Supporting Information for:

**Application of Tautomerism of Ferrocenyl Secondary Phosphine Oxides in
Suzuki-Miyaura Cross Coupling Reactions**

Lin-Ying Jung, Shih-Hung Tsai and Fung-E Hong*

Department of Chemistry, National Chung Hsing University,

250 Kuo-Kuang Road, Taichung 40227, Taiwan

FAX: 886-4-22862547

E-mail: fehong@dragon.nchu.edu.tw

*Author to whom correspondence should be addressed.

Contents

- * **Fig. 1** ORTEP drawing of **7aB**.
- * **Fig. 2** ORTEP drawing of **7aM**.
- * **Fig. 3** ORTEP drawing of **7bM**.
- * **Fig. 4** ORTEP drawing of **8**.
- * **Fig. 5** ORTEP drawing of **9**.
- * **Table 1.** Crystal data of **7aB**, **7aM**, **7bM**, **8** and **9**
- * Spectroscopic data for **7aB**
 - Elemental analysis for **7aB**
 - MS for **7aB**
 - ¹H NMR for **7aB**
 - ¹³C NMR for **7aB**
 - ³¹P NMR for **7aB**
- * Spectroscopic data for **7aM**
 - Elemental analysis for **7aM**
 - MS for **7aM**
 - ¹H NMR for **7aM**
 - ¹³C NMR for **7aM**
 - ³¹P NMR for **7aM**
- * Spectroscopic data for **7bM**
 - Elemental analysis for **7bM**
 - MS for **7bM**
 - ¹H NMR for **7bM**
 - ¹³C NMR for **7bM**
 - ³¹P NMR for **7bM**
- * Spectroscopic data for **8**
 - Elemental analysis for **8**
 - MS for **8**
 - ¹H NMR for **8**
 - ¹³C NMR for **8**
 - ³¹P NMR for **8**
- * Spectroscopic data for **9**
 - Elemental analysis for **9**
 - MS for **9**
 - ¹H NMR for **9**
 - ¹³C NMR for **9**
 - ³¹P NMR for **9**

Fig. 1 ORTEP drawing of **7aB**. Hydrogen atoms are omitted for clarity. Selected bond lengths (Å) and angles (°): Fe(1)-C(4) 2.011(5); Fe(1)-C(6) 2.036(5); P(1)-O(1) 1.504(5); P(1)-C(4) 1.788(5); P(1)-C(11) 1.794(6); P(2)-O(2) 1.491(5); P(2)-C(6) 1.784(5); P(2)-C(17) 1.809(5); O(1)-P(1)-C(4) 114.0(3); O(1)-P(1)-C(11) 112.8(3); C(4)-P(1)-C(11) 106.0(3); O(2)-P(2)-C(6) 113.4(3); O(2)-P(2)-C(17) 112.9(3); C(6)-P(2)-C(17) 106.2(3); C(3)-C(4)-P(1) 125.6(4); C(5)-C(4)-P(1) 125.7(4); C(7)-C(6)-P(2) 126.4(4); C(10)-C(6)-P(2) 125.5(4).

Fig. 2 ORTEP drawing of **7aM**. Hydrogen atoms are omitted for clarity. Selected bond lengths (Å) and angles (°): Fe(1)-C(3) 2.026(2); P(1)-O(1) 1.4792(19); P(1)-C(3) 1.774(2); P(1)-C(11) 1.805(3); P(1)-H(1B) 1.3482; O(1)-P(1)-C(3) 116.64(12); O(1)-P(1)-C(11) 112.91(12); C(3)-P(1)-C(11) 106.31(11); O(1)-P(1)-H(1B) 115.0; C(3)-P(1)-H(1B) 102.3; C(11)-P(1)-H(1B) 102.1; C(2)-C(3)-P(1) 126.22(19); C(4)-C(3)-P(1) 126.43(18); P(1)-C(3)-Fe(1) 125.73(12).

