

Short-step Synthesis of Onychine and Related 4-Afluorenoenes *via* Hetero Diels-Alder Reaction of 5-Substituted Isotellurazoles

Yusuke Taneichi, Kazuaki Shimada,* and Toshinobu Korenaga
Department of Chemistry and Biosciences, Faculty of Science and Engineering,
Iwate University, Morioka, Iwate 020-8551, Japan
E-mail: Shimada@iwate-u.ac.jp

Supporting Information

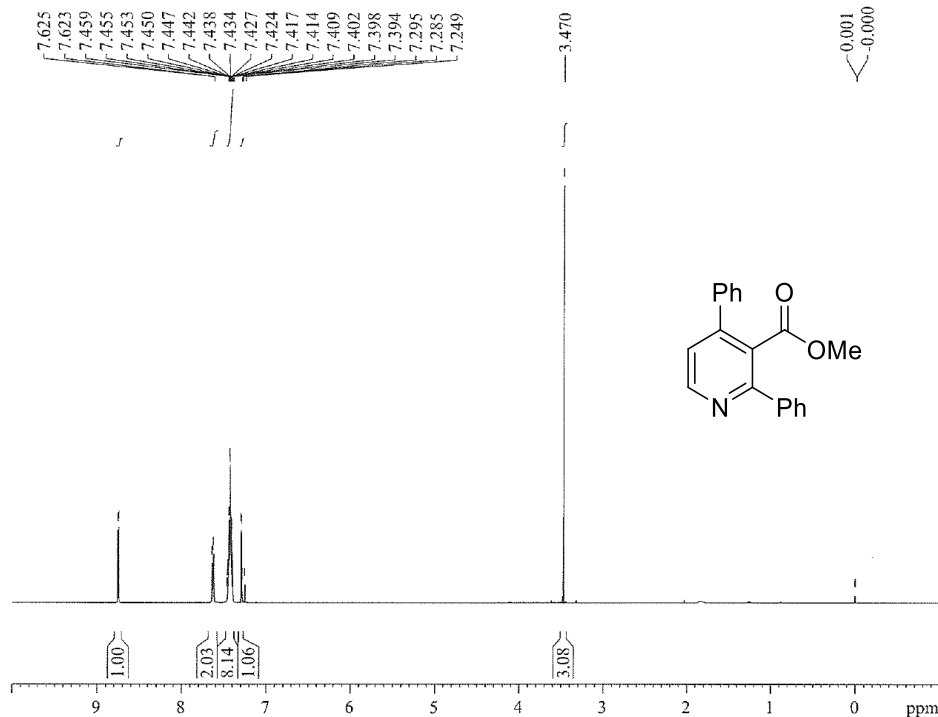
| Table of Contents | Page |
|--|-------------|
| I. General Information | S2 |
| II. Spectral data of Methyl pyridine-3-carboxylates 11 | S3–10 |
| III. Spectral data of 4-Methyl-2-phenylpyridine-3-carbonitrile 12c | S11–13 |
| IV. Spectral data of 4-Methyl-2-phenylpyridine-3-carboxaldehyde 13c | S14–16 |
| V. Spectral data of Azafluorenoes 14 | S17–24 |
| VI. Spectral data of 4-Methyl-2-Phenylpyridine-3-carboxamide 15c | S25–27 |

I. General Information

The melting points were determined with a Barnstead International MEL-TEMP. ^1H NMR spectra were recorded on Bruker DRX-400P (400 MHz) or Bruker AVANCE III 500 (500 MHz) Spectrometer, and the chemical shifts of the ^1H NMR spectra were given in δ relative to internal tetramethylsilane (TMS). ^{13}C NMR spectra were recorded on a Bruker DRX-400P (101 MHz) AVANCE III 500 (126 MHz). Mass Spectra were recorded on a JEOL JMS-700 mass spectrometer with electron-impact ionization. High resolution mass spectra (HRMS) were also recorded on JEOL JMS-700 spectrometer. IR (FT-IR) spectra were recorded for neat or KBr disk on JASCO FT/IR-7300 spectrometer.

II. Spectral data of Methyl pyridine-3-caboxylates 11

¹H NMR



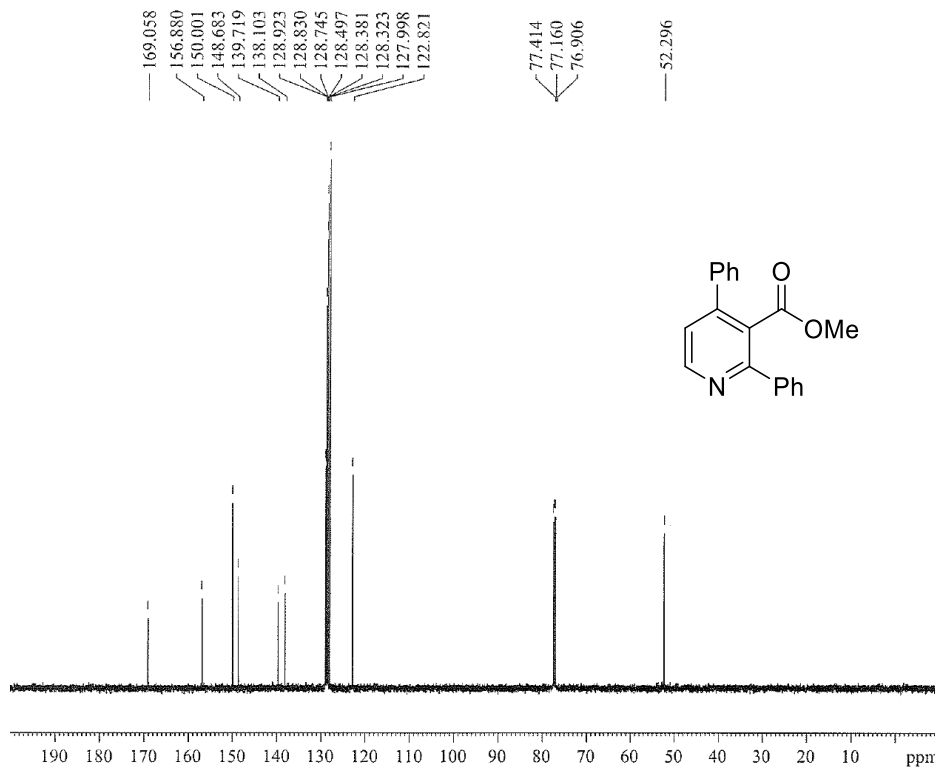
```

NAME      exp 640
EXPNO    4
PROCNO   1
Date_    20170921
Time     20:18
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB-
PULPROG  zg30
TD       65536
SOLVENT  CDCl3
NS       8
DS       2
SWH      10330.578 Hz
FIDRES   0.157632 Hz
AQ       3.1719023 sec
RG       71.8
DW       48.400 usec
DE       6.50 usec
TE       296.4 K
D1       1.00000000 sec
TD0      1
    
```

```

----- CHANNEL f1 -----
NUC1     1H
P1       15.00 usec
PL1      2.50 dB
PL1W    14.83164406 W
SFO1    500.130885 MHz
SI       32768
SF       500.1300186 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       0.30 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

¹H NMR of 11a



```

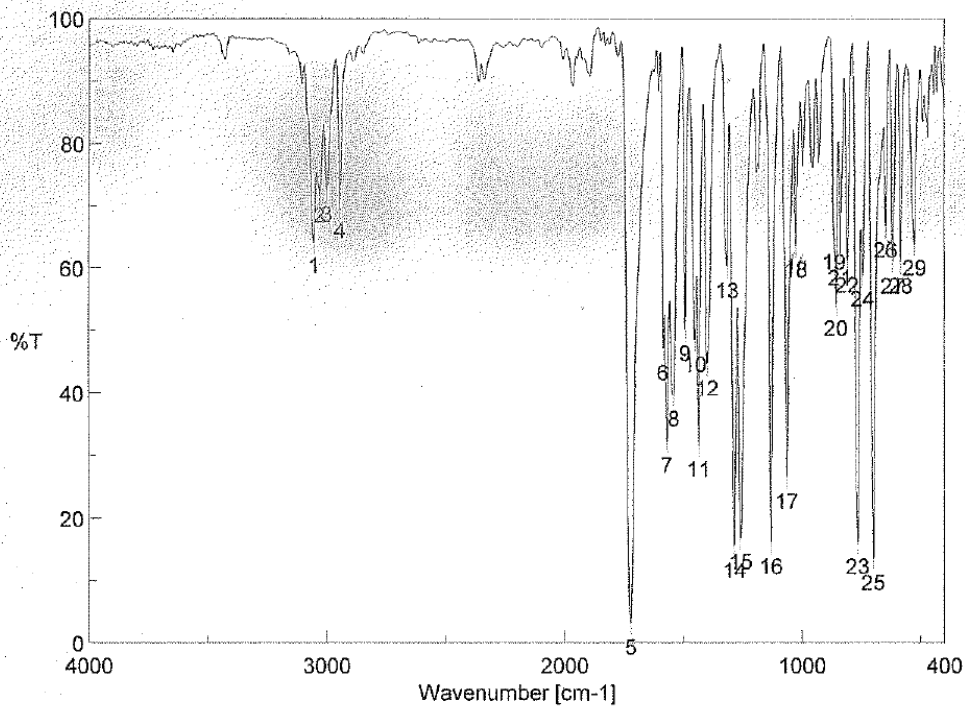
NAME      exp 640
EXPNO    5
PROCNO   1
Date_    20170921
Time     20:26
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB-
PULPROG  zgpg30
TD       65536
SOLVENT  CDCl3
NS       51
DS       4
SWH      29761.904 Hz
FIDRES   6.454131 Hz
AQ       1.1010558 sec
RG       2050
DW       16.800 usec
DE       6.50 usec
TE       297.4 K
D1       2.00000000 sec
D11     0.03000000 sec
TD0      1
    
```

```

----- CHANNEL f1 -----
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      -0.20 dB
PL1W    103.36952972 W
SFO1    125.7703643 MHz

----- CHANNEL f2 -----
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    80.00 usec
PL2      3.00 dB
PL12     18.00 dB
PL13     18.00 dB
PL2W    13.21371662 W
PL12W   0.41801253 W
PL13W   0.41801253 W
SFO2    500.1320005 MHz
SI       32768
SF       125.7577821 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40
    
