)
C(15)	44(1)	46(1)	23(1)	5(1)	2(1)	-14(1)
C(16)	29(1)	47(1)	36(1)	9(1)	0(1)	-2(1)
C(17)	29(1)	39(1)	34(1)	6(1)	11(1)	-2(1)

C(18)	28(1)	32(1)	29(1)	1(1)	8(1)	-4(1)
C(19)	30(1)	32(1)	32(1)	2(1)	13(1)	-2(1)
C(20)	27(1)	33(1)	36(1)	4(1)	14(1)	-4(1)
C(21)	39(1)	44(1)	42(1)	11(1)	22(1)	3(1)
C(22)	48(1)	44(1)	62(1)	24(1)	30(1)	6(1)
C(23)	40(1)	32(1)	89(2)	15(1)	30(1)	1(1)
C(24)	39(1)	35(1)	65(2)	-5(1)	12(1)	-7(1)
C(25)	38(1)	34(1)	42(1)	0(1)	9(1)	-7(1)
O(1)	37(1)	26(1)	31(1)	-1(1)	8(1)	-1(1)
O(2)	59(1)	34(1)	31(1)	-3(1)	14(1)	-11(1)

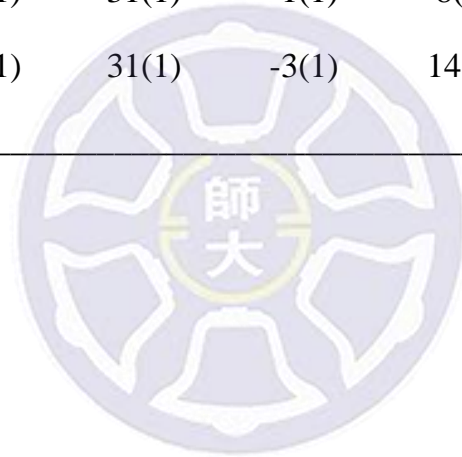


Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for ch16041.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	7681	10341	10019	42
H(3)	9563	9554	10802	47
H(5)	10418	8390	10893	56
H(6)	9875	7297	10264	59
H(7)	7360	6980	8895	52
H(8)	5424	7743	8144	41
H(13)	5362	9104	6035	37
H(14)	4447	9396	3682	44
H(15)	1861	9597	2476	49
H(16)	164	9494	3605	50
H(17)	1070	9191	5958	41
H(18)	2051	8405	7557	36
H(21)	3928	7527	11872	48
H(22)	3527	6407	12124	59
H(23)	2630	5725	10164	63
H(24)	2130	6152	7946	59

H(25)	2500	7271	7672	48
H(1')	5250	10570	8919	39



Single-Crystal X-ray Diffraction of 7a

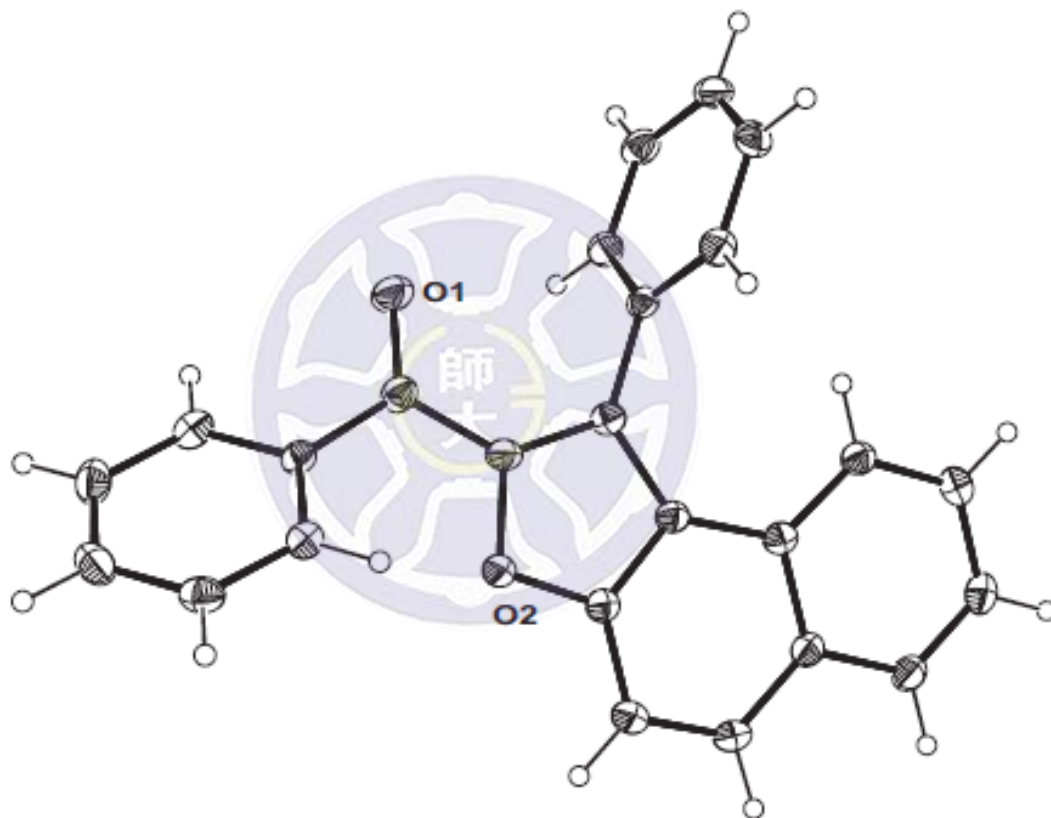
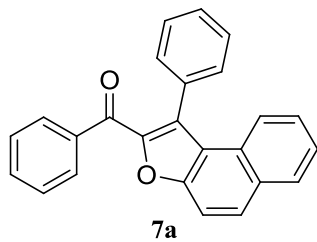
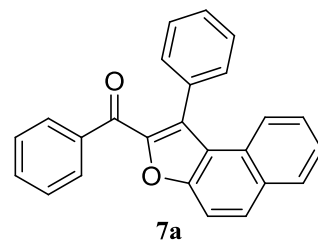


Table 1. Crystal data and structure refinement for a16220.

Identification code	a16220	
Empirical formula	C ₂₅ H ₁₆ O ₂	
Formula weight	348.38	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	C c	
Unit cell dimensions	a = 9.0163(3) Å	α = 90°.
	b = 22.0882(7) Å	β = 108.314(2)°.
	c = 9.2893(3) Å	γ = 90°.
Volume	1756.29(10) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.318 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.083 mm ⁻¹	
F(000)	728	
Crystal size	0.23 x 0.14 x 0.08 mm ³	
Theta range for data collection	1.84 to 25.09°.	
Index ranges	-6 ≤ h ≤ 10, -23 ≤ k ≤ 25, -10 ≤ l ≤ 11	
Reflections collected	4804	
Independent reflections	2005 [R(int) = 0.0214]	
Completeness to theta = 25.09°	99.0 %	
Absorption correction	multi-scan	



Max. and min. transmission	0.9934 and 0.9813
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	2005 / 2 / 244
Goodness-of-fit on F ²	1.028
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0287, wR2 = 0.0653
R indices (all data)	R1 = 0.0323, wR2 = 0.0676
Absolute structure parameter	0.5(12)
Largest diff. peak and hole	0.111 and -0.111 e.Å ⁻³



Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a16220. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	432(2)	4206(1)	5755(2)	33(1)
C(2)	1286(2)	3641(1)	6419(2)	28(1)
C(3)	2064(2)	3569(1)	7955(2)	32(1)
C(4)	2754(2)	3018(1)	8508(2)	37(1)
C(5)	2679(3)	2544(1)	7524(3)	41(1)
C(6)	1923(3)	2614(1)	5989(3)	42(1)
C(7)	1215(2)	3156(1)	5443(2)	36(1)
C(8)	1151(2)	4797(1)	6268(2)	32(1)
C(9)	577(2)	5377(1)	6037(2)	28(1)
C(10)	-1031(2)	5559(1)	5122(2)	27(1)
C(11)	-1468(2)	5526(1)	3556(2)	32(1)
C(12)	-2928(2)	5726(1)	2670(2)	38(1)
C(13)	-3966(2)	5954(1)	3349(3)	40(1)
C(14)	-3561(2)	5976(1)	4907(3)	39(1)
C(15)	-2089(2)	5782(1)	5806(2)	34(1)
C(16)	1865(2)	5767(1)	6801(2)	28(1)
C(17)	2095(2)	6408(1)	6960(2)	28(1)

C(18)	918(2)	6848(1)	6401(2)	31(1)
C(19)	1243(3)	7453(1)	6606(2)	35(1)
C(20)	2771(3)	7653(1)	7339(3)	38(1)
C(21)	3945(2)	7241(1)	7899(2)	35(1)
C(22)	3647(2)	6610(1)	7750(2)	30(1)
C(23)	4884(2)	6189(1)	8365(2)	36(1)
C(24)	4654(2)	5580(1)	8229(2)	39(1)
C(25)	3127(2)	5389(1)	7430(2)	32(1)
O(1)	-847(2)	4179(1)	4782(2)	48(1)
O(2)	2719(2)	4794(1)	7137(2)	35(1)

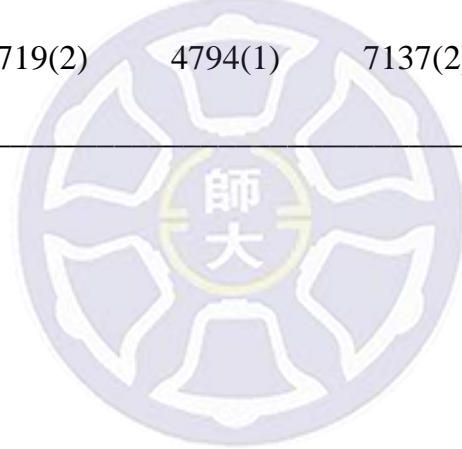
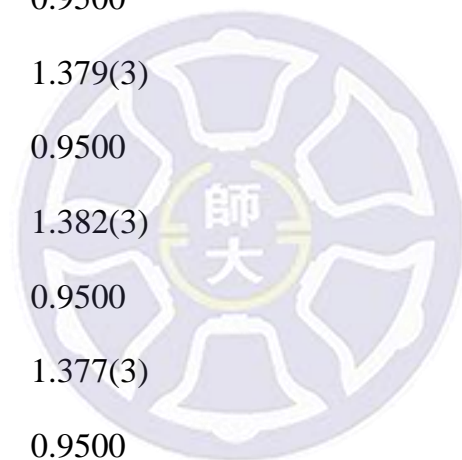
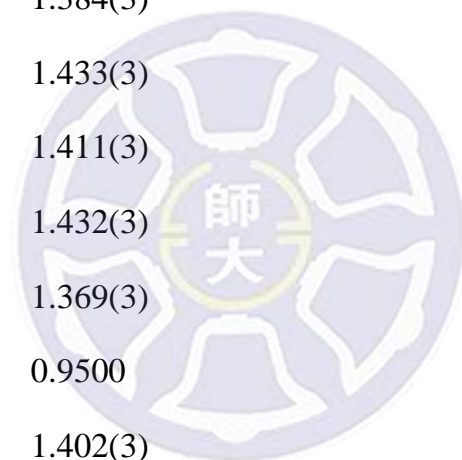


Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for a16220.

C(1)-O(1)	1.223(2)
C(1)-C(8)	1.469(3)
C(1)-C(2)	1.494(3)
C(2)-C(3)	1.388(3)
C(2)-C(7)	1.391(3)
C(3)-C(4)	1.389(3)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.379(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.382(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.377(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-H(7)	0.9500
C(8)-C(9)	1.373(3)
C(8)-O(2)	1.390(2)
C(9)-C(16)	1.441(3)
C(9)-C(10)	1.488(3)
C(10)-C(11)	1.385(3)
C(10)-C(15)	1.392(3)
C(11)-C(12)	1.387(3)



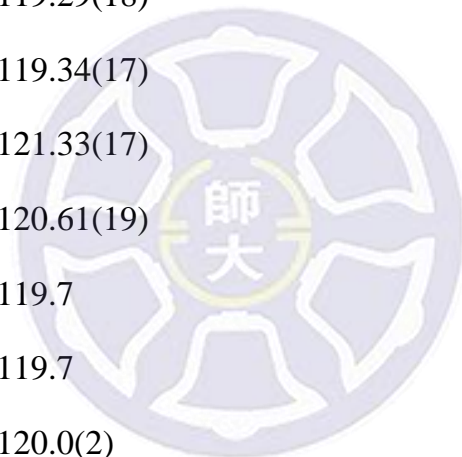
C(11)-H(11)	0.9500
C(12)-C(13)	1.378(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-C(14)	1.377(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.395(3)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(25)	1.384(3)
C(16)-C(17)	1.433(3)
C(17)-C(18)	1.411(3)
C(17)-C(22)	1.432(3)
C(18)-C(19)	1.369(3)
C(18)-H(18)	0.9500
C(19)-C(20)	1.402(3)
C(19)-H(19)	0.9500
C(20)-C(21)	1.369(3)
C(20)-H(20)	0.9500
C(21)-C(22)	1.418(3)
C(21)-H(21)	0.9500
C(22)-C(23)	1.427(3)
C(23)-C(24)	1.360(3)
C(23)-H(23)	0.9500



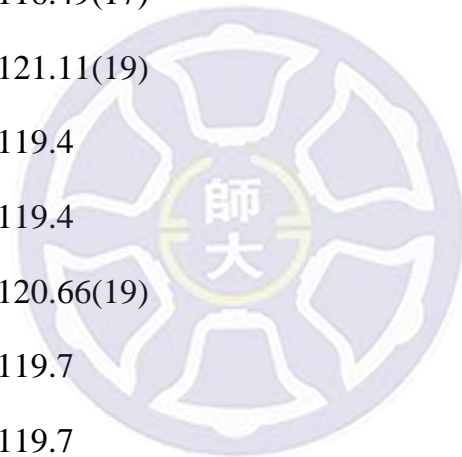
C(24)-C(25)	1.408(3)
C(24)-H(24)	0.9500
C(25)-O(2)	1.368(2)
O(1)-C(1)-C(8)	120.00(19)
O(1)-C(1)-C(2)	120.60(18)
C(8)-C(1)-C(2)	119.40(16)
C(3)-C(2)-C(7)	119.14(18)
C(3)-C(2)-C(1)	123.29(17)
C(7)-C(2)-C(1)	117.48(17)
C(2)-C(3)-C(4)	120.26(19)
C(2)-C(3)-H(3)	119.9
C(4)-C(3)-H(3)	119.9
C(5)-C(4)-C(3)	119.84(19)
C(5)-C(4)-H(4)	120.1
C(3)-C(4)-H(4)	120.1
C(4)-C(5)-C(6)	120.2(2)
C(4)-C(5)-H(5)	119.9
C(6)-C(5)-H(5)	119.9
C(7)-C(6)-C(5)	120.0(2)
C(7)-C(6)-H(6)	120.0
C(5)-C(6)-H(6)	120.0
C(6)-C(7)-C(2)	120.6(2)



C(6)-C(7)-H(7)	119.7
C(2)-C(7)-H(7)	119.7
C(9)-C(8)-O(2)	111.08(17)
C(9)-C(8)-C(1)	132.27(18)
O(2)-C(8)-C(1)	116.64(17)
C(8)-C(9)-C(16)	105.97(17)
C(8)-C(9)-C(10)	126.42(17)
C(16)-C(9)-C(10)	127.56(16)
C(11)-C(10)-C(15)	119.29(18)
C(11)-C(10)-C(9)	119.34(17)
C(15)-C(10)-C(9)	121.33(17)
C(10)-C(11)-C(12)	120.61(19)
C(10)-C(11)-H(11)	119.7
C(12)-C(11)-H(11)	119.7
C(13)-C(12)-C(11)	120.0(2)
C(13)-C(12)-H(12)	120.0
C(11)-C(12)-H(12)	120.0
C(14)-C(13)-C(12)	119.98(19)
C(14)-C(13)-H(13)	120.0
C(12)-C(13)-H(13)	120.0
C(13)-C(14)-C(15)	120.5(2)
C(13)-C(14)-H(14)	119.8
C(15)-C(14)-H(14)	119.8



C(10)-C(15)-C(14)	119.6(2)
C(10)-C(15)-H(15)	120.2
C(14)-C(15)-H(15)	120.2
C(25)-C(16)-C(17)	118.74(18)
C(25)-C(16)-C(9)	105.95(15)
C(17)-C(16)-C(9)	135.23(18)
C(18)-C(17)-C(22)	118.44(17)
C(18)-C(17)-C(16)	125.07(18)
C(22)-C(17)-C(16)	116.49(17)
C(19)-C(18)-C(17)	121.11(19)
C(19)-C(18)-H(18)	119.4
C(17)-C(18)-H(18)	119.4
C(18)-C(19)-C(20)	120.66(19)
C(18)-C(19)-H(19)	119.7
C(20)-C(19)-H(19)	119.7
C(21)-C(20)-C(19)	119.96(19)
C(21)-C(20)-H(20)	120.0
C(19)-C(20)-H(20)	120.0
C(20)-C(21)-C(22)	121.10(19)
C(20)-C(21)-H(21)	119.4
C(22)-C(21)-H(21)	119.4
C(21)-C(22)-C(23)	120.11(18)
C(21)-C(22)-C(17)	118.67(17)



C(23)-C(22)-C(17)	121.22(17)
C(24)-C(23)-C(22)	121.99(19)
C(24)-C(23)-H(23)	119.0
C(22)-C(23)-H(23)	119.0
C(23)-C(24)-C(25)	116.19(19)
C(23)-C(24)-H(24)	121.9
C(25)-C(24)-H(24)	121.9
O(2)-C(25)-C(16)	111.22(16)
O(2)-C(25)-C(24)	123.39(18)
C(16)-C(25)-C(24)	125.36(19)
C(25)-O(2)-C(8)	105.77(16)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for a16220. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	35(1)	31(1)	30(1)	0(1)	6(1)	-3(1)
C(2)	27(1)	28(1)	30(1)	-1(1)	9(1)	-5(1)
C(3)	32(1)	32(1)	31(1)	-2(1)	10(1)	-2(1)
C(4)	29(1)	42(1)	38(1)	9(1)	7(1)	-3(1)
C(5)	34(1)	34(1)	56(2)	10(1)	18(1)	6(1)
C(6)	45(1)	31(1)	53(1)	-9(1)	22(1)	-1(1)
C(7)	38(1)	37(1)	32(1)	-4(1)	10(1)	-8(1)
C(8)	26(1)	33(1)	32(1)	2(1)	3(1)	0(1)
C(9)	28(1)	29(1)	26(1)	2(1)	7(1)	-2(1)
C(10)	26(1)	23(1)	31(1)	1(1)	6(1)	-4(1)
C(11)	32(1)	33(1)	32(1)	0(1)	10(1)	-2(1)
C(12)	40(1)	35(1)	31(1)	3(1)	2(1)	-5(1)
C(13)	25(1)	30(1)	56(2)	7(1)	0(1)	-2(1)
C(14)	29(1)	32(1)	59(2)	-1(1)	17(1)	0(1)
C(15)	35(1)	34(1)	35(1)	-1(1)	12(1)	-1(1)
C(16)	27(1)	30(1)	26(1)	0(1)	6(1)	0(1)
C(17)	28(1)	31(1)	24(1)	0(1)	9(1)	-1(1)

C(18)	29(1)	34(1)	29(1)	-2(1)	8(1)	-1(1)
C(19)	39(1)	32(1)	37(1)	1(1)	15(1)	6(1)
C(20)	46(1)	27(1)	43(1)	-5(1)	17(1)	-3(1)
C(21)	35(1)	34(1)	35(1)	-7(1)	10(1)	-5(1)
C(22)	31(1)	30(1)	29(1)	-4(1)	9(1)	-3(1)
C(23)	27(1)	39(1)	36(1)	-4(1)	2(1)	-3(1)
C(24)	31(1)	35(1)	42(1)	1(1)	1(1)	5(1)
C(25)	30(1)	28(1)	34(1)	0(1)	5(1)	0(1)
O(1)	41(1)	39(1)	47(1)	1(1)	-9(1)	-4(1)
O(2)	28(1)	26(1)	43(1)	0(1)	1(1)	2(1)

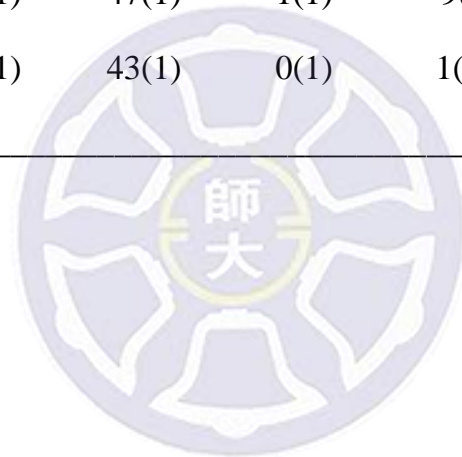


Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a16220.

	x	y	z	U(eq)
H(3)	2125	3897	8632	38
H(4)	3277	2969	9562	45
H(5)	3149	2167	7901	49
H(6)	1892	2289	5312	50
H(7)	672	3200	4392	43
H(11)	-761	5365	3083	39
H(12)	-3213	5706	1596	45
H(13)	-4960	6097	2743	48
H(14)	-4290	6124	5371	47
H(15)	-1811	5803	6880	41
H(18)	-118	6721	5873	37
H(19)	426	7740	6248	42
H(20)	2991	8074	7448	46
H(21)	4977	7380	8394	42
H(23)	5900	6338	8885	43
H(24)	5476	5300	8649	46



Single-Crystal X-ray Diffraction of 1,3-diphenyl-3H-benzo[f]chromene

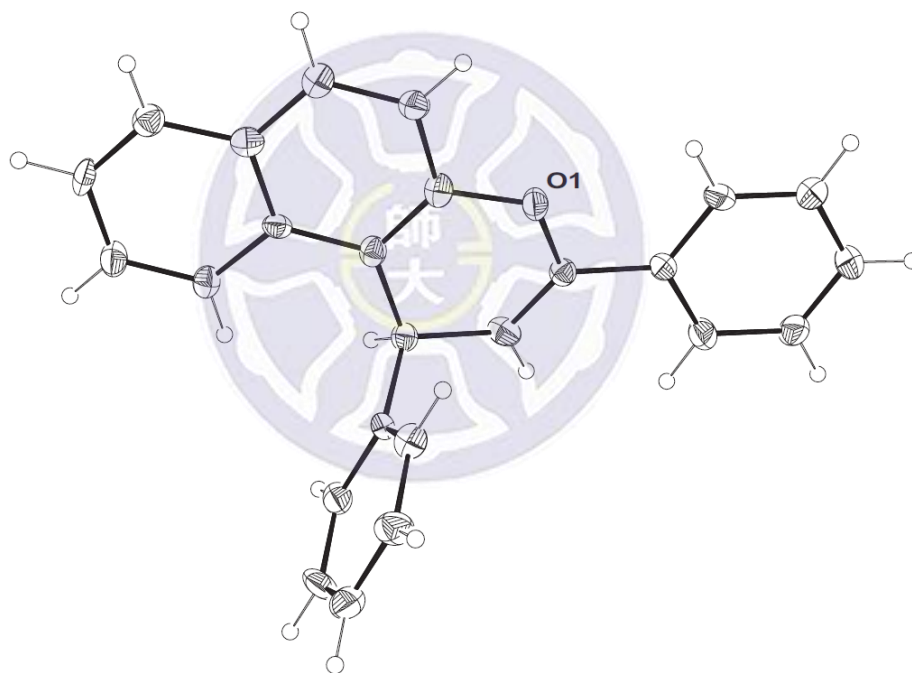
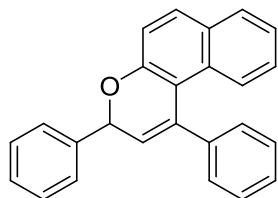
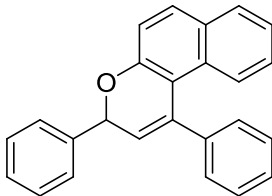


Table 1. Crystal data and structure refinement for 16481.

Identification code	16481	
Empirical formula	C ₂₅ H ₁₈ O	
Formula weight	334.39	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 18.442(4) Å	α = 90°.
	b = 5.9132(14) Å	β = 108.905(12)°.
	c = 16.712(4) Å	γ = 90°.
Volume	1724.2(7) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.288 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.077 mm ⁻¹	
F(000)	704	
Crystal size	0.34 x 0.24 x 0.03 mm ³	
Theta range for data collection	2.46 to 25.25°.	
Index ranges	-22 ≤ h ≤ 21, -7 ≤ k ≤ 7, -20 ≤ l ≤ 19	
Reflections collected	11452	
Independent reflections	3067 [R(int) = 0.0910]	
Completeness to theta = 25.25°	98.3 %	
Absorption correction	multi-scan	

Max. and min. transmission	0.9977 and 0.9743
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3067 / 0 / 235
Goodness-of-fit on F ²	2.165
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0959, wR2 = 0.25608
R indices (all data)	R1 = 0.1601, wR2 = 0.25717
Largest diff. peak and hole	0.747 and -0.670 e.Å ⁻³



Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for 16481. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	1738(5)	6166(16)	2595(6)	27(2)
C(2)	1226(5)	6327(18)	3121(6)	33(3)
C(3)	688(6)	4687(19)	3106(7)	37(3)
C(4)	224(7)	4850(20)	3598(6)	46(3)
C(5)	300(6)	6670(20)	4149(7)	44(3)
C(6)	831(6)	8320(20)	4175(7)	43(3)
C(7)	1300(6)	8142(19)	3674(7)	41(3)
C(8)	2230(6)	7750(18)	2522(7)	35(3)
C(9)	2767(5)	7397(16)	2023(6)	29(2)
C(10)	3587(5)	7172(16)	2608(6)	27(2)
C(11)	4115(6)	8915(18)	2689(7)	38(3)
C(12)	4858(6)	8720(20)	3255(8)	51(3)
C(13)	5089(7)	6820(20)	3738(7)	47(3)
C(14)	4564(6)	5060(20)	3653(7)	45(3)
C(15)	3832(6)	5255(18)	3096(6)	36(3)
C(16)	2514(5)	5454(17)	1428(6)	29(2)
C(17)	2794(5)	5031(16)	747(5)	27(2)

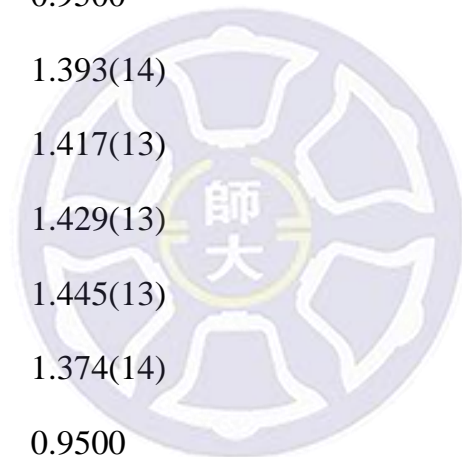
C(18)	3314(6)	6587(17)	548(6)	32(2)
C(19)	3592(6)	6200(20)	-110(6)	42(3)
C(20)	3361(6)	4207(18)	-607(6)	37(3)
C(21)	2870(6)	2713(19)	-443(6)	36(3)
C(22)	2558(6)	3095(17)	214(6)	31(2)
C(23)	2022(6)	1609(18)	370(6)	34(2)
C(24)	1738(6)	2012(17)	1029(6)	34(3)
C(25)	1990(6)	3903(16)	1548(6)	32(2)
O(1)	1649(4)	4116(11)	2172(4)	35(2)



Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for 16481.

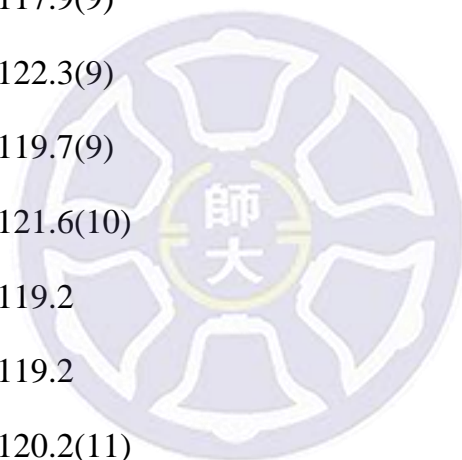
C(1)-C(8)	1.337(14)
C(1)-O(1)	1.386(11)
C(1)-C(2)	1.487(13)
C(2)-C(3)	1.382(14)
C(2)-C(7)	1.394(14)
C(3)-C(4)	1.368(15)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.392(16)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.374(15)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.389(14)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-H(7)	0.9500
C(8)-C(9)	1.500(13)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(16)	1.491(13)
C(9)-C(10)	1.517(13)
C(9)-H(9)	1.0000
C(10)-C(15)	1.385(14)
C(10)-C(11)	1.394(13)

C(11)-C(12)	1.395(16)
C(11)-H(11)	0.9500
C(12)-C(13)	1.372(17)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-C(14)	1.396(16)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.373(15)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(25)	1.393(14)
C(16)-C(17)	1.417(13)
C(17)-C(22)	1.429(13)
C(17)-C(18)	1.445(13)
C(18)-C(19)	1.374(14)
C(18)-H(18)	0.9500
C(19)-C(20)	1.425(15)
C(19)-H(19)	0.9500
C(20)-C(21)	1.355(14)
C(20)-H(20)	0.9500
C(21)-C(22)	1.412(14)
C(21)-H(21)	0.9500
C(22)-C(23)	1.410(14)
C(23)-C(24)	1.383(14)

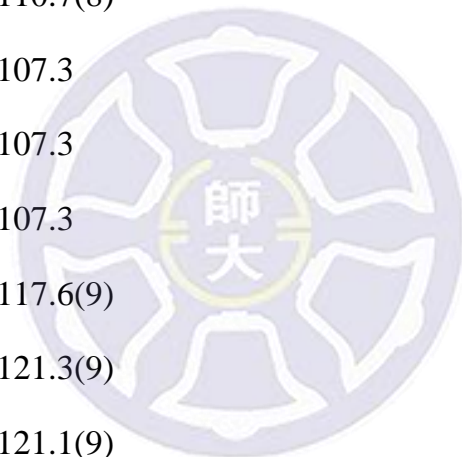


C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.399(14)
C(24)-H(24)	0.9500
C(25)-O(1)	1.388(12)

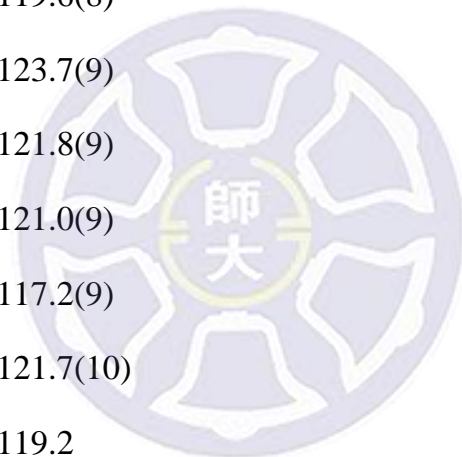
C(8)-C(1)-O(1)	122.5(9)
C(8)-C(1)-C(2)	126.1(9)
O(1)-C(1)-C(2)	111.3(8)
C(3)-C(2)-C(7)	117.9(9)
C(3)-C(2)-C(1)	122.3(9)
C(7)-C(2)-C(1)	119.7(9)
C(4)-C(3)-C(2)	121.6(10)
C(4)-C(3)-H(3)	119.2
C(2)-C(3)-H(3)	119.2
C(3)-C(4)-C(5)	120.2(11)
C(3)-C(4)-H(4)	119.9
C(5)-C(4)-H(4)	119.9
C(6)-C(5)-C(4)	119.2(10)
C(6)-C(5)-H(5)	120.4
C(4)-C(5)-H(5)	120.4
C(5)-C(6)-C(7)	120.3(11)
C(5)-C(6)-H(6)	119.9
C(7)-C(6)-H(6)	119.9



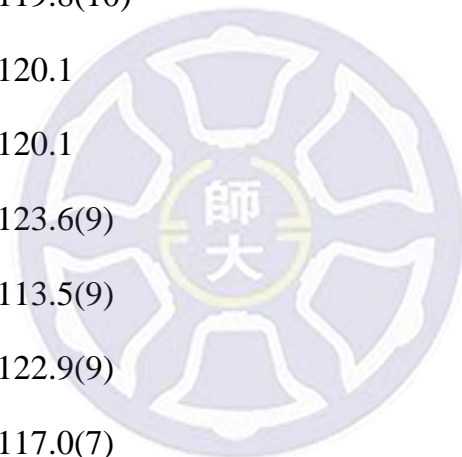
C(6)-C(7)-C(2)	120.7(10)
C(6)-C(7)-H(7)	119.7
C(2)-C(7)-H(7)	119.7
C(1)-C(8)-C(9)	122.9(9)
C(1)-C(8)-H(8)	118.6
C(9)-C(8)-H(8)	118.6
C(16)-C(9)-C(8)	110.9(8)
C(16)-C(9)-C(10)	113.2(8)
C(8)-C(9)-C(10)	110.7(8)
C(16)-C(9)-H(9)	107.3
C(8)-C(9)-H(9)	107.3
C(10)-C(9)-H(9)	107.3
C(15)-C(10)-C(11)	117.6(9)
C(15)-C(10)-C(9)	121.3(9)
C(11)-C(10)-C(9)	121.1(9)
C(10)-C(11)-C(12)	120.6(11)
C(10)-C(11)-H(11)	119.7
C(12)-C(11)-H(11)	119.7
C(13)-C(12)-C(11)	121.0(11)
C(13)-C(12)-H(12)	119.5
C(11)-C(12)-H(12)	119.5
C(12)-C(13)-C(14)	118.6(11)
C(12)-C(13)-H(13)	120.7



C(14)-C(13)-H(13)	120.7
C(15)-C(14)-C(13)	120.3(11)
C(15)-C(14)-H(14)	119.9
C(13)-C(14)-H(14)	119.9
C(14)-C(15)-C(10)	122.0(11)
C(14)-C(15)-H(15)	119.0
C(10)-C(15)-H(15)	119.0
C(25)-C(16)-C(17)	116.7(9)
C(25)-C(16)-C(9)	119.6(8)
C(17)-C(16)-C(9)	123.7(9)
C(16)-C(17)-C(22)	121.8(9)
C(16)-C(17)-C(18)	121.0(9)
C(22)-C(17)-C(18)	117.2(9)
C(19)-C(18)-C(17)	121.7(10)
C(19)-C(18)-H(18)	119.2
C(17)-C(18)-H(18)	119.2
C(18)-C(19)-C(20)	119.2(10)
C(18)-C(19)-H(19)	120.4
C(20)-C(19)-H(19)	120.4
C(21)-C(20)-C(19)	120.9(9)
C(21)-C(20)-H(20)	119.6
C(19)-C(20)-H(20)	119.6
C(20)-C(21)-C(22)	121.4(10)



C(20)-C(21)-H(21)	119.3
C(22)-C(21)-H(21)	119.3
C(23)-C(22)-C(21)	122.1(9)
C(23)-C(22)-C(17)	118.3(9)
C(21)-C(22)-C(17)	119.6(9)
C(24)-C(23)-C(22)	120.6(10)
C(24)-C(23)-H(23)	119.7
C(22)-C(23)-H(23)	119.7
C(23)-C(24)-C(25)	119.8(10)
C(23)-C(24)-H(24)	120.1
C(25)-C(24)-H(24)	120.1
O(1)-C(25)-C(16)	123.6(9)
O(1)-C(25)-C(24)	113.5(9)
C(16)-C(25)-C(24)	122.9(9)
C(1)-O(1)-C(25)	117.0(7)



Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for 16481. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	26(5)	29(5)	28(5)	0(4)	9(4)	2(4)
C(2)	23(6)	46(7)	30(5)	-3(5)	9(4)	-3(5)
C(3)	26(6)	46(7)	37(6)	-8(5)	8(4)	-7(5)
C(4)	43(7)	62(8)	31(6)	-1(6)	11(5)	-8(6)
C(5)	33(6)	58(8)	45(7)	-2(6)	20(5)	-3(6)
C(6)	36(7)	59(8)	36(6)	-12(5)	14(5)	1(6)
C(7)	44(7)	40(6)	45(6)	-6(5)	23(5)	-13(5)
C(8)	29(6)	27(6)	49(6)	-7(5)	12(5)	0(5)
C(9)	31(6)	30(5)	27(5)	4(4)	11(4)	-2(4)
C(10)	23(5)	34(6)	28(5)	-2(4)	12(4)	-4(4)
C(11)	41(7)	34(6)	44(6)	-12(5)	21(5)	-7(5)
C(12)	31(7)	57(8)	70(8)	-24(7)	22(6)	-22(6)
C(13)	40(7)	63(8)	38(6)	-14(6)	10(5)	0(6)
C(14)	34(7)	51(7)	44(6)	-2(6)	4(5)	7(6)
C(15)	40(7)	33(6)	36(6)	2(5)	13(5)	8(5)
C(16)	28(6)	32(6)	29(5)	2(4)	11(4)	6(4)
C(17)	24(5)	30(5)	24(5)	3(4)	2(4)	-5(4)

C(18)	34(6)	34(6)	31(5)	2(4)	14(4)	5(5)
C(19)	41(7)	56(7)	35(6)	1(5)	20(5)	0(6)
C(20)	44(6)	48(7)	26(5)	-1(5)	22(5)	8(5)
C(21)	35(6)	38(6)	33(6)	-2(5)	10(5)	4(5)
C(22)	26(6)	32(6)	29(5)	6(4)	1(4)	7(4)
C(23)	35(6)	34(6)	32(5)	3(4)	10(5)	11(5)
C(24)	35(6)	37(6)	31(5)	-1(5)	10(4)	-7(5)
C(25)	34(6)	30(5)	33(5)	4(4)	14(5)	9(5)
O(1)	41(4)	35(4)	36(4)	-3(3)	22(3)	-7(3)



Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for 16481.

	x	y	z	U(eq)
H(3)	639	3415	2745	44
H(4)	-150	3718	3563	55
H(5)	-12	6762	4502	53
H(6)	878	9584	4538	52
H(7)	1675	9273	3708	49
H(8)	2241	9161	2797	42
H(9)	2741	8784	1673	35
H(11)	3967	10243	2356	45
H(12)	5210	9934	3306	61
H(13)	5596	6697	4123	57
H(14)	4713	3725	3981	54
H(15)	3484	4036	3044	44
H(18)	3469	7914	880	39
H(19)	3934	7243	-231	50
H(20)	3554	3923	-1061	45
H(21)	2732	1383	-776	43

H(23)	1853	320	20	41
H(24)	1375	1008	1128	41



Single-Crystal X-ray Diffraction of 8

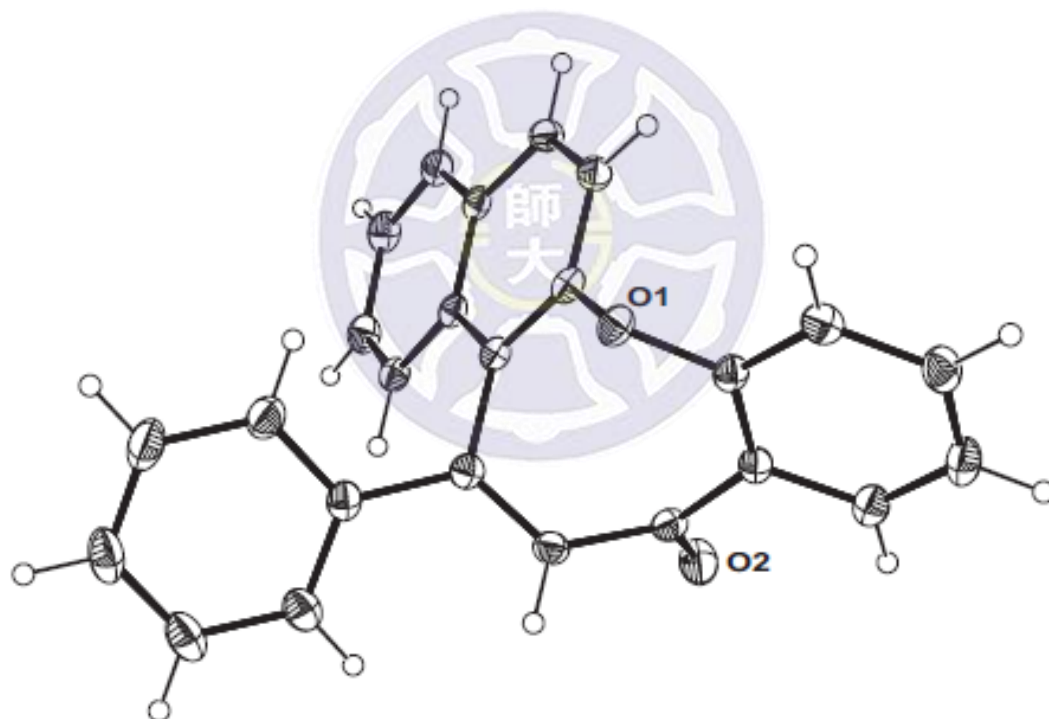
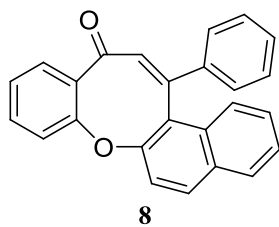
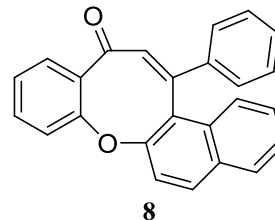


Table 1. Crystal data and structure refinement for a16822.

Identification code	a16822	
Empirical formula	C ₂₅ H ₁₆ O ₂	
Formula weight	348.38	
Temperature	200(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 6.9119(3) Å	α = 90°.
	b = 19.2077(8) Å	β = 101.854(2)°.
	c = 13.5619(6) Å	γ = 90°.
Volume	1762.10(13) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.313 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.082 mm ⁻¹	
F(000)	728	
Crystal size	0.69 x 0.43 x 0.10 mm ³	
Theta range for data collection	1.86 to 25.00°.	
Index ranges	-4 ≤ h ≤ 8, -22 ≤ k ≤ 19, -16 ≤ l ≤ 15	
Reflections collected	11926	
Independent reflections	3088 [R(int) = 0.0416]	
Completeness to theta = 24.99°	99.4 %	
Absorption correction	multi-scan	



Max. and min. transmission	0.9918 and 0.9454
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²
Data / restraints / parameters	3088 / 0 / 244
Goodness-of-fit on F ²	1.103
Final R indices [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0384, wR2 = 0.1045
R indices (all data)	R1 = 0.0527, wR2 = 0.1249
Largest diff. peak and hole	0.217 and -0.227 e.Å ⁻³



Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a16822. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
C(1)	4411(2)	6377(1)	7086(1)	27(1)
C(2)	5816(2)	6842(1)	6892(1)	34(1)
C(3)	5618(3)	7546(1)	7062(1)	39(1)
C(4)	4031(3)	7788(1)	7431(1)	40(1)
C(5)	2635(2)	7326(1)	7630(1)	34(1)
C(6)	2777(2)	6612(1)	7446(1)	27(1)
C(7)	1087(2)	6172(1)	7594(1)	29(1)
C(8)	386(2)	5587(1)	6891(1)	29(1)
C(9)	1203(2)	4956(1)	6976(1)	27(1)
C(10)	328(2)	4361(1)	6335(1)	30(1)
C(11)	-1712(3)	4297(1)	6004(1)	39(1)
C(12)	-2508(3)	3734(1)	5421(1)	47(1)
C(13)	-1304(3)	3228(1)	5159(1)	51(1)
C(14)	716(3)	3287(1)	5472(2)	52(1)
C(15)	1533(3)	3849(1)	6064(1)	42(1)
C(16)	3065(2)	4840(1)	7736(1)	25(1)
C(17)	3167(2)	4352(1)	8546(1)	25(1)

C(18)	1471(2)	4003(1)	8733(1)	29(1)
C(19)	1607(3)	3562(1)	9536(1)	35(1)
C(20)	3444(3)	3428(1)	10177(1)	37(1)
C(21)	5103(3)	3751(1)	10014(1)	33(1)
C(22)	5006(2)	4235(1)	9218(1)	26(1)
C(23)	6685(2)	4623(1)	9095(1)	30(1)
C(24)	6550(2)	5108(1)	8350(1)	30(1)
C(25)	4736(2)	5209(1)	7677(1)	26(1)
O(1)	4689(2)	5679(1)	6878(1)	31(1)
O(2)	161(2)	6326(1)	8236(1)	44(1)

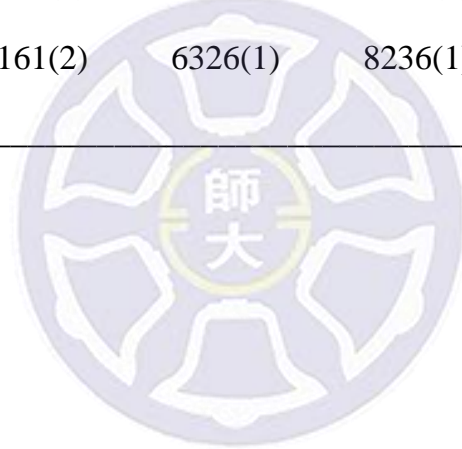
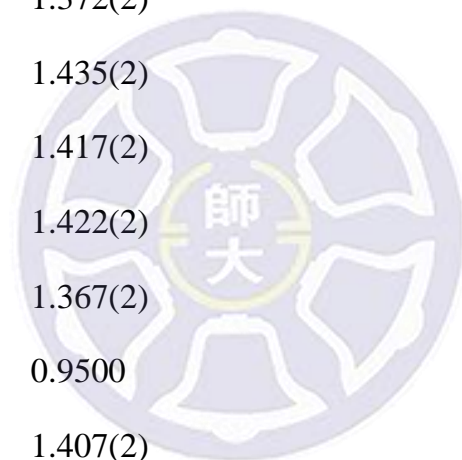


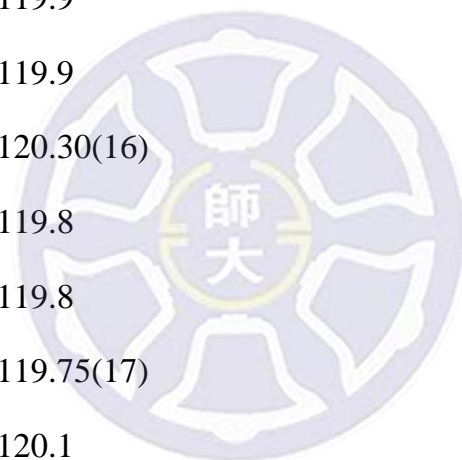
Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for a16822.

C(1)-C(2)	1.384(2)
C(1)-O(1)	1.3920(19)
C(1)-C(6)	1.395(2)
C(2)-C(3)	1.383(2)
C(2)-H(2)	0.9500
C(3)-C(4)	1.376(3)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.377(2)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.401(2)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.488(2)
C(7)-O(2)	1.218(2)
C(7)-C(8)	1.490(2)
C(8)-C(9)	1.331(2)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.487(2)
C(9)-C(16)	1.491(2)
C(10)-C(15)	1.386(2)
C(10)-C(11)	1.395(2)
C(11)-C(12)	1.385(3)

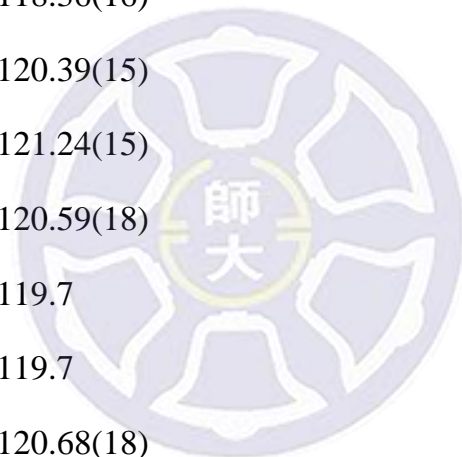
C(11)-H(11)	0.9500
C(12)-C(13)	1.374(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-C(14)	1.378(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.394(3)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(25)	1.372(2)
C(16)-C(17)	1.435(2)
C(17)-C(18)	1.417(2)
C(17)-C(22)	1.422(2)
C(18)-C(19)	1.367(2)
C(18)-H(18)	0.9500
C(19)-C(20)	1.407(2)
C(19)-H(19)	0.9500
C(20)-C(21)	1.362(2)
C(20)-H(20)	0.9500
C(21)-C(22)	1.415(2)
C(21)-H(21)	0.9500
C(22)-C(23)	1.417(2)
C(23)-C(24)	1.363(2)
C(23)-H(23)	0.9500



C(24)-C(25)	1.405(2)
C(24)-H(24)	0.9500
C(25)-O(1)	1.4053(18)
C(2)-C(1)-O(1)	116.84(14)
C(2)-C(1)-C(6)	120.52(15)
O(1)-C(1)-C(6)	122.62(14)
C(3)-C(2)-C(1)	120.11(16)
C(3)-C(2)-H(2)	119.9
C(1)-C(2)-H(2)	119.9
C(4)-C(3)-C(2)	120.30(16)
C(4)-C(3)-H(3)	119.8
C(2)-C(3)-H(3)	119.8
C(3)-C(4)-C(5)	119.75(17)
C(3)-C(4)-H(4)	120.1
C(5)-C(4)-H(4)	120.1
C(4)-C(5)-C(6)	121.18(16)
C(4)-C(5)-H(5)	119.4
C(6)-C(5)-H(5)	119.4
C(1)-C(6)-C(5)	118.10(15)
C(1)-C(6)-C(7)	125.27(14)
C(5)-C(6)-C(7)	116.51(14)
O(2)-C(7)-C(6)	120.09(15)



O(2)-C(7)-C(8)	119.36(15)
C(6)-C(7)-C(8)	120.24(14)
C(9)-C(8)-C(7)	123.72(14)
C(9)-C(8)-H(8)	118.1
C(7)-C(8)-H(8)	118.1
C(8)-C(9)-C(10)	122.29(14)
C(8)-C(9)-C(16)	119.14(14)
C(10)-C(9)-C(16)	118.57(13)
C(15)-C(10)-C(11)	118.36(16)
C(15)-C(10)-C(9)	120.39(15)
C(11)-C(10)-C(9)	121.24(15)
C(12)-C(11)-C(10)	120.59(18)
C(12)-C(11)-H(11)	119.7
C(10)-C(11)-H(11)	119.7
C(13)-C(12)-C(11)	120.68(18)
C(13)-C(12)-H(12)	119.7
C(11)-C(12)-H(12)	119.7
C(12)-C(13)-C(14)	119.39(18)
C(12)-C(13)-H(13)	120.3
C(14)-C(13)-H(13)	120.3
C(13)-C(14)-C(15)	120.44(19)
C(13)-C(14)-H(14)	119.8
C(15)-C(14)-H(14)	119.8



C(10)-C(15)-C(14)	120.53(18)
C(10)-C(15)-H(15)	119.7
C(14)-C(15)-H(15)	119.7
C(25)-C(16)-C(17)	118.25(14)
C(25)-C(16)-C(9)	119.94(14)
C(17)-C(16)-C(9)	121.81(13)
C(18)-C(17)-C(22)	118.31(14)
C(18)-C(17)-C(16)	122.25(14)
C(22)-C(17)-C(16)	119.37(14)
C(19)-C(18)-C(17)	120.73(15)
C(19)-C(18)-H(18)	119.6
C(17)-C(18)-H(18)	119.6
C(18)-C(19)-C(20)	120.78(15)
C(18)-C(19)-H(19)	119.6
C(20)-C(19)-H(19)	119.6
C(21)-C(20)-C(19)	119.90(15)
C(21)-C(20)-H(20)	120.0
C(19)-C(20)-H(20)	120.0
C(20)-C(21)-C(22)	120.93(15)
C(20)-C(21)-H(21)	119.5
C(22)-C(21)-H(21)	119.5
C(21)-C(22)-C(23)	121.53(15)
C(21)-C(22)-C(17)	119.24(14)



C(23)-C(22)-C(17)	119.19(14)
C(24)-C(23)-C(22)	120.90(14)
C(24)-C(23)-H(23)	119.6
C(22)-C(23)-H(23)	119.6
C(23)-C(24)-C(25)	119.49(14)
C(23)-C(24)-H(24)	120.3
C(25)-C(24)-H(24)	120.3
C(16)-C(25)-C(24)	122.69(14)
C(16)-C(25)-O(1)	119.38(14)
C(24)-C(25)-O(1)	117.81(13)
C(1)-O(1)-C(25)	116.35(12)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for a16822. The anisotropic

displacement factor exponent takes the form: $-2 \sum [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C(1)	33(1)	24(1)	23(1)	4(1)	3(1)	0(1)
C(2)	33(1)	37(1)	31(1)	7(1)	7(1)	-3(1)
C(3)	44(1)	32(1)	40(1)	9(1)	7(1)	-9(1)
C(4)	54(1)	25(1)	41(1)	2(1)	8(1)	-4(1)
C(5)	42(1)	30(1)	31(1)	0(1)	7(1)	1(1)
C(6)	33(1)	26(1)	23(1)	1(1)	3(1)	-1(1)
C(7)	28(1)	29(1)	31(1)	3(1)	5(1)	4(1)
C(8)	26(1)	30(1)	29(1)	3(1)	2(1)	0(1)
C(9)	30(1)	27(1)	26(1)	3(1)	6(1)	0(1)
C(10)	41(1)	25(1)	23(1)	4(1)	3(1)	-1(1)
C(11)	41(1)	42(1)	32(1)	-3(1)	4(1)	-5(1)
C(12)	54(1)	49(1)	33(1)	-4(1)	-1(1)	-16(1)
C(13)	80(2)	34(1)	30(1)	-2(1)	-5(1)	-11(1)
C(14)	78(2)	29(1)	44(1)	-5(1)	0(1)	11(1)
C(15)	51(1)	32(1)	39(1)	-2(1)	-1(1)	8(1)
C(16)	28(1)	21(1)	26(1)	0(1)	7(1)	2(1)
C(17)	31(1)	21(1)	25(1)	-3(1)	7(1)	2(1)

C(18)	32(1)	23(1)	32(1)	1(1)	8(1)	0(1)
C(19)	41(1)	29(1)	38(1)	2(1)	14(1)	-4(1)
C(20)	54(1)	28(1)	28(1)	5(1)	8(1)	-3(1)
C(21)	41(1)	28(1)	26(1)	0(1)	0(1)	3(1)
C(22)	34(1)	21(1)	24(1)	-3(1)	6(1)	2(1)
C(23)	27(1)	32(1)	31(1)	-3(1)	3(1)	4(1)
C(24)	26(1)	29(1)	36(1)	-3(1)	10(1)	-1(1)
C(25)	32(1)	21(1)	27(1)	2(1)	11(1)	4(1)
O(1)	37(1)	25(1)	32(1)	5(1)	13(1)	2(1)
O(2)	42(1)	42(1)	53(1)	-11(1)	22(1)	-7(1)

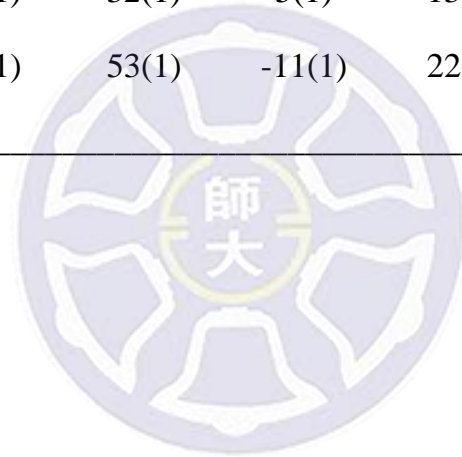


Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

for a16822.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	6918	6677	6641	40
H(3)	6582	7863	6924	46
H(4)	3900	8272	7547	48
H(5)	1557	7495	7896	41
H(8)	-706	5668	6351	35
H(11)	-2564	4643	6181	47
H(12)	-3901	3698	5201	56
H(13)	-1859	2840	4764	61
H(14)	1557	2943	5283	63
H(15)	2926	3881	6284	51
H(18)	226	4076	8296	35
H(19)	449	3345	9663	42
H(20)	3526	3111	10722	44
H(21)	6343	3651	10440	39
H(23)	7921	4543	9538	37
H(24)	7675	5375	8287	36

$^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$ 光譜附圖



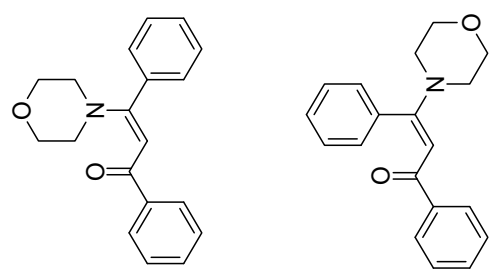
壹、吡啶衍生物的合成方法

貳、以水上條件合成吡啶衍生物

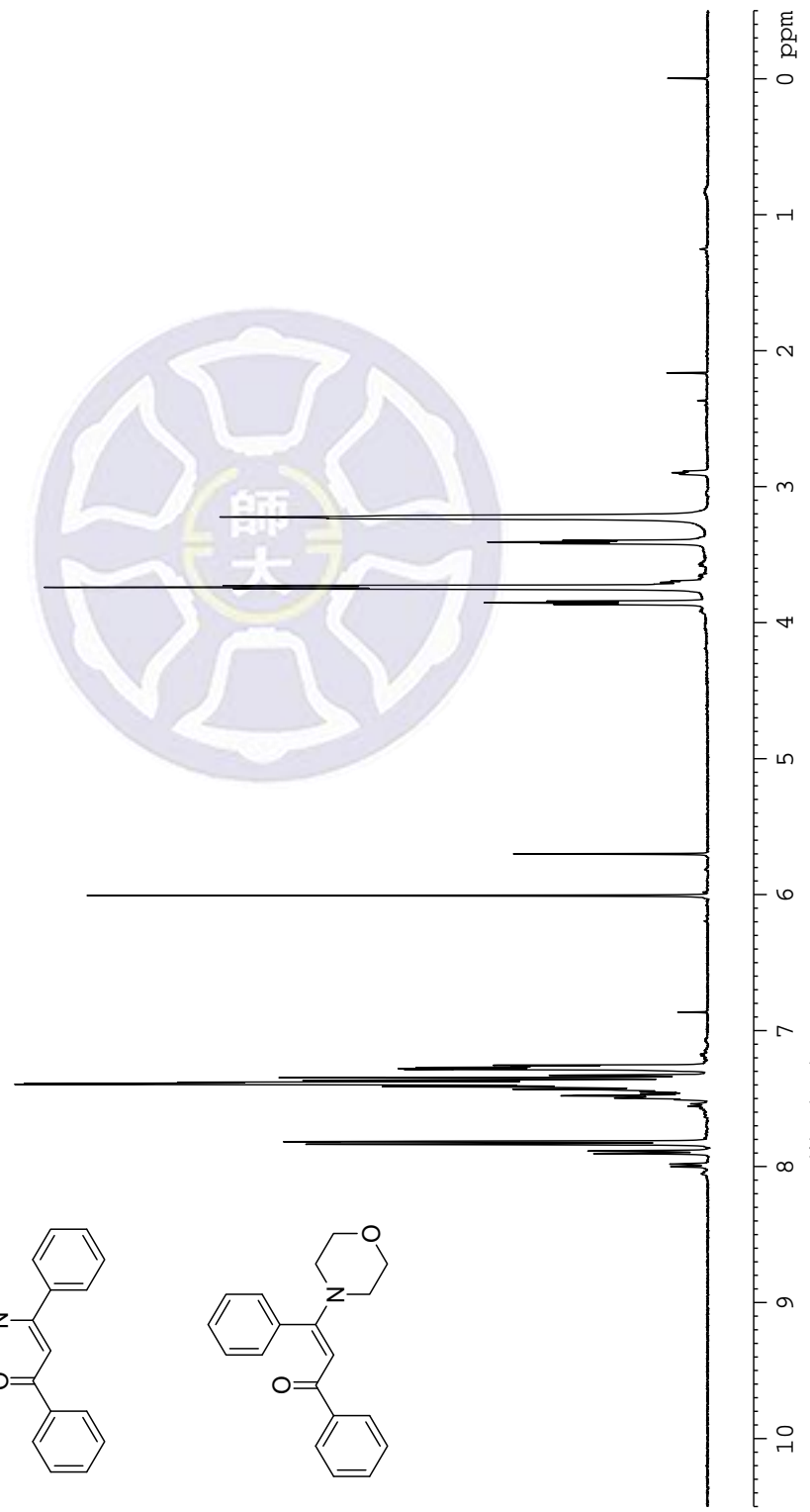
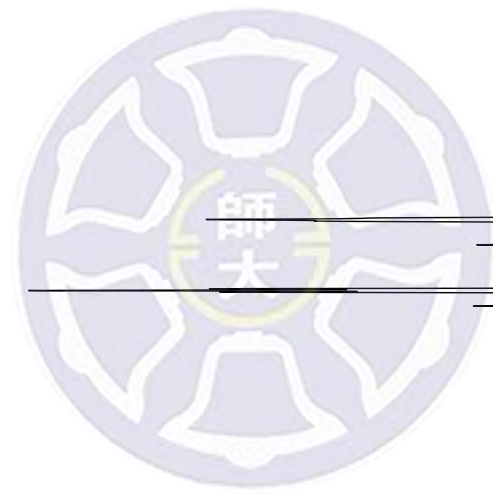


¹H of intermediate

7.9042
7.8858
7.8354
7.8166
7.4961
7.4796
7.4646
7.4472
7.4316
7.4127
7.4045
7.3950
7.3885
7.3797
7.3661
7.3467
7.3289
7.2855
7.2802
7.2714
7.2625
7.2540
6.0069
5.7007
3.852
3.8537
3.8415
3.7513
3.7397
3.7275
3.4187
3.4069
3.3951
3.2331
3.2235

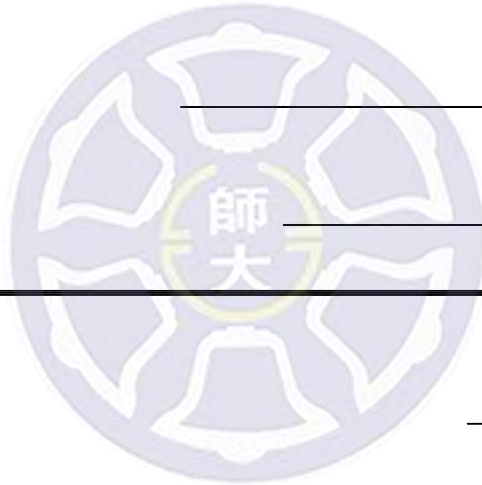
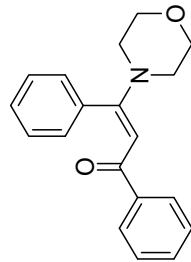
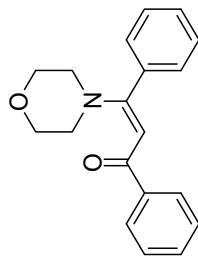


Current Data Parameters
 NAME 20150206
 EXPNO 4
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150206
 Time 18.46
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 161
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 295.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 15.00 usec
 PL1 -5.85 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300118 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of intermediate

189.27
185.82
164.60
164.27
141.22
138.71
136.26
132.65
131.26
131.19
130.46
129.87
129.24
128.87
128.85
128.74
128.36
128.21
128.07
127.96
98.49
97.49
67.56
66.73
52.38
48.44



```

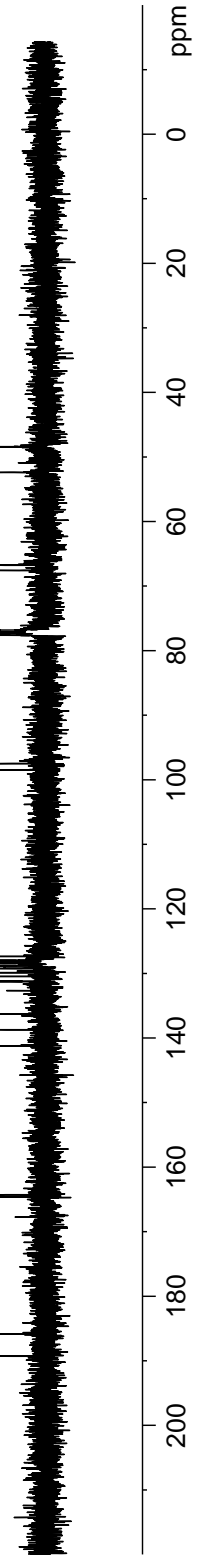
Current Data Parameters
NAME      20150206
EXPNO     5
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150206
Time      18.48
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         280
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         5792.6
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         295.9 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

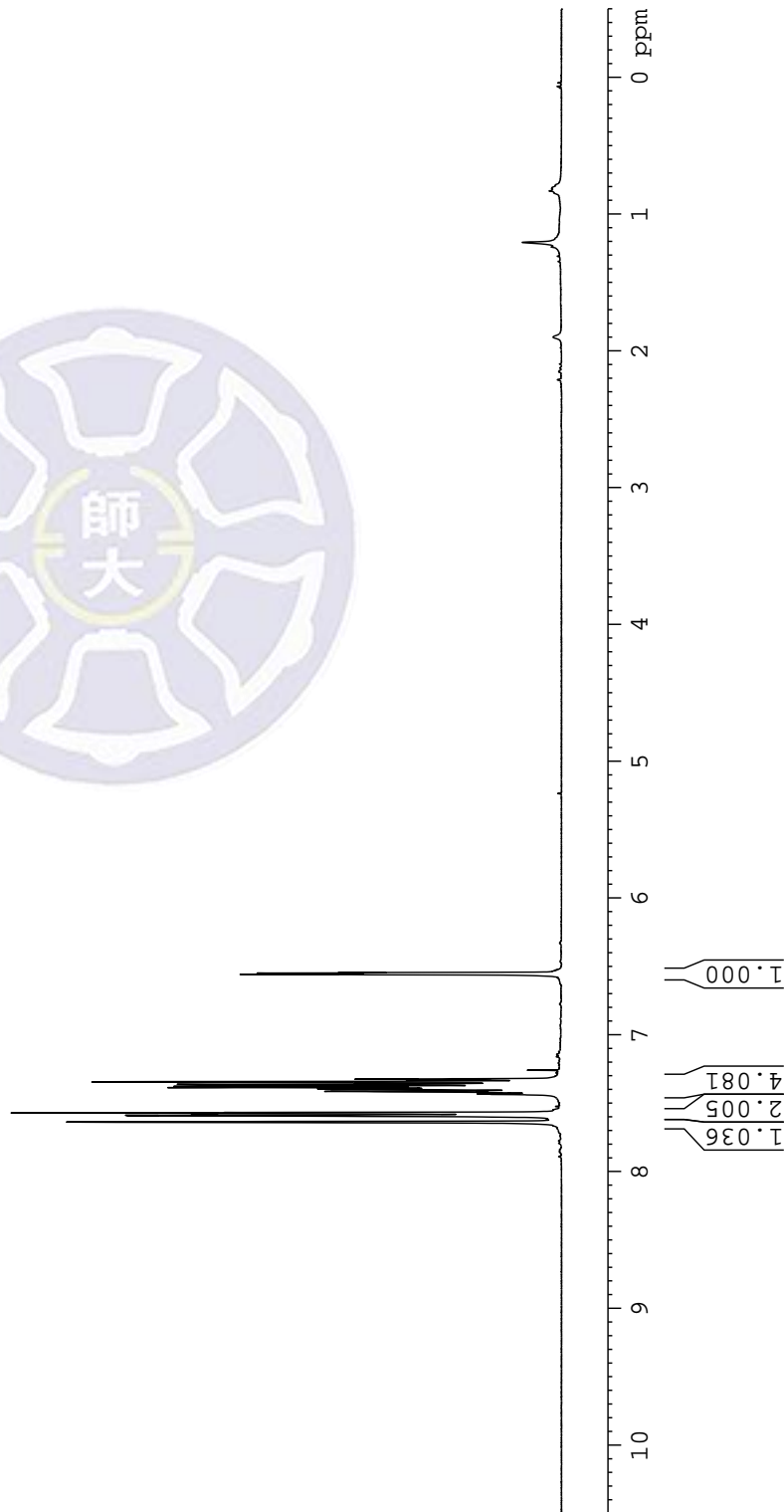
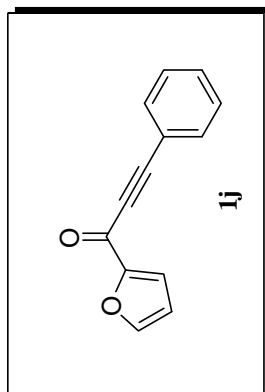
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127515 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



1H of 1-(furan-2-yl)-3-phenylprop-2-yn-1-one

7.6383
7.5924
7.5897
7.5759
7.5721
7.5687
7.4359
7.4327
7.4295
7.4143
7.4082
7.3991
7.3958
7.3914
7.3860
7.3770
7.3621
7.3461
7.3430
7.3284
7.3252
7.2595
6.5587
6.5543
6.5497
6.5461

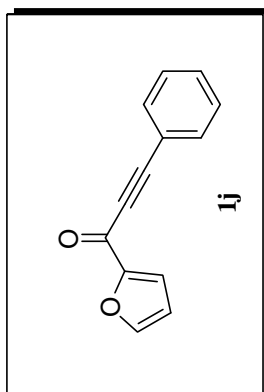


Current Data Parameters
NAME 20131101
EXPNO 2
PROCNO 1

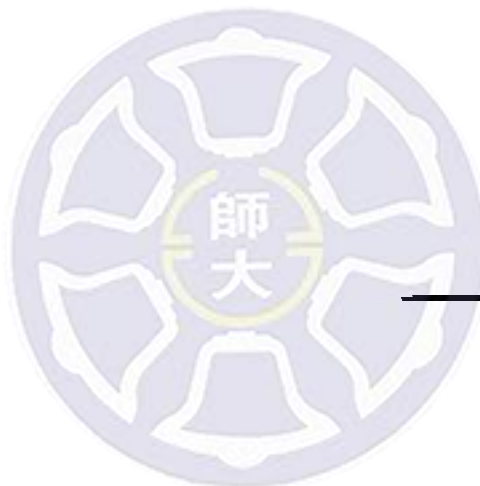
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131101
Time 21:28
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 8
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 300.2 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300091 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 1-(furan-2-yl)-3-phenylprop-2-yn-1-one



164.90
153.34
148.23
133.20
131.05
128.84
121.16
119.99
112.85
92.05
86.37



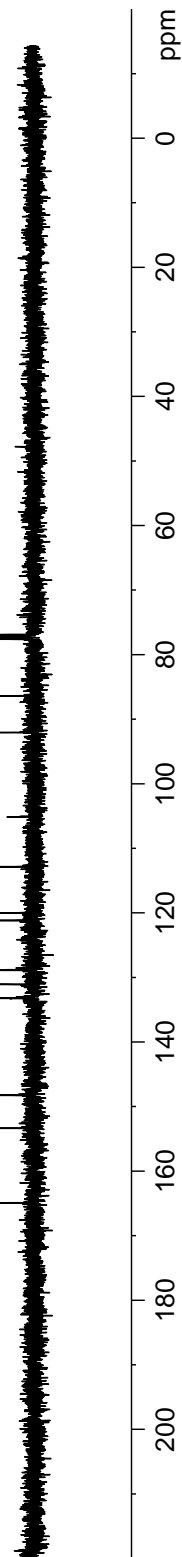
Current Data Parameters
 NAME 20150204
 EXPNO 3
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150204
 Time 18.13
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 76
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 812.7
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 295.5 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

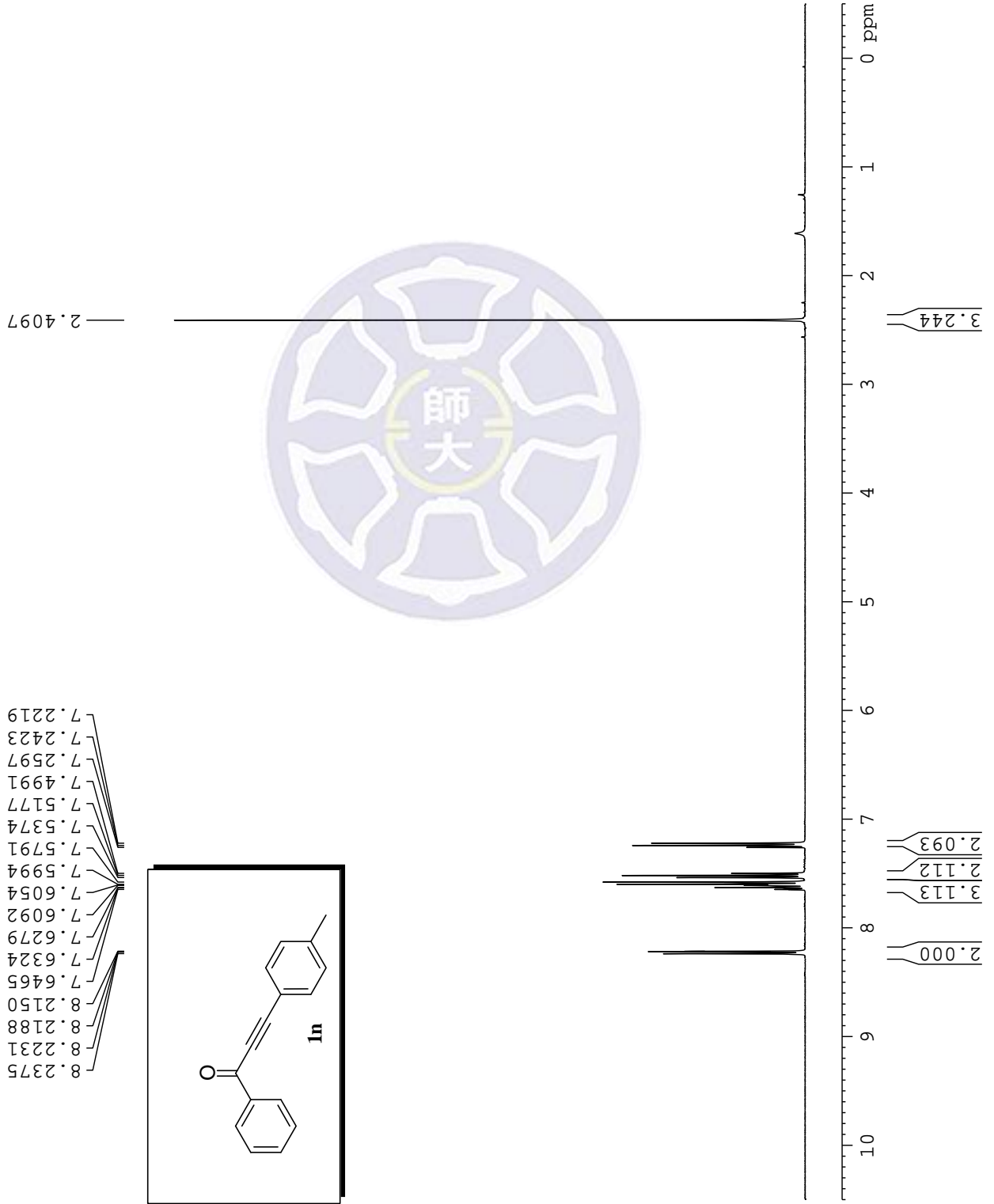
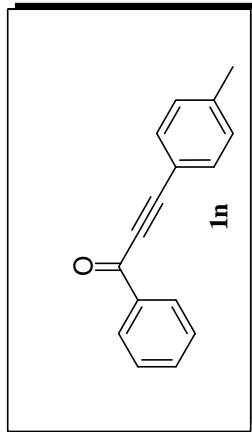
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRGf2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 9.10 dB
 PL13 12.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127558 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00



1H of 1-phenyl-3-p-tolylprop-2-yn-1-one

8.2375
8.2231
8.2188
8.2150
7.6465
7.6324
7.6279
7.6092
7.6054
7.5994
7.5791
7.5374
7.5177
7.4991
7.2597
7.2423
7.2219

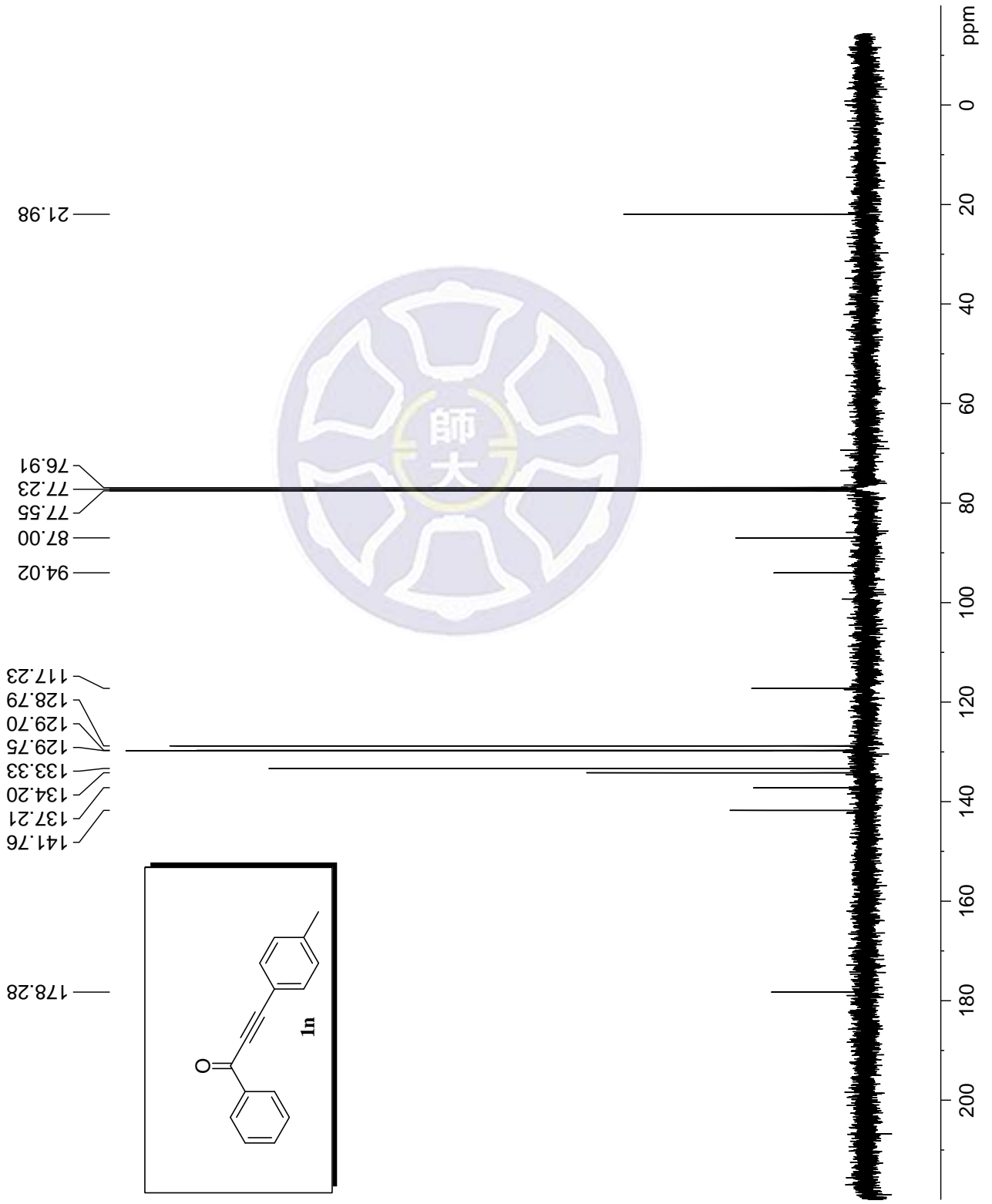


Current Data Parameters
NAME 20140922
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20140922
Time 14.02
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 8
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 297.5 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 15.00 usec
PL1 -5.85 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SL 16384
SF 400.1300095 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 1-phenyl-3-p-tolylprop-2-yn-1-one