Fig. 3 ORTEP drawing of **7bM**. Hydrogen atoms are omitted for clarity. Selected bond lengths (Å) and angles (°): Fe-C(1) 2.030(2); Fe-C(2) 2.058(3); Fe-C(3) 2.053(3); Fe-C(4) 2.049(3); Fe-C(5) 2.030(3); P(1)-O(1) 1.484(2); P(1)-C(1) 1.788(3); P(1)-C(11) 1.824(3); P(1)-H 1.32(3); C(2)-C(1) 1.429(4); C(2)-C(3) 1.423(4); C(3)-C(4) 1.406(5); C(4)-C(5) 1.411(5); C(5)-C(1) 1.423(4); O(1)-P(1)-C(1) 113.80(13); O(1)-P(1)-C(11) 113.69(13); C(1)-P(1)-C(11) 107.77(13); O(1)-P(1)-H 115.3(13); C(1)-P(1)-H 104.2(13); C(11)-P(1)-H 100.9(13).

Fig. 4 ORTEP drawing of **8**. Hydrogen atoms are omitted for clarity. Selected bond lengths (Å) and angles (°): Pd(1)-P(1) 2.248(3); Pd(1)-P(2) 2.252(2); P(1)-O(1) 1.557(7); P(1)-C(1) 1.787(12); P(1)-C(11) 1.836(13); P(1)-Pd(1)-P(2) 92.57(9); Cl(1)-Pd(1)-Cl(2) 82.66(9); Pd(2)-Cl(1)-Pd(1) 97.23(9); O(1)-P(1)-C(1) 106.1(5); O(1)-P(1)-C(11) 106.0(5); C(1)-P(1)-C(11) 112.8(6); O(1)-P(1)-Pd(1) 117.1(3); C(1)-P(1)-Pd(1) 106.1(4); C(11)-P(1)-Pd(1) 109.0(4); P(1)-O(1)-H(1A) 109.5; Cl(1)-Pd(2)-Cl(2) 83.02(9); Pd(2)-Cl(2)-Pd(1) 96.61(9).

Fig. 5 ORTEP drawing of **9**. Hydrogen atoms are omitted for clarity. Selected bond lengths (Å) and angles (°): Pd-O(3) 2.181(3); Pd-O(4) 2.194(3); Pd-P(1) 2.2265(11); Pd-P(2) 2.2450(11); Pd-C(29) 2.525(4); P(1)-O(1) 1.546(3); P(1)-C(1) 1.785(4); P(1)-C(11) 1.857(4); P(2)-O(2) 1.541(3); P(2)-C(15) 1.806(4); P(2)-C(25) 1.857(4); O(3)-C(29) 1.250(5); O(4)-C(29) 1.263(5); C(29)-C(30) 1.499(6); O(3)-Pd-O(4) 59.67(12); O(3)-Pd-P(1) 103.24(9); O(4)-Pd-P(1) 162.91(9); O(3)-Pd-P(2) 165.23(9); O(4)-Pd-P(2) 105.58(9); P(1)-Pd-P(2) 91.51(4); O(3)-Pd-C(29) 29.66(13); O(4)-Pd-C(29) 30.02(13); P(1)-O(1)-H(1A) 109.5; C(29)-O(4)-Pd 89.6(3); O(3)-C(29)-O(4) 120.1(4); C(30)-C(29)-Pd 178.5(3); O(3)-Pd-O(4) 59.67(12).