```

¹³C NMR of 11a



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 岩手大学 工学部

[データ情報]

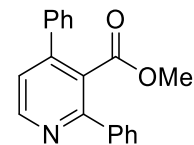
作成日時 2017/10/04 16:45
更新日時 2017/10/04 17:39

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018

データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 5000.51 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 4825

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロファイリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

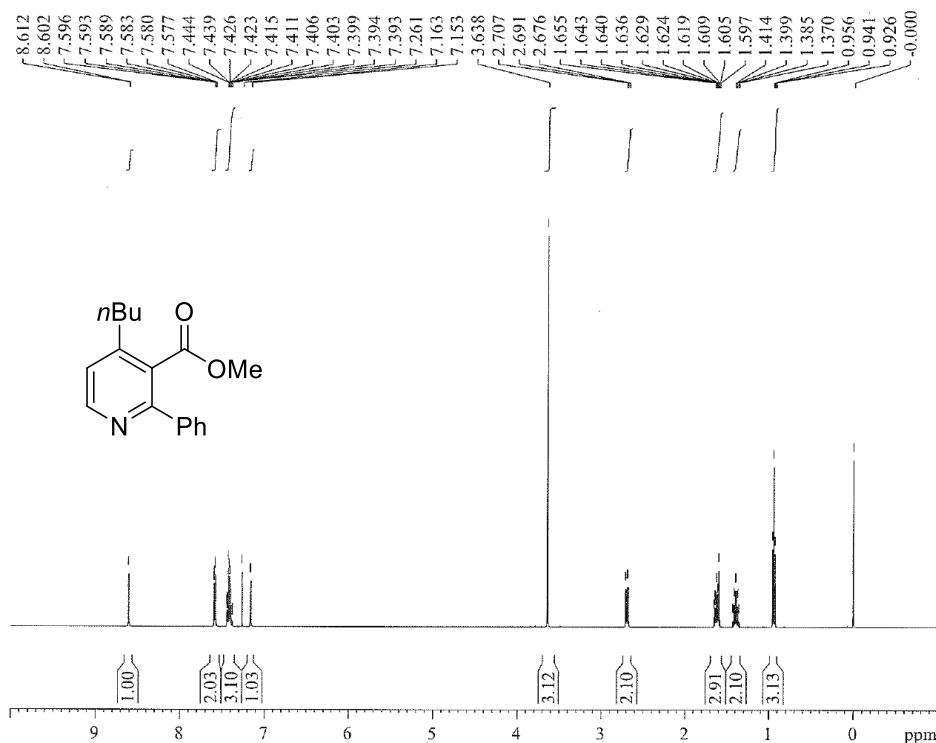


[ピーク検出結果]

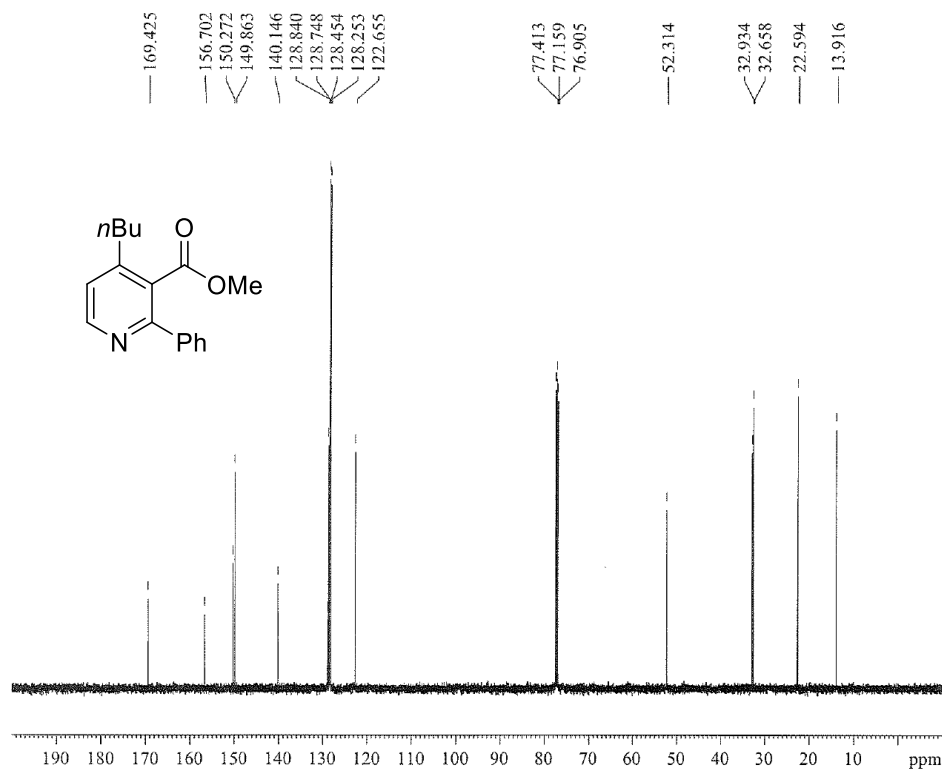
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 3054.7 | 64.1837 | 2 | 3028.7 | 72.2757 | 3 | 2998.8 | 72.4624 |
| 4 | 2944.8 | 69.8594 | 5 | 1721.2 | 3.17086 | 6 | 1583.3 | 47.0678 |
| 7 | 1568.8 | 32.3418 | 8 | 1540.9 | 39.7053 | 9 | 1492.6 | 50.1626 |
| 10 | 1450.2 | 48.4343 | 11 | 1434.8 | 31.6521 | 12 | 1400.1 | 44.5937 |
| 13 | 1316.2 | 60.2166 | 14 | 1285.3 | 15.5114 | 15 | 1258.3 | 16.8819 |
| 16 | 1131.1 | 16.1313 | 17 | 1063.6 | 26.588 | 18 | 1025.9 | 63.5357 |
| 19 | 865.9 | 64.7845 | 20 | 856.2 | 54.1664 | 21 | 838.9 | 62.2524 |
| 22 | 808.0 | 61.1134 | 23 | 765.6 | 16.1233 | 24 | 744.4 | 58.887 |
| 25 | 699.1 | 13.5078 | 26 | 647.0 | 66.7262 | 27 | 618.1 | 60.9896 |
| 28 | 584.3 | 60.998 | 29 | 525.5 | 63.8443 | | | |

IR Spectra of 11a

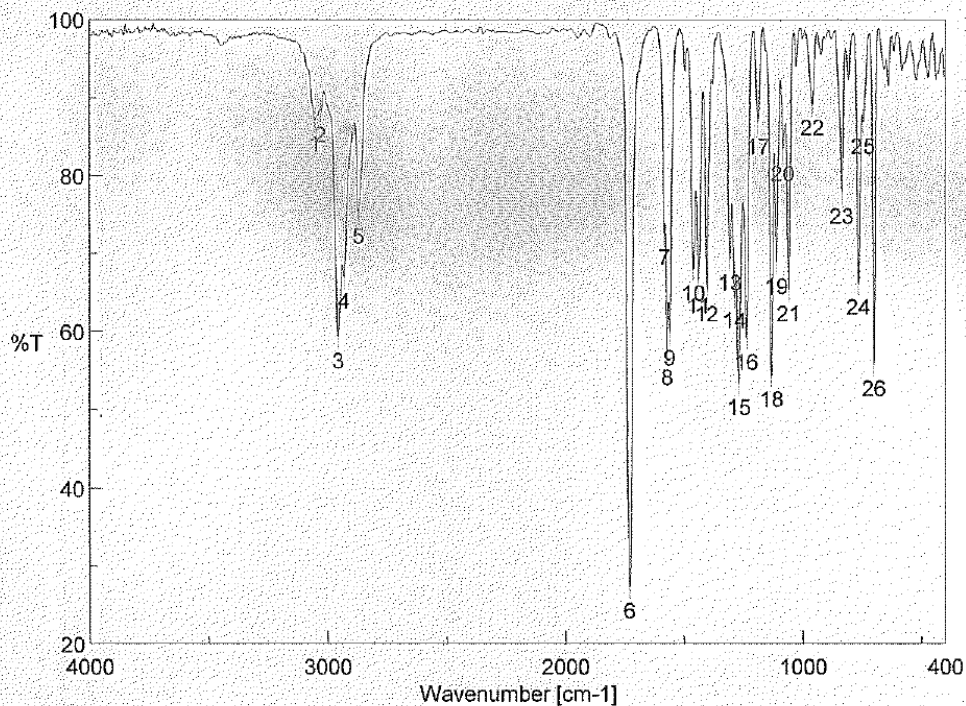
¹H NMR



¹H NMR of 11b



¹³C NMR of 11b



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

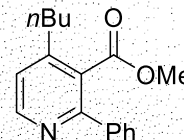
岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/10/04 15:52
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 5000.51 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 4825

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

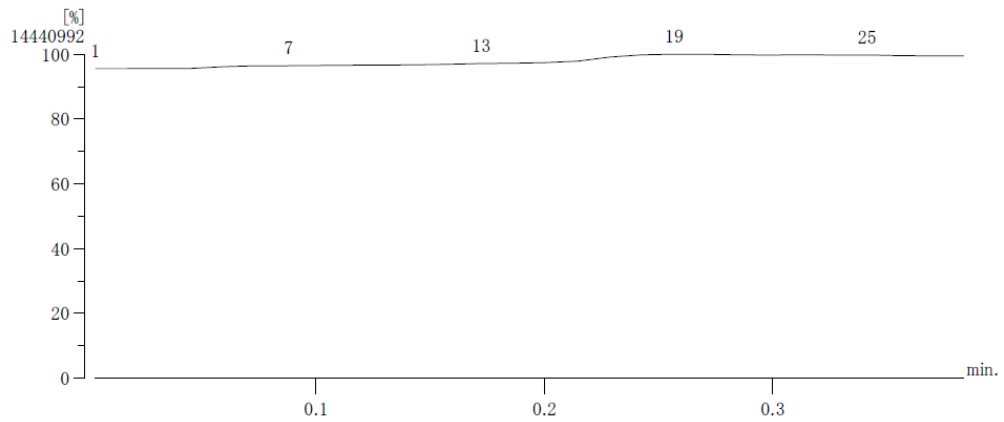
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 3053.7 | 87.1764 | 2 | 3028.7 | 88.3135 | 3 | 2955.4 | 59.2902 |
| 4 | 2932.2 | 66.9573 | 5 | 2870.5 | 75.2623 | 6 | 1728.9 | 27.3056 |
| 7 | 1583.3 | 72.6031 | 8 | 1571.7 | 57.202 | 9 | 1560.1 | 59.7082 |
| 10 | 1460.8 | 67.9956 | 11 | 1439.6 | 66.3791 | 12 | 1403.9 | 65.291 |
| 13 | 1307.5 | 69.3188 | 14 | 1287.3 | 64.4512 | 15 | 1269.9 | 53.3631 |
| 16 | 1237.1 | 59.154 | 17 | 1188.9 | 86.8539 | 18 | 1132.0 | 54.3978 |
| 19 | 1111.8 | 68.8404 | 20 | 1083.8 | 83.3279 | 21 | 1058.7 | 65.3302 |
| 22 | 959.4 | 89.2547 | 23 | 835.0 | 77.8592 | 24 | 765.6 | 66.1824 |
| 25 | 745.4 | 86.8796 | 26 | 700.0 | 55.7742 | | | |

[TIC/RIC]

Data : EI+HR-taneichi-269 Date : 17-Oct-2017 15:50

Sample : -

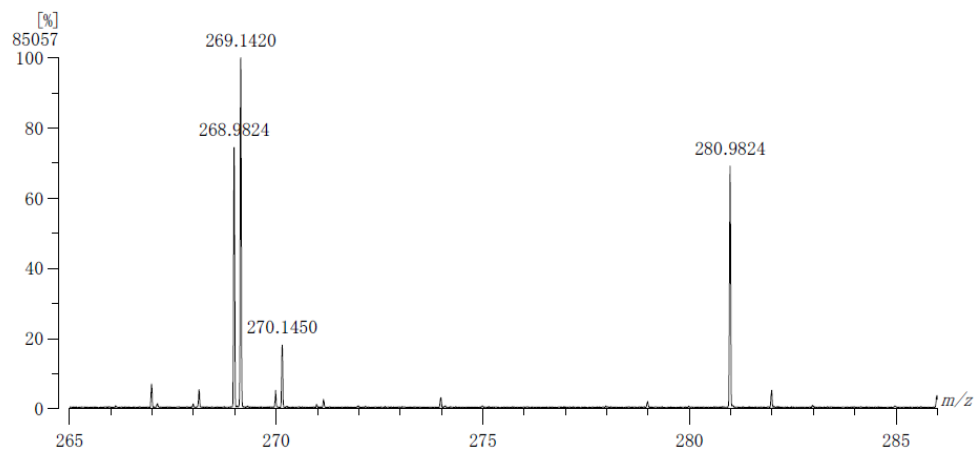
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-269 Date : 17-Oct-2017 15:50

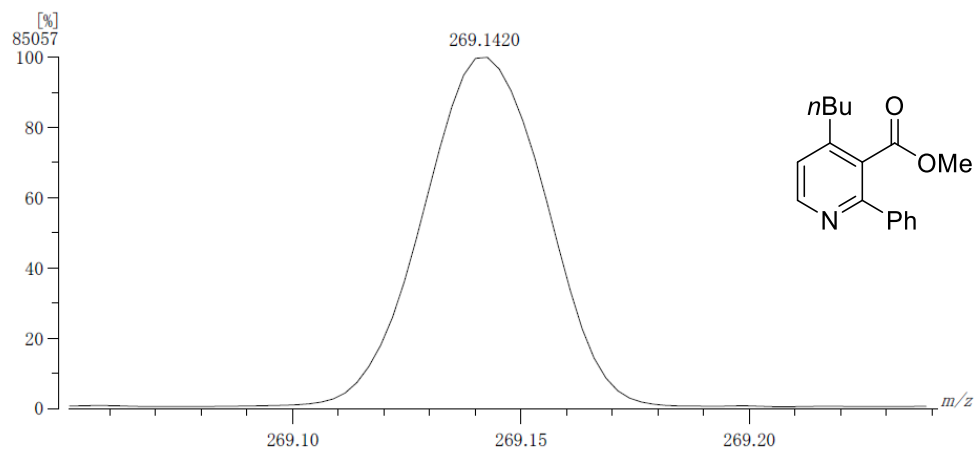
RT : 0.24 min Scan# : (18,22)



[Mass Spectrum]

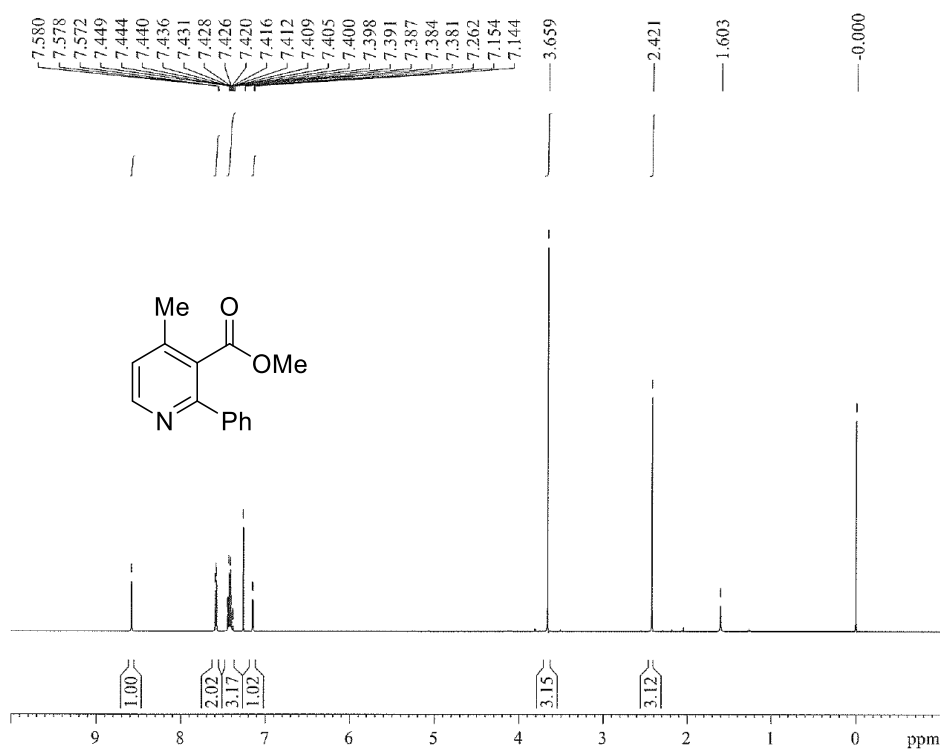
Data : EI+HR-taneichi-269 Date : 17-Oct-2017 15:50

RT : 0.24 min Scan# : (18,22)



HRMS of **11b**

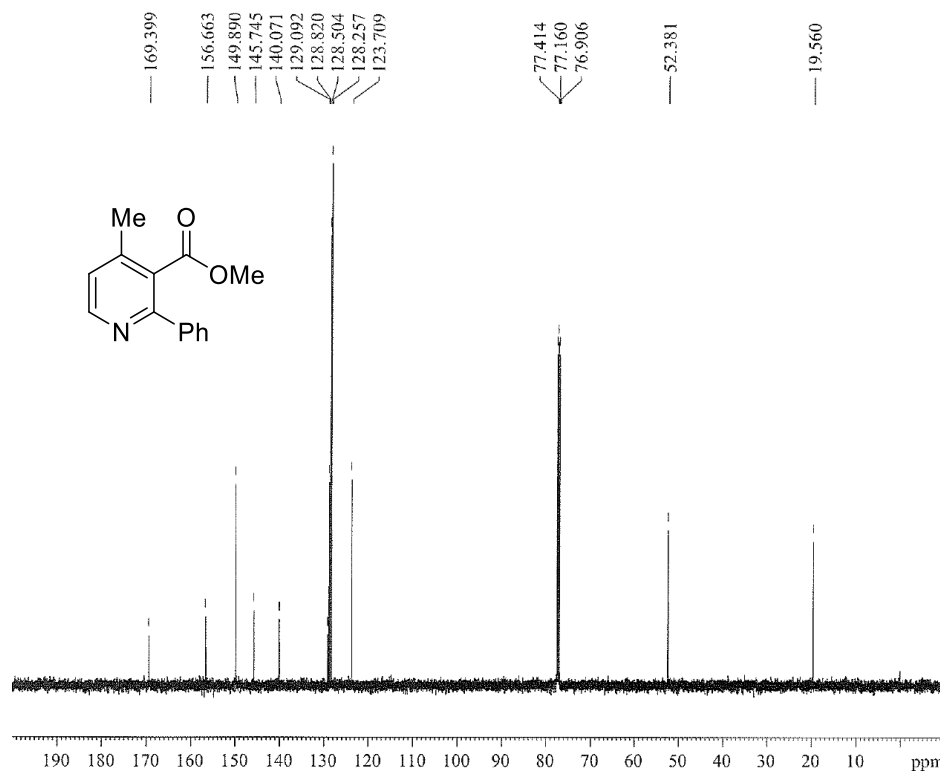
¹H NMR



NAME exp 644
EXPNO 4
PROCNO 1
Date_ 20170929
Time_ 0.30
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 8
DS 2
SWH 10330.578 Hz
FIDRES 0.157632 Hz
AQ 3.1719923 sec
RG 228
DW 48.400 usec
DE 6.50 usec
TE 295.6 K
D1 1.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 15.00 usec
PL1 2.50 dB
PL1W 14.83164406 W
SFO1 500.1330885 MHz
SI 32768
SF 500.13300125 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H NMR of 11c

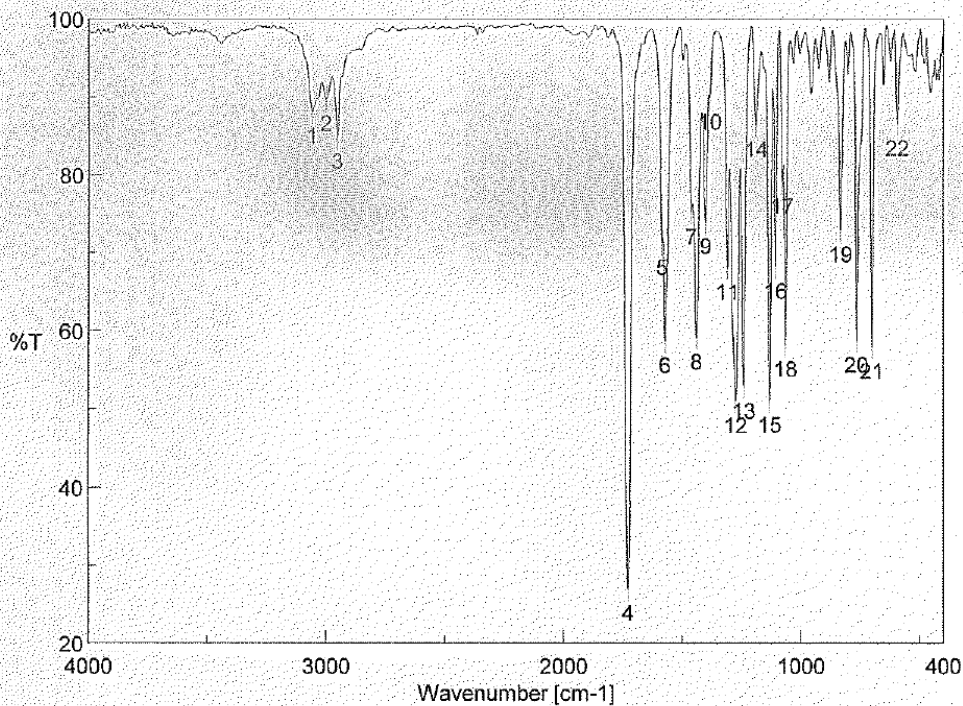


NAME exp 644
EXPNO 5
PROCNO 1
Date_ 20171004
Time_ 14.49
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 50
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010548 sec
RG 2050
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
TE 296.9 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.03000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PL1 -0.20 dB
PL1W 103.36952973 W
SFO1 125.7703645 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 80.00 usec
PL2 3.00 dB
PL12 18.00 dB
PL13 18.00 dB
PL2W 13.21871662 W
PL12W 0.41801253 W
PL13W 0.41801253 W
SFO2 500.1320005 MHz
SI 32768
SF 125.7577757 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

¹³C NMR of 11c



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 岩手大学 工学部

[データ情報]

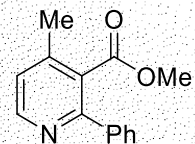
作成日時 2017/10/04 16:03
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 5000.51 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 4825

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロフイリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 3056.6 | 88.1007 | 2 | 2995.9 | 89.7319 | 3 | 2949.6 | 84.8252 |
| 4 | 1728.9 | 26.9422 | 5 | 1584.2 | 71.2195 | 6 | 1571.7 | 58.663 |
| 7 | 1460.8 | 75.1996 | 8 | 1439.6 | 59.144 | 9 | 1401.0 | 73.9341 |
| 10 | 1382.7 | 89.9222 | 11 | 1309.4 | 68.0766 | 12 | 1274.7 | 51.002 |
| 13 | 1241.0 | 52.8584 | 14 | 1188.9 | 86.4387 | 15 | 1132.0 | 51.0969 |
| 16 | 1106.9 | 68.1941 | 17 | 1078.0 | 79.0913 | 18 | 1064.5 | 58.1859 |
| 19 | 832.1 | 72.8866 | 20 | 764.6 | 58.7364 | 21 | 700.0 | 57.9372 |
| 22 | 593.0 | 86.5775 | | | | | | |



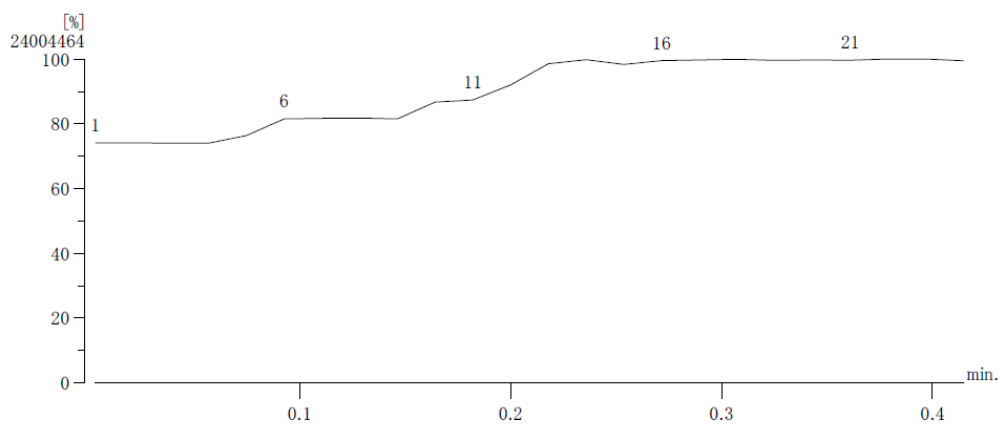
IR Spectra of 11c

[TIC/RIC]

Data : EI+HR-taneichi-227 Date : 17-Oct-2017 14:35

Sample : -

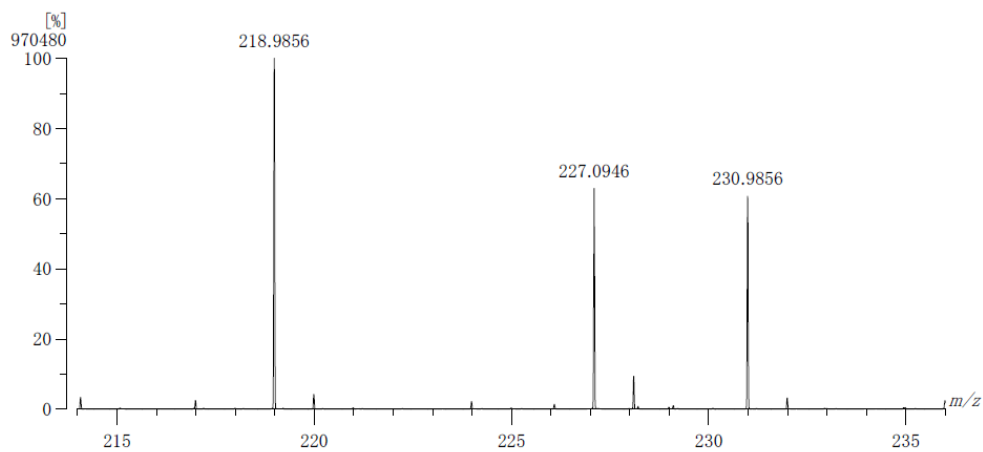
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-227 Date : 17-Oct-2017 14:35

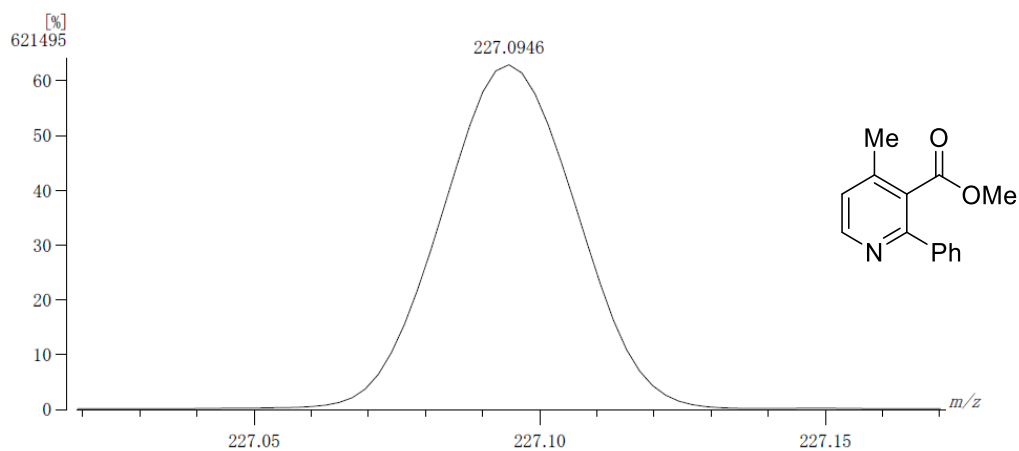
RT : 0.27 min Scan# : (16,20)



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-227 Date : 17-Oct-2017 14:35

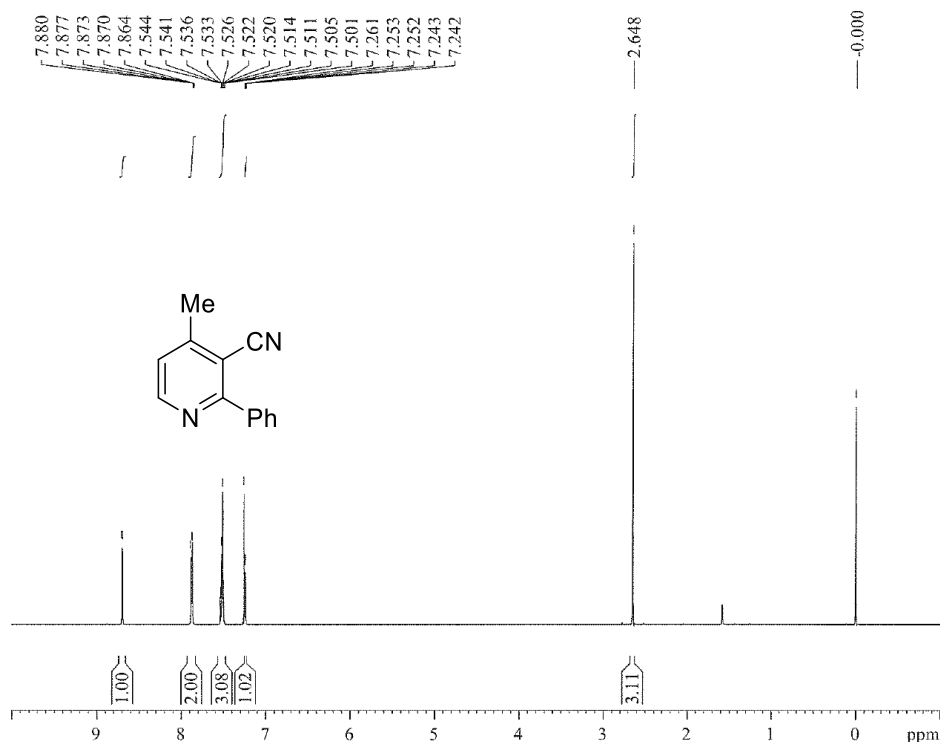
RT : 0.27 min Scan# : (16,20)



HRMS of **11c**

III. Spectral data of 4-Methyl-2-phenylpyridine-3-carbonitrile 12c

¹H NMR



