Tandem *N*-Alkylation-*C*-Allylation Reaction of α -Imino Esters with Organoaluminums and Allyltributyltin

Yasuki Niwa and Makoto Shimizu*

Department of Chemistry for Materials, Mie University, Tsu, Mie 514-8507, Japan

^1H and ^{13}C NMR Spectra

26-OCT-00 15:42:54

DFILE Q1H

ORNUC 1H

EXH00 NON

QFR 270.05 MHz

QBSF 112.00 kHz

QBFIN 5600.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 25.4 C

SLVNT COCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 19

OPERATOR :

1a

0.273 41.920 80.706 87.024 1.000 3.427 41.501 68.684 0.342 0.607 0.233 10.621 60.953 0.231

PPM 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9

13C SINGL BCM ALPHA

30-JAN-2001 23:00:14.74

DFILE : ALPHA08CM
SF FILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0333 sec
RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRAPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 19.8 c
CSPED : 11 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 Hz
XS : 383.28 Hz
operator

13C SINGL BCM ALPHA

3-FEB-2003 19:47:05.82

DFILE : ALPHA18CM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0333 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 19.7 C
CSPED : 14 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 Hz
XS : 380.18 Hz
operator

3-FEB-2003 20:15:21.99

DFILE : ALPHA
SF FILE :

COMNT :
EXMOD : SINGL
IRMOD : NON
POINT : 32768
FREQ : 10000.00 Hz
SCANS : 8
DUMY : 1
ACQTM : 3.2768 sec
PD : 3.0000 sec
RGAIN : 17
PW1 : 5.65 usec

OBNUC : 1H
OBFRQ : 500.00 MHz
OBSET : 162410.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRAPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 20.8 C
CSPED : 13 Hz
SLVNT : CDCl3

RESOL : 0.31 Hz
BF : 0.15 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 0.00 ppm
XEL : 5001.22 Hz
XS : 40.59 Hz
operator

13C SINGL BCM ALPHA

3-FEB-2003 20:09:25.20

DFILE : ALPHA1BCM

SFILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 163B4

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.4833 sec

PD : 2.5167 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 19.7 C

CSPED : 14 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 2.07 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XS : 25783.73 Hz

operator

05-HA1-02 16:07:49

DFILE 01H

ORNUC 1H

EXMOD HON

OFFR 270.05 MHz

OBSET 112.00 MHz

OBFIH 5300.0 Hz

POINT 32768

FREQU 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTH 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 22.9 C

SLVIT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 24

OPERATOR :

2-AUG-2001 15:14:34.51

DEFILE : ALPHA
 SF FILE :
 COMNT : YAN-
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : NON
 POINT : 32768
 FREQU : 1000.00 Hz
 SCANS : 8
 DUMMY : 1
 ACGTM : 3.2768 sec
 PD : 3.0000 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 5.15 usec
 OBNUC : 1H
 OBFRQ : 500.00 MHz
 OBSET : 162410.00 Hz
 IRNUC : 1H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRRPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRBNS : 0
 ADBIT : 16
 CTEMP : 25.7 C
 CSPED : 14 Hz
 SLVNT : CDCL3
 RESOL : 0.31 Hz
 BF : 0.31 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFVL : 0.00 ppm
 XE : 5001.22 Hz
 XS : 40.59 Hz
 operator

3-FEB-2003 20:52:17.88

DFILE : ALPHA
SFIL :
COMNT :
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0000 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : ¹³C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : ¹H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 20.3 C
CSPED : 10 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 0.15 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25606.83 Hz
XS : 91.55 Hz
operator

3-FEB-2003 21:02:47.71

DFILE : ALPHA
SFIL :
COMNT :
EXMOD : SINGL
IRMOD : NON
POINT : 32768
FREQ : 10000.00 Hz
SCANS : 8
DUMMY : 1
ACQTM : 3.2768 sec
PD : 3.0000 sec
RGAIN : 19
PW1 : 5.65 usec