```

Current Data Parameters
NAME      20140922
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20140922
Time     14.04
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       126
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.5 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

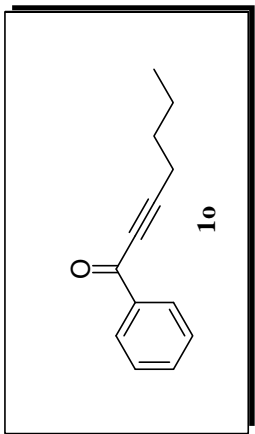
===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     9.10 dB
PL13     12.10 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127499 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

1H of 1-phenylhept-2-yn-1-one

8.1333
8.1139
7.9951
7.9526
7.5748
7.5579
7.5559
7.4757
7.4568
7.4374
7.2597



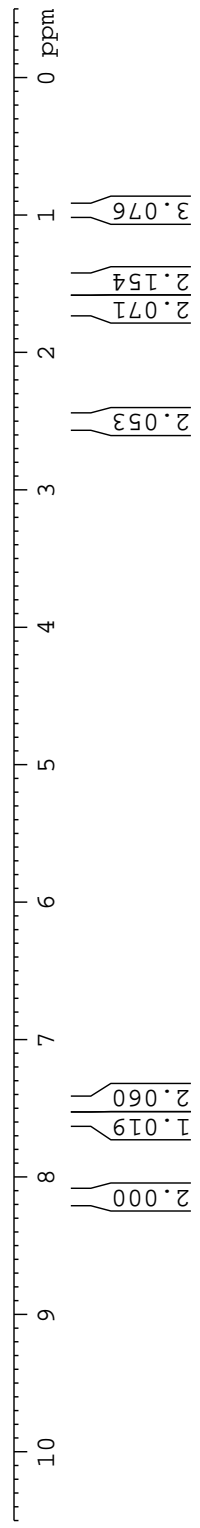
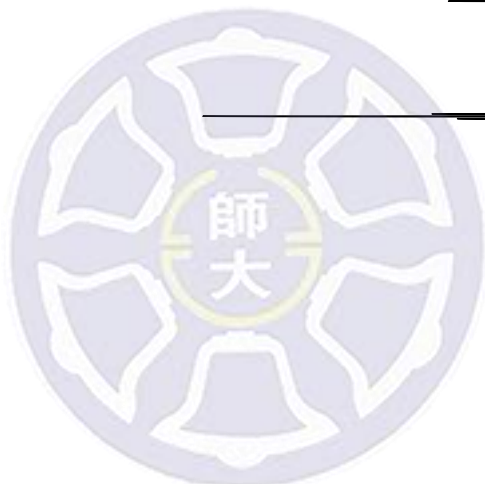
2.5040
2.4863
2.4686
1.6831
1.6657
1.6476
1.6283
1.6102
1.5363
1.5178
1.4990
1.4803
1.4621
1.4442
0.9667
0.9482
0.9299

Current Data Parameters
 NAME 20131217
 EXPNO 1
 PROCNO 1

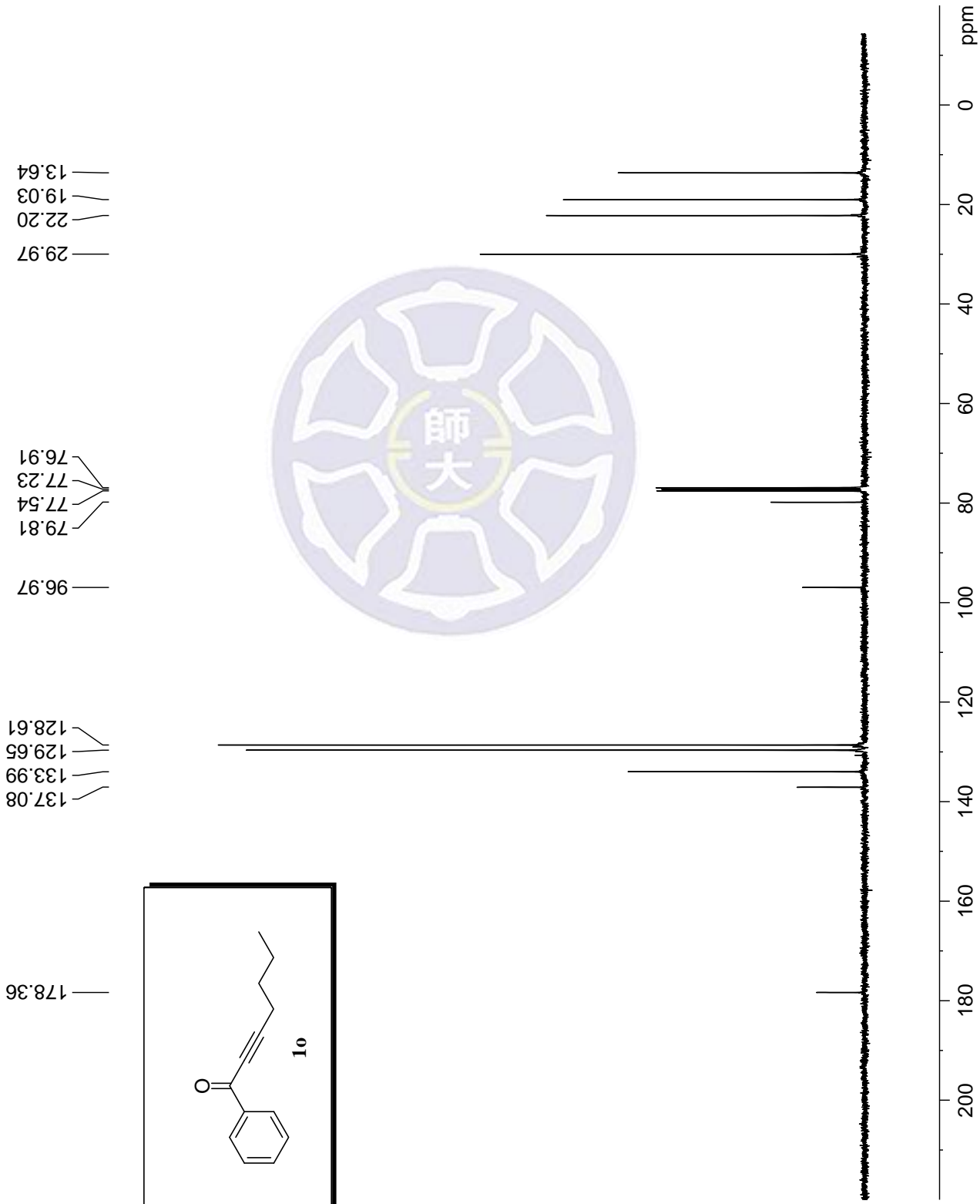
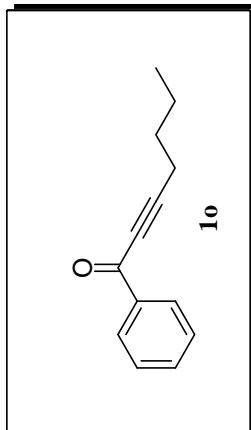
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131217
 Time 10:57
 INSTRUM SPECT
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 36.64
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.4 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300097 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of 1-phenylhept-2-yn-1-one



Current Data Parameters
 NAME 20131217
 EXPNO 2
 PROCNO 1

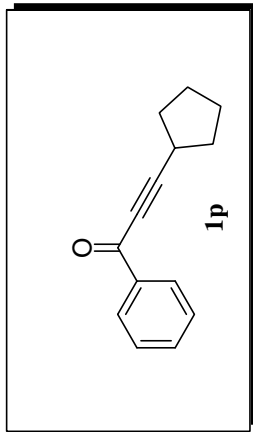
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131217
 Time 10:58
 INSTRUM SPECT
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 102
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 198.09
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 298.4 K
 D1 2.0000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 100.6233324 MHz
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
 SFO2 400.1316005 MHz
 NUC2 1H
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 90.00 usec
 PLW2 15.00000000 W
 PLW12 0.34252000 W
 PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127557 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 2.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of 3-cyclopentyl-1-phenylprop-2-yn-1-one



8.1267
8.1239
8.1089
8.1059
8.1028
7.5953
7.5920
7.5886
7.5773
7.5734
7.5689
7.5584
7.5552
7.4788
7.4759
7.4717
7.4590
7.4411
7.4376
7.2599

2.9235
2.9209
2.9052
2.9011
2.8883
2.8864
2.0769
2.0730
2.0545
2.0446
2.0399
2.0290
2.0204
2.0190
1.8471
1.8449
1.8293
1.8261
1.8031
1.7990
1.7933
1.7806
1.7758
1.7600
1.6778
1.6736
1.6635
1.6552

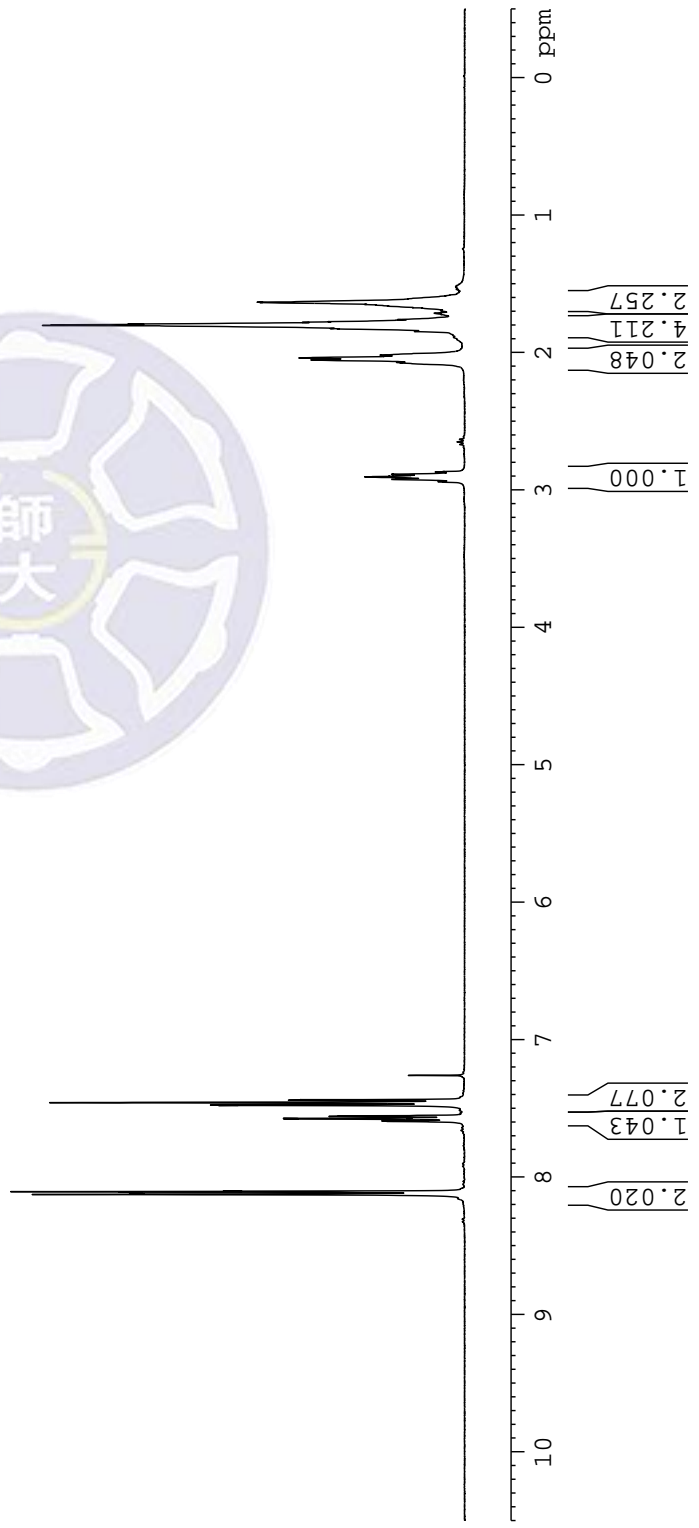
```

Current Data Parameters
NAME      20140317
EXPNO     6
PROCNO    1

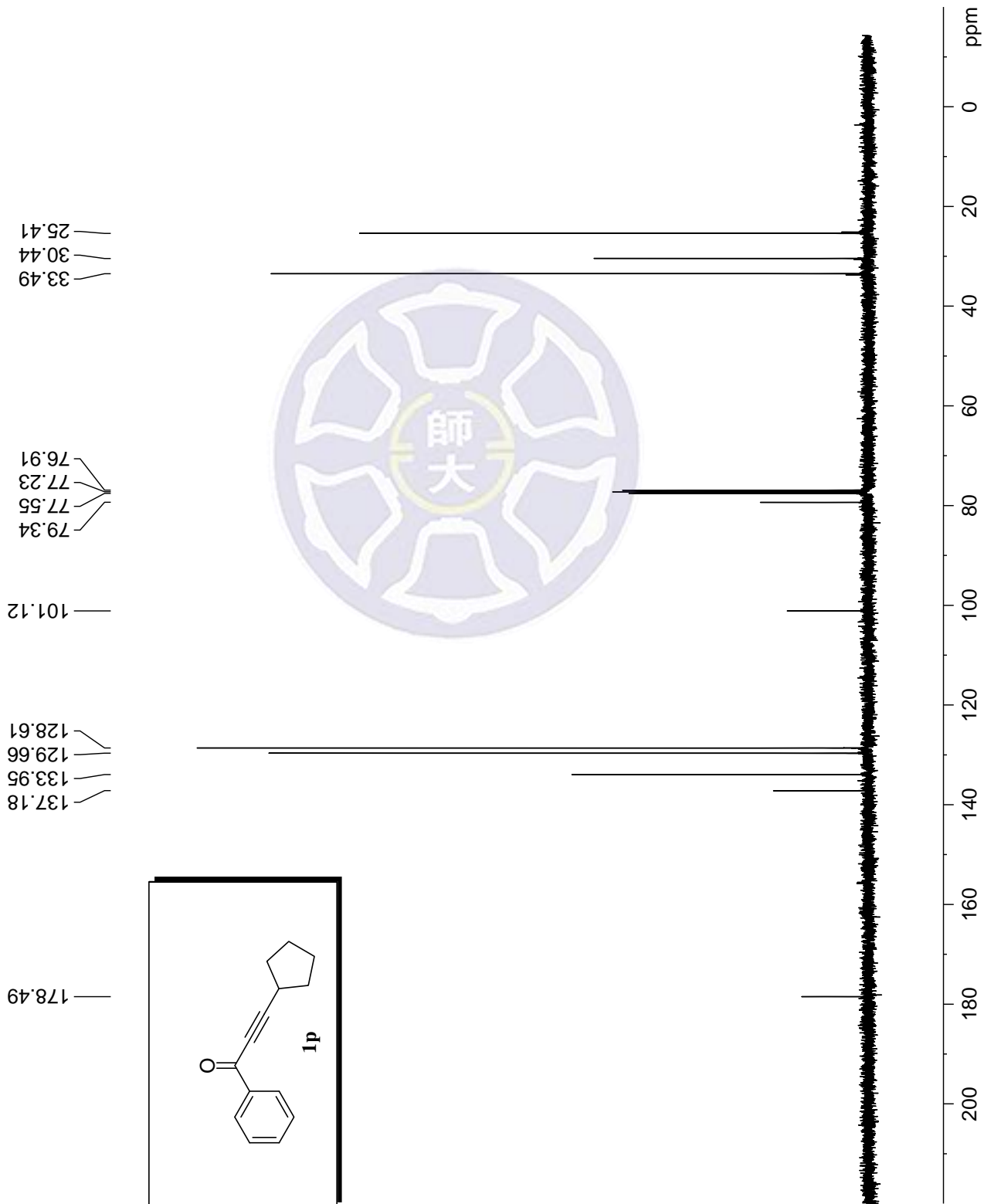
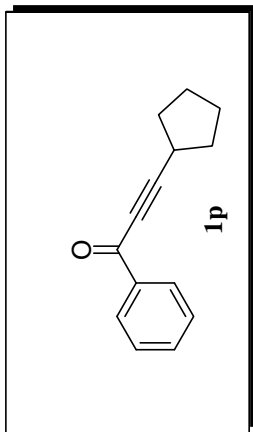
F2 - Acquisition Parameters
Date_     20140317
Time      21.41
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         6
DS         0
SWH        7246.377 Hz
FIDRES     0.221142 Hz
AQ         2.2609921 sec
RG         40.3
DW         69.000 usec
DE         6.50 usec
TE         298.3 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       1H
P1         14.35 usec
PL1        -2.00 dB
SFO1       400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI         16384
SF         400.1300090 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         0 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹³C of 3-cyclopentyl-1-phenylprop-2-yn-1-one



Current Data Parameters
 NAME 20140317
 EXPNO 7
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140317
 Time 21.43
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 51
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 298.2 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

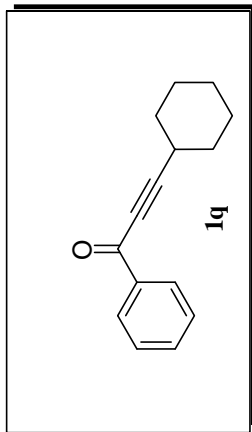
==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -2.00 dB
 PL12 13.95 dB
 PL13 17.00 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127545 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of 3-cyclohexyl-1-phenylprop-2-yn-1-one

8.1461
8.1281
8.1252
8.1252
7.6058
7.5873
7.5691
7.4882
7.4688
7.4500



2.7272
2.7181
2.7055
2.6956
2.6857
2.6730
2.6639
1.9426
1.9319
1.9175
1.7879
1.7782
1.7645
1.7546
1.6580
1.6469
1.6364
1.6245
1.6131
1.6043
1.5890
1.5724
1.5596
1.5349
1.4168
1.3948

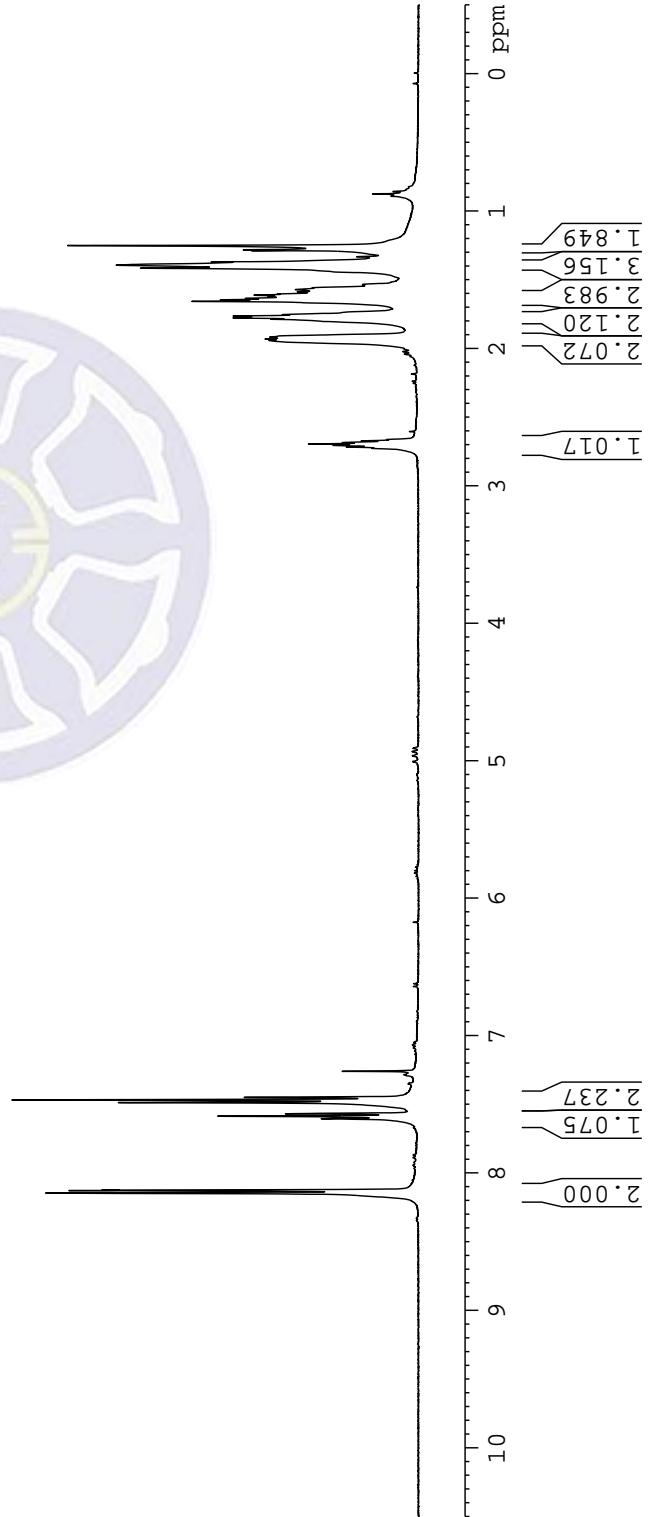


Current Data Parameters
NAME 20150708N
EXPNO 4
PROCNO 1

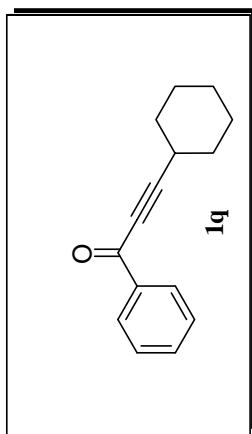
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150708
Time 11:30
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 8
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 57.42
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of 3-cyclohexyl-1-phenylprop-2-yn-1-one



178.52
137.24
133.97
129.69
128.64
100.55
79.74
31.88
29.57
25.83
24.89



```

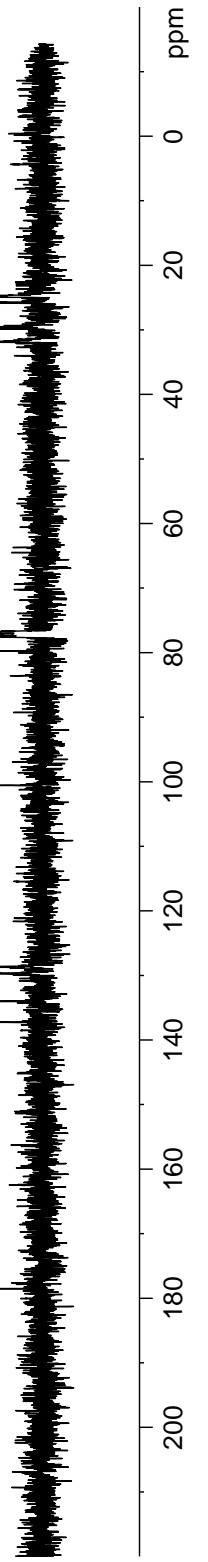
Current Data Parameters
NAME      20150708N
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150708
Time      11:10
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         20
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         299.2 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

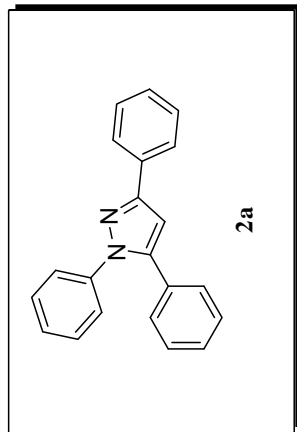
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12    0.34252000 W
PLW13    0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127516 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of 1,3,5-triphenyl-1H-pyrazole

7.9570
7.9383
7.4661
7.4477
7.4284
7.4032
7.3830
7.3773
7.3603
7.3550
7.3340
7.3270
7.3101
7.2950
7.2848
7.2597
6.8423



```

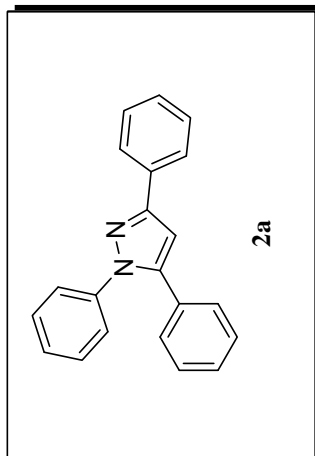
Current Data Parameters
NAME      20130619
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20130619
Time     11:00
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD       32768
SOLVENT  CDCI3
NS       4
DS       0
SWH      7246.377 Hz
FIDRES   0.221142 Hz
AQ       2.2609921 sec
RG       114
DW       69.000 usec
DE       6.50 usec
TE       301.4 K
D1       2.00000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     1H
P1       11.90 usec
PL1     3.00 dB
SFO1    400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI       16384
SF      400.1300095 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       0 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

¹³C of 1,3,5-triphenyl-1H-pyrazole



```

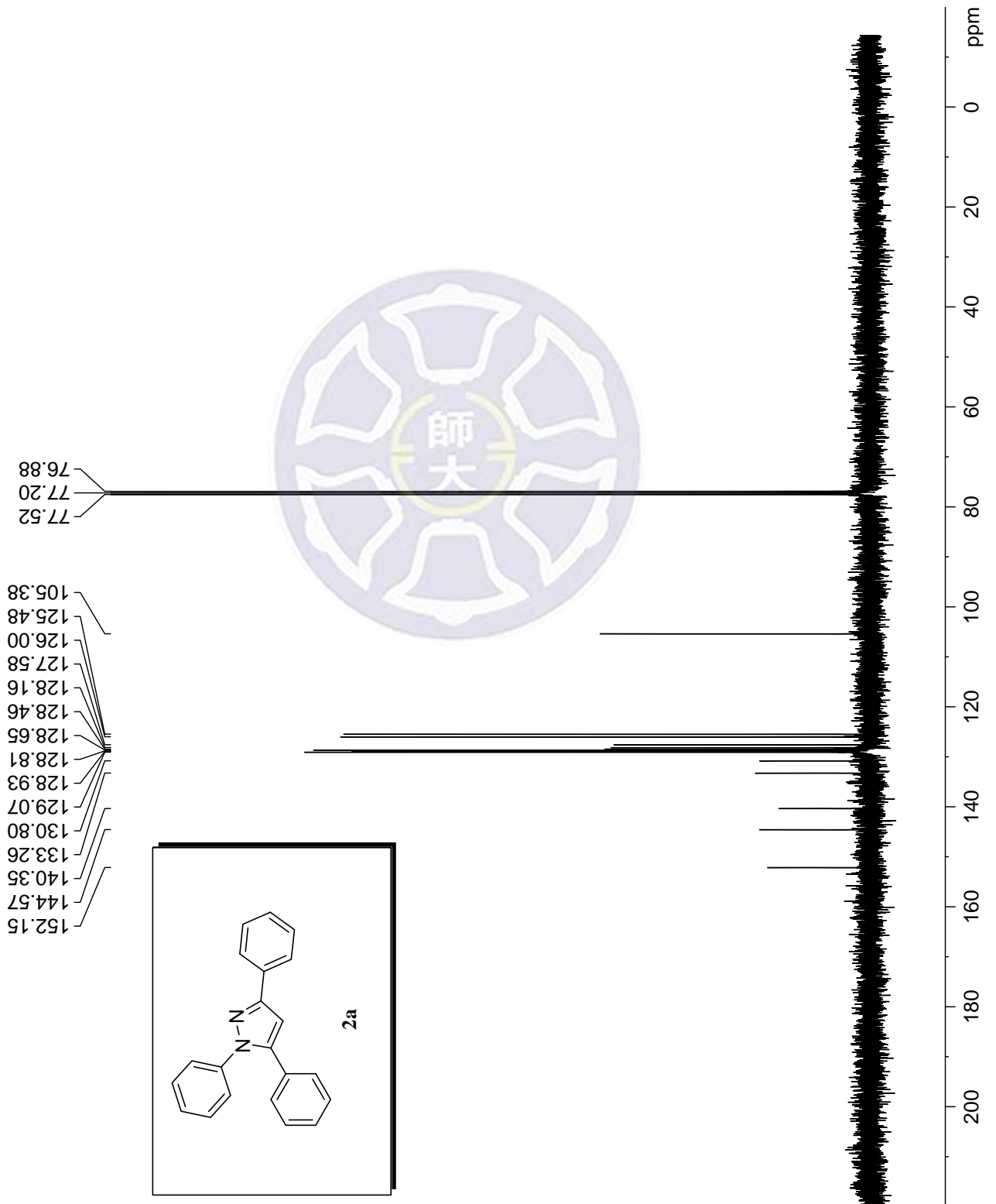
Current Data Parameters
NAME 20130619
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130619
Time 11:02
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 61
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 5792.6
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 301.5 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 9.40 usec
PL1 7.00 dB
SFO1 100.6233325 MHz

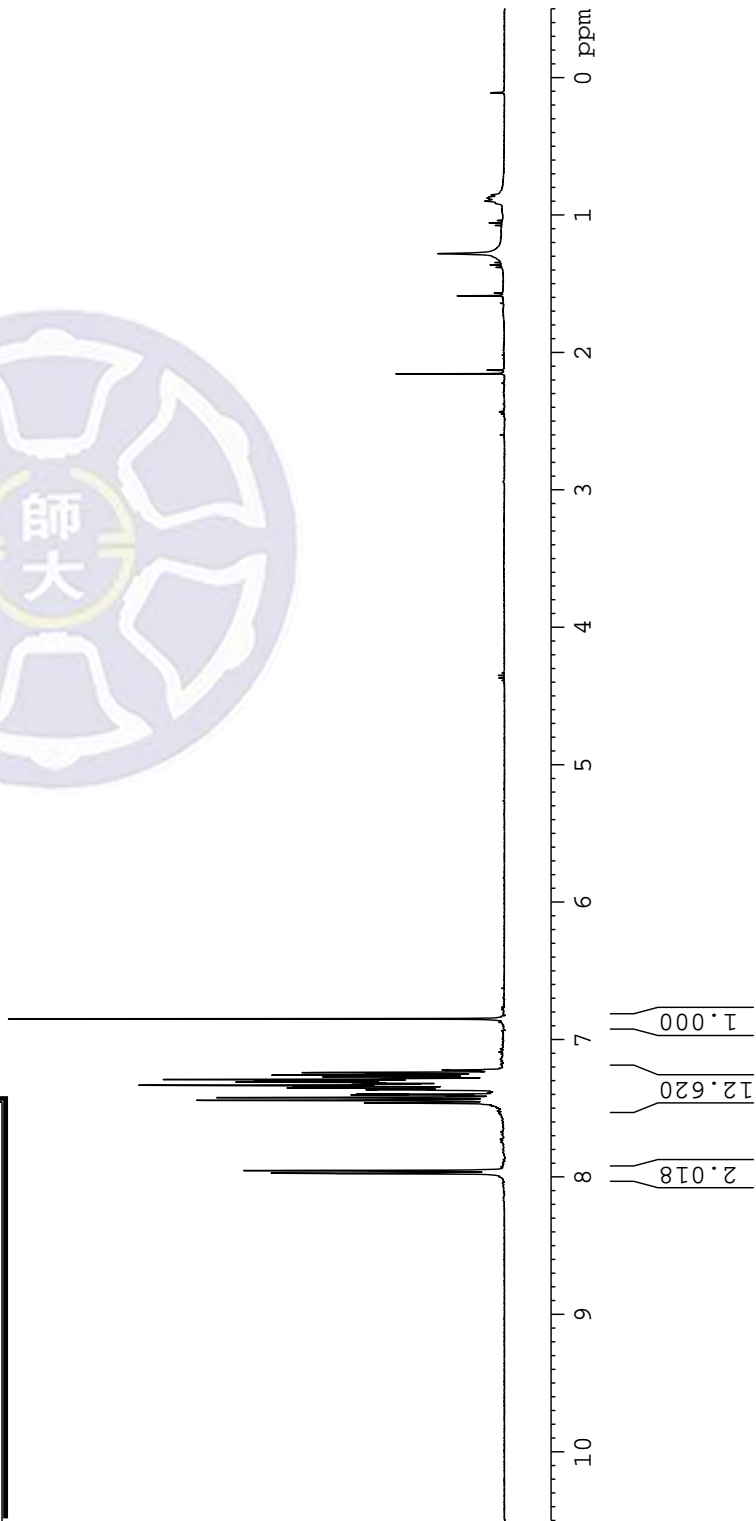
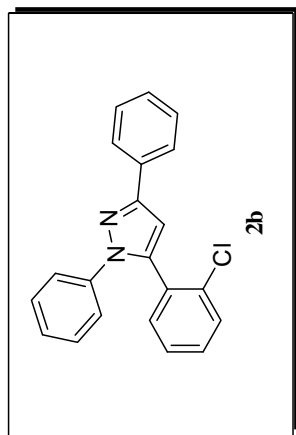
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 90.00 usec
PL2 3.00 dB
PL12 20.70 dB
PL13 23.70 dB
SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127537 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```



¹H of 5-(2-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

7.9729
7.9542
7.4614
7.4429
7.4227
7.4021
7.3980
7.3660
7.3633
7.3572
7.3528
7.3479
7.3328
7.3271
7.3221
7.3164
7.3097
7.3028
7.2985
7.2912
7.2746
7.2707
7.2632
7.2601
7.2564
7.2524
7.2456
7.2413
6.8498

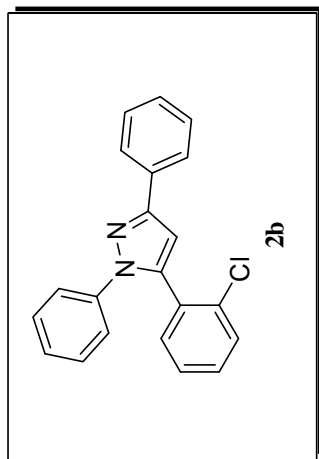
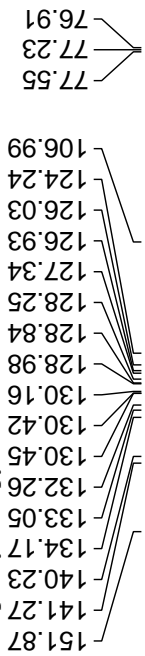


Current Data Parameters
NAME 20131011
EXPNO 8
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131011
Time 17.44
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 64
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 299.3 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300166 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 5-(2-(2-chlorophenyl)-1,3-diphenyl)-1H-pyrazole



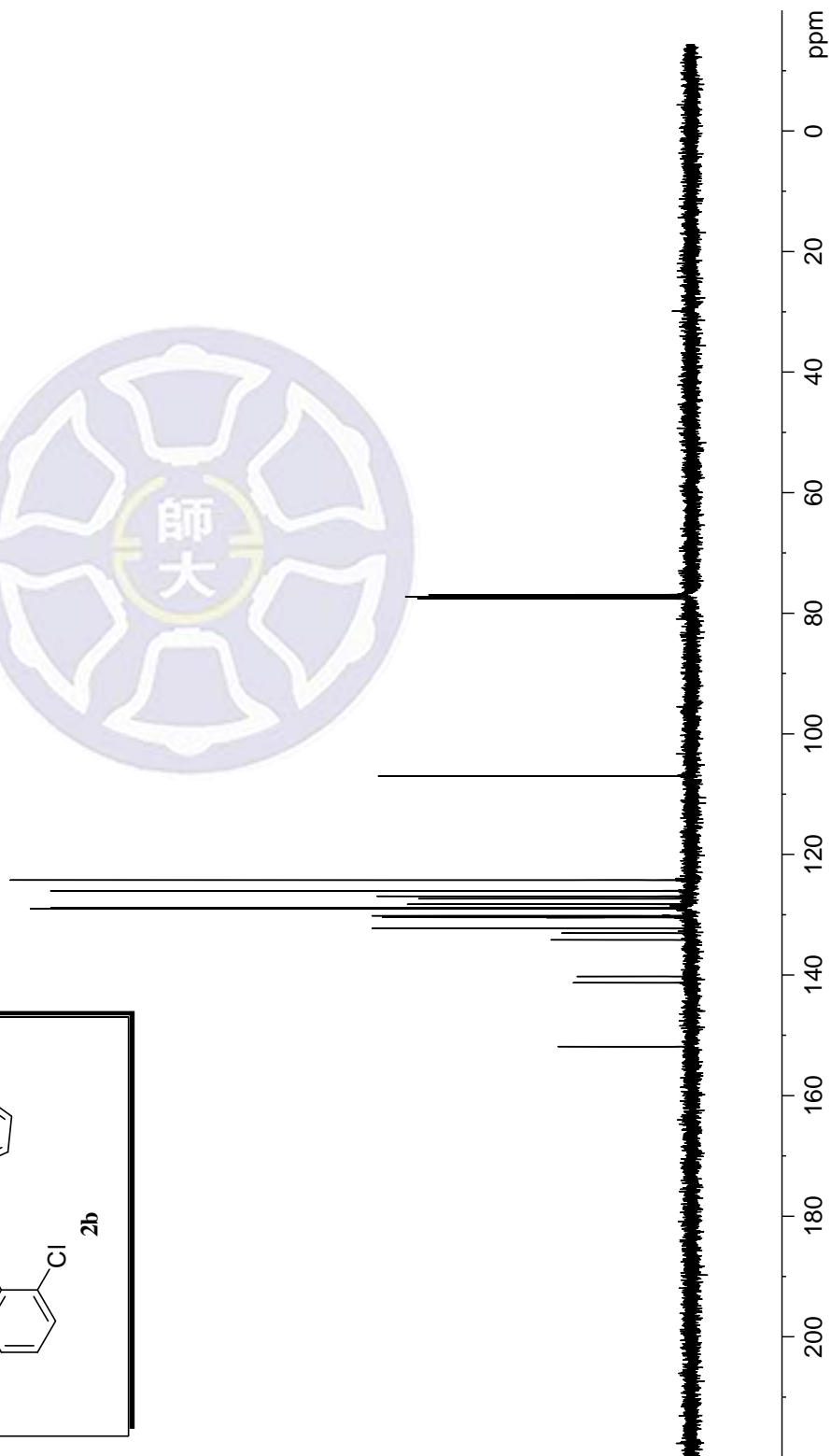
Current Data Parameters
 NAME 20131011
 EXPNO 9
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131011
 Time 17.46
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 53
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 4096
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.3 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

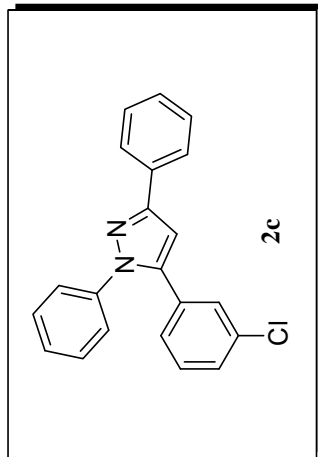
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRGf2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 20.70 dB
 PL13 23.70 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127558 MHz
 WIDW EM
 SSB 0 1.00 Hz
 LB 0
 GB 0
 PC 1.00



¹H of 5-(3-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

7.9419
7.9221
7.4664
7.4479
7.4284
7.3869
7.3777
7.3605
7.3550
7.3507
7.3409
7.3271
7.3199
7.2989
7.2967
7.2603
7.2477
7.2283
7.2086
7.1087
7.0896
6.8494

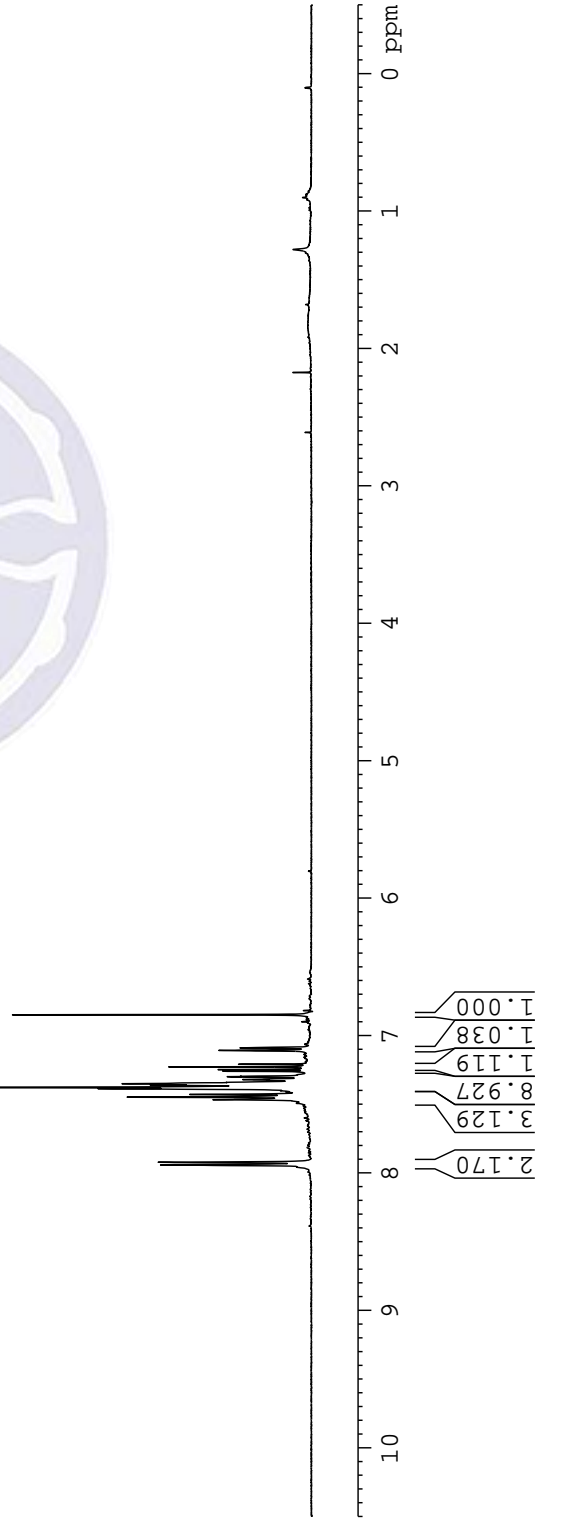


Current Data Parameters
NAME 20131010(1)
EXPNO 6
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131010
Time 18.33
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 299.5 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz

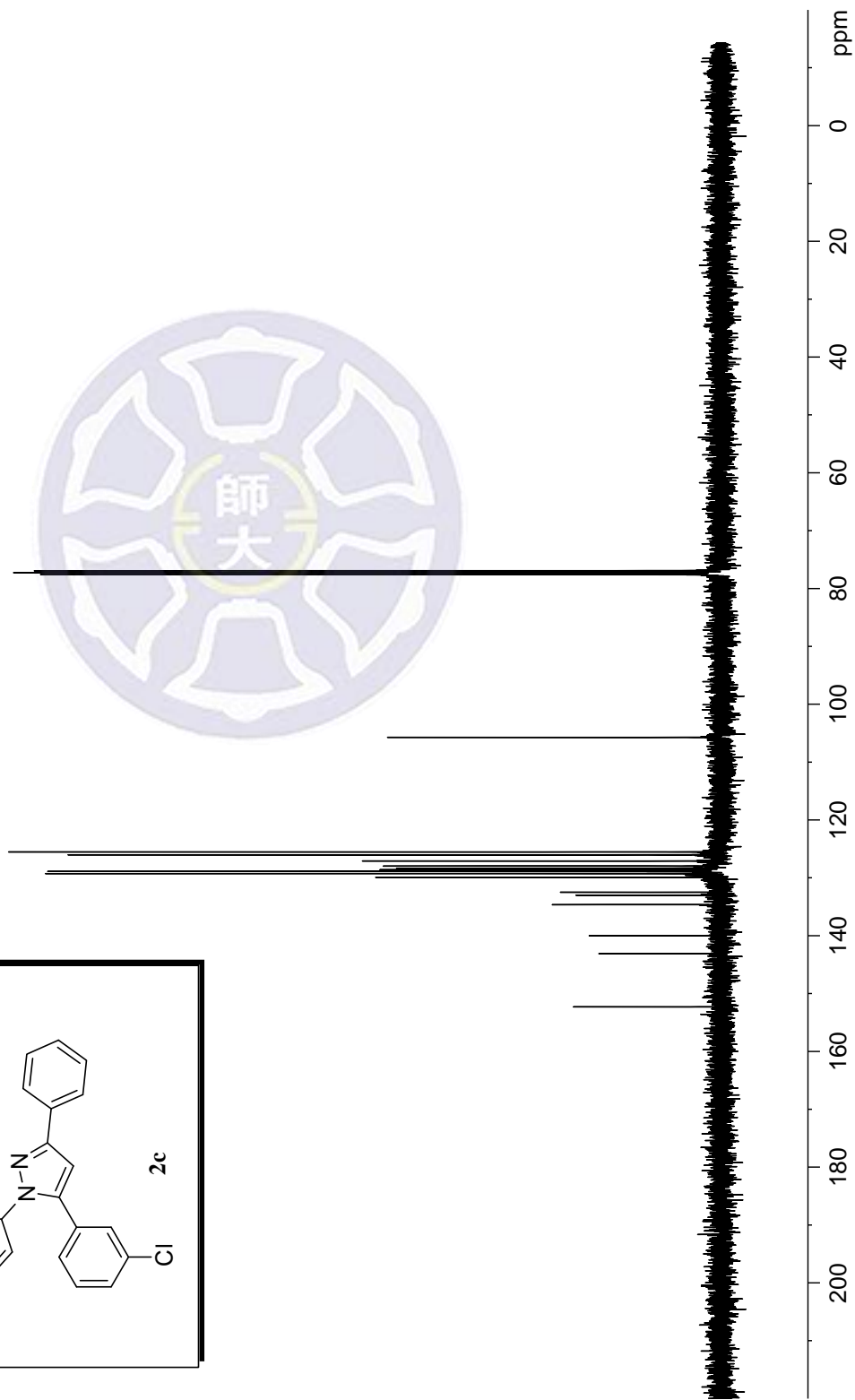
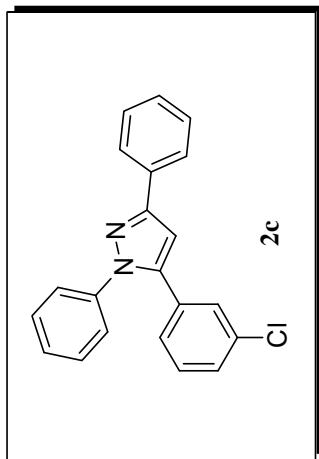
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of 5-(3-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

152.29
143.08
139.98
134.62
132.99
132.48
129.89
129.25
128.88
128.85
128.58
128.33
127.95
127.07
126.01
125.51
105.70

77.55
77.23
76.91



```

Current Data Parameters
NAME      20131010(1)
EXPNO     7
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20131010
Time      18.34
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         107
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ          0.6815744 sec
RG          5792.6
DW          20.800 usec
DE          6.50 usec
TE          299.5 K
D1          2.00000000 sec
D11         0.03000000 sec
TD0         1

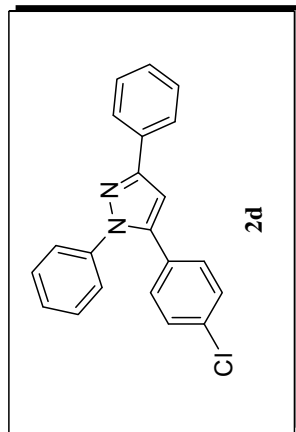
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1          9.40 usec
PL1         7.00 dB
SFO1       100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2         3.00 dB
PL12        20.70 dB
PL13        23.70 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI          32768
SF          100.6127521 MHz
WDW         EM
SSB         0
LB          1.00 Hz
GB          0
PC          1.00
    
```

¹H of 5-(4-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

7.9483
7.9455
7.9269
7.4678
7.4493
7.4300
7.3822
7.3731
7.3606
7.3557
7.3486
7.3440
7.3343
7.3207
7.3161
7.2995
7.2948
7.2597
7.2321
7.2270
7.2100
7.2058
6.8275

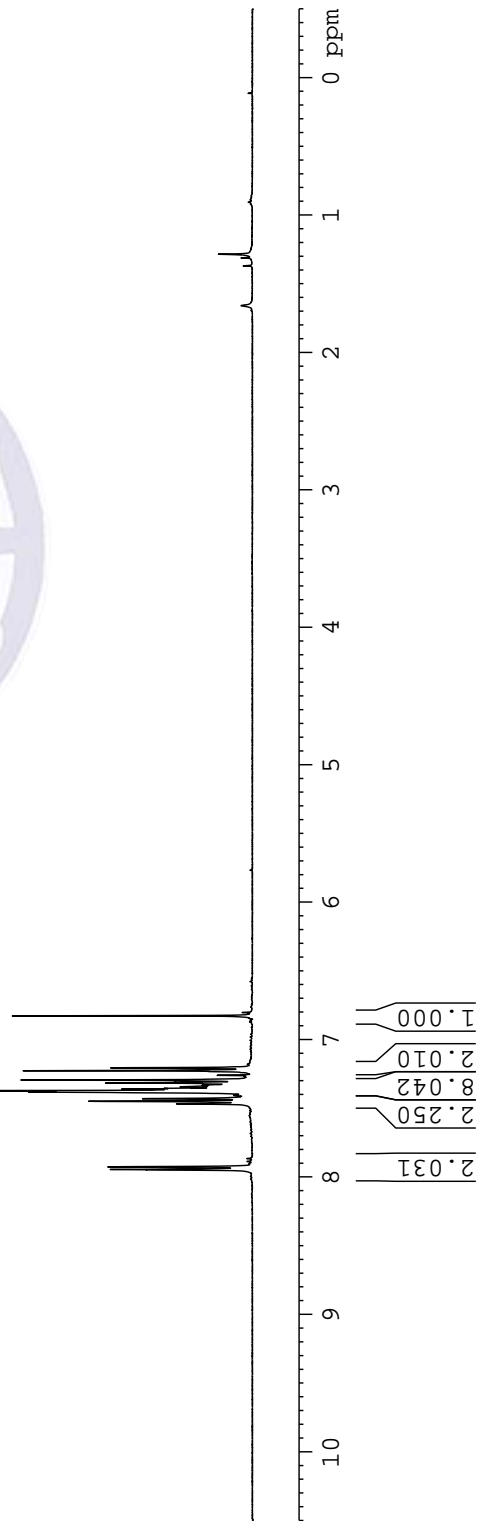


Current Data Parameters
 NAME 20131012
 EXPNO 3
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131012
 Time 16.14
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.3 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

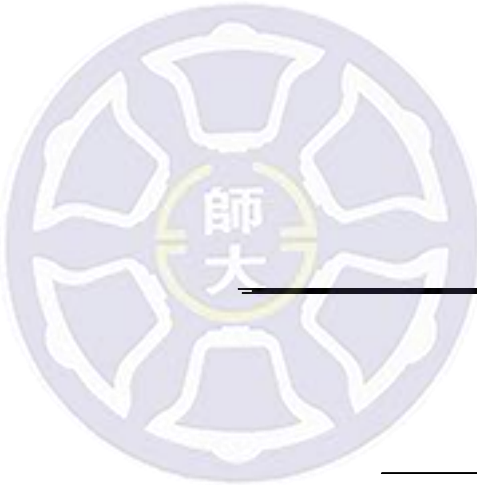
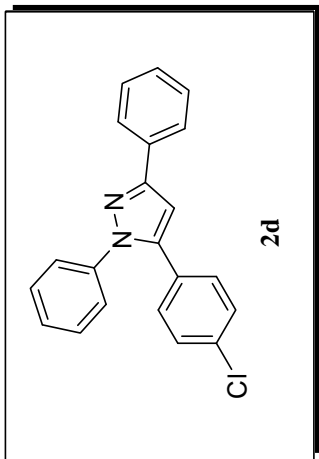
===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 11.90 usec
 PL1 3.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300095 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 5-(4-chlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

152.26
143.35
140.09
134.56
133.05
130.14
129.24
129.21
128.96
128.86
128.29
127.84
125.99
125.51
105.47
77.55
77.23
76.91



```

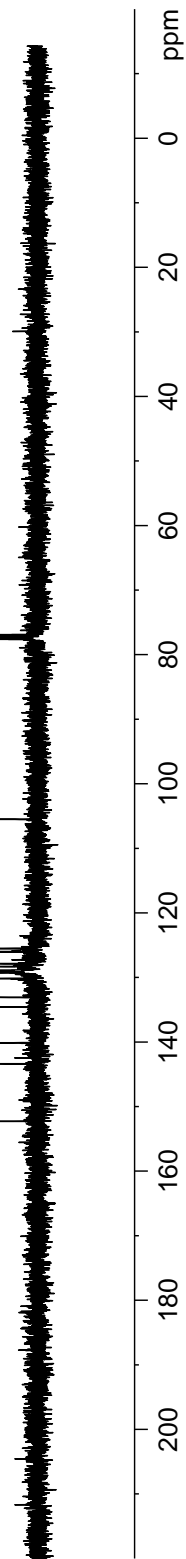
Current Data Parameters
NAME 20131012
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131012
Time 16:15
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 102
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 5792.6
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 299.3 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 9.40 usec
PL1 7.00 dB
SFO1 100.6233325 MHz

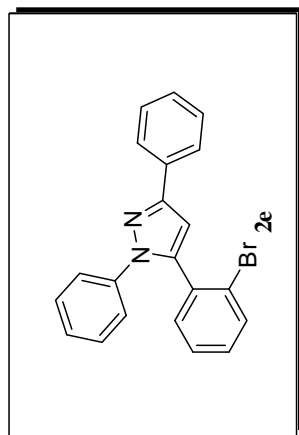
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 90.00 usec
PL2 3.00 dB
PL12 20.70 dB
PL13 23.70 dB
SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127536 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```



¹H of 5-(2-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

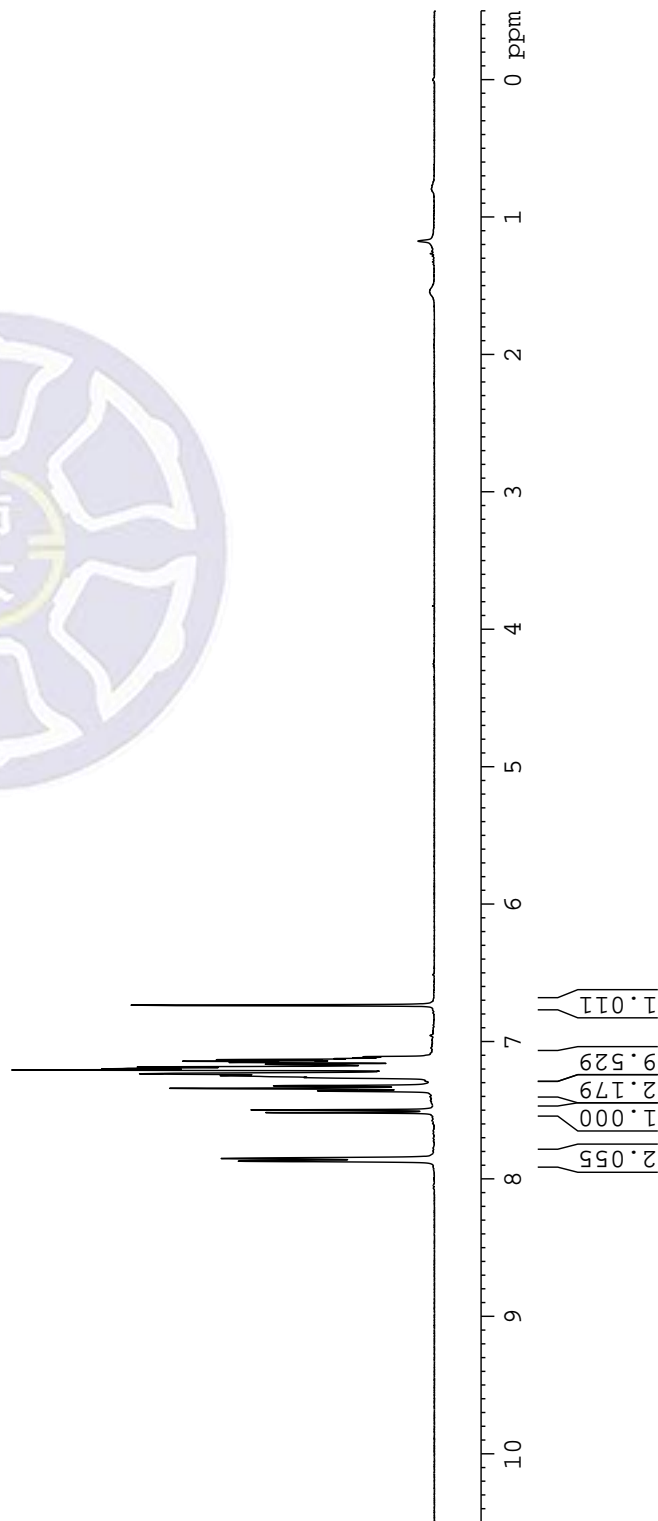
7.8705
7.8510
7.5177
7.4981
7.3596
7.3410
7.3229
7.2623
7.2485
7.2347
7.2074
7.1986
7.1855
7.1657
7.1520
7.1440
7.1382
7.1320
7.1246
7.1180
7.1103
6.7352



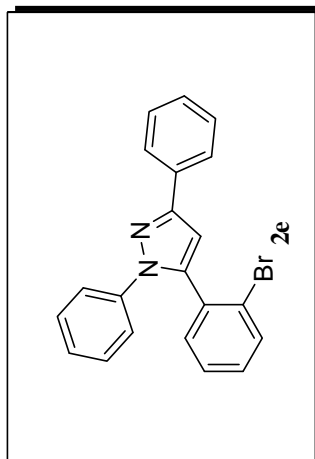
Current Data Parameters
 NAME 20131128
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131128
 Time 10:45
 INSTRUM SPECT
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 12
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 57.42
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.5 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300559 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 5-(2-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole



- 151.77
- 142.75
- 140.23
- 133.29
- 133.13
- 132.62
- 132.37
- 130.52
- 128.90
- 128.79
- 128.17
- 127.44
- 127.22
- 125.99
- 124.24
- 106.87

- 77.53
- 77.21
- 76.89



```

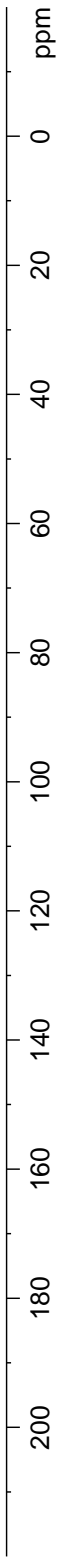
Current Data Parameters
NAME      20131108
EXPNO     2
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20131108
Time      21.38
INSTRUM   SPECT
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         601
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.6 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233324 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

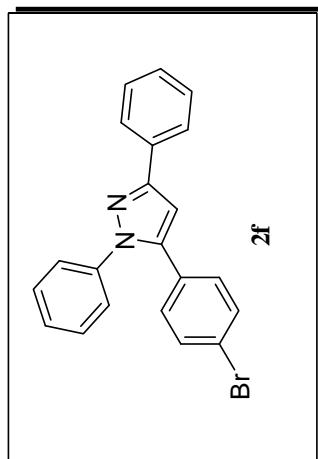
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127608 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

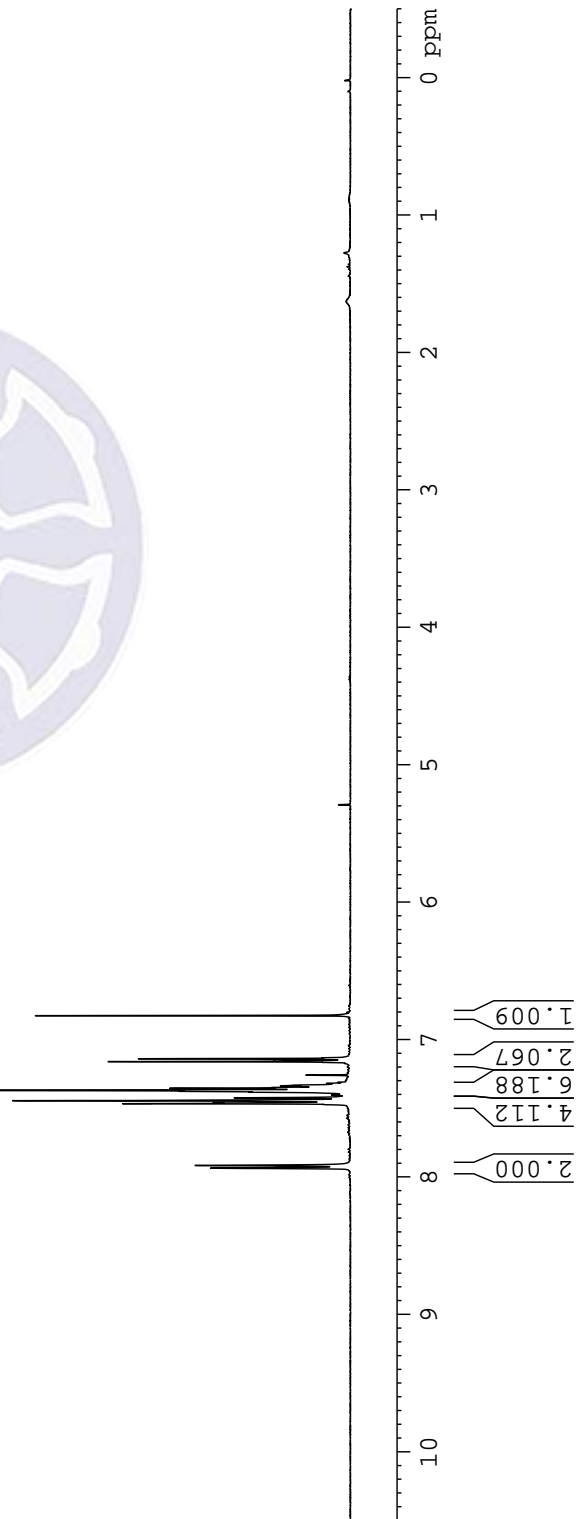


¹H of 5-(4-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

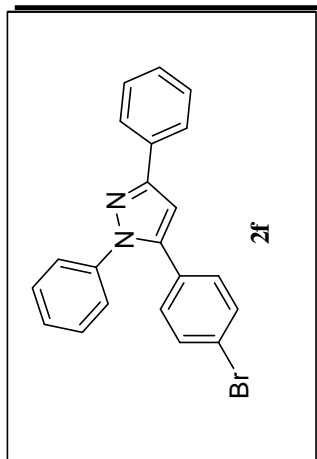
7.9356
7.9163
7.4672
7.4626
7.4457
7.4242
7.3831
7.3767
7.3696
7.3549
7.3497
7.3419
7.3369
7.2590
7.1665
7.1606
7.1396
7.1339
6.8260



Current Data Parameters
 NAME 20150124N
 EXPNO 7
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150124
 Time 16.30
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 2
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 71.42
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300095 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 5-(4-bromophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole



- 152.31
- 143.38
- 140.10
- 133.06
- 131.93
- 130.41
- 129.69
- 129.27
- 128.87
- 128.31
- 127.88
- 126.02
- 125.53
- 122.80
- 105.47



Current Data Parameters
 NAME 20150124N
 EXPNO 8
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150124
 Time 16:32
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 270
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 198.09
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 298.2 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

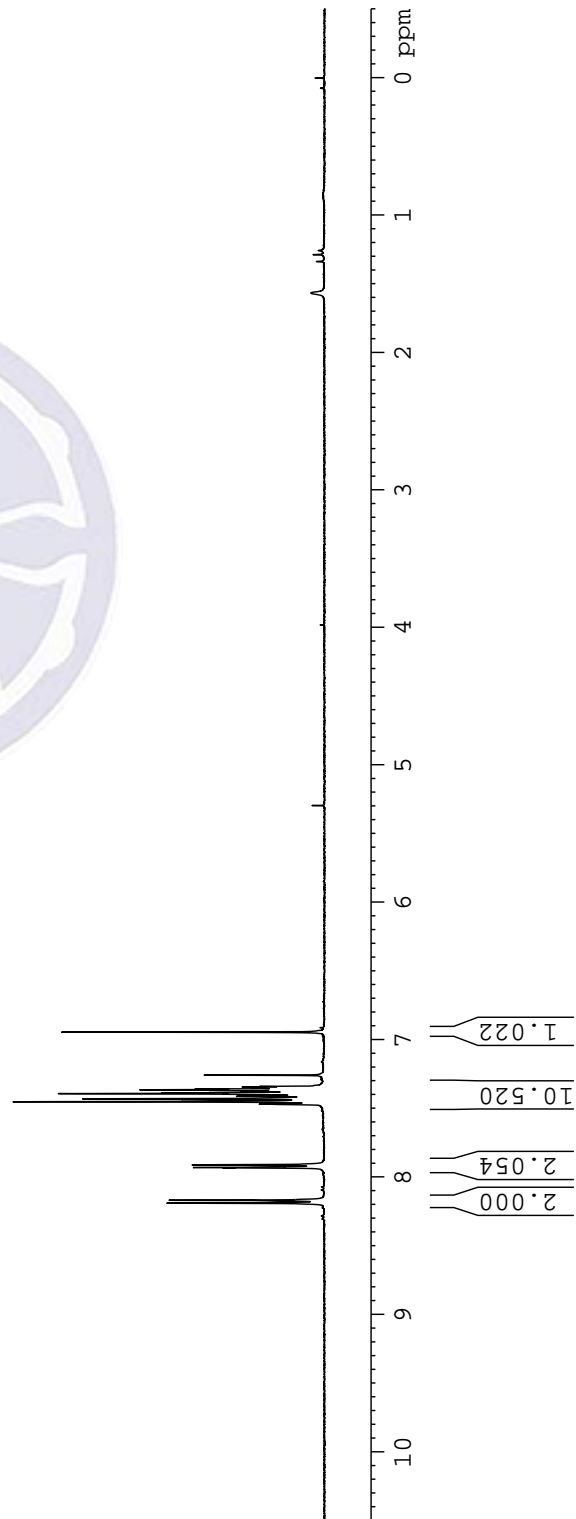
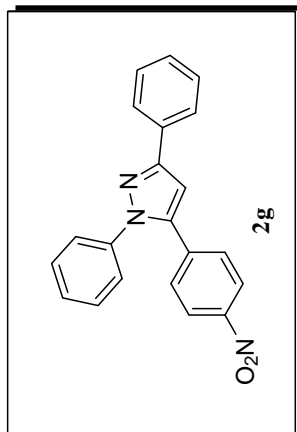
==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 100.6233319 MHz
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
 SFO2 400.1316005 MHz
 NUC2 1H
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 90.00 usec
 PLW2 15.00000000 W
 PLW12 0.34252000 W
 PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127508 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 2.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of 5-(4-nitrophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

8.1908
8.1690
7.9341
7.9307
7.9129
7.4698
7.4523
7.4315
7.4125
7.4078
7.3983
7.3933
7.3886
7.3789
7.3770
7.3699
7.3658
7.3602
7.3523
7.3459
7.3416
7.2598
6.9463



Current Data Parameters
NAME 20150124N
EXPNO 2
PROCNO 1

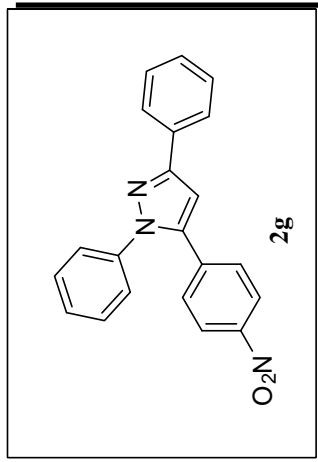
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150124
Time 12.27
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.3 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300093 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 5-(4-nitrophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

- 152.63
- 147.52
- 142.20
- 139.79
- 136.93
- 132.66
- 129.52
- 129.46
- 128.95
- 128.56
- 128.40
- 126.02
- 125.64
- 124.01
- 106.43



- 77.55
- 77.23
- 76.91

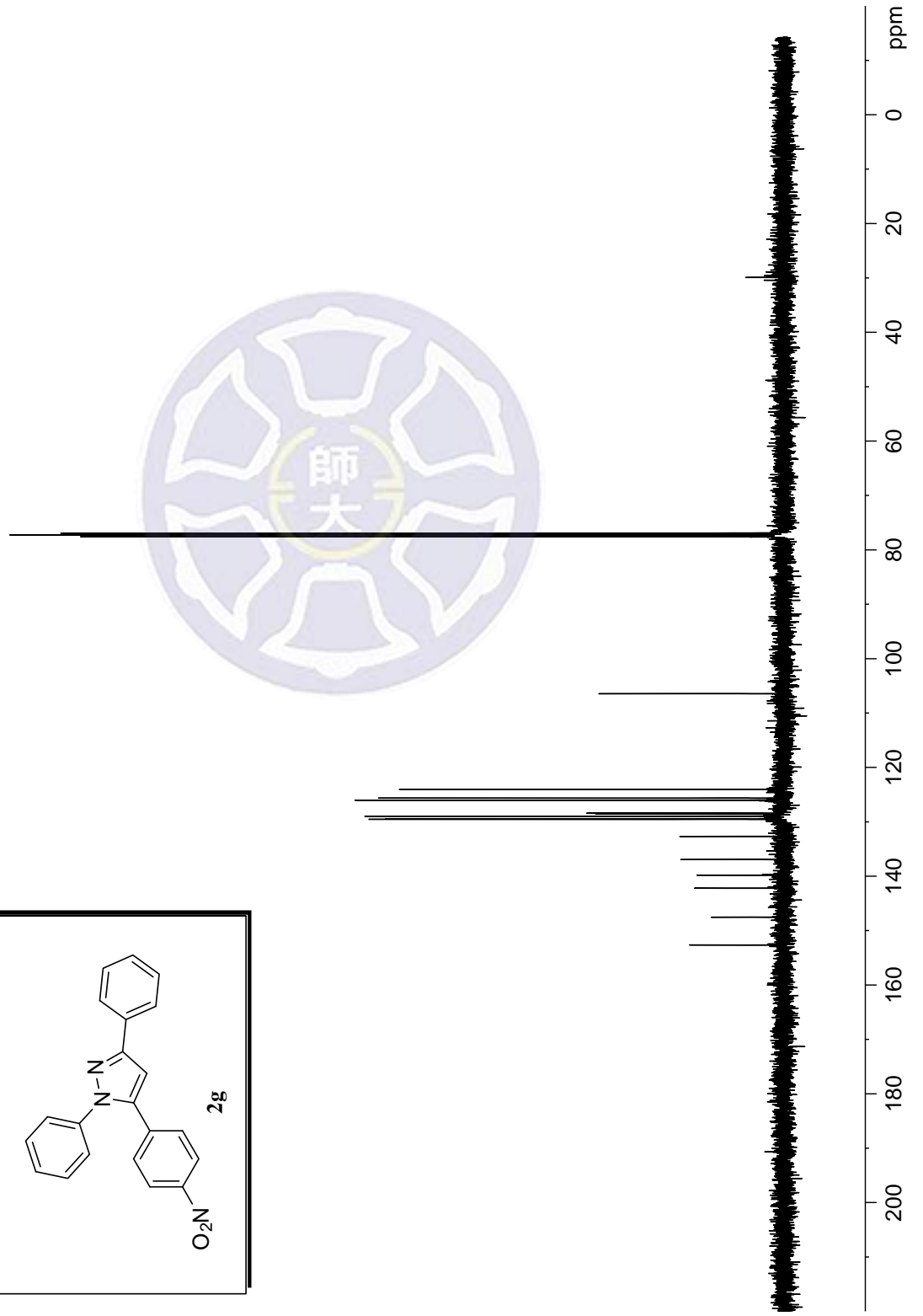
Current Data Parameters
 NAME 20131010(1)
 EXPNO 9
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131010
 Time 21:37
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 95
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.2 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

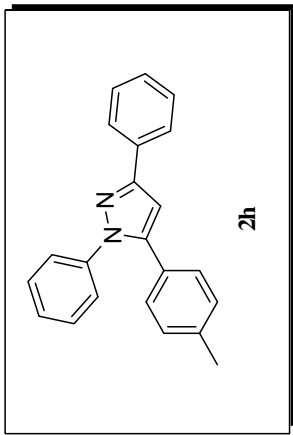
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 20.70 dB
 PL13 23.70 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127506 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00



1H of 1,3-diphenyl-5-p-tolyl-1H-pyrazole

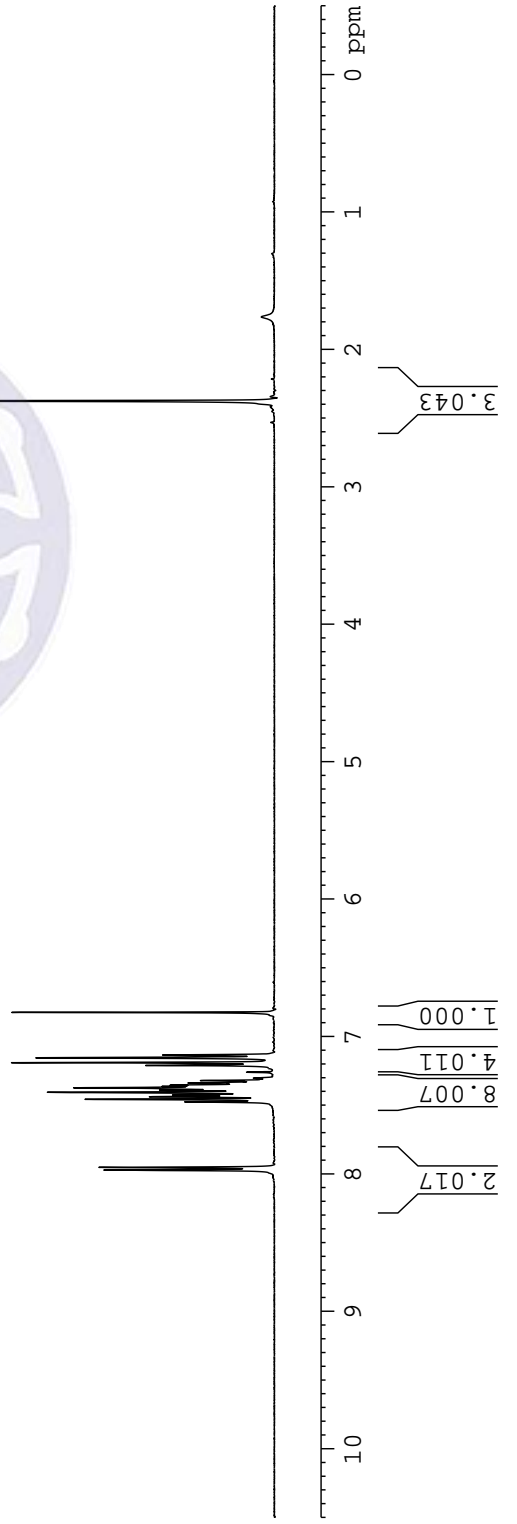
7.9720
7.9530
7.4766
7.4579
7.4387
7.4257
7.4060
7.3910
7.3738
7.3629
7.3545
7.3415
7.3384
7.3274
7.3205
7.3036
7.2605
7.2108
7.1906
7.1556
7.1354
6.8252



2.3756



Current Data Parameters
 NAME 20131008
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131008
 Time 18.46
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 64
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.3 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 11.90 usec
 PL1 3.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300091 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

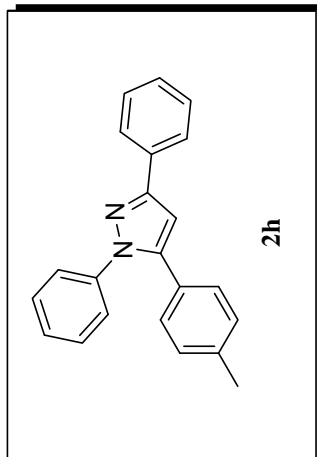


¹³C of 1,3-diphenyl-5-p-tolyl-1H-pyrazole

152.09
144.66
140.44
138.40
133.32
129.36
129.05
128.79
128.11
127.86
127.52
125.99
125.49
105.14
105.11