```

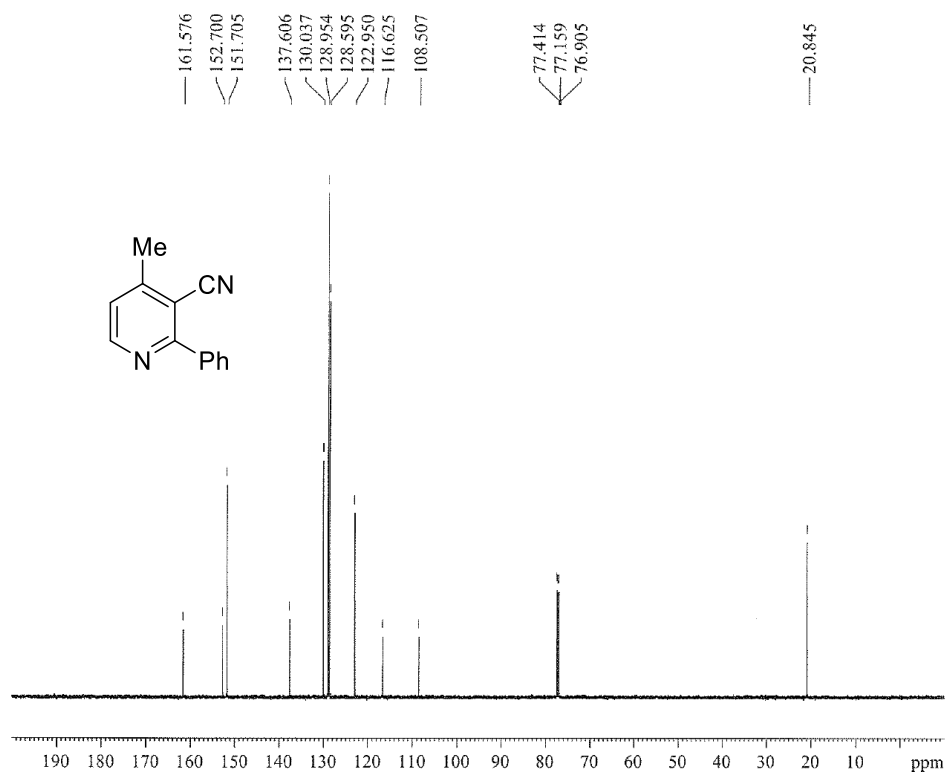
NAME      exp 652
EXPNO     3
PROCNO    1
Date_     20171102
Time      11.45
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB-
PULPROG   zg30
TD        65536
SOLVENT   CDCl3
NS         8
DS         2
SWH       10330.578 Hz
FIDRES    0.157632 Hz
AQ        3.171923 sec
RG         228
DW        48.400 usec
DE        6.50 usec
TE        295.6 K
D1        1.00000000 sec
TD0
    
```

```

===== CHANNEL f1 =====
NUC1      1H
P1        15.00 usec
PL1       2.50 dB
PL1W     14.83164406 W
SFO1     500.1330885 MHz
SI        32768
SF        500.1300130 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.30 Hz
GB         0
PC        1.00
    
```

¹H NMR of 12c

¹³C NMR CPD



```

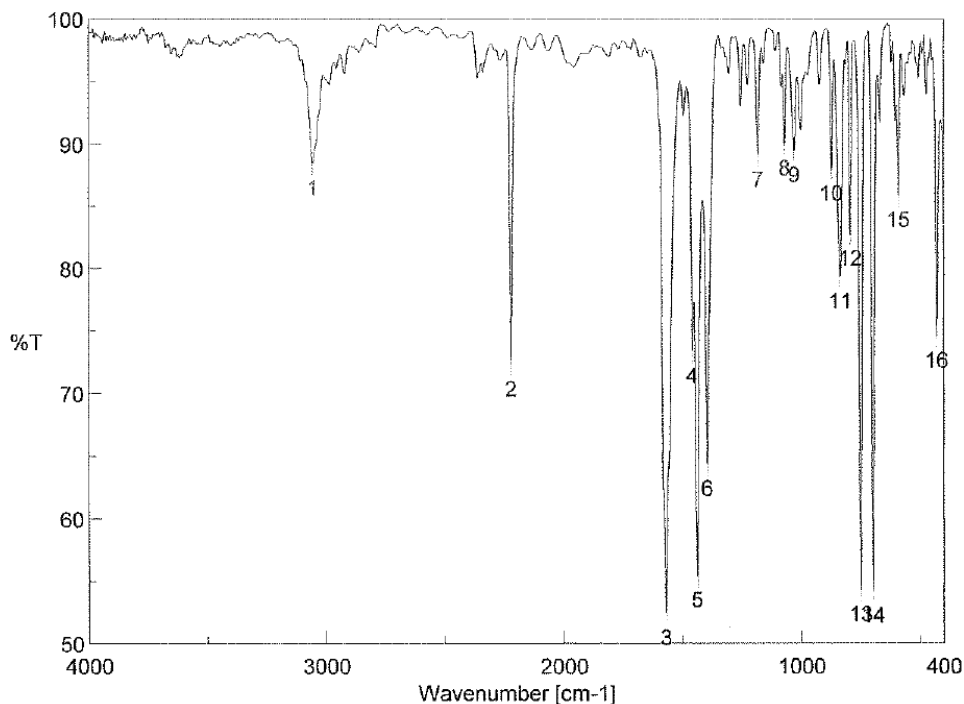
NAME      exp 652
EXPNO     5
PROCNO    1
Date_     20171102
Time      12.00
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB-
PULPROG   zgpg30
TD        65536
SOLVENT   CDCl3
NS         4
DS         4
SWH       29761.904 Hz
FIDRES    0.454131 Hz
AQ        1.1010548 sec
RG         2050
DW        16.800 usec
DE        6.50 usec
TE        296.6 K
D1        2.00000000 sec
D11       0.03000000 sec
TD0
    