Table 1. Crystal data of **7aB**, **7aM**, **7bM**, **8** and **9**

Compound	7aB	7aM	7bM
Formula	C ₂₂ H ₁₈ FeO ₂ P ₂ •H ₂ O	C ₁₆ H ₁₅ FeOP	C ₁₄ H ₁₉ FeOP
Formula weight	450.17	310.10	290.11
Cryst syst	Orthorhombic	Monoclinic	Orthorhombic
Space group	Pca2(1)	P21/c	P212121
<i>a</i> (Å)	15.6895(12)	5.8491(12)	5.9833(12)
<i>b</i> (Å)	5.9404(5)	13.243(3)	10.122(2)
<i>c</i> (Å)	22.0284(16)	18.219(4)	22.510(5)
$\alpha(^{\circ})$	-	-	-
$\beta(^{\circ})$	-	90.840(4)	-
$\gamma(^{\circ})$	-	-	-
<i>V</i> (Å ³)	2053.1(3)	1411.1(5)	1363.2(5)
<i>Z</i>	4	4	4
<i>D_c</i> (Mg/m ³)	1.456	1.460	1.414
λ (MoK α), Å	0.71073	0.71073	0.71073
μ (mm ⁻¹)	0.910	1.170	1.205
θ range ($^{\circ}$)	2.60 to 26.04 $^{\circ}$	1.90 to 26.04	1.81 to 26.02 $^{\circ}$
Observed reflections (<i>F</i> >4 σ (<i>F</i>))	3364	2773	2680
No. of refined parameters	261	188	158
^a <i>R</i> ₁ for significant reflctns	0.0436	0.0327	0.0298
^b <i>wR</i> ₂ for sigft reflctns	0.1100	0.0947	0.0843
^c GoF	1.104	0.929	0.871

(Continued)

Table 1. Crystal data of **7aB**, **7aM**, **7bM**, **8** and **9**

Compound	8	9
Formula	C ₆₀ H ₈₄ Cl ₂ Fe ₄ O ₅ P ₄ Pd ₂	C ₃₀ H ₄₀ Fe ₂ O ₄ P ₂ Pd
Formula weight	1516.25	744.66
Cryst syst	Monoclinic	Triclinic
Space group	Cc	P-1
<i>a</i> (Å)	23.058(3)	9.1244(12)
<i>b</i> (Å)	20.034(2)	10.3835(13)
<i>c</i> (Å)	16.7798(18)	16.218(2)
α (°)	-	96.204(2)
β (°)	124.311(2)	94.089(2)
γ (°)	-	91.695(2)
<i>V</i> (Å ³)	6402.6(12)	1522.6(3)
<i>Z</i>	4	2
<i>D_c</i> (Mg/m ³)	1.573	1.624
λ (MoK α), Å	0.71073	0.71073
μ (mm ⁻¹)	1.661	1.663
θ range (°)	1.48 to 26.05	1.27 to 26.06
Observed reflections (<i>F</i> >4 σ (<i>F</i>))	9217	5939
No. of refined parameters	627	352
^a <i>R</i> ₁ for significant reflctns	0.0552	0.0407
^b <i>wR</i> ₂ for sigft reflctns	0.1378	0.1044
^c GoF	1.035	1.016

^a $R_1 = |\Sigma(|F_o| - |F_c|)| / \Sigma F_o$.

^b $wR_2 = \{\Sigma[w(F_o^2 - F_c^2)^2] / \Sigma[w(F_o^2)^2]\}^{1/2}$; *w* = 0.0700, 0.0800, 0.0800, 0.0700 and 0.0750 for crystal data of **7aB**, **7aM**, **7bM**, **8** and **9**, respectively.

^c $GoF = [\Sigma w(F_o^2 - F_c^2)^2 / (N_{\text{reflns}} - N_{\text{params}})]^{1/2}$.

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.1

使用者姓名: <u>蔡詩宏</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>S2</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>96</u> 年 <u>12</u> 月 <u>12</u> 日 完成日期: <u>96</u> 年 <u>12</u> 月 <u>13</u> 日	
分析結果:	
樣品重量: 1) <u>4.422</u> mg 2) <u>4.394</u> mg 3) _____ mg	
	N % C % H % S % O %
實驗值: 1) _____	<u>59.39</u> <u>4.47</u> _____
2) _____	<u>59.60</u> <u>4.40</u> _____
3) _____	_____
推測值: _____	<u>60.86</u> <u>4.64</u> _____
本日所用之 Standard:	
☒ Acetanilid ☐ COAL ☐ Benzoic acid ☐ Sulfanilic acid ☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene	
	N % C % H % S % O %
理論值: <u>10.36</u>	<u>71.09</u> <u>6.71</u> _____
測出值: <u>10.39</u>	<u>71.17</u> <u>6.62</u> _____
建議:	
費用核算: C H N: <u>1000</u>	
O: _____	
S: _____	合計台幣: <u>1000</u>

儀器負責人簽章: 鄭政峰 操作員簽章: 陳宜綱

報告日期: 96 年 12 月 14 日

陳宜綱

Elemental Analysis of **7aB**:

Anal. Calcd.: C, 60.86; H, 4.64.

