

Supporting Information

for

Axially chiral *N*-alkyl-*N*-cinnamoyl amide type *P*,olefin ligands for Pd-catalyzed reactions

Takashi Mino, ^{a,b,c,*} Kaho Takaya, ‡^a Kaito Koki, ‡^a Natsume Akimoto, ‡^a Yasushi Yoshida, ^{a,b,c} Yoshio Kasashima ^d and Masami Sakamoto ^{a,b}

^a *Graduate School of Engineering, Chiba University, 1-33, Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba 263-8522, Japan*

^b *Molecular Chirality Research Center, Chiba University, 1-33, Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba 263-8522, Japan*

^c *Soft Molecular Activation Research Center, Chiba University, 1-33, Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba 263-8522, Japan*

^d *Education Center, Chiba Institute of Technology, Shibazono 2-2-1, Narashino, Chiba 275-0023, Japan*

‡ These authors contributed equally to this work.

tmino@faculty.chiba-u.jp

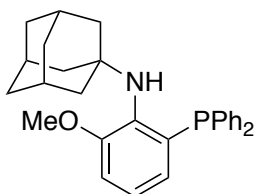
Table of Contents

General methods and materials.....	S3
Experimental procedures and characterization data.....	S4-16
Data of thermal racemization of 1b and 1c	S17-18
¹ H, ¹³ C, and ³¹ P NMR spectra of 3a-c	S19-27
¹ H, ¹³ C, and ³¹ P NMR spectra, and chiral phase HPLC chart of 1a-c	S28-71
¹ H and ¹³ C NMR spectra, and chiral phase HPLC chart of 4	S72-123

General methods and materials

Melting point was measured by a melting point instrument and was uncorrected. NMR spectra were recorded with 300, 400 and 500 MHz spectrometers in CDCl₃ as a solvent at room temperature unless otherwise noted. Chemical shifts (δ) are given in ppm relative to TMS (¹H), external 85% H₃PO₄ (³¹P), or residual CHCl₃ (¹³C) as a reference. All ¹³C and ³¹P NMR spectra recorded with the use of broadband proton decoupling. The coupling constants *J* are given in Hz, and the peak patterns are indicated as follows: s, singlet; d, doublet, t, triplet; q, quartet; m, multiplet. HRMS (ESI) was measured with an orbitrap mass spectrometer. Optical rotation was measured on a polarimeter. The enantiomeric excess value was determined by HPLC equipped with a chiral stationary phase column. Unless otherwise noted, all reagents were used without further purification.

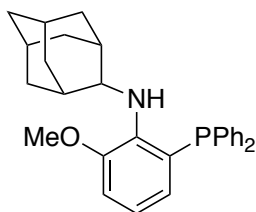
Preparation of Aminophosphine 3a.



To a mixture of phosphine oxide **2a** (1.37 g, 3.0 mmol) and triethylamine (6.3 mL, 45 mmol) in *m*-xylene (30 mL) was added trichlorosilane (3.0 mL, 30 mmol) at 0 °C under an Ar atmosphere. The mixture was stirred at 120 °C for 24 h. After being cooled to room temperature, the reaction mixture was diluted with CHCl₃ and quenched with 2 M of NaOH aq. solution. The organic layer was washed with brine, dried over MgSO₄, and concentrated under reduced pressure. The residue was purified by silica gel chromatography (hexane:EtOAc = 40:1).

N-(2-(Diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)adamantan-1-amine (**3a**). 43% yield (0.761 g, 1.72 mmol) as a white solid; mp 173-175 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.33-7.25 (m, 10H), 6.89-6.82 (m, 2H), 6.43 (qd, *J* = 1.9 and 7.1 Hz, 1H), 3.823 (s, 4H), 3.819 (br-s, 1H), 1.96 (s, 3H), 1.79 (d, *J* = 2.5 Hz, 6H), 1.53 (dd, *J* = 12.1 and 25.5 Hz, 6H); ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ 154.0 (d, *J*_{CP} = 5.0 Hz), 139.8 (d, *J*_{CP} = 23.8 Hz), 136.6 (d, *J*_{CP} = 10.0 Hz) \times 2, 133.8 (d, *J*_{CP} = 19.4 Hz) \times 4, 132.0 (d, *J*_{CP} = 4.4 Hz), 128.5 (d, *J*_{CP} = 3.3 Hz) \times 4, 128.4 \times 2, 122.7 (d, *J*_{CP} = 1.1 Hz), 126.1, 111.5, 54.9, 54.6 (d, *J*_{CP} = 18.2 Hz), 43.6 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz) \times 3, 36.4 \times 3, 30.2 \times 3; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -18.4; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₂₉H₃₂ONP + H 442.2294 found 442.2282; EI-MS *m/z* (rel intensity) 441 (M⁺, 100).

