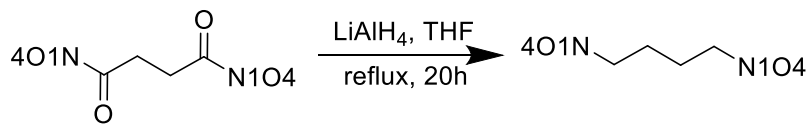


■ N1O4-B4 的合成 第一次



参考文献： Johnson 1980 (main) & Dhainaut 2013

所需试剂列表

N1O4-OB4

氢化铝锂

超干 THF

NaOH

■ 反应物 MSDS

N1O4-OB4 自制	520.620	
氢化铝锂 16853-85-3	37.954	mp125 分解 d0.97 与水反应 潮湿空气中燃烧 淬灭须 低温 ，先缓慢滴加 1mL 水，可能生成胶体，再缓慢滴加 1M NaOH。水和 NaOH 反过来可能加重产物吸附。
超干 THF 109-99-9	72.11	mp-108 bp66 d0.887 水混溶 盐溶液可能分相 低毒/中毒，大口 1650

■ 参考投料

物质	分子量	投料量	mmol	eq	注意事项
N1O4-OB4	520.620	0.8 g	1.537	1	
LiAlH ₄	37.954	0.233 g	6.146	4	小心取用，注意隔水隔氧，防止燃烧
THF	/	25 mL	/	/	

■ 实际投料

物质	分子量	投料量	mmol	eq	参考
N1O4-OB4	520.620				0.8 g
LiAlH ₄	37.954				0.233 g
THF	/				25 mL

■ 操作步骤

- 准备：50mL 三口瓶，20mL 超干 THF，2*玻璃塞，1*橡胶塞
在手套箱中，向 50mL 三口瓶中加入 0.233 g 氢化铝锂，再小心加入 20mL THF。
取出烧瓶，搭好气路和水路。
- 称取 0.8 g N1O4-OB4，溶于 5mL 超干 THF
用针筒转移进反应瓶。
投料完成后，回流 20h。
- 反应结束后，逐滴加入 1 mL 水淬灭未反应的氢化铝锂。
过滤，滤渣用二氯洗涤。
- 合并有机相，旋蒸得到粗产品。
TLC 检测，若杂质较多则柱层析纯化。