Found: C, 59.50; H, 4.44.

MS of 7aB

exp2	stdih	SAMPLE	date	jan 10	2009	dfrq	DEC. & VT
		trn	400	443			
		tpwr	57	wbs			
		pw	6	0	wnt		
		df	500	0			
		nt	128				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n				
		gain	20				
		FLAGS					
		acq	400	443			
		trn	2	801	wfille		ft
		tpwr	57	wbs			
		pw	6008	0	werr		65536
		df	not used				
		nt	33634				
		ct	400	443			
		atlock	n</

¹³C NMR of 7aB

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

exp3 s2pu1

date	Jan 10 2008	DEC. & VI
time	10:43	
file	CDOS	
file	ACQUISITION	
exp	exp	
sfrq	162.102	dm
tn	0.8	dm
nt	0.8	dm
np	128000	dm
sw	80000.0	lb
fb	44000	wfile
ts	16	proc
ts	16	proc
pw	10.0	ft
d1	0	werr
tof	0	wexp
nt	108	whs
ct	160	wht
alock	n	
gain	not used	
fl	n	
in	n	
dp	y	
sp	-14084.6	
wp	3433062	
vs	0	
sc	0	
wc	250	
l2mm	138.2	
l2mm	138.2	
rfl	38635.6	
rfl	0	
th	36	
th	100.000	
nm	no	ph

^{31}P NMR of 7aB

PHOSPHORUS RESERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```
exp3 s2pul
date Jan 10 2008      DEC. & VT
solvent CDCl3         dfrq 400.443
f1 ACQUISITION exp    dnr 39
sfrq 162.102          dof 0
tn 0                   dm  n
psl 1000              dmf 10600
np 128000              sw 1.00
fb 80000.0             wf 1.00
ts 44000               wf 1.00
tavr 57               proc ft
pw 10.0                ft  not used
d1 0                   werr 0
tof 0                  wexp 0
ct 102                 walt 0
nt 112                 wnt 0
gain not used
alock
flags
il in n
dp in y
sp DISPLAY 522.4
wp 4884.2
vs 32
sc 0
wc 250
ls 3809.80
rf 38635.6
rfp 0
tms 0
ins 2
nm no ph 100.000
```

^{31}P NMR of **7aB** (coupled)

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.1

使用者姓名: <u>蔡詩宏</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>SI</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>97</u> 年 <u>1</u> 月 <u>22</u> 日	完成日期: <u>97</u> 年 <u>1</u> 月 <u>22</u> 日
分析結果:	
樣品重量: 1) <u>1.963</u> mg 2) <u>1.959</u> mg 3) _____ mg	
	N % C % H % S % O %
實驗值: 1) _____	<u>60.36</u> <u>5.57</u> _____
2) _____	<u>60.29</u> <u>5.68</u> _____
3) _____	_____
推測值: _____	<u>61.97</u> <u>4.88</u> _____
本日所用之 Standard:	
☒ Acetanilid ☐ COAL ☐ Benzoic acid ☐ Sulfanilic acid ☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene	
	N % C % H % S % O %
理論值: <u>10.36</u>	<u>71.09</u> <u>6.71</u> _____
測出值: <u>10.43</u>	<u>71.15</u> <u>6.73</u> _____
建議:	
費用核算: C H N: <u>1000</u>	
O: _____	
S: _____	合計台幣: <u>1000</u>

儀器負責人簽章: 鄭政峰 操作員簽章: 陳宜絹

報告日期: 97年1月23日

陳宜絹

Elemental Analysis of **7aM**:

Anal. Calcd.: C, 61.97; H, 4.88.

Found: C, 60.33; H, 5.63.

MS of 7aM

¹³C NMR of 7aM

PHOSPHORUS OBSERVE
SYNTHO PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```
exp2 szpul
SAMPLE
date Dec 19 2007 dfrq DEC. & VT 400.443
solvent CDC13 dn H1
file ACQUISITION exp 39
sfreq 162.102 dm yy
tn 0.800 dmf 10600 w
at 160000 lb PROCESSING 1.00
flv 40000 wfile
bs 16 proc ft
tpwr 57 fn not used
w 10.0 werr
nt 1024 wbs
ctlock 112 wnt
gain not used
il n
in n
dp y
DISPLAY
sp -8209.3
wp 32651.5
sc 60
wc 250
hzmm 130.61
rg 38.40
rfi 38636.8
rfl 0
th 20
ins no ph
nm 100.000
```