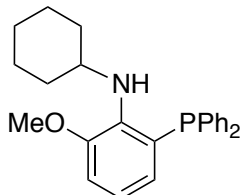
Preparation of Aminophosphine 3b.



To a mixture of phosphine oxide **2b** (0.229 g, 0.50 mmol) and triethylamine (0.51 mL, 5.0 mmol) in *m*-xylene (2.5 mL) was added trichlorosilane (3.0 mL, 30 mmol) at 0 °C under an Ar atmosphere. The mixture was stirred at 120 °C for 24 h. After being cooled to room temperature, the reaction mixture was diluted with CHCl₃ and quenched with 2 M of NaOH aq. solution. The organic layer was washed with brine, dried over MgSO₄, and concentrated under reduced pressure. The residue was purified by silica gel chromatography (hexane:EtOAc = 40:1).

N-(2-(Diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)adamantan-2-amine (**3b**). 48% yield (0.106 g, 0.239 mmol) as a white solid; mp 117-119 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.33-7.28 (m, 10H), 6.81 (dd, *J* = 1.5 and 8.0 Hz, 1H), 6.73 (t, *J* = 7.7 Hz, 1H), 6.48 (ddd, *J* = 1.5, 4.3 and 7.7 Hz, 1H), 4.91 (s, 1H), 3.83 (s, 3H), 3.72 (s, 1H), 2.02 (d, *J* = 12.8 Hz, 2H), 1.83 (s, 2H), 1.79 (s, 1H), 1.70-1.65 (m, 5H), 1.44 (dd, *J* = 12.5 and 27.8 Hz, 4H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 150.8 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz), 142.3 (d, *J*_{CP} = 23.5 Hz), 137.1 × 2 (d, *J*_{CP} = 9.5 Hz), 133.7 × 2 (d, *J*_{CP} = 19.1 Hz), 128.4 × 4, 128.3 × 4, 125.5 (d, *J*_{CP} = 9.5 Hz), 119.95, 119.93, 111.7, 61.6 (d, *J*_{CP} = 8.1 Hz), 55.7, 37.8, 37.5 × 2, 32.5 × 2, 31.4 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz) × 2, 27.44, 27.43; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -18.3; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₂₉H₃₂ONP + H 442.2294 found 442.2286; EI-MS *m/z* (rel intensity) 441 (M⁺, 100).

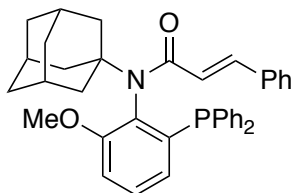
Preparation of Aminophosphine **3c**.



To a mixture of phosphine oxide **2c** (0.405 g, 1.0 mmol) and triethylamine (2.1 mL, 15 mmol) in *m*-xylene (20 mL) was added trichlorosilane (1.0 mL, 10 mmol) at 0 °C under an Ar atmosphere. The mixture was stirred at 120 °C for 24 h. After being cooled to room temperature, the reaction mixture was diluted with CHCl₃ and quenched with 2 M of NaOH aq. solution. The organic layer was washed with brine, dried over MgSO₄, and concentrated under reduced pressure. The residue was purified by silica gel chromatography (hexane:EtOAc = 40:1).