```

```

===== CHANNEL f1 =====
NUC1      13C
P1        16.00 usec
PL1       -0.20 dB
PL1W     103.36952922 W
SFO1     125.7703643 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2   waltz16
NUC2      1H
PCPD2     80.00 usec
PL2       3.00 dB
PL12     18.00 dB
PL13     18.00 dB
PL2W     13.21871662 W
PL12W    0.41801253 W
PL13W    0.41801253 W
SFO2     500.1320005 MHz
SI        32768
SF        125.7577890 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        1.00 Hz
GB         0
PC        1.40
    
```

¹³C NMR of 12c



[コメント情報]

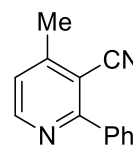
試料名
コメント
測定者
所属
会社 岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/11/02 16:15
更新日時 2017/11/02 16:16
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

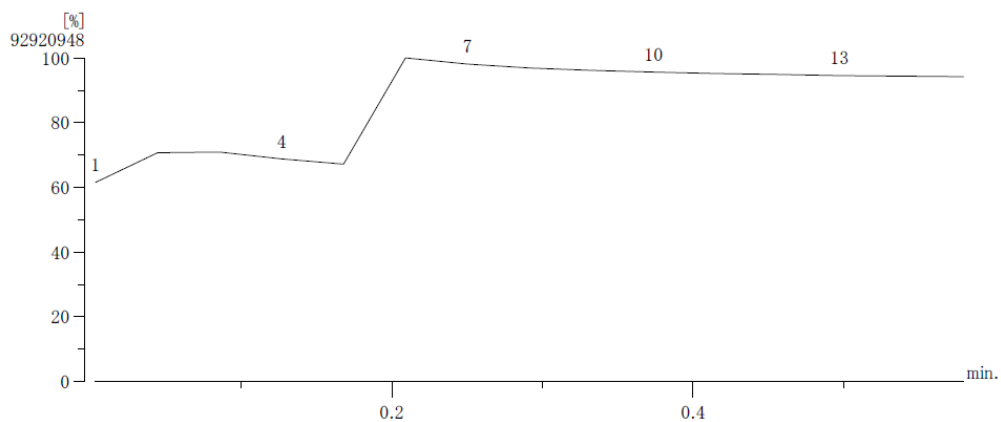
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 3058.6 | 88.3849 | 2 | 2222.6 | 72.2899 | 3 | 1570.7 | 52.4082 |
| 4 | 1459.9 | 73.3492 | 5 | 1439.6 | 55.4235 | 6 | 1396.2 | 64.3734 |
| 7 | 1184.1 | 89.101 | 8 | 1071.3 | 90.0156 | 9 | 1030.8 | 89.4858 |
| 10 | 873.6 | 87.9709 | 11 | 837.0 | 79.3364 | 12 | 794.5 | 82.7565 |
| 13 | 750.2 | 54.2885 | 14 | 698.1 | 54.2052 | 15 | 591.1 | 85.8644 |
| 16 | 430.1 | 74.5897 | | | | | | |

[TIC/RIC]

Data : EI+HR-taneichi-194 Date : 08-Nov-2017 13:59

Sample : -

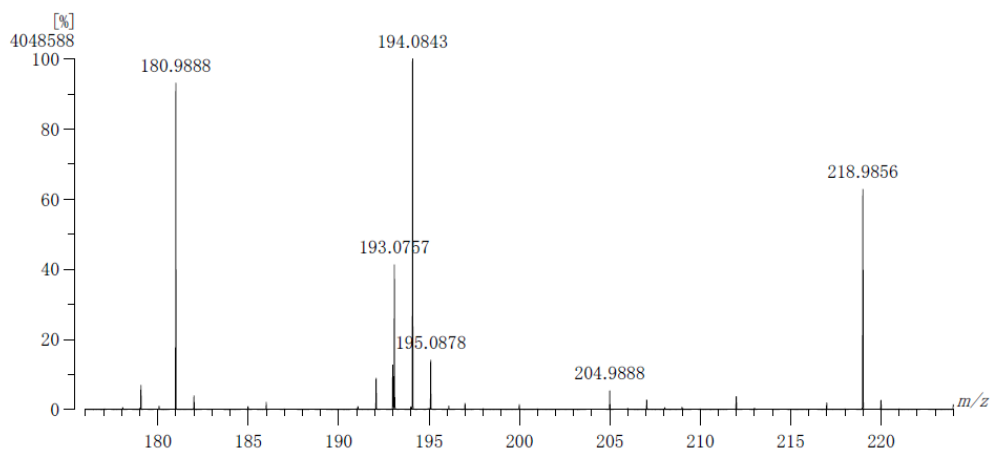
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-194 Date : 08-Nov-2017 13:59

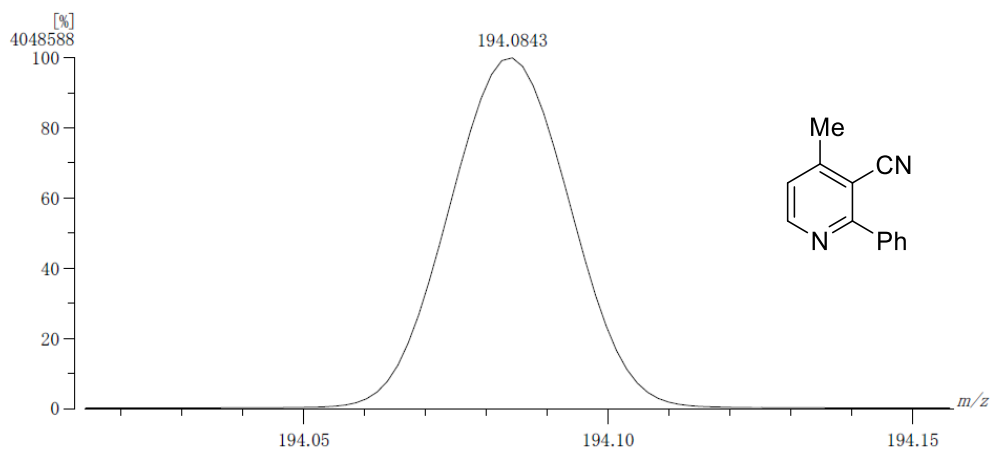
RT : 0.25 min Scan# : (7,11)



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-194 Date : 08-Nov-2017 13:59

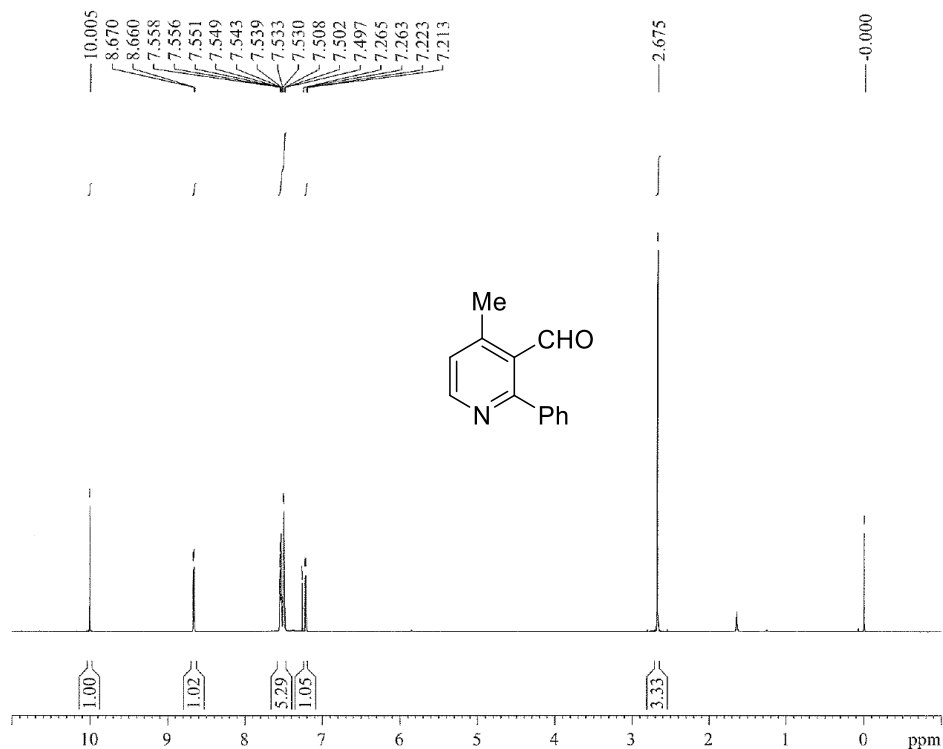
RT : 0.25 min Scan# : (7,11)



HRMS of 12c

IV. Spectral data of 4-Methyl-2-phenylpyridine-3-carboxaldehyde 13c

¹H NMR



```

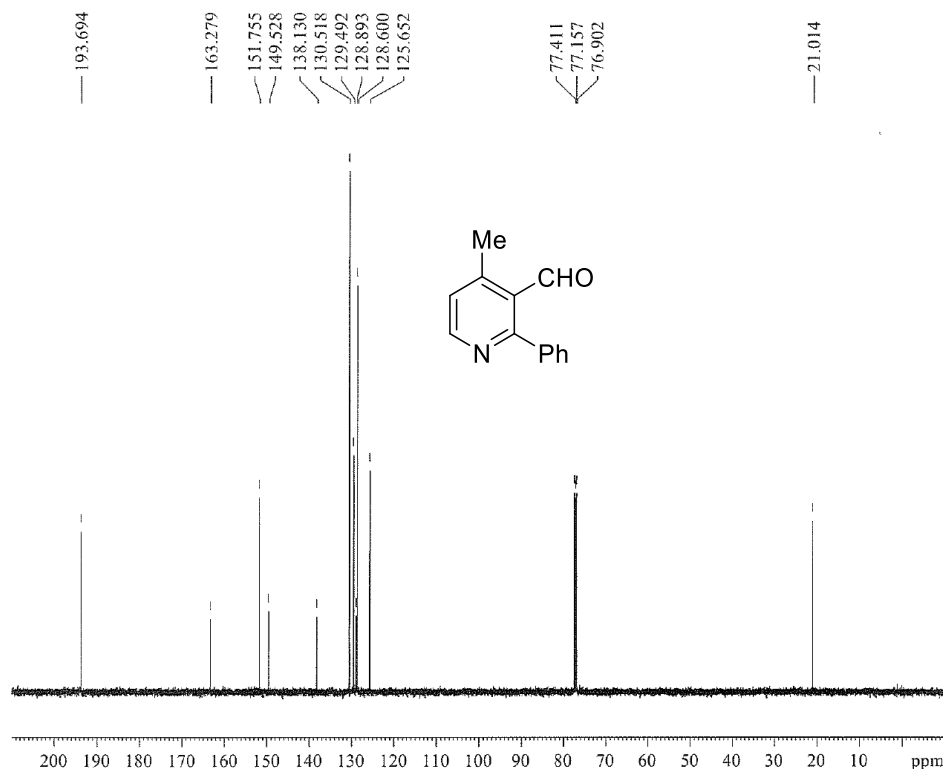
NAME      exp 530
EXPNO    3
PROCNO   1
Date_    20161101
Time     16.11
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB-
PULPROG  zg30
TD        65536
SOLVENT  CDCl3
NS        8
DS        2
SWH      10530.578 Hz
FIDRES   0.157632 Hz
AQ        3.1719923 sec
RG        181
DW        48.400 usec
DE        6.50 usec
TE        293.7 K
D1        1.0000000 sec
TD0       1
    
```

```

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     1H
P1       15.00 usec
PL1      2.50 dB
PL1W    14.83164496 W
SFO1    500.1350885 MHz
SI       32768
SF       500.1300115 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       0.30 Hz
GB       0
PC       1.00
    
```

¹H NMR of 13c

¹³C NMR CPD



```

NAME      exp 650
EXPNO    4
PROCNO   1
Date_    20171031
Time     18.32
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm PABBO BB-
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  CDCl3
NS        51
DS        4
SWH      29761.904 Hz
FIDRES   0.454131 Hz
AQ        1.1010548 sec
RG        2050
DW        16.800 usec
DE        6.50 usec
TE        296.5 K
D1        2.0000000 sec
D11      0.05000000 sec
TD0       1
    
```

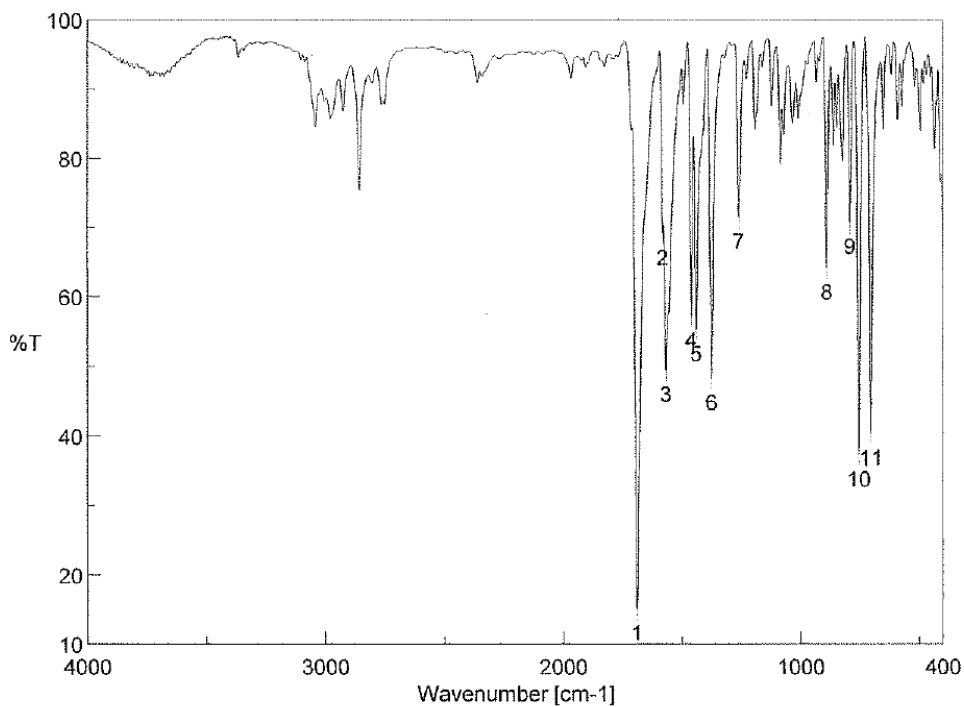
```

===== CHANNEL f1 =====
NUC1     13C
P1       10.00 usec
PL1      -0.20 dB
PL1W    103.36952972 W
SFO1    125.7703643 MHz
    
```

```

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2  waltz16
NUC2     1H
PCPD2    80.00 usec
PL2      3.00 dB
PL12     18.00 dB
PL13     18.00 dB
PL2W    13.21871662 W
PL12W    0.41801253 W
PL13W    0.41801253 W
SFO2    500.1320005 MHz
SI       32768
SF       125.7577794 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40
    