77.55
77.23
76.91

21.44



```

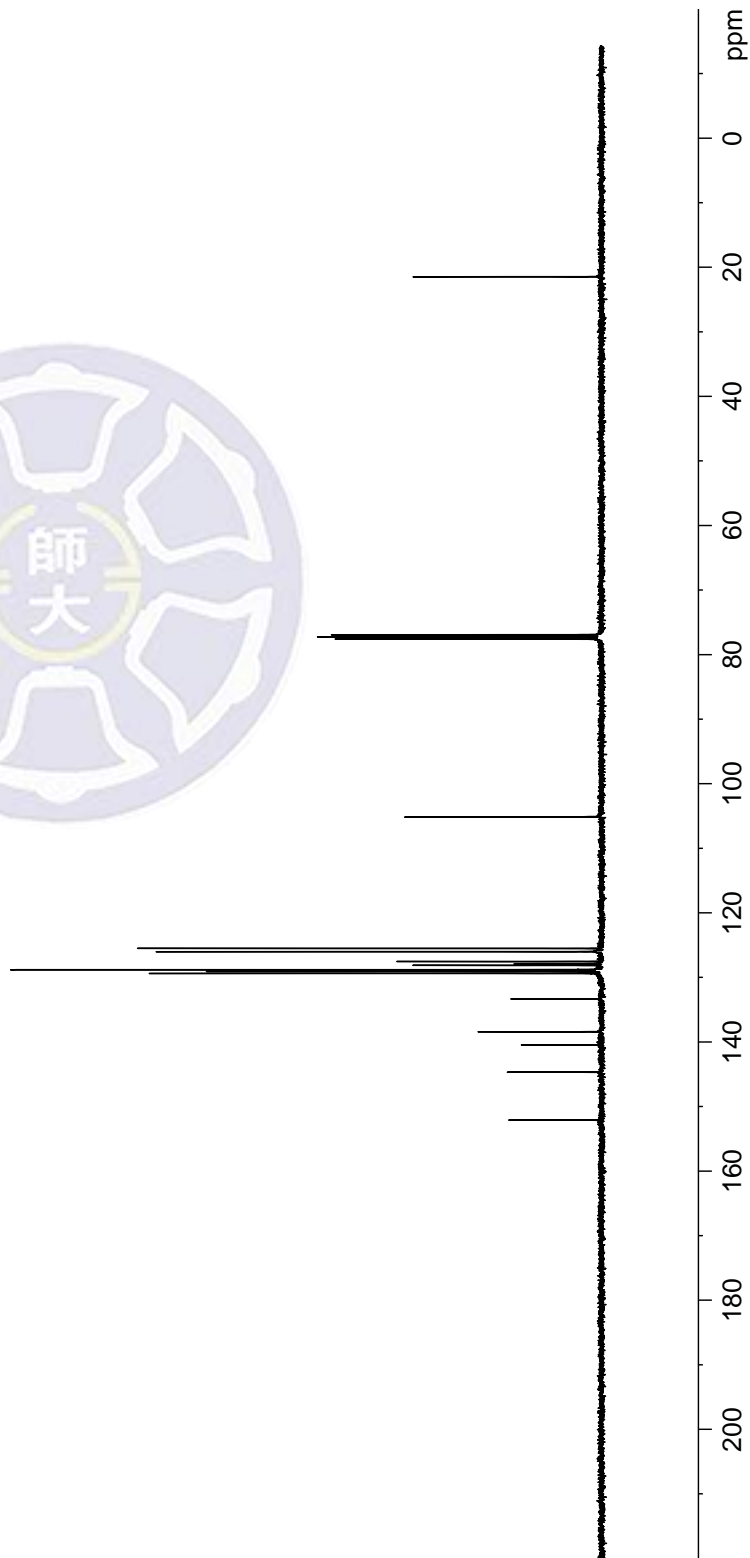
Current Data Parameters
NAME      20131008
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20131008
Time      18.47
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         267
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         4096
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         299.3 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         9.40 usec
PL1        7.00 dB
SFO1       100.6233325 MHz

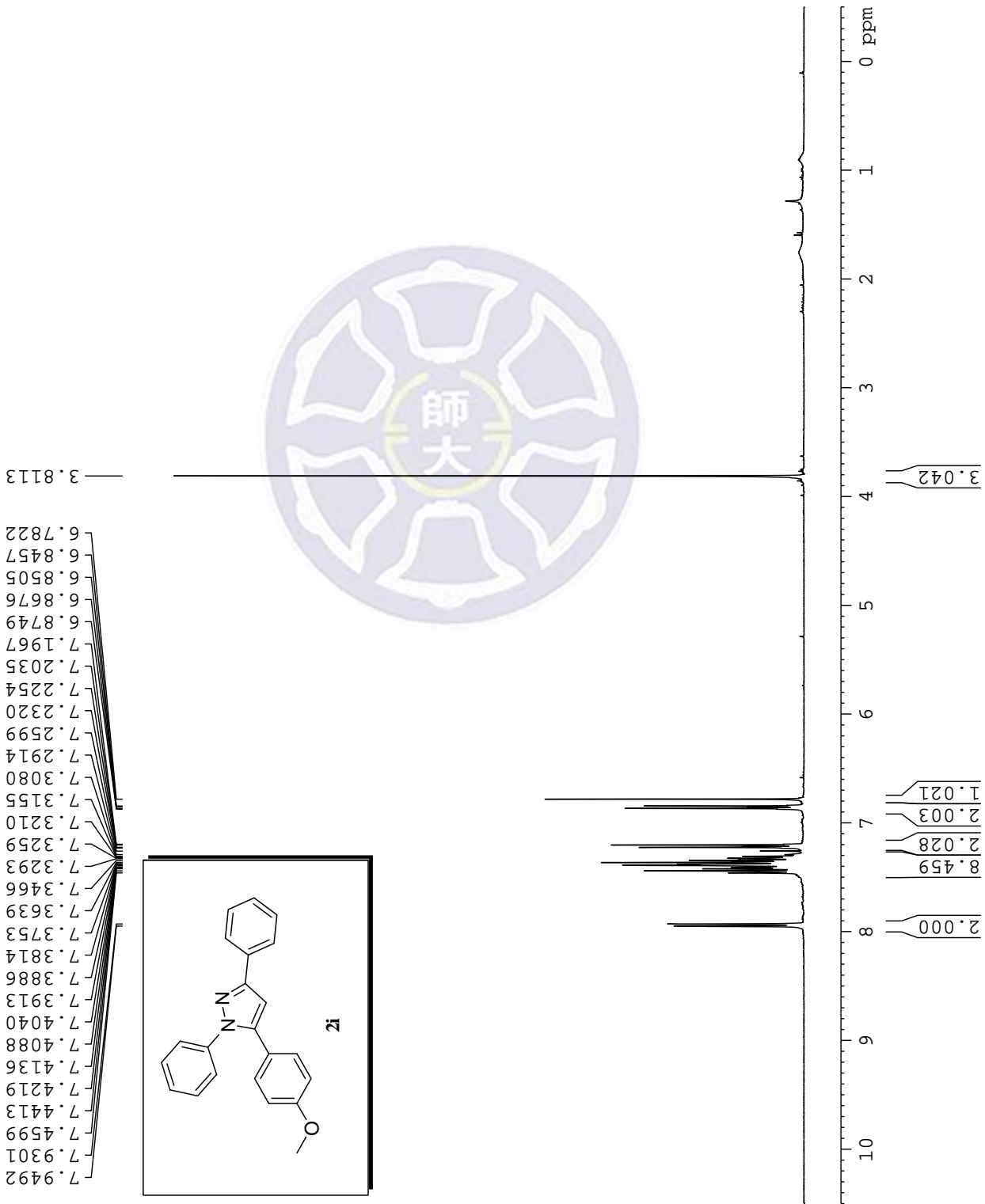
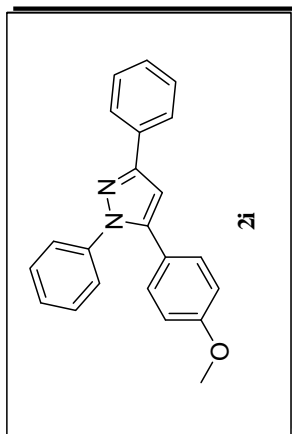
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        3.00 dB
PL12       20.70 dB
PL13       23.70 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127558 MHz
WIDW       EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



1H of 5-(4-methoxyphenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

7.9492
7.9301
7.4599
7.4413
7.4219
7.4136
7.4088
7.4040
7.3913
7.3886
7.3814
7.3753
7.3639
7.3466
7.3293
7.3259
7.3210
7.3155
7.3080
7.2914
7.2599
7.2320
7.2254
7.2035
7.1967
6.8749
6.8676
6.8505
6.8457
6.7822



Current Data Parameters
NAME 20131106
EXPNO 1
PROCNO 1

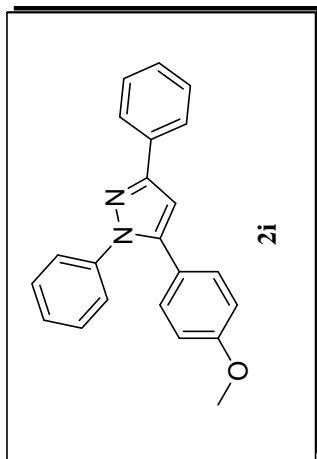
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131106
Time 14.37
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 8
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 299.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300096 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

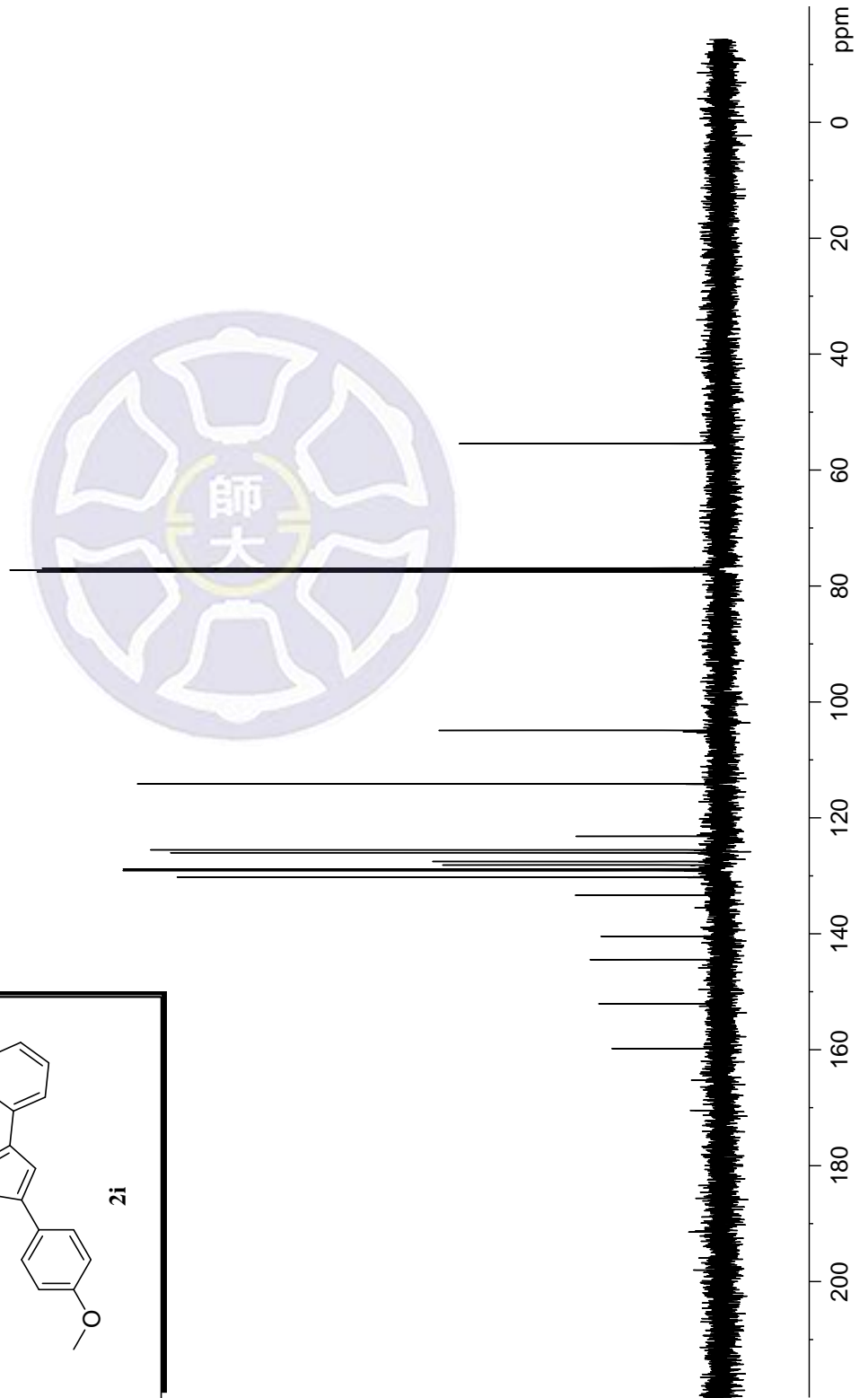
13C of 5-(4-methoxyphenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

159.78
152.06
144.44
140.43
133.32
130.22
129.08
128.81
128.12
127.52
126.00
125.51
123.17
114.12
104.89

77.55
77.23
76.91
55.44

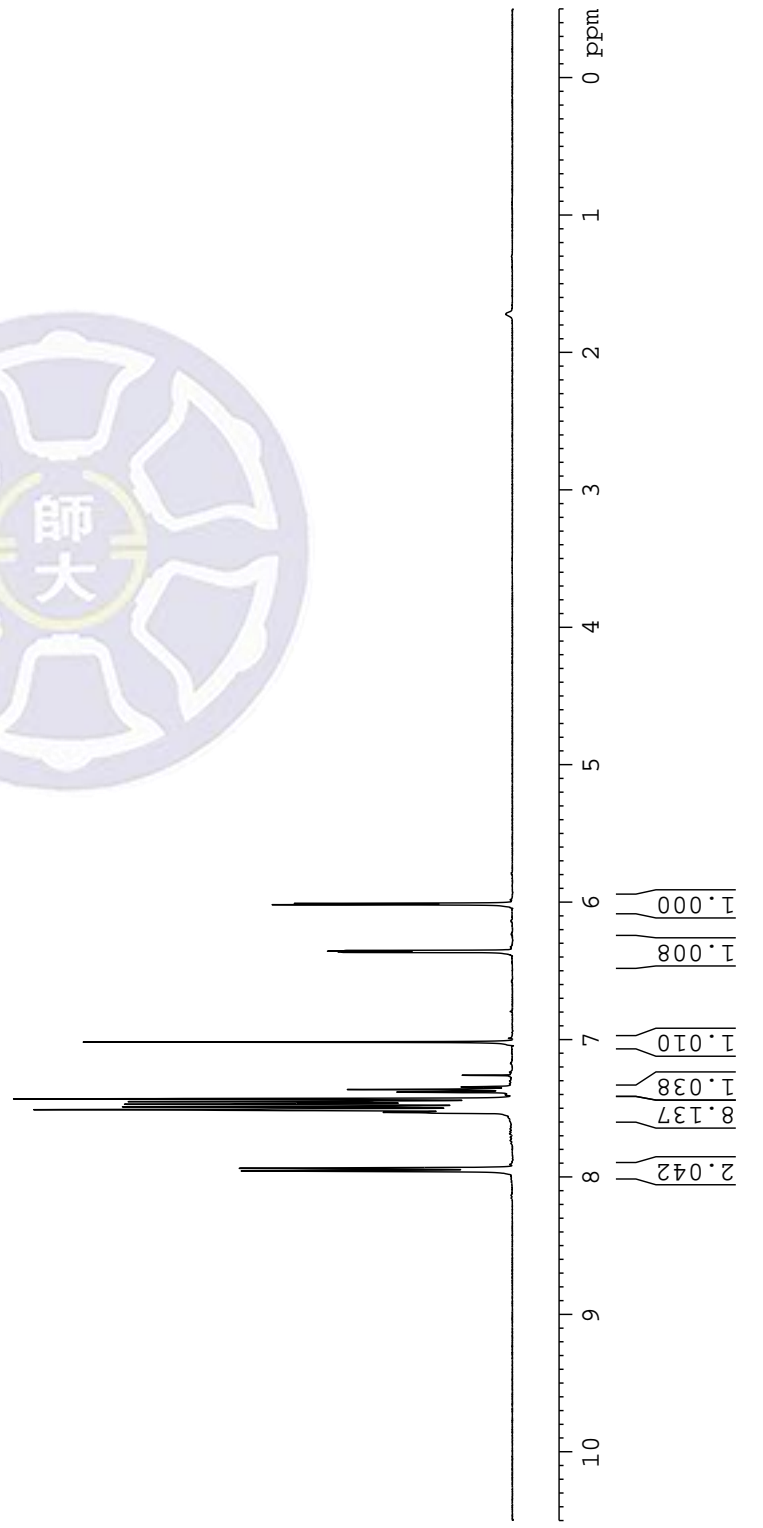
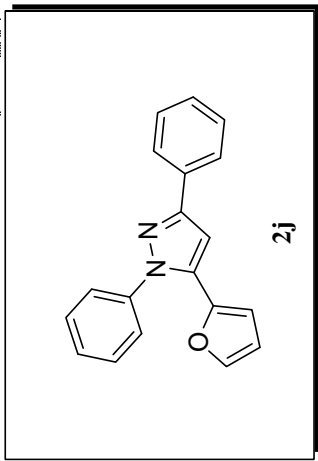


Current Data Parameters
 NAME 20131106
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131106
 Time 14.40
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 34
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.0 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz
 ===== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 20.70 dB
 PL13 23.70 dB
 SFO2 400.1316005 MHz
 F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127529 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00



1H of 5-(furan-2-yl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

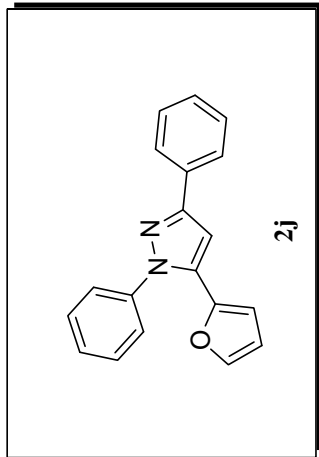
7.9559
7.9370
7.5295
7.5096
7.4892
7.4705
7.4508
7.4328
7.3816
7.3629
7.3450
7.2603
7.0183
6.3648
6.3603
6.3564
6.3520
6.0178
6.0093



Current Data Parameters
 NAME 20131126
 EXPNO 3
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131126
 Time 16:21
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 12
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.8 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 11.90 usec
 PL1 3.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300091 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of 5-(furan-2-yl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole



- 152.16
- 144.59
- 142.70
- 140.43
- 135.90
- 132.95
- 129.23
- 128.80
- 128.66
- 128.22
- 126.15
- 125.99
- 111.40
- 109.06
- 103.53

- 77.55
- 77.23
- 76.91

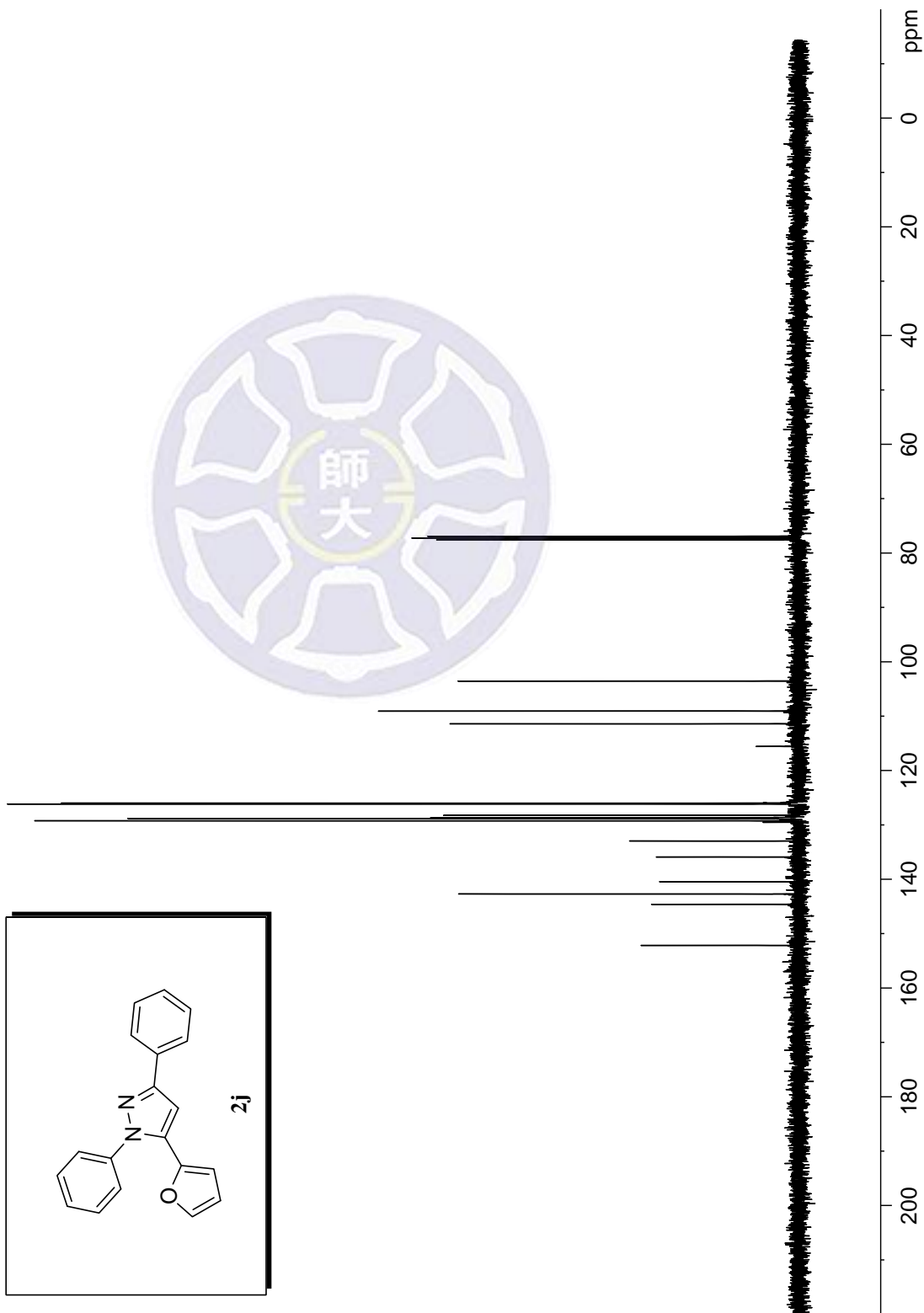
Current Data Parameters
 NAME 20131119
 EXPNO 4
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131119
 Time 20:31
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 28
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 4096
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.1 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

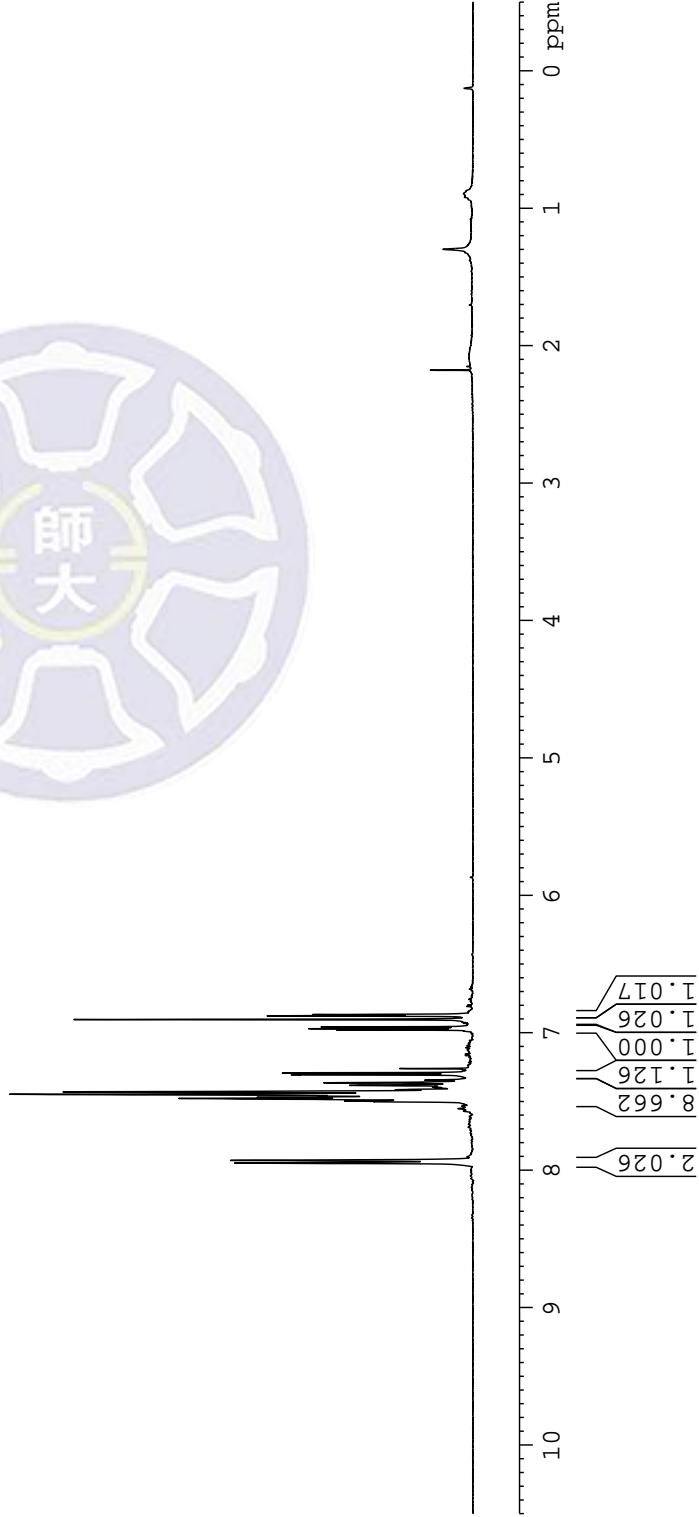
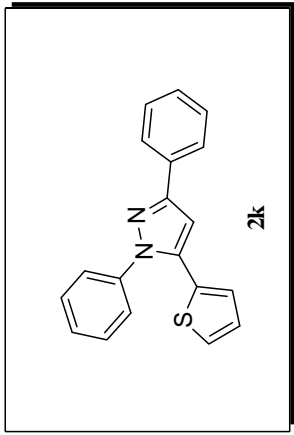
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 20.70 dB
 PL13 23.70 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127602 MHz
 WDW EM
 SSB 0 1.00 Hz
 LB 0
 GB 0
 PC 1.00



1H of 1,3-diphenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole

7.9473
7.9278
7.5008
7.4961
7.4779
7.4690
7.4591
7.4470
7.4294
7.4145
7.4006
7.3948
7.3820
7.3629
7.3452
7.3432
7.3051
7.3036
7.2929
7.2604
6.9791
6.9697
6.9664
6.9574
6.9031
6.8762
6.8672



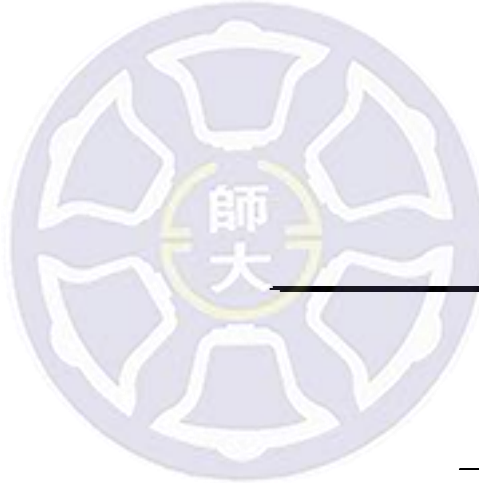
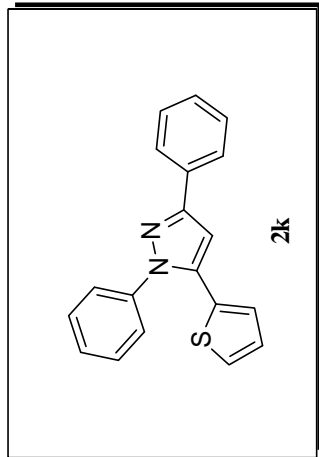
Current Data Parameters
 NAME 20131105
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131105
 Time 11.13
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 11.90 usec
 PL1 3.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300091 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of 1,3-diphenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole

152.06
140.01
138.38
132.95
131.48
129.20
128.82
128.50
128.26
127.54
127.45
126.70
126.41
126.00
105.15

77.55
77.23
76.91



```

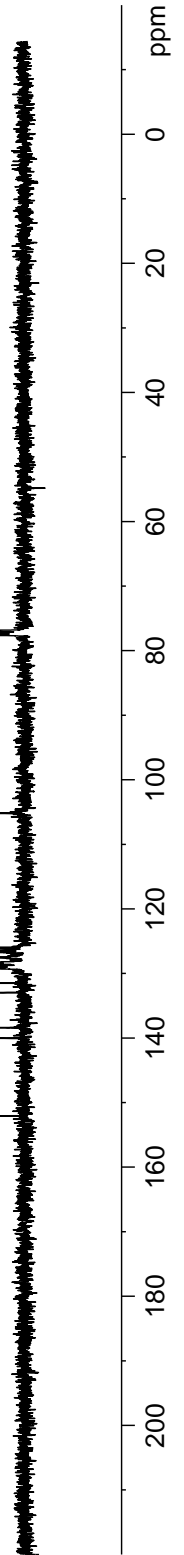
Current Data Parameters
NAME      20131105
EXPNO     5
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20131105
Time      11:20
INSTRUM   SPECT
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         102
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ          0.6815744 sec
RG          198.09
DW          20.800 usec
DE          6.50 usec
TE          298.8 K
D1          2.00000000 sec
D11         0.03000000 sec
TD0         1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233324 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

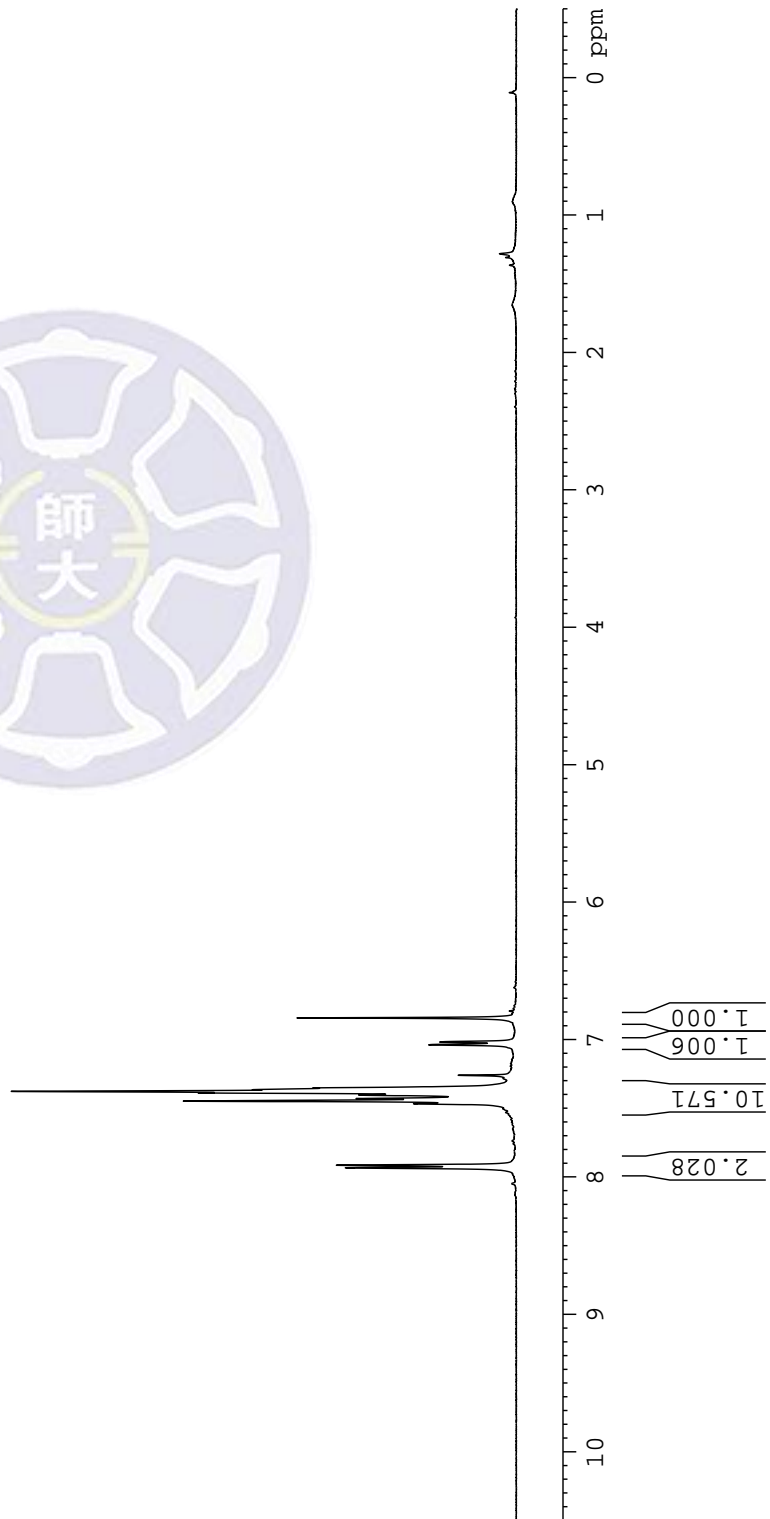
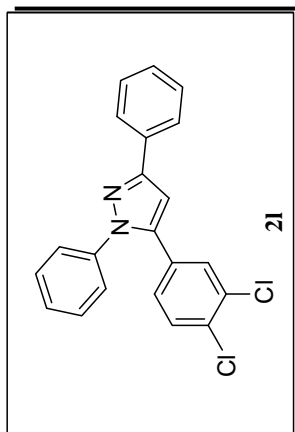
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2    waltz16
PCPD2      90.00 usec
PLW2       15.00000000 W
PLW12      0.34252000 W
PLW13      0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127565 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of 5-(3,4-dichlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

7.9336
7.9148
7.4699
7.4476
7.4296
7.4039
7.3882
7.3773
7.3645
7.3527
7.2603
7.0384
7.0181
6.8425



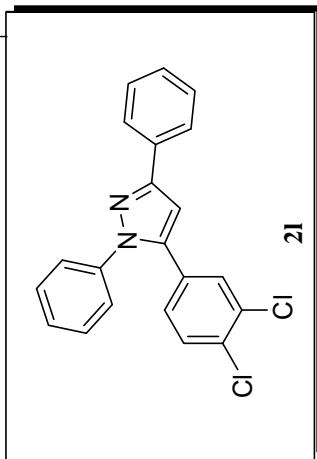
Current Data Parameters
NAME 20131125
EXPNO 7
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131125
Time 19.45
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 12
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 299.8 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of 5-(3,4-dichlorophenyl)-1,3-diphenyl-1H-pyrazole

- 152.33
- 142.02
- 139.79
- 132.94
- 132.83
- 132.71
- 130.62
- 130.48
- 129.33
- 129.27
- 128.87
- 128.37
- 128.09
- 128.01
- 125.97
- 125.49
- 105.71
- 77.54
- 77.23
- 76.91



```

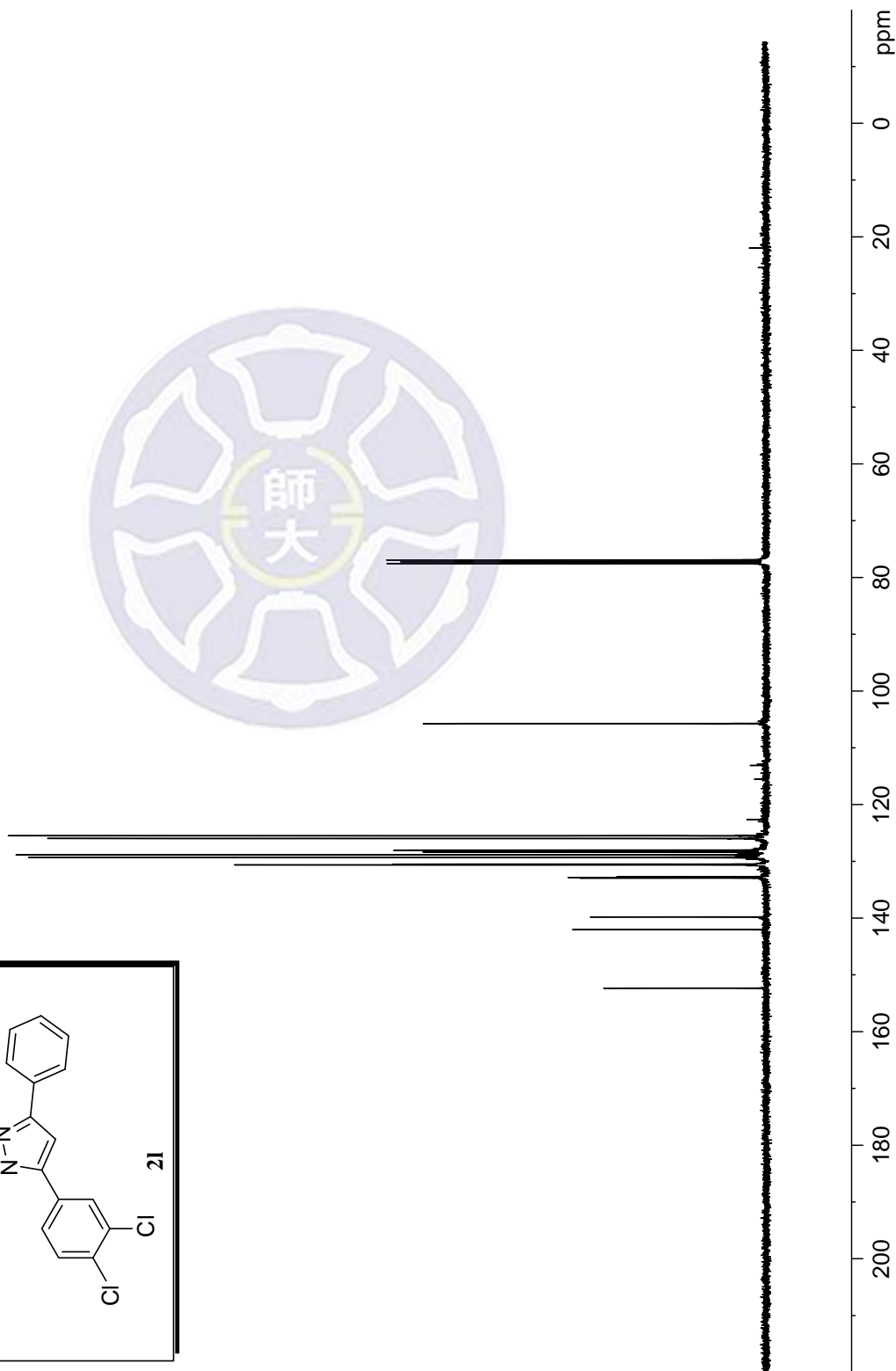
Current Data Parameters
NAME      20131120
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20131120
Time     20.28
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       473
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       4096
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       300.0 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       9.40 usec
PL1      7.00 dB
SFO1     100.6233325 MHz

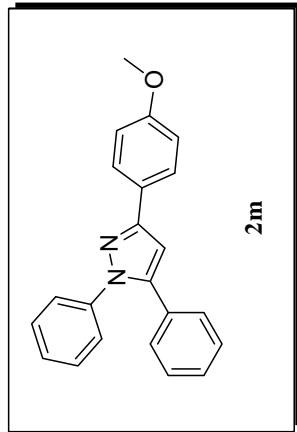
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      3.00 dB
PL12     20.70 dB
PL13     23.70 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127573 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

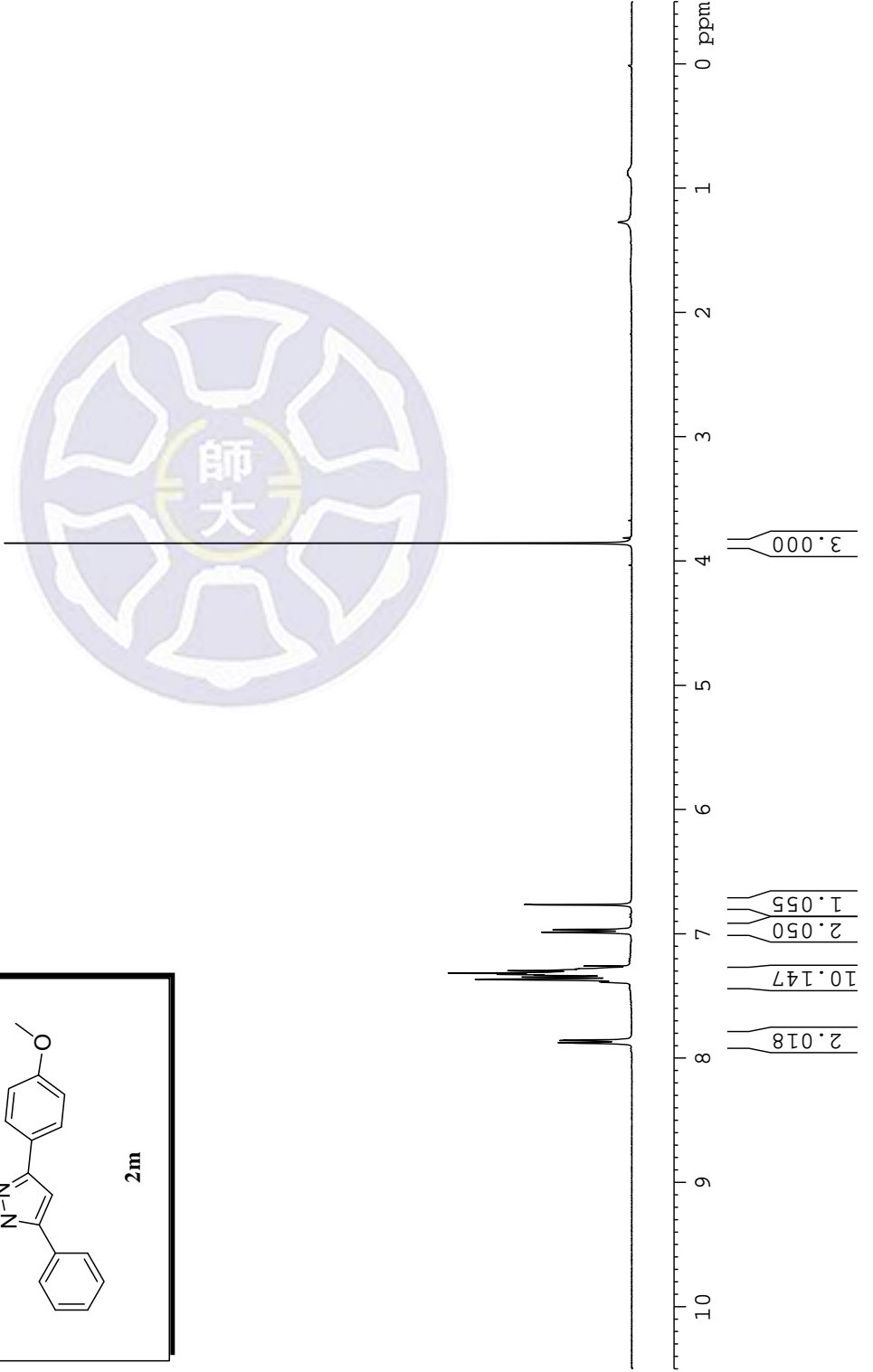


¹H of 3-(4-methoxyphenyl)-1,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.8759
7.8758
7.8752
7.8582
7.8550
7.8550
7.8394
7.8386
7.8375
7.8365
7.8359
7.8348
7.8324
7.8256
7.8165
7.7963
7.7835
7.7259
7.9872
6.9680
6.9680
6.7646



3.8568

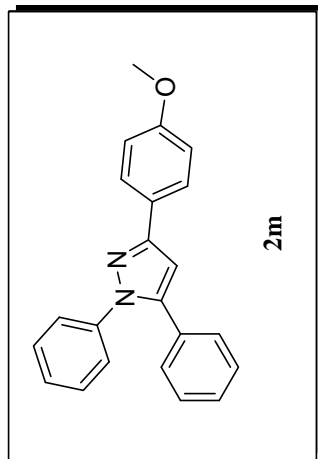


Current Data Parameters
 NAME 20150124N
 EXPNO 3
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150124
 Time 14.25
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 71.42
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.7 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300093 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

13C of 3-(4-methoxyphenyl)-1,5-diphenyl-1H-pyrazole

159.79
152.00
144.50
140.41
130.89
129.08
128.93
128.65
128.43
127.49
127.28
126.05
125.47
114.25
105.01

77.55
77.23
76.91
55.50



```

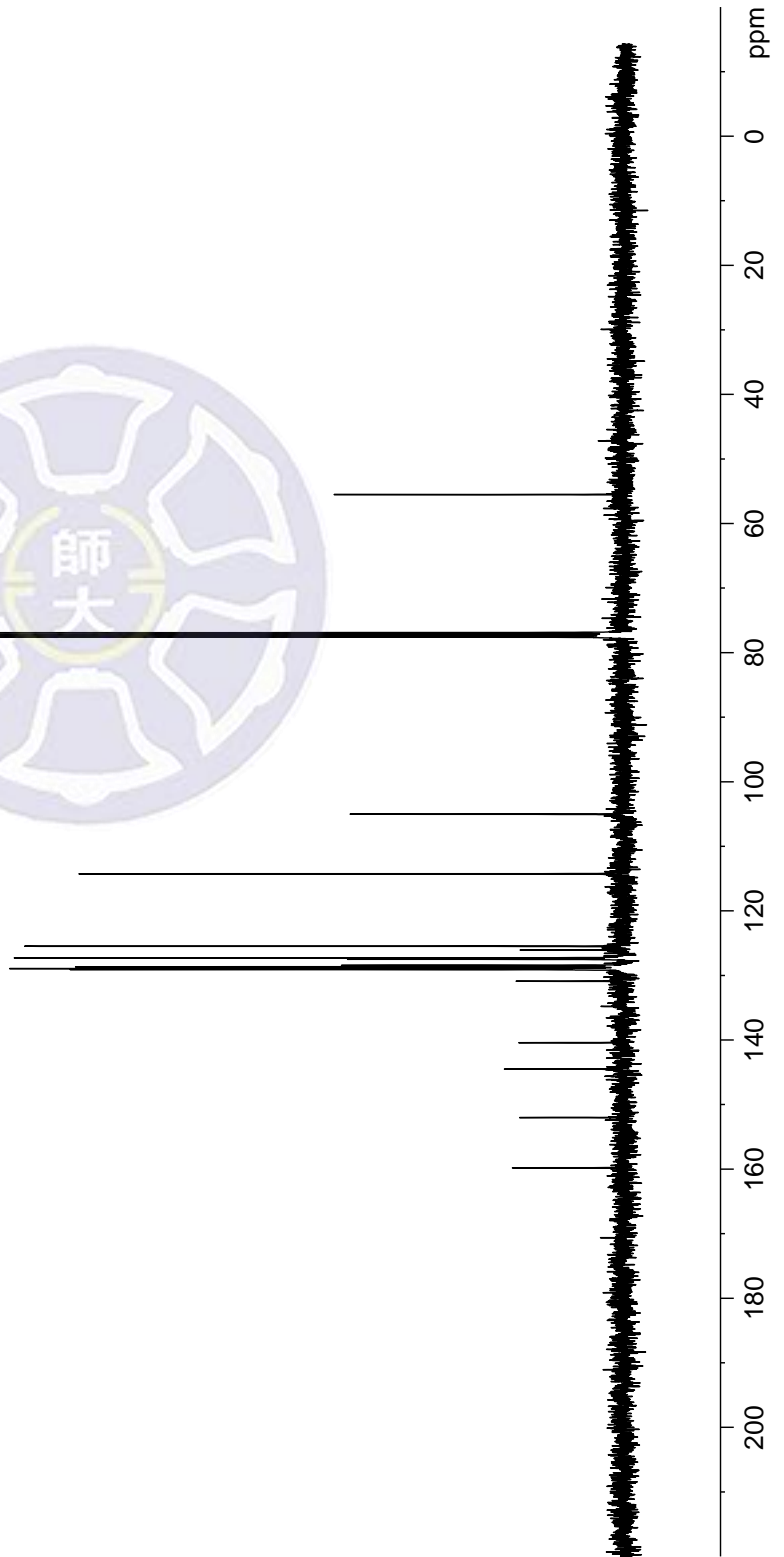
Current Data Parameters
NAME 20150124N
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150124
Time 14.26
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 80
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.7 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

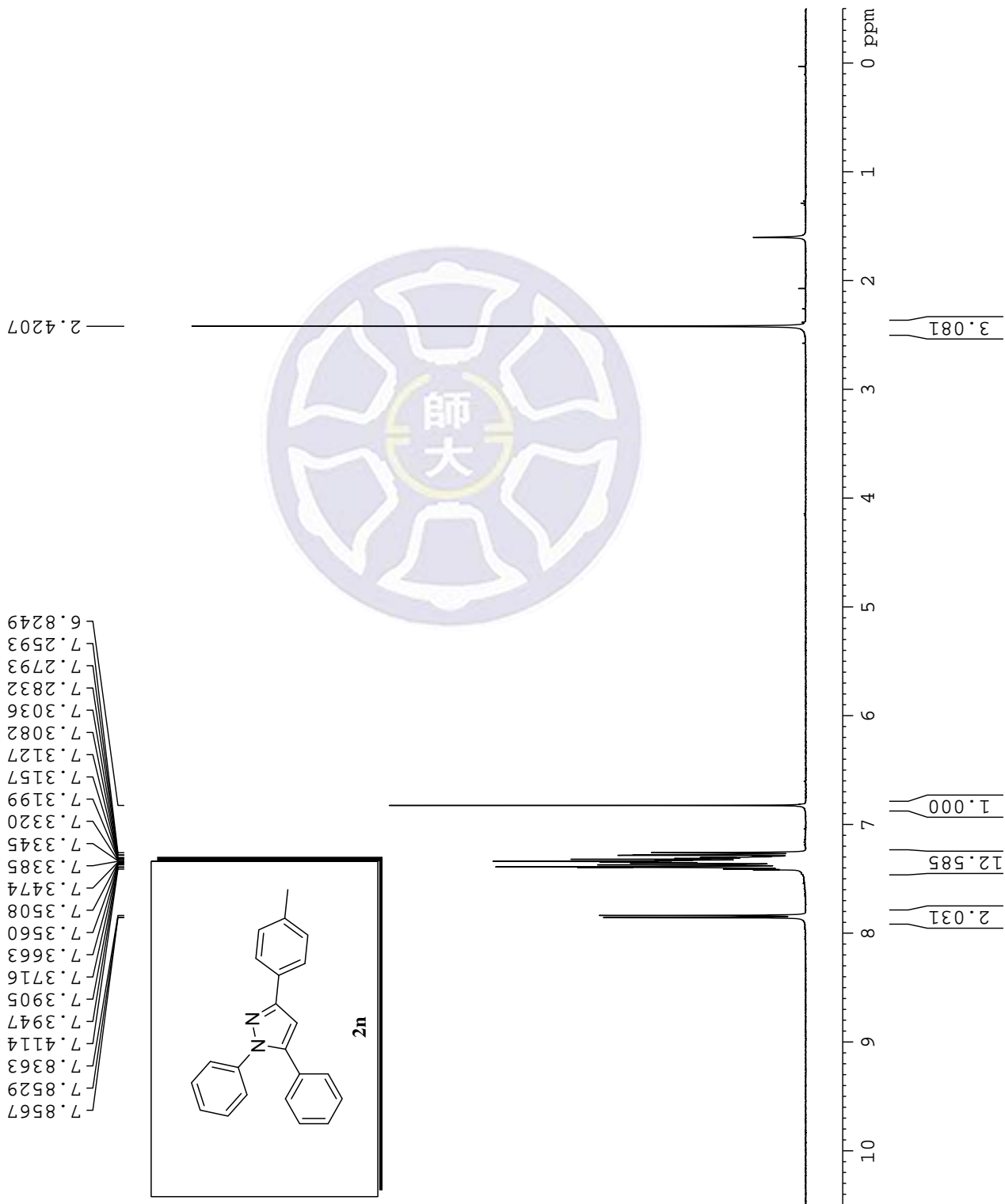
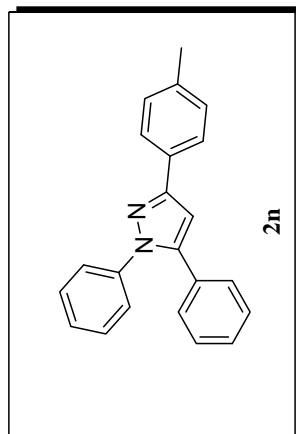
===== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127508 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 2.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```



1H of 1,5-diphenyl-3-p-tolyl-1H-pyrazole

7.8567
7.8529
7.8363
7.4114
7.3947
7.3905
7.3716
7.3663
7.3560
7.3508
7.3474
7.3385
7.3345
7.3320
7.3199
7.3157
7.3127
7.3082
7.3036
7.2832
7.2793
7.2593
6.8249



Current Data Parameters
NAME 20140417
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20140417
Time 12.10
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 8
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.8 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

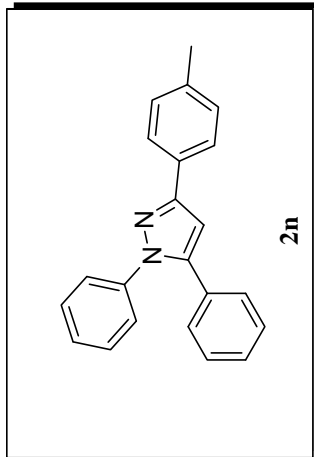
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300003 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of 1,5-diphenyl-3-p-tolyl-1H-pyrazole

152.23
144.48
140.39
137.95
130.87
130.44
129.53
129.07
128.94
128.64
128.43
127.52
125.91
125.50
105.27

77.54
77.22
76.91

21.51



```

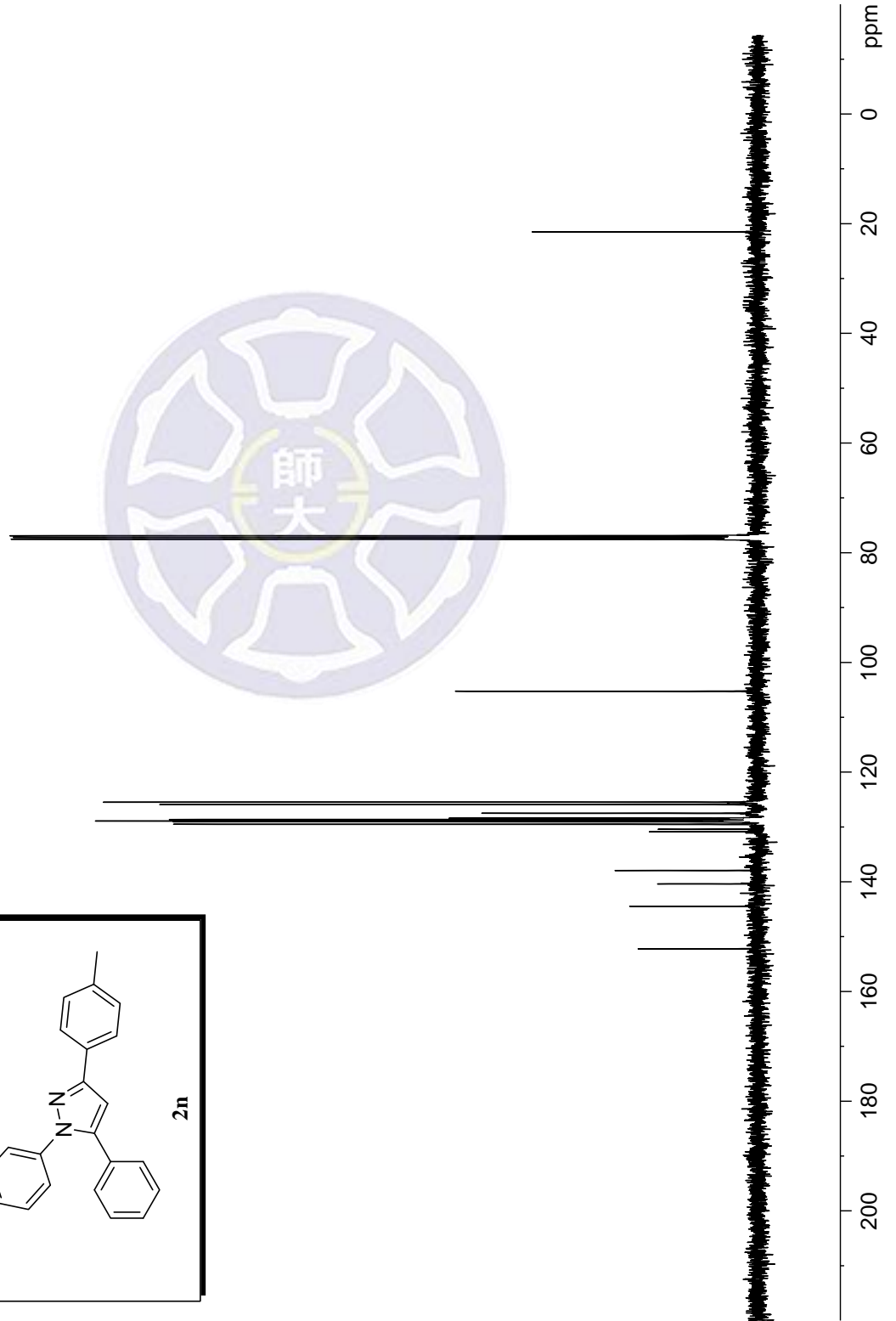
Current Data Parameters
NAME      20140421
EXPNO    7
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20140421
Time     19.49
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       121
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       298.3 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

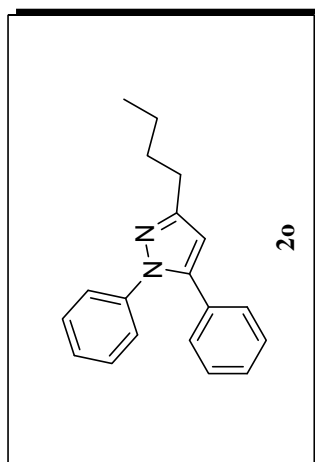
===== CHANNEL f1 =====
SFO1     100.6233319 MHz
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PLW1     46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2     400.1316005 MHz
NUC2     1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2    90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12    0.34252000 W
PLW13    0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127519 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       2.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of 3-butyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole



7.2186
7.1932
7.1670
7.1603
7.1498
7.1442
7.1380
7.1347
6.2427

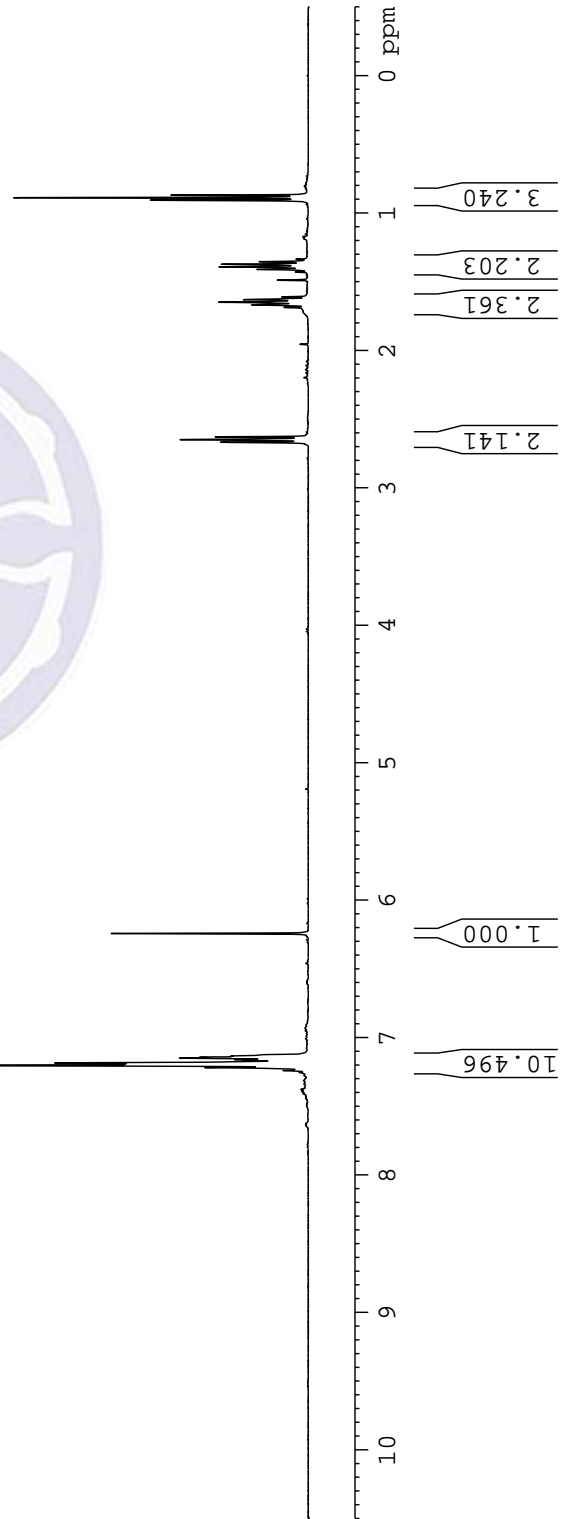
2.6682
2.6493
2.6292
1.6865
1.6681
1.6485
1.6300
1.6099
1.4883
1.4285
1.4100
1.3914
1.3727
1.3541
1.3359
0.9066
0.8883
0.8699

Current Data Parameters
 NAME 20131220
 EXPNO 1
 PROCNO 1

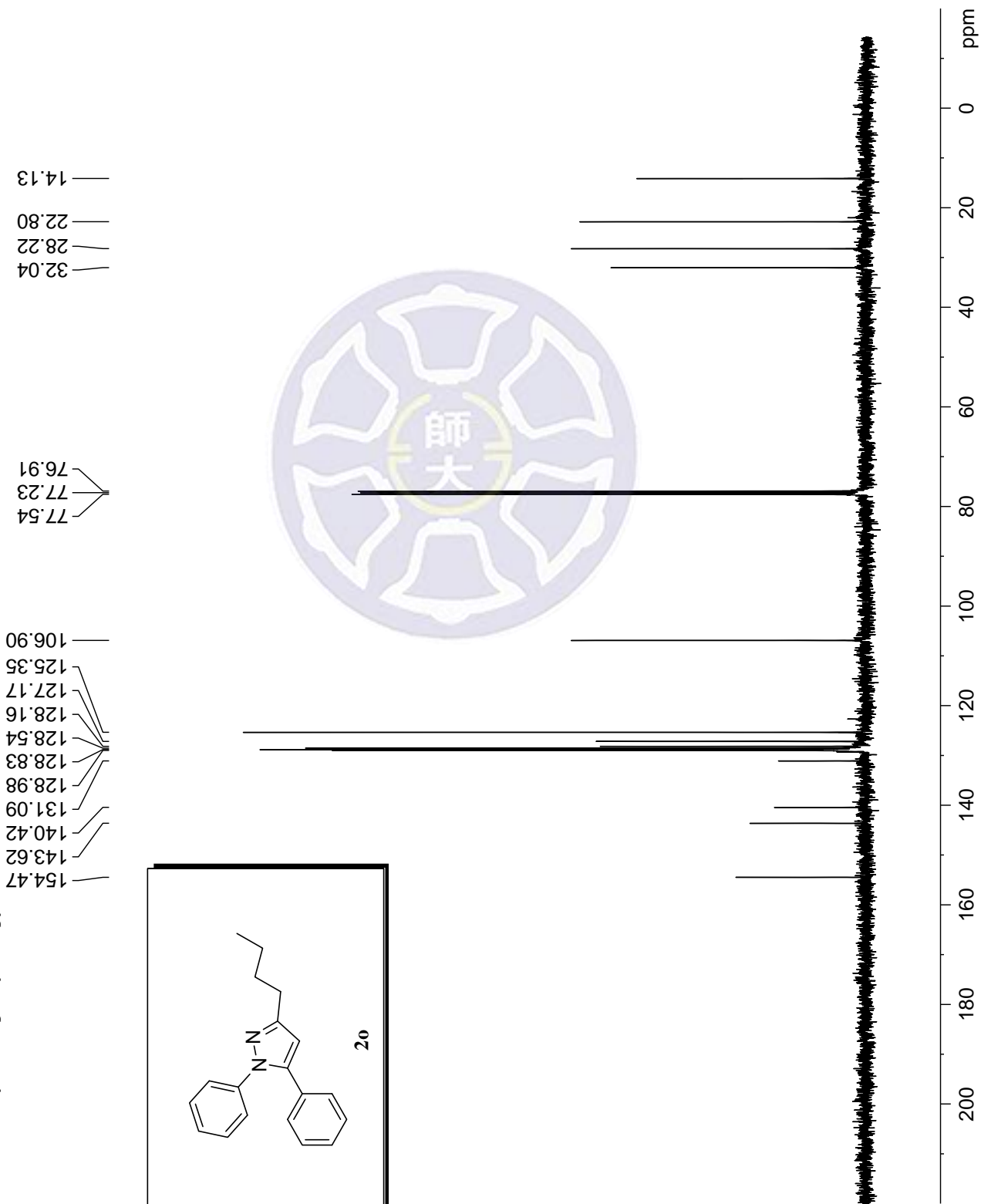
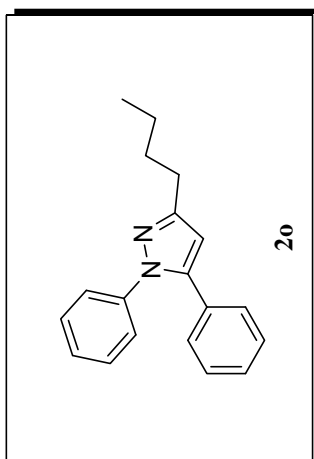
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20131220
 Time 15:34
 INSTRUM SPECT
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 12
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 51.8
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.8 K
 D1 2.0000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300467 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of 3-butyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole



```

Current Data Parameters
NAME      20131220
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20131220
Time     15:37
INSTRUM  SPECT
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       71
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.7 K
D1       2.0000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

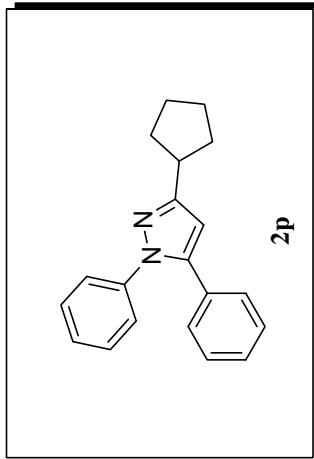
===== CHANNEL f1 =====
SFO1    100.6233324 MHz
NUC1    13C
P1      10.00 usec
PLW1    46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2    400.1316005 MHz
NUC2    1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2   90.00 usec
PLW2    15.00000000 W
PLW12   0.34252000 W
PLW13   0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI      32768
SF      100.6127527 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      2.00 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```

¹H of 3-cyclopentyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.2835
7.2729
7.2648
7.2552
7.2479
7.2277
7.2200
7.2071
7.1983
6.3274



3.2371
3.2169
3.1971
3.1773
3.1578
2.1338
2.1175
2.0975
1.8248
1.7927
1.7698
1.7580
1.7500
1.7401
1.7249
1.7199
1.6944
1.6833
1.6730

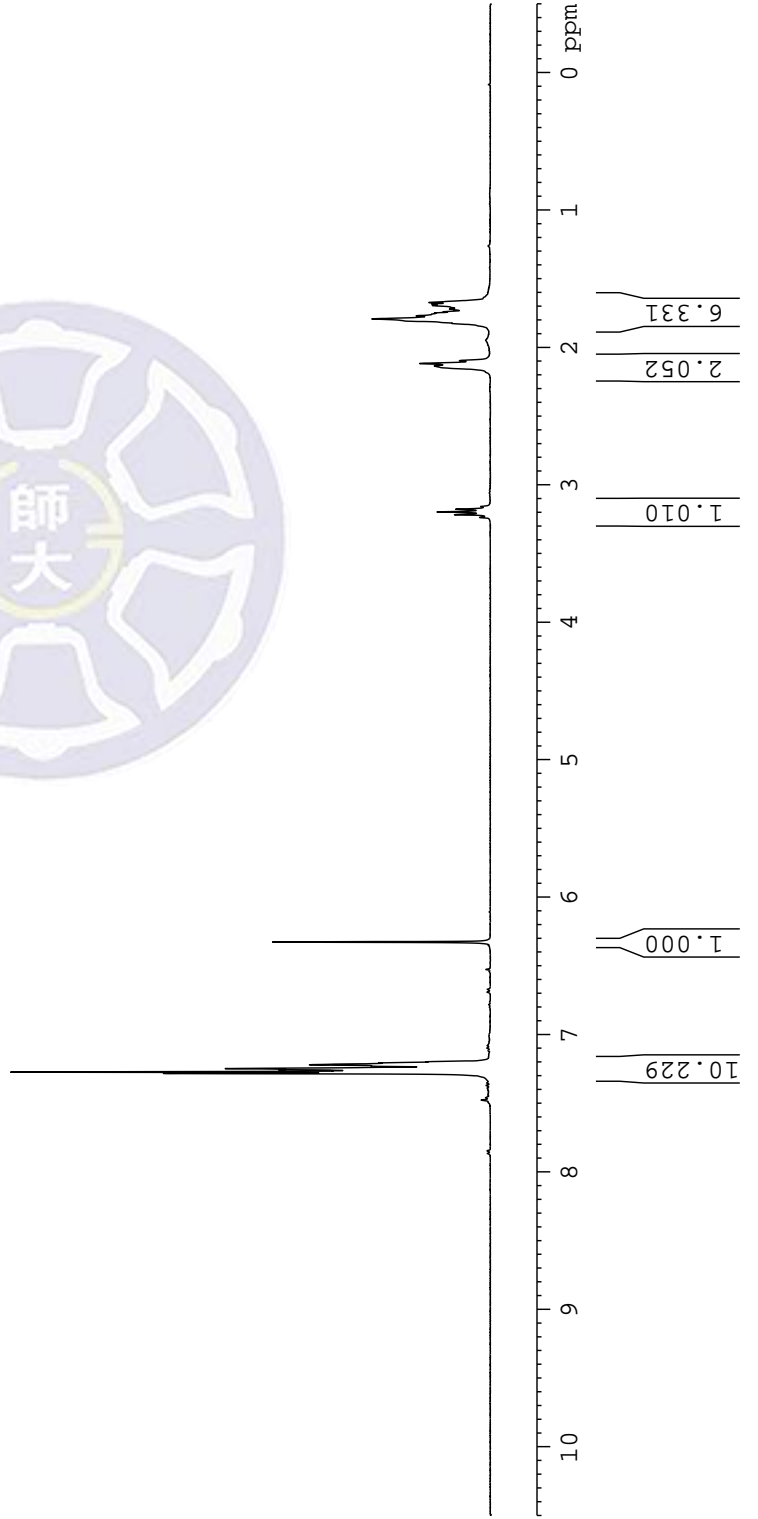


Current Data Parameters
 NAME 20140409
 EXPNO 5
 PROCNO 1

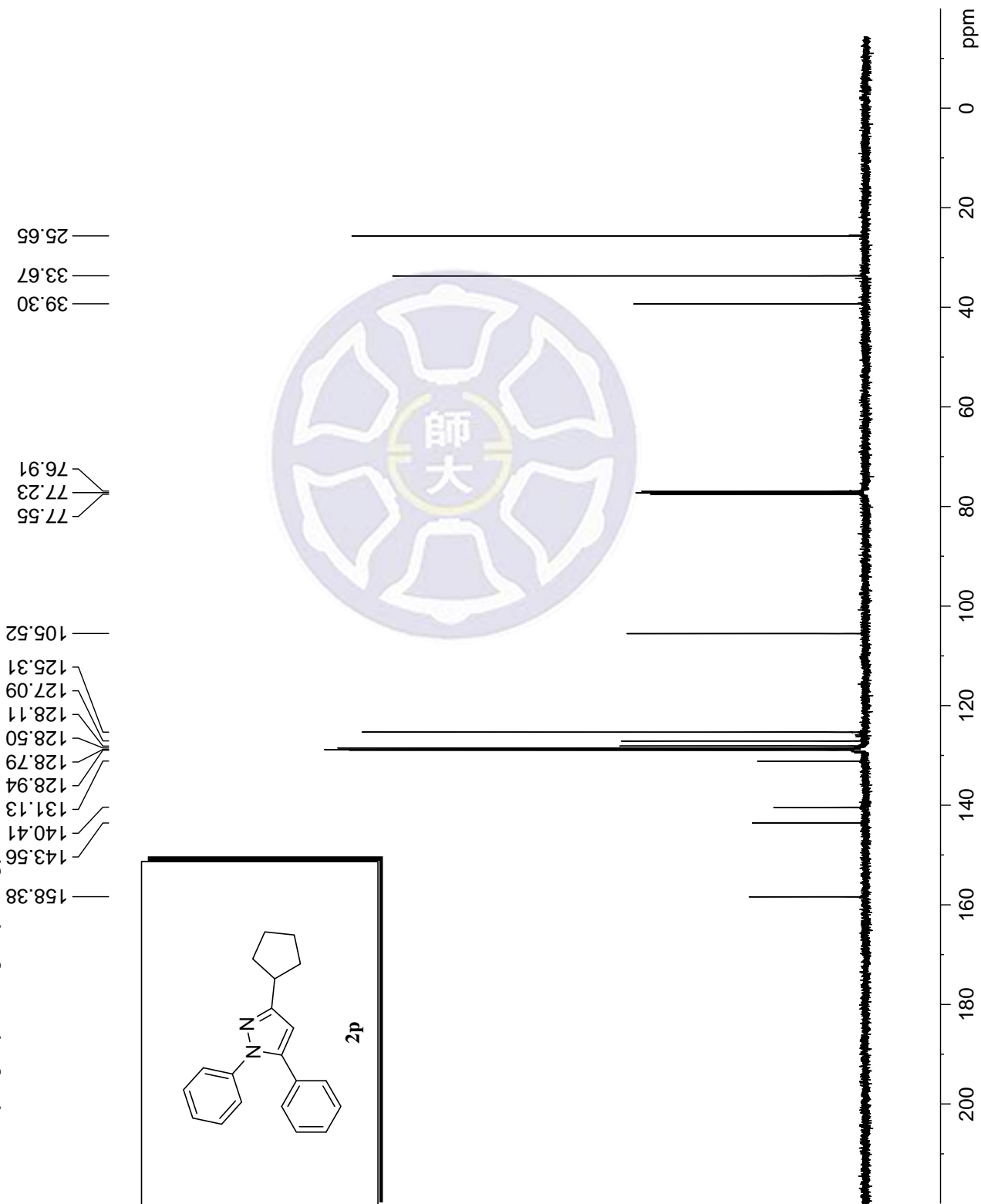
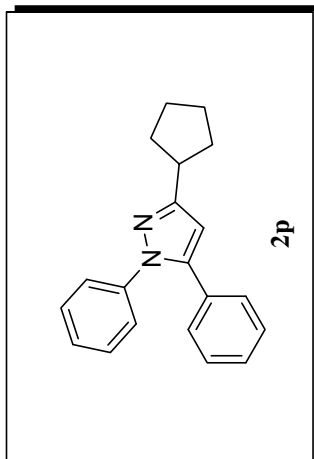
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140409
 Time 20:01
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 8
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 35.9
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.2 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 14.35 usec
 PL1 -2.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300215 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 3-cyclopentyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole



Current Data Parameters
 NAME 20140409
 EXPNO 6
 PROCNO 1

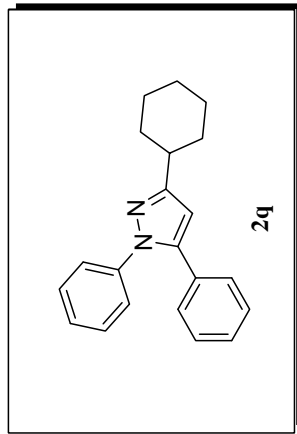
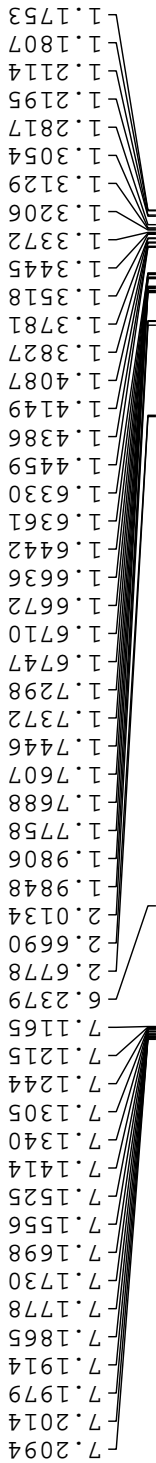
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140409
 Time 20.02
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 104
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.2 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 9.40 usec
 PL1 7.00 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -2.00 dB
 PL12 13.95 dB
 PL13 17.00 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127573 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of 3-cyclohexyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole

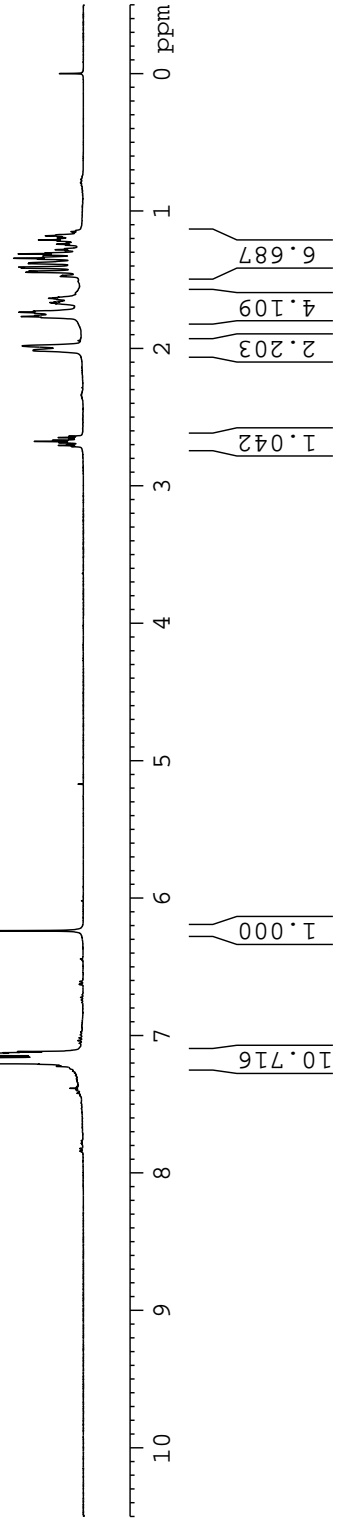


Current Data Parameters
 NAME 20140317
 EXPNO 1
 PROCNO 1

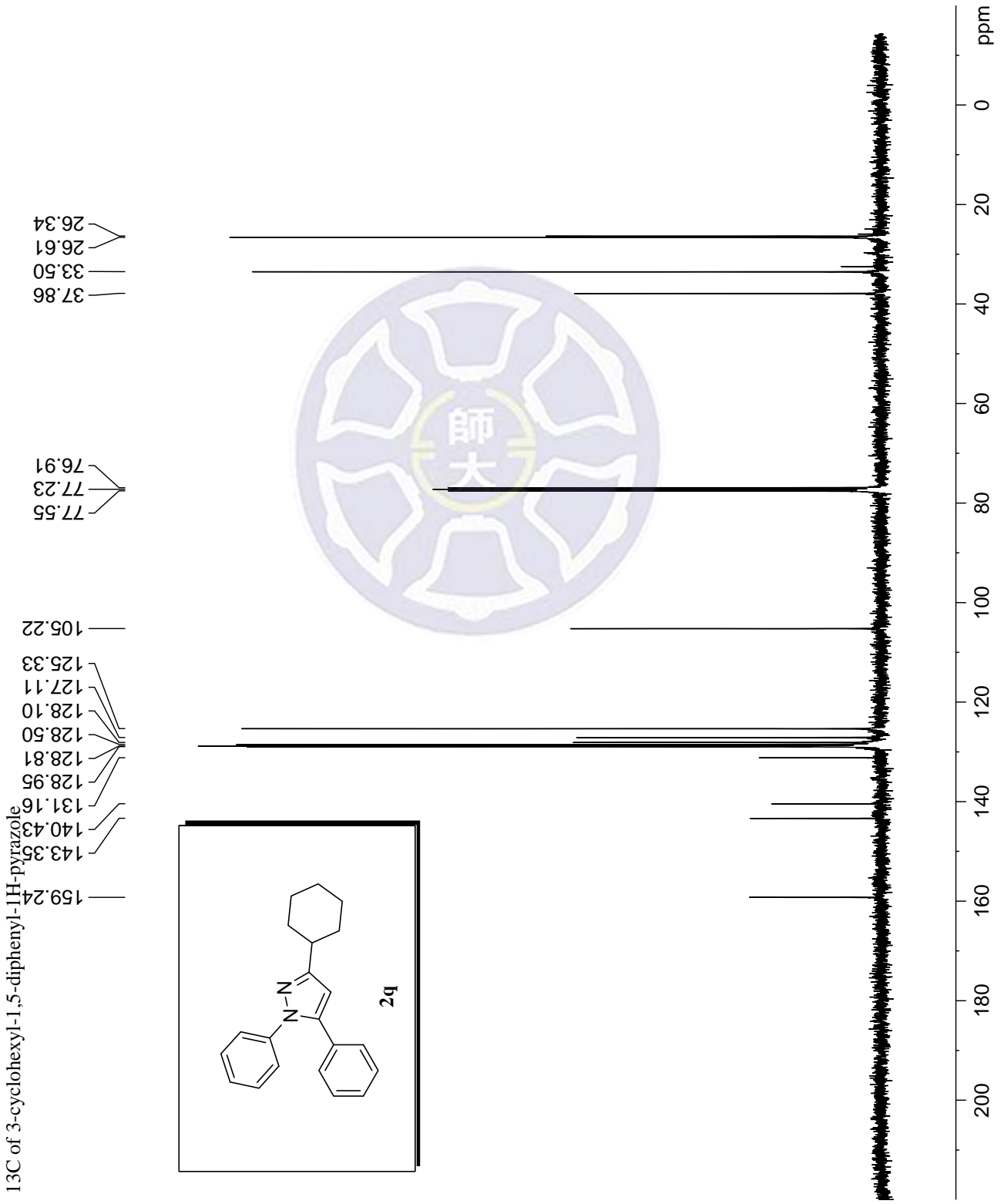
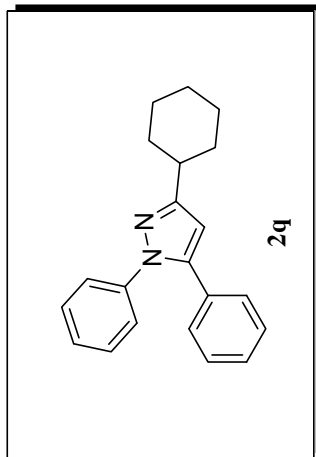
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140317
 Time 10:58
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 8
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 31.16
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300522 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 3-cyclohexyl-1,5-diphenyl-1H-pyrazole



```

Current Data Parameters
NAME      20140317
EXPNO    2
PROCNO   1

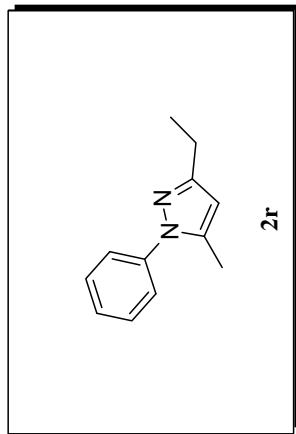
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20140317
Time     11:00
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       51
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.9 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1    100.6233324 MHz
NUC1    13C
P1      10.00 usec
PLW1    46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2    400.1316005 MHz
NUC2    1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2   90.00 usec
PLW2    15.00000000 W
PLW12   0.34252000 W
PLW13   0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI      32768
SF      100.6127557 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      2.00 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```

¹H of 3-ethyl-5-methyl-1-phenyl-1H-pyrazole



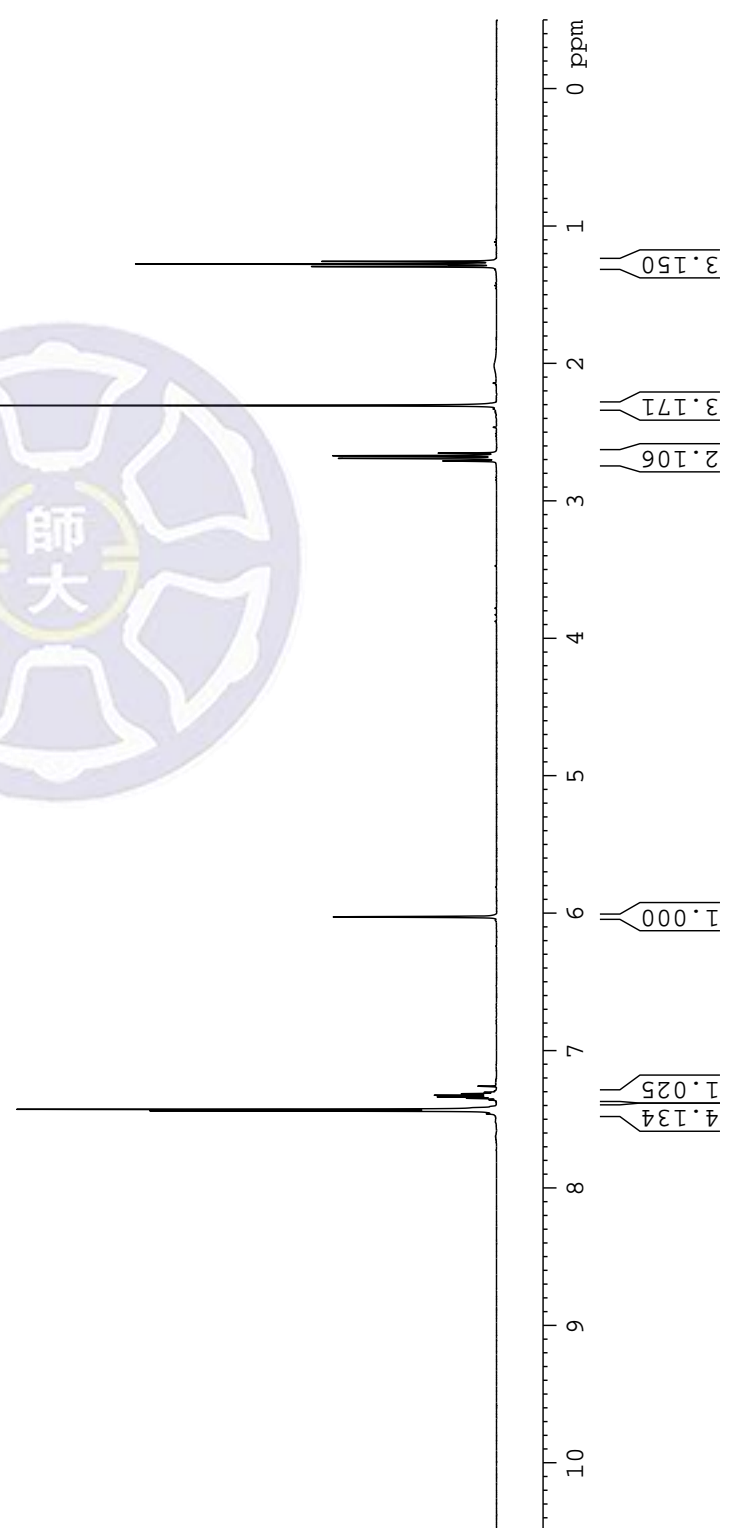
7.4378
7.4268
7.3580
7.3472
7.3364
7.3253
7.3137
7.3034
7.2591

2.7090
2.6899
2.6708
2.6518
2.3051

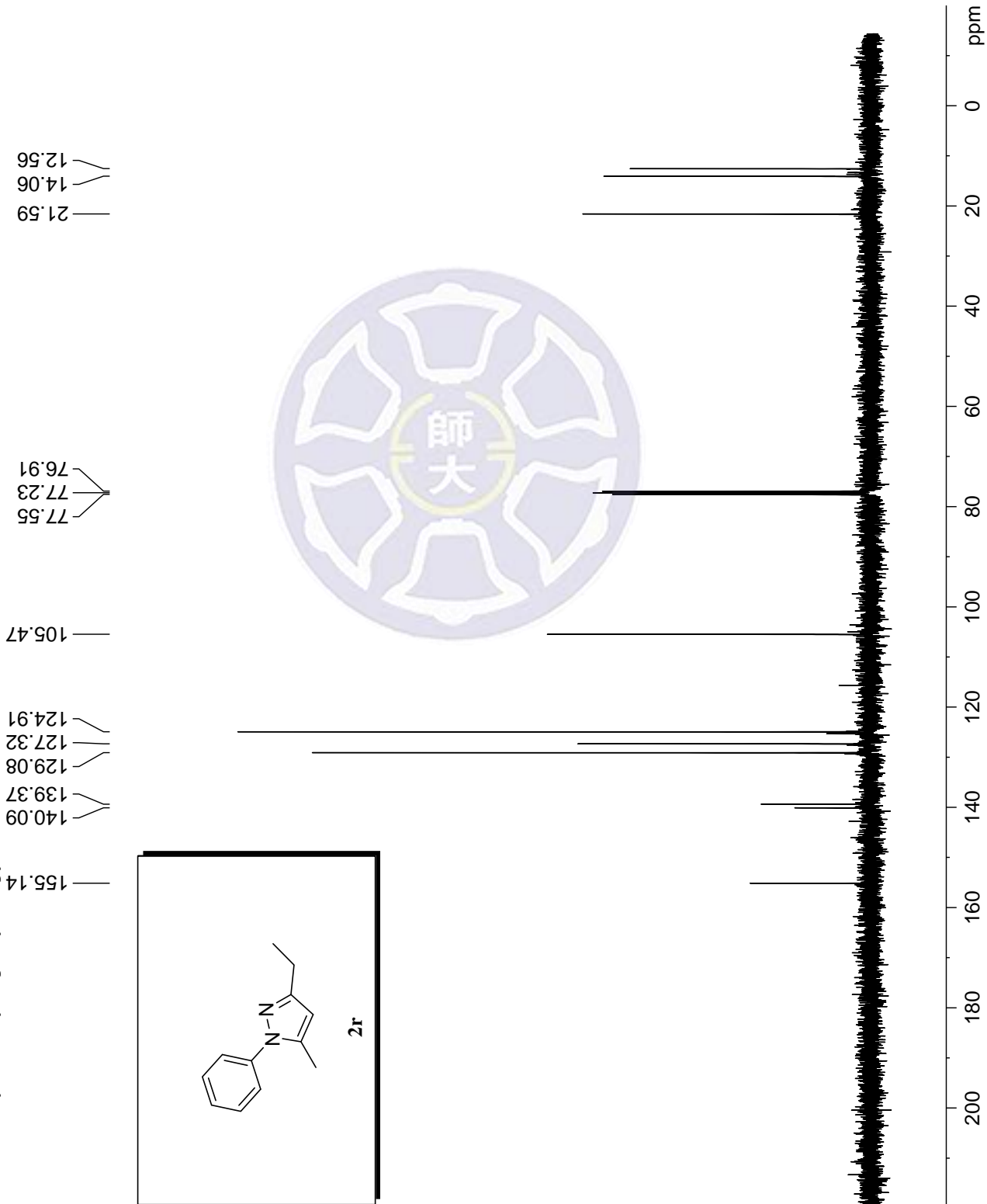
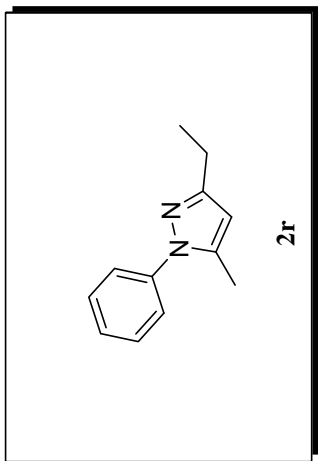
1.2946
1.2757
1.2567

Current Data Parameters
 NAME 20140508
 EXPNO 1
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140508
 Time 21.24
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm SEI 1H-13
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 12
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 296.2 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 11.00 usec
 PL1 -4.20 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300092 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of 3-ethyl-5-methyl-1-phenyl-1H-pyrazole



Current Data Parameters
 NAME 20140421
 EXPNO 9
 PROCNO 1

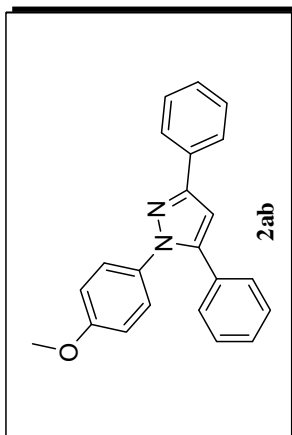
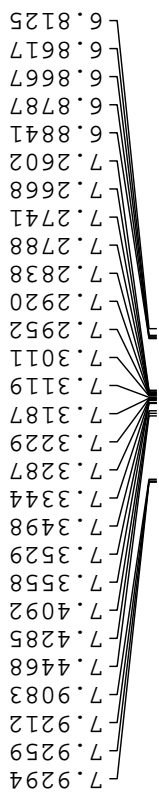
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140421
 Time 20:27
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm SEI 1H-13
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 53
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 299.7 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 15.50 usec
 PL1 7.30 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

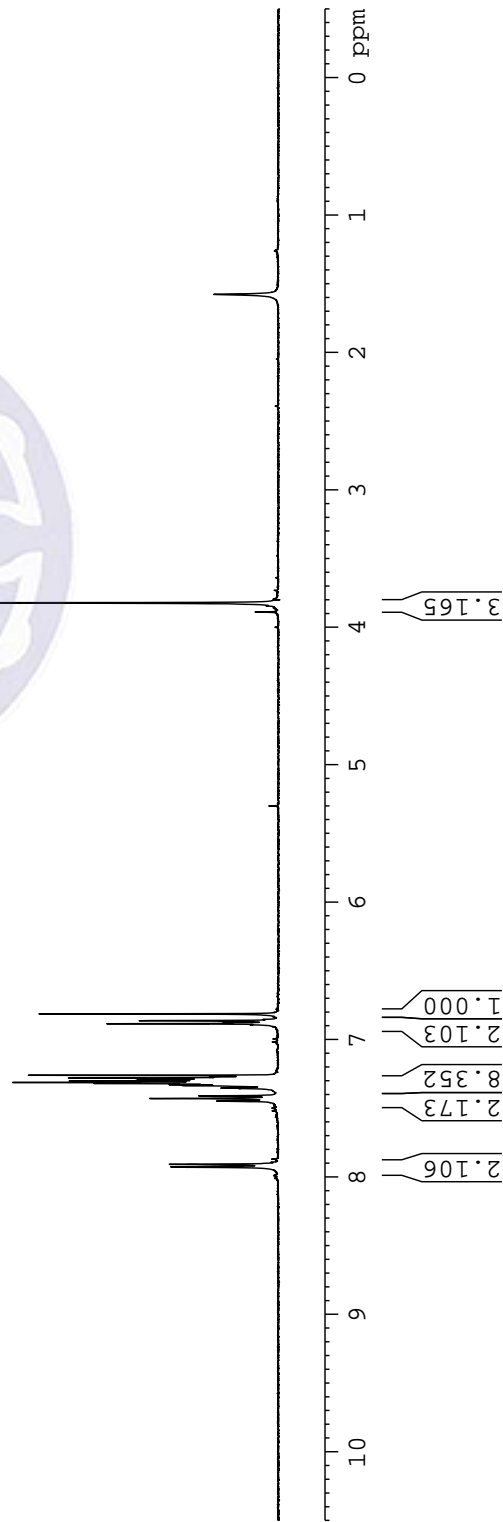
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -4.20 dB
 PL12 13.10 dB
 PL13 16.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127580 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of 1-(4-methoxyphenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole



3.8215



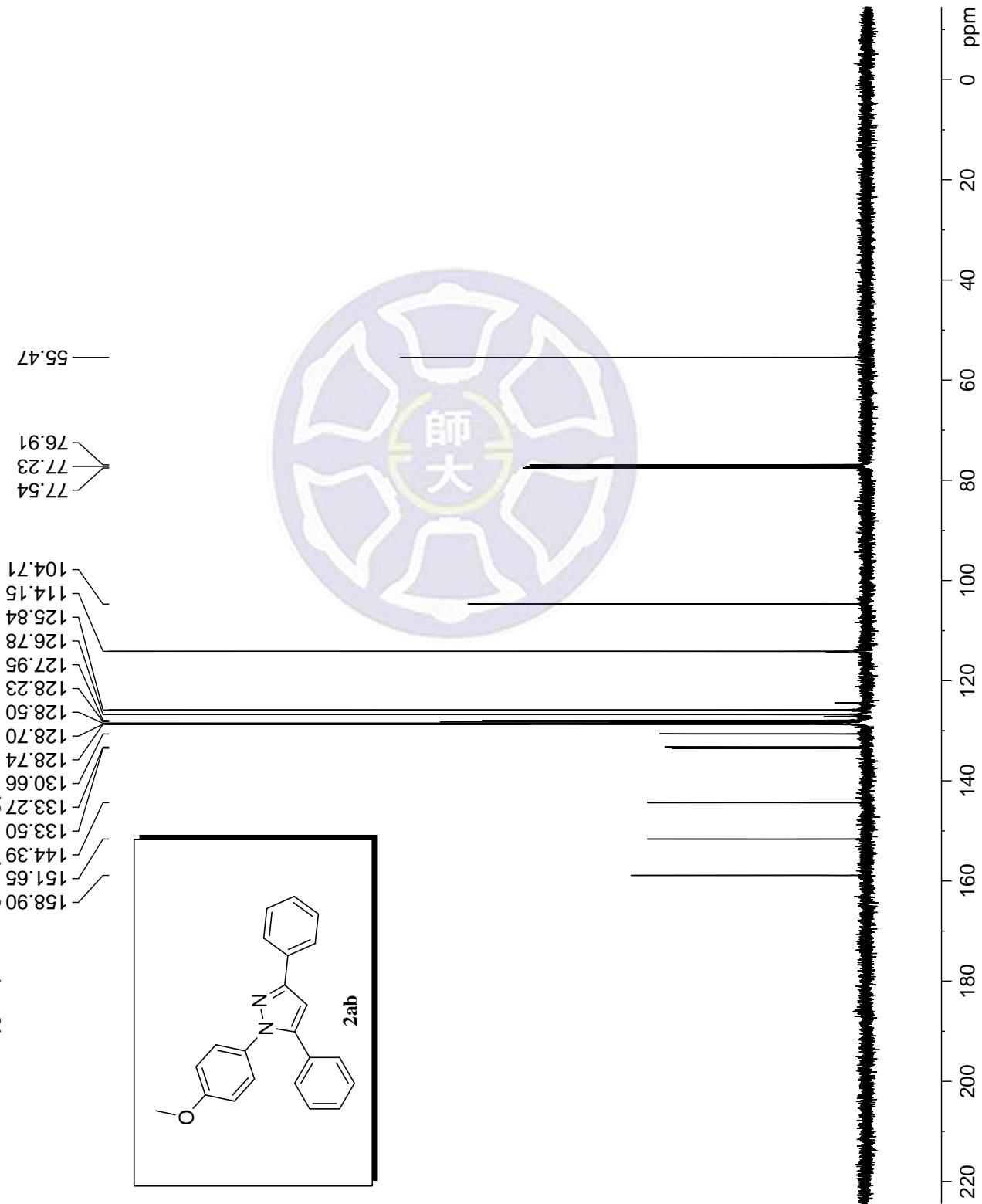
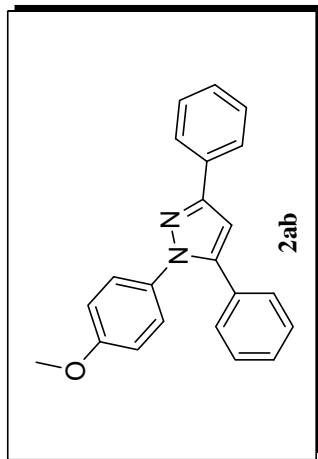
Current Data Parameters
 NAME 20140110
 EXPNO 6
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140110
 Time 16.46
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 8
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 296.4 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 11.90 usec
 PL1 3.00 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SF 400.1300091 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

13C of 1-(4-methoxyphenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole



Current Data Parameters
 NAME 20140825
 EXPNO 8
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140825
 Time 20:07
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 33
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.6 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

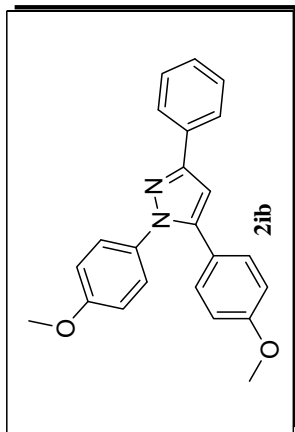
==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 9.10 dB
 PL13 12.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

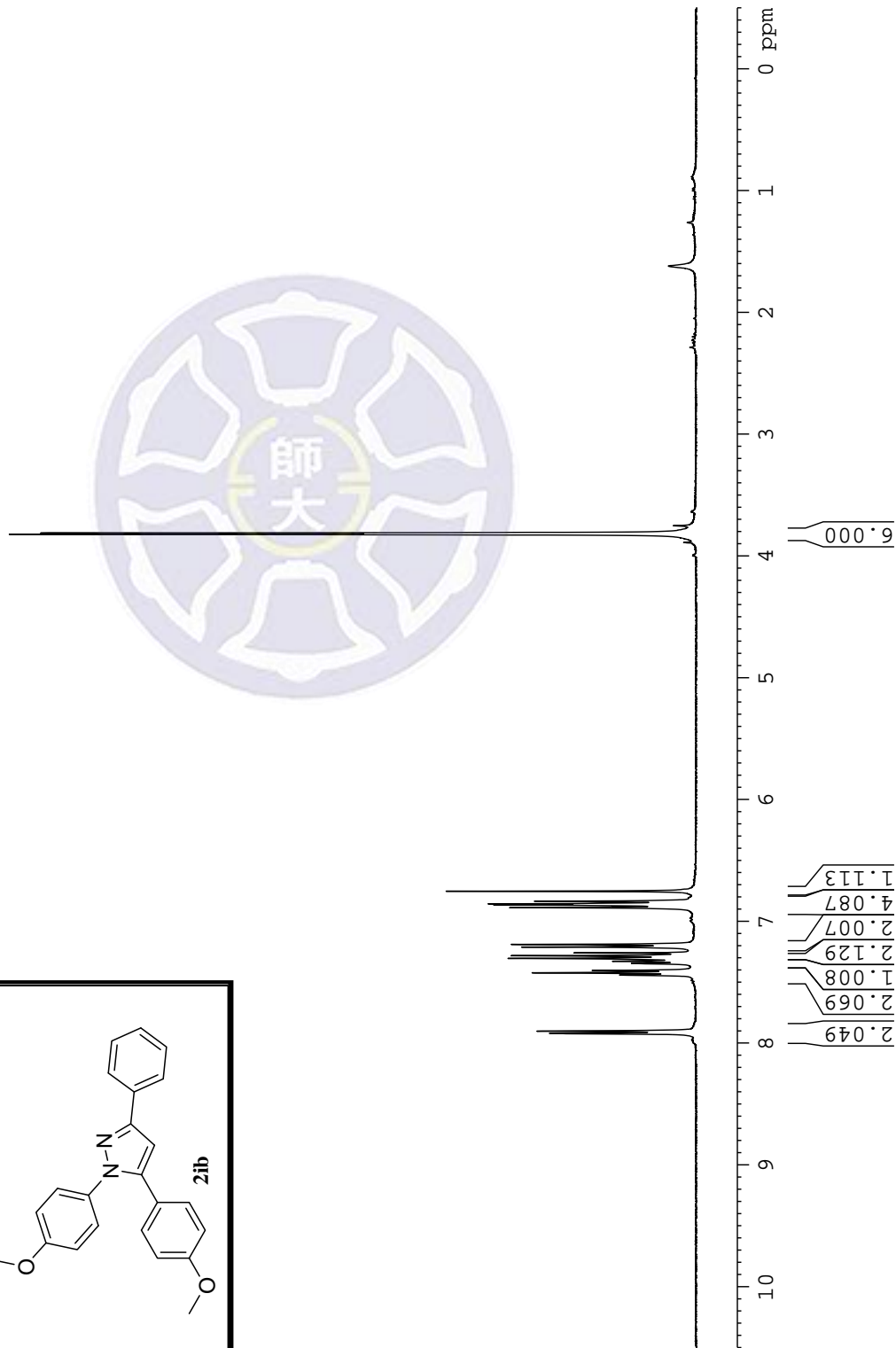
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127727 MHz
 WIDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1H of 1,5-bis(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-1H-pyrazole

7.9199
7.9019
7.4415
7.4229
7.4039
7.3464
7.3282
7.3051
7.2827
7.2601
7.2114
7.1896
6.8879
6.8656
6.8571
6.8353
6.7528



3.8222
3.8120



Current Data Parameters
NAME 20140110
EXPNO 7
PROCNO 1

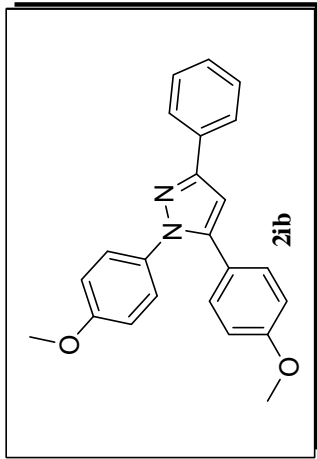
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20140110
Time 16.48
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 8
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 296.4 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.90 usec
PL1 3.00 dB
SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300091 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of 1,5-bis(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-1H-pyrazole

- 159.65
- 158.94
- 151.69
- 144.37
- 133.69
- 133.41
- 130.15
- 128.78
- 128.01
- 126.94
- 125.94
- 123.18
- 114.26
- 114.06
- 104.29
- 77.54
- 77.23
- 76.91
- 55.66
- 55.43



```

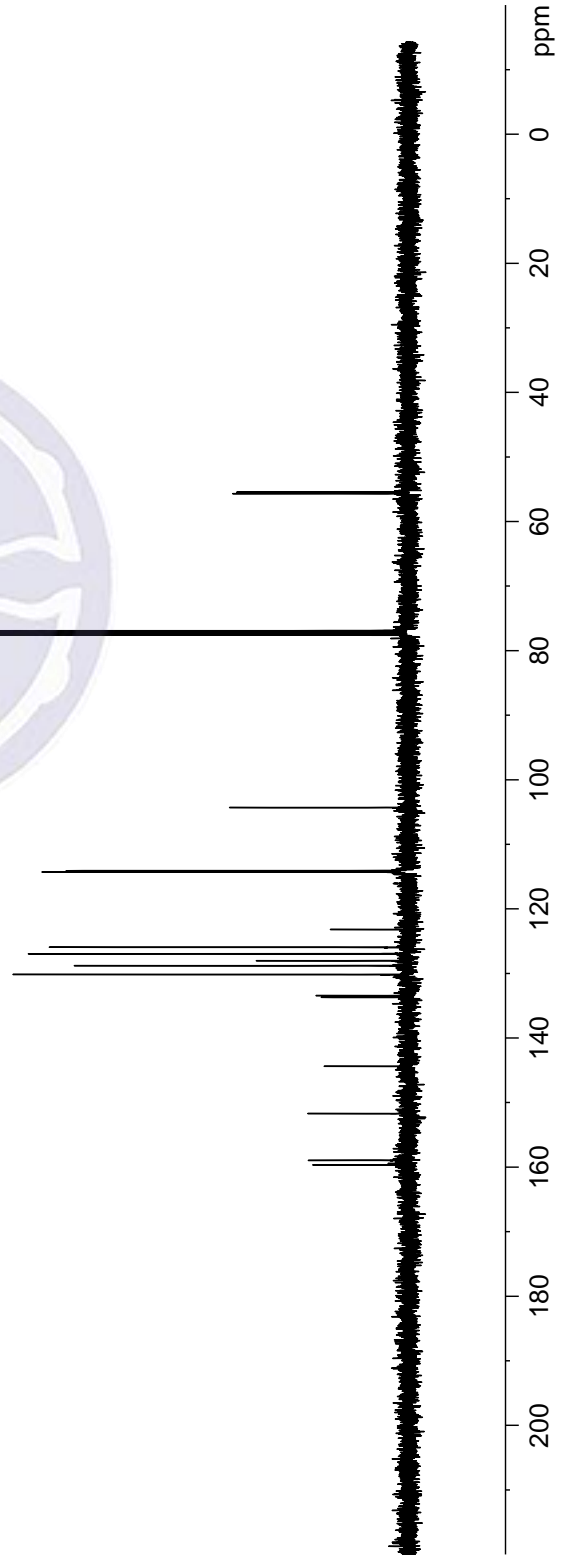
Current Data Parameters
NAME      20131225
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20131225
Time     11:05
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       77
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       5792.6
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       296.3 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       9.40 usec
PL1      7.00 dB
SFO1    100.6233325 MHz

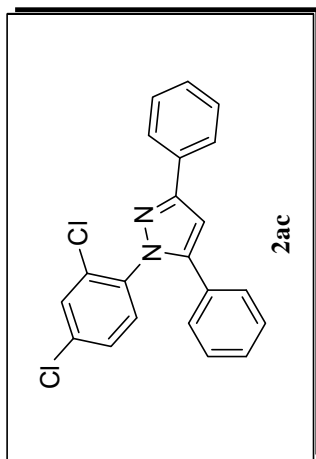
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      3.00 dB
PL12     20.70 dB
PL13     23.70 dB
SFO2    400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF      100.6127528 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of 1-(2,4-dichlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

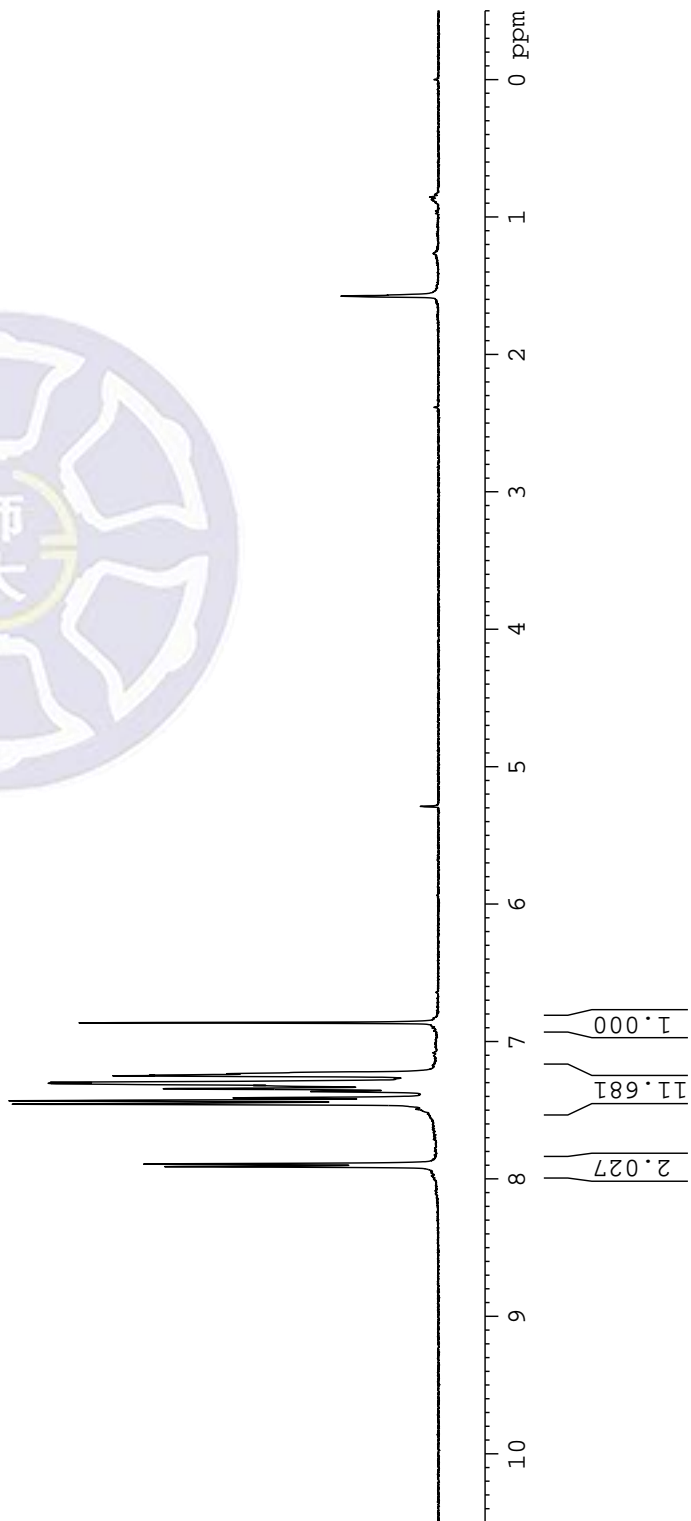
7.9102
7.8910
7.4554
7.4308
7.4101
7.3641
7.3437
7.3206
7.3045
7.2964
7.2493
7.2453
7.2341
6.8638



Current Data Parameters
 NAME 20140220
 EXPNO 1
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140220
 Time 12.43
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 158.74
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.2 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

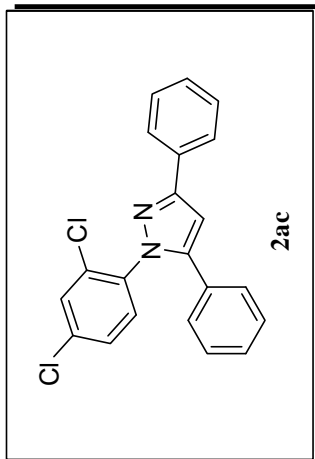
==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300128 MHz
 EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of 1-(2,4-dichlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

153.00
146.62
137.18
135.66
133.55
133.04
131.04
130.54
130.14
128.90
128.81
128.74
128.42
128.16
128.10
126.14
104.15



```

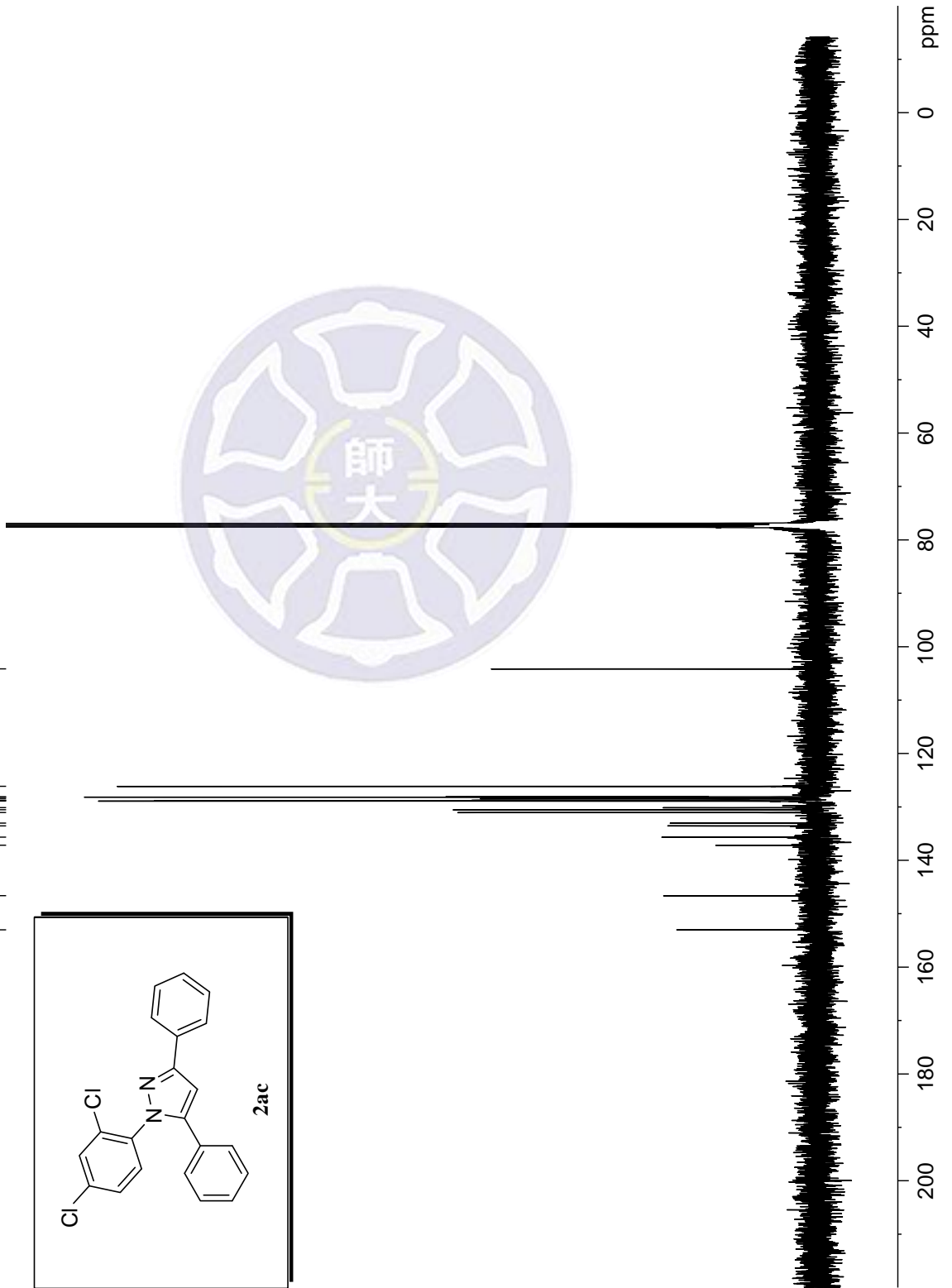
Current Data Parameters
NAME      20140826
EXPNO     2
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20140826
Time      12.12
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         1037
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         8192
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         300.4 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

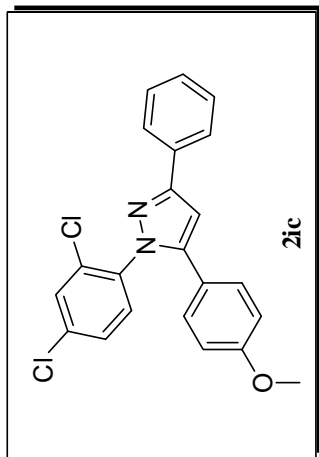
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127455 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



13C of 1-(2,4-dichlorophenyl)-5-(4-methoxyphenyl)-3-phenyl-1H-pyrazole



- 159.93
- 152.86
- 146.43
- 137.23
- 135.54
- 133.56
- 133.08
- 131.07
- 130.49
- 129.46
- 128.85
- 128.33
- 128.07
- 126.08
- 122.52
- 114.23
- 103.54

- 77.54
- 77.23
- 76.91
- 55.44

```

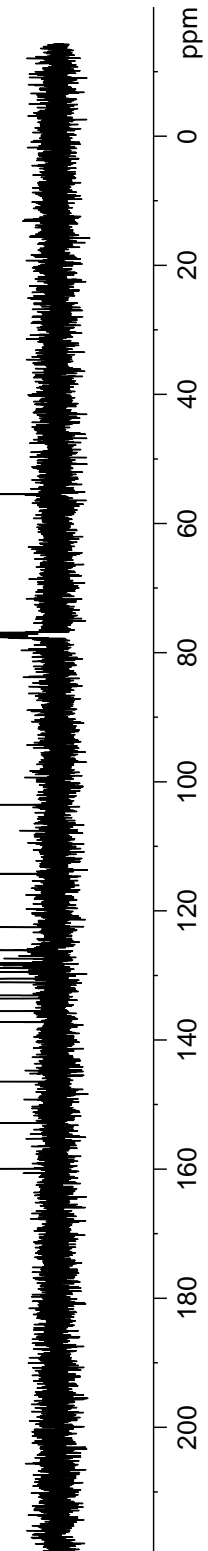
Current Data Parameters
NAME 20141103
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141103
Time 13.42
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 151
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 8192
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 298.4 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PL1 6.70 dB
SFO1 100.6233325 MHz

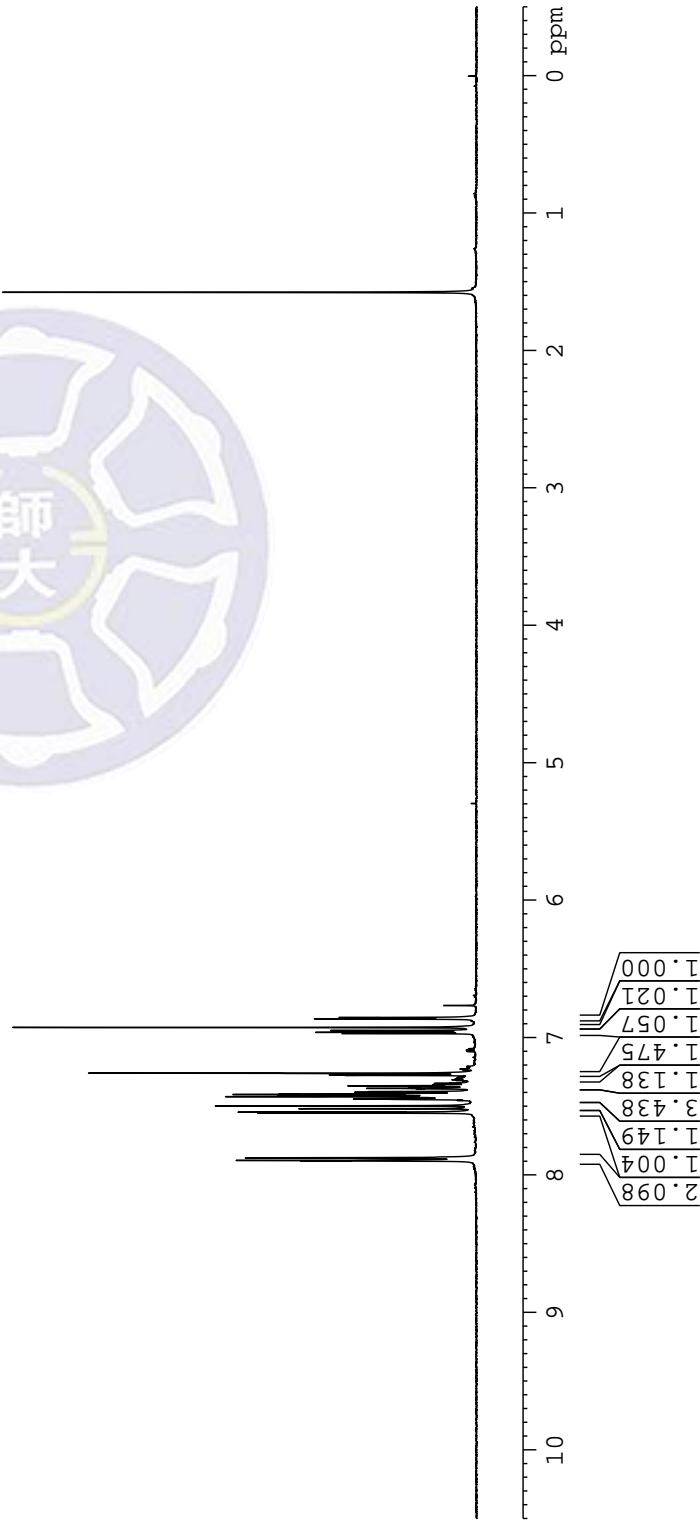
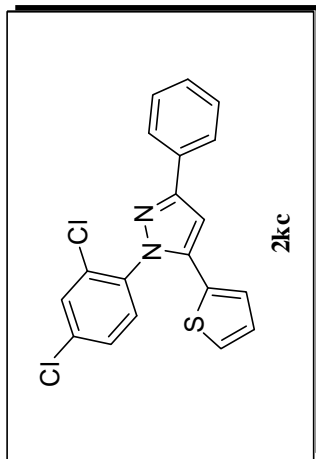
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 90.00 usec
PL2 -5.85 dB
PL12 9.10 dB
PL13 12.10 dB
SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127499 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```



1H of 1-(2,4-dichlorophenyl)-3-phenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole

7.8896
7.8768
7.8768
7.5491
7.5435
7.5181
7.4970
7.4480
7.4440
7.4300
7.4265
7.4196
7.4139
7.4109
7.3986
7.3930
7.3731
7.3700
7.3669
7.3517
7.2751
7.2723
7.2598
6.9708
6.9618
6.9583
6.9489
6.9271
6.8660
6.8631
6.8566
6.8542



Current Data Parameters
 NAME 20140319
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20140319
 Time 14:50
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 8
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 4.01
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.0 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

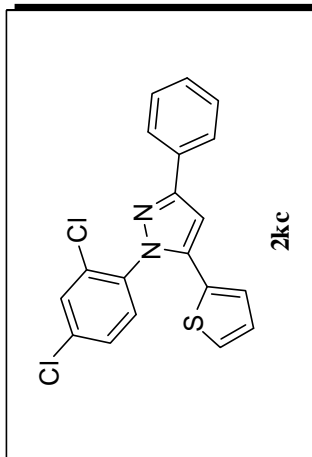
===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300097 MHz
 WDWW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of 1-(2,4-dichlorophenyl)-3-phenyl-5-(thiophen-2-yl)-1H-pyrazole

153.00
140.26
136.69
136.47
134.61
132.73
131.43
130.88
130.54
128.88
128.50
128.24
127.69
126.70
126.55
126.11
103.60

77.53
77.21
76.90



```

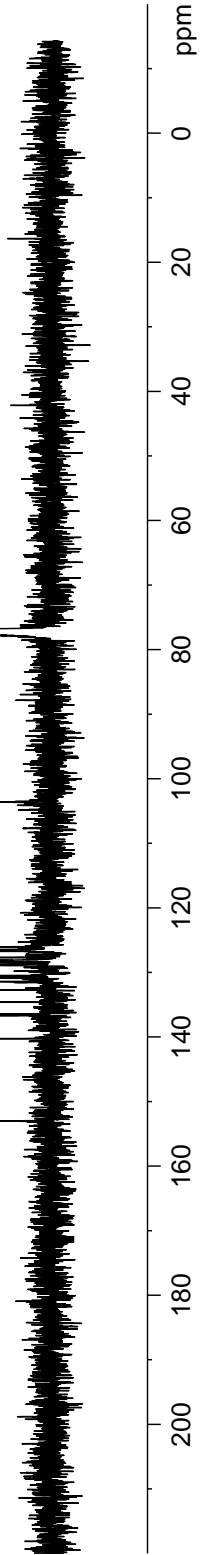
Current Data Parameters
NAME      20140602
EXPNO     2
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20140602
Time      15:38
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         559
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ          0.6815744 sec
RG          198.09
DW          20.800 usec
DE          6.50 usec
TE          298.8 K
D1          2.00000000 sec
D11         0.03000000 sec
TD0         1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

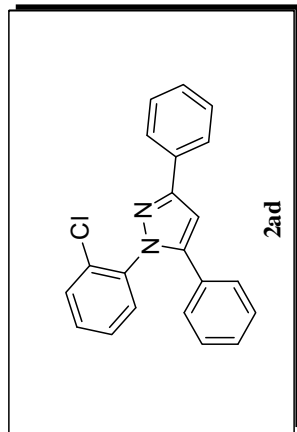
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127490 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of 1-(2-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.9510
7.9329
7.5387
7.5322
7.5263
7.5152
7.4640
7.4615
7.4547
7.4527
7.4428
7.4240
7.3884
7.3733
7.3630
7.3550
7.3369
7.2991
7.2883
7.2809
7.2745
7.2600
6.8925



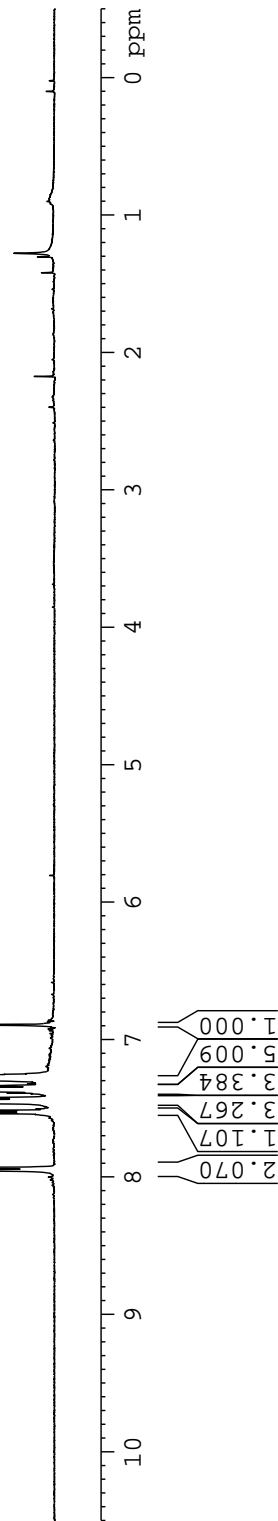
```

Current Data Parameters
NAME      20150108
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150108
Time      16:01
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zg30
TD         32768
SOLVENT   CDC13
NS         4
DS         0
SWH        7246.377 Hz
FIDRES     0.221142 Hz
AQ         2.2609921 sec
RG         114
DW         69.000 usec
DE         6.50 usec
TE         297.9 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

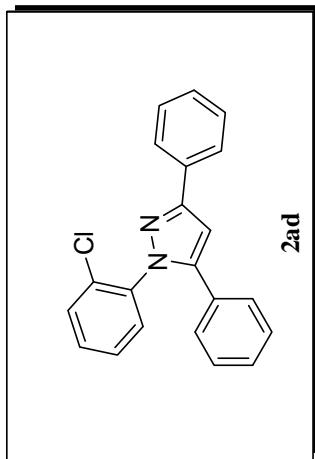
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       1H
P1         15.00 usec
PL1        -5.85 dB
SFO1       400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI         16384
SF         400.1300092 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         0 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



13C of 1-(2-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

- 152.62
- 146.45
- 138.40
- 133.17
- 132.64
- 130.63
- 130.37
- 130.30
- 130.29
- 128.83
- 128.64
- 128.51
- 128.26
- 128.12
- 127.74
- 126.11
- 103.85



```

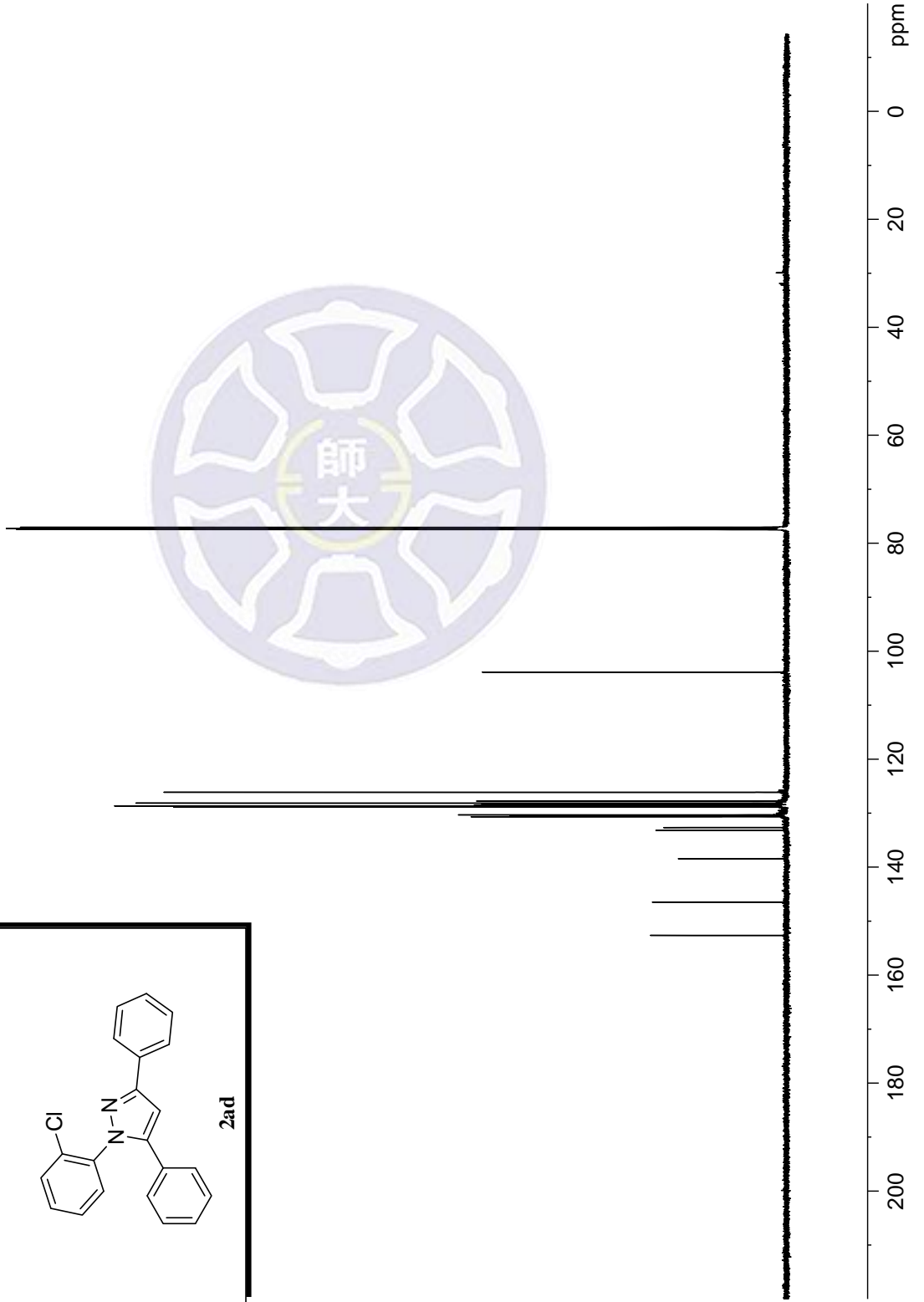
Current Data Parameters
NAME      20150109N
EXPNO     55
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150109
Time      15:07
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PATBO BB-
PULPROG   zgpg30
TD         65536
SOLVENT   CDCl3
NS         400
DS         0
SWH       36057.691 Hz
FIDRES    0.550197 Hz
AQ         0.9087659 sec
RG         2050
DW         13.867 usec
DE         6.50 usec
TE         300.0 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      150.9287115 MHz
NUC1       13C
P1         10.80 usec
PLW1      50.00000000 W

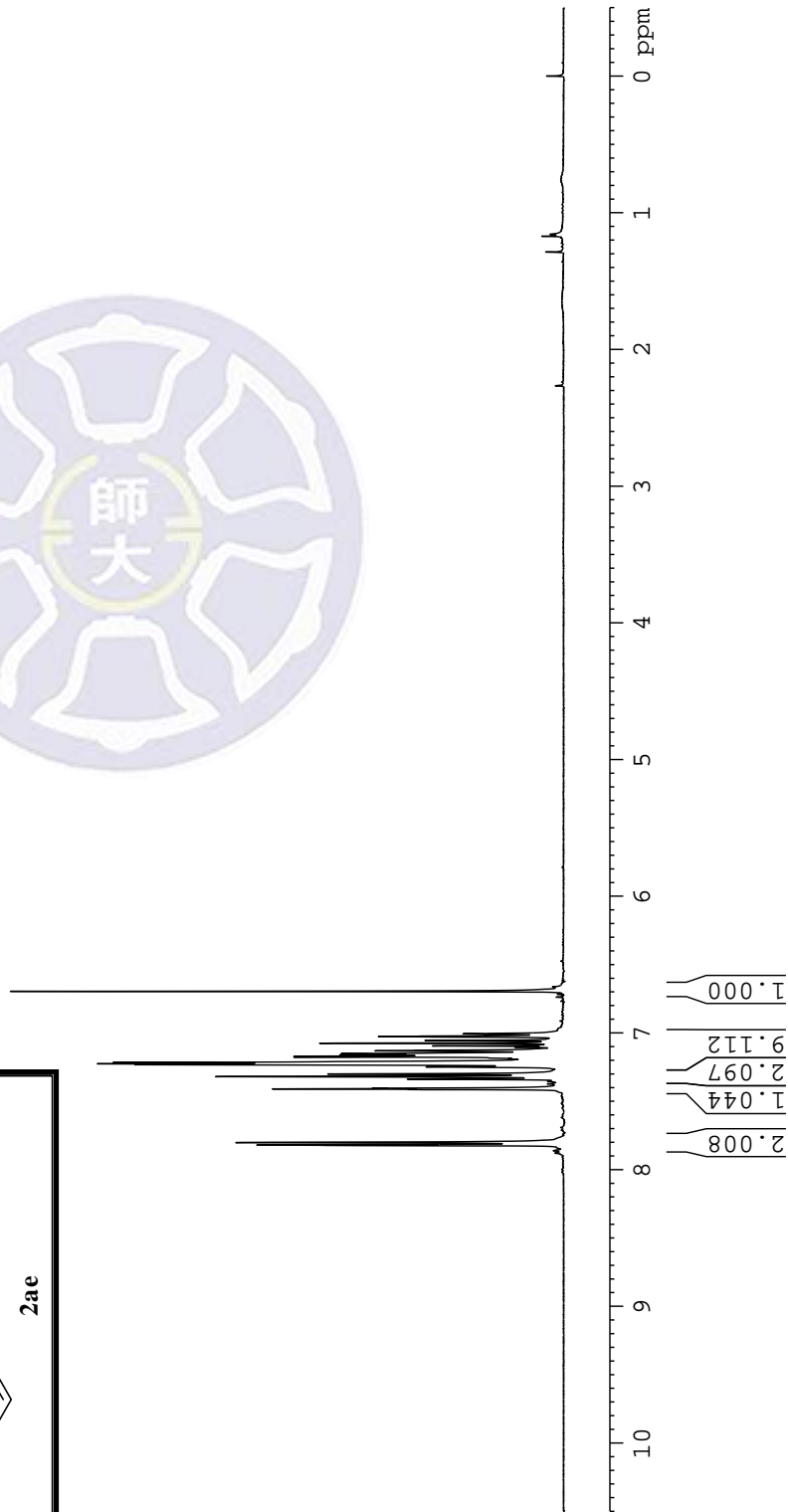
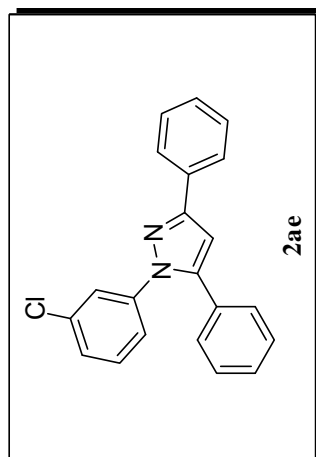
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      600.1724007 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz64
PCPD2     70.00 usec
PLW2      30.00000000 W
PLW12     1.03470004 W
PLW13     0.50700003 W

F2 - Processing parameters
SI         65536
SF         150.9128416 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of 1-(3-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.8190
7.8007
7.4129
7.4086
7.4042
7.3370
7.3188
7.2994
7.2480
7.2314
7.2253
7.2156
7.1753
7.1697
7.1604
7.1505
7.1297
7.0944
7.0746
7.0549
7.0258
7.0059
6.6948



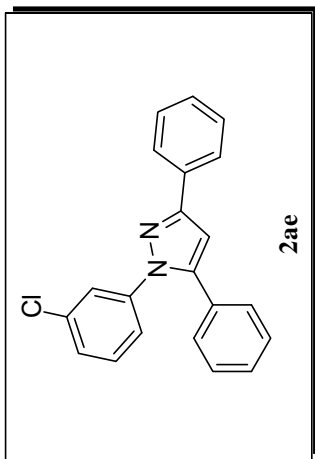
Current Data Parameters
NAME 20150514
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150514
Time 11.32
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 296.1 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 21.45 usec
PL1 -5.85 dB
SFO1 400.1324008 MHz
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300722 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 1-(3-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

152.53
144.68
141.27
134.73
132.94
130.39
129.85
128.91
128.86
128.80
128.78
128.37
127.55
126.01
125.44
123.30
105.90



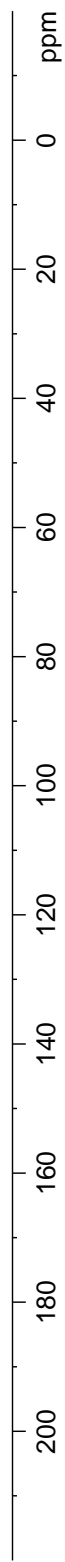
Current Data Parameters
NAME YAO-2015050136
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150514
Time 16:37
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PATBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 160
DS 0
SWH 36057.691 Hz
FIDRES 0.550197 Hz
AQ 0.9087659 sec
RG 2050
DW 13.867 usec
DE 6.50 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 150.9287115 MHz
NUC1 13C
P1 10.80 usec
PLW1 50.00000000 W

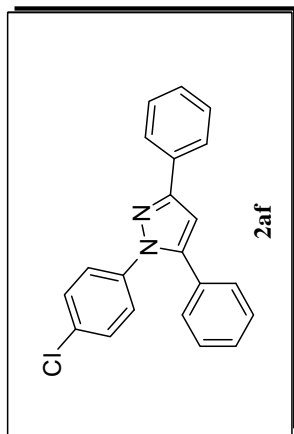
==== CHANNEL f2 =====
SFO2 600.1724007 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz64
PCPD2 70.00 usec
PLW2 30.00000000 W
PLW12 1.03470004 W
PLW13 0.50700003 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 150.9128524 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00



1H of 1-(4-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.9248
7.9049
7.4605
7.4416
7.4223
7.3737
7.3659
7.3579
7.3497
7.3184
7.2977
7.2919
7.2826
7.2737
7.2594
6.8235

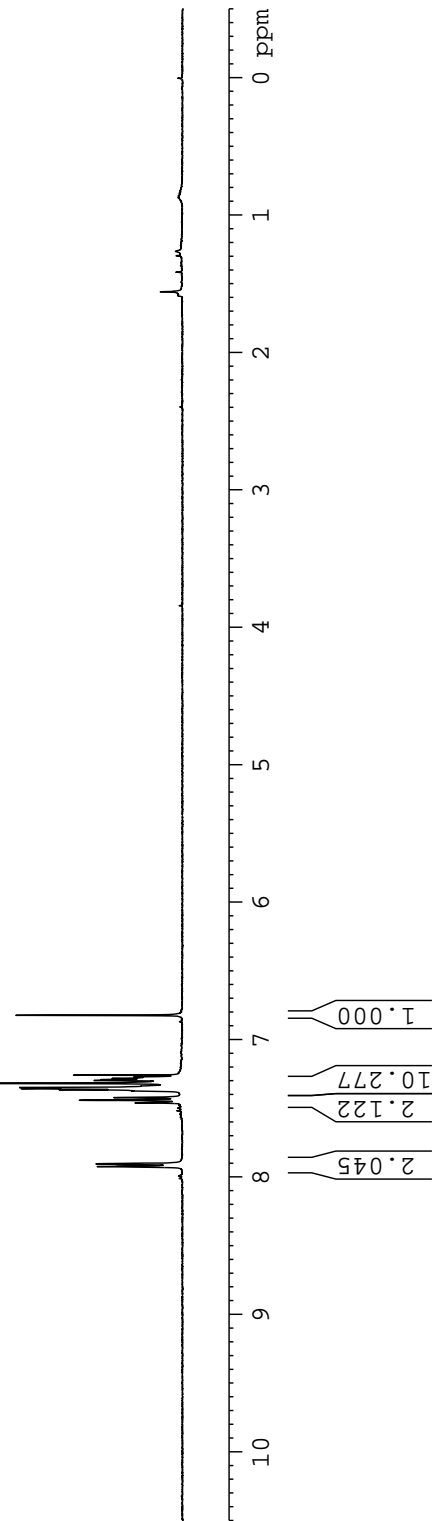


Current Data Parameters
NAME 20150107N
EXPNO 4
PROCNO 1

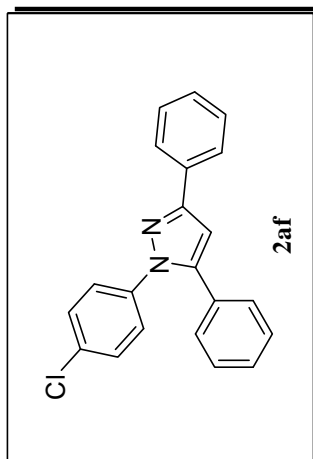
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150107
Time 20:28
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.6 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300095 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of 1-(4-chlorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole



152.47
144.64
138.87
133.21
133.04
130.54
129.24
128.97
128.89
128.85
128.75
128.36
126.50
126.02
105.79

77.55
77.23
76.91

```

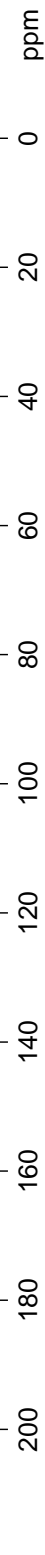
Current Data Parameters
NAME      20141219N
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141219
Time      13.11
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         116
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ          0.6815744 sec
RG          198.09
DW          20.800 usec
DE          6.50 usec
TE          297.6 K
D1          2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

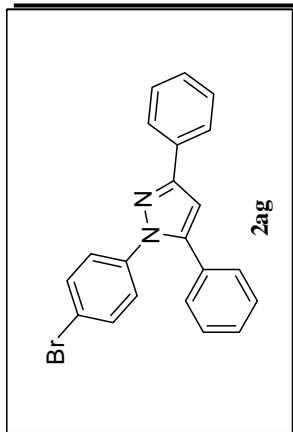
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2      15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127501 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

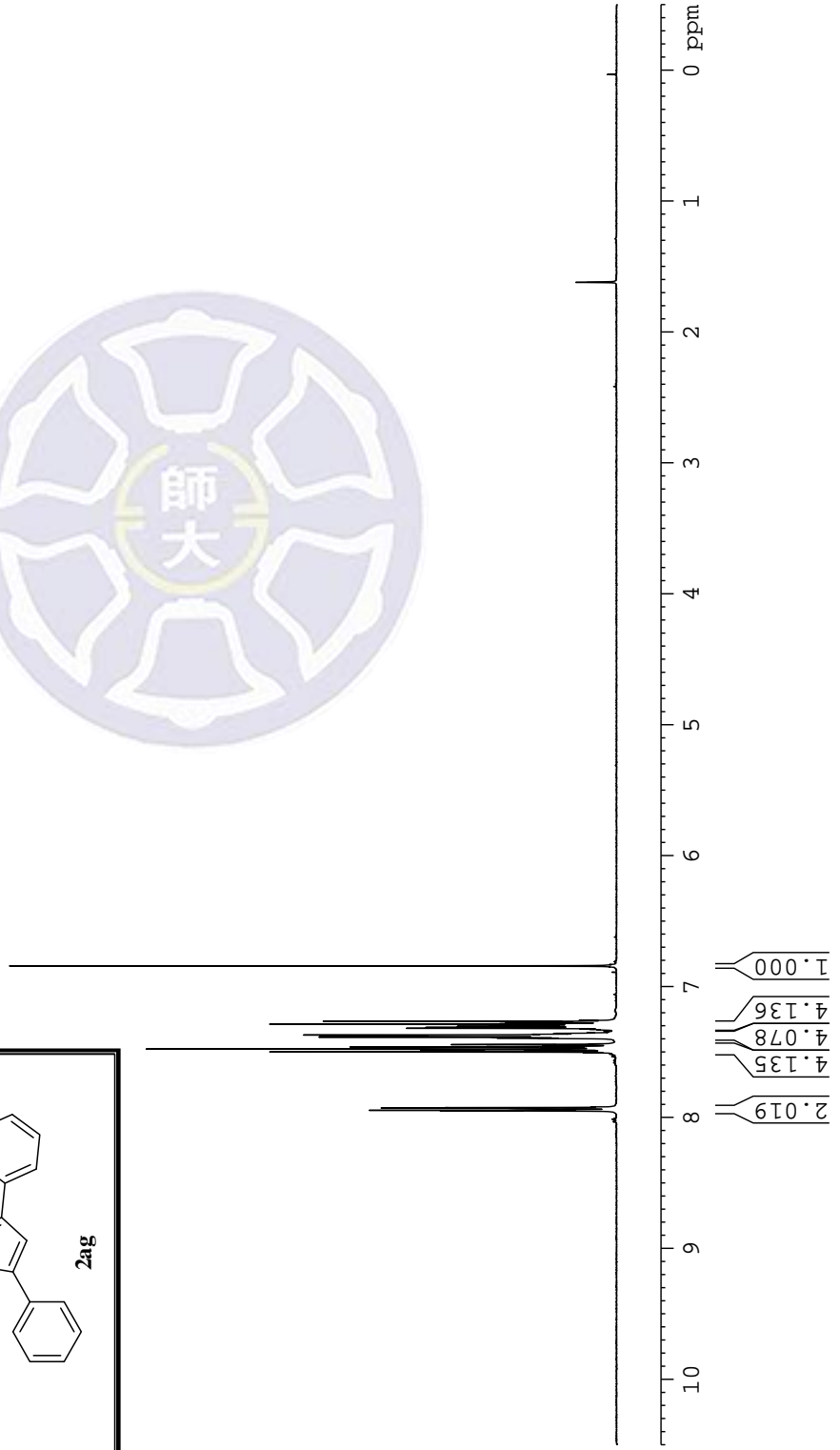


1H of 1-(4-bromophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

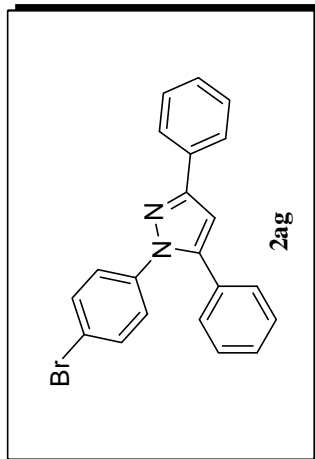
7.4942
7.4826
7.4774
7.4705
7.4621
7.4588
7.4462
7.4430
7.4381
7.3968
7.3938
7.3903
7.3870
7.3794
7.3762
7.3706
7.3647
7.3606
7.3575
7.3542
7.3277
7.3251
7.3188
7.3124
7.3073
7.3036
7.2999
7.2979
7.2949
7.2886
7.2836
7.2755
7.2716
7.2665
7.2595
6.8427



Current Data Parameters
 NAME 20141201N
 EXPNO 1
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20141201
 Time 10.45
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 4.01
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300033 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of 1-(4-bromophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole



152.51
144.61
139.36
133.02
132.20
130.53
128.97
128.89
128.86
128.76
128.36
126.76
126.02
121.13
105.87

77.54
77.23
76.91

```

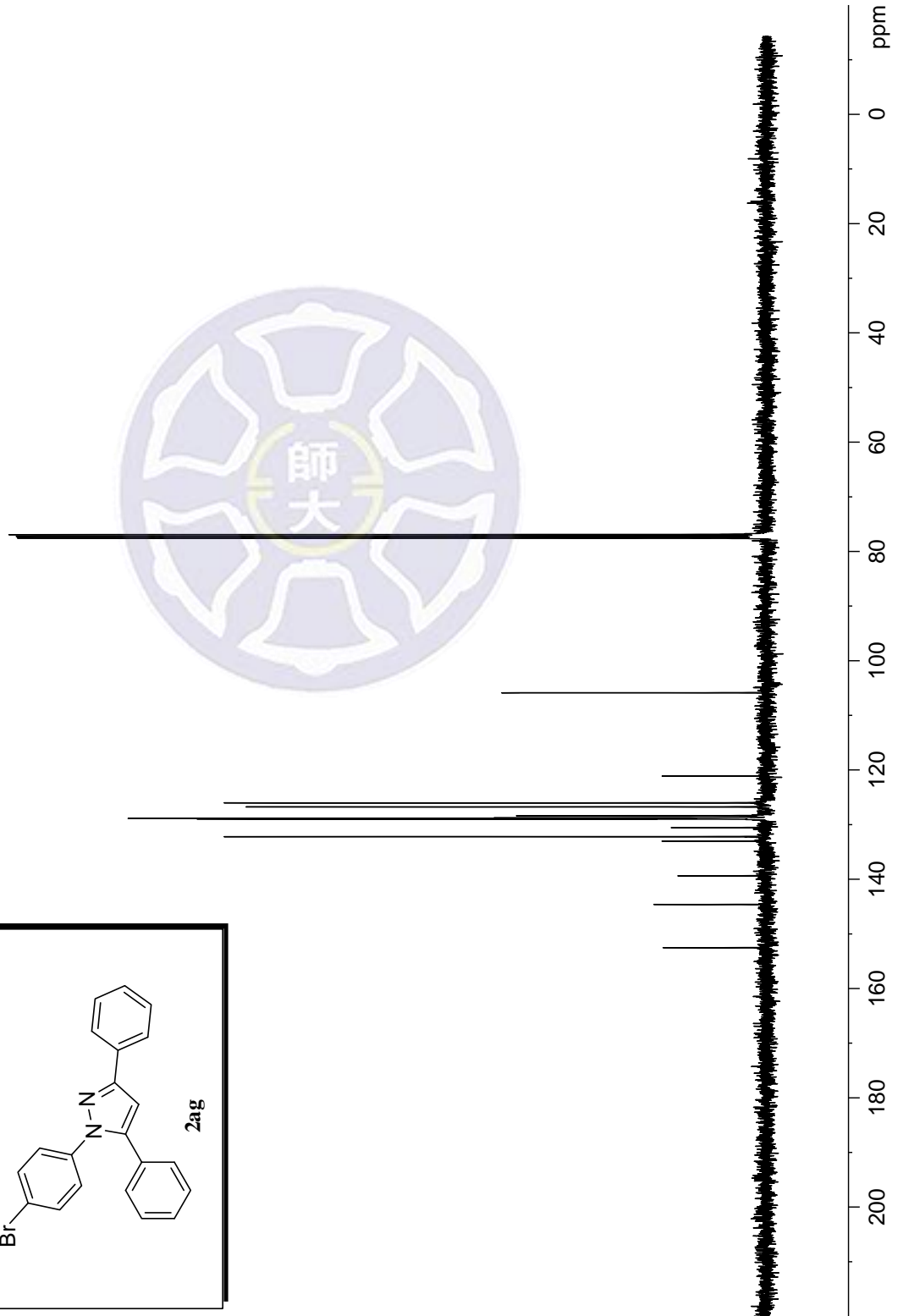
Current Data Parameters
NAME      20141201N
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141201
Time      10.49
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         100
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.0 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1      13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

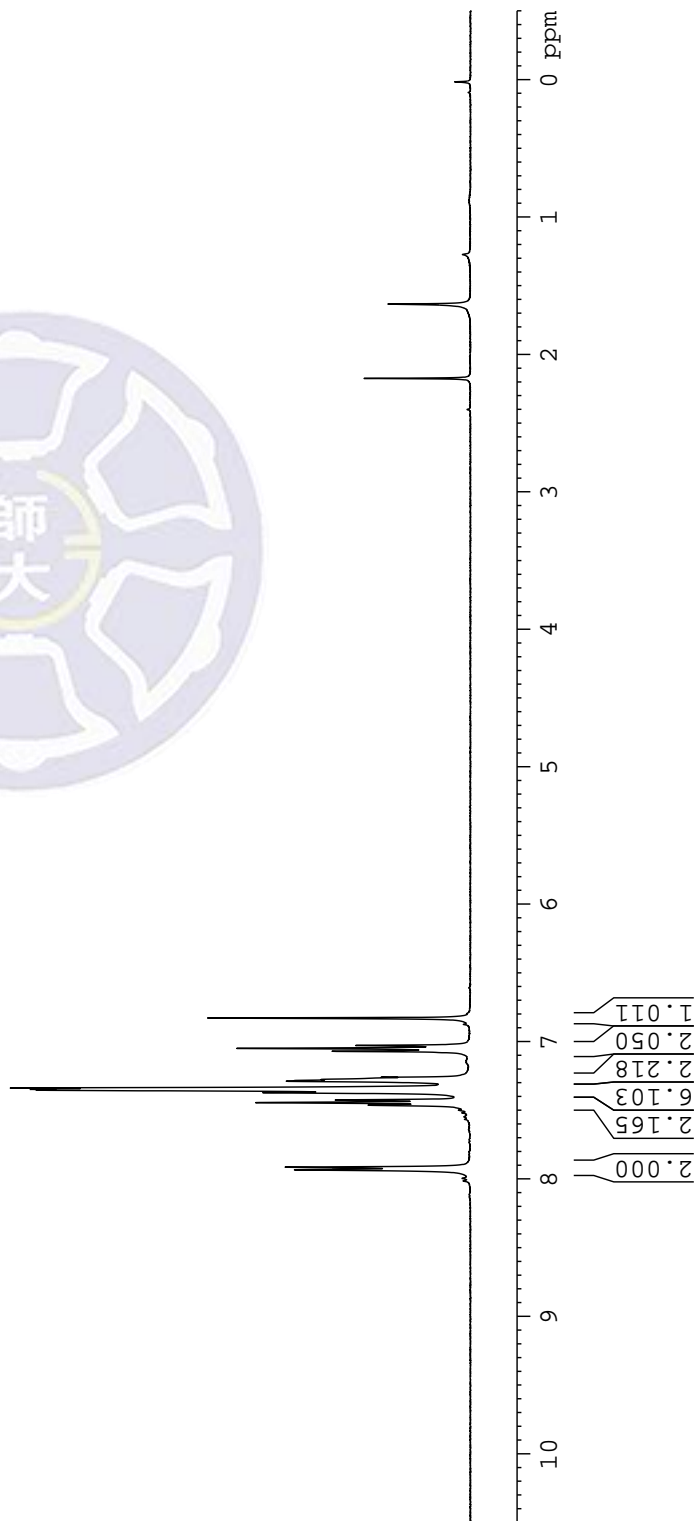
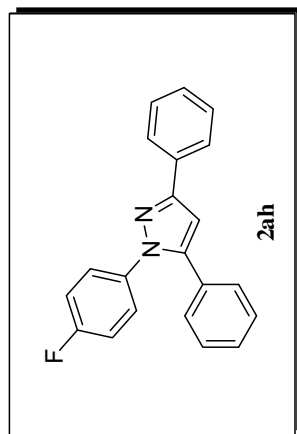
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2      1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2      15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127508 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of 1-(4-fluorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

7.9332
7.9148
7.4632
7.4447
7.4259
7.3719
7.3536
7.3480
7.3379
7.2891
7.2849
7.2762
7.2601
7.0713
7.0501
7.0287
6.8293



Current Data Parameters
NAME 20141219N
EXPNO 6
PROCNO 1

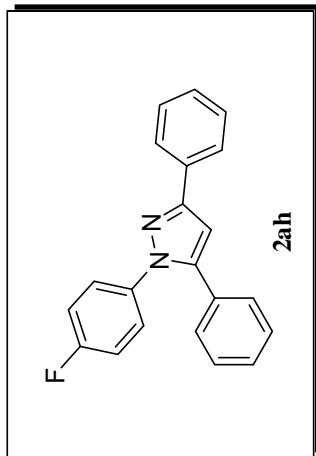
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141219
Time 13.33
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 71.42
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.7 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of 1-(4-fluorophenyl)-3,5-diphenyl-1H-pyrazole

- 163.08
- 160.62
- 152.26
- 144.70
- 136.55
- 136.52
- 133.13
- 130.57
- 128.94
- 128.88
- 128.78
- 128.64
- 128.29
- 127.29
- 127.20
- 126.01
- 116.13
- 115.90
- 105.38