N-(2-(Diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cyclohexylamine (**3c**). 94% yield (0.366 g, 0.939 mmol) as a white solid; mp 96-98 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.32-7.27 (m, 10H), 6.81 (dd, *J* = 1.5 and 8.0 Hz, 1H), 6.76 (t, *J* = 7.7 Hz, 1H), 6.47 (ddd, *J* = 1.5, 4.3 and 7.5 Hz, 1H), 4.18 (br-s, 1H), 3.82 (s, 3H), 3.39 (sep, *J* = 3.5 Hz, 1H), 1.83-1.81 (m, 2H), 1.60-1.56 (m, 2H), 1.48-1.46 (m, 1H) 1.05-0.98 (m, 5H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 151.2 (d, *J*_{CP} = 5.9 Hz), 141.9 (d, *J*_{CP} = 23.5 Hz), 137.0 (d, *J*_{CP} = 9.5 Hz) × 2, 133.7 (d, *J*_{CP} = 19.1 Hz) × 4, 128.41 × 2, 128.38 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz) × 4, 127.1, 126.6 (d, *J*_{CP} = 8.8 Hz), 120.7 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz), 111.6, 56.4 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz), 55.6, 34.2 × 2, 25.9, 25.1 × 2; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -19.7; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₂₅H₂₈ONP + H 390.1981 found 390.1979; EI-MS *m/z* (rel intensity) 389 (M⁺, 21).

Preparation of Cinnamoyl Amide (±)-1a.

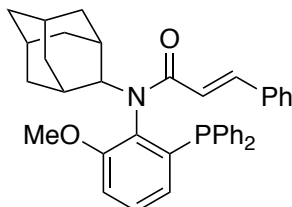


To the solution of aminophosphine **3a** (0.221 g, 0.50 mmol) in THF (13 mL) was added pyridine (0.078 mL, 1.0 mmol), *N,N*-dimethyl-4-aminopyridine (26 mg, 0.20 mmol) and cinnamoyl chloride (0.167 g, 1.0 mmol) at room temperature. The reaction mixture was stirred at 60 °C. After 48 h, the mixture was quenched with water and diluted with diethyl ether. The organic layer was washed with water and brine, and dried over MgSO₄. The filtrate was concentrated and the residue was purified by column chromatography (hexane:EtOAc = 4:1).

(±)-*N*-(Adamantan-1-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((±)-**1a**). 88% yield (252 mg, 0.44 mmol) as a white solid; mp 100-102 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.39 (d, *J* = 15.5 Hz 1H), 7.35-7.29 (m, 5H), 7.26 (s, 1H), 7.24-7.19 (m, 3H), 7.16-7.12 (m, 2H), 7.07-6.98 (m, 5H), 6.96 (dd, *J* = 1.3 and 8.3 Hz, 1H), 6.82 (qd, *J* = 1.2 and 7.7 Hz, 1H), 5.71 (q, *J* = 15.5 Hz 1H), 3.81 (s, 3H), 2.28-2.33 (m, 6H), 1.96 (s, 3H), 1.53 (s, 6H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 166.5, 157.3 (d, *J*_{CP} = 24.0 Hz), 141.4 (d, *J*_{CP} = 52.0 Hz), 139.8, 136.7 (d, *J*_{CP} = 39.9 Hz), 136.4 (d, *J*_{CP} = 38.3 Hz), 135.5, 135.4 (d, *J*_{CP} = 112.3 Hz), 134.0 (d, *J*_{CP} = 84.6 Hz) × 2, 133.7 (d, *J*_{CP} = 78.0 Hz) × 2, 128.9, 128.8, 128.6, 128.49 (d, *J*_{CP} = 25.5 Hz) × 2, 128.46, 128.32 (d, *J*_{CP} = 28.4 Hz) × 2, 128.30 × 2, 127.7 × 2, 127.2 (d, *J*_{CP} = 6.0 Hz), 122.1, 111.9, 61.1, 55.6, 39.6 (d, *J*_{CP} = 3.7 Hz) × 3, 36.5 × 3, 30.3 × 3; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -17.8; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₈H₃₈O₂NP + H 572.2713 found 572.2705; EI-MS *m/z* (rel intensity) 571 (M⁺,

1); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46×25 cm, UV 254 nm, hexane : 2-propanol = 98 : 2, 0.8 mL/min) $t_R = 11.9$ min (CD : $\lambda_{\text{ext}} (\Delta\epsilon)$ 254 (-)), $t_R = 16.2$ min (CD : $\lambda_{\text{ext}} (\Delta\epsilon)$ 254 (+)).