```

¹³C NMR of 13c



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

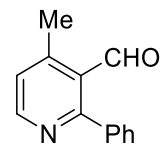
岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/11/08 17:34
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm⁻¹]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm⁻¹
エンド 7800.65 cm⁻¹
データ間隔 0.964233 cm⁻¹
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm⁻¹
ゼロファイリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

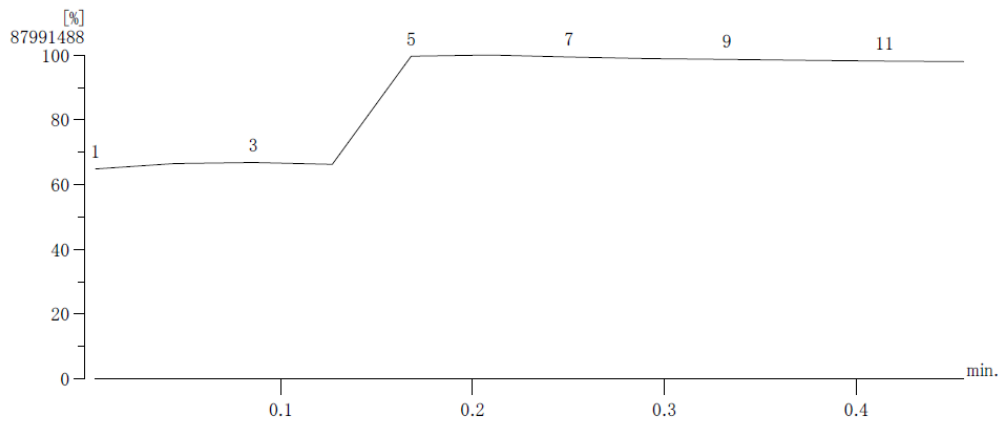
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 1691.3 | 15.0782 | 2 | 1581.3 | 69.1421 | 3 | 1567.8 | 49.4504 |
| 4 | 1460.8 | 57.2047 | 5 | 1440.6 | 55.2436 | 6 | 1375.0 | 48.2728 |
| 7 | 1261.2 | 71.4919 | 8 | 891.0 | 64.1671 | 9 | 792.6 | 70.8049 |
| 10 | 755.0 | 37.2639 | 11 | 704.9 | 40.3415 | | | |

[TIC/RIC]

Data : EI+HR-taneichi-197 Date : 08-Nov-2017 14:24

Sample : -

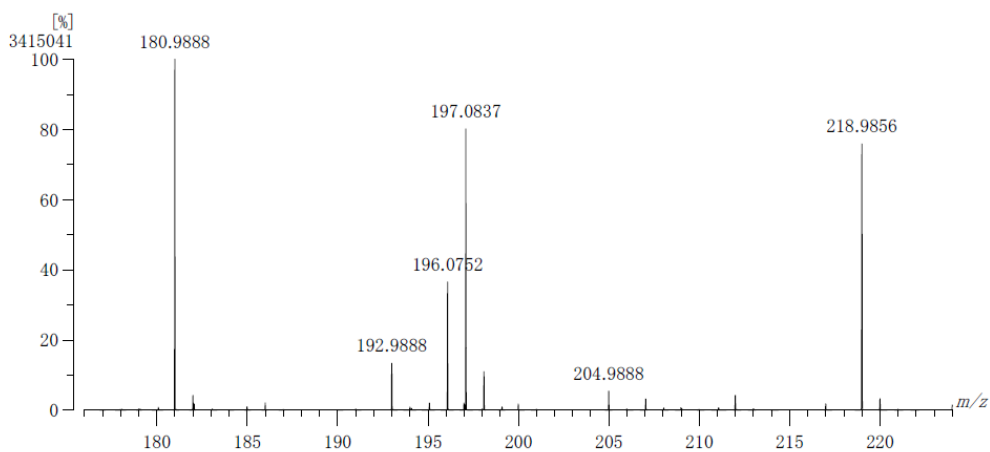
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-197 Date : 08-Nov-2017 14:24

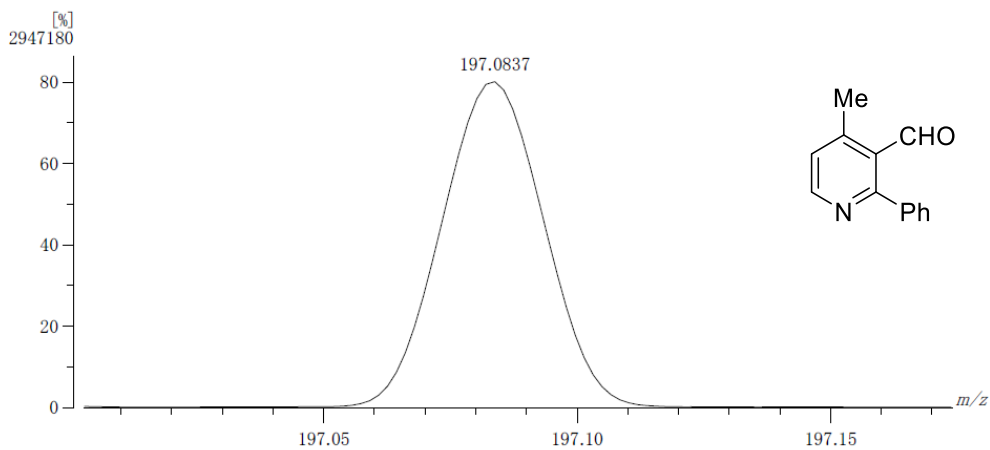
RT : 0.21 min Scan# : (6,10)



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-197 Date : 08-Nov-2017 14:24

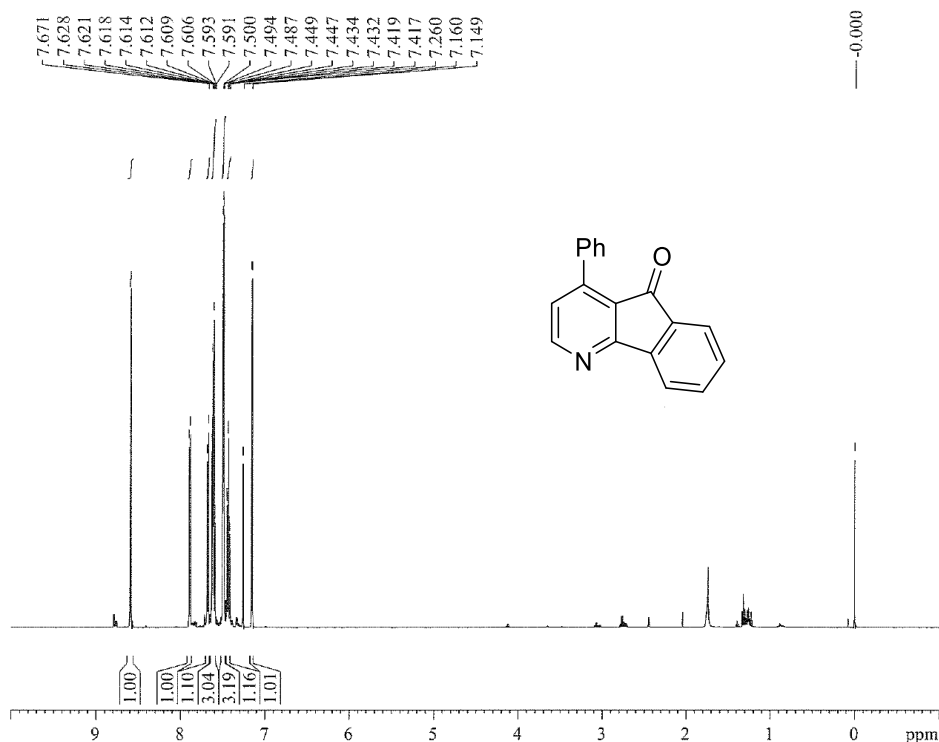
RT : 0.21 min Scan# : (6,10)



HRMS of 13c

V. Spectral data of Azafluorenones 14

¹H NMR



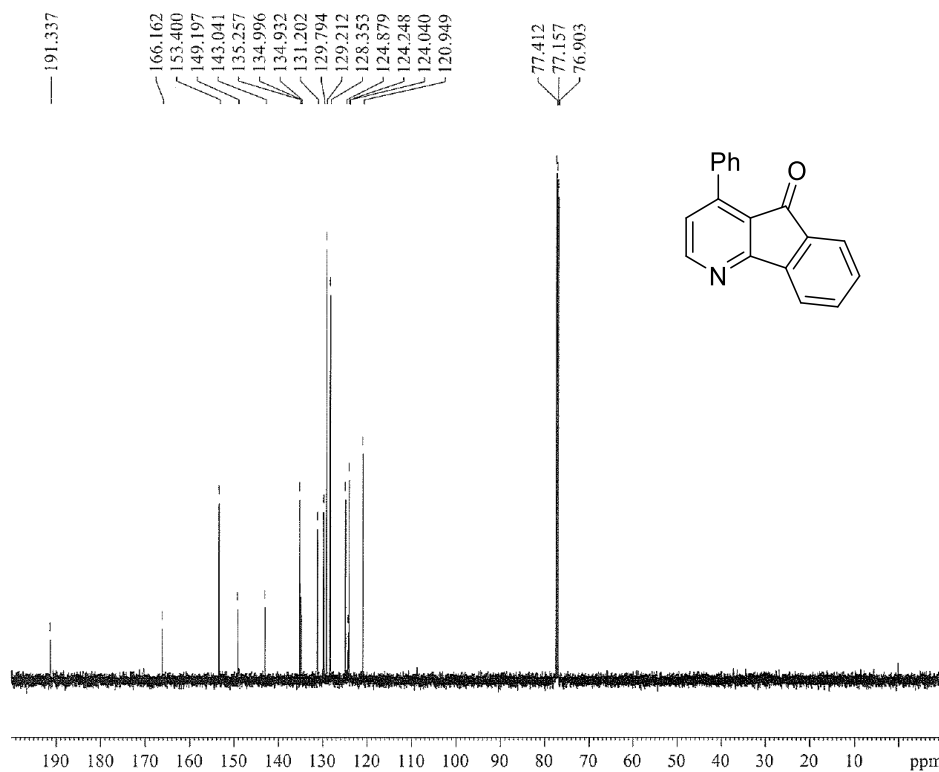
```

NAME      exp 641
EXPNO     3
PROCNO    1
Date_     20170914
Time      20.34
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB-
PULPROG   zg30
TD         65536
SOLVENT   CDCl3
NS         8
DS         2
SWH        10320.578 Hz
FIDRES     0.157632 Hz
AQ         3.1719923 sec
RG         144
DW         48.400 usec
DE         6.50 usec
TE         296.6 K
D1         1.00000000 sec
TD0        1
    
```

```

----- CHANNEL f1 -----
NUC1       1H
P1         15.00 usec
PL1        -2.50 dB
PL1W       14.83164406 W
SFO1       500.1330885 MHz
SI         32768
SF         500.1300137 MHz
WDW         EM
SSB         0
LB         0.20 Hz
GB         0
PC         1.00
    
```

¹H NMR of 14a



```

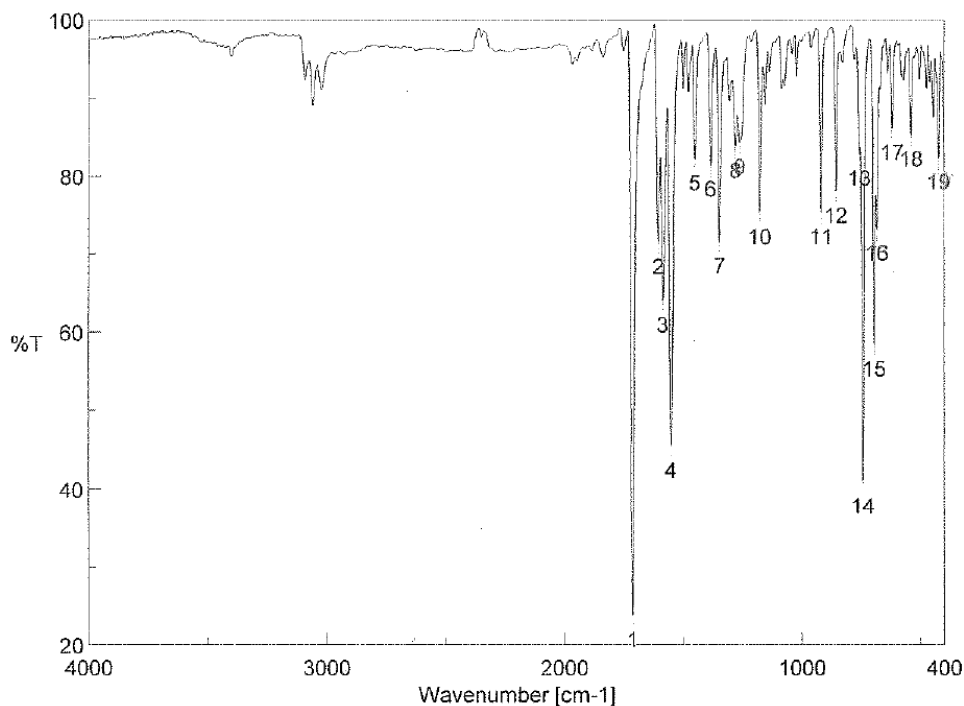
NAME      exp 641
EXPNO     4
PROCNO    1
Date_     20170914
Time      20.44
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm PABBO BB-
PULPROG   zgpg30
TD         65536
SOLVENT   CDCl3
NS         80
DS         2
SWH        29761.904 Hz
FIDRES     0.454131 Hz
AQ         1.1010548 sec
RG         2050
DW         16.800 usec
DE         6.50 usec
TE         297.7 K
D1         2.00000000 sec
D11        0.03000000 sec
TD0        1
    
```

```

----- CHANNEL f1 -----
NUC1       13C
P1         10.00 usec
PL1        -9.20 dB
PL1W       103.36952972 W
SFO1       125.7703643 MHz

----- CHANNEL f2 -----
CPDPRG2   waltz16
NUC2       1H
PCPD2     30.00 usec
PL2        3.00 dB
PL12       18.00 dB
PL13       18.00 dB
PL2W       13.21871662 W
PL12W      0.41801253 W
PL13W      0.41801253 W
SFO2       500.1320065 MHz
SI         32768
SF         125.7577748 MHz
WDW         EM
SSB         0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.40
    