OBNUC : 1H
OBFRQ : 500.00 MHz
OBSET : 162410.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 19.5 c
CSPED : 12 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 0.31 Hz
BF : 0.15 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 0.00 ppm
XE : 5001.22 Hz
XS : 41.50 Hz
operator

3-FEB-2003 21:19:11.90

DFILE : ALPHA
SFIL :

COMNT :
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0000 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : ¹³C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : ¹H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 19.8 C
CSPED : 13 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 0.15 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25652.35 Hz
XS : 23.28 Hz
operator

¹³C SINGL BCM ALPHA

22-MAY-2001 14:44:39.15
 DFILE : ALPHA1BCM
 SF FILE : ALPHA400
 COMNT : ¹³C SINGL BCM ALPHA
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : BCM
 POINT : 32768
 FREQ : 33898.31 Hz
 SCANS : 600
 DUMMY : 4
 ACQTM : 0.9667 sec
 PD : 2.0333 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 4.75 usec

OBNUC : ¹³C
 OBFRQ : 125.65 MHz
 OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : ¹H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRNS : 0

ADBIT : 16
 CTEMP : 25.6 C
 CSPED : 12 Hz
 SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
 BF : 1.50 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFVL : 77.00 ppm
 XE : 25782.70 Hz
 XS : 379.14 Hz
 operator

1H SINGL NON ALPHA

18-FEB-2003 23:26:41.31

DFILE : ALPHA2NON
SFIL : ALPHA400

COMNT : 1H SINGL NON ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : NON

POINT : 32768

FREQU : 10000.00 Hz

SCANS : 8

DUMMY : 4

ACQTM : 3.2768 sec

PO : 3.7232 sec

RGAIN : 14

PW1 : 5.65 usec

OBNUC : 1H
OBFRQ : 500.00 MHz
OBSET : 162410.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 23.3 c

CSPED : 13 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 0.31 Hz

BF : 0.15 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 0.00 ppm

XE : 5001.83 Hz

XS : 45.17 Hz

operator

13C SINGL BCM ALPHA

18-FEB-2003 23:23:27.05

DFILE : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0333 sec
RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 22.8 c
CSPED : 12 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 Hz
XS : 382.25 Hz

operator

15-1148-96 02:05:24

DFILE 01H

ORNUC 1H

E/NUC 100H

QFR 270.05 MHz

DESET 112.00 kHz

QBFTM 5800.0 Hz

PQIIT 32768

FREQU 5405.4 Hz

SCAUS 16

ADOTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PWL 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 22.0 c

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 22

OPERATOR :

N¹⁵An

11

3.284

3.245

2.120

2.102

2.609

6.017

1.000

PPM

0

1

2

3

4

5

6

7

8

9

3-FEB-2003 22:15:53.68

DFILE : ALPHA
SFIL :
COMNT :
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9567 sec
PD : 2.0000 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRANS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 19.9 c
CSPED : 12 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 0.15 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25834.42 Hz
XS : 68.79 Hz
operator

07-HOV-00 19:23:32

DFILE Q1H

ORNUC 1H

EXMOD NON

QFR 270.05 MHz

QBSF 112.00 kHz

QBFIN 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 24.8 c

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 21

OPERATOR :

1.699
 1.737
 3.676
 1.000
 1.808
 1.020
 1.098
 4.787

PPM 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9

13C SINGL BCM ALPHA

9-NOV-2000 21:41:00.50

DFILE : ALPHA08CM

SFILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQU : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACGTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 22.4 C