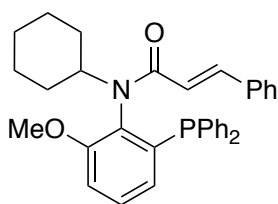
Preparation of Cinnamoyl Amide (\pm)-1b.



To the solution of aminophosphine **3b** (0.132 g, 0.30 mmol) in THF (8.0 mL) was added pyridine (0.048 mL, 0.60 mmol), *N,N*-dimethyl-4-aminopyridine (16 mg, 0.13 mmol) and cinnamoyl chloride (0.100 g, 0.6 mmol) at room temperature. The reaction mixture was stirred at 60 °C. After 48 h, the mixture was quenched with water and diluted with diethyl ether. The organic layer was washed with water and brine, and dried over MgSO₄. The filtrate was concentrated and the residue was purified by column chromatography (hexane:EtOAc = 4:1).

(\pm)-*N*-(Adamantan-2-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((\pm)-**1b**). 92% yield (157 mg, 0.28 mmol) as a white solid; mp 184-196 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.36-7.27 (m, 5H), 7.25-7.13 (m, 7H), 7.00-6.94 (m, 6H), 6.86 (qd, $J = 2.7$ and 7.7 Hz, 1H), 5.74 (d, $J = 15.3$ Hz, 1H), 4.71 (s, 1H), 3.84 (s, 3H), 2.76 (s, 1H), 2.23-2.16 (m, 2H), 2.04 (d, $J = 12.1$ Hz, 1H), 1.85-1.79 (m, 3H), 1.72-1.64 (m, 4H), 1.44 (t, $J = 14.7$ Hz, 2H), 1.20 (d, $J = 14.4$ Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 167.5, 157.2 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 139.8, 135.6, 134.6 × 2 (d, $J_{\text{CP}} = 22.0$ Hz), 133.4 (d, $J_{\text{CP}} = 27.6$ Hz), 133.2 × 2 (d, $J_{\text{CP}} = 19.2$ Hz), 129.3, 128.9, 128.7, 128.4 × 2 (d, $J_{\text{CP}} = 6.0$ Hz), 128.3, 128.2, 128.1 × 4, 127.6 × 4, 126.7 (d, $J_{\text{CP}} = 2.2$ Hz), 120.5, 112.2, 63.4 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 55.4, 38.8, 37.9, 37.8, 31.9 (d, $J_{\text{CP}} = 2.2$ Hz), 31.4, 30.8 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 30.3, 27.8, 27.0; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -16.2; HRMS (ESI-orbitrap) m/z calcd for C₃₈H₃₈O₂NP + H 572.2713 found 572.2711; EI-MS m/z (rel intensity) 571 (M⁺, 0.4); HPLC (Daicel CHIRALPAC[®] IA, 0.46×25 cm, UV 270 nm, hexane : 2-propanol = 98 : 2, 1.0 mL/min) $t_R = 15.0$ min (CD : $\lambda_{\text{ext}} (\Delta\epsilon)$ 254 (-)), $t_R = 20.4$ min (CD : $\lambda_{\text{ext}} (\Delta\epsilon)$ 254 (+)).

Preparation of Cinnamoyl Amide (\pm)-1c.

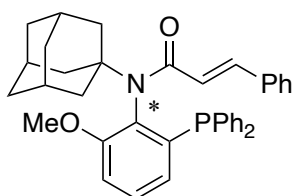


To the solution of aminophosphine **3c** (0.312 g, 0.80 mmol) in THF (20 mL) was added pyridine (0.13 mL, 1.6 mmol), *N,N*-dimethyl-4-aminopyridine (26 mg, 0.20 mmol) and cinnamoyl chloride (0.267 g, 1.6 mmol) at room temperature. The reaction mixture was stirred at 60 °C. After 48 h, the mixture was quenched with water and diluted with diethyl ether. The organic layer was washed with water and brine, and dried over MgSO₄. The filtrate was concentrated and the residue was purified by column chromatography (hexane:EtOAc = 4:1).