19.806

^{31}P NMR of 7aM

^{31}P NMR of **7aM** (coupled)

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.1

使用者姓名: <u>翁嘉明</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>J1</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>98</u> 年 <u>8</u> 月 <u>13</u> 日	完成日期: <u>98</u> 年 <u>8</u> 月 <u>13</u> 日
分析結果:	
樣品重量: 1) <u>2.160</u> mg 2) <u>2.177</u> mg 3) _____ mg	
	N % C % H % S % O %
實驗值: 1) _____	<u>56.77</u> <u>6.62</u> _____
2) _____	<u>56.90</u> <u>6.68</u> _____
3) _____	_____
推測值: _____	<u>57.96</u> <u>6.60</u> _____
本日所用之 Standard:	
☒ Acetanilid ☐ COAL ☐ Benzoic acid ☐ Sulfanilic acid ☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene	
	N % C % H % S % O %
理論值: <u>10.36</u>	<u>71.09</u> <u>6.71</u> _____
測出值: <u>10.32</u>	<u>71.14</u> <u>6.75</u> _____
建議:	
費用核算: C H N: _____	
O: _____	
S: <u>1000</u>	合計台幣: <u>1000</u>

儀器負責人簽章: 鄭政峰 操作員簽章: 陳宜絹

報告日期: 98 年 8 月 14 日

技術員
陳宜絹

Elemental Analysis of **7bM**:

Anal. Calcd.: C, 57.96; H, 6.60.

Found: C, 56.84; H, 6.65.

MS of 7bM

10
Pulse Sequence: s2pul

¹³C NMR of 7bM

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```
exp5 s2pul
SAMPLE DEC. & VT
date Sep 26 2008 dfrq 400.443
solvent CDCl3 dn H1
file exp dpwr 39
ACQUISITION 162.102 dm yyy 0
sfreq 162.102 dm
at 0.800 dmf 10600
np 128000 lb PROCESSING
sw 80000.0 lb
ft 40000 wfile 10.00
bs 16 prec ft
tpwr 57 fn not used
pw 10.0 werr 0
d1 0 wexp 0
t1 1024 wnt 32
ct 32 wnt
atlock not used
gain n
flags n
il n
in n
dp y
DISPLAY
sp -38622.1
vp 80000.0
vs 134
sc 0
wc 250
t1mm 3200
ls 354.00
rfl 38622.1
rfp 0
th 20
tms 100.000
nm no ph
```

97.579

^{31}P NMR of 7bM

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```
exp5 s2pu1
SAMPLE
date Sep 26 2008 DEC. & VT
solvent CDC13 dn 400.443
file exp 39
ACQUISITION exp 0
sfrq 162.102 dm n
at 0.500 dm 10600
np 128000
sw 80000.0 lb PROCESSING
fb 44000 wtfile 20.00
bs 16 proc ft
tpwr 10.0 fn not used
dw 10.0 verr
tof 0 wexp
nt 1024 vbs
ct 32 wnt
alock n
gain not used
il n
in n
dp y
DISPLAY
sp -8470.5
wp 34531.8
sc 50
wc 250
hzmm 136.13
is 354.40
rfi 38622.1
rfp 0
tth 20
tms 100.000
nm no ph
```

^{31}P NMR of **7bM** (coupled)

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.1

使用者姓名: <u>翁嘉明</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>Y1</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>98年4月28日</u>	完成日期: <u>98年4月28日</u>