```

¹³C NMR of 14a



[コメント情報]

試料名

コメント

測定者

所属

会社

岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時

2017/10/04 16:32

データタイプ

等間隔データ

横軸

Wavenumber [cm-1]

縦軸

%T

スタート

349.053 cm-1

エンド

5000.51 cm-1

データ間隔

0.964233 cm-1

データ数

4825

[測定情報]

機種名

FT/IR-4200typeA

シリアル番号

B061661018

光源

標準光源

検出器

TGS

積算回数

8

分解

4 cm-1

ゼロフィリング

On

アポダイゼーション

Cosine

ゲイン

Auto (8)

アパーチャー

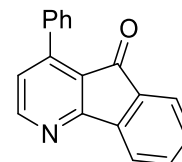
Auto (7.1 mm)

スキャンスピード

Auto (2 mm/sec)

フィルタ

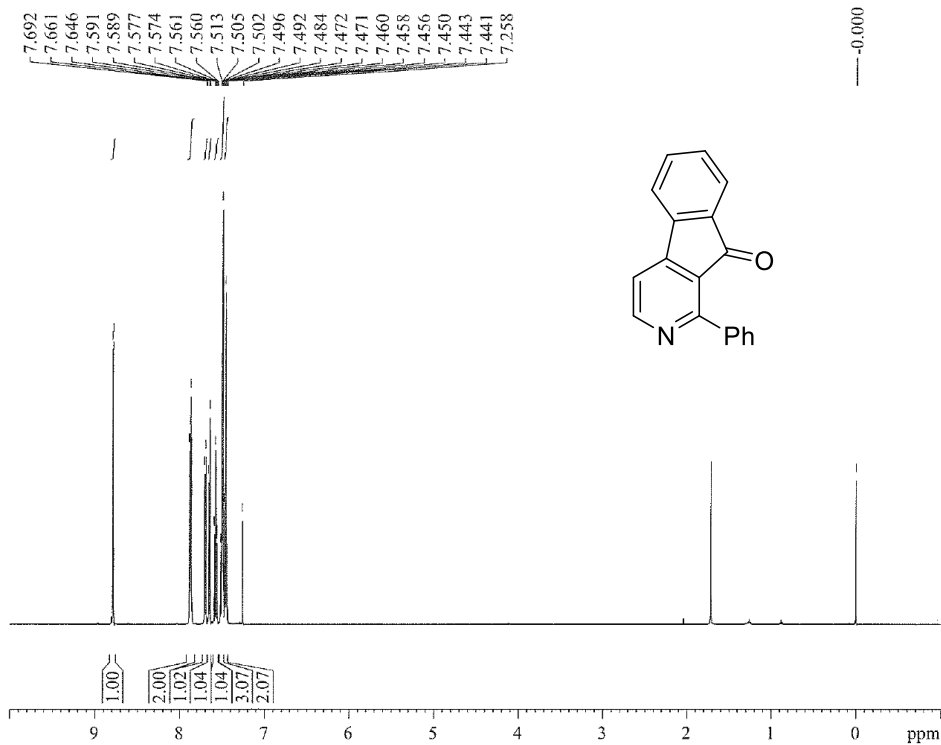
Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 1713.4 | 23.7862 | 2 | 1603.5 | 71.4678 | 3 | 1585.2 | 63.9949 |
| 4 | 1551.5 | 45.446 | 5 | 1450.2 | 82.2415 | 6 | 1382.7 | 81.4772 |
| 7 | 1347.0 | 71.6063 | 8 | 1279.5 | 83.8668 | 9 | 1262.2 | 84.3343 |
| 10 | 1177.3 | 75.3064 | 11 | 918.9 | 75.3447 | 12 | 855.3 | 78.0614 |
| 13 | 757.9 | 82.8494 | 14 | 743.4 | 40.9322 | 15 | 695.2 | 58.4135 |
| 16 | 683.6 | 73.2225 | 17 | 620.0 | 86.1824 | 18 | 540.0 | 85.3679 |
| 19 | 424.3 | 82.4028 | | | | | | |

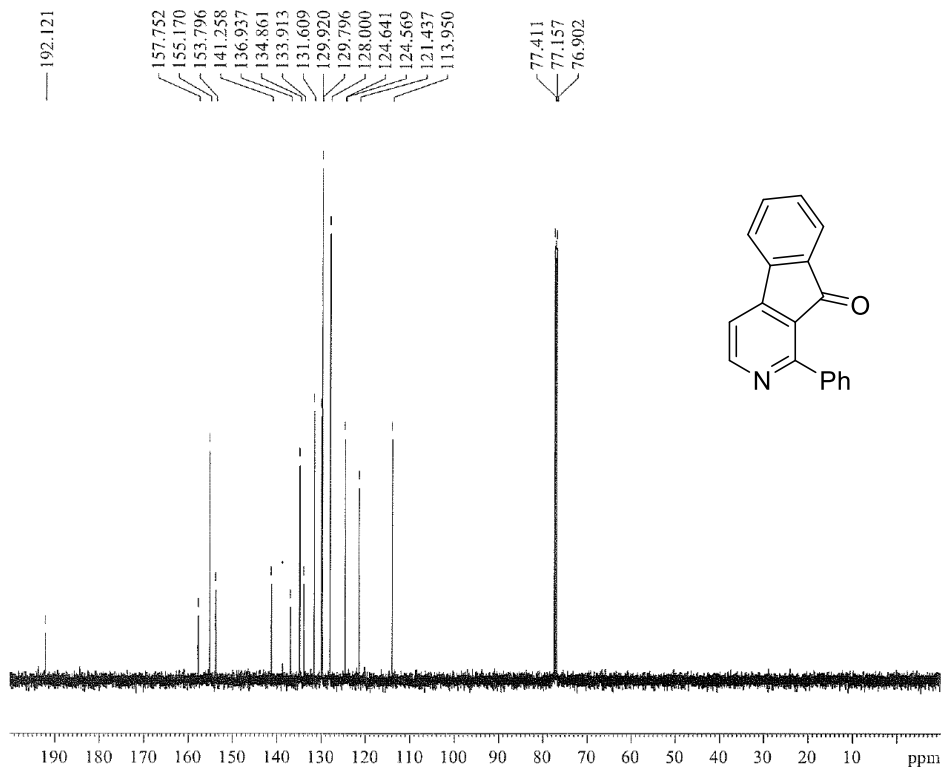
¹H NMR



NAME exp 641
 EXPNO 7
 PROCNO 1
 Date 20170914
 Time 21.00
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm F4BBO BB-
 PULPROG zg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 8
 DS 2
 SWH 10330.578 Hz
 FIDRES 0.157632 Hz
 AQ 3.1719923 sec
 RG 144
 DW 48.00 usec
 DE 6.50 usec
 TE 296.7 K
 D1 1.0000000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 1H
 P1 15.00 usec
 PL1 2.50 dB
 PL1W 14.83164406 W
 SFO1 500.1320885 MHz
 SI 32768
 SF 500.1300144 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H NMR of 14a'

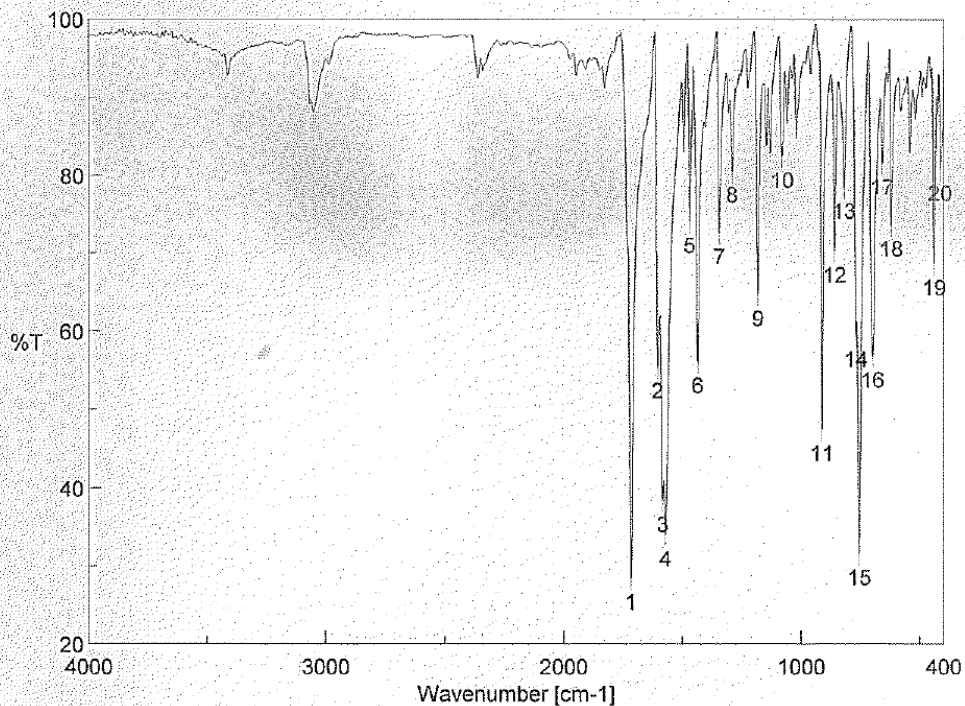


NAME exp 641
 EXPNO 8
 PROCNO 1
 Date 20170914
 Time 21.15
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm F4BBO BB-
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 51
 DS 4
 SWH 29761.904 Hz
 FIDRES 0.454131 Hz
 AQ 1.1010548 sec
 RG 2650
 DW 16.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 297.9 K
 D1 2.0000000 sec
 D11 0.0300000 sec
 TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 -0.20 dB
 PL1W 103.26952972 W
 SFO1 125.7703643 MHz

===== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 80.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 18.00 dB
 PL13 18.00 dB
 PL2W 13.21871662 W
 PL12W 0.41801253 W
 PL13W 0.41801253 W
 SFO2 500.1320005 MHz
 SI 32768
 SF 125.7577766 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

¹³C NMR of 14a'



[コメント情報]

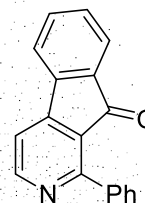
試料名
コメント
測定者
所属
会社
岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/10/04 16:20
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm⁻¹]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm⁻¹
エンド 5000.51 cm⁻¹
データ間隔 0.964233 cm⁻¹
データ数 4825

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm⁻¹
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

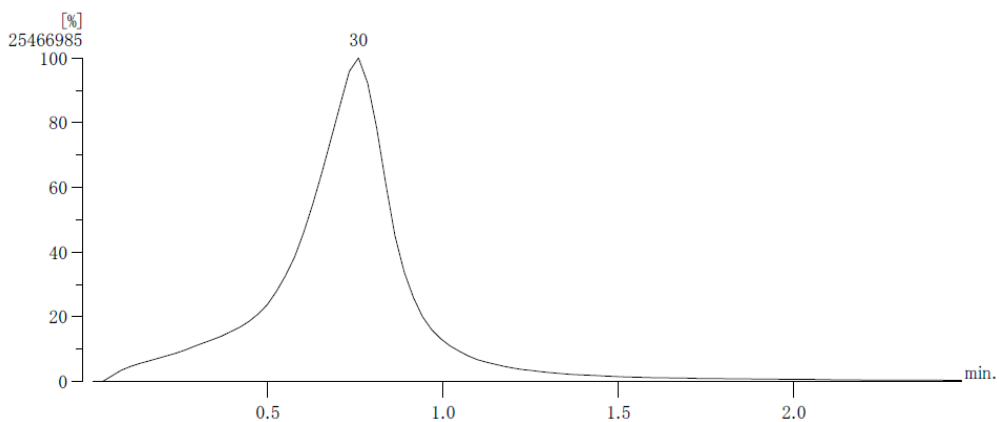
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 1716.3 | 28.4523 | 2 | 1603.5 | 55.5103 | 3 | 1583.3 | 38.4424 |
| 4 | 1571.7 | 34.027 | 5 | 1468.5 | 74.1145 | 6 | 1434.8 | 56.1792 |
| 7 | 1344.1 | 72.6918 | 8 | 1289.2 | 80.608 | 9 | 1182.2 | 64.7376 |
| 10 | 1080.9 | 82.4899 | 11 | 912.2 | 47.5147 | 12 | 859.1 | 70.3025 |
| 13 | 818.6 | 78.536 | 14 | 768.5 | 59.5408 | 15 | 756.0 | 31.6624 |
| 16 | 698.1 | 56.9016 | 17 | 658.6 | 81.6075 | 18 | 620.0 | 73.6628 |
| 19 | 439.7 | 68.6904 | 20 | 412.7 | 80.8303 | | | |

[TIC/RIC]

Data : EI+taneichi Date : 24-Jan-2018 11:55

Sample : -

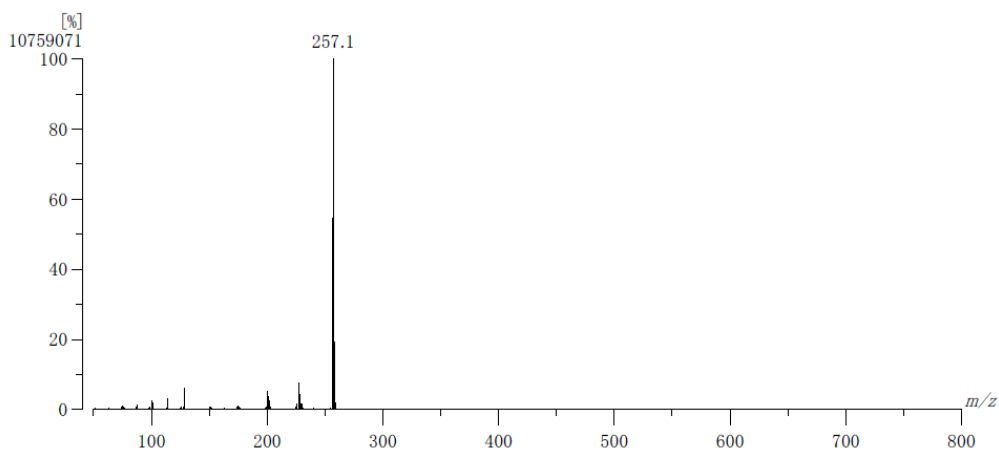
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+taneichi Date : 24-Jan-2018 11:55

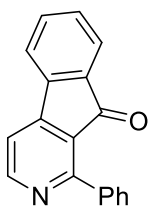
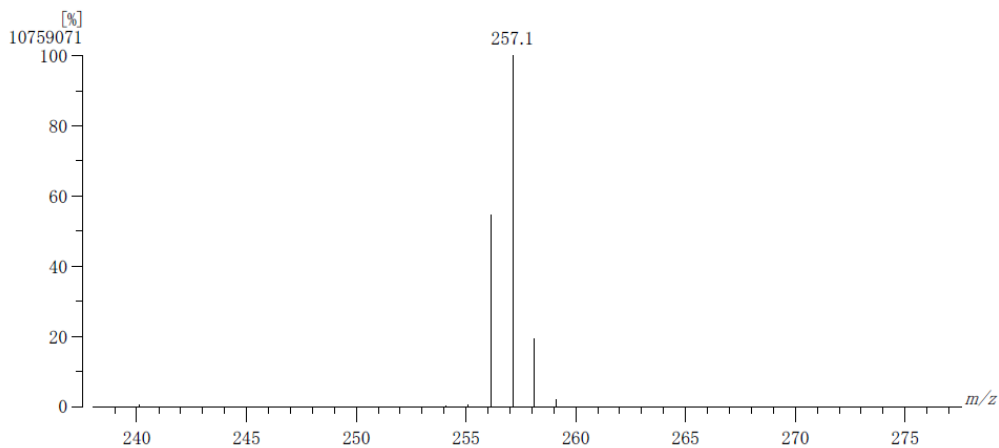
RT : 0.76 min Scan# : 30