CSPED : 14 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 384.31 Hz

operator

03-DEC-00 20:48:27

DFILE 01H

08HUC 1H

EXH00 H001

270.05 MHz

112.00 LHC

5800.0 Hz

32768

5405.4 Hz

16

3.031 sec

3.969 sec

5.5 us

IRHUC 1H

24.5 C

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 18

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

19-DEC-2000 15:31:36.08
 DFILE : ALPHA08CM
 SFILE : ALPHA400
 COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : BCM
 POINT : 32768
 FREQU : 33898.31 Hz
 SCANS : 256
 DUMMY : 4
 ACGTM : 0.9667 sec
 PD : 2.0333 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 4.75 usec
 OBNUC : 13C
 OBFRQ : 125.65 MHz
 OBSET : 127958.00 Hz
 IRNUC : 1H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRAPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRANS : 0
 ADBIT : 16
 CTEMP : 24.7 c
 CSPED : 12 Hz
 SLVNT : CDCL3
 RESOL : 1.03 Hz
 BF : 1.50 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFVL : 77.00 ppm
 XE : 25782.70 Hz
 XS : 382.25 Hz
 operator

100919-01 10-01-92
 TITLE 01H
 ORNUC 1H
 E-NUC 1H
 QFR 270.00 MHz
 OBSER 112.00 MHz
 QCTH 5000.0 Hz
 POINT 32768
 FREQ 5005.4 Hz
 SCALG 10
 ACQTM 3.031 sec
 PC 3.959 sec
 PUL 5.5 us
 IRNUC 1H
 CTEMP 22.9 °C
 SLVNT CDCL3
 E-REF 0.00 ppm
 BF 0.16 Hz
 RGAIN 18
 OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

21-NOV-2000 13: 18: 43.88
 DFILE : ALPHA08CM
 SFIL : ALPHA400
 COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : BCM
 POINT : 32768
 FREQ : 33898.31 Hz
 SCANS : 256
 DUMY : 4
 ACQT : 0.9667 sec
 PD : 2.0333 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 4.75 usec
 OBNUC : 13C
 OBFRQ : 125.65 MHz
 OBSET : 127958.00 Hz
 IRNUC : 1H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRNS : 0
 ADIT : 16
 CTEMP : 20.5 c
 CSPED : 10 Hz
 SLVNT : CDCL3
 RESOL : 1.03 Hz
 BF : 1.50 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFL : 77.00 ppm
 XE : 25782.70 Hz
 XS : 382.25 Hz
 operator

13C SINGL BCM ALPHA

3-JUL-2001 14:17:43.12

DFILE : ALPHA1BCM

SFILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQU : 33898.31 Hz

SCANS : 300

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRBPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRBNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 25.6 C

CSPED : 16 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 384.31 Hz

operator

13C SINGL BCM ALPHA

3-JUL-2001 13:53:17.07

DFILE : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.9667 sec
PD : 2.0333 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 25.4 c
CSPED : 17 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 Hz
XS : 385.35 Hz
operator

07-MAY-02 13:04:07

DFILE Q1H

OBNUC 1H

EX1000 NMR

QF1 270.05 MHz

QF2 112.00 MHz

QF3 500.00 MHz

QF4 32768

PROT 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTH 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 23.1 C

SLVIT COOL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 17

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

7-MAR-2002 14: 07: 38.85
 DFILE : ALPHA1BCM
 SFILE : ALPHA400
 COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : BCM
 POINT : 32768
 FREQU : 33898.31 Hz
 SCANS : 256
 DUMMY : 4
 ACQTM : 0.9667 sec
 PD : 2.0333 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
 OBFRQ : 125.65 MHz
 OBSET : 127958.00 Hz
 IRNUC : 1H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRRPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRRNS : 0
 ADBIT : 16
 CTEMP : 20.2 C
 CSPED : 13 Hz
 SLVNT : CDCL3
 RESOL : 1.03 Hz
 BF : 1.50 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFVL : 77.00 ppm
 XE : 25782.70 Hz
 XS : 380.18 Hz
 operator