(±)-*N*-(Cyclohexyl)-*N*-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((±)-**1c**). 99% yield (412 mg, 0.79 mmol) as a white solid; mp 175-177 °C; ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.38 (d, *J* = 15.5 Hz, 1H), 7.33-7.26 (m, 6H), 7.24-7.18 (m 4H), 7.10-7.02 (m, 5H), 6.95 (dd, *J* = 1.2 and 8.3 Hz, 1H), 6.84 (ddd, *J* = 1.3, 2.7 and 7.7 Hz, 1H), 5.70 (d, *J* = 15.6 Hz, 1H), 4.11 (tt, *J* = 3.5 and 11.6 Hz, 1H), 3.75 (s, 3H), 2.13 (t, *J* = 13.9 Hz, 2H), 1.73-1.63 (m, 3H), 1.57-1.42 (m, 3H), 1.33-1.22 (m, 2H) 0.98 (tq, *J* = 3.7 and 13.0 Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 166.9, 156.9 (d, *J*_{CP} = 5.9 Hz), 141.0 (d, *J*_{CP} = 13.9 Hz), 140.0, 137.0 (d, *J*_{CP} = 13.2 Hz), 135.7 (d, *J*_{CP} = 13.2 Hz), 135.4, 134.303 (d, *J*_{CP} = 27.3 Hz) × 2, 134.296 (d, *J*_{CP} = 21.6 Hz) × 2, 133.2 (d, *J*_{CP} = 19.1 Hz) × 2, 129.1, 128.8 (d, *J*_{CP} = 2.9 Hz) × 2, 128.4 (d, *J*_{CP} = 2.0 Hz) × 2, 128.29 × 2, 128.22, 128.16 × 2, 127.6 × 2, 126.7 (d, *J*_{CP} = 1.5 Hz), 120.4, 112.2, 59.4, 55.5, 30.9 (d, *J*_{CP} = 7.3 Hz), 30.6 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz), 26.1, 26.0, 25.9; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -17.4; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₄H₃₄O₂NP + H 520.2400 found 520. 2397; EI-MS *m/z* (rel intensity) 519 (M⁺, 6); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46×25 cm, UV 270 nm, hexane : 2-propanol = 98 : 2, 1.0 mL/min) *t*_R = 15.1 min (CD : λ_{ext} (Δε) 254 (-)), *t*_R = 18.6 min (CD : λ_{ext} (Δε) 254 (+)).

Optical Resolution of (±)-**1a**.

HPLC resolution of (±)-**1a** (49.1 mg, 0.086 mmol) dissolved in hexane (10 mL) was carried out by successive injections of 2 mL on a CHIRALCEL[®] OD (1.0×25 cm) and CHIRALCEL[®] OD-H (1.0×25 cm). A solution of hexane : 2-propanol = 98 : 2 was used as the eluent working at a flow rate of 1.8 mL/min and with UV monitoring at 254 nm. (-)-**1a** and (+)-**1a** were obtained by concentration of fractions respectively.