```

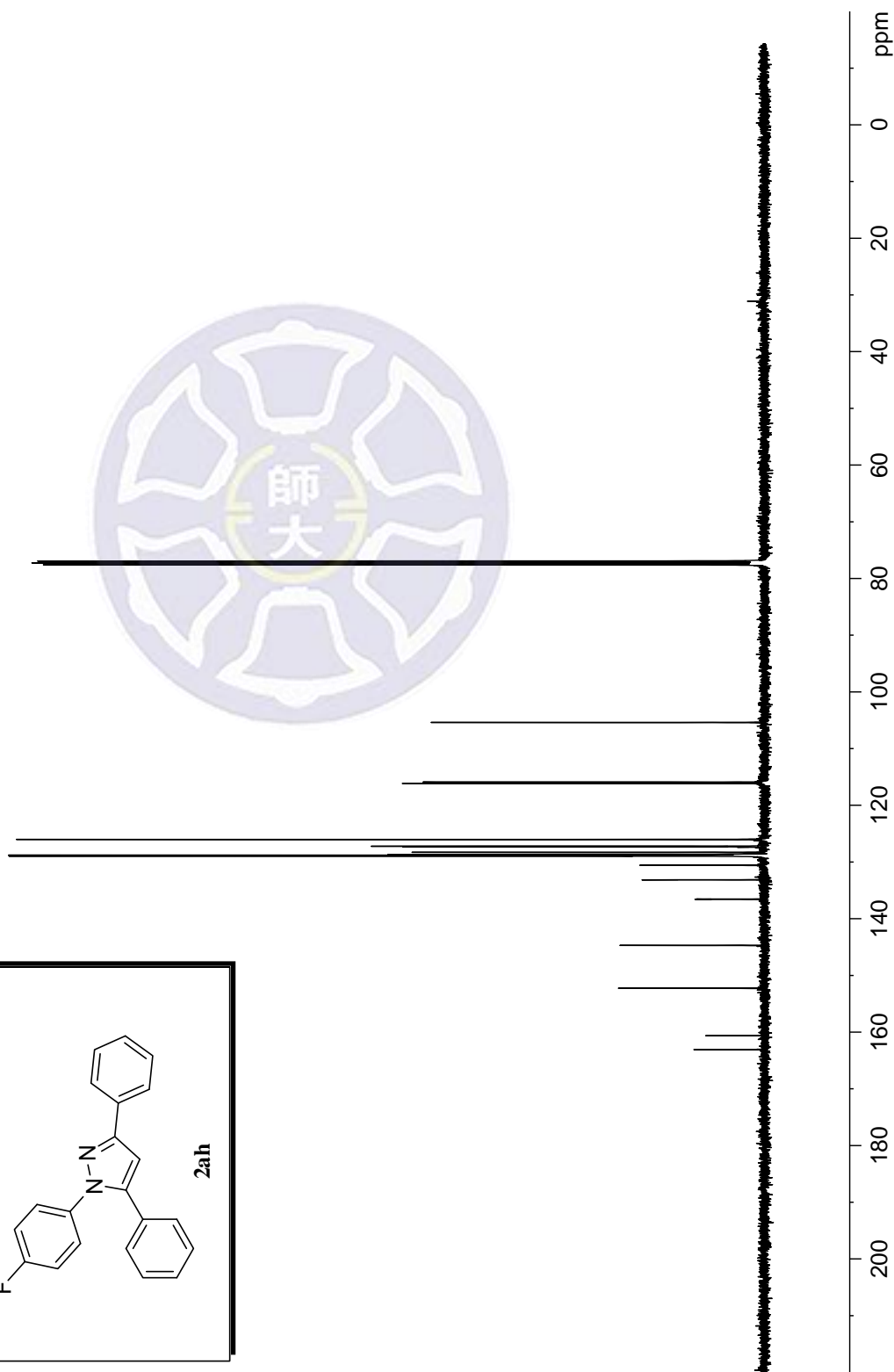
Current Data Parameters
NAME      20141219N
EXPNO     7
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141219
Time      13.34
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         632
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         297.8 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

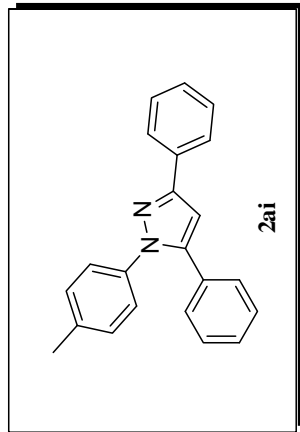
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2      15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127501 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

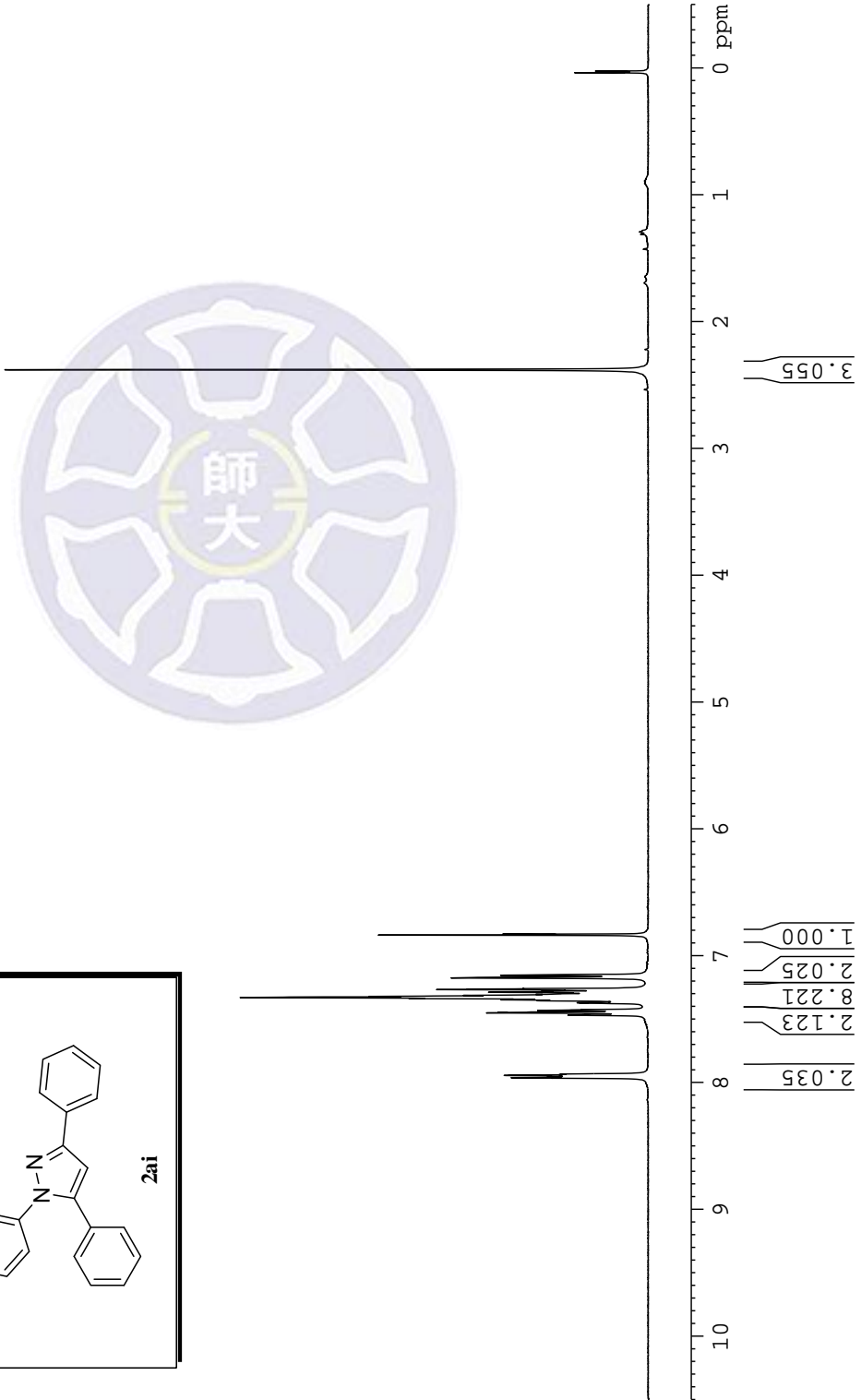


1H of 3,5-diphenyl-1-p-tolyl-1H-pyrazole

7.9450
7.9380
7.9339
7.4696
7.4660
7.4515
7.4488
7.4457
7.4320
7.4250
7.3745
7.3715
7.3678
7.3640
7.3554
7.3487
7.3431
7.3382
7.3304
7.3210
7.3136
7.3058
7.2955
7.2891
7.2806
7.2733
7.2683
7.2632
7.2600
7.1756
7.1549
6.8383
6.8306



2.3813



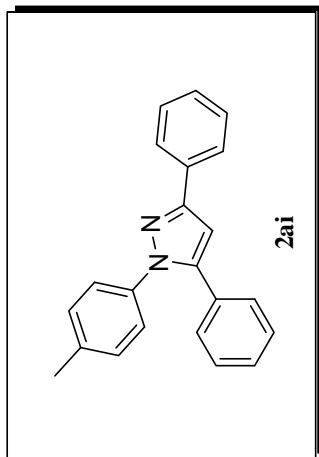
Current Data Parameters
NAME 20141215N
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141215
Time 10.47
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 63.58
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.3 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300082 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

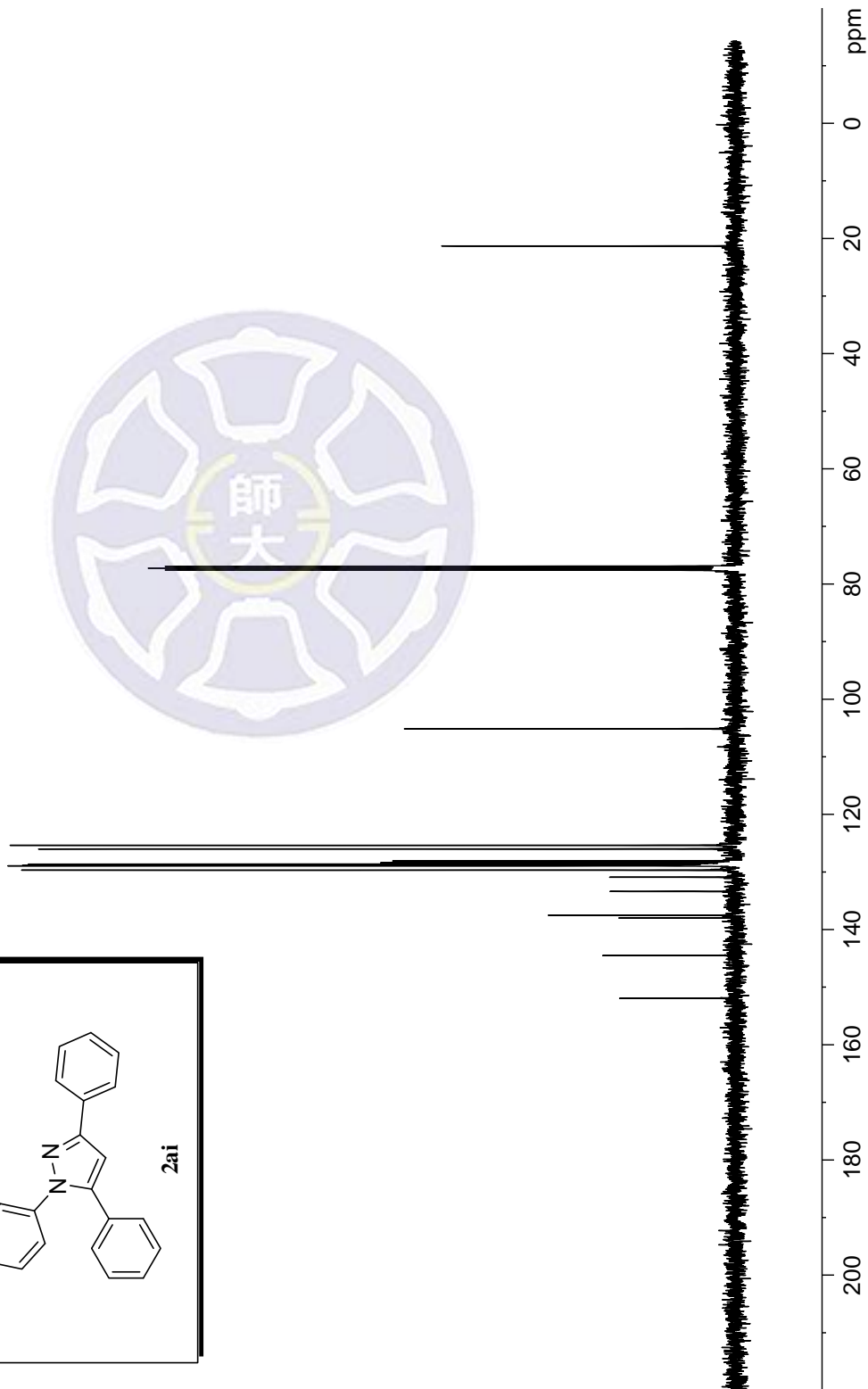
13C of 3,5-diphenyl-1-p-tolyl-1H-pyrazole



151.93
144.48
137.97
137.51
133.37
130.90
129.68
128.92
128.81
128.62
128.38
128.09
125.99
125.36
105.12

77.55
77.23
76.91

21.29



Current Data Parameters
NAME 20141215N
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141215
Time 10:52
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 100
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.8 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

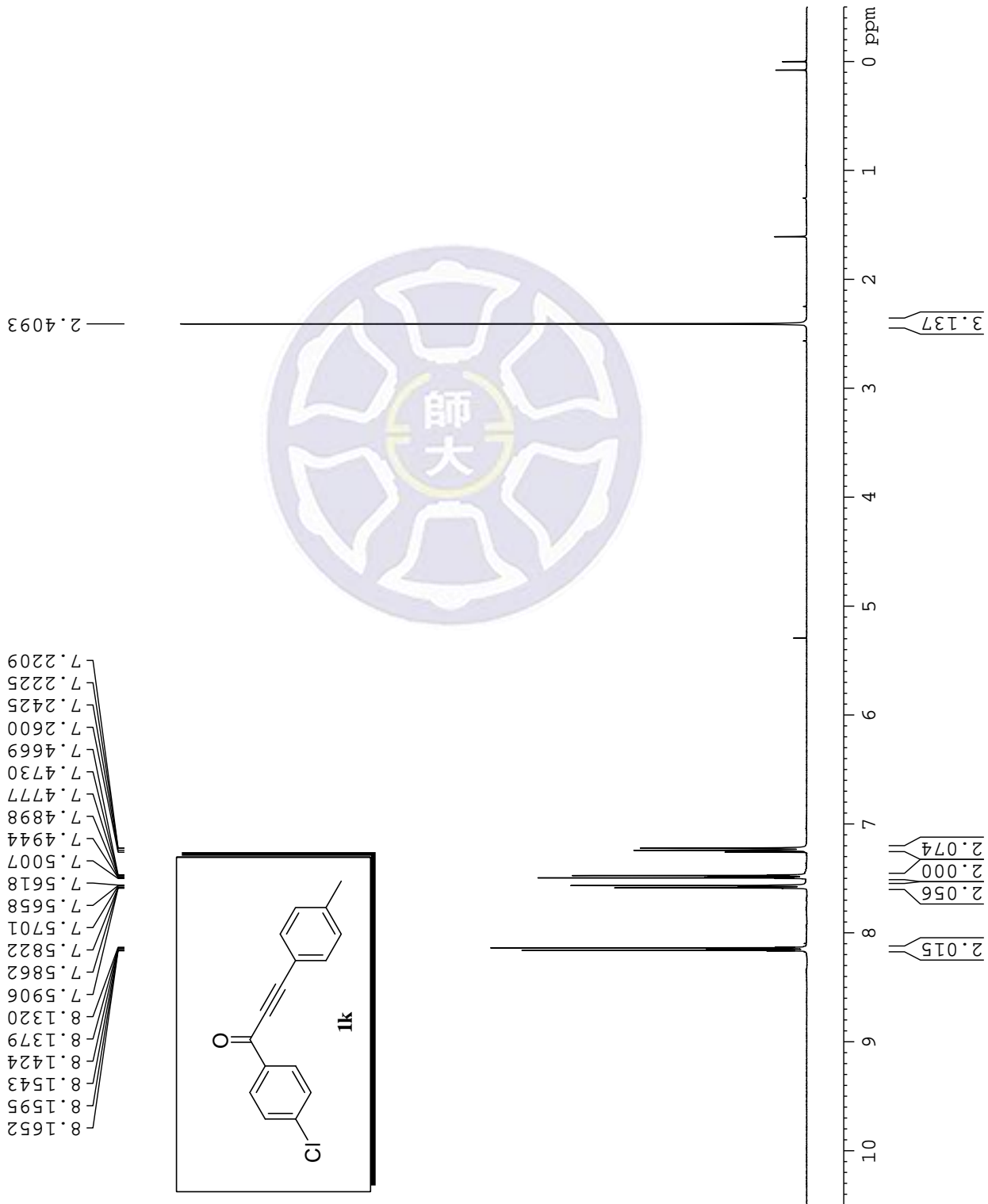
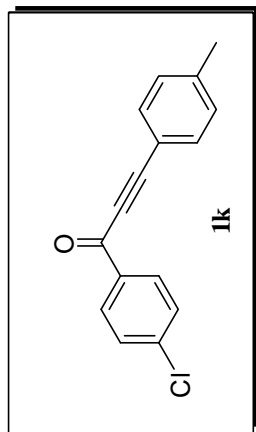
F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127523 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 2.00 Hz
GB 0
PC 1.00

參、萘並衍生物之合成



1H of 1-(4-chlorophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one

7.2209
7.2225
7.2225
7.2425
7.2600
7.4669
7.4730
7.4777
7.4898
7.4944
7.5007
7.518
7.518
7.5658
7.5658
7.5701
7.5822
7.5822
7.5862
7.5906
7.5906
8.1320
8.1320
8.1379
8.1424
8.1424
8.1543
8.1595
8.1595
8.1652



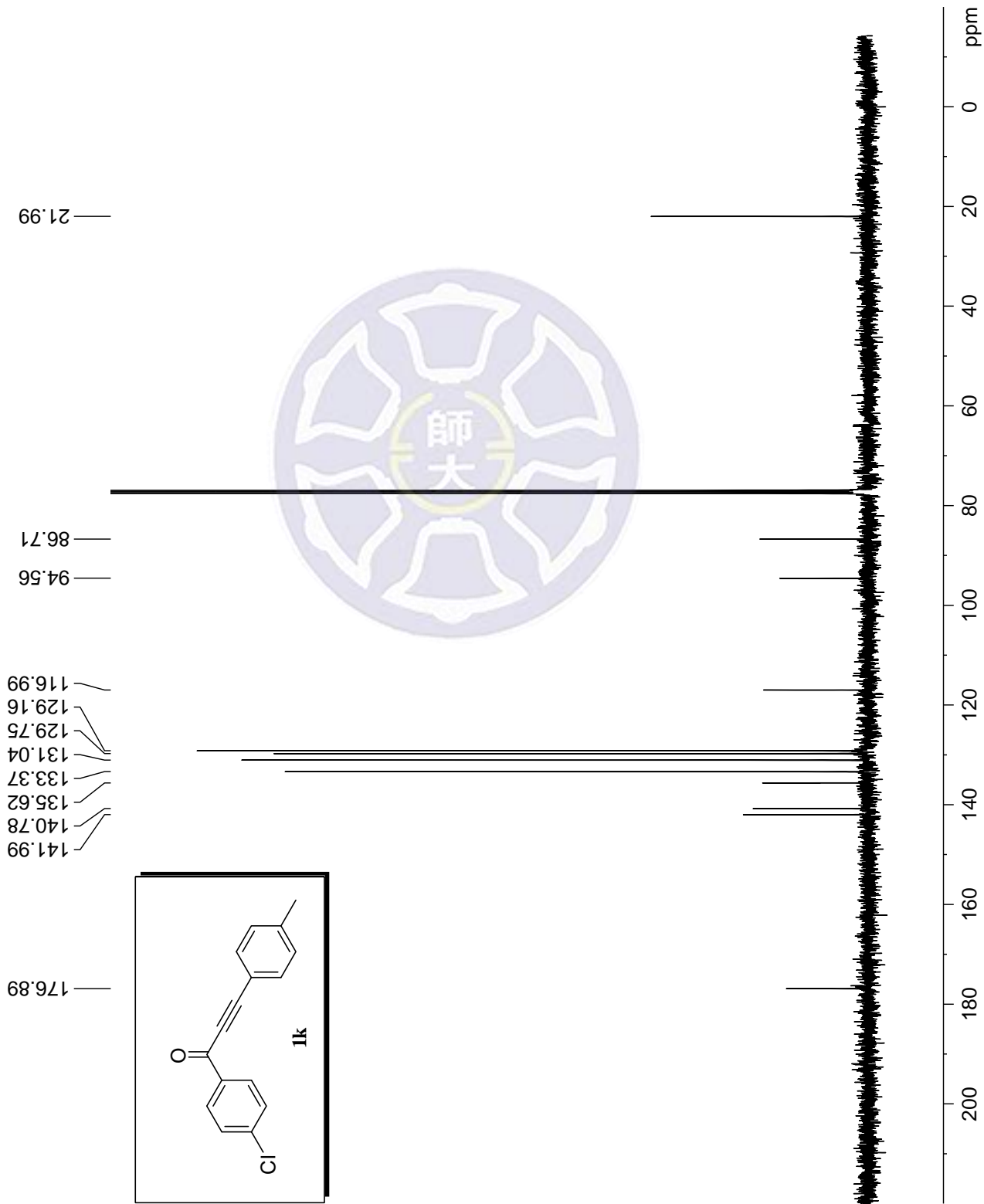
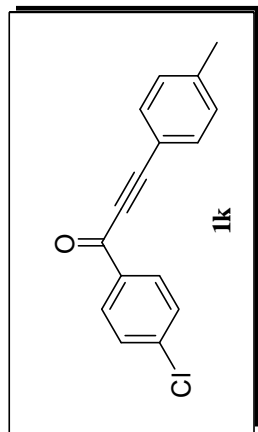
Current Data Parameters
NAME 20150424N
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150424
Time 14.14
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 2
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 89.08
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.1 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300093 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of 1-(4-chlorophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one



```

Current Data Parameters
NAME      20150424N
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150424
Time     14.14
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       80
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       298.2 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

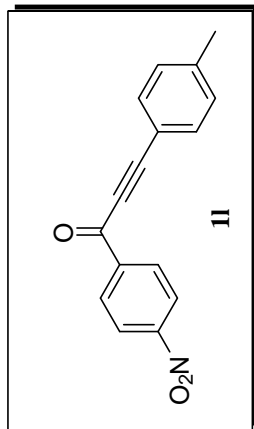
===== CHANNEL f1 =====
SFO1     100.6233319 MHz
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PLW1     46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2     400.1316005 MHz
NUC2     1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2    90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12    0.34252000 W
PLW13    0.27744001 W

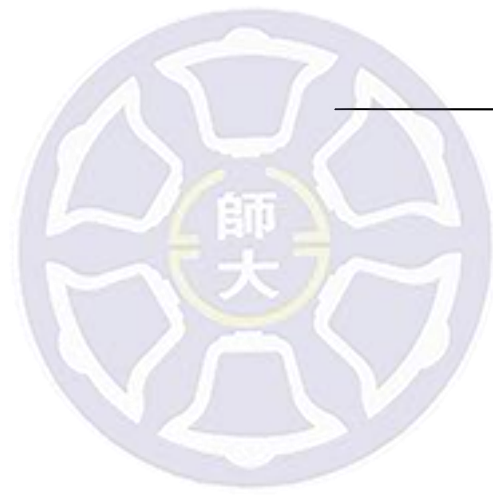
F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127493 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       2.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

1H of 1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one

8.3584
7.6083
7.5881
7.2654
7.2596
7.2454



2.4222

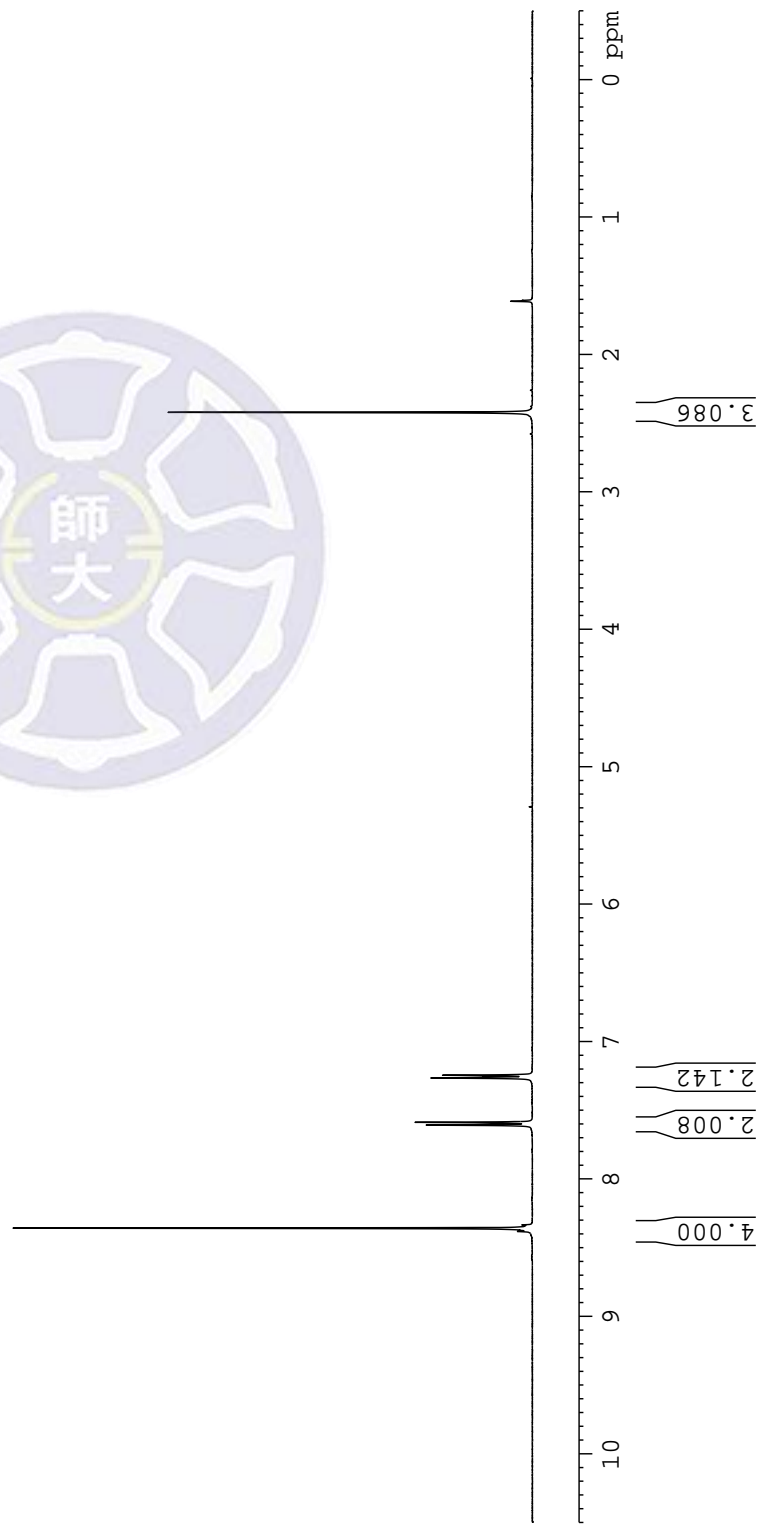


Current Data Parameters
NAME 20150102N
EXPNO 6
PROCNO 1

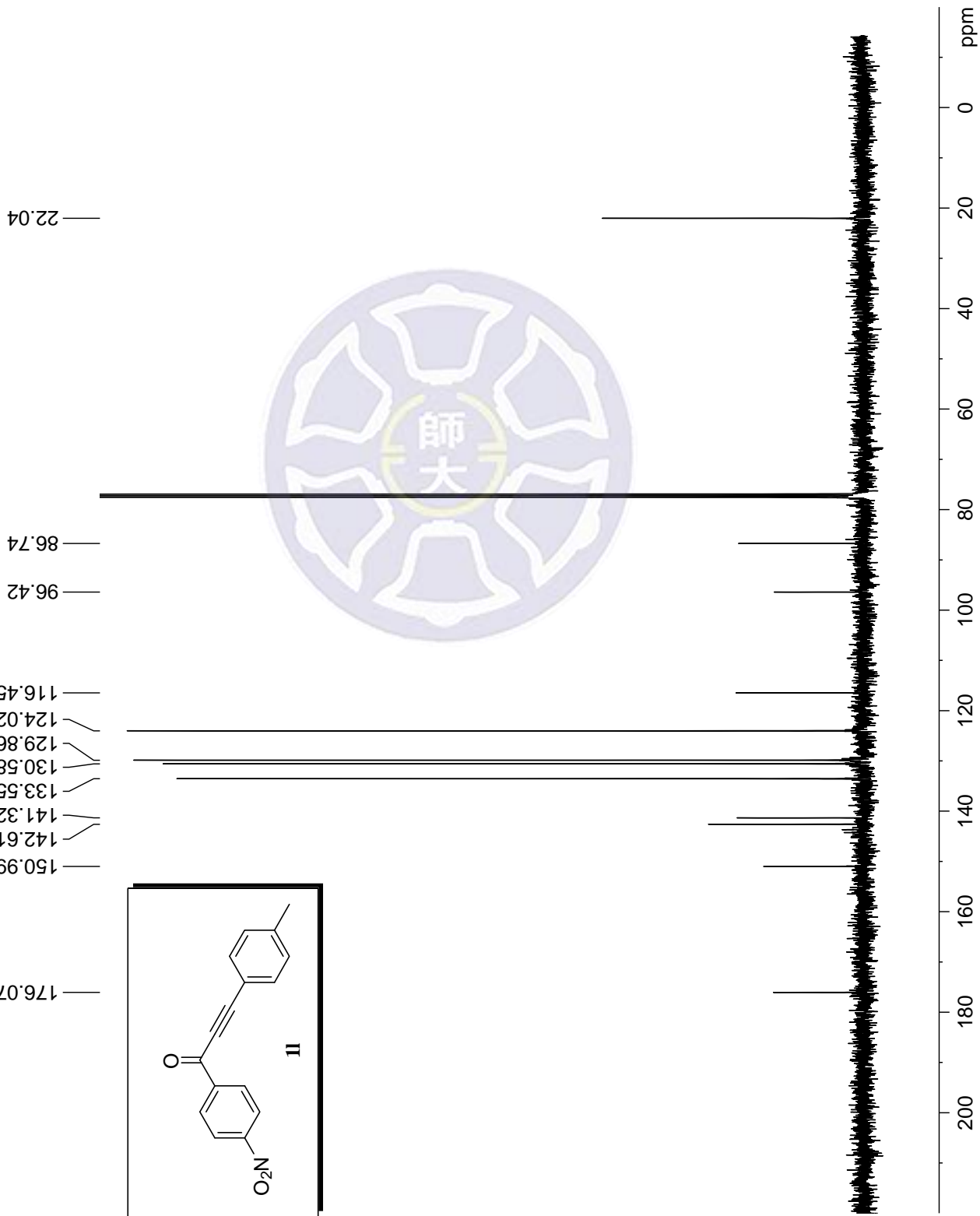
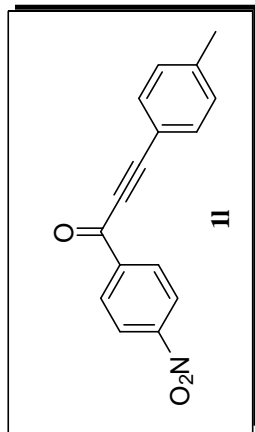
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150102
Time 14.26
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 89.08
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.4 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300096 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



13C of 1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-yn-1-one



```

Current Data Parameters
NAME 20150102N
EXPNO 7
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150102
Time 14.27
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 100
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.4 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

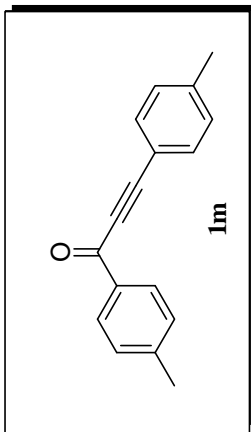
===== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127512 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 2.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```

1H of 1,3-dip-tolylprop-2-yn-1-one

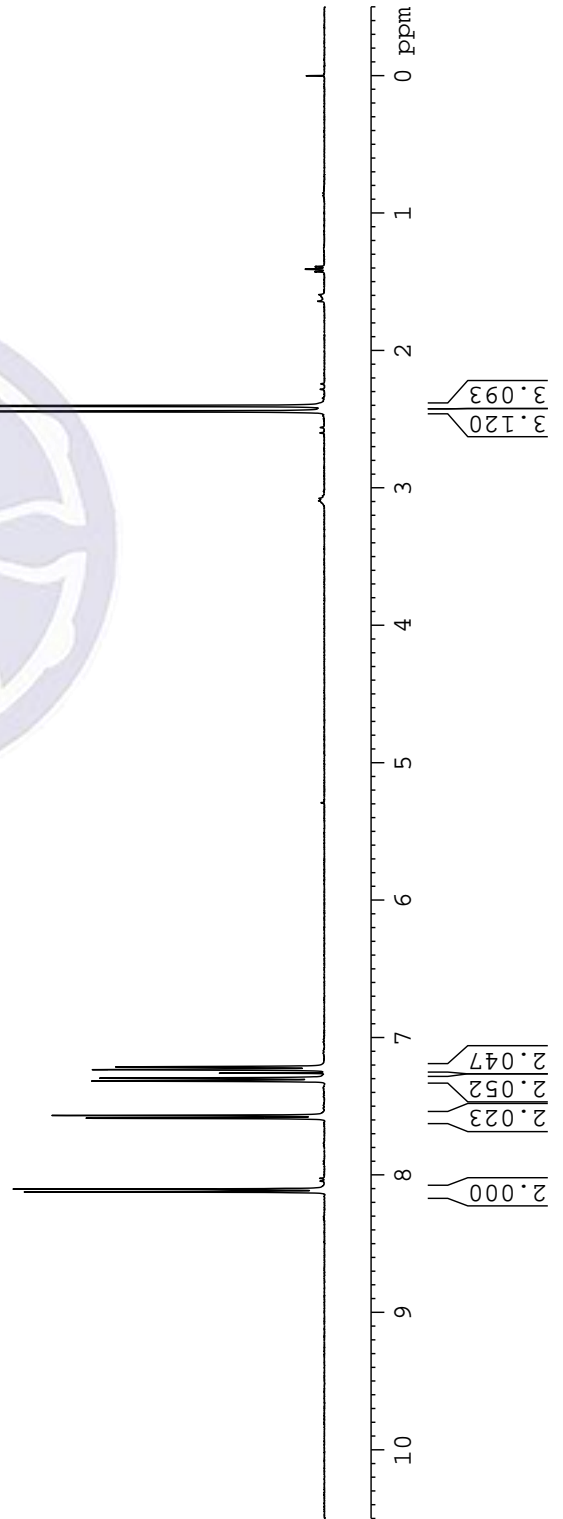
8.1240
8.1035
7.5876
7.5677
7.3162
7.2960
7.2593
7.2340
7.2141



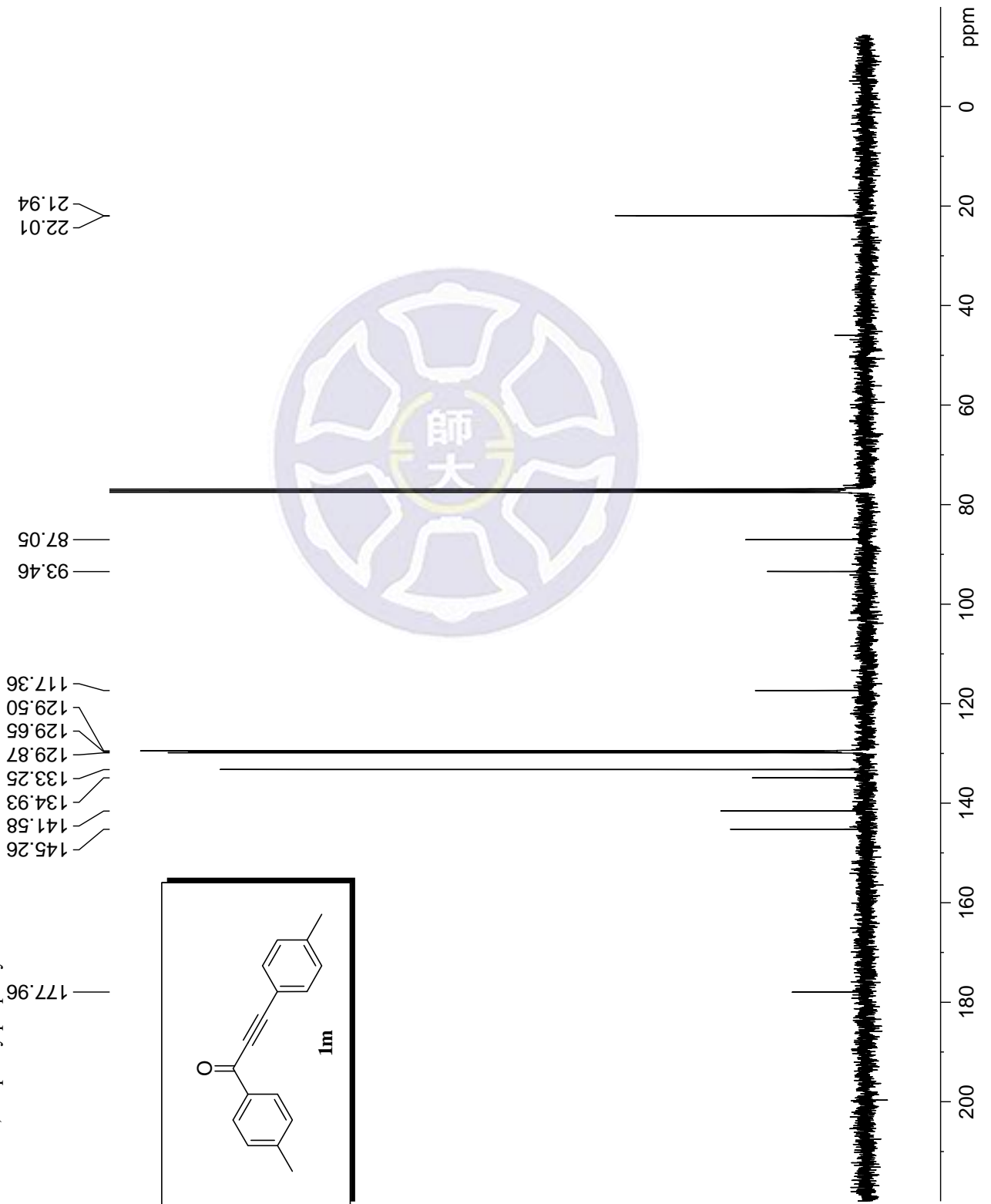
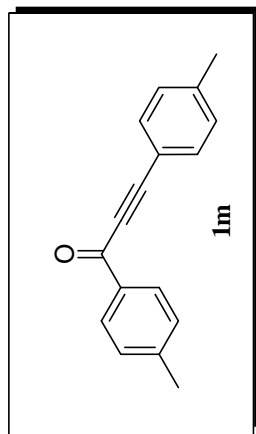
2.4446
2.4050

Current Data Parameters
 NAME 20150206N
 EXPNO 1
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150206
 Time 11.40
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 89.08
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.2 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300095 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of 1,3-dip-tolylprop-2-yn-1-one



Current Data Parameters
 NAME 20150206N
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150206
 Time 11.41
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 153
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 198.09
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 297.2 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

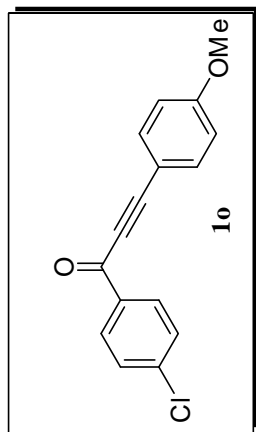
==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 100.6233319 MHz
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
 SFO2 400.1316005 MHz
 NUC2 1H
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 90.00 usec
 PLW2 15.00000000 W
 PLW12 0.34252000 W
 PLW13 0.27744001 W

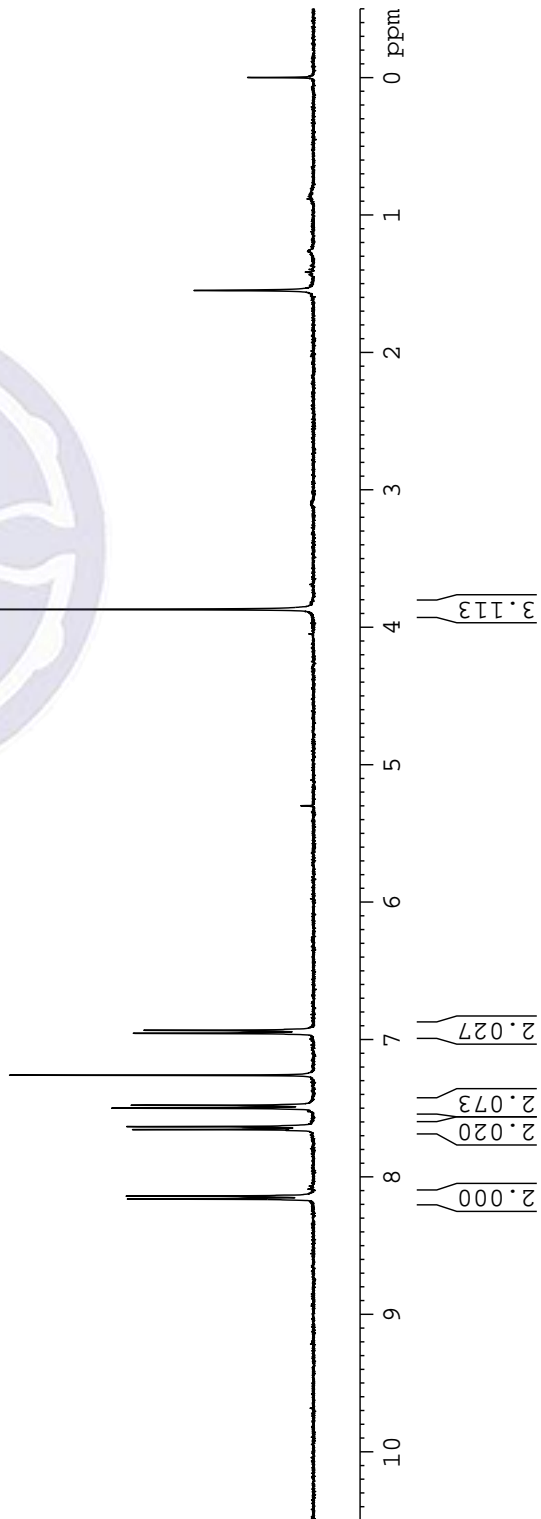
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127512 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 2.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1H of 1-(4-chlorophenyl)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-yn-1-one

8.1608
8.1395
8.1395
7.6551
7.6333
7.4999
7.4786
7.2600
6.9547
6.9327



3.8699

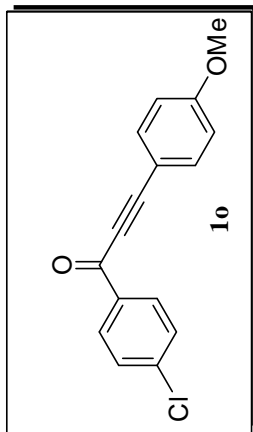


Current Data Parameters
NAME 20150130N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150130
Time 21.48
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.6 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300093 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



- 176.89
- 162.10
- 140.66
- 135.68
- 135.43
- 131.00
- 129.14
- 114.69
- 111.84

- 95.11
- 86.84
- 55.68

```

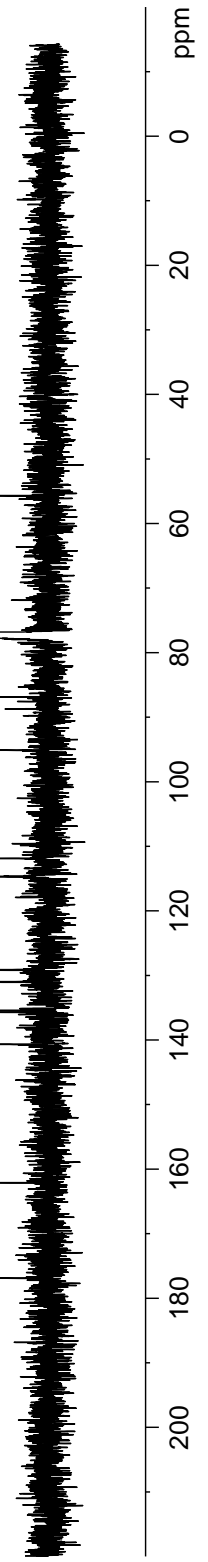
Current Data Parameters
NAME 20150204
EXPNO 5
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150204
Time 18.21
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 401
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 8192
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 295.6 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PL1 6.70 dB
SFO1 100.6233325 MHz

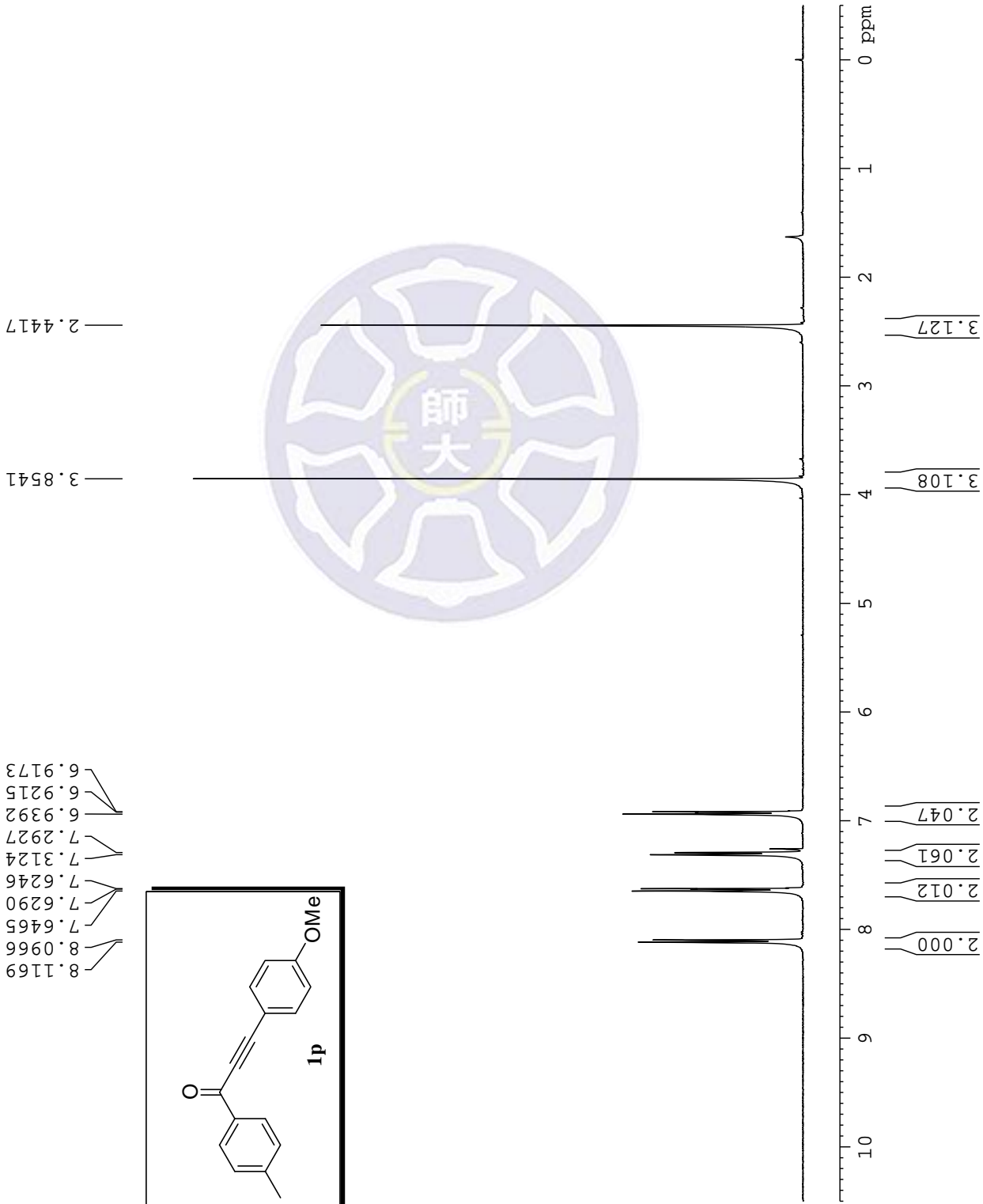
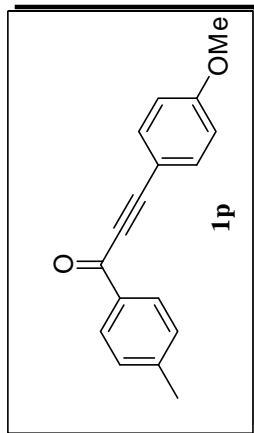
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 90.00 usec
PL2 -5.85 dB
PL12 9.10 dB
PL13 12.10 dB
SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127499 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 2.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```



¹H of 3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-yn-1-one

8.1169
8.0966
7.6465
7.6290
7.6246
7.3124
7.2927
6.9392
6.9215
6.9173



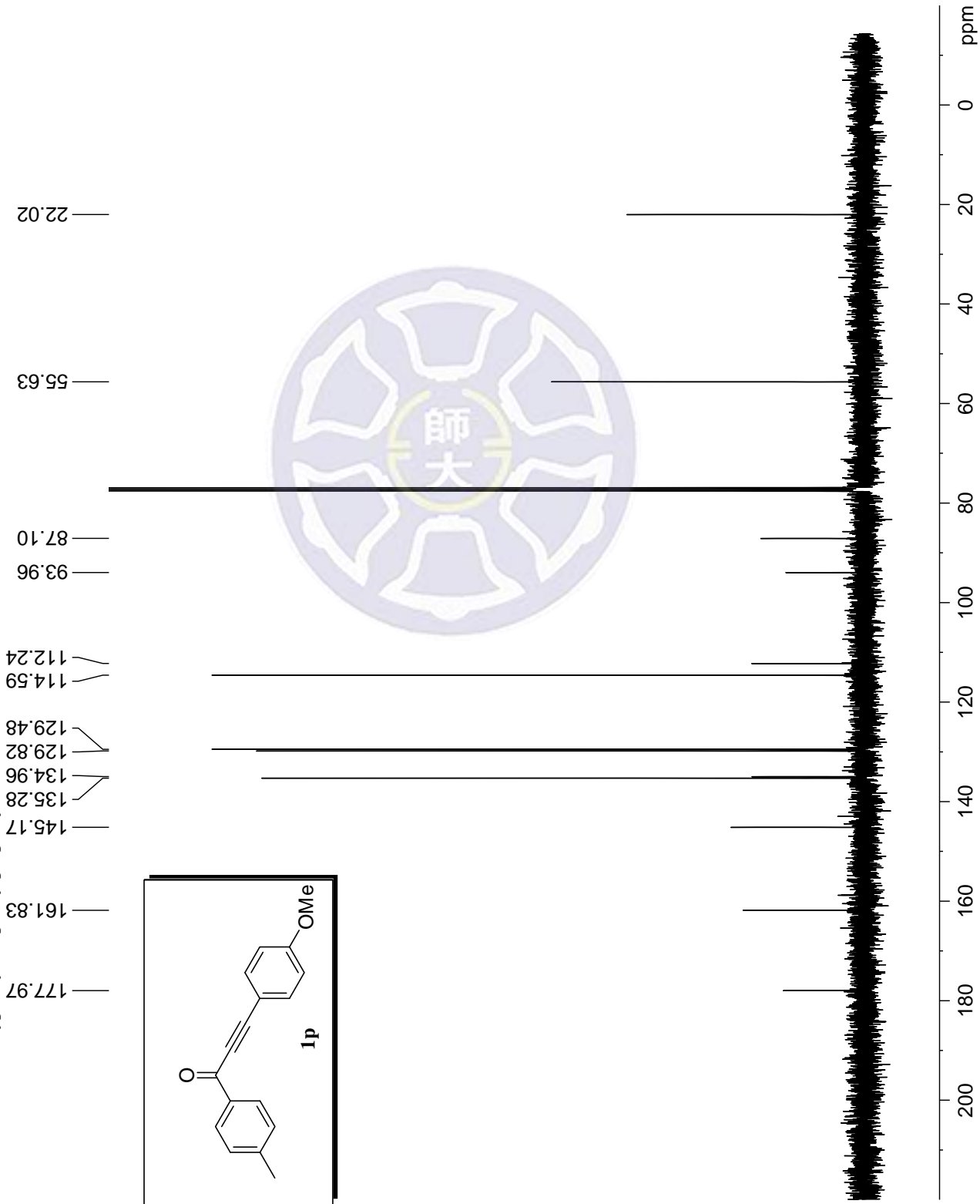
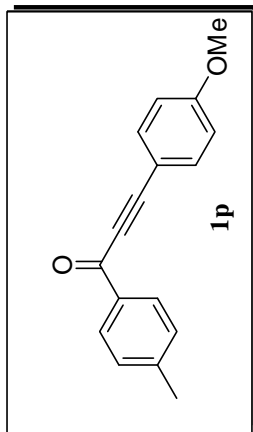
Current Data Parameters
NAME 20150204
EXPNO 6
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150204
Time 18.42
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 181
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 295.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 15.00 usec
PL1 -5.85 dB
SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300091 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-yn-1-one



```

Current Data Parameters
NAME      20150204
EXPNO     7
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150204
Time      18.43
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         121
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ          0.6815744 sec
RG          8192
DW          20.800 usec
DE          6.50 usec
TE          295.8 K
D1          2.00000000 sec
D11         0.03000000 sec
TD0         1

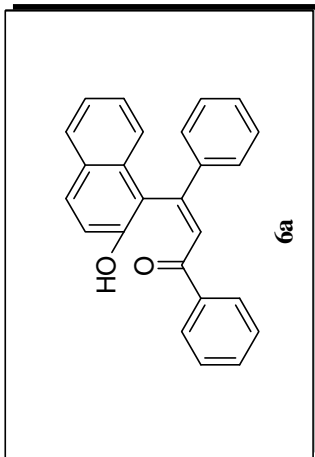
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127514 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```


¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1,3-diphenylprop-2-en-1-one

190.04
151.44
148.73
139.90
138.09
132.87
132.67
129.31
128.88
128.66
128.50
128.19
127.99
127.84
127.22
126.20
126.20
125.20
123.92
122.41
118.69
118.21



```

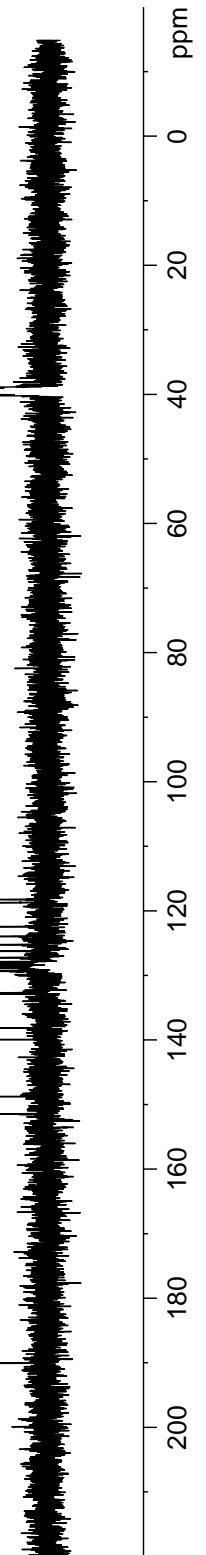
Current Data Parameters
NAME      20150126
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150126
Time     13.45
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       206
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       295.7 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

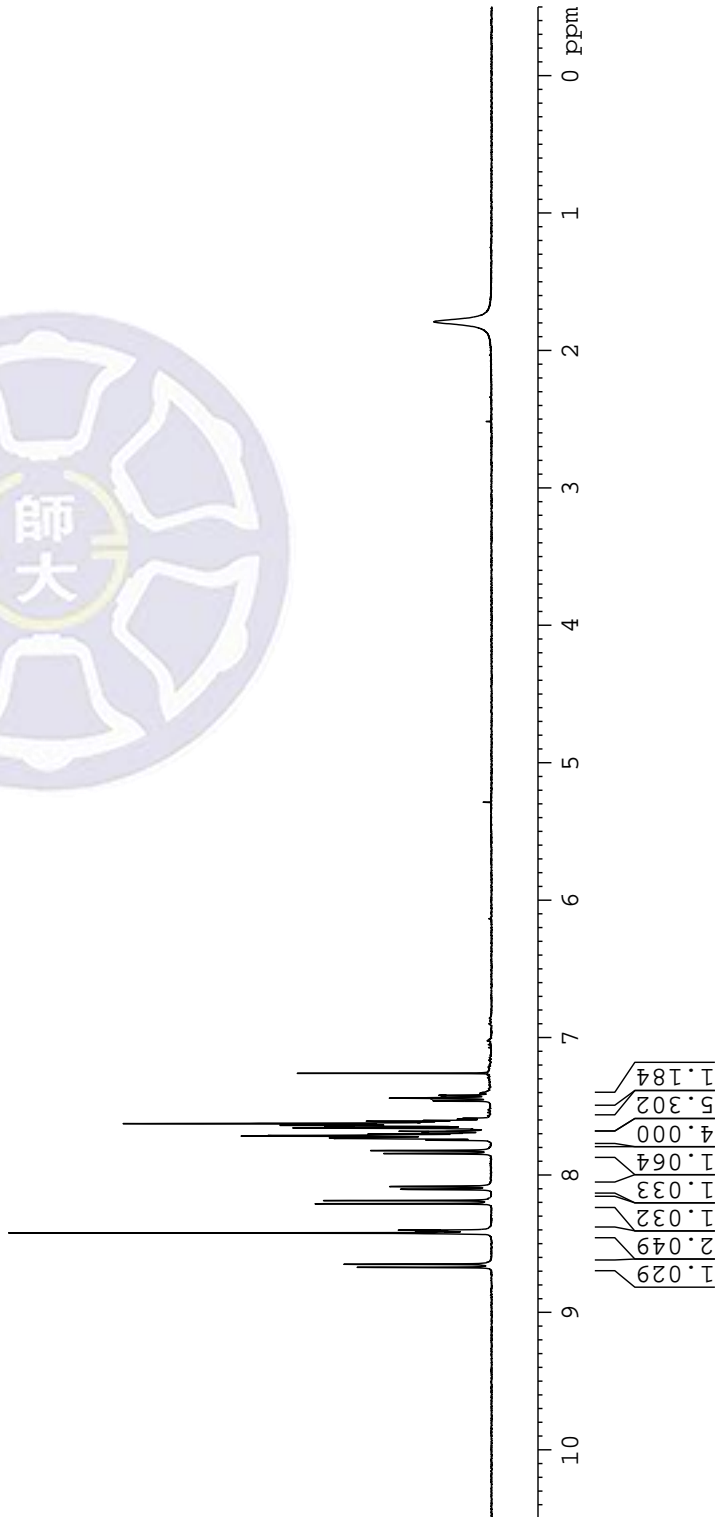
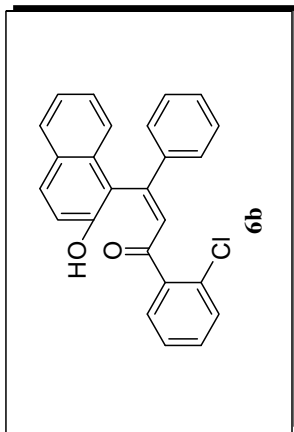
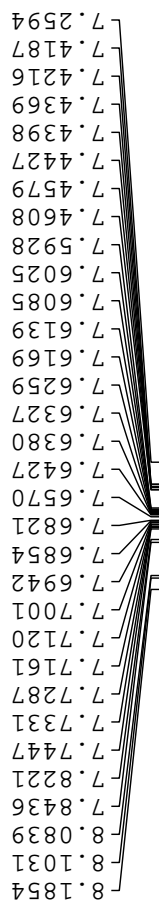
===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     9.10 dB
PL13     12.10 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6128088 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (Z)-1-(2-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one



Current Data Parameters
 NAME 20150604N
 EXPNO 8
 PROCNO 1

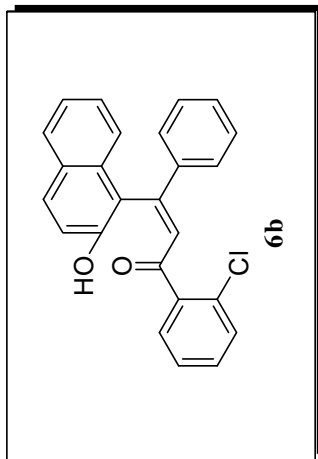
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150604
 Time 16.31
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 4.01
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 299.1 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300095 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (Z)-1-(2-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

168.83
167.89
161.72
144.89
138.03
135.63
134.39
133.85
133.02
132.49
131.67
130.85
130.48
130.26
129.87
128.96
128.29
128.24
128.22
128.01
124.47
122.74
117.89



```

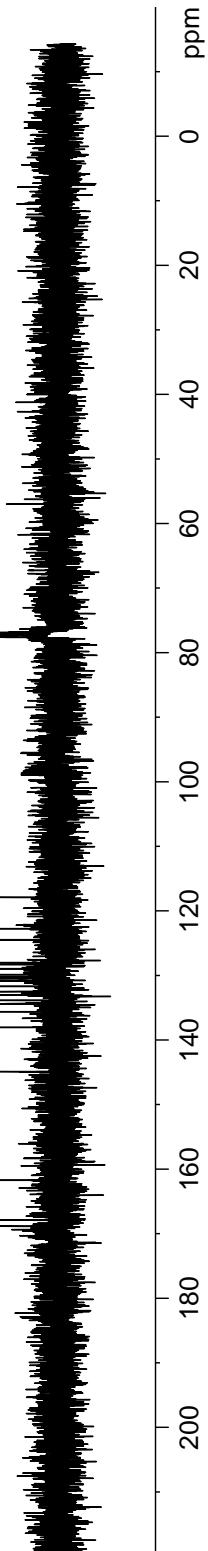
Current Data Parameters
NAME      20150604
EXPNO     1
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150604
Time      16.45
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         151
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         8192
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         297.4 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

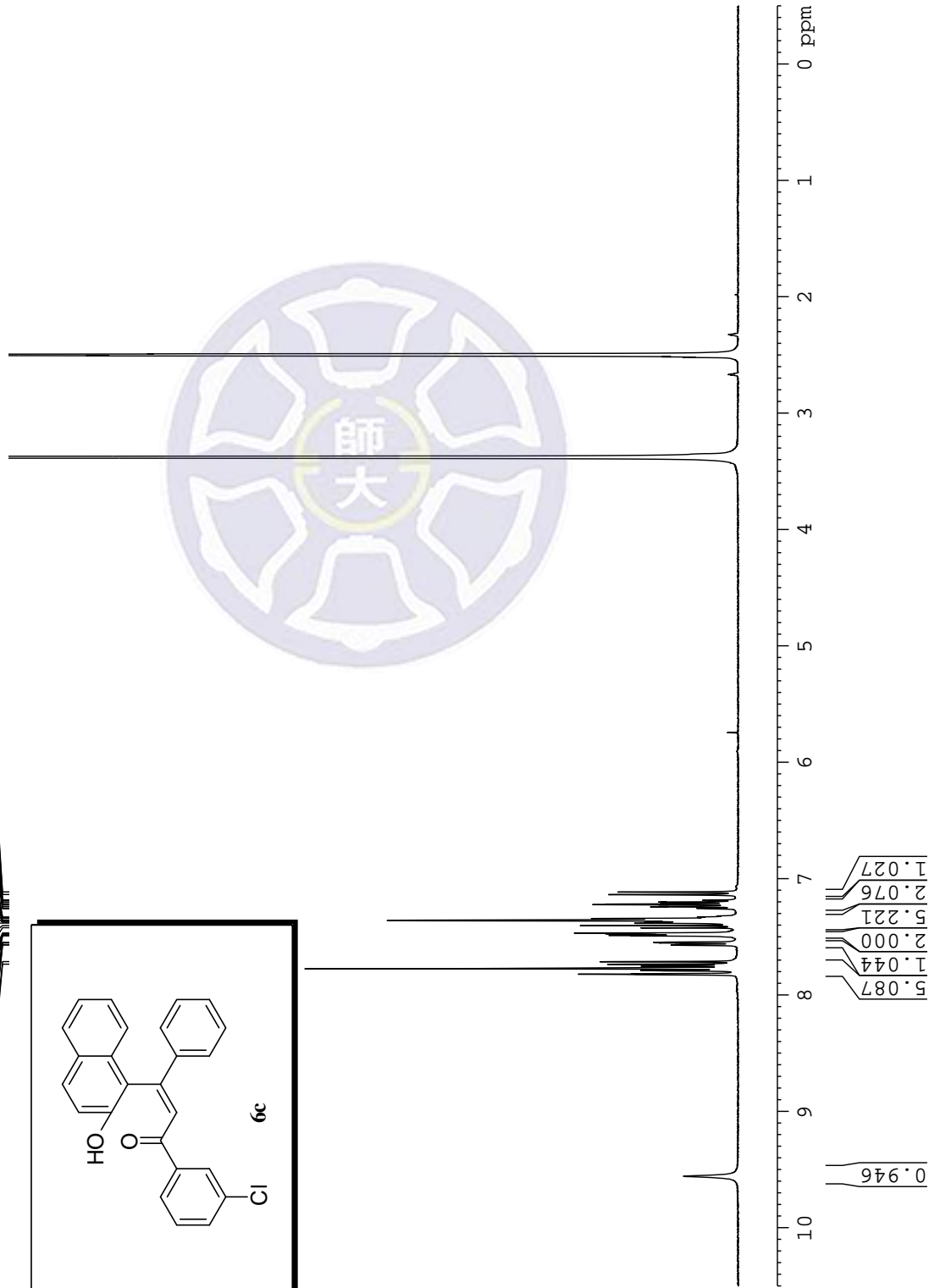
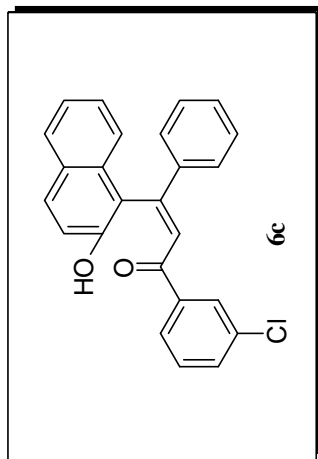
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       6.00 dB
PL13       9.00 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127521 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of (Z)-1-(3-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

7.7357
7.7135
7.5707
7.5676
7.5525
7.5509
7.5477
7.4916
7.4877
7.4824
7.4741
7.4681
7.4226
7.4030
7.3830
7.3752
7.3686
7.3602
7.3577
7.3425
7.3344
7.3298
7.2588
7.2551
7.2418
7.2384
7.2231
7.2185
7.2039
7.2010
7.1869
7.1838
7.1371
7.1149



Current Data Parameters
NAME 20150520N
EXPNO 1
PROCNO 1

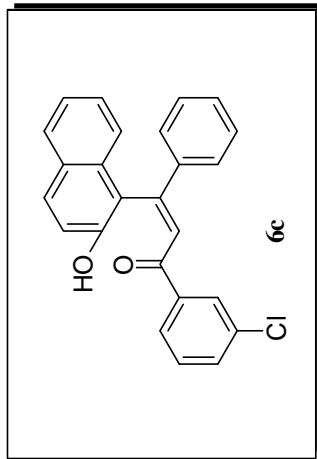
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150520
Time 20:13
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 63.58
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.4 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300029 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of (Z)-1-(3-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

189.35
151.50
149.48
139.89
139.66
133.33
132.78
132.21
130.34
129.46
129.09
128.65
127.99
127.77
127.72
127.29
126.63
126.30
125.05
123.84
122.45
118.28
118.08



```

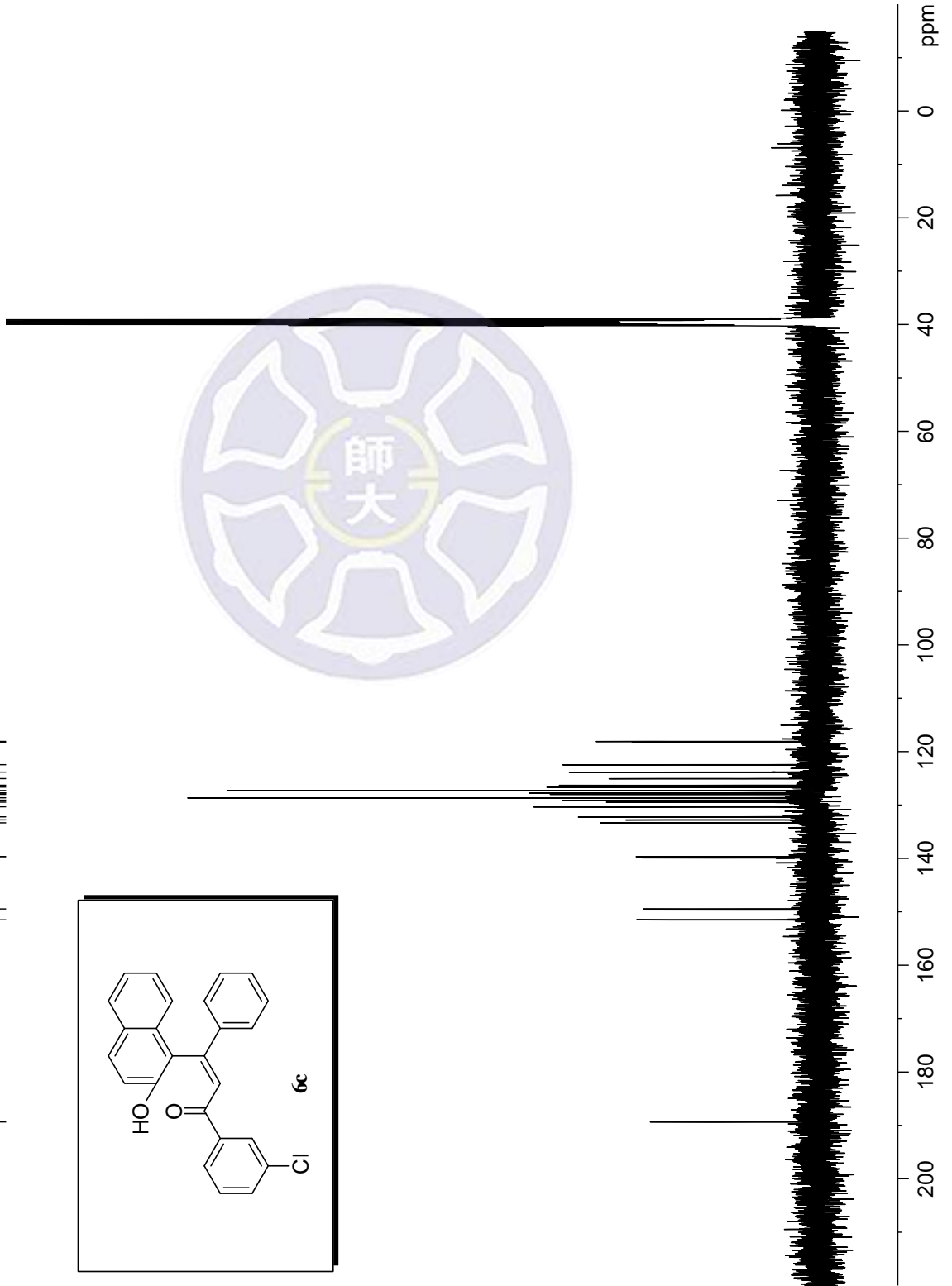
Current Data Parameters
NAME      20150521
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150521
Time     14:00
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       301
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       295.6 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

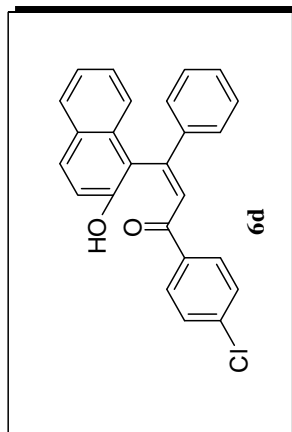
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRGf2 waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     6.00 dB
PL13     9.00 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6128110 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

7.8994
7.8780
7.8063
7.7729
7.7553
7.7479
7.7249
7.4873
7.4836
7.4647
7.4439
7.3920
7.3883
7.3697
7.3459
7.3289
7.2405
7.2274
7.2238
7.2158
7.2099
7.2034
7.1966
7.1934
7.1797
7.1578
7.1357

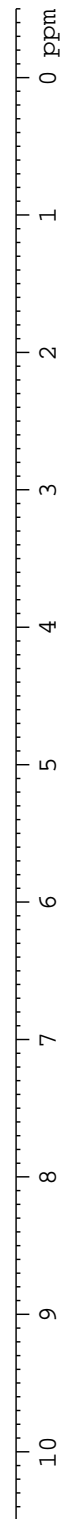


Current Data Parameters
NAME 20150126N
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150126
Time 16:00
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 63.58
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.5 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

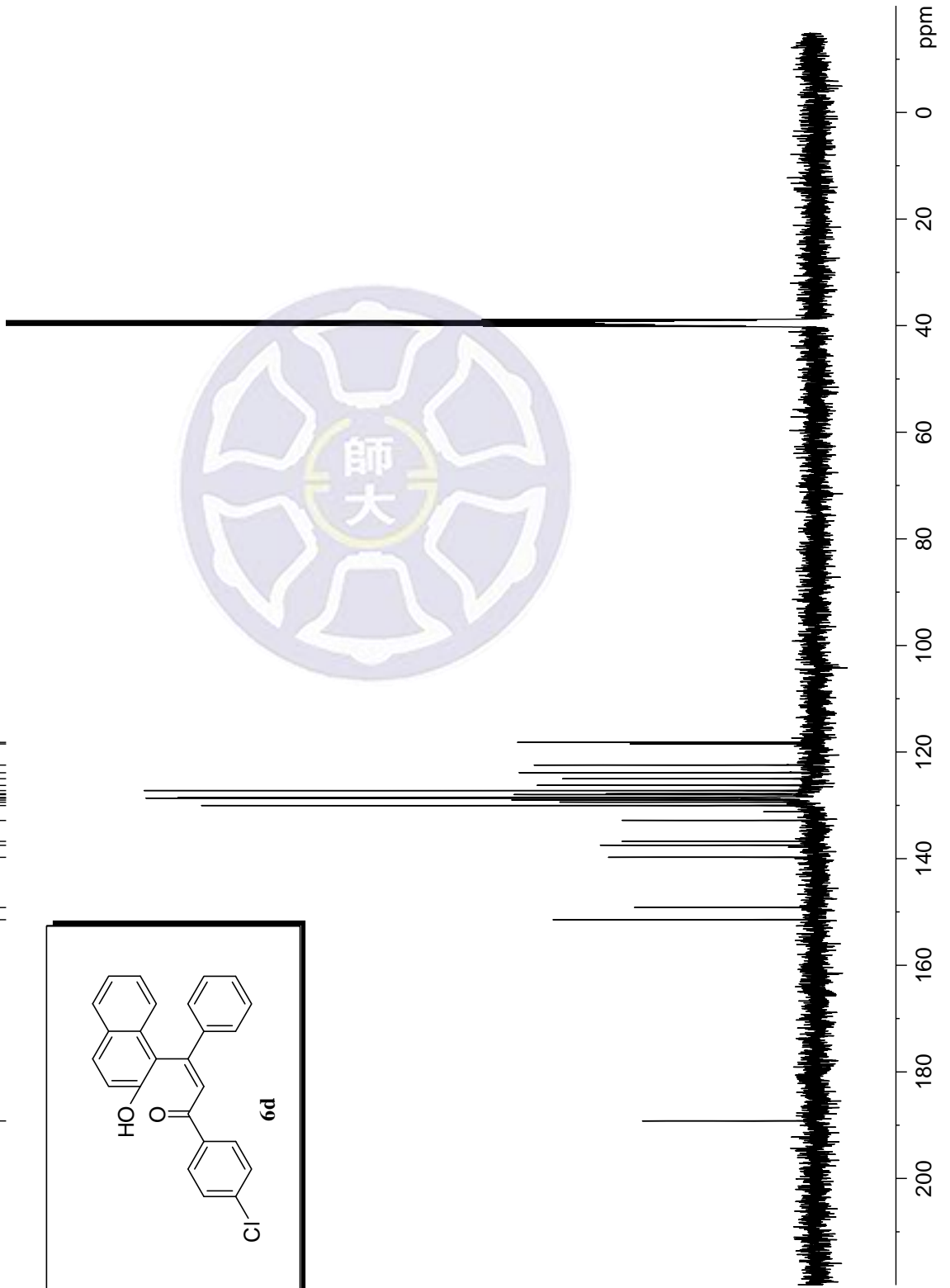
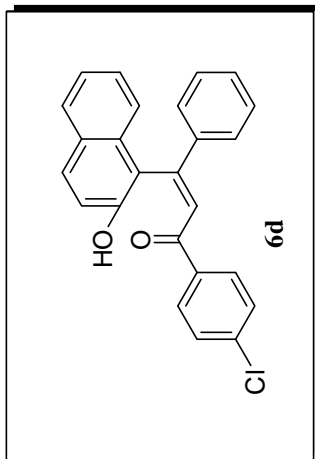
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300025 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00



1.988
1.027
2.271
3.975
4.193
2.107
1.174

¹³C of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

189.21
151.45
149.16
139.75
137.49
136.75
132.83
130.04
129.40
129.01
128.66
128.51
128.00
127.83
127.24
126.25
125.00
123.88
122.45
118.48
118.19



Current Data Parameters
NAME 20150126N
EXPNO 4
PROCNO 1

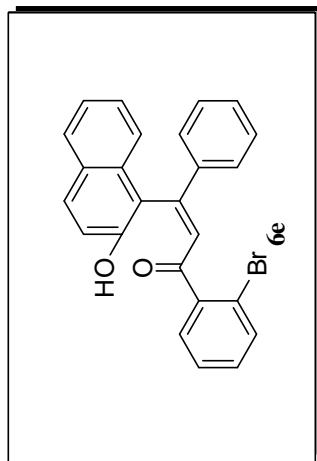
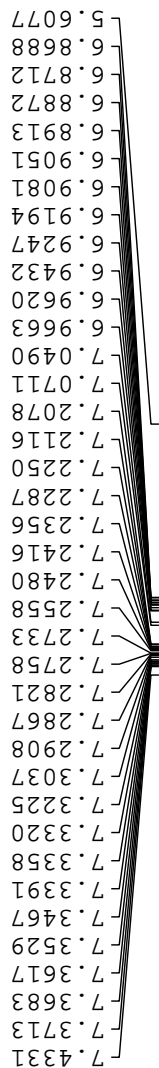
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150126
Time 16:00
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 150
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.6 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6128092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0
GB 0
PC 1.00

¹H of (Z)-1-(2-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one



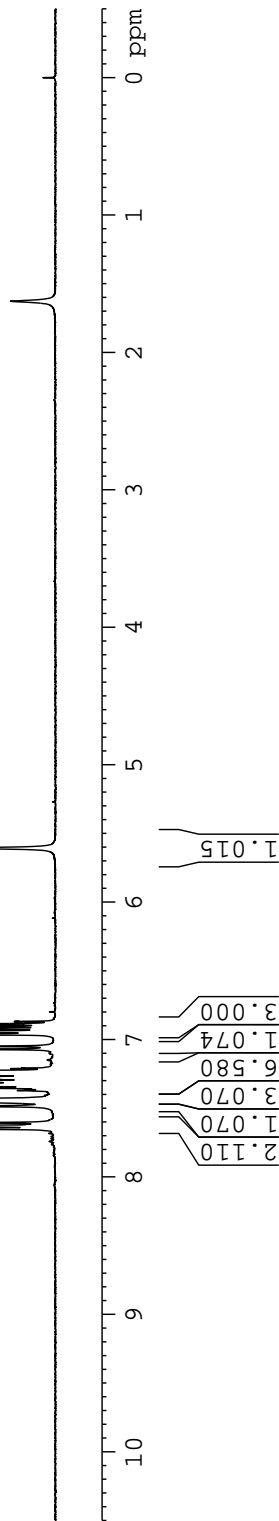
```