12-MAY-96 15:16:41

DFILE Q1H

QNUC 1H

EXMOD NON

QFR 270.05 MHz

QBSF 112.00 kHz

QBFIN 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 US

IRNUC 1H

CTEMP 22.9 C

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 17

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

31-AUG-2001 13:17:49.66

DFILE : ALPHA1BCM
SF FILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 32768
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 800
DUMMY : 4
ACQIM : 0.9667 sec
PD : 2.0333 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz
IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRAPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0
ADBIT : 16
CTEMP : 26.0 C
CSPED : 13 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XEL : 25782.70 Hz
XS : 385.35 Hz
operator

16-JAN-02 13:18:22

OFIL Q1H

ORNUC 1H

EXHOD NON

QFR 270.05 MHz

QBSF 112.00 kHz

QBFN 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 22.6 c

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 19

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

16-JAN-2002 14:34:29.17

OFILE : ALPHA1BCM
 SFIL : ALPHA400
 COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
 EXMOD : SINGL
 IRMOD : BCM
 POINT : 32768
 FREQU : 33898.31 Hz
 SCANS : 512
 DUMMY : 4
 ACQTM : 0.9667 sec
 PD : 2.0333 sec
 RGAIN : 23
 PW1 : 4.75 usec
 OBNUC : 13C
 OBFRQ : 125.65 MHz
 OBSEI : 127958.00 Hz
 IRNUC : 1H
 IRFRQ : 500.00 MHz
 IRSET : 162410.00 Hz
 IRATN : 511
 IRRPW : 50.0 usec
 IRBP1 : 25
 IRBP2 : 6
 IRNS : 0
 ADBIT : 16
 CTEMP : 20.0 c
 CSPED : 11 Hz
 SLVNT : CDCL3
 RESOL : 1.03 Hz
 BF : 1.50 Hz
 T1 : 0.00 %
 T2 : 0.00 %
 T3 : 90.00 %
 T4 : 100.00 %
 REFVL : 77.00 ppm
 XE : 25782.70 Hz
 XS : 382.25 Hz
 operator

29-JUN-2001 15:01:05.34

DFILE : ALPHA
SFIL :

COMNT : YAN-638-C1
EXMOD : SINGL
IRMOD : NON
POINT : 32768
FREQU : 10000.00 Hz
SCANS : 8
DUMMY : 1
ACQTM : 3.2768 sec
PD : 3.0000 sec
RGAIN : 18
PW1 : 5.15 usec

OBNUC : ¹H
OBFRQ : 500.00 MHz
OBSE : 162410.00 Hz

IRNUC : ¹H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 25.8 C
CSPED : 13 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 0.31 Hz
BF : 0.10 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 0.00 ppm
XE : 5001.22 Hz
XS : 41.81 Hz
operator

13C SINGL BCM ALPHA

29-JUN-2001 15:15:44.24

DFILE : ALPHA1BCM
SF FILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 16384
FREGU : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.4833 sec
PD : 2.5167 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127988.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 25.8 C
CSPED : 14 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 2.07 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25783.73 Hz
XS : 384.83 Hz

operator

20-NOV-01 13:25:53

DFILE Q1H

ORNUC 1H

EXMOD NON

OF 270.05 MHz

OBSET 112.00 KHz

OBFIN 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.959 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 25.0 C

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 18

OPERATOR :

1.418
3.781
1.574
0.772
0.791
1.000
1.497
1.005
1.028
0.389
0.935
1.461

PPM 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9

13C SINGL BCM ALPHA

20-NOV-2001 15:35:05.29

DFILE : ALPHA1BCM
SF FILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRBNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 23.2 C

CSPED : 14 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 384.31 Hz

operator

14.921
14.995
26.980
27.068
27.359
28.080
28.647

36.995
43.407
45.628

55.268
60.088

71.843
76.745
77.000
77.255

113.300
115.685

131.503
136.068
140.370

157.051

174.399

09-000-01 140 150 000

NAME: 0111
ORIGIN: JH
F1-F40: 1000
QF8: 270.00 MHz
QFSET: 112.00 MHz
QF8: 500.00 Hz
P0: 32.66
P4: 0.05 Hz
P4: 10
ACQTH: 3.031 sec
P0: 3.969 sec
P4: 5.5 us
IRNUC: JH
CTEMP: 22.2 C
SLVIT: CDCL3
E/REF: 9.00 ppm
BF: 0.16 Hz
PGAIN: 21
OPERATOR: J