分析結果:					
樣品重量:	1) <u>2.738 mg</u>	2) <u>2.810 mg</u>	3) _____ mg		
	N %	C %	H %	S %	O %
實驗值:	1) _____	<u>59.73</u>	<u>6.88</u>	_____	_____
	2) _____	<u>59.70</u>	<u>6.84</u>	_____	_____
	3) _____	_____	_____	_____	_____
推測值:	_____	<u>60.78</u>	<u>6.70</u>	_____	_____

本日所用之 Standard:					
☒ Acetanilid	☐ COAL	☐ Benzoic acid			
☐ Sulfanilic acid	☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene				
	N %	C %	H %	S %	O %
理論值:	<u>10.36</u>	<u>71.09</u>	<u>6.71</u>	_____	_____
測出值:	<u>10.39</u>	<u>71.12</u>	<u>6.75</u>	_____	_____

建議:					
-----	--	--	--	--	--

費用核算:	C H N:	<u>1000</u>			
	O:	_____			
	S:	_____	合計台幣:	<u>1000</u>	

儀器負責人簽章: 鄭政峰

操作員簽章: 陳宜絹

報告日期: 98年4月29日

Elemental Analysis of **7cM**:

Anal. Calcd.: C, 60.78; H, 6.70.

Found: C, 59.72; H, 6.86.

MS of 7cM

^{13}C NMR of 7cM

STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```
exp7 s2pul
date Nov 5 2008 DEC. & VT
solvent CDC13 dfrq 400.443
n1 141
exp 31
f1 ACQUISITION exp 31
sfrq 162.102 dm yvy
tn 0.800 dmm w
at 128000 dmf 10600
np 80000.0 lb PROCESSING
sw 44000.0 wfile 20.00
ls 16 proc ft
tavr 57 fn not used
pw 10.0
d1 0 werr
tof 0 wexp
nt 1024 wbs
clock 52 wnt
gain not used
flags
il n
in n
dp DISPLAY y
sp 39619.7
wp 80000.0
vs 144
sc 0
wc 250
hzmm 320.00
ls 39619.7
f1 39619.7
rfp 0
th 20
ins 100.000
nm no ph
```

37.239

³¹P NMR of 7cM

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

exp7 s2pul

date	Nov 5 2008	dfrq	DEC. & VT
file	CDCL3	dmr	400.443
file	ACQUISITION	exp	33
sfrq	162.102	dof	0
at	0.001	dm	n
np	128000	dmr	10600
sw	80000.0	lb	PROCESSING 20.00
fb	44000	wtfile	ft
tpwr	50	proc	not used
pw	10.0	rn	
d1	0	werr	
nof	102	wexp	
nt	32	wnt	
ct	not used		
alock	gain	n	
il	not used	n	
in	in	n	
dp	dp	y	
sp	39619.7		
wp	80000.0		
vs	30		
sc	250		
h2mm	320.00		
is	354.40		
rfl	39619.7		
trp	0		
ins	20		
nm	100.000		
no	ph

^{31}P NMR of 7cM (coupled)

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.1

使用者姓名: <u>翁嘉明</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>JCI</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>98年1月7日</u>	完成日期: <u>98年1月7日</u>

分析結果:					
樣品重量:	1) <u>1.742</u> mg	2) <u>1.719</u> mg	3) _____ mg		
	N %	C %	H %	S %	O %
實驗值:	1) <u>0.00</u>	<u>45.83</u>	<u>5.22</u>	_____	_____
	2) <u>0.00</u>	<u>45.88</u>	<u>5.26</u>	_____	_____
	3) _____	_____	_____	_____	_____
推測值:	<u>0.00</u>	<u>46.64</u>	<u>5.17</u>	_____	_____

本日所用之 Standard:					
☒ Acetanilid		☐ COAL		☐ Benzoic acid	
☐ Sulfanilic acid		☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene			
	N %	C %	H %	S %	O %
理論值:	<u>10.36</u>	<u>71.09</u>	<u>6.71</u>	_____	_____
測出值:	<u>10.31</u>	<u>71.10</u>	<u>6.75</u>	_____	_____

建議:	
費用核算: C H N: <u>1000</u>	
O: _____	
S: _____	合計台幣: <u>1000</u>

儀器負責人簽章: 鄭政峰 操作員簽章: 陳宜絹

報告日期: 98年1月8日

Elemental Analysis of **8**:

Anal. Calcd.: C, 46.64; H, 5.17.

Found: C, 45.86; H, 5.24.

MS of 8

^1H NMR of **8**

^{13}C NMR of **8**

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