Current Data Parameters
NAME      20150606N
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150606
Time     15.49
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD       32768
SOLVENT  CDC13
NS       4
DS       0
SWH      7211.539 Hz
FIDRES   0.220079 Hz
AQ       2.2719147 sec
RG       4.01
DW       69.333 usec
DE       10.52 usec
TE       301.4 K
D1       2.00000000 sec
TD0      1

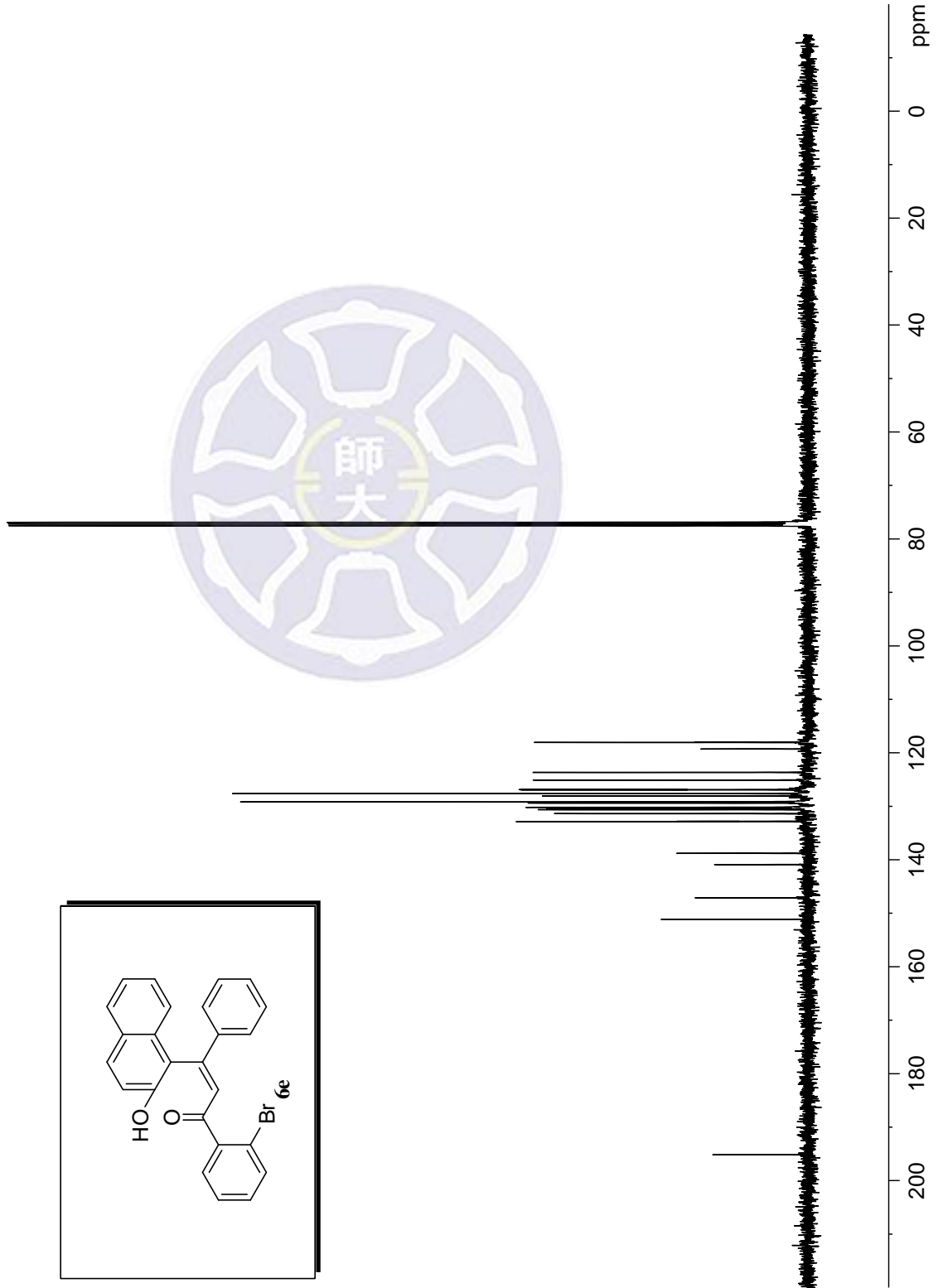
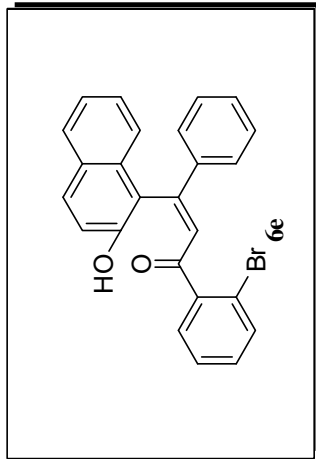
===== CHANNEL f1 =====
SFO1    400.1324008 MHz
NUC1     1H
P1      12.80 usec
PLW1    15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI      16384
SF      400.1300167 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      0 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```



¹³C of (Z)-1-(2-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

195.14
151.13
147.11
140.88
138.79
132.84
132.78
131.36
130.62
130.35
130.17
129.41
129.20
129.15
128.08
127.63
126.94
126.89
125.12
123.67
119.30
118.07
118.00



Current Data Parameters
NAME 20150606N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150606
Time 11.49
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 250
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 301.5 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

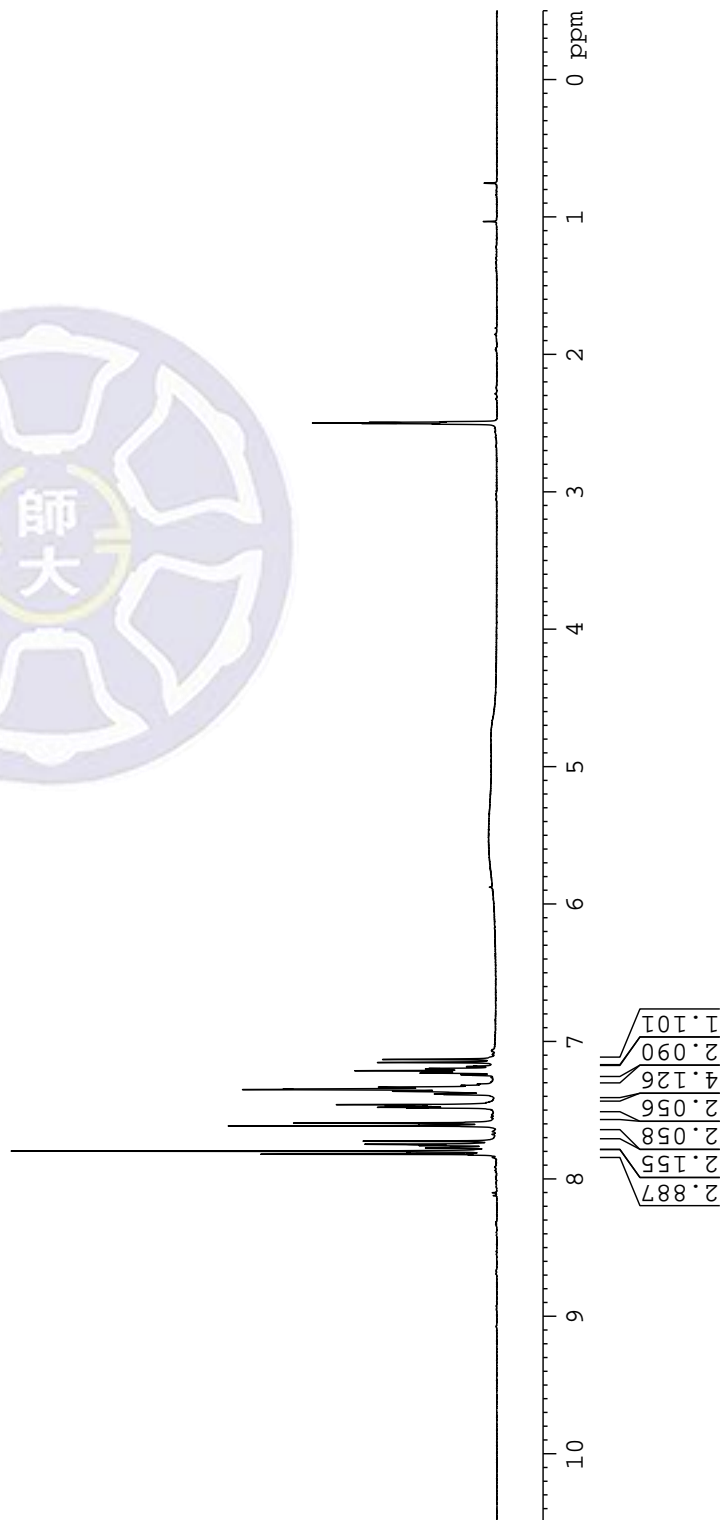
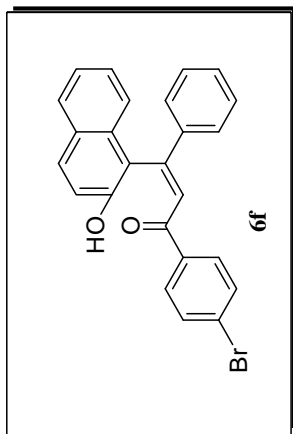
==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127504 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0
GB 0
PC 1.00

¹H of (Z)-1-(4-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

7.7681
7.7579
7.7478
7.7256
7.6141
7.6101
7.5928
7.4838
7.4795
7.4740
7.4712
7.4662
7.4599
7.3861
7.3819
7.3627
7.3500
7.3468
7.3390
7.3321
7.3235
7.3195
7.2466
7.2425
7.2300
7.2257
7.2189
7.2125
7.2053
7.1996
7.1956
7.1827
7.1787
7.1530
7.1309



Current Data Parameters
NAME 20141127N
EXPNO 1
PROCNO 1

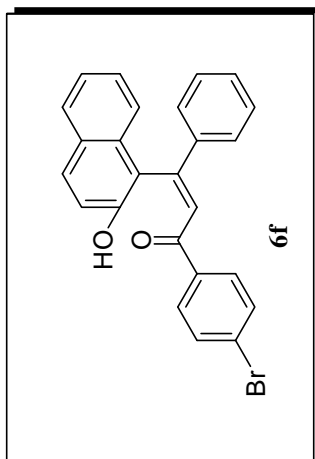
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141127
Time 20:06
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 71.42
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300032 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (Z)-1-(4-bromophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenylprop-2-en-1-one

189.39
151.44
149.16
139.74
137.07
132.81
131.45
130.15
129.40
129.00
128.65
127.99
127.82
127.23
126.61
126.25
124.97
123.86
122.44
118.46
118.17



```

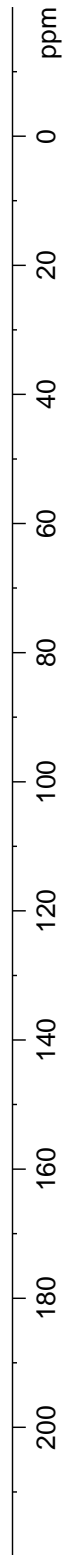
Current Data Parameters
NAME      20141127N
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20141127
Time     20:07
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       1000
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.9 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1     100.6233319 MHz
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PLW1    46.00000000 W

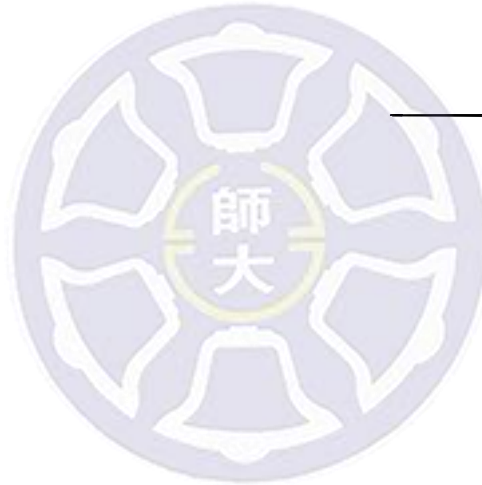
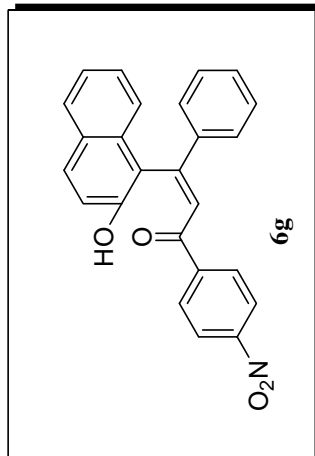
===== CHANNEL f2 =====
SFO2     400.1316005 MHz
NUC2     1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2    90.00 usec
PLW2    15.00000000 W
PLW12   0.34252000 W
PLW13   0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6128101 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       2.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one

8.1346
8.1137
7.9764
7.9559
7.7714
7.7474
7.7274
7.7157
7.6934
7.5019
7.4988
7.4944
7.4833
7.4048
7.3715
7.3537
7.2685
7.2515
7.2312
7.2267
7.2228
7.2031
7.1862
7.1107
7.0885

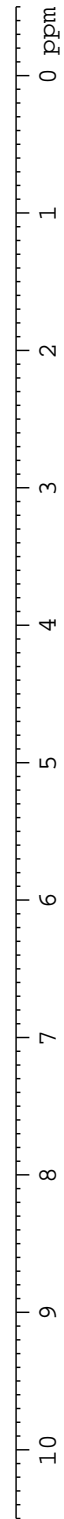


Current Data Parameters
NAME 20150704N
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150704
Time 18.22
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 8
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 89.08
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

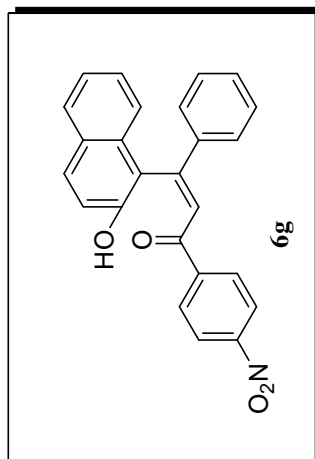
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300019 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



2.152
2.361
4.000
2.191
4.556
2.633
1.161

¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one

- 190.18
- 151.71
- 150.32
- 149.25
- 143.18
- 139.53
- 132.81
- 129.75
- 129.43
- 129.14
- 128.80
- 128.06
- 127.84
- 127.36
- 126.50
- 125.38
- 123.88
- 123.36
- 122.63
- 118.13
- 118.09



```

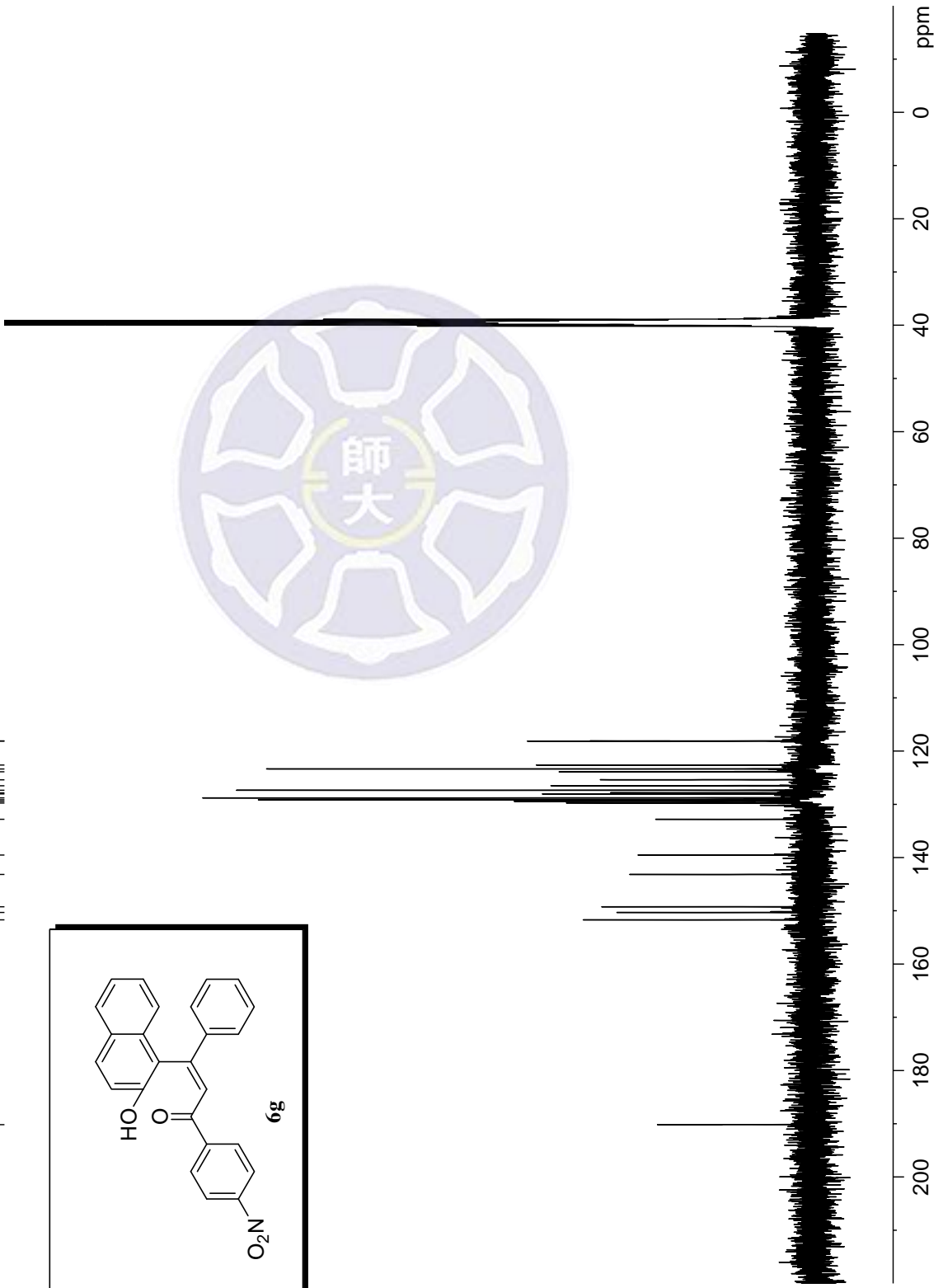
Current Data Parameters
NAME      20150701N
EXPNO    6
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150701
Time     16.40
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       250
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       299.2 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

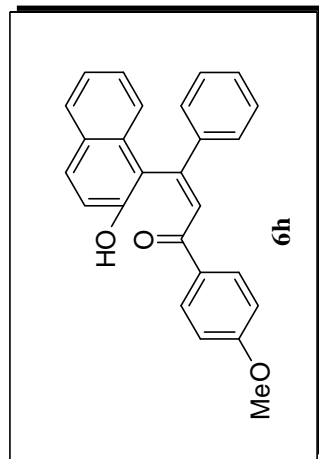
===== CHANNEL f1 =====
SFO1    100.6233319 MHz
NUC1     13C
P1      10.00 usec
PLW1    46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2    400.1316005 MHz
NUC2     1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2    90.00 usec
PLW2    15.00000000 W
PLW12   0.34252000 W
PLW13   0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6128026 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-methoxyphenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one



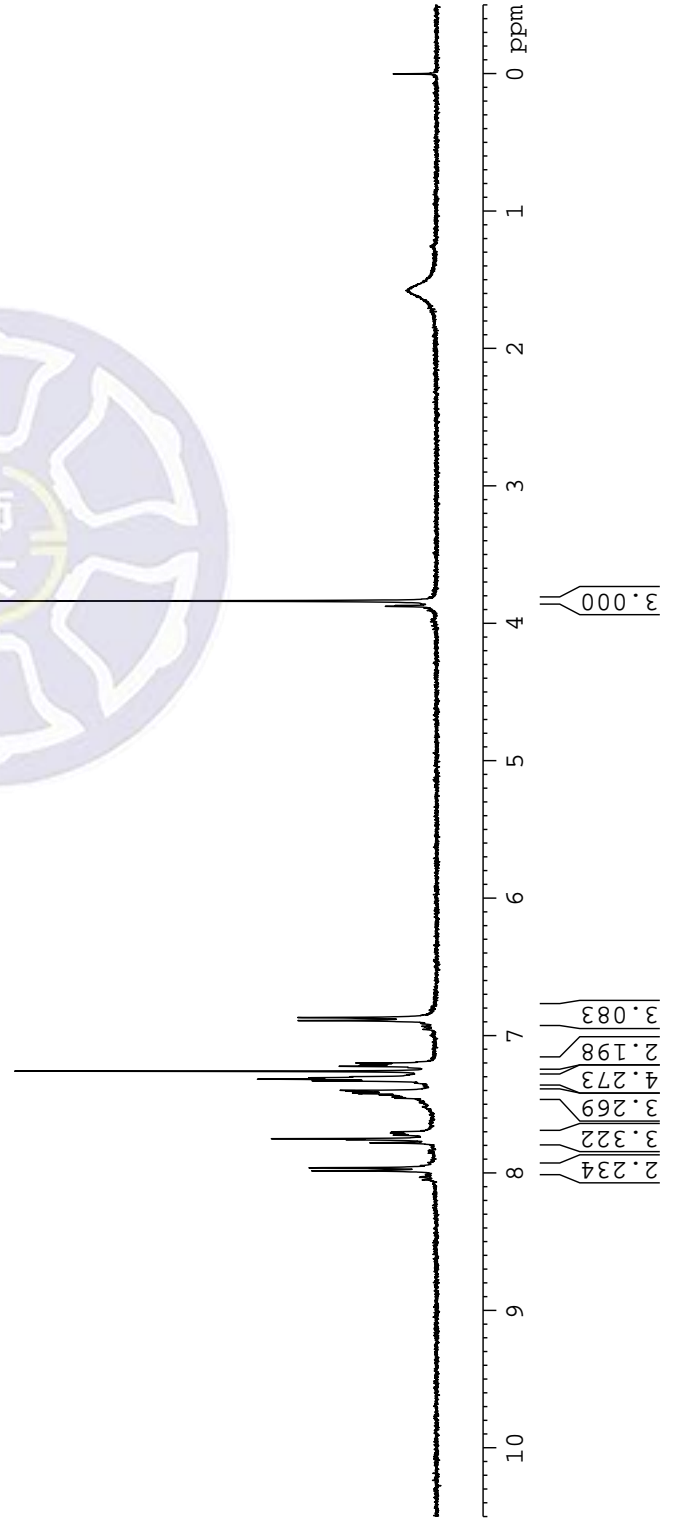
```

Current Data Parameters
NAME      20150731N
EXPNO     5
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150731
Time      18.21
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zg30
TD         32768
SOLVENT   CDCI3
NS         4
DS         0
SWH        7211.539 Hz
FIDRES     0.220079 Hz
AQ         2.2719147 sec
RG         4.01
DW         69.333 usec
DE         10.50 usec
TE         298.2 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

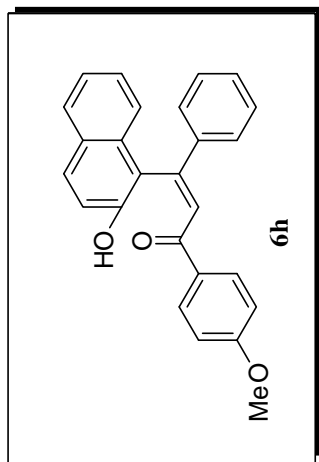
===== CHANNEL f1 =====
SFO1      400.1324008 MHz
NUC1       1H
P1         12.90 usec
PLW1      15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI         16384
SF         400.1300098 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         0 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-methoxyphenyl)-3-phenylprop-2-en-1-one

- 192.29
- 164.11
- 151.90
- 147.14
- 140.15
- 132.77
- 131.37
- 130.43
- 130.32
- 129.69
- 129.49
- 129.02
- 128.32
- 127.69
- 127.39
- 126.60
- 125.06
- 123.50
- 119.87
- 119.62
- 114.01
- 55.69



```

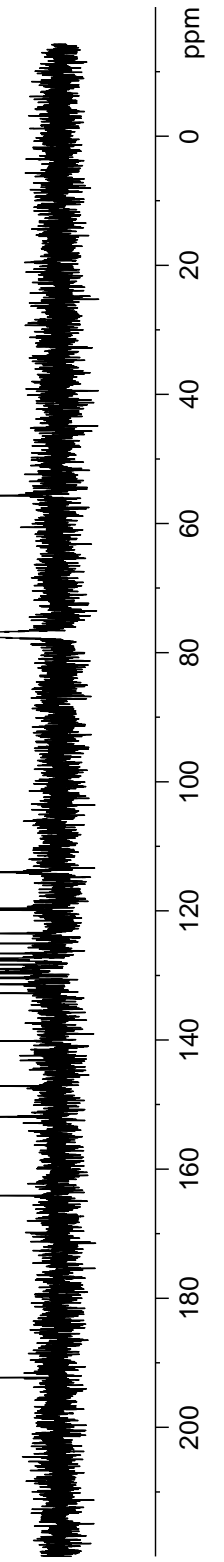
Current Data Parameters
NAME      20150609N
EXPNO     3
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150609
Time      11.23
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT    CDCl3
NS         229
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.3 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

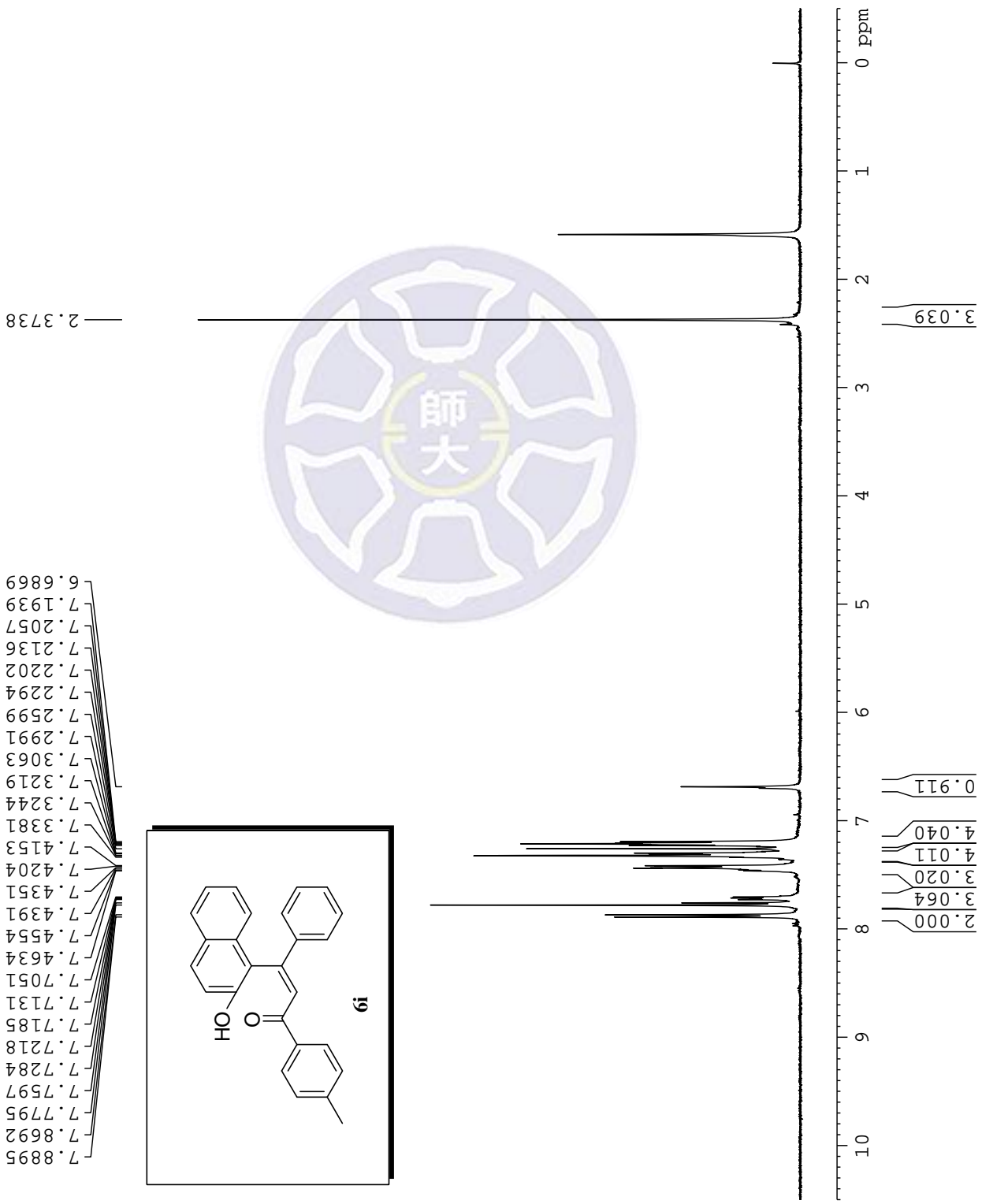
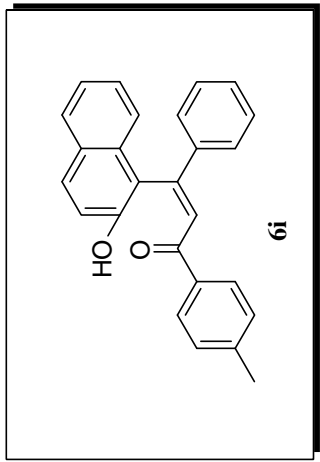
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2    waltz16
PCPD2      90.00 usec
PLW2      15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127498 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-p-tolylprop-2-en-1-one

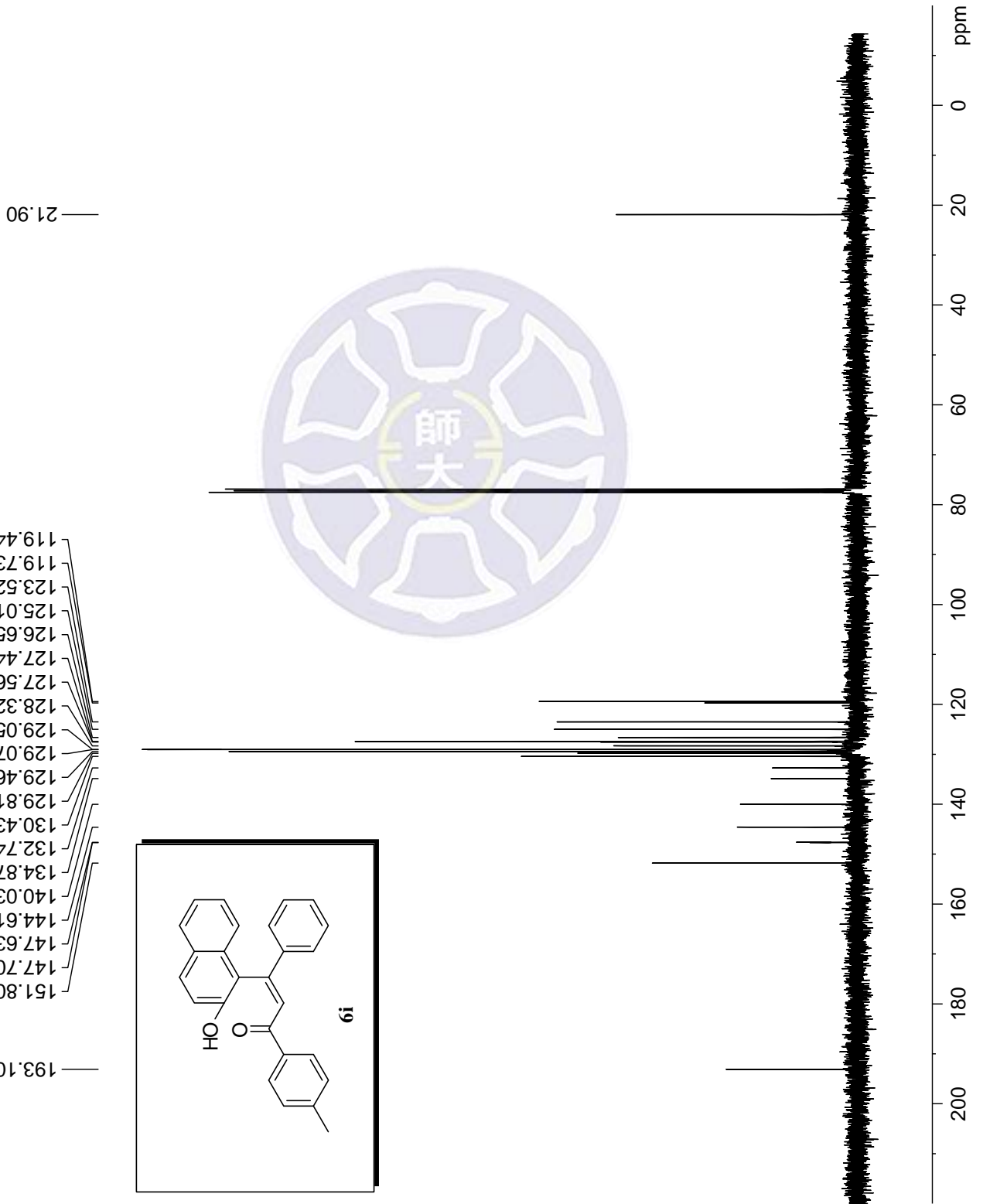
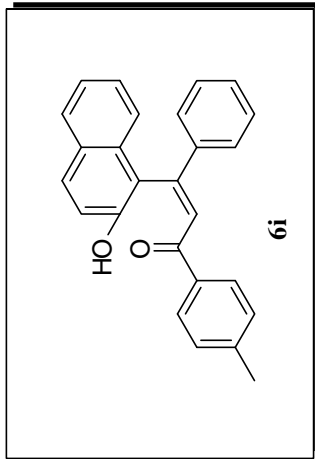
7.8895
7.8692
7.7795
7.7597
7.7284
7.7218
7.7185
7.7131
7.7051
7.4634
7.4554
7.4391
7.4351
7.4204
7.4153
7.3381
7.3244
7.3219
7.3063
7.2991
7.2599
7.2294
7.2202
7.2136
7.2057
7.1939
6.6869



Current Data Parameters
 NAME 20150608N
 EXPNO 11
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150608
 Time 21:13
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AC 2.2719147 sec
 RG 4.01
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.3 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300093 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-p-tolylprop-2-en-1-one

193.10
151.80
147.70
147.63
144.61
140.03
134.87
132.74
130.43
129.81
129.46
129.07
129.05
128.32
127.56
127.44
126.65
125.01
123.52
119.73
119.44



Current Data Parameters
NAME 20150608N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150608
Time 10:27
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 200
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 298.4 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

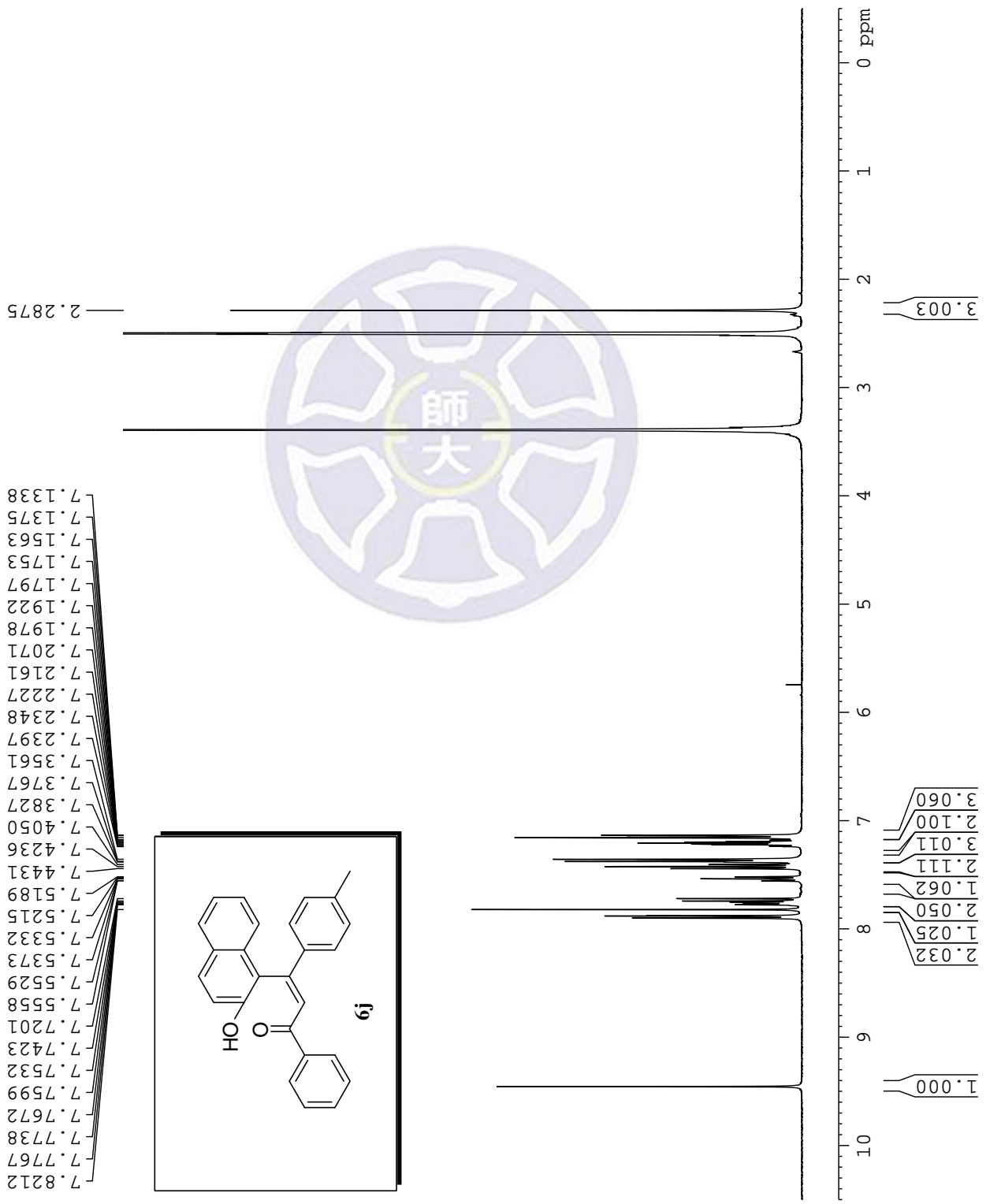
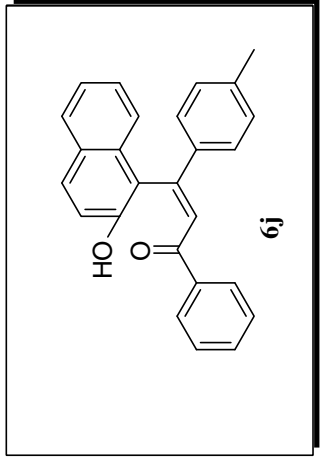
==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127512 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

1H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-phenyl-3-p-tolylprop-2-en-1-one

7.8212
7.7767
7.7738
7.7672
7.7599
7.7532
7.7423
7.7201
7.5558
7.5529
7.5373
7.5332
7.5215
7.5189
7.4431
7.4236
7.4050
7.3827
7.3767
7.3561
7.2397
7.2348
7.2227
7.2161
7.2071
7.1978
7.1922
7.1797
7.1753
7.1563
7.1375
7.1338

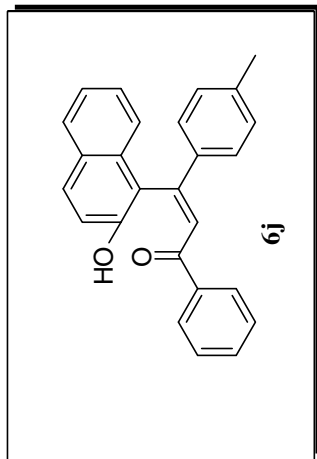


Current Data Parameters
 NAME 20150604N
 EXPNO 6
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150604
 Time 11:59
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 57.42
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.8 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

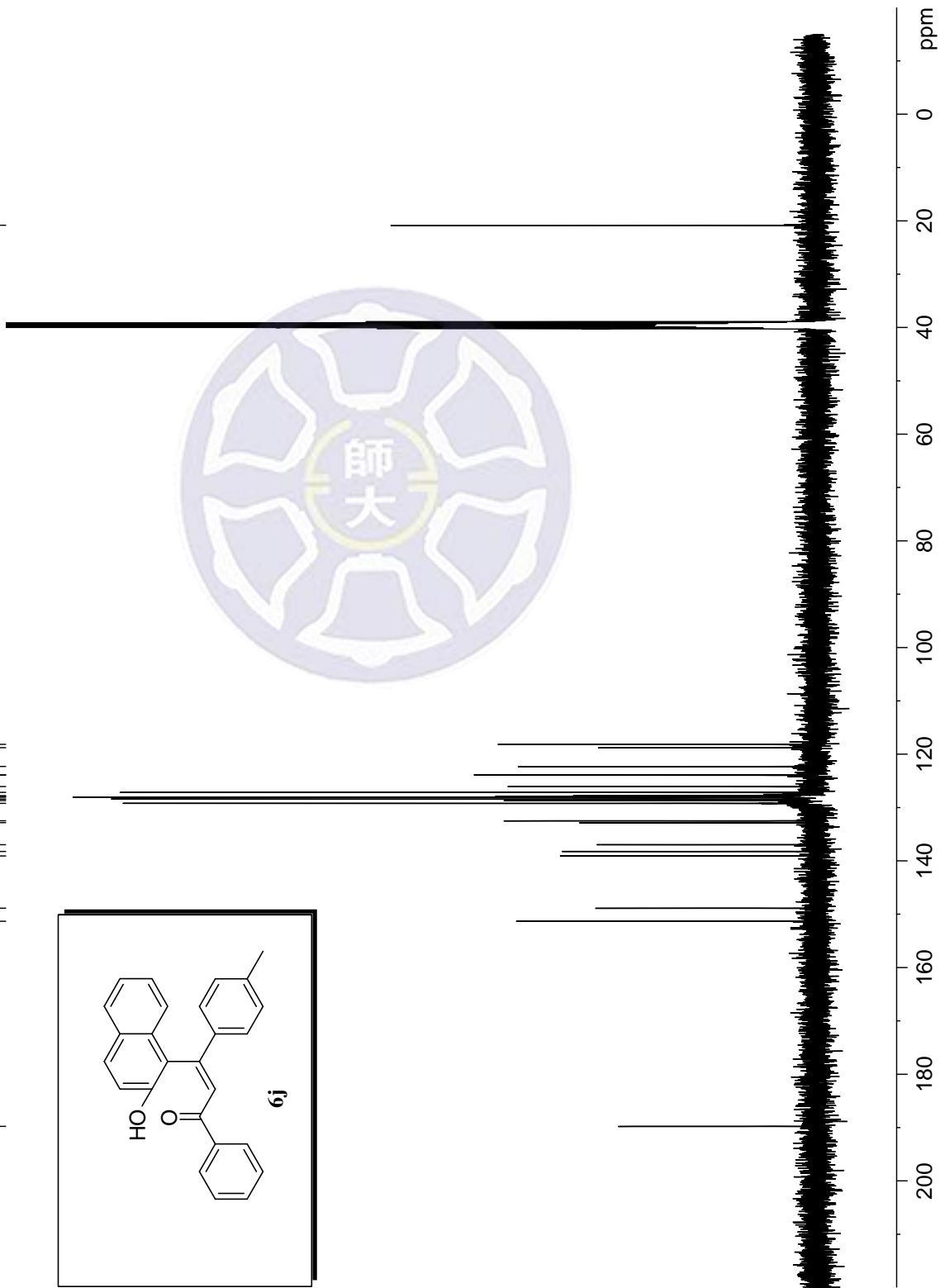
==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SL 16384
 SF 400.1300027 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-phenyl-3-p-tolylprop-2-en-1-one

189.78
151.32
148.88
139.07
138.23
136.96
132.84
132.49
129.21
128.70
128.42
128.07
127.90
127.78
127.16
126.07
123.92
123.88
122.31
118.78
118.15



20.83



Current Data Parameters
NAME 20150428N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150428
Time 11:05
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 240
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 298.0 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

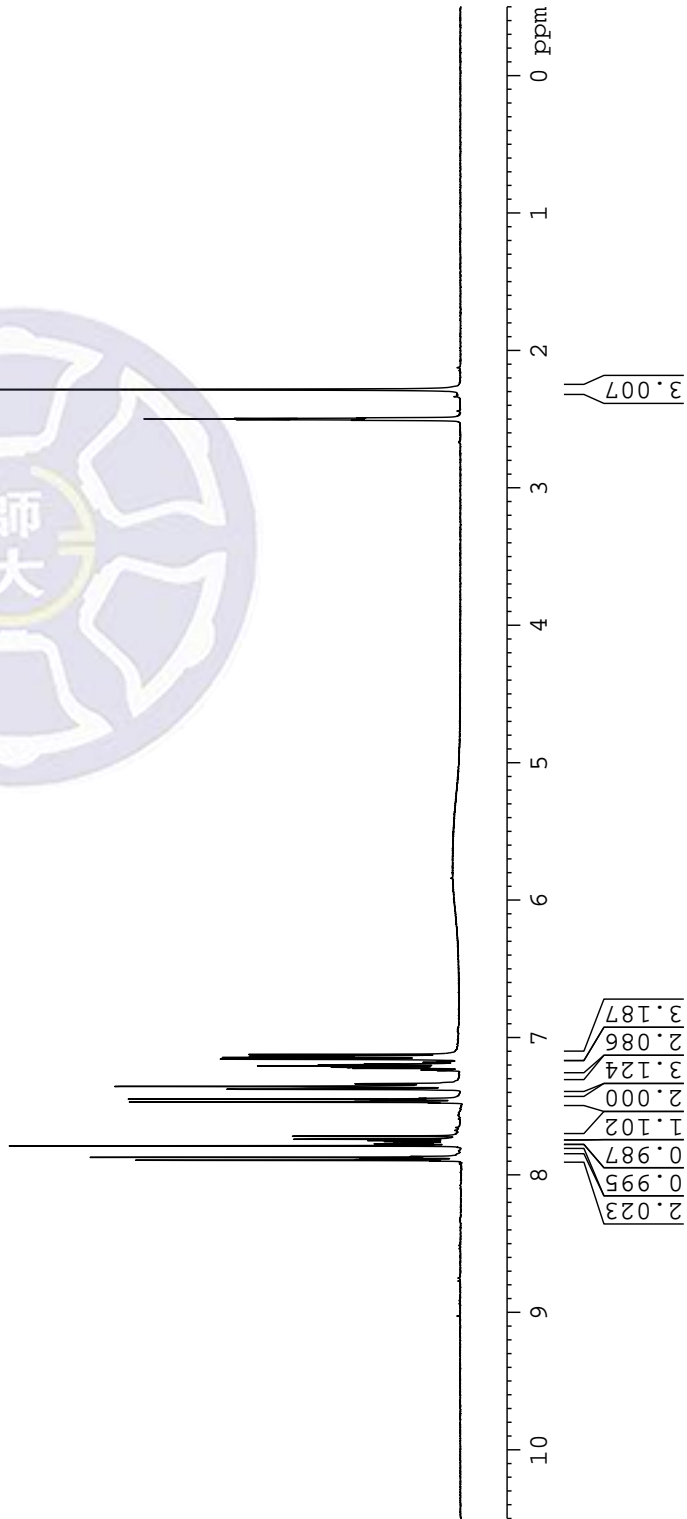
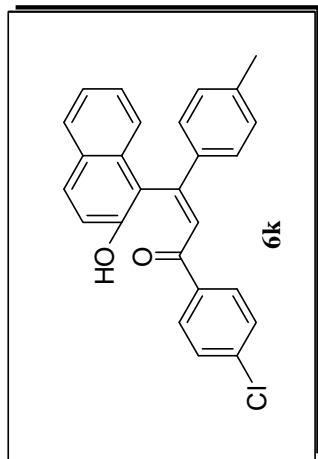
==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6128145 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one

7.8656
7.7884
7.7731
7.7700
7.7640
7.7562
7.7497
7.7400
7.7177
7.4761
7.4699
7.4652
7.4530
7.4486
7.4423
7.3763
7.3556
7.3457
7.3364
7.2407
7.2360
7.2239
7.2182
7.2165
7.2078
7.1986
7.1929
7.1803
7.1759
7.1572
7.1448
7.1369
7.1228

2.5089
2.5044
2.4998
2.4954
2.4910
2.2858



Current Data Parameters
 NAME 20150107N
 EXPNO 1
 PROCNO 1

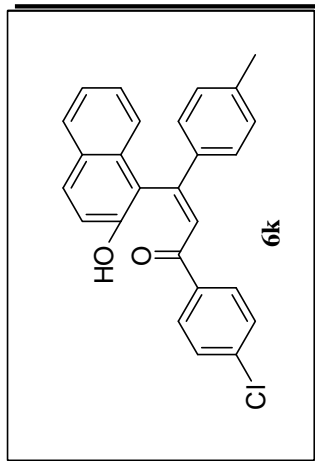
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150107
 Time 10:51
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 89.08
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.5 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300025 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one

188.93
151.32
149.31
139.19
137.31
136.86
136.79
132.78
129.93
129.20
128.81
128.43
127.90
127.75
127.19
126.12
123.83
123.69
122.34
118.56
118.11



20.82

```

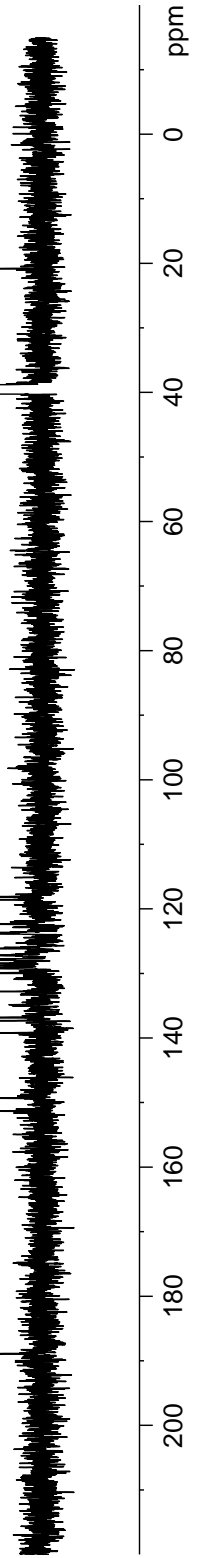
Current Data Parameters
NAME      20150107N
EXPNO     7
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150108
Time      13:37
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   DMSO
NS         517
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.1 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

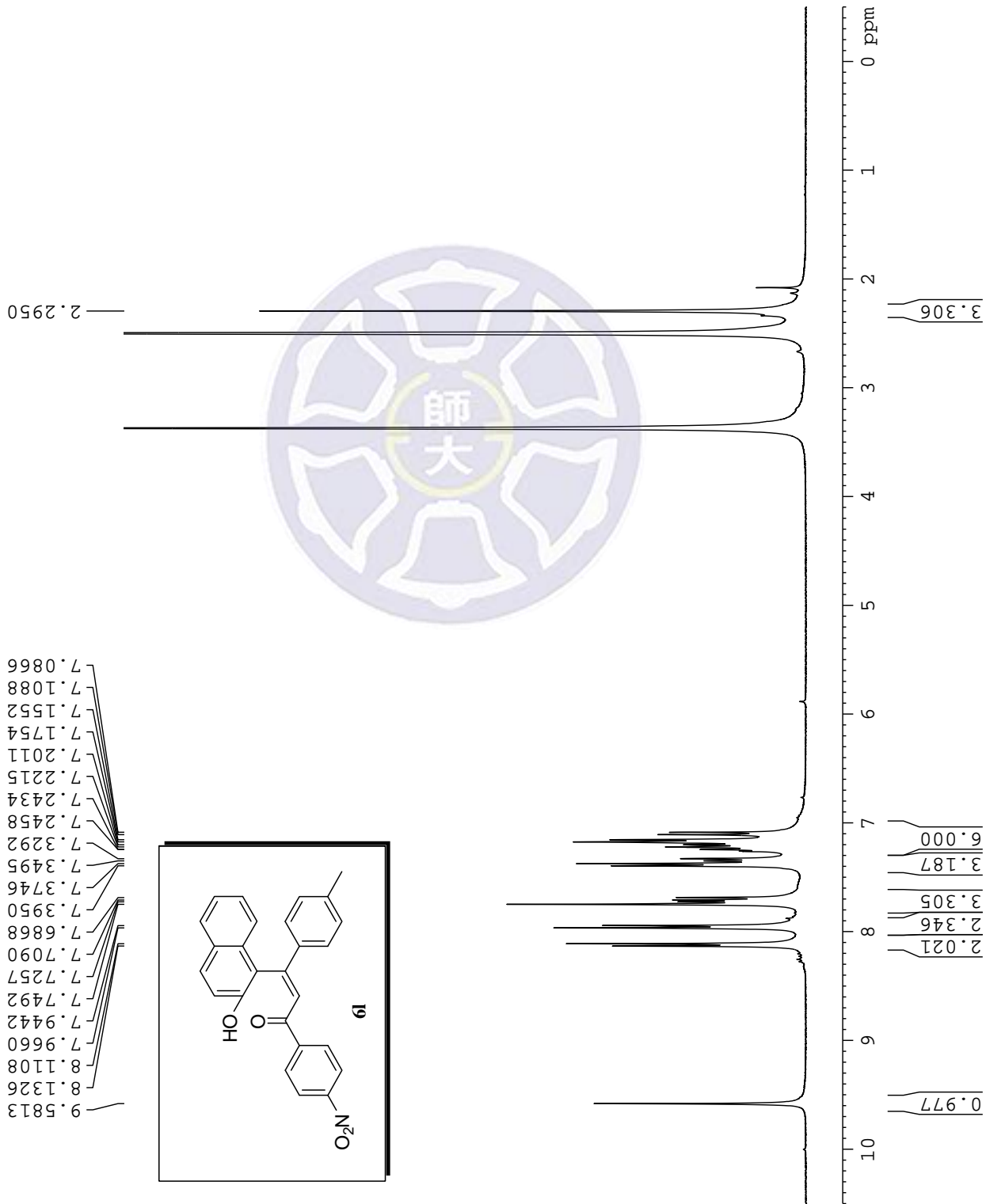
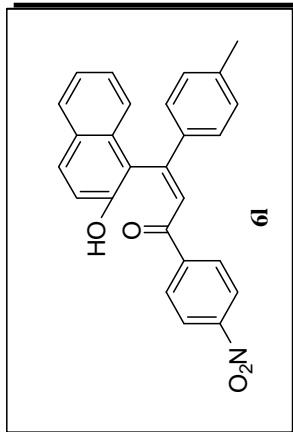
===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6128156 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one

7.0866
7.1088
7.1552
7.1754
7.2011
7.2215
7.2434
7.2458
7.3292
7.3495
7.3746
7.3950
7.6868
7.7090
7.7257
7.7492
7.9442
7.9660
8.1108
8.1326
8.5813



Current Data Parameters
NAME 20150701N
EXPNO 3
PROCNO 1

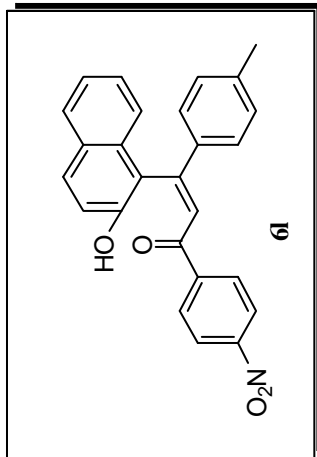
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150701
Time 16.15
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 8
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 63.58
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

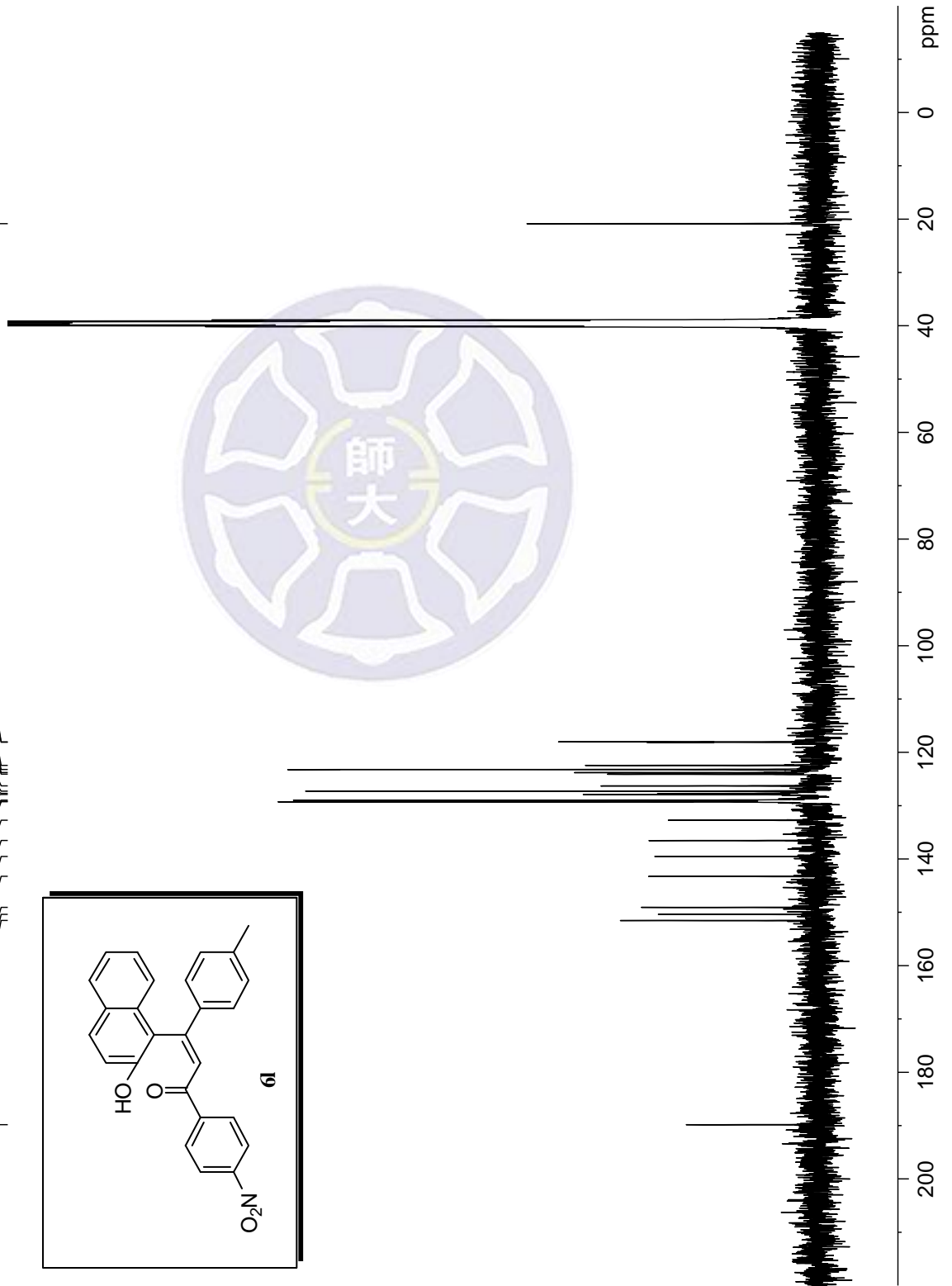
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300024 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1-(4-nitrophenyl)-3-p-tolylprop-2-en-1-one(6l)

189.82
151.54
150.39
149.07
143.26
139.54
136.53
132.73
129.28
129.17
128.98
127.90
127.71
127.27
126.29
124.09
123.80
123.23
122.44
118.10
118.03



20.84



```

Current Data Parameters
NAME      20150701N
EXPNO     4
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150701
Time      16:19
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD        32768
SOLVENT   DMSO
NS         356
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.9 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

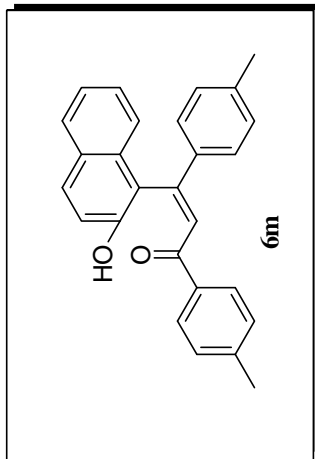
===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12    0.34252000 W
PLW13    0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6128160 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```


¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-1,3-dip-tolylprop-2-en-1-one

189.08
151.26
148.48
142.86
138.97
137.00
135.69
132.82
129.18
129.03
128.59
128.27
127.88
127.77
127.12
126.03
123.88
123.85
122.28
118.92
118.16



21.13
20.82

```

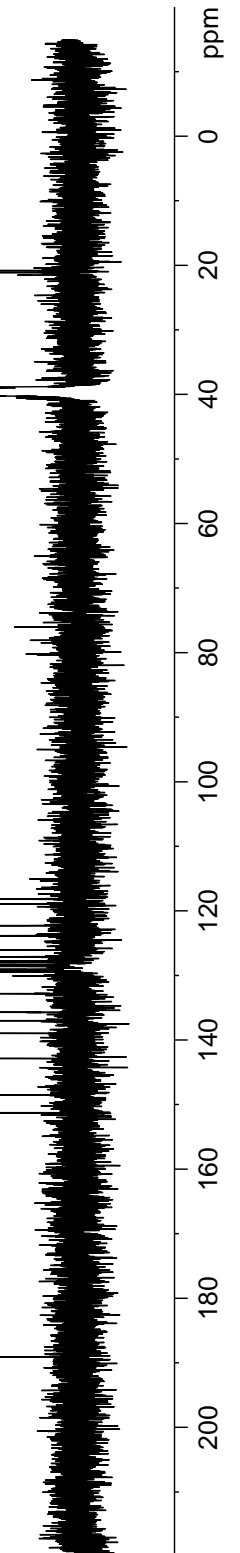
Current Data Parameters
NAME      20150214
EXPNO    4
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150214
Time     13:53
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       1000
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       295.7 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1    100.6233325 MHz

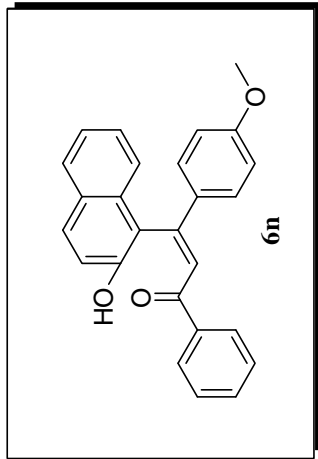
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     9.10 dB
PL13     12.10 dB
SFO2    400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF      100.6128147 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-phenylprop-2-en-1-one

7.7303
7.7247
7.7175
7.7146
7.7065
7.5006
7.4823
7.4637
7.4548
7.4435
7.4366
7.4343
7.4306
7.3916
7.3840
7.3784
7.3719
7.3675
7.3618
7.3536
7.2829
7.2607
7.2552
7.2391
7.2335
7.2284
7.2254
7.2208
7.2151
6.8370
6.8320
6.8198
6.8148
6.3051
3.7791



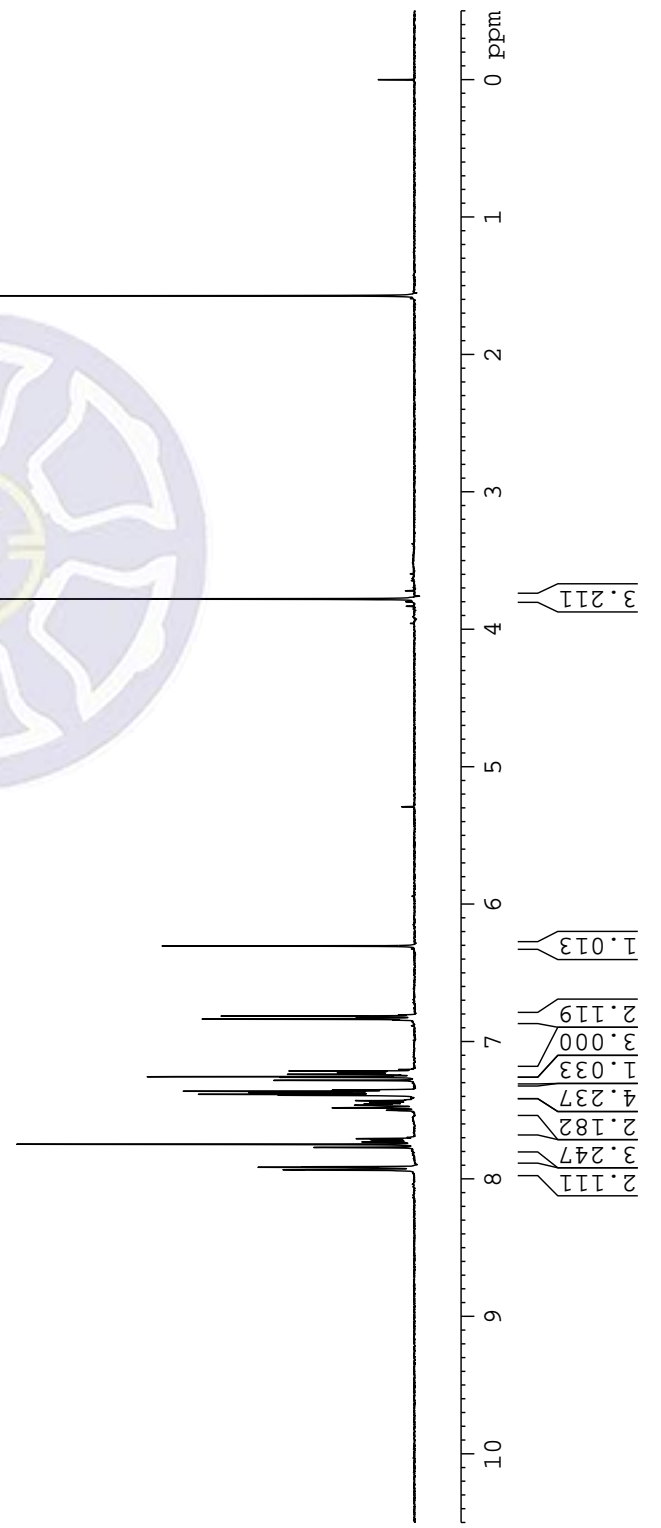
```

Current Data Parameters
NAME      20150606
EXPNO    1
PROCNO   1

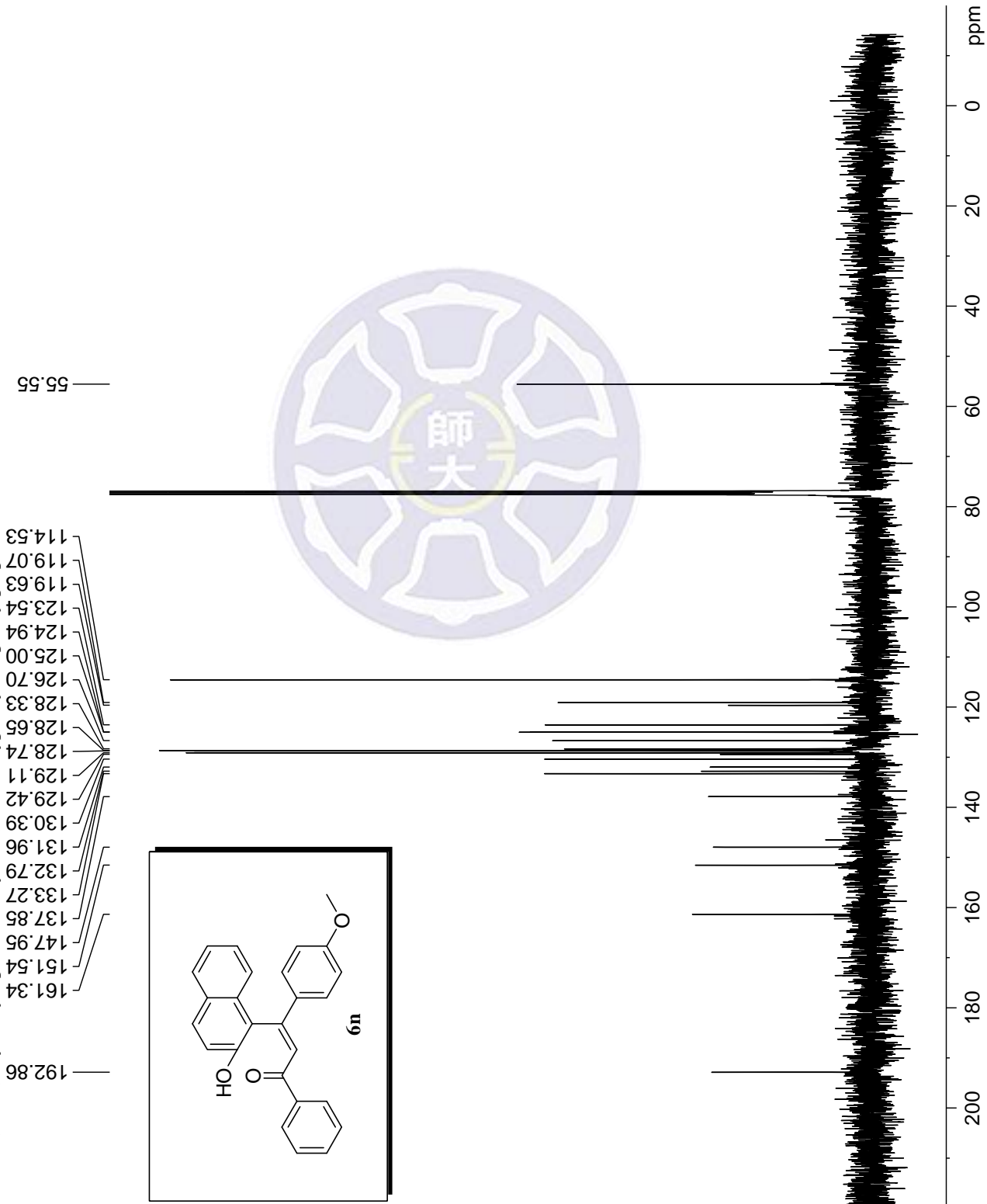
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150606
Time     13.33
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zg30
TD        32768
SOLVENT  CDC13
NS        4
DS        0
SWH       7246.377 Hz
FIDRES    0.221142 Hz
AQ         2.2609921 sec
RG         456.1
DW         69.000 usec
DE         6.50 usec
TE        297.9 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1      1H
P1        21.45 usec
PL1       -5.85 dB
SFO1      400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI         16384
SF         400.1300113 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         0 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-phenylprop-2-en-1-one



- 192.86
- 161.34
- 151.54
- 147.95
- 137.85
- 133.27
- 132.79
- 131.96
- 130.39
- 129.42
- 129.11
- 128.74
- 128.65
- 128.33
- 126.70
- 125.00
- 124.94
- 123.54
- 119.63
- 119.07
- 114.53
- 55.55

Current Data Parameters
 NAME 20150606
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150606
 Time 13.34
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 651
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

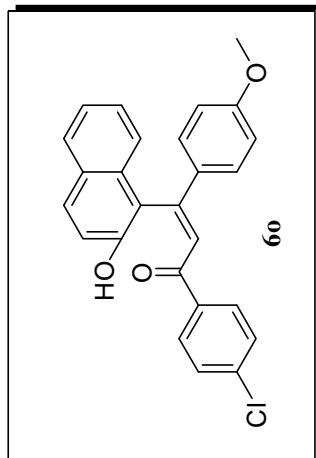
==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹³C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 ¹H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 6.00 dB
 PL13 9.00 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

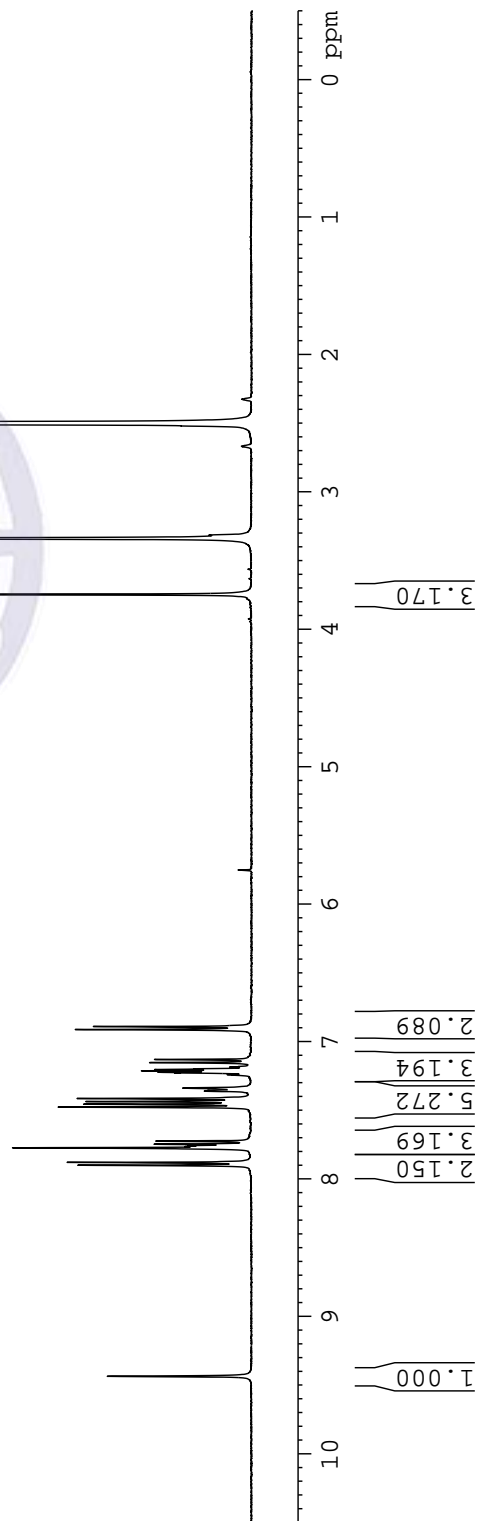
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127484 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 2.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-en-1-one

9.4361
7.9008
7.8797
7.7732
7.7650
7.7581
7.7474
7.7251
7.4771
7.4559
7.4367
7.4146
7.3606
7.3551
7.3384
7.2409
7.2282
7.2230
7.2132
7.2036
7.1991
7.1858
7.1533
7.1311
6.9132
6.8911

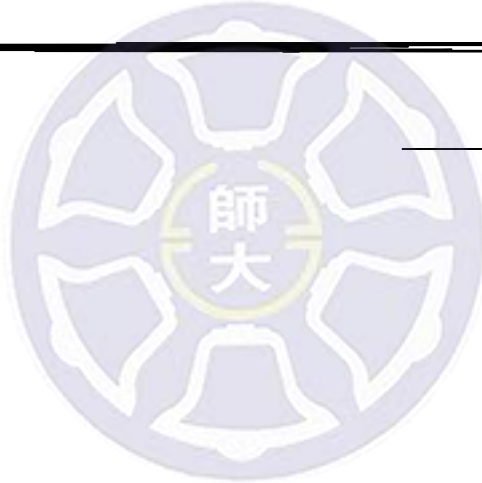
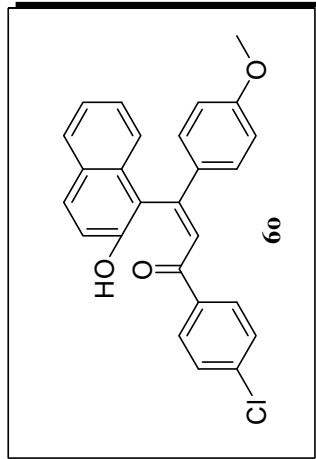