74.112
15.951
25.733
25.989
40.640
57.558
23.978
11.158
1.000

13C SINGL BCM ALPHA

5-NOV-2002 16:48:50.95

DFILE : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 16384
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 1024
DUMMY : 4
ACQTM : 0.4833 sec
PD : 2.5167 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 20.5 C
CSPED : 14 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 2.07 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25783.73 Hz
XS : 382.76 Hz
operator

15-JAN-02 14:03:42

DFILE Q1H

ORNUC 1H

EXM00 N011

QFR 270.05 MHz

OBSET 112.00 kHz

OBFIN 5900.0 Hz

POINT 32768

FREQU 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.959 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 23.5 C

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 18

OPERATOR :

18.005 28.723 17.949 17.703 8.872 26.917 44.446 0.229 17.393 0.225 1.649 28.340 1.000

13C SINGL BCM ALPHA

15-JAN-2002 12:46:35.36

DFILE : ALPHA18CM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRAPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRBNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 20.1 C
CSPED : 10 Hz
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 Hz
XS : 380.18 Hz
operator

13.976

38.002

55.515

61.873

66.397

76.745

77.255

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

77.000

13C SINGL BCM ALPHA

13-MAR-2002 18:12:35.87

DFILE : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 19.8 C

CSPED : 14 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 378.11 Hz

operator

14-MAR-02 12:46:12
 DF1E 01H
 001UC 1H
 EXNOQ HOH
 OFR 270.05 MHz
 QBSET 112.00 kHz
 QBFIH 5800.0 Hz
 POINT 32768
 FREQU 5405.4 Hz
 SCANS 16
 ACQTH 3.031 sec
 PD 3.969 sec
 PW1 5.5 us
 IRNUC 1H
 CTEMP 24.5 C
 SLVHT CDCL3
 EXREF 0.00 ppm
 RF 0.16 Hz
 RGAIN 17
 OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

14-MAR-2002 17:49:49.49

DFILE : ALPHA1BCM
SF FILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA
EXMOD : SINGL
IRMOD : BCM
POINT : 16384
FREQ : 33898.31 Hz
SCANS : 256
DUMMY : 4
ACQTM : 0.4833 sec
PD : 2.5167 sec
RGAIN : 23
PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 Hz
IRNUC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 Hz
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRRS : 0
ADBIT : 16
CTEMP : 20.6 C
CSPED : 13 Hz
SLVNT : CDCL3
RESOL : 2.07 Hz
BF : 1.50 Hz
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XET : 25783.73 Hz
XS : 378.62 Hz
operator

14-MAR-02 16:03:01

DFILE 01H

ORHUC 1H

EXM00 NGH

QFIR 270.05 MHz

QFSET 112.00 kHz

QFIRH 5500.0 Hz

POINT 32768

FREQU 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTN 3.031 sec

PD 3.959 sec

PW1 5.5 us

IRHUC 1H

CTEMP 24.9 C

SLVHT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.15 Hz

RGAIN 16

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

14-MAR-2002 18:13:24.98

OFIL : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 20.0 C

CSPED : 14 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 380.18 Hz

operator

13.976

38.364

55.515

62.038

66.060

76.745

77.255

77.000

114.365

116.688

119.518

128.640

128.657

131.930

133.419

138.017

139.342

152.215

172.803

08-11-02 15:14:15

DFILE 01H

0010C 1H

E-MOD 100H

QFR 270.05 MHz

QFSET 112.00 MHz

QFTH 5000.0 MHz

P011T 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCALIS 16

ACQTH 3.031 sec

P0 3.959 sec

PW1 5.5 us

IRFMC 1H

CTEMP 23.9 C

SLVHT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 16

OPERATOR :