```

exp1 s2pul
date Jan 7 2009
solvent CDC13
f1 ACQUISITION exp 39
sfrq 162.102 dm /VY
tn P31 dm 10500 W
at 0.800 dmf 30.00
np 10000.0 lb PROCESSING
fb 80000.0 lb wfile 30.00
bs 16 proc ft
tpwr 57 fn not used
pw 10.0 werr
to 0 wexp
nt 1024 wbs
ct 32 wnt
alock n
gain not used
flags n
il n
in n
dp y
DISPLAY 924.1
sp 32320.4
wp 29
vs 29
sc 0
wc 250
f2mm 131.668
f1 354.00
rf1 39623.4
rfp 0
th 8
ins no ph
nm 100.000
  
```

^{31}P NMR of **8**

中興大學研發處貴重儀器使用中心

元素分析儀 Elementar vario EL III CHN-OS Rapid 服務報告書 NO.2

使用者姓名: <u>翁嘉明</u>	中心編號: _____
服務單位: <u>中興化研所</u>	名稱或代號: <u>JC2</u>
主管姓名: <u>洪豐裕</u>	
收件日期: <u>98年8月14日</u>	完成日期: <u>98年8月14日</u>

分析結果:					
樣品重量:	1) <u>2.113 mg</u>	2) <u>2.105 mg</u>	3) _____	mg	
	N %	C %	H %	S %	O %
實驗值: 1)	_____	<u>45.24</u>	<u>5.25</u>	_____	_____
2)	_____	<u>45.30</u>	<u>5.35</u>	_____	_____
3)	_____	_____	_____	_____	_____
推測值:	_____	<u>48.58</u>	<u>5.03</u>	_____	_____

本日所用之 Standard:					
★ ☐ Acetanilid		☐ COAL		☐ Benzoic acid	
☐ Sulfanilic acid		☐ 1-Chloro-2,4-dinitrobenzene			
	N %	C %	H %	S %	O %
理論值:	<u>10.36</u>	<u>71.09</u>	<u>6.71</u>	_____	_____
測出值:	<u>10.37</u>	<u>71.05</u>	<u>6.77</u>	_____	_____

建議:	
費用核算: C H N: _____	
O: _____	
S: <u>1000</u>	合計台幣: <u>1000</u>

儀器負責人簽章: 鄭政峰 操作員簽章: 陳宜絹

報告日期: 98年8月15日

技術員
陳宜絹

Elemental Analysis of **9**:

Anal. Calcd.: C, 48.58; H, 5.03.

Found: C, 45.27; H, 5.30.

MS of 9

¹H NMR of **9**

^{13}C NMR of **9**

105.466
104.043

PHOSPHORUS OBSERVE
STANDARD PARAMETERS
PHOSPHATE REGION

exp1 s2pul

date	May 16 2009	DEC. & VT
solvent	toluene	dfrq 400.443
file	exp1	dm 39
ACQUISITION		
sfrq	162.102	dof 0
nu1	800	dm yyy
at	0.800	dm w
np	128000	dmr 106000
sw	80000.0	lb 10.00
fb	44000	wfile
ds	16	proc
pw	50	fn not used
d1	10.0	werr
tof	0	wexp
nt	1024	wbs
alock	10	wnt
gain	not used	
FLAGS		
l1	n	
l2	n	
l3	n	
dp	y	
DISPLAY		
sp	6591.9	
wp	18491.5	
vc	20	
sc	20	
wc	250	
hzmm	73.97	
ls	354.40	
rl	33598.0	
rffp	0	
th	9	
ins	100.000	
nm	no	ph

31P NMR of 9