Current Data Parameters
 NAME 20150620N
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150620
 Time 17:03
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 8
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 78.51
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 298.4 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300025 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of (Z)-1-(4-chlorophenyl)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)prop-2-en-1-one

188.54
160.49
151.23
149.40
137.22
137.08
132.78
131.74
129.90
128.88
128.72
128.44
127.90
127.77
126.11
123.82
122.33
122.17
118.73
118.14
114.05
55.26



```

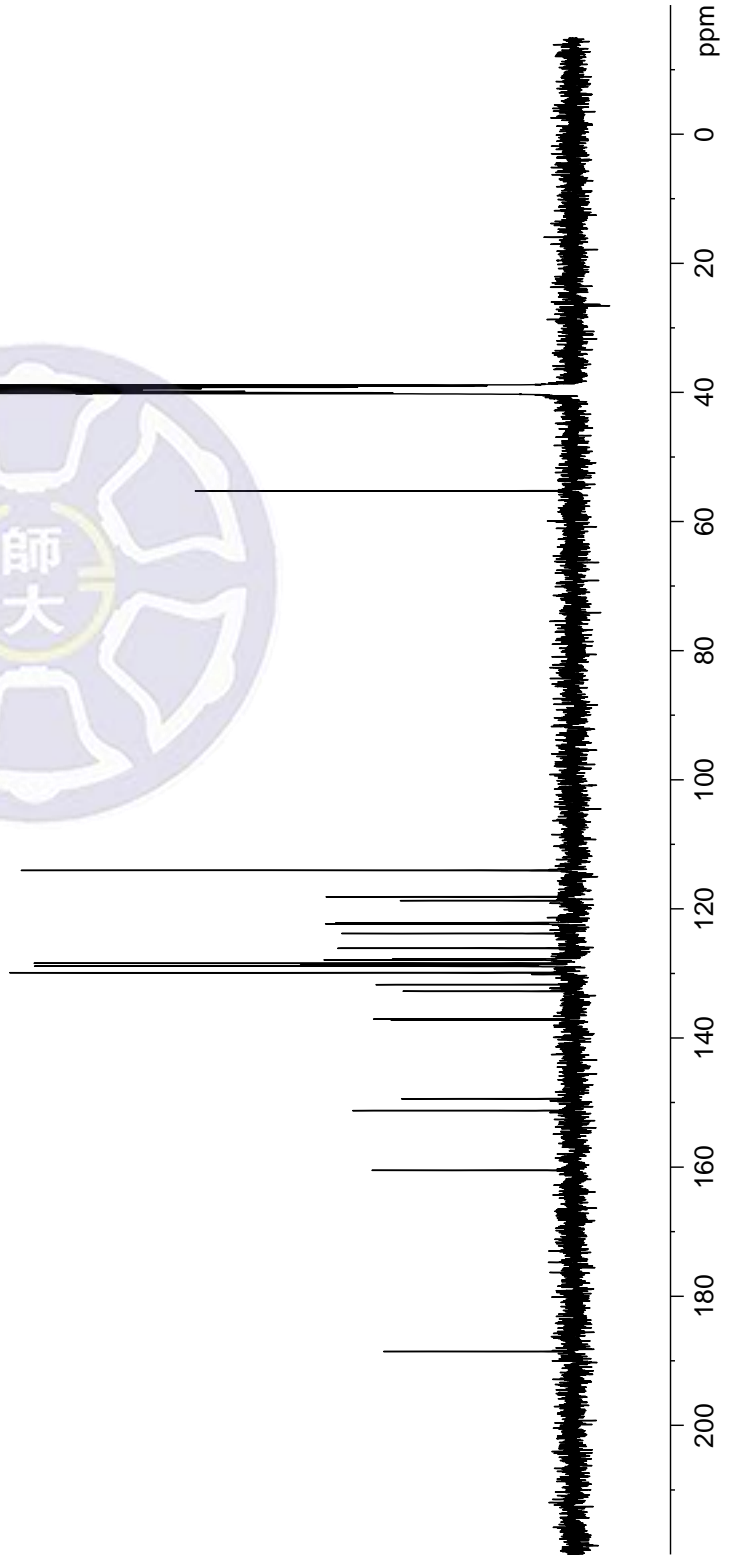
Current Data Parameters
NAME      20150429
EXPNO    5
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150429
Time     20.04
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  DMSO
NS       1000
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.3 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

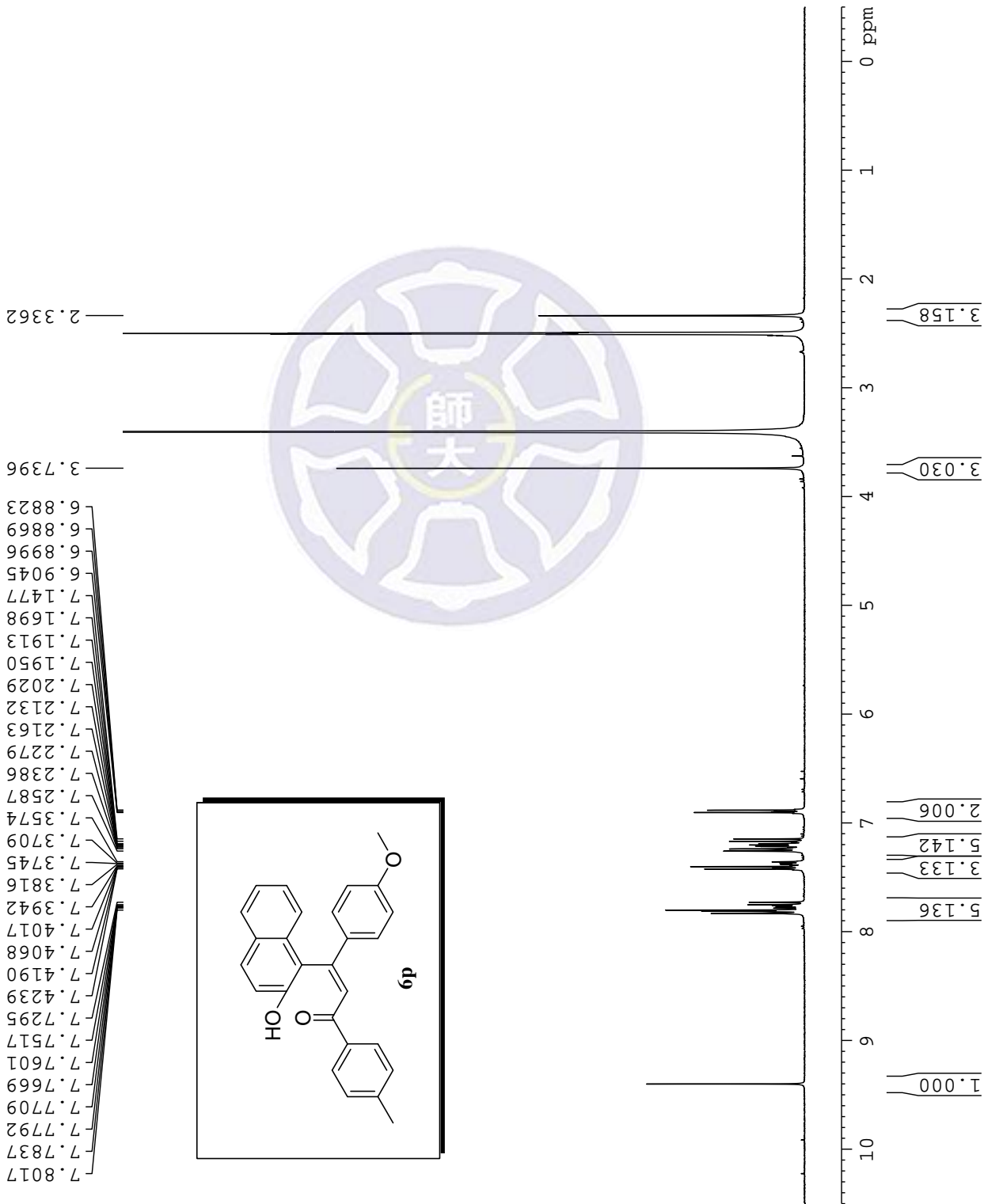
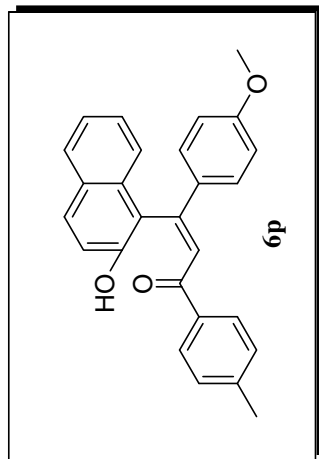
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     6.00 dB
PL13     9.00 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6128148 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       2.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



1H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-en-1-one

7.8017
7.7837
7.7792
7.7709
7.7669
7.7601
7.7517
7.7295
7.7239
7.4190
7.4068
7.4017
7.3942
7.3816
7.3745
7.3709
7.3574
7.2587
7.2386
7.2279
7.2163
7.2132
7.2029
7.1950
7.1913
7.1698
7.1477
6.9045
6.8996
6.8869
6.8823
3.7396
2.3362



Current Data Parameters
NAME 20150606N
EXPNO 4
PROCNO 1

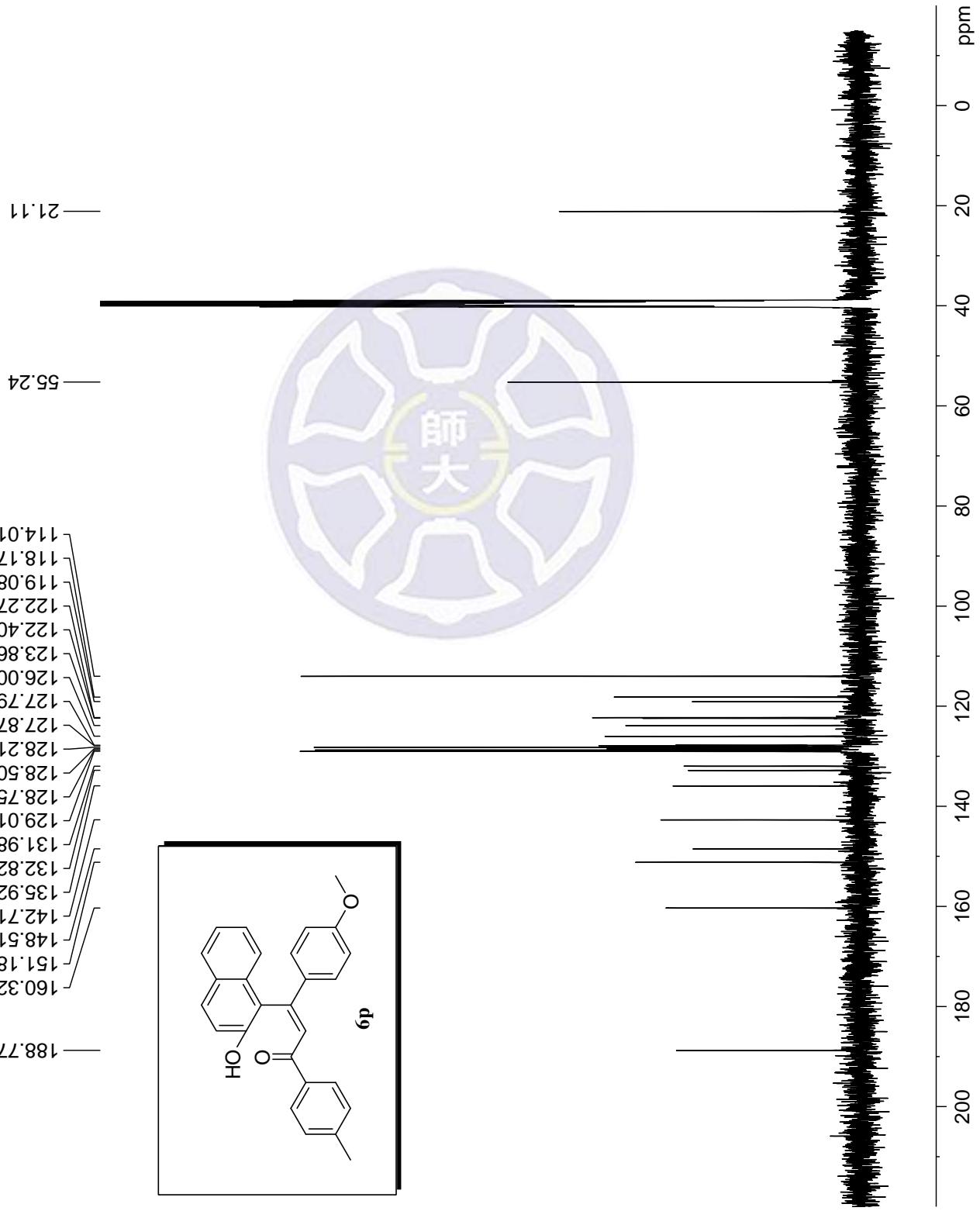
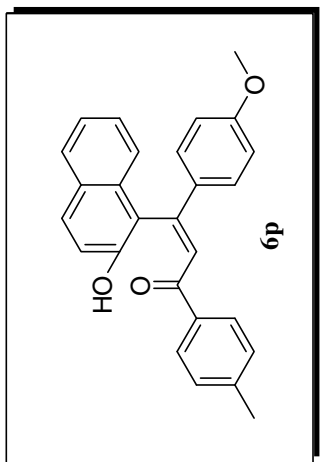
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150606
Time 15:52
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 301.1 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300027 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-(4-methoxyphenyl)-1-p-tolylprop-2-en-1-one

- 188.77
- 160.32
- 151.18
- 148.51
- 142.71
- 135.92
- 132.82
- 131.98
- 129.01
- 128.75
- 128.50
- 128.21
- 127.87
- 127.79
- 126.00
- 123.86
- 122.40
- 122.27
- 119.08
- 118.17
- 114.01



```

Current Data Parameters
NAME      20150519N
EXPNO     4
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150519
Time      19.17
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   DMSO
NS         320
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.4 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

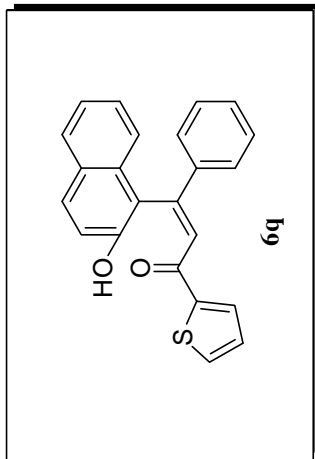
===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1      46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12     0.34252000 W
PLW13     0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6128153 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         2.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

¹H of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-(thiophen-2-yl)prop-2-en-1-one

7.7519
7.7455
7.7351
7.7316
7.6236
7.6217
7.6113
7.6096
7.4411
7.4378
7.4336
7.4271
7.4219
7.4171
7.4035
7.3524
7.3398
7.3359
7.3301
7.3255
7.3089
7.2949
7.2862
7.2506
7.2389
7.2345
7.2252
7.2157
7.2111
7.1255
7.1157
7.1134
7.1037
6.2621

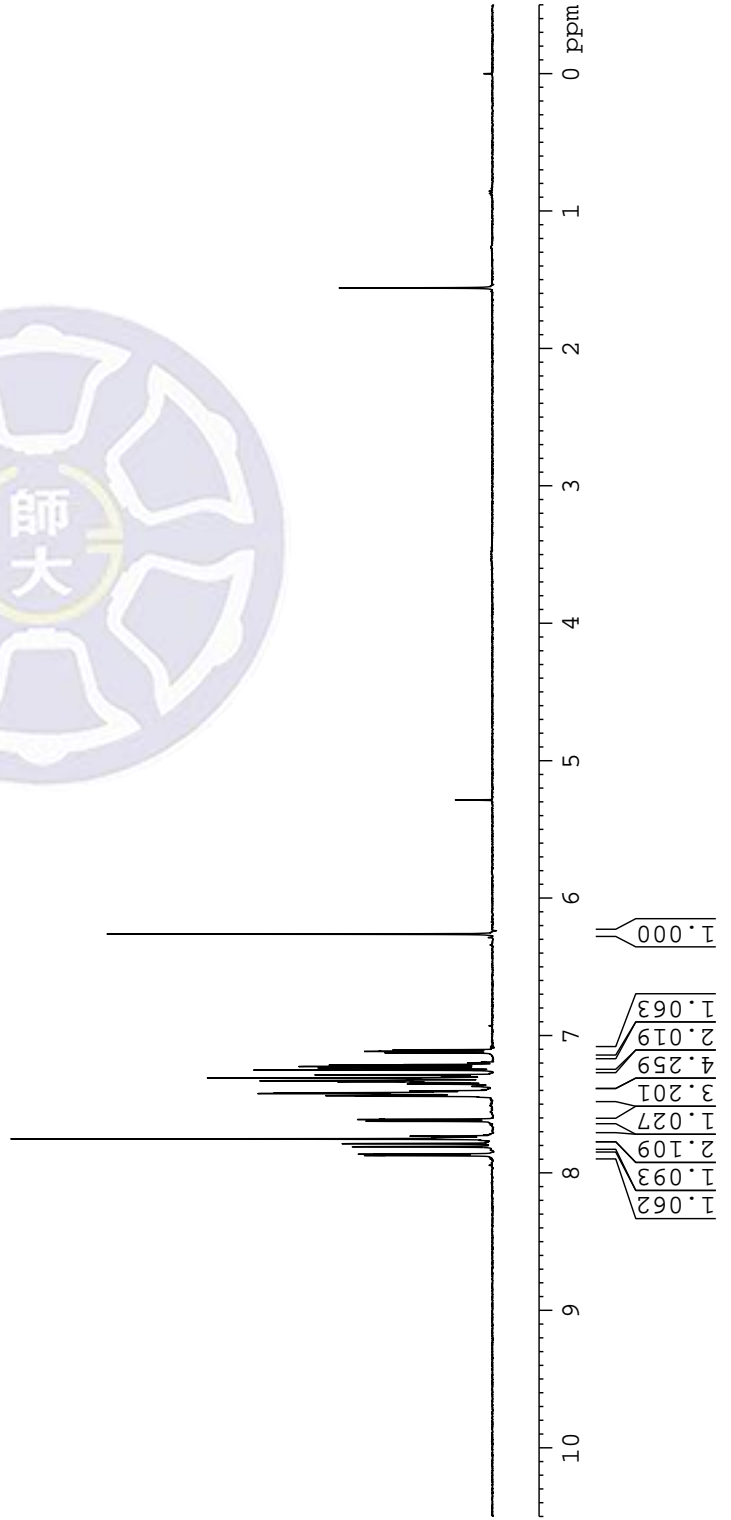


Current Data Parameters
 NAME 20150518
 EXPNO 4
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150518
 Time 18:05
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 362
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

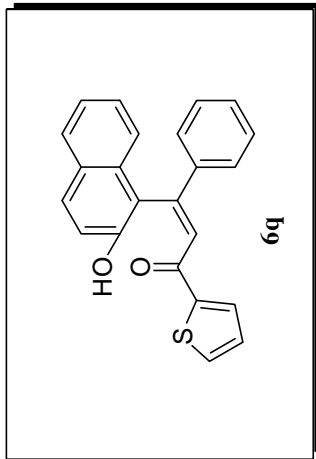
===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 21.45 usec
 PL1 -5.85 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300131 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of (Z)-3-(2-hydroxynaphthalen-1-yl)-3-phenyl-1-(thiophen-2-yl)prop-2-en-1-one

184.09
151.49
149.15
145.17
139.87
134.65
132.69
132.64
130.54
130.17
129.52
129.13
128.45
128.41
127.61
126.73
125.74
124.98
123.62
119.60
119.23



```

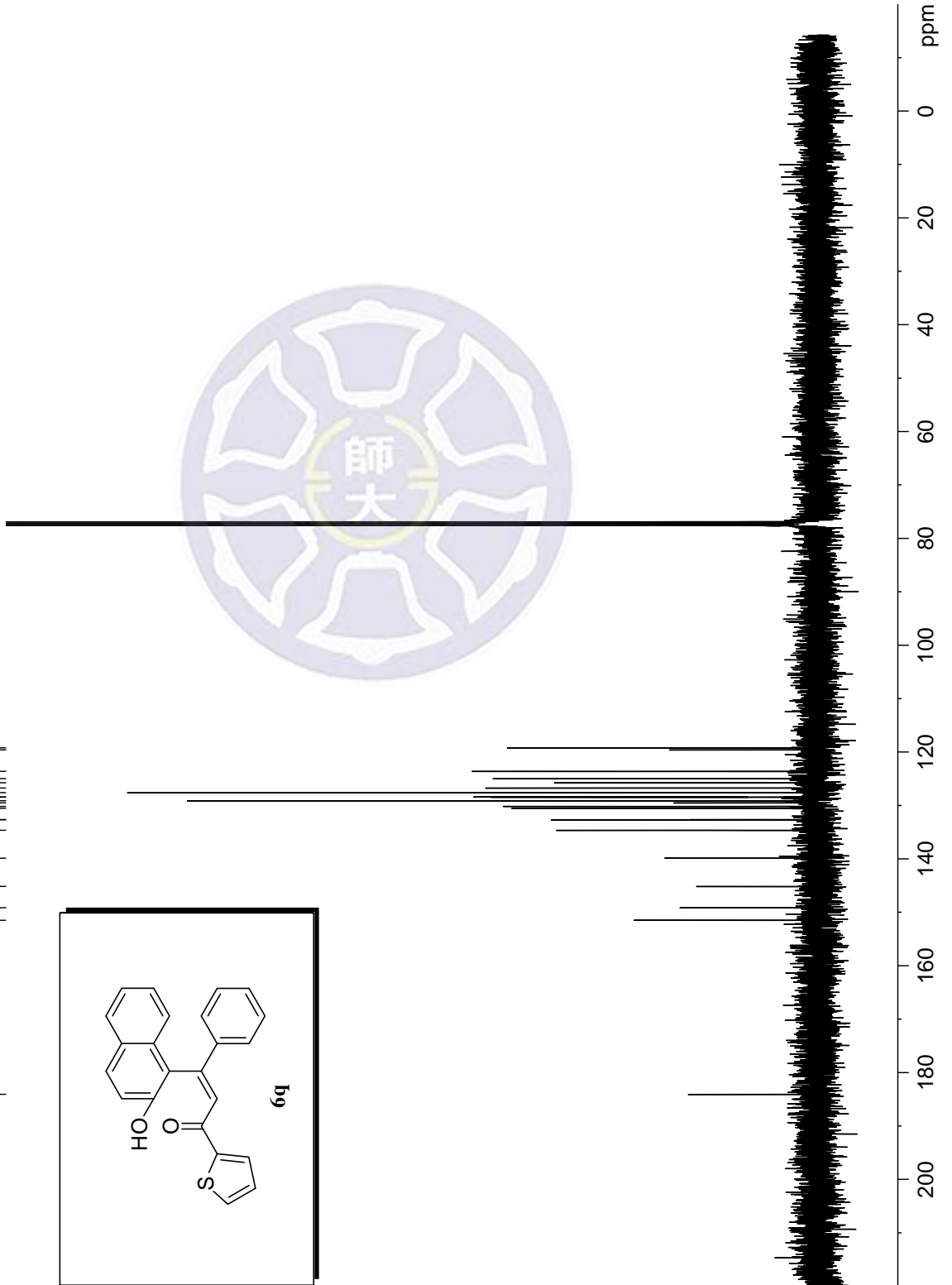
Current Data Parameters
NAME      20150518
EXPNO     5
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150518
Time      18.06
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         251
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         8192
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         297.9 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

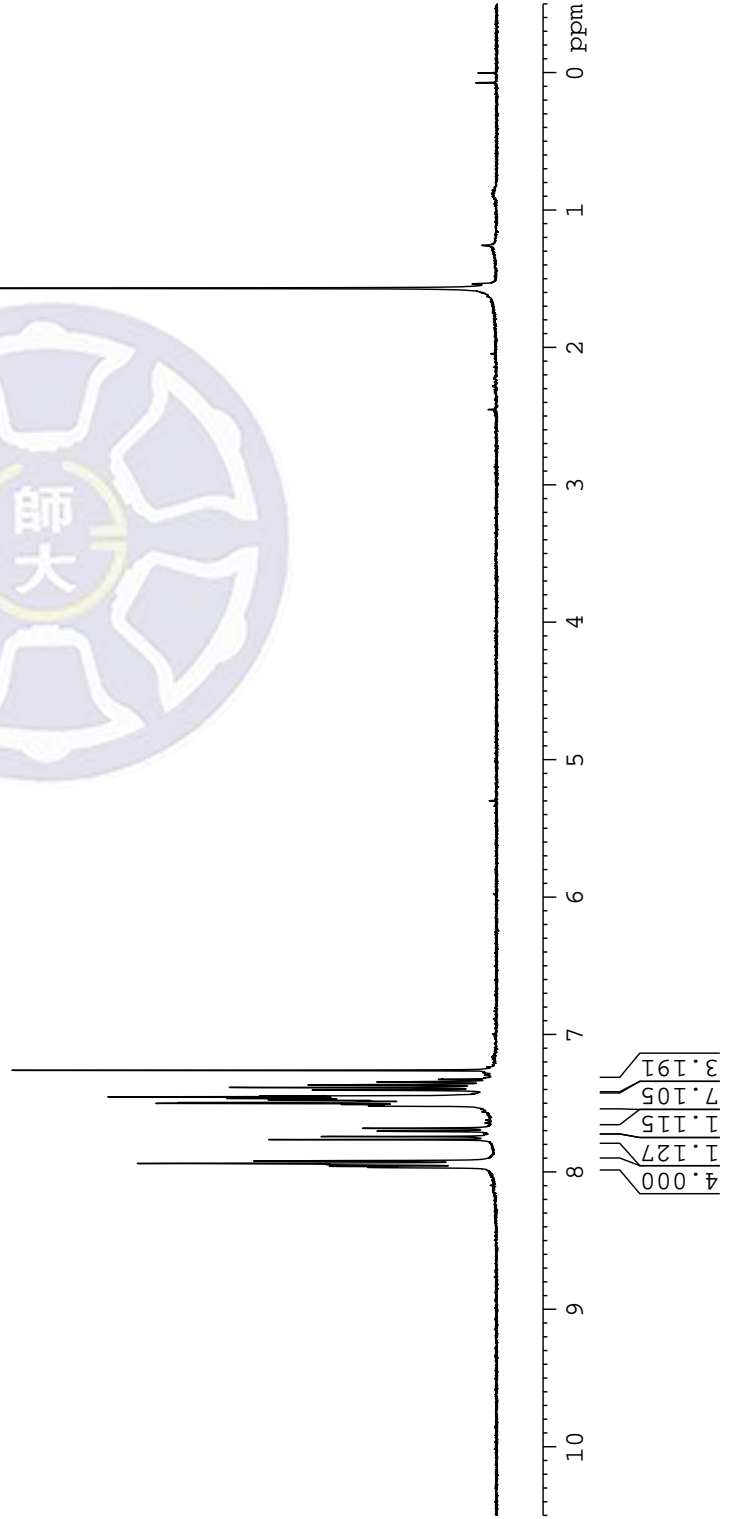
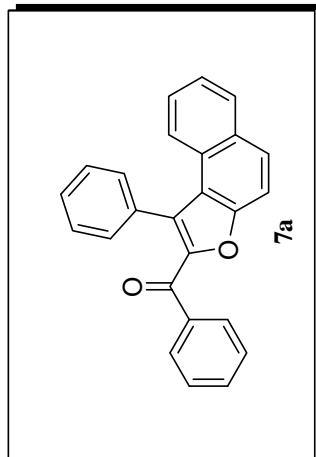
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       6.00 dB
PL13       9.00 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127484 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of phenyl(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone



Current Data Parameters
NAME 20140519
EXPNO 2
PROCNO 1

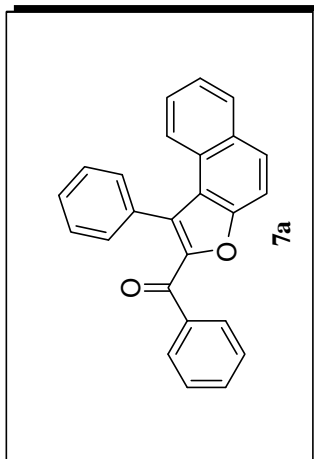
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20140519
Time 14.28
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 12
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 298.8 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300095 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of phenyl(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

184.94
153.18
147.99
137.68
133.04
132.57
131.67
131.29
130.53
130.07
129.91
129.44
128.99
128.76
128.54
128.26
127.21
125.43
123.48
122.20
112.91
77.55
77.23
76.91



```

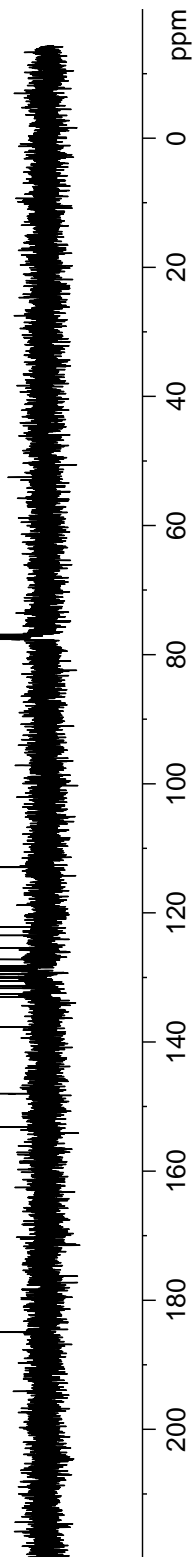
Current Data Parameters
NAME      20141124
EXPNO    7
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20141124
Time     11:09
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       101
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       8192
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       298.3 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

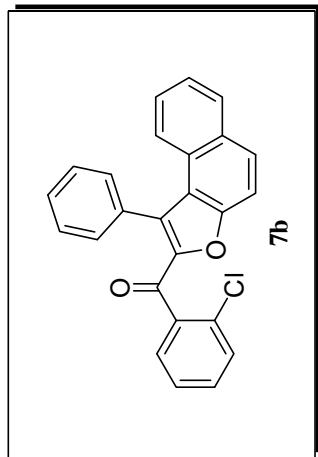
===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     9.10 dB
PL13     12.10 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127514 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (2-chlorophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone



```

Current Data Parameters
NAME      20150605N
EXPNO    1
PROCNO   1

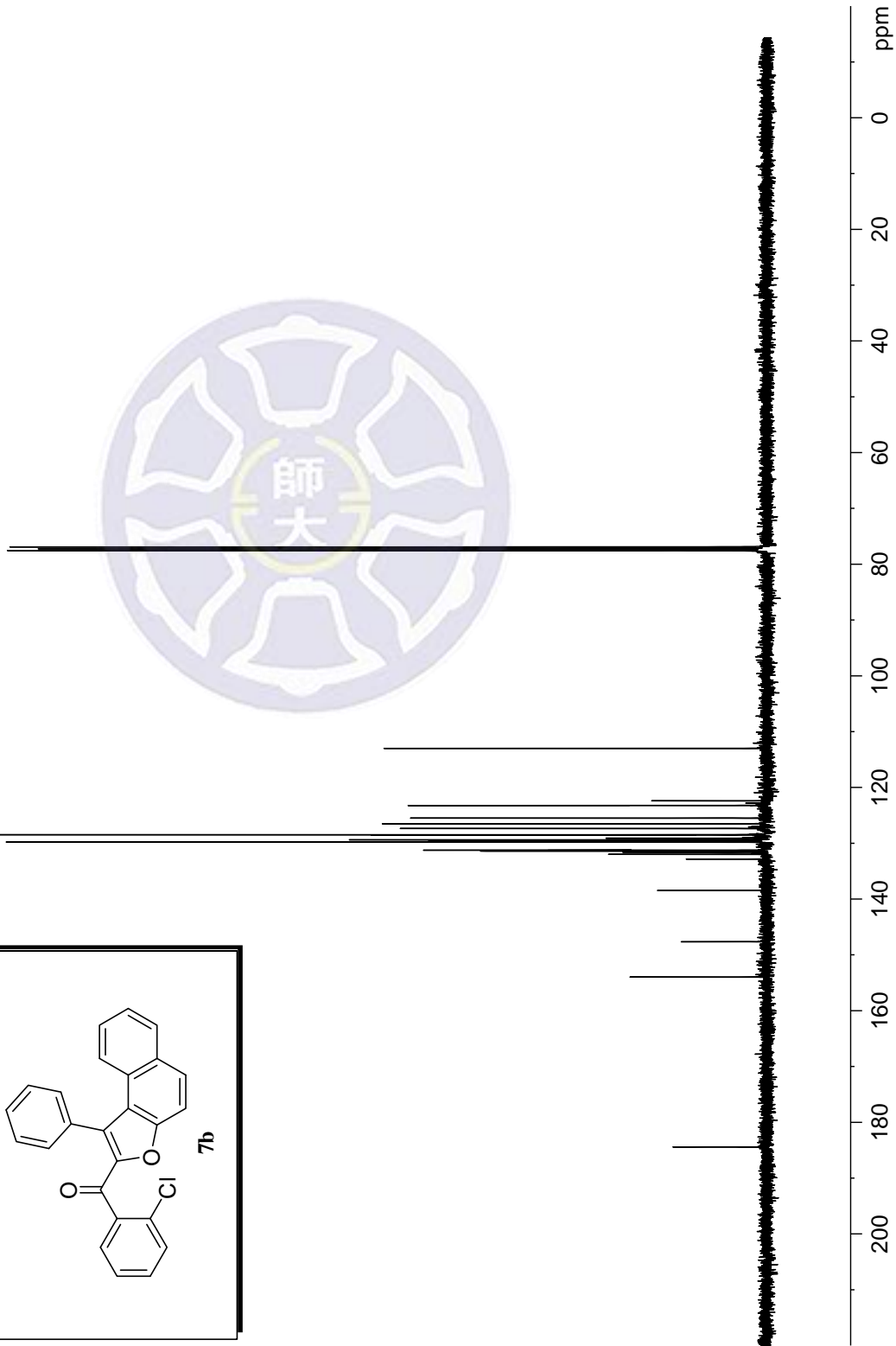
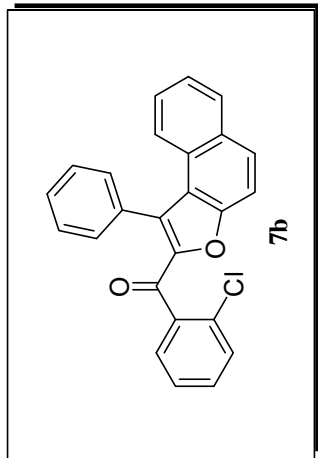
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150605
Time     11:00
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zg30
TD        32768
SOLVENT  CDCI3
NS        4
DS        0
SWH       7211.539 Hz
FIDRES    0.220079 Hz
AQ         2.2719147 sec
RG         78.51
DW         69.333 usec
DE         10.52 usec
TE         298.6 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1     400.1324008 MHz
NUC1      1H
P1        12.80 usec
PLW1     15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI        16384
SF        400.1300093 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0 Hz
GB        0
PC        1.00
    
```

¹³C of (2-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

184.41
153.98
147.65
138.46
132.83
131.98
131.59
131.40
131.26
131.23
129.77
129.73
129.50
129.39
129.09
128.52
128.46
127.35
127.35
126.50
125.49
123.22
123.22
122.39
112.99



Current Data Parameters
NAME 20150605N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150605
Time 11:00
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 335
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 298.6 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

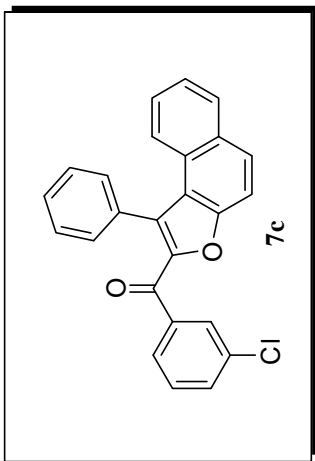
==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127520 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H of (3-chlorophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.8047
7.8015
7.7984
7.7847
7.7822
7.7781
7.7750
7.7522
7.7090
7.6882
7.5011
7.4942
7.4795
7.4752
7.4657
7.4627
7.4547
7.4514
7.4495
7.4342
7.4313
7.4292
7.3773
7.3745
7.3568
7.3543
7.3391
7.3362
7.3273
7.3077
7.2880
7.2601

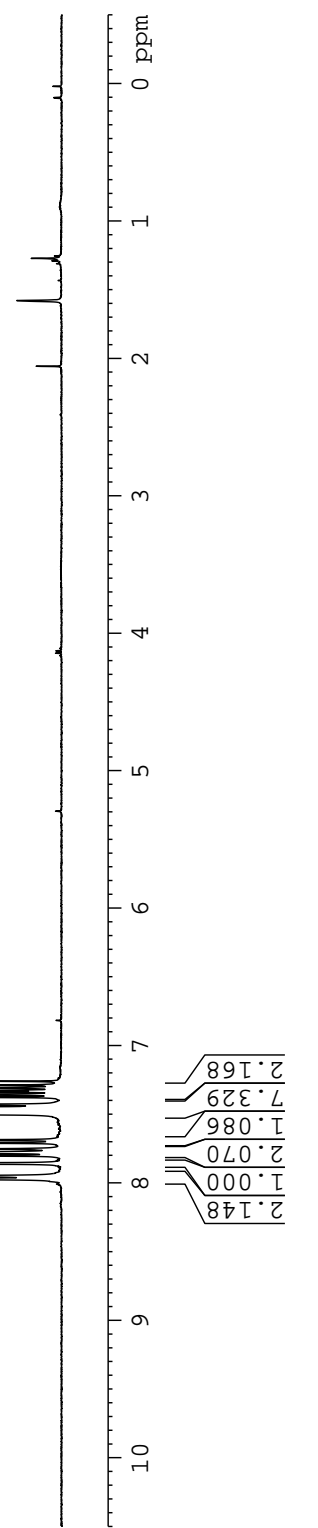


Current Data Parameters
 NAME 20141125
 EXPNO 10
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20141125
 Time 16:55
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

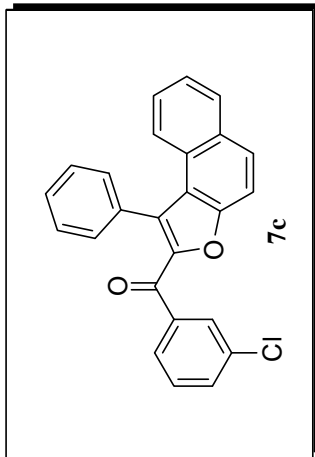
===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 15.00 usec
 PL1 -5.85 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SF 400.1300091 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



¹³C of (3-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

- 183.43
- 153.42
- 147.49
- 139.19
- 134.31
- 132.74
- 132.36
- 131.28
- 130.98
- 129.97
- 129.87
- 129.58
- 129.48
- 128.93
- 128.81
- 128.71
- 127.80
- 127.33
- 125.54
- 123.41
- 122.11
- 112.86



```

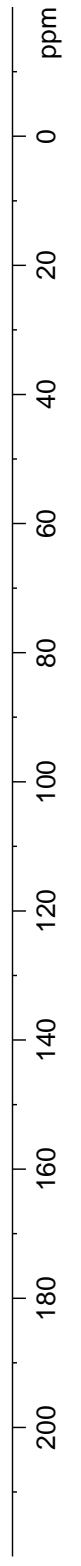
Current Data Parameters
NAME      20141209
EXPNO     4
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141209
Time      12.32
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         884
DS         0
SWH        24038.461 Hz
FIDRES     0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         5792.6
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         295.9 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

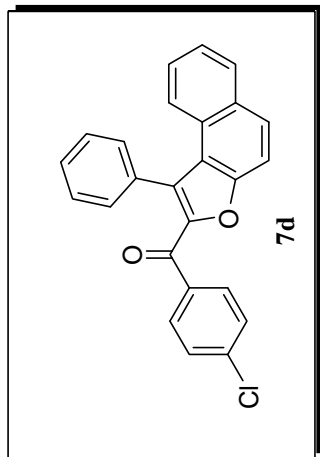
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127544 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹H of (4-chlorophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.9671
7.9449
7.9173
7.9122
7.9077
7.8954
7.8909
7.8849
7.7554
7.7328
7.7104
7.6900
7.5185
7.4967
7.4862
7.4837
7.4657
7.4636
7.3772
7.3730
7.3559
7.3499
7.3409
7.3382
7.2602

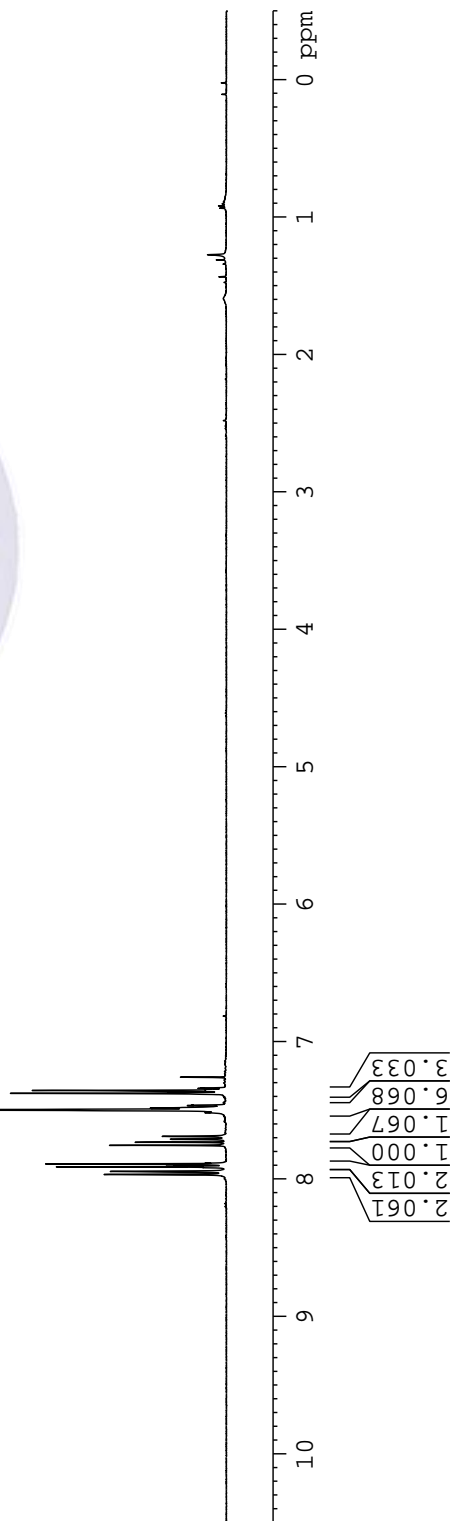


Current Data Parameters
NAME 20141124
EXPNO 14
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20141124
Time 14.26
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 2
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 298.0 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

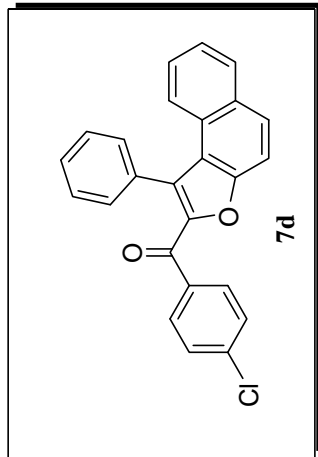
===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 15.00 usec
PL1 -5.85 dB
SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300091 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of (4-chlorophenyl)(1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

183.41
153.24
147.68
138.94
135.97
132.88
132.08
131.30
130.81
129.97
129.46
128.93
128.93
128.83
128.65
128.58
127.30
125.53
123.45
122.16
112.81



```

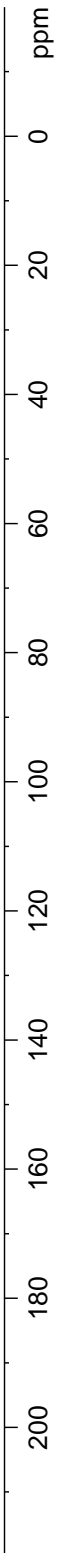
Current Data Parameters
NAME      20141124
EXPNO     15
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141124
Time      14.28
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         309
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         1625.5
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.1 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

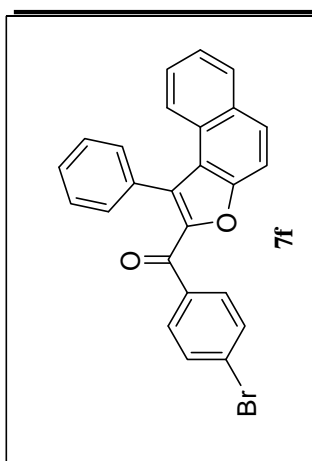
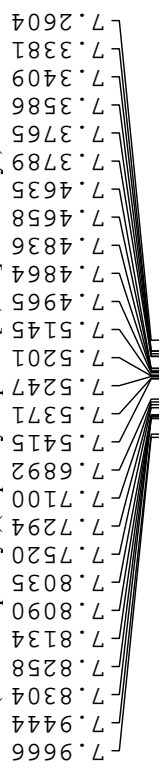
===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127529 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



1H of (4-bromophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone



```

Current Data Parameters
NAME      20141202N
EXPNO    2
PROCNO   1

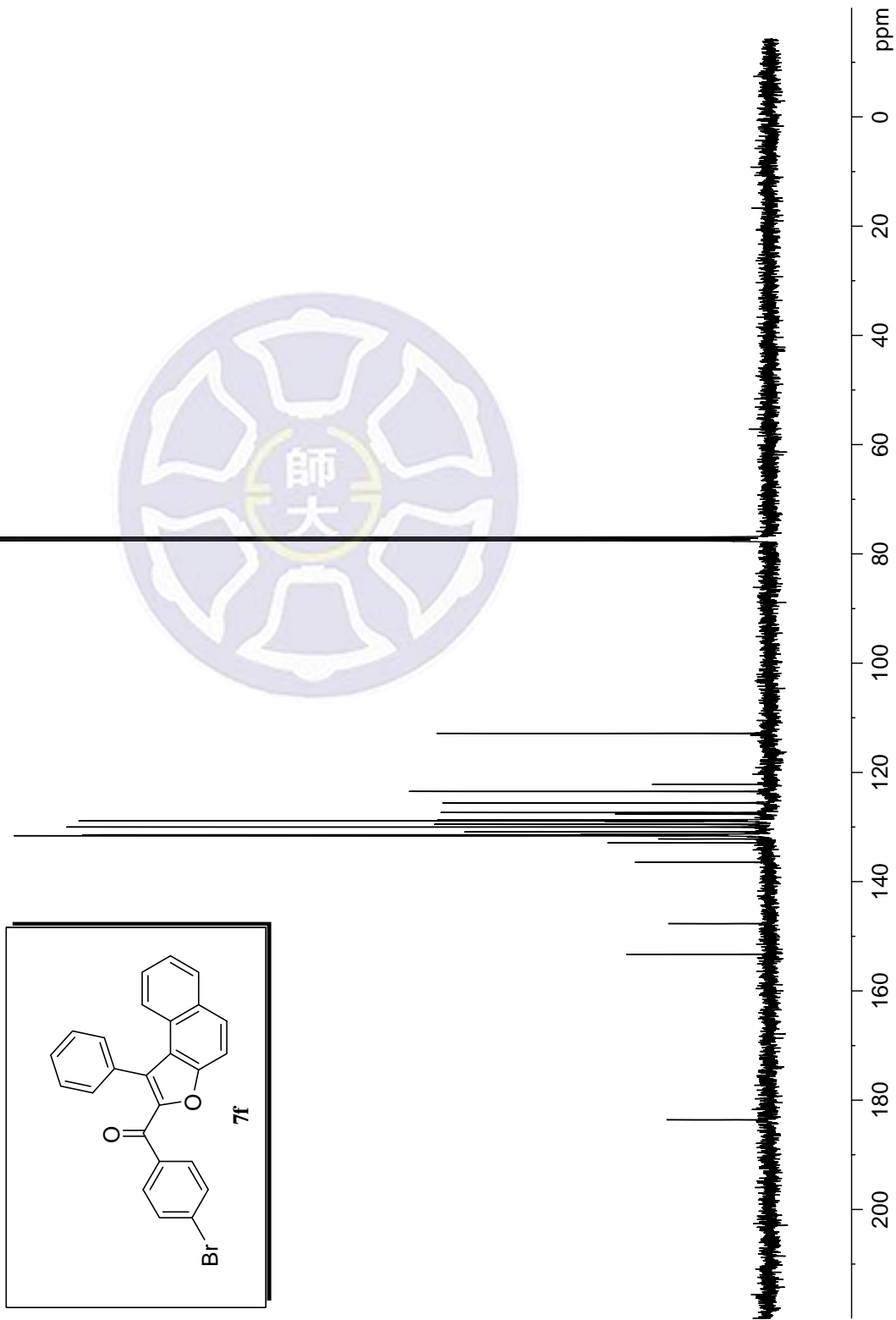
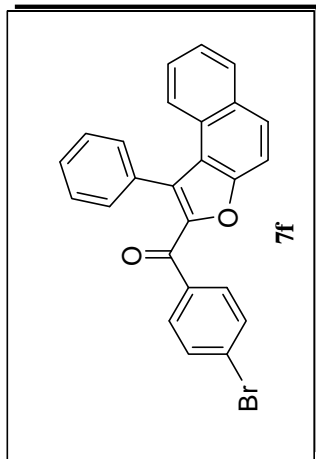
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20141202
Time     12.15
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD       32768
SOLVENT  CDC13
NS       2
DS       0
SWH      7211.539 Hz
FIDRES   0.220079 Hz
AQ       2.2719147 sec
RG       71.42
DW       69.333 usec
DE       10.52 usec
TE       297.9 K
D1       2.00000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1    400.1324008 MHz
NUC1     1H
P1      12.80 usec
PLW1    15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI      16384
SF      400.1300093 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      0 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```

¹³C of (4-bromophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone 1-b]furan-2-yl)methanone

183.57
153.26
147.65
136.41
132.87
132.15
131.56
131.39
131.30
130.85
129.97
129.48
128.93
128.84
128.66
127.62
127.32
125.54
123.46
122.17
112.82
77.55
77.23
76.91



Current Data Parameters
NAME 20141202N
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20141202
Time 12.17
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 130
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 298.3 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====

SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====

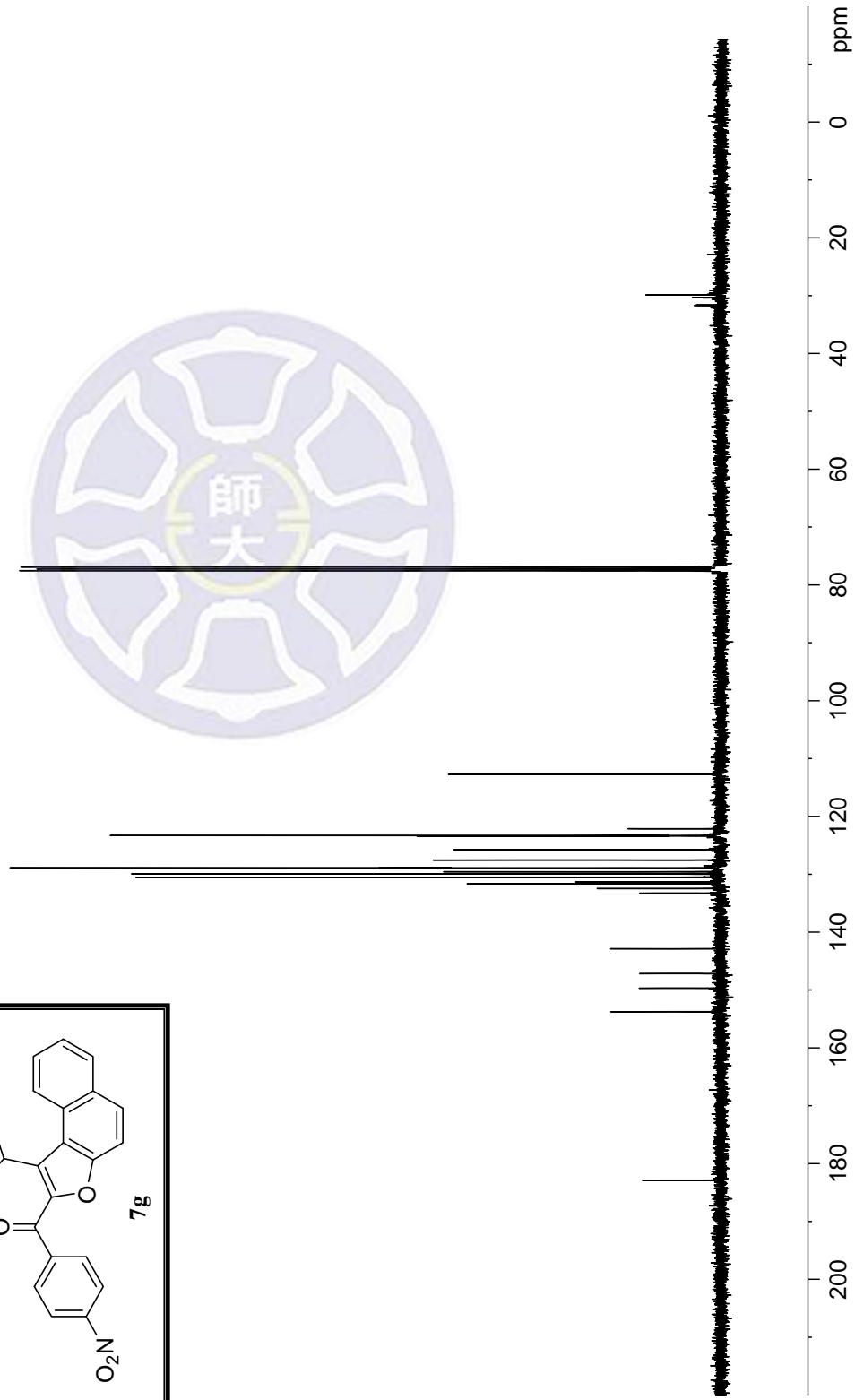
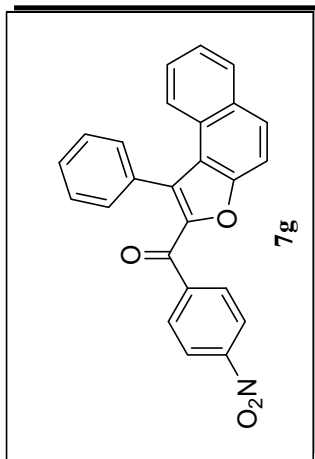
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 100.6127523 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0
GB 0
PC 1.00

¹³C of (4-nitrophenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

182.89
153.77
149.69
147.19
142.89
133.28
132.48
131.63
131.35
130.54
129.95
129.58
129.58
128.94
128.91
127.56
125.77
123.40
123.33
122.15
112.76



```

Current Data Parameters
NAME      20150721N
EXPNO     2
PROCNO    1

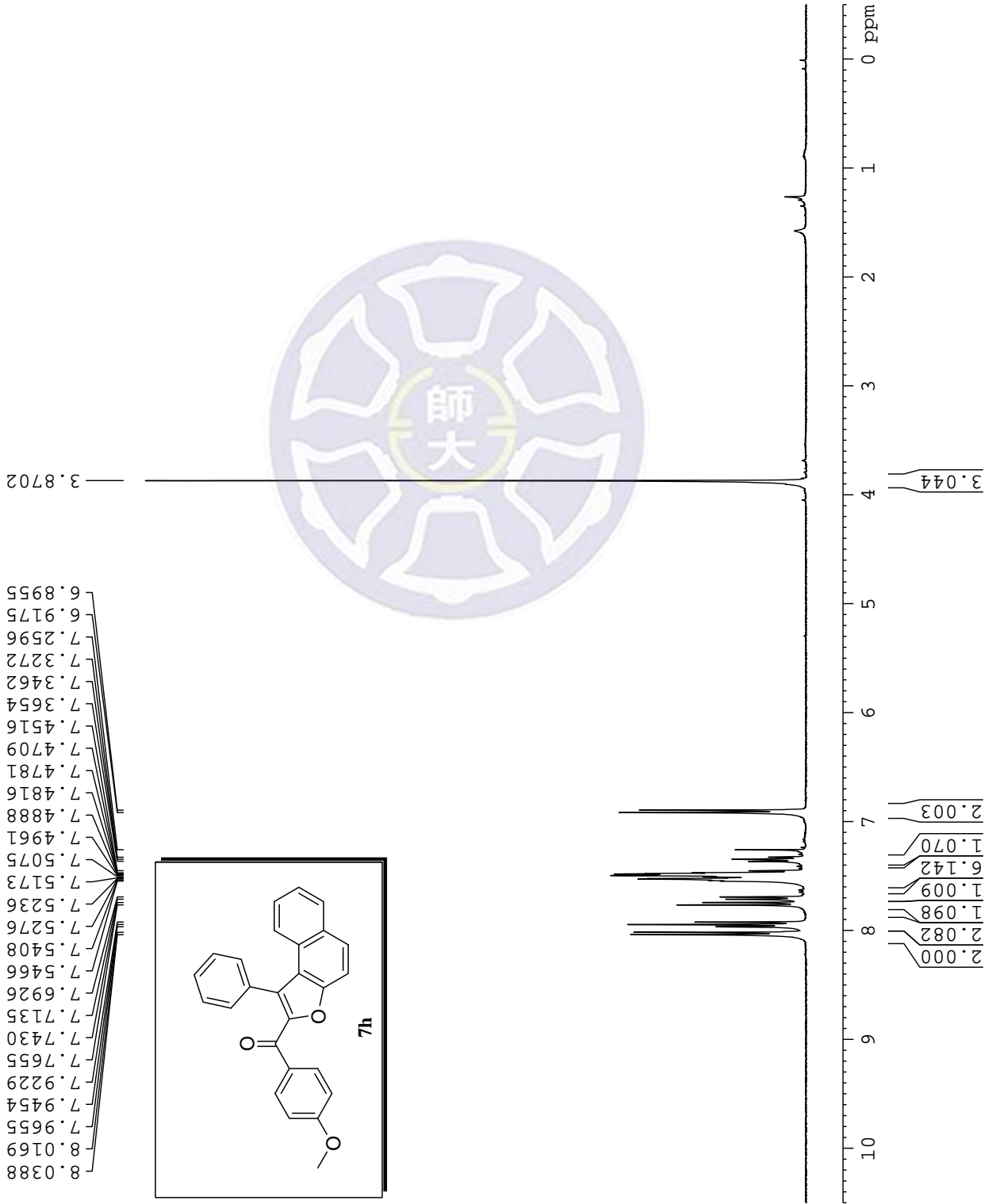
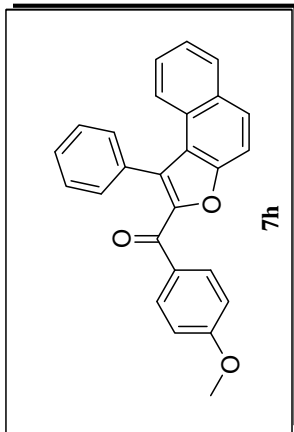
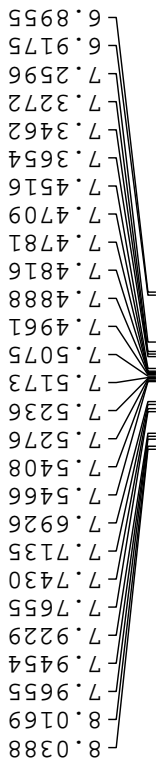
F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150721
Time      11.52
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         300
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         198.09
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         299.8 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      100.6233319 MHz
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PLW1       46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2      400.1316005 MHz
NUC2       1H
CPDPRG2   waltz16
PCPD2     90.00 usec
PLW2     15.00000000 W
PLW12    0.34252000 W
PLW13    0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127512 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

¹H of (4-methoxyphenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone



Current Data Parameters
 NAME 20150119
 EXPNO 1
 PROCNO 1

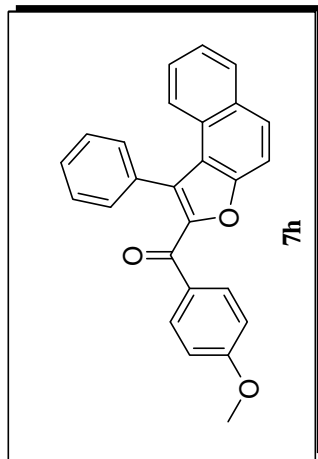
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150119
 Time 13.13
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 295.9 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 15.00 usec
 PL1 -5.85 dB
 SFO1 400.1324008 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300095 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (4-methoxyphenyl)(1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

- 183.29
- 163.39
- 152.86
- 148.32
- 133.28
- 132.45
- 131.26
- 130.94
- 130.36
- 130.11
- 130.06
- 129.39
- 128.96
- 128.76
- 128.44
- 127.10
- 125.33
- 123.50
- 122.21
- 113.65
- 112.87
- 77.54
- 77.22
- 76.91
- 55.63



```

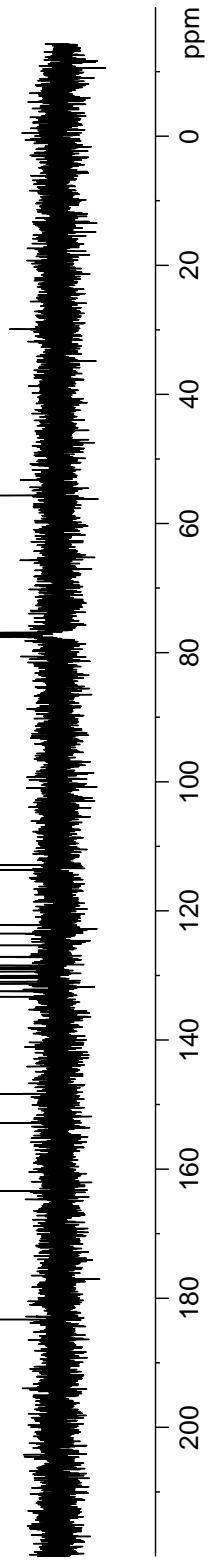
Current Data Parameters
NAME      20141124
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20141124
Time     10:32
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO BB-1H
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       88
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       1290.2
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       298.4 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      6.70 dB
SFO1     100.6233325 MHz

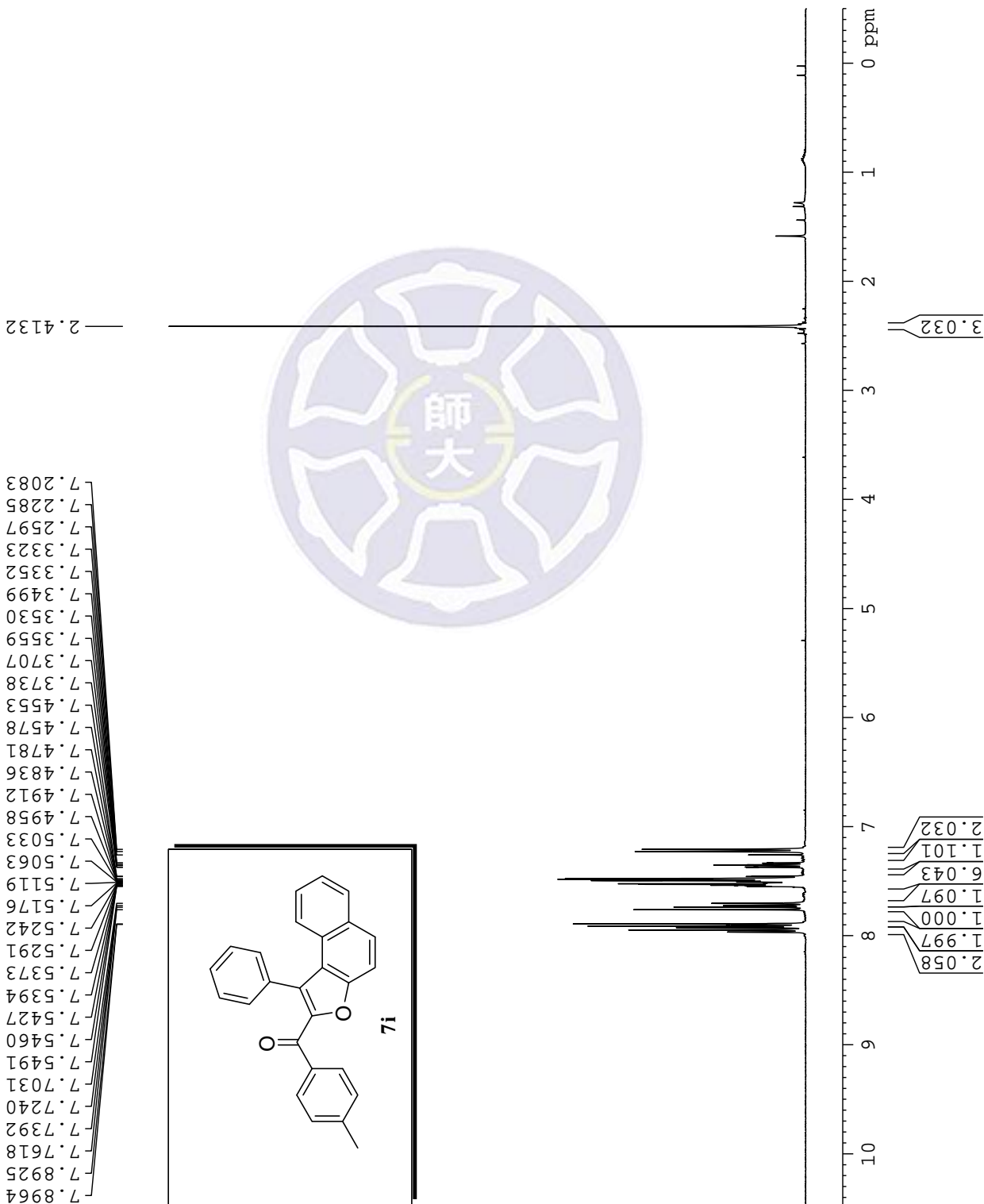
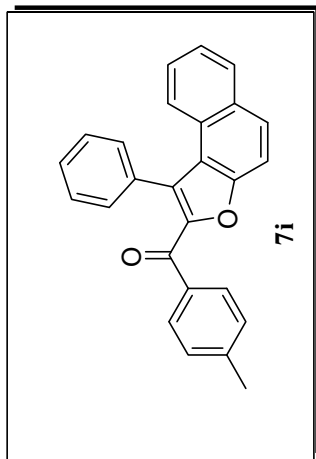
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    90.00 usec
PL2      -5.85 dB
PL12     9.10 dB
PL13     12.10 dB
SFO2     400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6127521 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```



¹H of (1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone

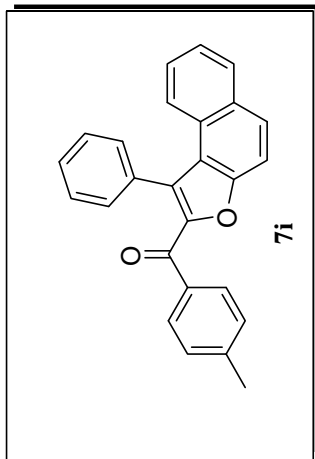
7.8964
7.8925
7.7618
7.7392
7.7240
7.7031
7.5491
7.5460
7.5427
7.5394
7.5373
7.5291
7.5242
7.5176
7.5119
7.5063
7.5033
7.4958
7.4912
7.4836
7.4781
7.4578
7.4553
7.3738
7.3707
7.3559
7.3530
7.3499
7.3352
7.3323
7.2597
7.2285
7.2083



Current Data Parameters
 NAME 20141125
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20141125
 Time 12:09
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7246.377 Hz
 FIDRES 0.221142 Hz
 AQ 2.2609921 sec
 RG 114
 DW 69.000 usec
 DE 6.50 usec
 TE 298.1 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 ¹H
 P1 15.00 usec
 PL1 -5.85 dB
 SFO1 400.1324008 MHz
 F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300095 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (1-phenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone

184.48
152.98
148.19
143.43
135.03
133.17
131.27
130.28
130.14
130.04
129.40
129.01
128.97
128.74
128.42
127.13
125.36
123.49
122.22
112.89
77.54
77.23
76.91



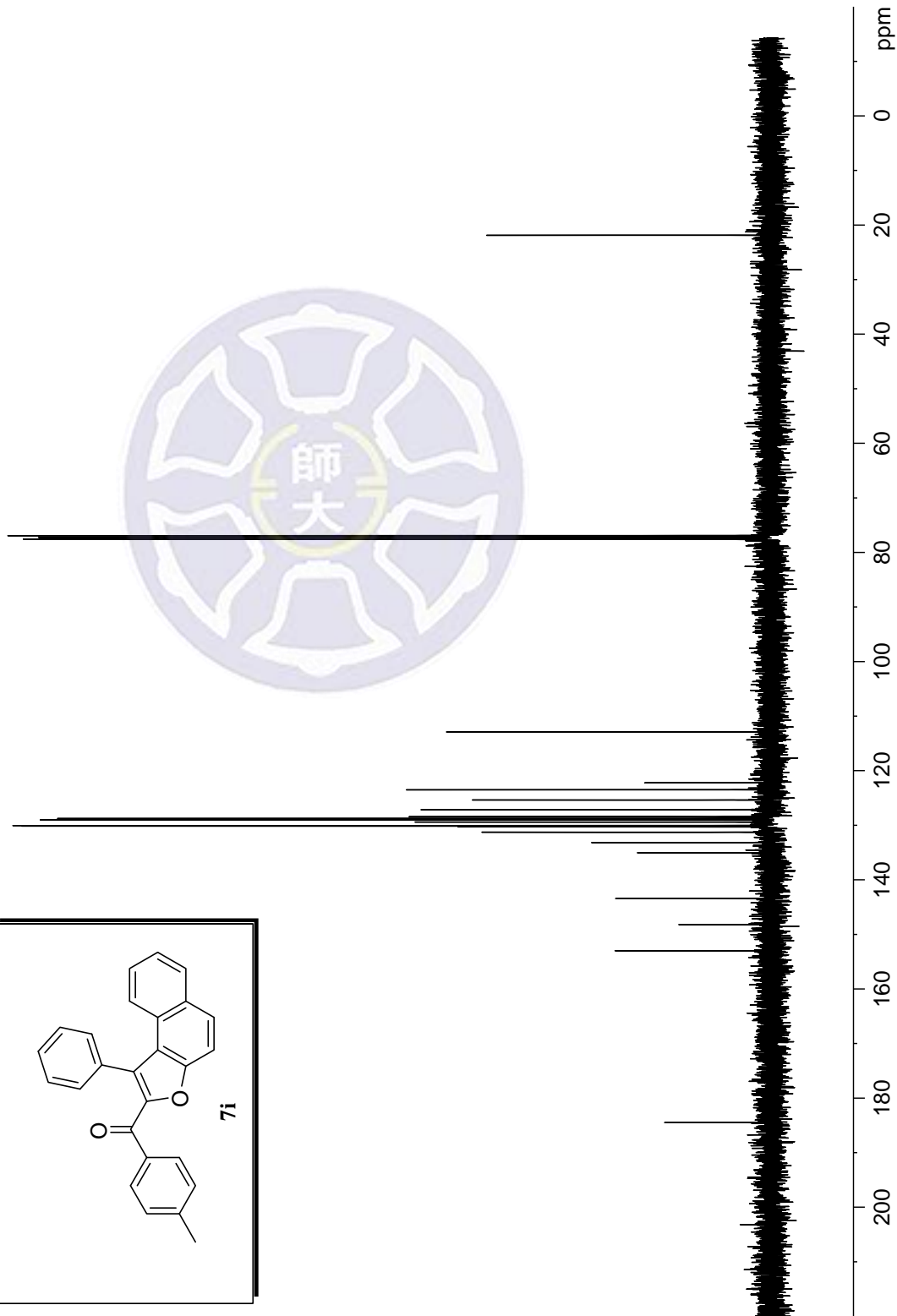
21.86

Current Data Parameters
 NAME 20141125
 EXPNO 3
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20141125
 Time 12.11
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 81
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 1149.4
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 298.3 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

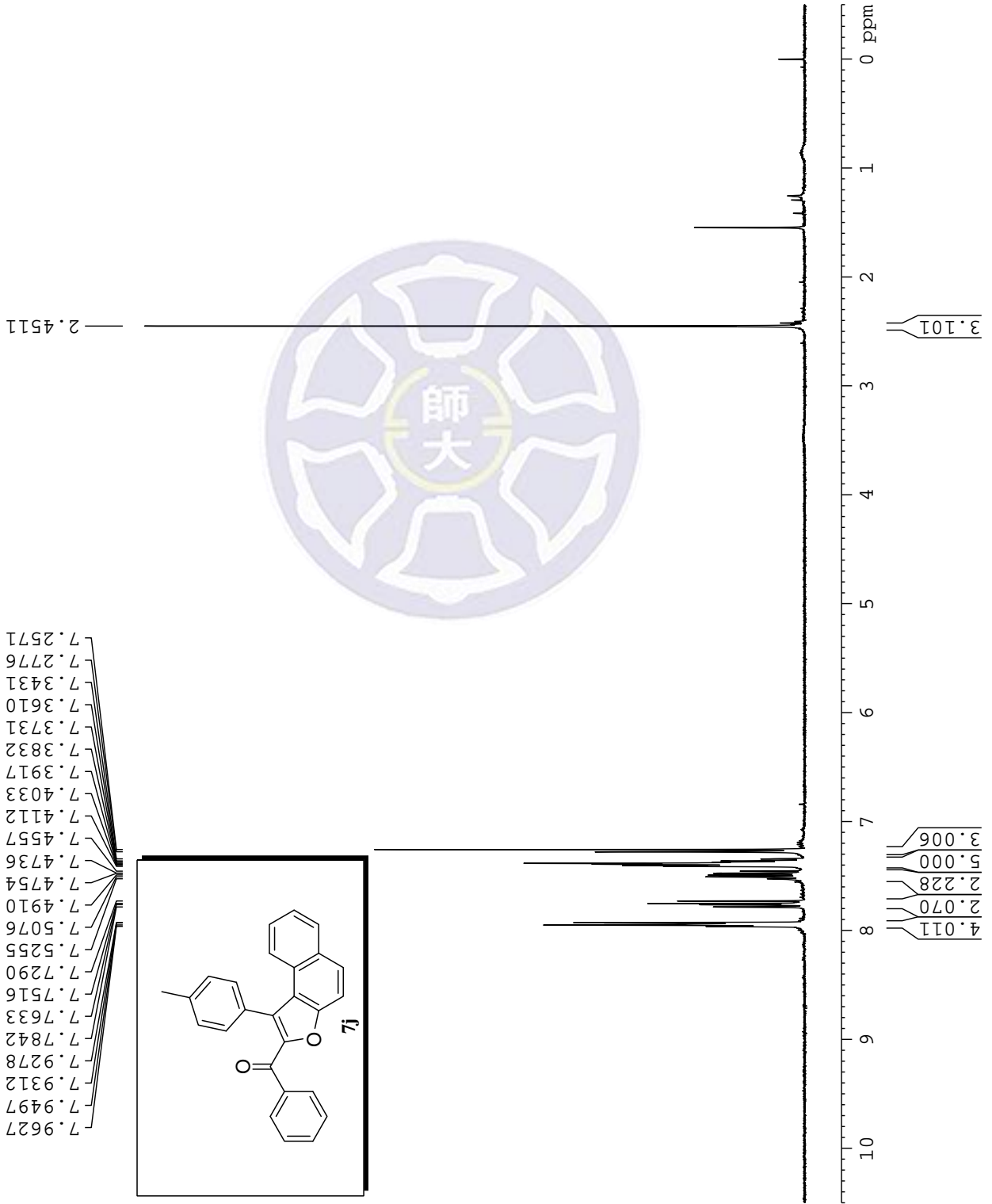
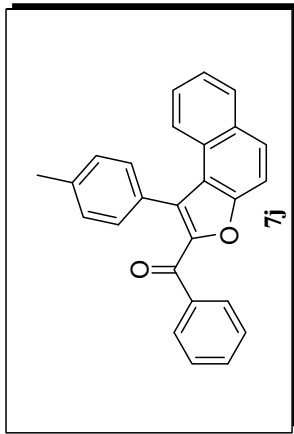
==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 9.10 dB
 PL13 12.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127529 MHz
 WIDW EM
 SSB 0 1.00 Hz
 LB 0
 GB 0
 PC 1.00



¹H of phenyl(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.9627
7.9497
7.9312
7.9278
7.7842
7.7633
7.7516
7.7290
7.5255
7.5076
7.4910
7.4754
7.4736
7.457
7.4112
7.4033
7.3917
7.3832
7.3731
7.3610
7.3431
7.2776
7.2571



Current Data Parameters
NAME 20150119
EXPNO 2
PROCNO 1

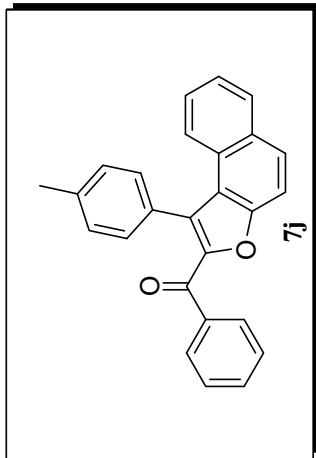
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150119
Time 13.16
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7246.377 Hz
FIDRES 0.221142 Hz
AQ 2.2609921 sec
RG 114
DW 69.000 usec
DE 6.50 usec
TE 295.7 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹H
P1 15.00 usec
PL1 -5.85 dB
SFO1 400.1324008 MHz

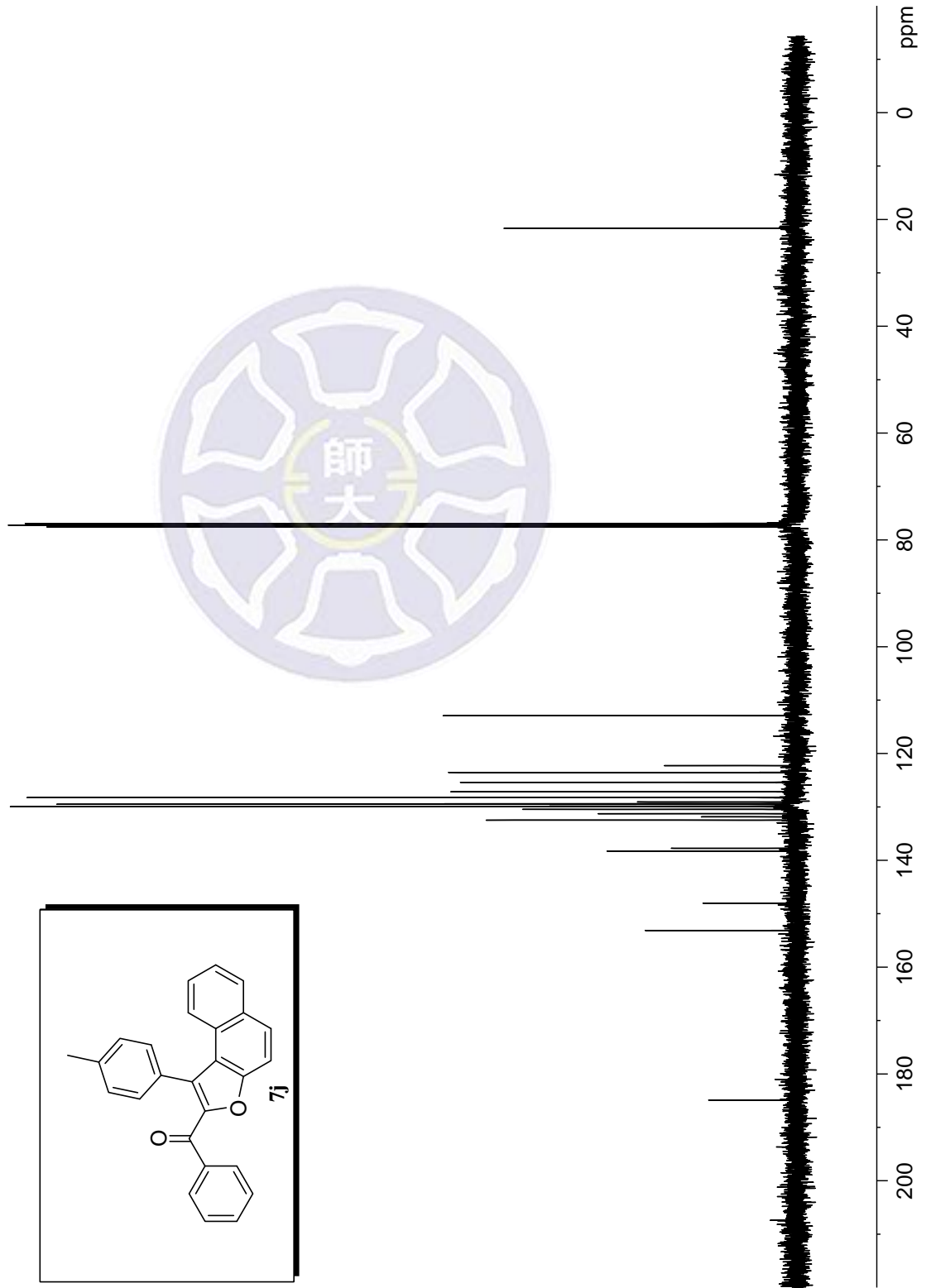
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300104 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of phenyl(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

- 184.89
- 153.12
- 148.02
- 138.26
- 137.74
- 132.46
- 131.84
- 131.24
- 130.44
- 129.93
- 129.88
- 129.85
- 129.49
- 129.39
- 129.06
- 128.23
- 127.14
- 125.37
- 123.53
- 122.25
- 112.90
- 77.55
- 77.23
- 76.91



21.65



Current Data Parameters
 NAME 20141209
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20141209
 Time 12.17
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 139
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 5792.6
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 295.8 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

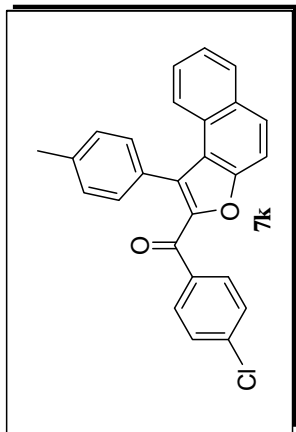
==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG[2] waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 9.10 dB
 PL13 12.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127536 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of (4-chlorophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.9384
7.8987
7.8947
7.8914
7.8835
7.8803
7.8764
7.7853
7.7716
7.7708
7.7401
7.7251
7.4943
7.4924
7.4827
7.4808
7.4792
7.4692
7.4674
7.3863
7.3832
7.3760
7.3732
7.3695
7.3663
7.3585
7.3553
7.3513
7.2931
7.2800
7.2598



2.4758



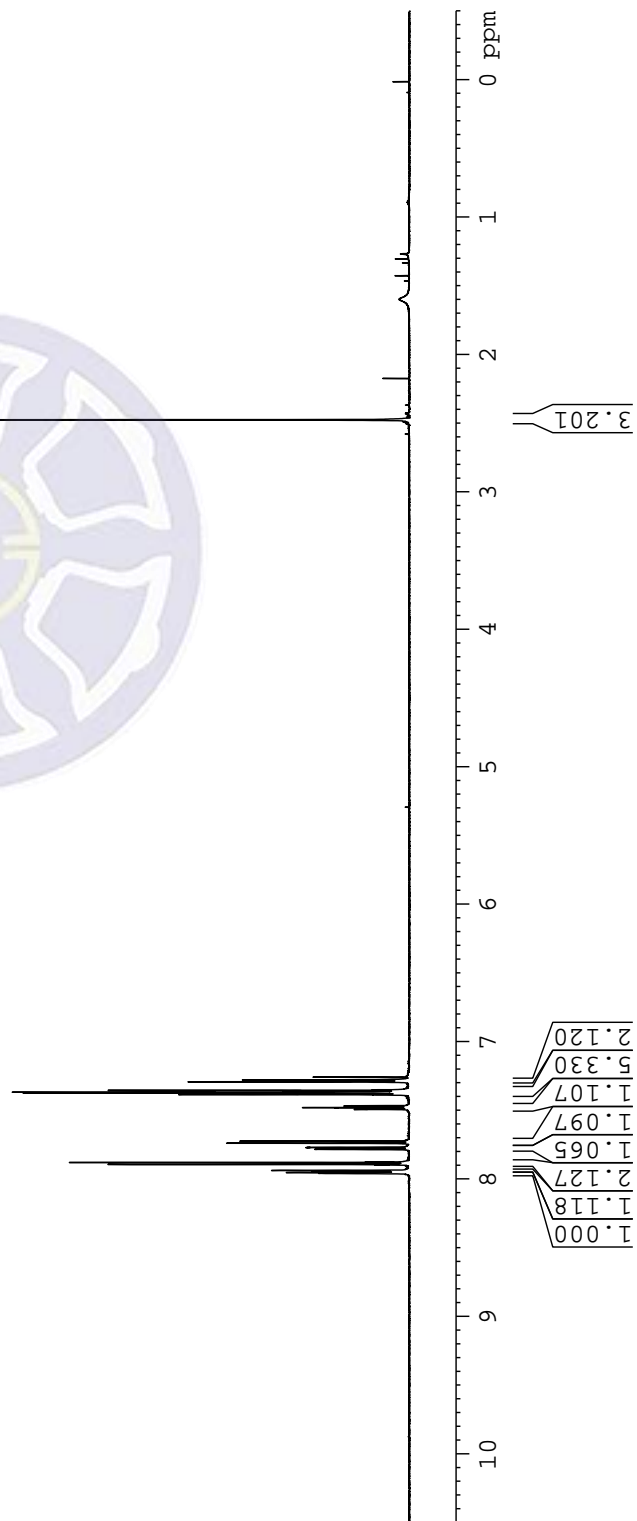
```