[Mass Spectrum]

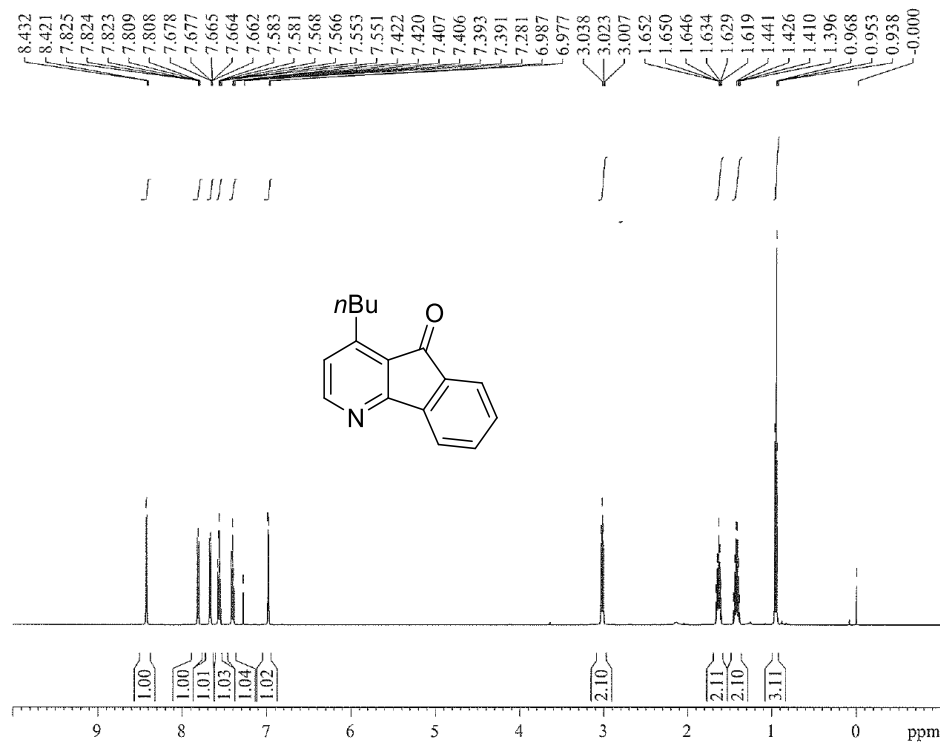
Data : EI+taneichi Date : 24-Jan-2018 11:55

RT : 0.76 min Scan# : 30



MS of 14a'

¹H NMR

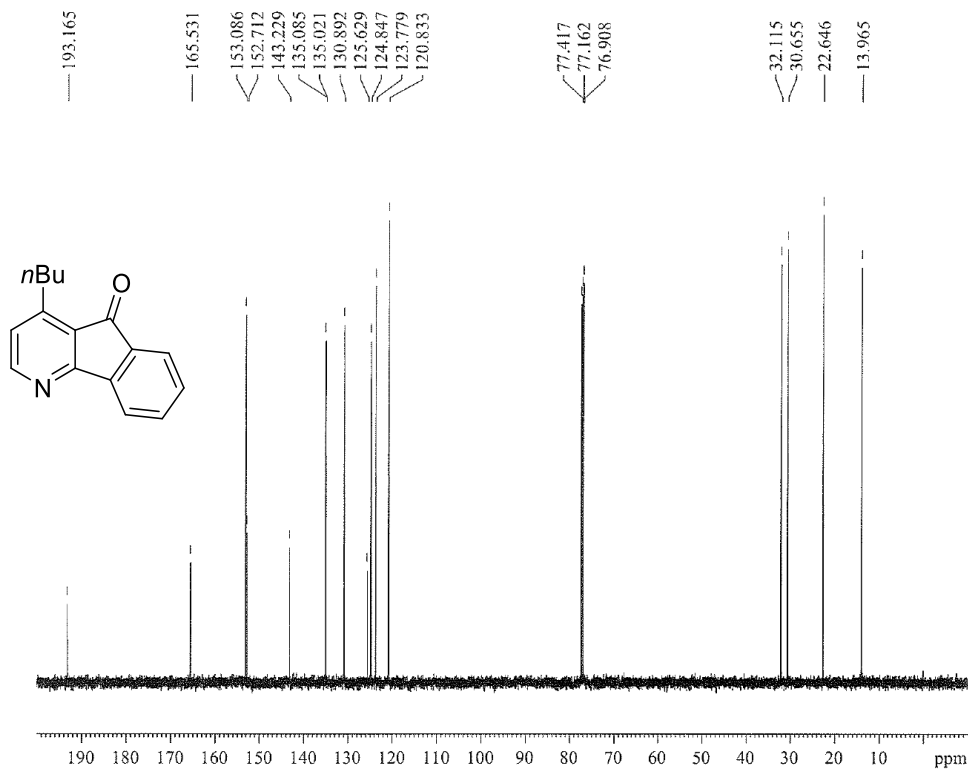


NAME exp 647
EXPNO 3
PROCNO 1
Date 20171013
Time 16.34
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 8
DS 2
SWH 10530.578 Hz
FIDRES 0.157632 Hz
AQ 3.1719925 sec
RG 71.8
DW 48.400 usec
DE 6.50 usec
TE 295.7 K
D1 1.00000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 15.00 usec
PL1 2.50 dB
PL1W 14.83164406 W
SFO1 500.1330885 MHz
SI 32768
SF 500.1306030 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H NMR of 14b

¹³C NMR CPD

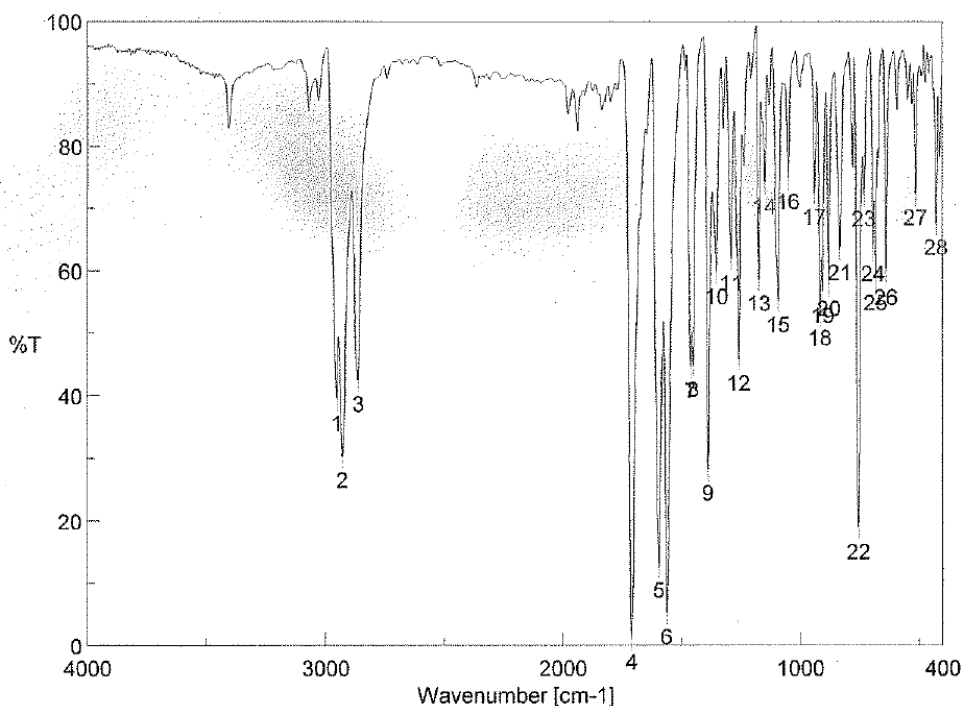


NAME exp 647
EXPNO 6
PROCNO 1
Date 20171013
Time 16.44
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 67
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010548 sec
RG 2050
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
TE 296.7 K
D1 2.00000000 sec
D11 0.63000000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PL1 -0.20 dB
PL1W 103.36952972 W
SFO1 125.7703643 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 80.00 usec
PL2 3.00 dB
PL2 18.00 dB
PL3 18.00 dB
PL3W 13.21871862 W
PL2W 0.41801253 W
PL3W 0.41801253 W
SFO2 500.1320005 MHz
SI 32768
SF 125.7577538 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

¹³C NMR of 14b



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時

2017/10/20 18:03

[測定情報]

機種名

FT/IR-4200typeA

シリアル番号

B061661013

データタイプ

等間隔データ

横軸

Wavenumber [cm-1]

縦軸

%T

スタート

349.053 cm-1

エンド

7800.65 cm-1

データ間隔

0.964233 cm-1

データ数

7729

光源

標準光源

検出器

TGS

積算回数

8

分解

4 cm-1

ゼロファイリング

On

アポダイゼーション

Cosine

ゲイン

Auto (16)

アバーチャー

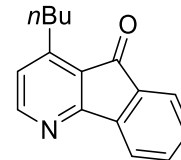
Auto (7.1 mm)

スキャンスピード

Auto (2 mm/sec)

フィルタ

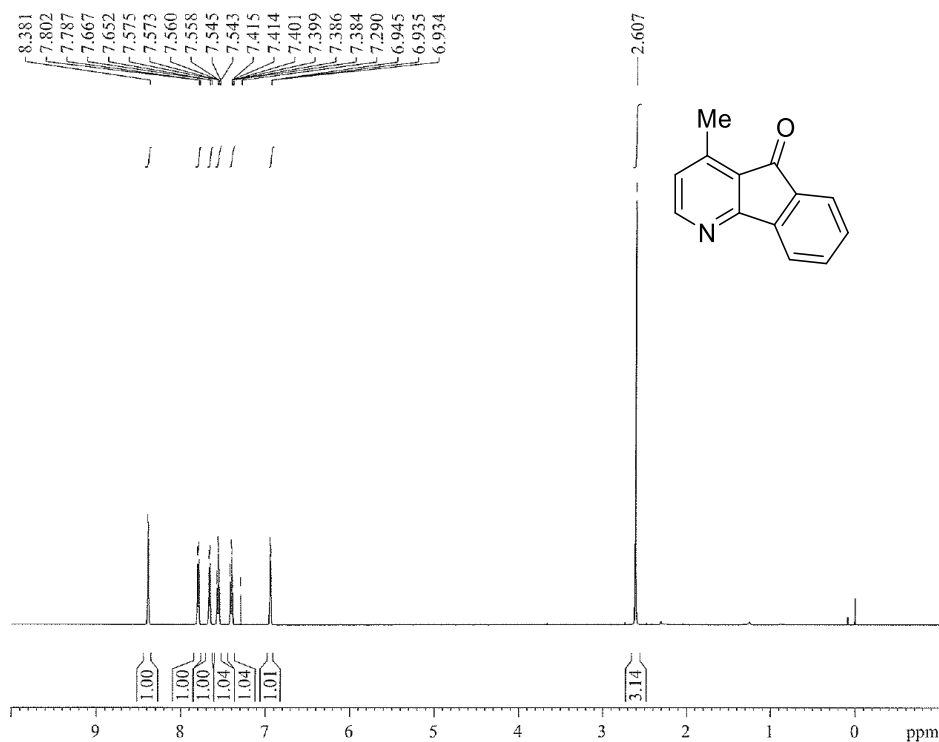
Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 2950.6 | 39.3763 | 2 | 2927.4 | 30.347 | 3 | 2860.9 | 42.4632 |
| 4 | 1711.5 | 1.2194 | 5 | 1595.8 | 12.7408 | 6 | 1562.1 | 5.22225 |
| 7 | 1460.8 | 44.6312 | 8 | 1450.2 | 44.8437 | 9 | 1388.5 | 28.3442 |
| 10 | 1352.8 | 59.6936 | 11 | 1290.1 | 61.85 | 12 | 1258.3 | 45.8432 |
| 13 | 1173.5 | 58.6072 | 14 | 1148.4 | 74.1422 | 15 | 1092.5 | 55.1377 |
| 16 | 1049.1 | 74.9138 | 17 | 939.2 | 72.4478 | 18 | 916.0 | 53.032 |
| 19 | 905.4 | 56.6137 | 20 | 879.4 | 57.7735 | 21 | 832.1 | 63.5112 |
| 22 | 755.0 | 18.8995 | 23 | 729.9 | 72.186 | 24 | 692.3 | 63.3614 |
| 25 | 681.7 | 58.7007 | 26 | 638.3 | 59.5638 | 27 | 512.0 | 72.3266 |
| 28 | 426.2 | 67.5622 | | | | | | |

¹H NMR

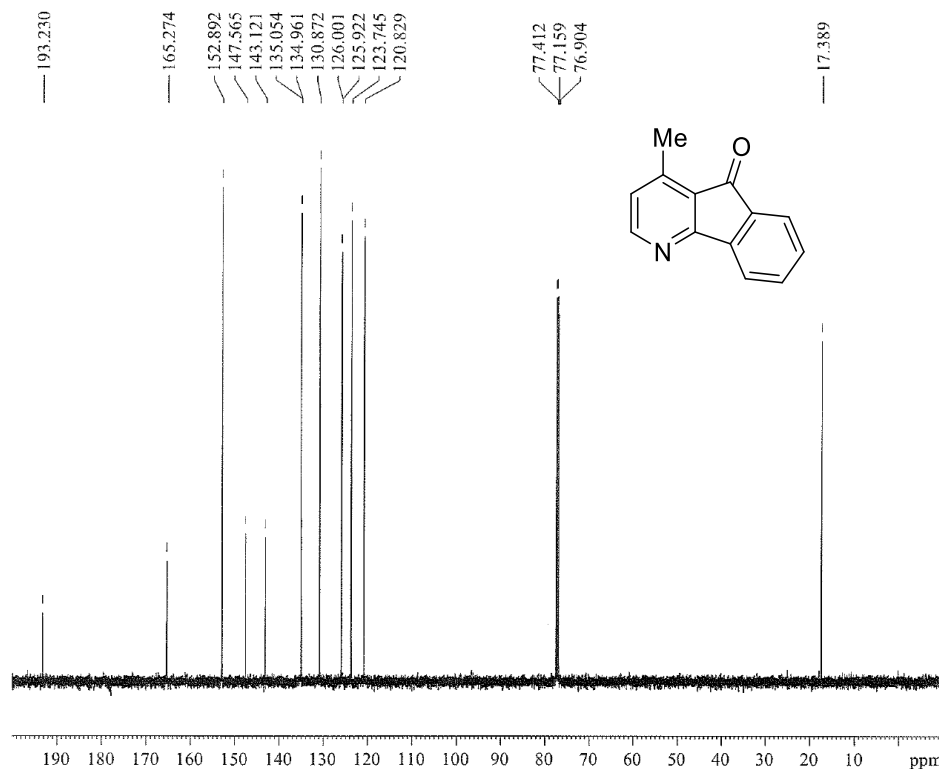


NAME exp 646
 EXPNO 2
 PROCNO 1
 Date_ 20171012
 Time 18.00
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB-
 PULPROG zg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 8
 DS 2
 SWH 10330.578 Hz
 FIDRES 0.157632 Hz
 AQ 3.1719923 sec
 RG 80.6
 DJV 48.400 usec
 DE 6.50 usec
 TE 295.8 K
 D1 1.00000000 sec
 TD0 1

----- CHANNEL f1 -----
 NUC1 1H
 P1 15.00 usec
 PL1 2.50 dB
 PL1W 14.83164406 W
 SFO1 500.1320885 MHz
 SI 32768
 SF 500.1299980 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

¹H NMR of 14c

¹³C NMR CPD

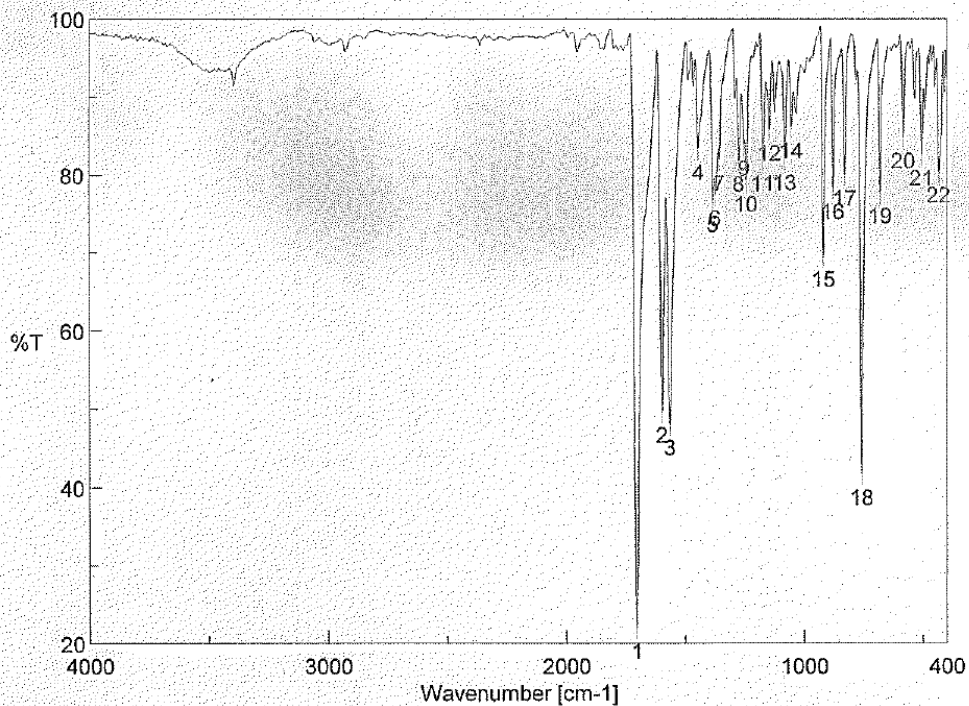


NAME exp 646
 EXPNO 3
 PROCNO 1
 Date_ 20171012
 Time 21.43
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm PABBO BB-
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 63
 DS 4
 SWH 29761.904 Hz
 FIDRES 0.454131 Hz
 AQ 1.1010548 sec
 RG 2050
 DW 16.800 usec
 DE 6.50 usec
 TE 296.7 K
 D1 2.00000000 sec
 D11 0.03000000 sec
 TD0 1

----- CHANNEL f1 -----
 NUC1 13C
 P1 10.00 usec
 PL1 -0.20 dB
 PL1W 103.3692972 W
 SFO1 125.7703643 MHz

----- CHANNEL f2 -----
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 80.00 usec
 PL2 3.00 dB
 PL12 18.00 dB
 PL13 18.00 dB
