**实验记录规定**

实验记录是对实验过程及结果的原始描述，其基本要求是客观、真实、准确、详细、可追溯，为以后的查证提供方便，是实验工作的有力证据。

为规范实验记录，强化实验记录管理，特作如下规定：

1. 每个实验规范纪录在实验记录本的左右两页，左页清楚书写实验名称，反应式，实验操作以及参考文献等信息，右页纪录反应时间、反应监测、实验结果及结论等。
2. 必须注明实验日期，天气情况，实验时实验室的温度、湿度。
3. 书写试剂及其用量。包括所用试剂的分子量、来源、处理方式、用量以及相应的物质的量。溶剂必须注明处理方式。
4. 操作步骤要条理清楚、一目了然并详细记录关键的实验现象。
5. 反应中常用TLC监测反应，作相应实验记录时，应照实画出点板情况。
6. 每个实验均应有相应的实验结果。产物的编号及相关实验数据应在实验结果中列出。
7. 产物编号按姓名首写字母－记录本序号－页码编号，若同时有几个产物，再在其后添加A、B、C等字母加以区别（注：字母可采用大写或小写）。例如：xjh-18-48A。
8. 实验数据要清楚并真实可靠。产物是固体的必须要有相应的物理形状、熔点数据。液体产物为蒸馏所得，必须注明相应的馏分（如：80～82 oC/常压或80～82 oC/ 3 mmHg）。
9. 产物不是新化合物可根据熔点以及相关文献数据来确定，此时必须注明文献出处及相关数据。最好作1H NMR谱确证，并将1H NMR数据记录。
10. 产物为新化合物必须尽快得到1H NMR、13C NMR、IR、MS、[α]D以及元素分析的相关数据。如化合物含磷、硼、硅、氟等有核磁响应的杂核时，还需收集响应的杂核谱图。
11. 光学活性产物必须正确标明其构型。如相应的原料为光学活性物质，在反应式，试剂及其用量各项中均应标明其构型。在产物构型的确定中应注明所依据的方法和文献，这样原料的构型和产物之间的构型关系便一目了然。

实验记录示例1：

2004-05-29 晴 27 oC

***m*-氯代苯乙酮的氢化（S/C = 5000, B/C = 70）**

**反应**：



**Ref：***Angew. Chem. Int. Ed.* **1998**, *37*, 1703.

**试剂及其用量**：

RuCl2((*S*)-Xyl-SDP)((*R*,*R*)-DPEN) (1085) xjh-17-34 2.2 mg (0.002 mmol)

*m*-氯代苯乙酮 (154.6) Acros 1.55 g, 1.3 mL (10 mmol)

KO*t*Bu (0.2 mmol/mL in *i-*PrOH) 自配制 0.7 mL (0.14 mmol)

*i*PrOH 氢化钙重蒸 3.0 mL

**操作步骤**

1. 9:00 am，在手套箱中称取催化剂2.2 mg (0.002 mmol) RuCl2((*S*)-Xyl-SDP)((*R*,*R*)-DPEN)于反应釜内管中，用封口胶带封口。
2. 9:30 am，取出反应内管后迅速放于反应釜中，拧紧反应釜，经氢气置换三次后，加入，3.0 mL *i*PrOH。室温搅拌5 min。
3. 9:35 am，放氢气，并在氢气氛围中迅速依次加入0.7 mL (0.14 mmol) KO*t*Bu (0.2 mmol/mL in *i*PrOH)及1.3 mL (10 mmol) *m*-氯代苯乙酮。再次拧紧反应釜。
4. 9:40 am，冲初始氢气压力为50 atm，室温快速搅拌反应。此时开始记录反应时间。
5. 12:40 am，待氢气压力不再下降后（3.0 小时，约下降12 atm），放去氢气。脱溶后，过硅胶断柱，收集产品。取适量样品作GC分析确定转化率及ee值。

**实验结果：**

样品编号: xjh-18-22

S/C = 5000, B/C = 70, *P*H2 50 atm, 反应时间 3.0小时， 转化率大于99%, 99% ee (*S*)。

GC条件：Collumn: Beta dex 120; inject: 230 oC; 起始温度: 100 oC, 2 oC/min 程序升温至200 oC; detect: 250 oC; 1.8 mL/min, 45 cm/sec; tR = 28.11 min (*R*), tR = 29.21 min (*S*)

实验记录示例2