Current Data Parameters
NAME      20150119N
EXPNO    44
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150119
Time     16:28
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm PATBO BB-
PULPROG zg30
TD       65536
SOLVENT  CDCI3
NS       1
DS       0
SWH      10822.511 Hz
FIDRES   0.165138 Hz
AQ       3.0277631 sec
RG       138.39
DW       46.200 usec
DE       12.09 usec
TE       300.0 K
D1       2.0000000 sec
TD0      1

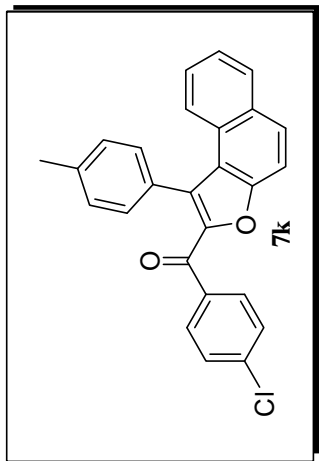
===== CHANNEL f1 =====
SFO1    600.1736010 MHz
NUC1     1H
P1      12.05 usec
PLW1    30.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI      32768
SF      600.1700142 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      0 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```

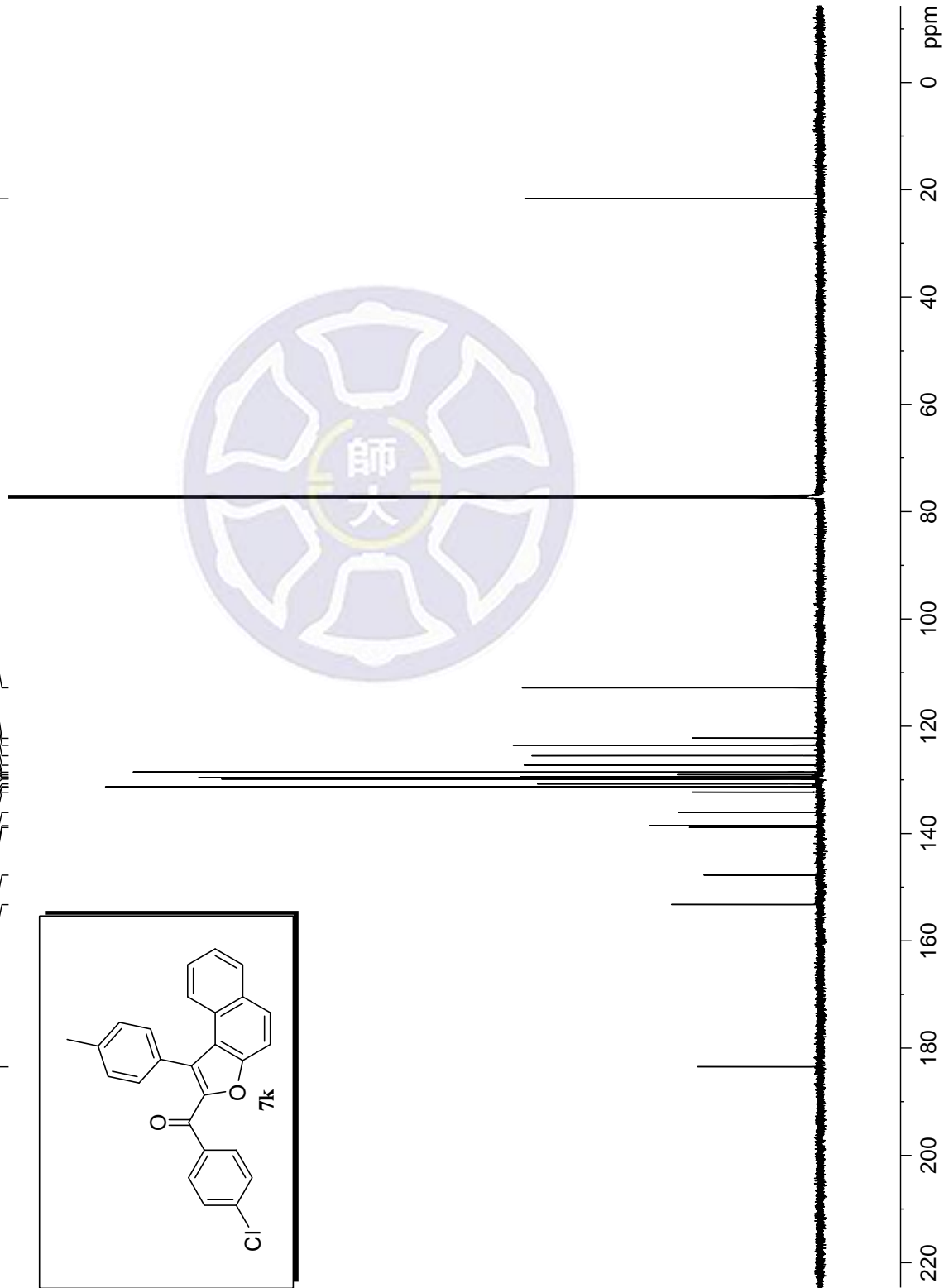


¹³C of (4-chlorophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

183.49
153.26
147.76
138.87
138.54
136.08
132.31
131.31
131.30
130.76
129.86
129.72
129.56
129.45
129.05
128.56
127.27
125.50
123.54
122.24
112.84



21.66



```

Current Data Parameters
NAME 20150119N
EXPNO 55
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150119
Time 16:37
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PATBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCI3
NS 400
DS 0
SWH 36057.691 Hz
FIDRES 0.550197 Hz
AQ 0.9087659 sec
RG 2050
DW 13.867 usec
DE 6.50 usec
TE 300.1 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

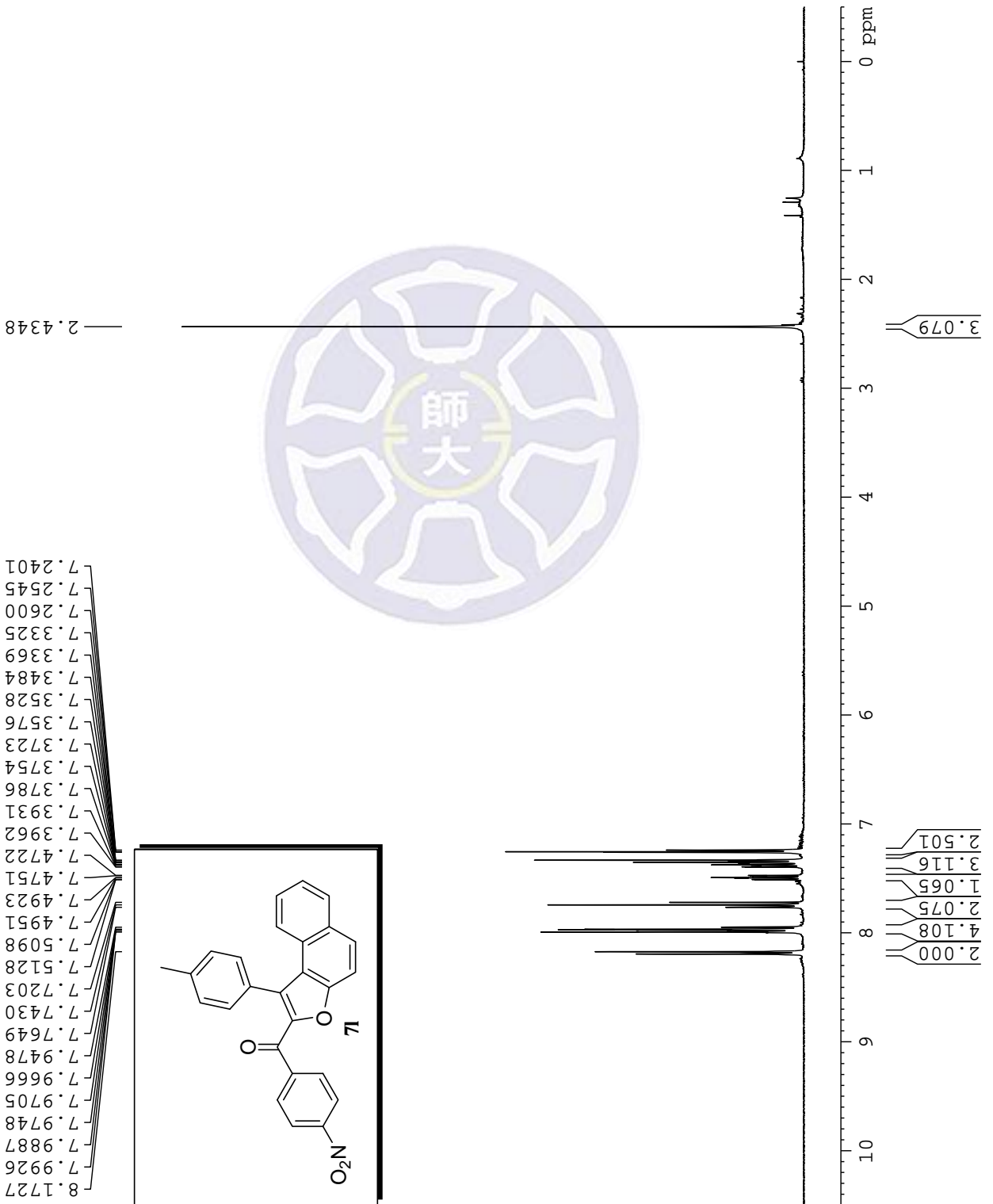
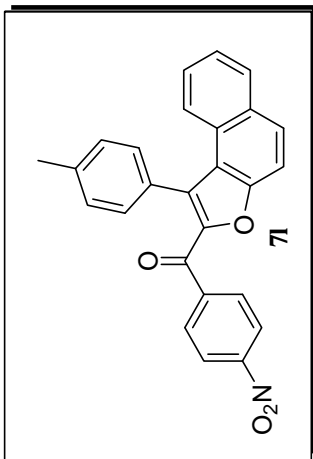
===== CHANNEL f1 =====
SFO1 150.9287115 MHz
NUC1 13C
P1 10.80 usec
PLW1 50.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2 600.1724007 MHz
NUC2 1H
CPDPRGj2 waltz64
PCPD2 70.00 usec
PLW2 30.00000000 W
PLW12 1.03470004 W
PLW13 0.50700003 W

F2 - Processing parameters
SI 65536
SF 150.9128389 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00
    
```

¹H of (4-nitrophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

8.1727
7.9926
7.9887
7.9748
7.9705
7.9666
7.9478
7.7649
7.7430
7.7203
7.5128
7.5098
7.4951
7.4923
7.4751
7.4722
7.3962
7.3931
7.3786
7.3754
7.3723
7.3576
7.3528
7.3484
7.3369
7.3325
7.2600
7.2545
7.2401



Current Data Parameters
NAME 20150514N
EXPNO 5
PROCNO 1

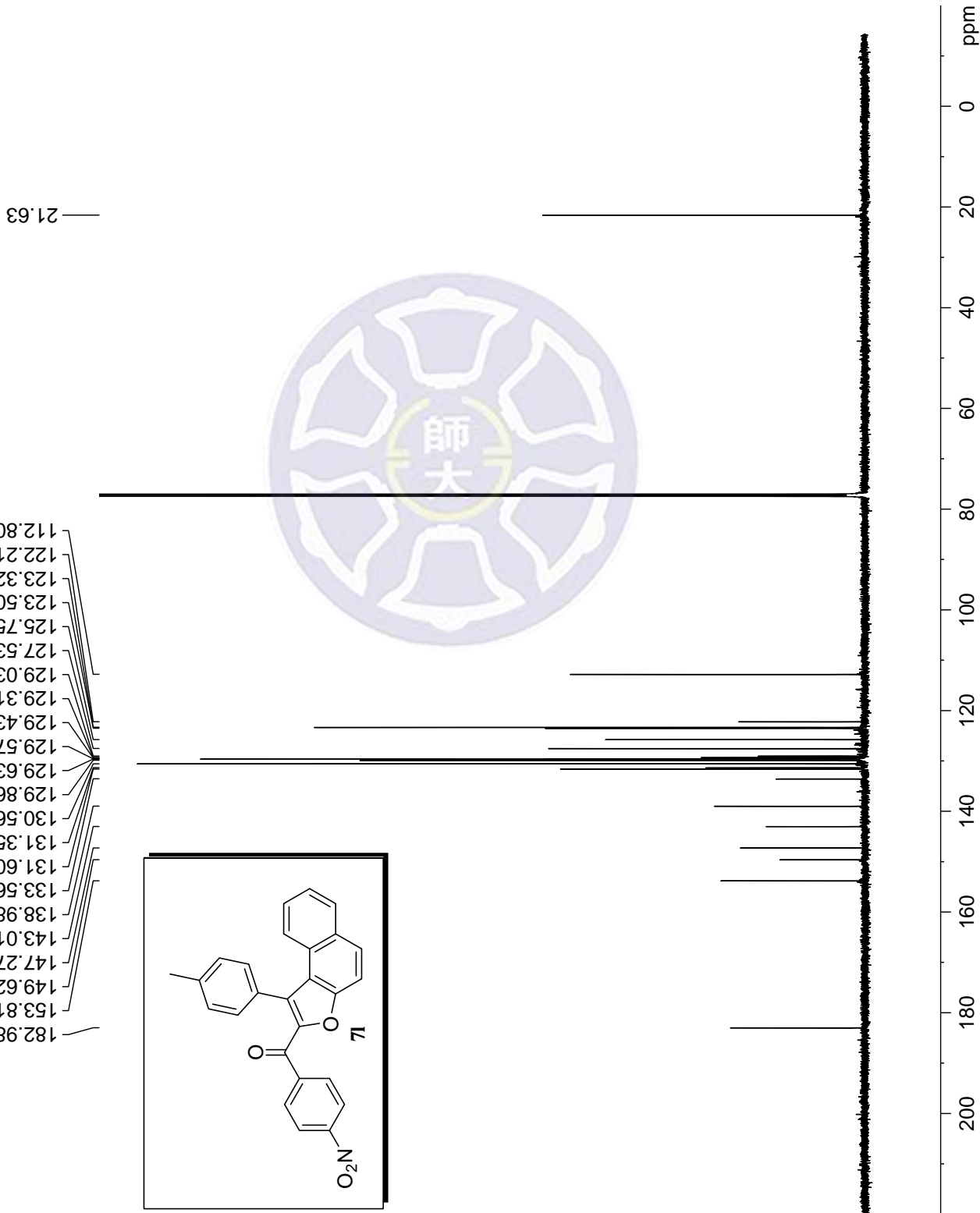
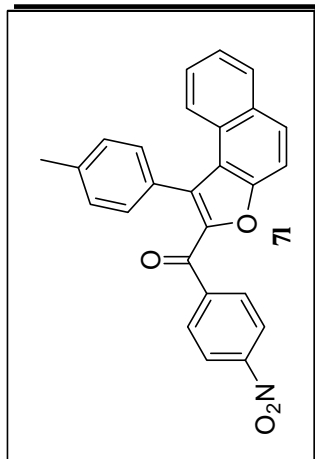
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150514
Time 12:09
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300115 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (4-nitrophenyl)(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

182.98
153.81
149.62
147.27
143.01
138.98
133.56
131.60
131.35
130.56
129.86
129.63
129.57
129.43
129.31
129.03
127.53
125.75
123.50
123.32
122.21
112.80



Current Data Parameters
NAME YAO-2015050136
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150514
Time 19:08
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PATBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 1200
DS 0
SWH 36057.691 Hz
FIDRES 0.550197 Hz
AQ 0.9087659 sec
RG 2050
DW 13.867 usec
DE 6.50 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

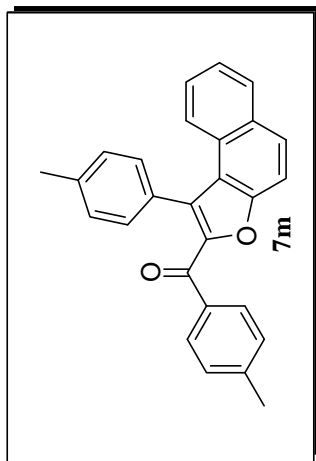
=====
CHANNEL f1
SFO1 150.9287115 MHz
NUC1 13C
P1 10.80 usec
PLW1 50.00000000 W

=====
CHANNEL f2
SFO2 600.1724007 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz64
PCPD2 70.00 usec
PLW2 30.00000000 W
PLW12 1.03470004 W
PLW13 0.50700003 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 150.9128368 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H of p-toly[(1-p-tolyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.9631
7.9407
7.9196
7.9015
7.8109
7.7903
7.7519
7.7294
7.4964
7.4782
7.4593
7.4354
7.4159
7.3922
7.3727
7.3543
7.3126
7.2935
7.2363
7.2166



2.4798
2.4213

3.144
3.192

4.219
1.033
1.108
1.107
2.000
1.196
2.068
2.113

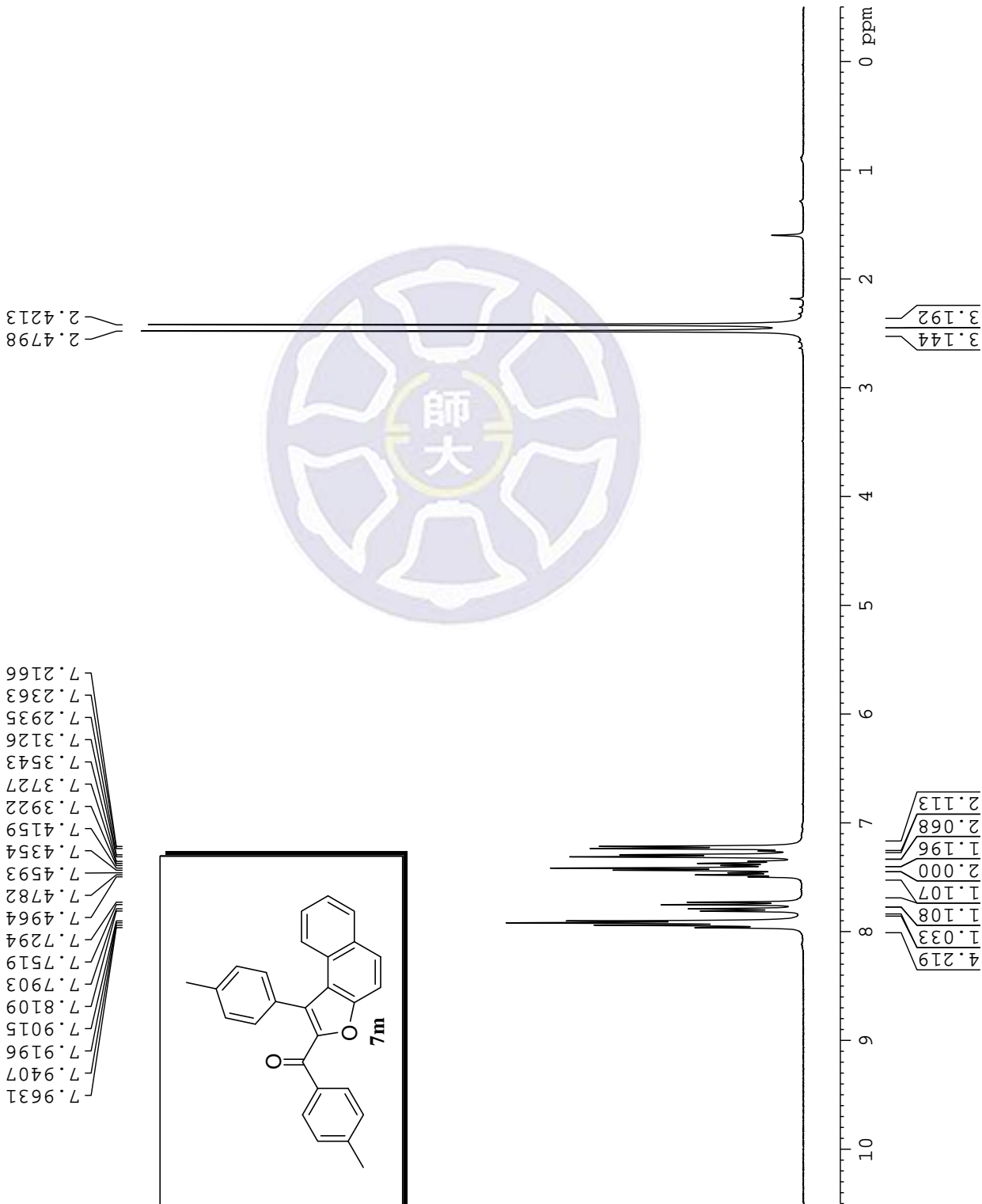
```

Current Data Parameters
NAME      20150306N
EXPNO     4
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20150306
Time      15.19
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB/
PULPROG   zg30
TD         32768
SOLVENT   CDCI3
NS         4
DS         0
SWH        7211.539 Hz
FIDRES     0.220079 Hz
AQ         2.2719147 sec
RG         63.58
DW         69.333 usec
DE         10.52 usec
TE         297.5 K
D1         2.00000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1      400.1324008 MHz
NUC1       1H
P1         12.80 usec
PLW1      15.00000000 W

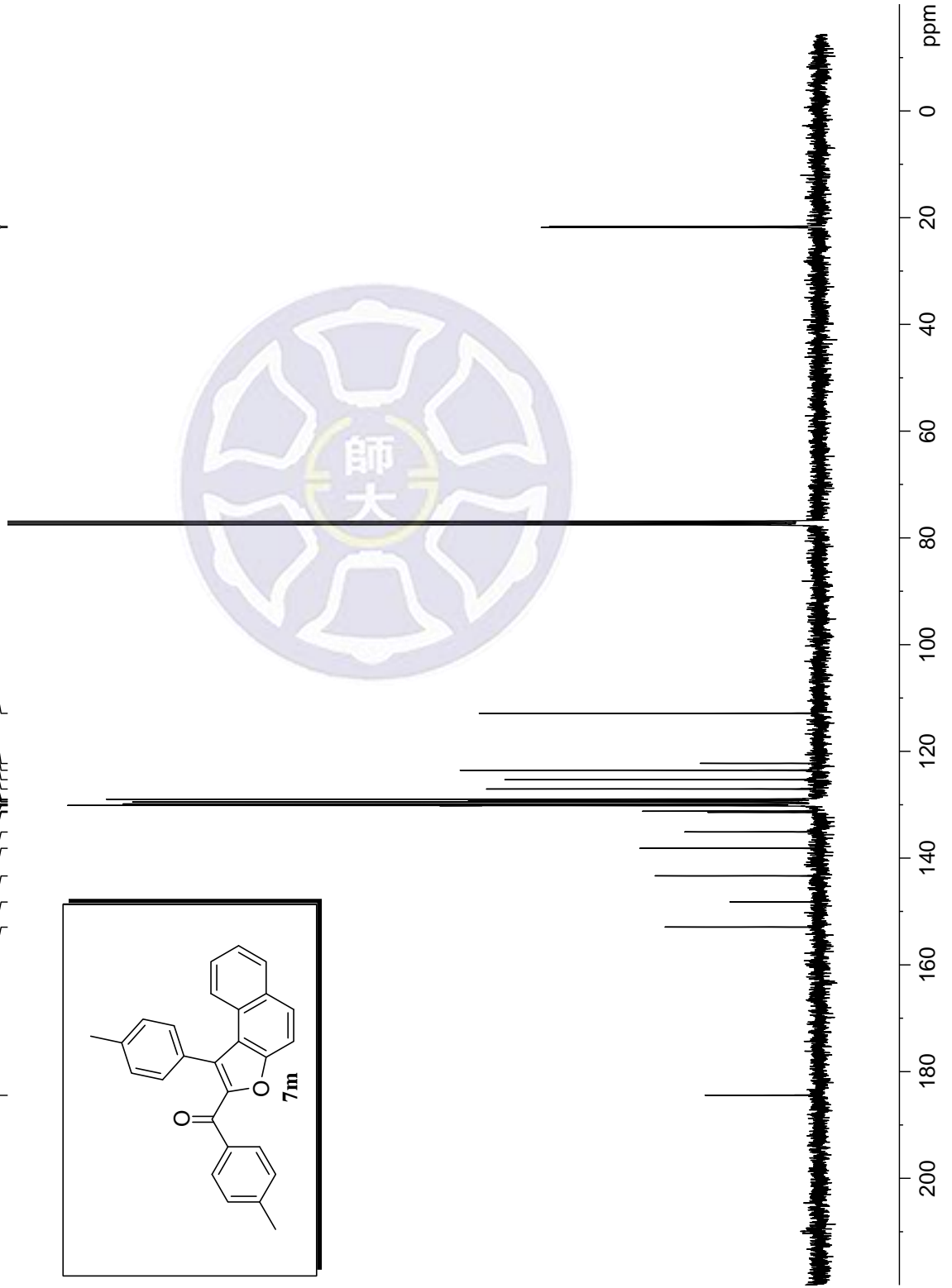
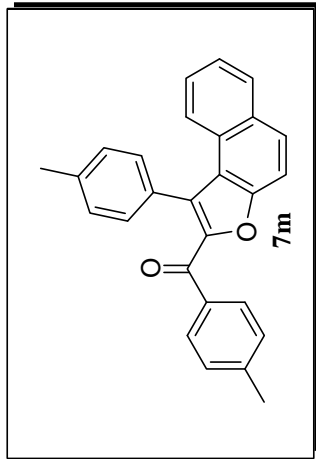
F2 - Processing parameters
SI         16384
SF         400.1300091 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         0 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



¹³C of p-tolyl(1-p-tolynaphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

184.44
152.93
148.22
143.33
138.16
135.10
131.42
130.18
130.14
129.99
129.86
129.46
129.34
129.04
128.97
128.97
127.06
125.30
123.54
122.26
112.87

21.83
21.64



Current Data Parameters
NAME 20150306N
EXPNO 5
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150306
Time 15:20
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 150
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.7 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

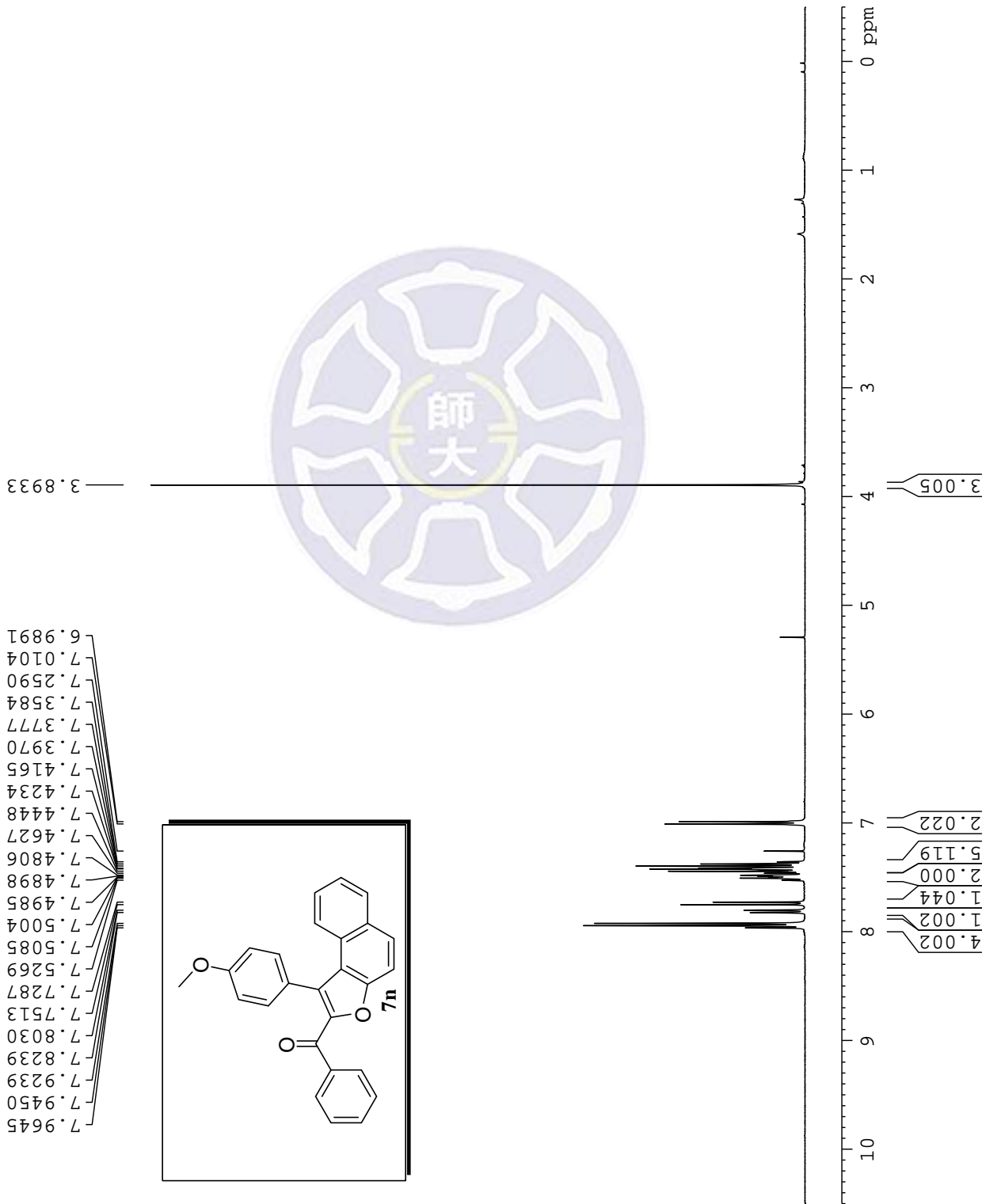
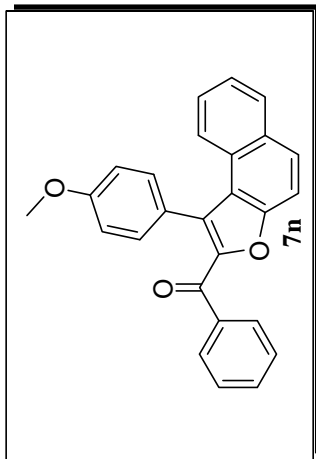
==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127549 MHz
WDW EM
SSB 0 2.00 Hz
LB 0
GB 0
PC 1.00

1H of (1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(phenyl)methanone

7.9645
7.9450
7.9239
7.8239
7.8030
7.7513
7.7287
7.5269
7.5085
7.5004
7.4985
7.4898
7.4806
7.4627
7.4448
7.4234
7.4165
7.3970
7.3777
7.3584
7.2590
7.0104
6.9891



Current Data Parameters
NAME 20150216N
EXPNO 1
PROCNO 1

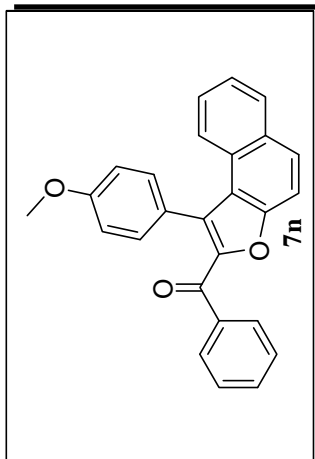
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150216
Time 21:03
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 8
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 89.08
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.5 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PL1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

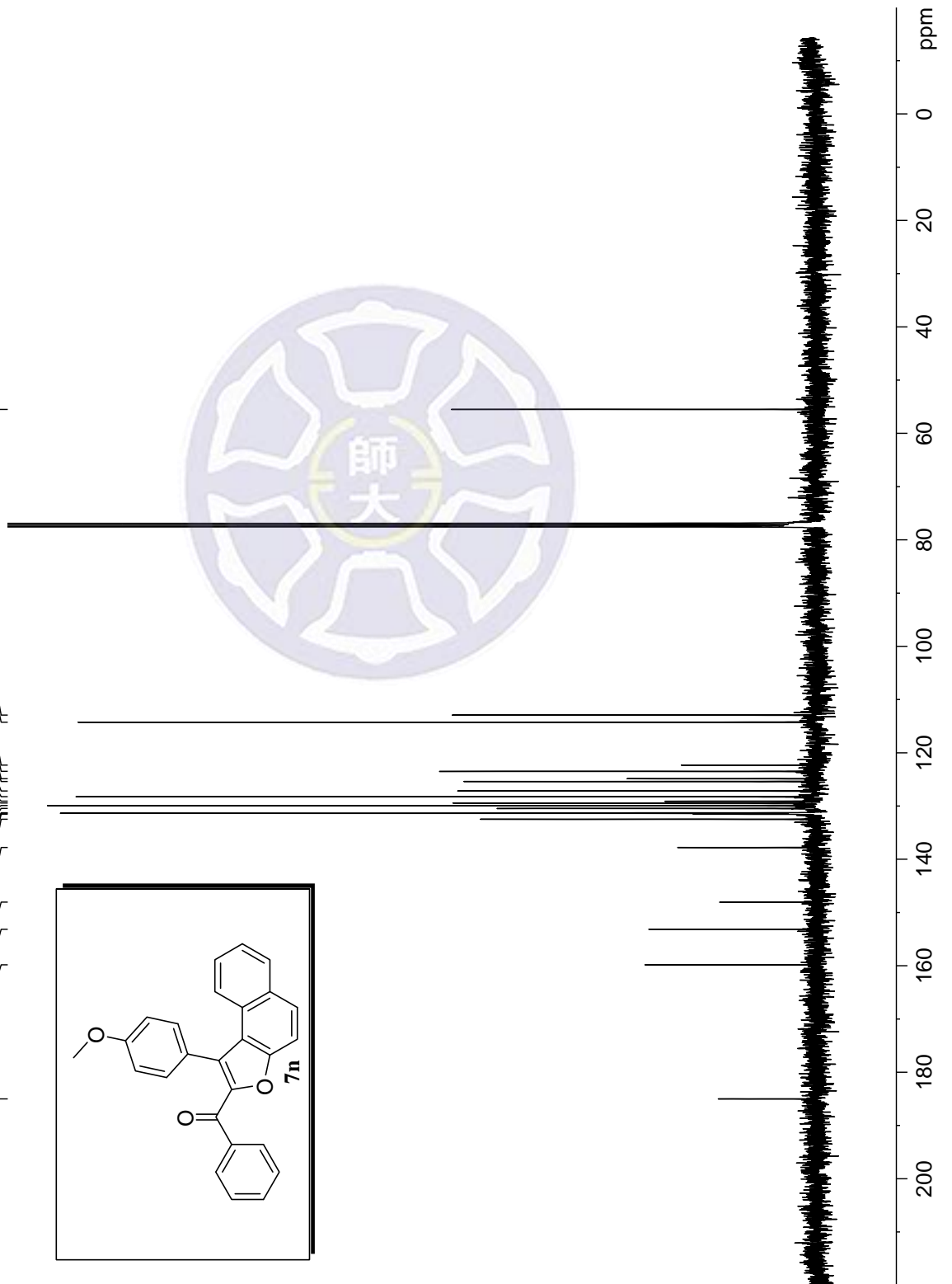
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300095 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

13C of (1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(phenyl)methanone

185.01
159.83
153.16
148.06
137.78
132.48
131.53
131.36
131.26
130.46
129.91
129.43
129.09
128.23
127.16
125.38
124.87
123.49
122.32
114.25
112.92



55.49



Current Data Parameters
NAME 20150216N
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150216
Time 21:06
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 150
DS 0
SWH 24038.461 Hz
FIDRES 0.733596 Hz
AQ 0.6815744 sec
RG 198.09
DW 20.800 usec
DE 6.50 usec
TE 297.6 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

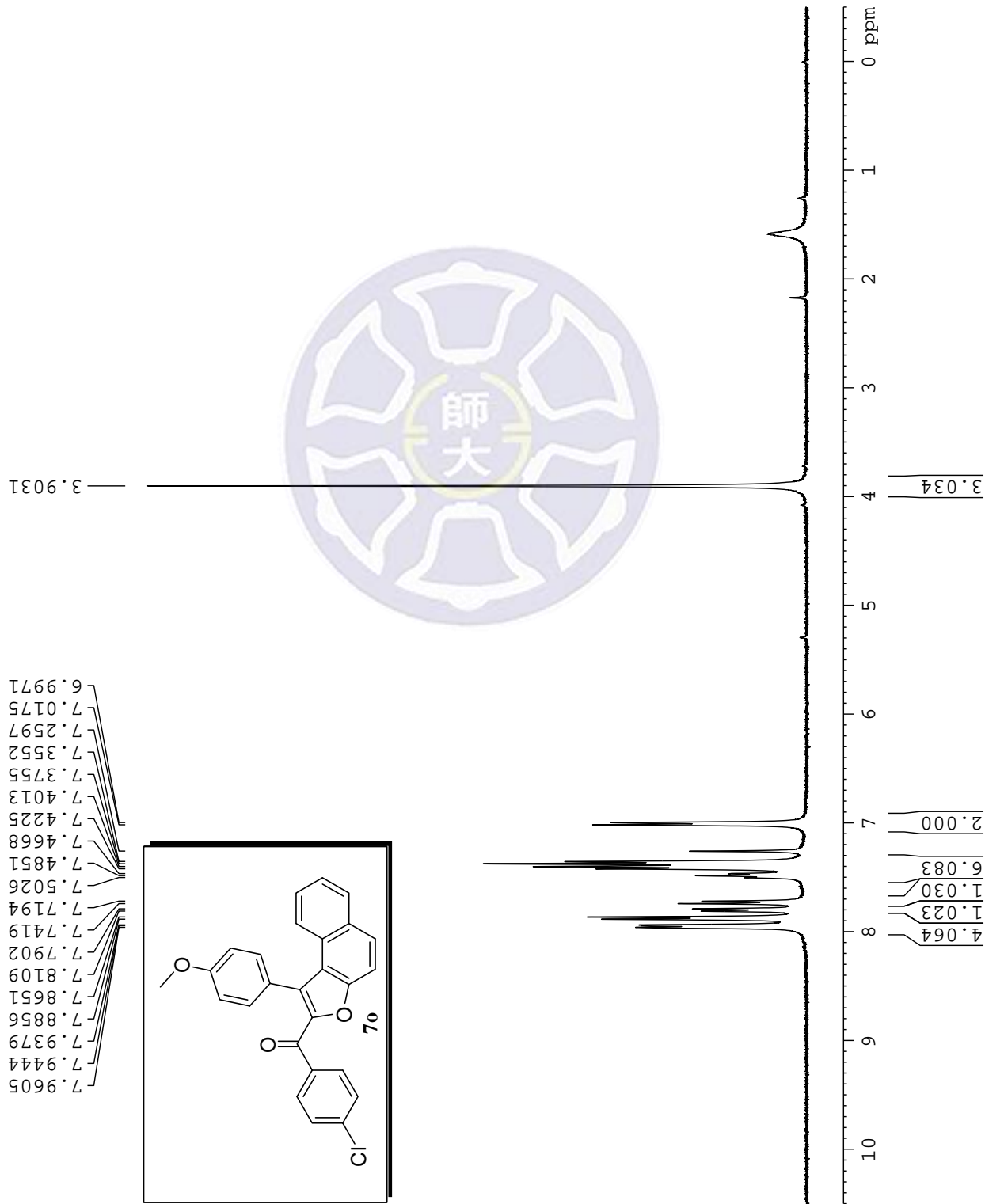
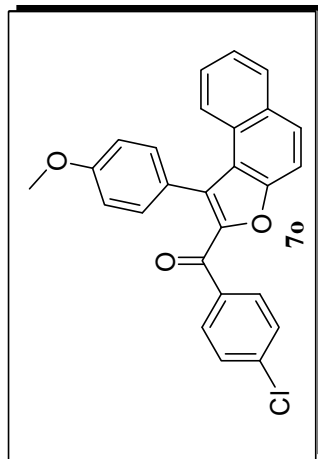
==== CHANNEL f1 =====
SFO1 100.6233319 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PLW1 46.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
SFO2 400.1316005 MHz
NUC2 1H
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 90.00 usec
PLW2 15.00000000 W
PLW12 0.34252000 W
PLW13 0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6127519 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 2.00 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H of (4-chlorophenyl)(1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

7.9605
7.9444
7.9379
7.8856
7.8651
7.8109
7.7902
7.7419
7.7194
7.5026
7.4851
7.4668
7.4225
7.4013
7.3755
7.3552
7.2597
7.0175
6.9971



Current Data Parameters
NAME 20150514N
EXPNO 6
PROCNO 1

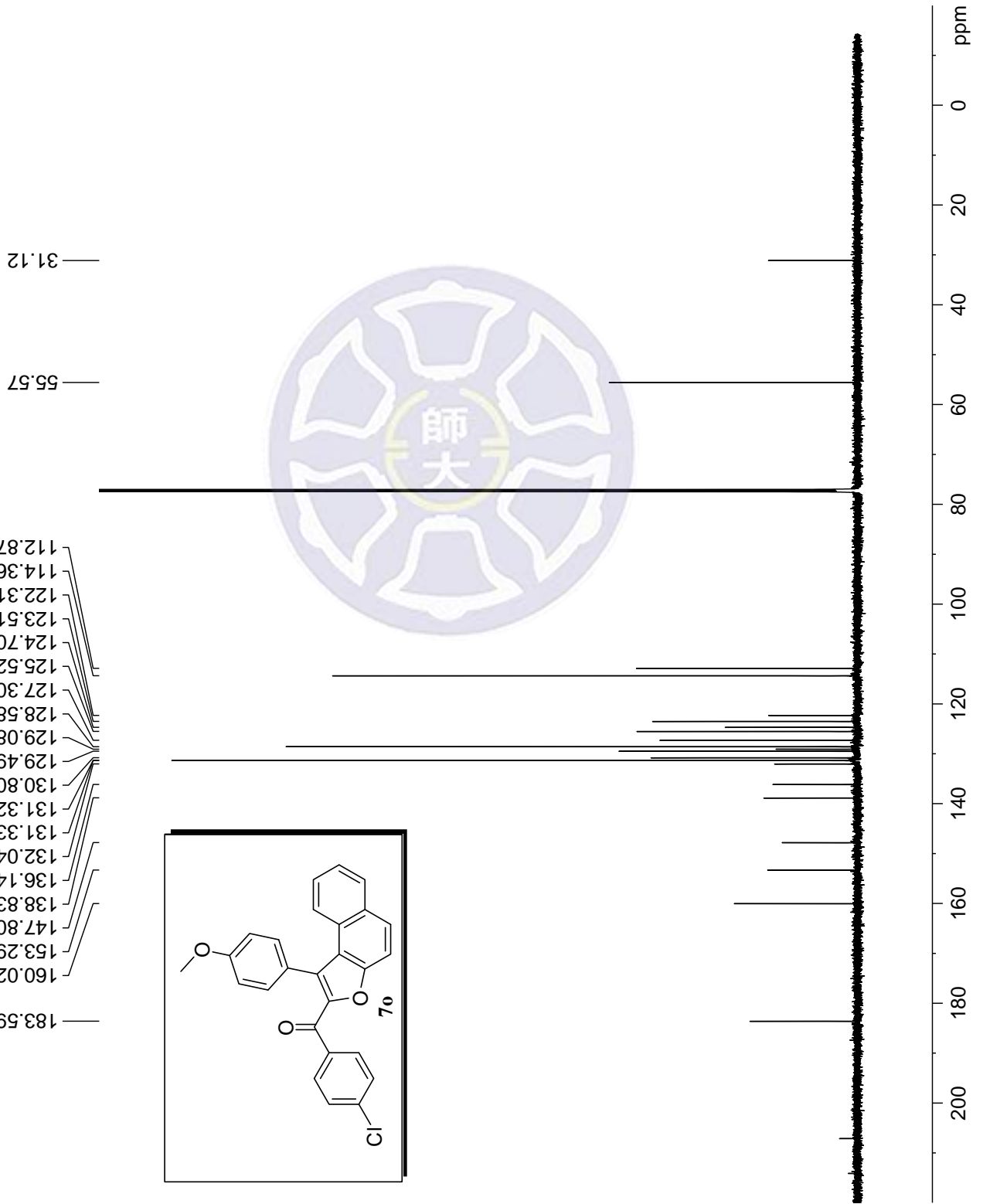
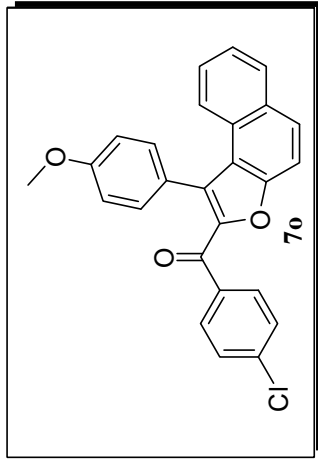
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150514
Time 12.13
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 4.01
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.9 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SL 16384
SF 400.1300092 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (4-chlorophenyl)(1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)methanone

- 183.59
- 160.02
- 153.29
- 147.80
- 138.83
- 136.14
- 132.04
- 131.33
- 131.32
- 130.80
- 129.49
- 129.08
- 128.58
- 127.30
- 125.52
- 124.70
- 123.51
- 122.31
- 114.36
- 112.87



Current Data Parameters
 NAME YAO-2015050136
 EXPNO 4
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150515
 Time 9.16
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PATBO BB-
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 800
 DS 0
 SWH 36057.691 Hz
 FIDRES 0.550197 Hz
 AQ 0.9087659 sec
 RG 2050
 DW 13.867 usec
 DE 6.50 usec
 TE 300.0 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

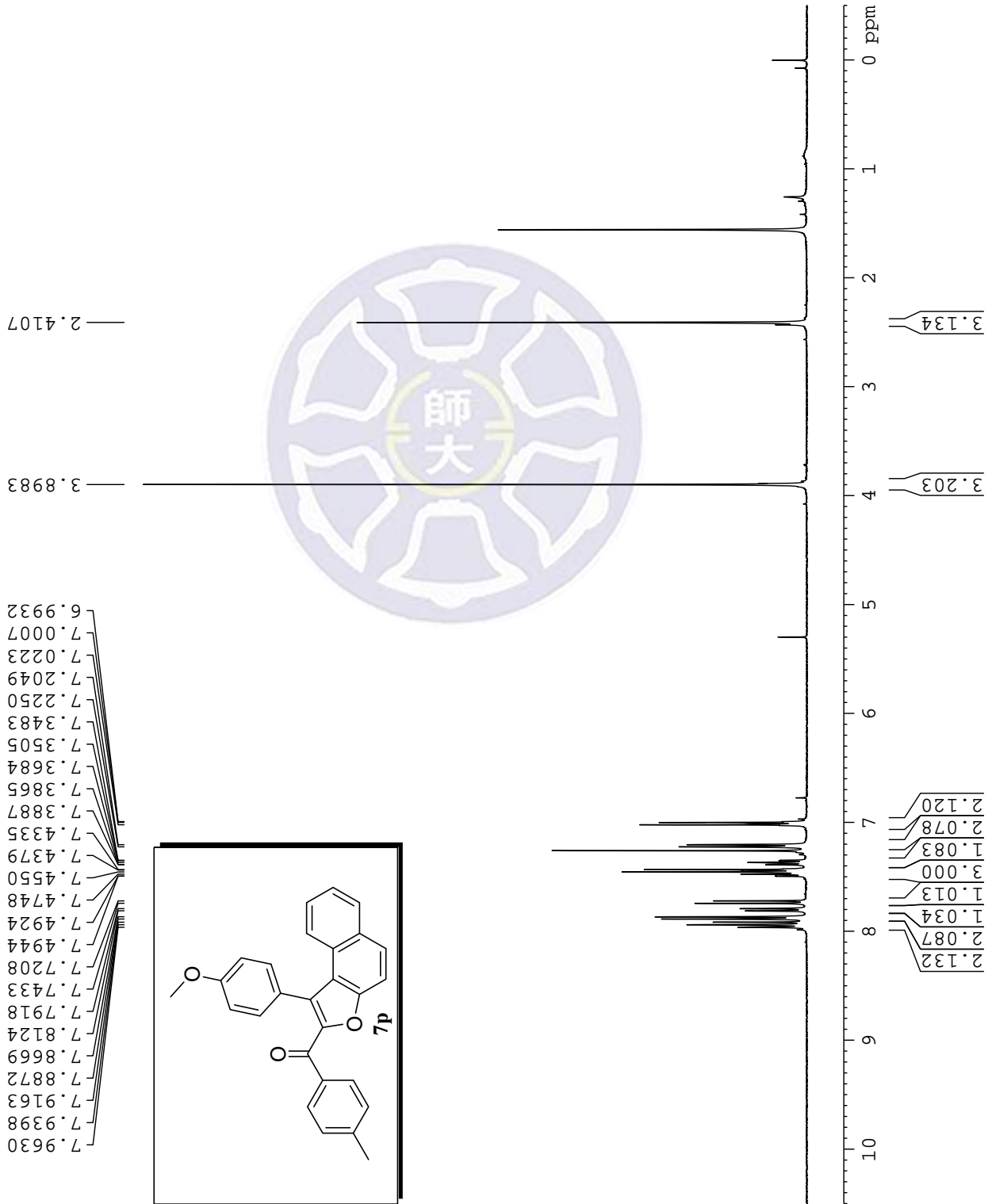
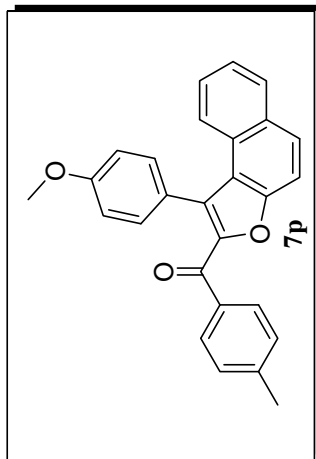
==== CHANNEL f1 =====
 SFO1 150.9287115 MHz
 NUC1 13C
 P1 10.80 usec
 PLW1 50.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====
 SFO2 600.1724007 MHz
 NUC2 1H
 CPDPRG2 waltz64
 PCPD2 70.00 usec
 PLW2 30.00000000 W
 PLW12 1.03470004 W
 PLW13 0.50700003 W

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 150.9128360 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of (1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone

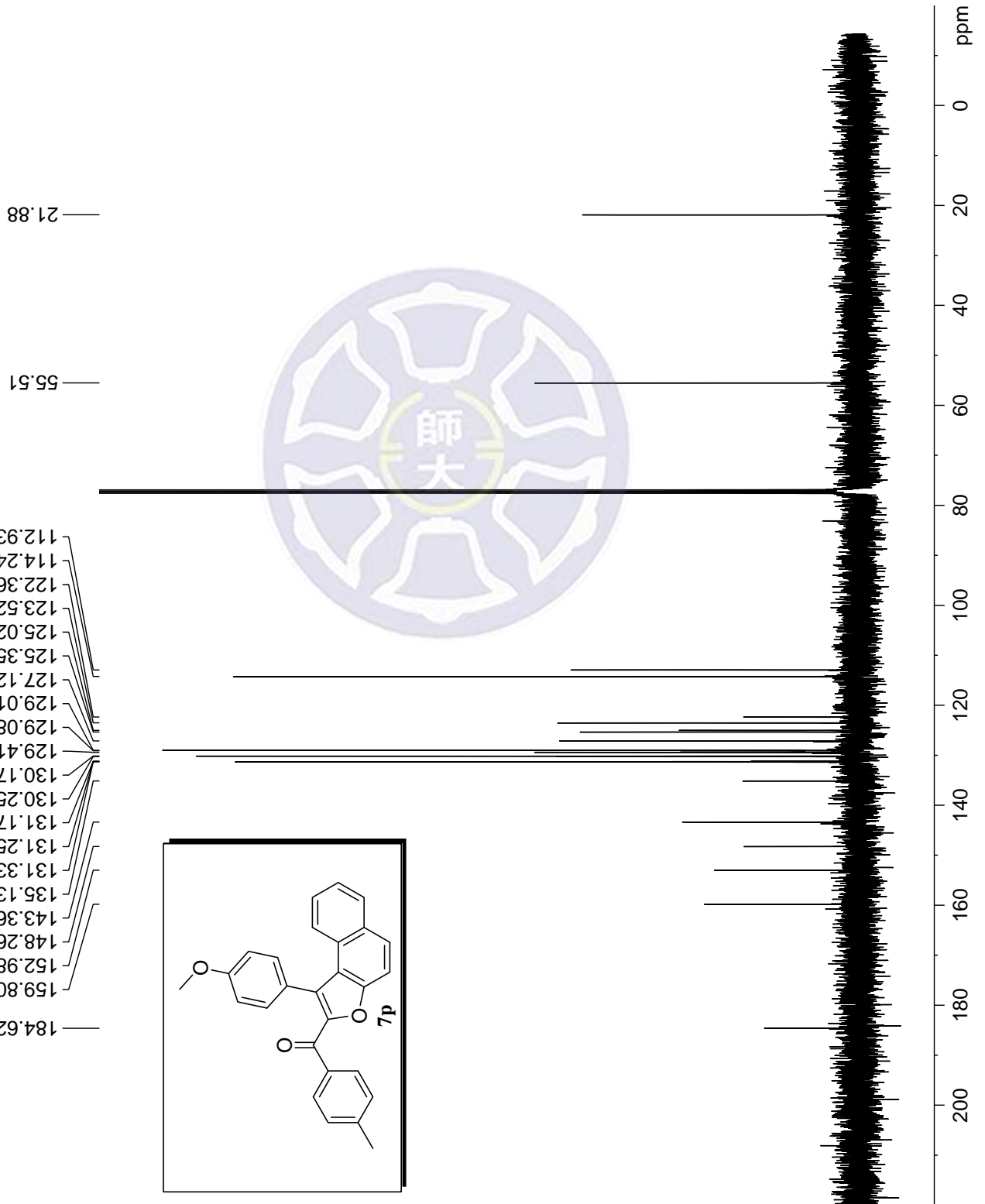
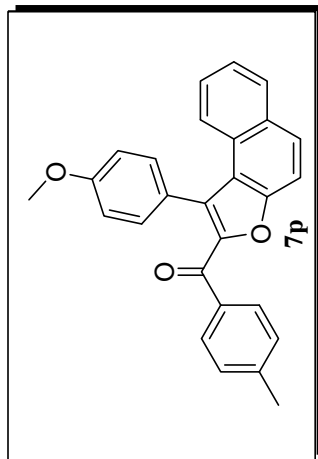
7.9630
7.9398
7.9163
7.8872
7.8669
7.8124
7.7918
7.7433
7.7208
7.4944
7.4924
7.4748
7.4550
7.4379
7.4335
7.3887
7.3865
7.3684
7.3505
7.3483
7.2250
7.2049
7.0223
7.0007
6.9932



Current Data Parameters
 NAME 20150810N
 EXPNO 1
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150810
 Time 18.39
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCI3
 NS 12
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 198.09
 DW 69.333 usec
 DE 10.50 usec
 TE 298.2 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.90 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300097 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹³C of (1-(4-methoxyphenyl)naphtho[2,1-b]furan-2-yl)(p-tolyl)methanone

- 184.62
- 159.80
- 152.98
- 148.26
- 143.36
- 135.13
- 131.33
- 131.25
- 131.17
- 130.25
- 130.17
- 129.41
- 129.08
- 129.01
- 127.12
- 125.35
- 125.02
- 123.52
- 122.36
- 114.24
- 112.93



Current Data Parameters
 NAME 20150217
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150217
 Time 12.15
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 201
 DS 0
 SWH 24038.461 Hz
 FIDRES 0.733596 Hz
 AQ 0.6815744 sec
 RG 8192
 DW 20.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 296.0 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

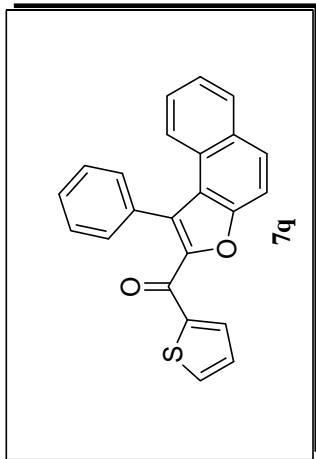
==== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 6.70 dB
 SFO1 100.6233325 MHz

==== CHANNEL f2 =====
 CPDPRGf2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 90.00 usec
 PL2 -5.85 dB
 PL12 9.10 dB
 PL13 12.10 dB
 SFO2 400.1316005 MHz

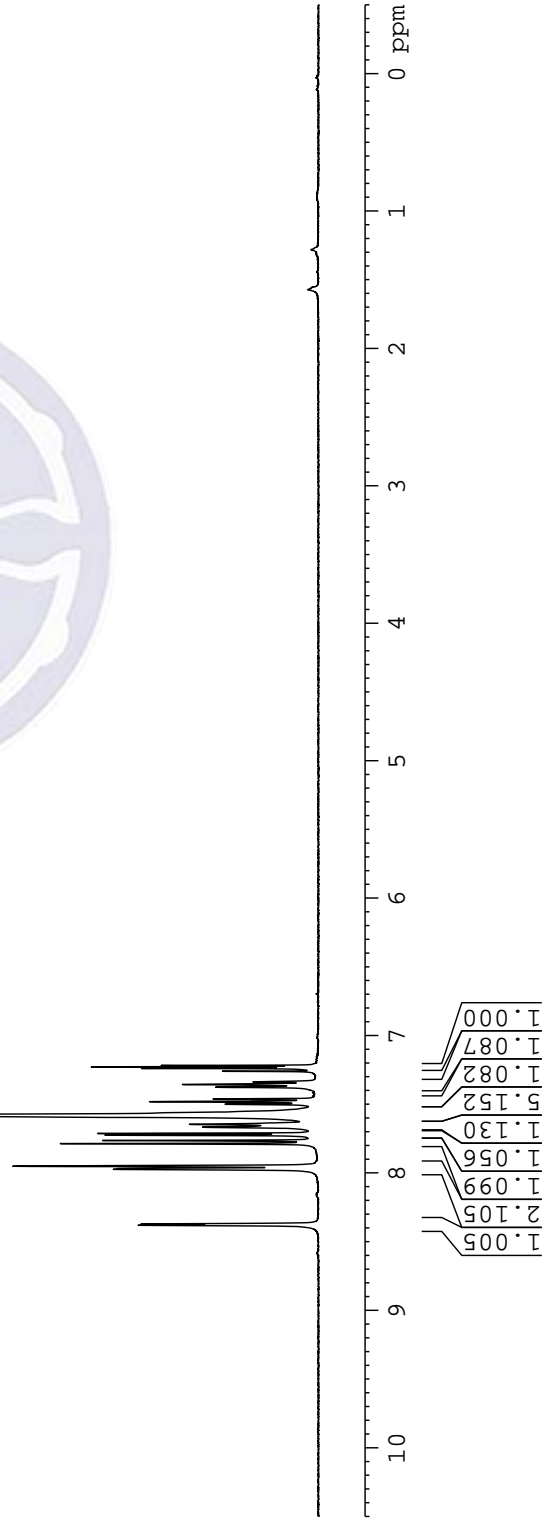
F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6127507 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H of (1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)(thiophen-2-yl)methanone

8.3805
8.3711
7.9741
7.9679
7.9505
7.7863
7.7638
7.7248
7.7124
7.6670
7.6463
7.5804
7.5003
7.4816
7.4628
7.3755
7.3559
7.3372
7.2604
7.2393
7.2288
7.2174

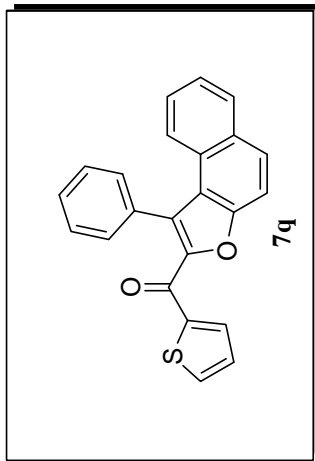


Current Data Parameters
 NAME 20150119N
 EXPNO 3
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20150119
 Time 12.13
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB/
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDC13
 NS 4
 DS 0
 SWH 7211.539 Hz
 FIDRES 0.220079 Hz
 AQ 2.2719147 sec
 RG 4.01
 DW 69.333 usec
 DE 10.52 usec
 TE 297.5 K
 D1 2.00000000 sec
 TD0 1
 ===== CHANNEL f1 =====
 SFO1 400.1324008 MHz
 NUC1 1H
 P1 12.80 usec
 PLW1 15.00000000 W
 F2 - Processing parameters
 SF 400.1300089 MHz
 SL 16384
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0 Hz
 GB 0
 PC 1.00



13C of (1-phenylnaphtho[2,1-b]furan-2-yl)(thiophen-2-yl)methanone

- 174.92
- 152.91
- 147.14
- 143.58
- 134.54
- 134.50
- 133.12
- 131.80
- 131.27
- 130.61
- 129.68
- 129.39
- 128.87
- 128.59
- 128.50
- 128.36
- 127.30
- 125.50
- 123.55
- 122.51
- 112.70
- 77.55
- 77.23
- 76.92



```

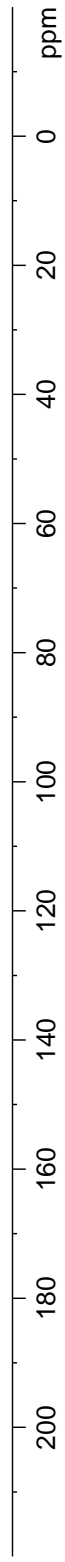
Current Data Parameters
NAME      20141124
EXPNO    5
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_     20141124
Time      10.45
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   zgpg30
TD         32768
SOLVENT   CDCl3
NS         121
DS         0
SWH       24038.461 Hz
FIDRES    0.733596 Hz
AQ         0.6815744 sec
RG         8192
DW         20.800 usec
DE         6.50 usec
TE         298.7 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        6.70 dB
SFO1       100.6233325 MHz

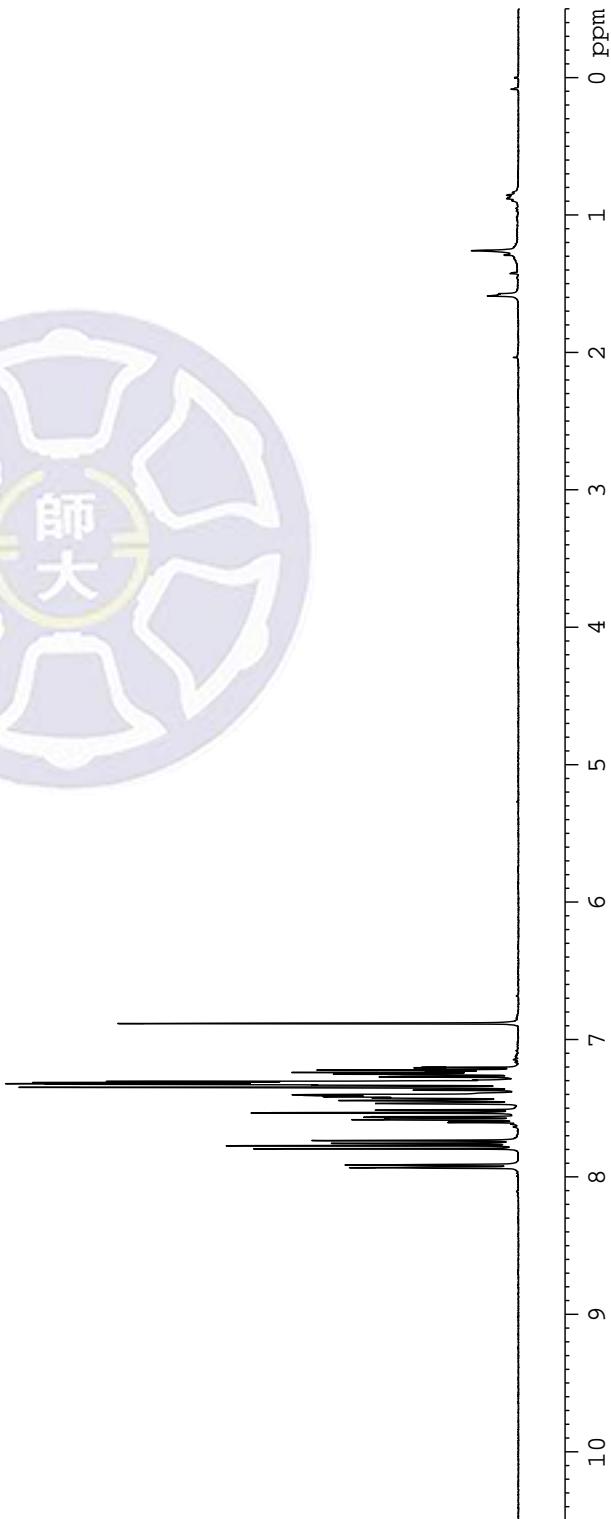
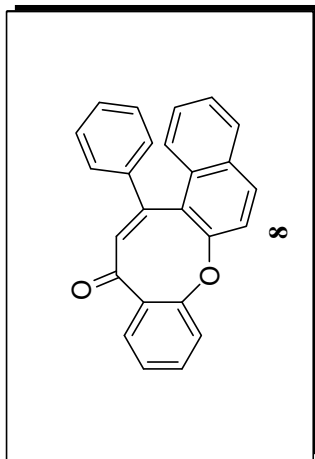
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2    waltz16
NUC2       1H
PCPD2      90.00 usec
PL2        -5.85 dB
PL12       9.10 dB
PL13       12.10 dB
SFO2       400.1316005 MHz

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6127528 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```



1H of (Z)-12-phenyl-14H-benzo[b]naphtho[1,2-g]oxcin-14-one

7.6040
7.5997
7.5834
7.5797
7.5659
7.5617
7.5338
7.5139
7.4652
7.4441
7.4237
7.4153
7.4065
7.4021
7.3687
7.3661
7.3480
7.3310
7.3250
7.3211
7.3126
7.3048
7.2953
7.2723
7.2697
7.2518
7.2421
7.2395
7.2341
7.2314
7.2227
7.2055
7.2024
6.8842



1.036
1.006
1.055
1.045
1.066
1.066
1.066
2.034
7.328
1.012

Current Data Parameters
NAME 20150110N
EXPNO 2
PROCNO 1

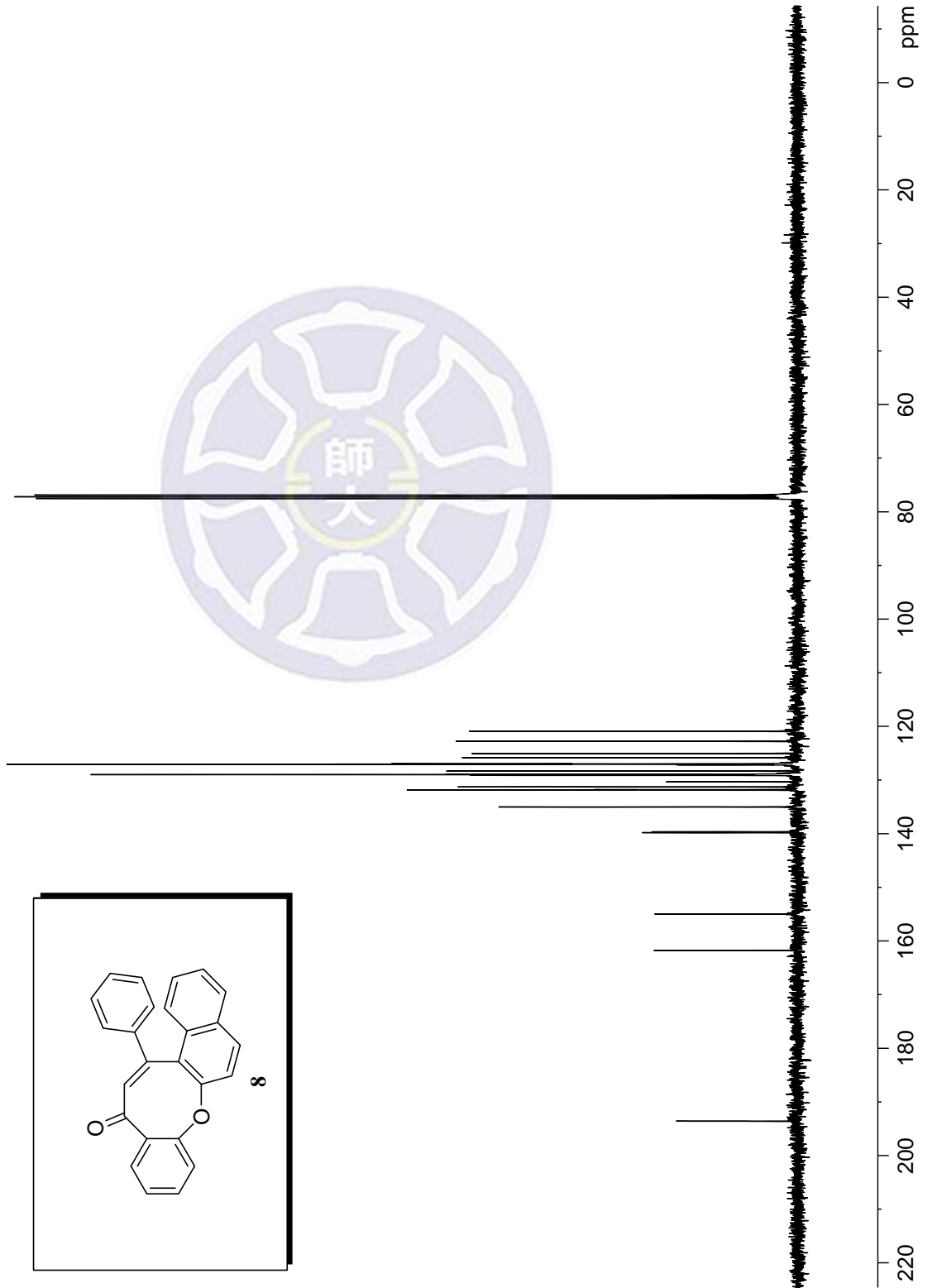
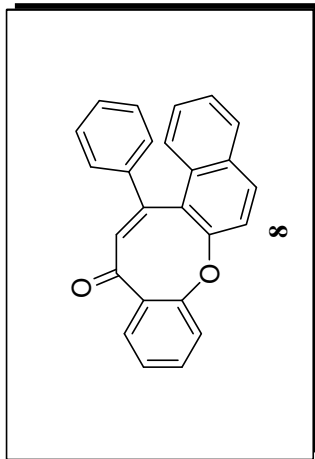
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20150110
Time 12.20
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zg30
TD 32768
SOLVENT CDCI3
NS 4
DS 0
SWH 7211.539 Hz
FIDRES 0.220079 Hz
AQ 2.2719147 sec
RG 71.42
DW 69.333 usec
DE 10.52 usec
TE 297.3 K
D1 2.00000000 sec
TD0 1

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 400.1324008 MHz
NUC1 1H
PLW1 12.80 usec
PLW1 15.00000000 W

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300172 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of (Z)-12-phenyl-14H-benzo[b]naphtho[1,2-g]oxocin-14-one

193.61
161.77
155.01
139.83
139.67
135.04
131.89
131.85
131.81
131.31
130.35
129.14
129.01
128.94
128.34
127.20
127.07
127.04
126.99
125.85
125.07
122.80
120.93



```

Current Data Parameters
NAME      20150110N
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20150110
Time     12.20
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB/
PULPROG  zgpg30
TD       32768
SOLVENT  CDCl3
NS       200
DS       0
SWH      24038.461 Hz
FIDRES   0.733596 Hz
AQ       0.6815744 sec
RG       198.09
DW       20.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.3 K
D1       2.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1    100.6233319 MHz
NUC1    13C
P1      10.00 usec
PLW1    46.00000000 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2    400.1316005 MHz
NUC2    1H
CPDPRG2  waltz16
PCPD2   90.00 usec
PLW2    15.00000000 W
PLW12   0.34252000 W
PLW13   0.27744001 W

F2 - Processing parameters
SI      32768
SF      100.6127526 MHz
WDW     EM
SSB     0
LB      2.00 Hz
GB      0
PC      1.00
    
```