 PL2W 13.21871662 W
 PL12W 6.41801253 W
 PL13W 6.41801253 W
 SFO2 500.1320005 MHz
 SI 32768
 SF 125.7577785 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

¹³C NMR of 14c



[コメント情報]

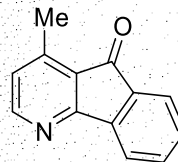
試料名
コメント
測定者
所属
会社 岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/10/20 18:13
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 1704.8 | 22.0544 | 2 | 1597.7 | 49.7381 | 3 | 1565.0 | 48.1508 |
| 4 | 1446.4 | 83.4105 | 5 | 1383.7 | 76.703 | 6 | 1373.1 | 77.5094 |
| 7 | 1357.6 | 81.8946 | 8 | 1274.7 | 81.8901 | 9 | 1253.5 | 83.972 |
| 10 | 1243.9 | 79.2967 | 11 | 1173.5 | 81.9527 | 12 | 1146.5 | 85.8922 |
| 13 | 1081.9 | 82.0623 | 14 | 1054.9 | 86.1987 | 15 | 919.9 | 69.6401 |
| 16 | 878.4 | 78.3756 | 17 | 829.2 | 80.0735 | 18 | 758.9 | 41.766 |
| 19 | 680.8 | 77.7906 | 20 | 583.4 | 84.9082 | 21 | 505.3 | 82.6487 |
| 22 | 432.9 | 80.4498 | | | | | | |

VI. Spectral data of 4-Methyl-2-Phenylpyridine-3-carboxamide 15c

¹H NMR

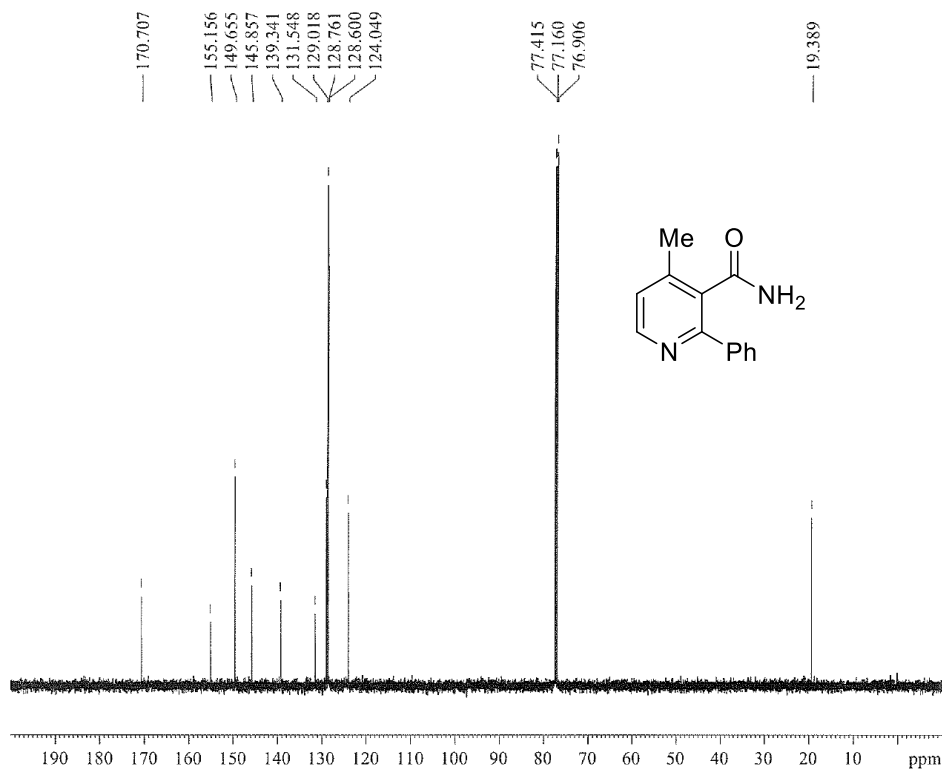


NAME YT
EXPNO 13
PROCNO 1
Date_ 20171102
Time 14.22
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 8
DS 2
SWH 10330.578 Hz
FIDRES 0.157632 Hz
AQ 3.1719923 sec
RG 144
DW 48.400 usec
DE 6.50 usec
TE 295.6 K
D1 1.0000000 sec
TD0 1

CHANNEL f1
NUC1 1H
P1 15.00 usec
PL1 2.50 dB
PL1W 14.83164406 W
SFO1 300.1330885 MHz
SI 32768
SF 500.1300990 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

¹H NMR of 15c

¹³C NMR CPD

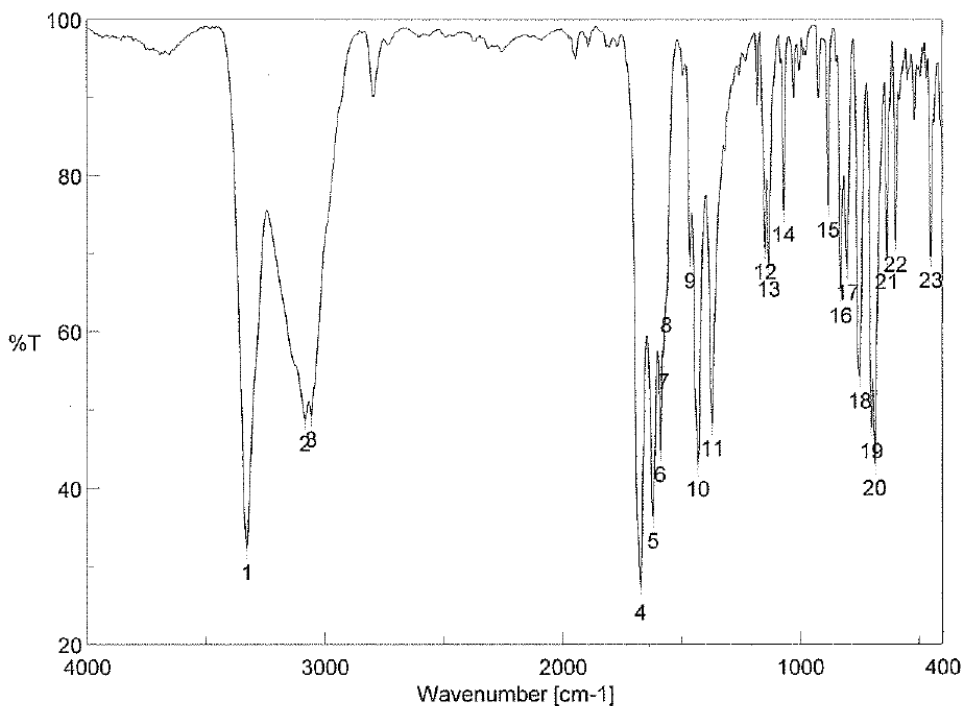


NAME YT
EXPNO 14
PROCNO 1
Date_ 20171102
Time 14.33
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB-
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT CDCl3
NS 113
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010548 sec
RG 2850
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
TE 296.8 K
D1 2.0000000 sec
D11 0.0300000 sec
TD0 1

CHANNEL f1
NUC1 13C
P1 10.00 usec
PL1 -0.20 dB
PL1W 105.36952972 W
SFO1 125.7703643 MHz

CHANNEL f2
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 80.00 usec
PL2 3.00 dB
PL12 18.00 dB
PL13 18.00 dB
PL2W 13.21871662 W
PL12W 0.41801253 W
PL13W 0.41801253 W
SFO2 500.1320005 MHz
SI 32768
SF 125.7577752 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

¹³C NMR of 15c



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社
岩手大学 工学部

[データ情報]

作成日時 2017/11/08 17:46
更新日時 2017/11/08 17:47

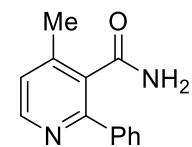
[測定情報]

機種名 FT/IR-4200typeA
シリアル番号 B061661018

データタイプ

等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 8
分解 4 cm-1
ゼロファイリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (8)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)



[ピーク検出結果]

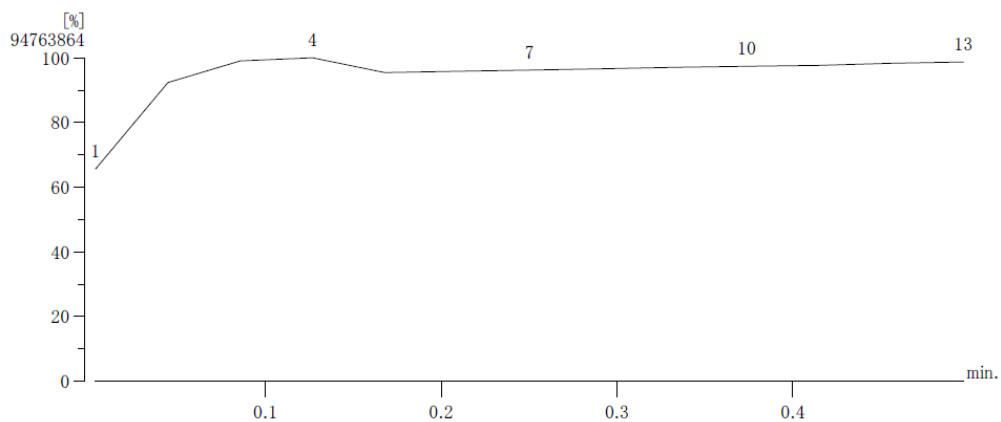
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|--------|---------|-----|--------|---------|-----|--------|---------|
| 1 | 3329.5 | 32.2935 | 2 | 3084.6 | 48.7995 | 3 | 3058.6 | 49.3119 |
| 4 | 1673.0 | 27.198 | 5 | 1619.9 | 36.349 | 6 | 1588.1 | 44.8496 |
| 7 | 1574.6 | 56.6912 | 8 | 1562.1 | 63.8939 | 9 | 1462.7 | 69.5887 |
| 10 | 1430.0 | 42.9792 | 11 | 1370.2 | 48.1765 | 12 | 1147.4 | 70.7071 |
| 13 | 1132.0 | 68.524 | 14 | 1068.4 | 75.5552 | 15 | 881.3 | 76.1409 |
| 16 | 829.2 | 65.1298 | 17 | 801.3 | 68.1079 | 18 | 749.2 | 54.2241 |
| 19 | 700.0 | 47.8041 | 20 | 684.6 | 43.1287 | 21 | 633.5 | 69.4664 |
| 22 | 596.9 | 71.664 | 23 | 448.4 | 69.6624 | | | |

[TIC/RIC]

Data : EI+HR-taneichi-212 Date : 08-Nov-2017 14:56

Sample : -

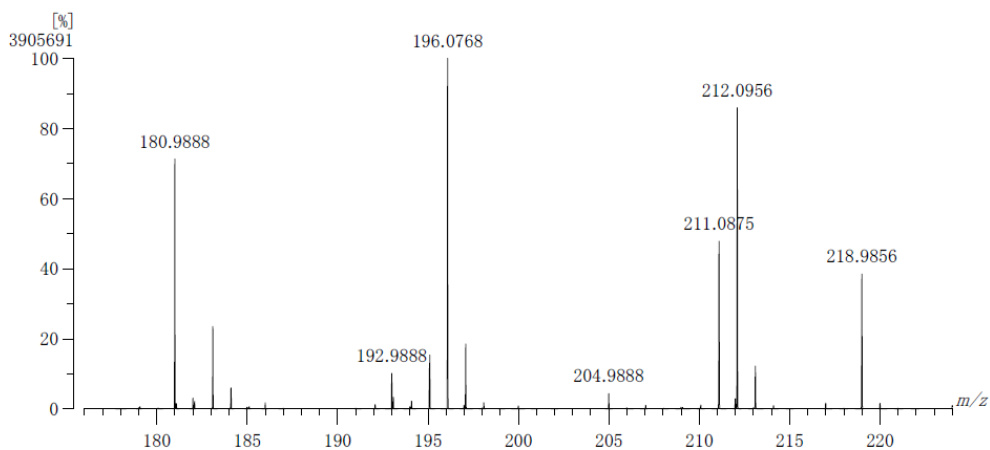
Note : -



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-212 Date : 08-Nov-2017 14:56

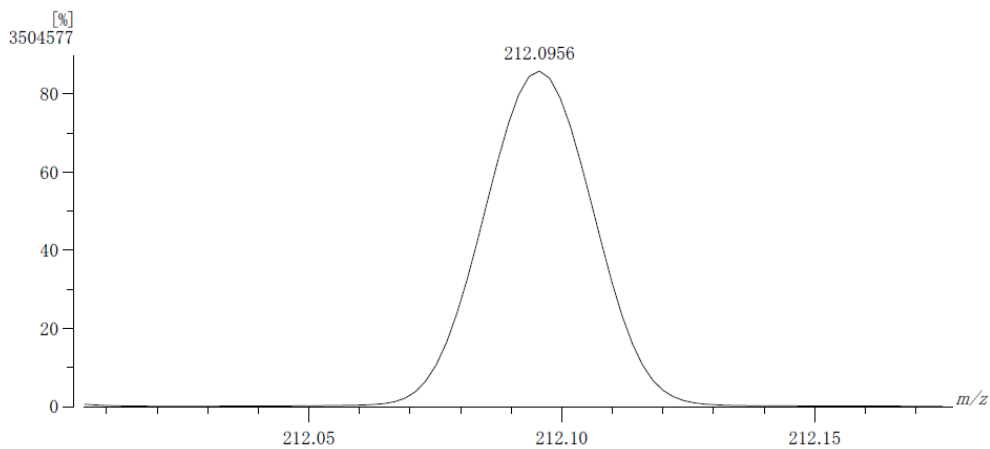
RT : 0.21 min Scan# : (6,10)



[Mass Spectrum]

Data : EI+HR-taneichi-212 Date : 08-Nov-2017 14:56

RT : 0.21 min Scan# : (6,10)



HRMS of 15c