0.059
 3.261
 0.031
 1.976
 0.027
 3.118
 2.118
 2.132
 1.006
 2.696
 2.602
 1.028
 0.189

PPM

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9

13C SINGL BCM ALPHA

8-MAR-2002 17:13:39.57

DFILE : ALPHA1BCM
SFIL : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 20.2 C

CSPED : 13 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 380.18 Hz

operator

14.000

40.865

55.490

62.128

65.056

76.745

77.000

77.255

114.278

117.059

119.806

129.284

129.885

129.913

131.552

136.149

146.399

152.486

172.318

11-MAR-02 14:52:44

DFILE 01H

ORNUC 1H

EXM00 10H

QFR 270.05 MHz

QRESE 112.00 MHz

QRF 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQU 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRNUC 1H

CTEMP 24.7 C

SLVIT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 19

OPERATOR :

13C SINGL BCM ALPHA

12-MAR-2002 13: 46: 07.52

DFILE : ALPHA1BCM

SFILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 Hz

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNUC : 13C

OBFRQ : 125.65 MHz

OBSET : 127958.00 Hz

IRNUC : 1H

IRFRQ : 500.00 MHz

IRSET : 162410.00 Hz

IRATN : 511

IRRPW : 50.0 usec

IRBP1 : 25

IRBP2 : 6

IRRNS : 0

ADBIT : 16

CTEMP : 20.1 c

CSPED : 12 Hz

SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 Hz

BF : 1.50 Hz

T1 : 0.00 %

T2 : 0.00 %

T3 : 90.00 %

T4 : 100.00 %

REFVL : 77.00 ppm

XE : 25782.70 Hz

XS : 381.21 Hz

operator

2.912
3.085

14.189
18.023

40.199

55.548

64.061
61.166

76.745
77.255
77.000

114.196
117.889
118.597

133.066

139.416

152.741

174.194

28-JAN-02 17:16:22

DFILE 01H

QHNUC 1H

EXMOD NQW

QFR 270.05 MHz

QBSCT 112.00 MHz

QBFH 5800.0 Hz

POINT 32768

FREQ 5405.4 Hz

SCANS 16

ACQTM 3.031 sec

PD 3.969 sec

PW1 5.5 us

IRHUC 1H

CTEMP 22.3 C

SLVNT CDCL3

EXREF 0.00 ppm

BF 0.16 Hz

RGAIN 19

OPERATOR :

3.122
0.100
0.003
1.000
0.018
2.568

1.017
3.743

13C SINGL BCM ALPHA

13.515
13.474

46.590
55.276
62.942

77.255
77.000
76.745
75.750

117.075
113.768

127.390
128.632
129.537
129.660
134.554
137.919

158.104
165.820

29-JAN-2002 13:28:46.55

DFILE : ALPHA0BCM
SFILE : ALPHA400

COMNT : 13C SINGL BCM ALPHA

EXMOD : SINGL

IRMOD : BCM

POINT : 32768

FREQ : 33898.31 HZ

SCANS : 256

DUMMY : 4

ACQTM : 0.9667 sec

PD : 2.0333 sec

RGAIN : 23

PW1 : 4.75 usec

OBNJC : 13C
OBFRQ : 125.65 MHz
OBSET : 127958.00 HZ

IRNJC : 1H
IRFRQ : 500.00 MHz
IRSET : 162410.00 HZ
IRATN : 511
IRRPW : 50.0 usec
IRBP1 : 25
IRBP2 : 6
IRNS : 0

ADBIT : 16
CTEMP : 20.2 C
CSPED : 13 HZ
SLVNT : CDCL3

RESOL : 1.03 HZ
BF : 1.50 HZ
T1 : 0.00 %
T2 : 0.00 %
T3 : 90.00 %
T4 : 100.00 %
REFVL : 77.00 ppm
XE : 25782.70 HZ
XS : 380.18 HZ
operator