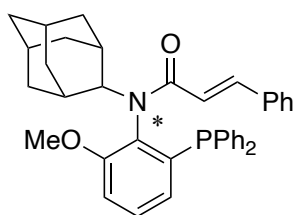
(-)-*N*-(Adamantan-1-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((-)-**1a**). 28% yield (13.7 mg, 0.024 mmol) as a white solid; mp 100-102 °C; 99% ee; $[\alpha]_D^{20}$ -37.0 (*c* 0.23, CHCl₃); ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 7.40 (d, *J* = 15.5 Hz 1H), 7.35-7.26 (m, 6H), 7.24-7.19 (m, 3H), 7.16-7.12 (m, 2H), 7.07-6.98 (m, 5H), 6.96 (dd, *J* = 1.3 and 8.3 Hz, 1H), 6.82 (qd, *J* = 1.2 and 7.7 Hz, 1H), 5.71 (q, *J* = 15.5 Hz 1H), 3.81 (s, 3H), 2.33-2.28 (m, 6H), 1.96 (s, 3H), 1.53 (s, 6H); ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ 166.5, 157.3 (d, *J*_{CP} = 24.0 Hz), 141.4 (d, *J*_{CP} = 52.0 Hz), 139.8, 136.7 (d, *J*_{CP} = 39.9 Hz), 136.4 (d, *J*_{CP} = 38.3 Hz), 135.7, 135.4 (d, *J*_{CP} = 112.3 Hz), 134.0 (d, *J*_{CP} = 84.6 Hz) \times 2, 133.7 (d, *J*_{CP} = 78.0 Hz) \times 2, 128.9, 128.8, 128.6, 128.50 (d, *J*_{CP} = 25.5 Hz) \times 2, 128.46, 128.33 (d, *J*_{CP} = 28.4 Hz) \times 2, 128.31 \times 2, 127.7 \times 2, 127.2 (d, *J*_{CP} = 6.0 Hz), 122.1, 111.9, 61.1, 55.6, 39.6 (d, *J*_{CP} = 3.7 Hz) \times 3, 36.6 \times 3, 30.3 \times 3; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -17.9; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₈H₃₈O₂NP + H 572.2713 found 572.2706; EI-MS *m/z* (rel intensity) 571 (M⁺, 1); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46 \times 25 cm, UV 254 nm, hexane : 2-Propanol = 98 : 2, 1.0 mL/min) *t*_R (major) = 10.7 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), *t*_R (minor) = 16.4 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).

(+)-*N*-(Adamantan-1-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((+)-**1a**). 33% yield (16.2 mg, 0.028 mmol) as a white solid; mp 100-102 °C; 99% ee; $[\alpha]_D^{20}$ 41.6 (*c* 0.53, CHCl₃); ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 7.40 (d, *J* = 15.5 Hz 1H), 7.35-7.29 (m, 6H), 7.24-7.19 (m, 3H), 7.16-7.11 (m, 2H), 7.08-6.99 (m, 5H), 6.96 (dd, *J* = 1.3 and 8.3 Hz, 1H), 6.81 (qd, *J* = 1.2 and 7.7 Hz, 1H), 5.72 (q, *J* = 15.5 Hz 1H), 3.81 (s, 3H), 2.33-2.28 (m, 6H), 1.96 (s, 3H), 1.53 (s, 6H); ¹³C NMR (75 MHz, CDCl₃) δ 166.5, 157.3 (d, *J*_{CP} = 24.0 Hz), 141.4 (d, *J*_{CP} = 52.0 Hz), 139.8, 136.7 (d, *J*_{CP} = 39.9 Hz), 136.4 (d, *J*_{CP} = 38.3 Hz), 135.7, 135.3 (d, *J*_{CP} = 112.3 Hz), 134.0 (d, *J*_{CP} = 84.6 Hz) \times 2, 133.7 (d, *J*_{CP} = 78.0 Hz) \times 2, 128.9, 128.8, 128.6, 128.49 (d, *J*_{CP} = 25.5 Hz) \times 2, 128.47, 128.33 (d, *J*_{CP} = 28.4 Hz) \times 2, 128.31 \times 2, 127.7 \times 2, 127.2 (d, *J*_{CP} = 6.0 Hz), 122.1, 111.9, 61.1, 55.6, 39.6 (d, *J*_{CP} = 3.7 Hz) \times 3, 36.6 \times 3, 30.3 \times 3; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -17.9; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₈H₃₈O₂NP + H 572.2713 found 572.2704; EI-MS *m/z* (rel intensity) 571 (M⁺, 1); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46 \times 25 cm, UV

254 nm, hexane : 2-Propanol = 98 : 2, 1.0 mL/min) t_R (minor) = 10.7 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), t_R (major) = 14.9 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).

Optical Resolution of (\pm)-**1b**.

HPLC resolution of (\pm)-**1b** (74.8 mg, 0.131 mmol) dissolved in hexane (40 mL) was carried out by successive injections of 2 mL on a CHIRALPAC[®] IA (1.0×25 cm). A solution of hexane : 2-propanol = 98 : 2 was used as the eluent working at a flow rate of 1.5 mL/min and with UV monitoring at 270 nm. (+)-**1b** and (-)-**1b** were obtained by concentration of fractions respectively.



(+)-*N*-(Adamantan-2-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-

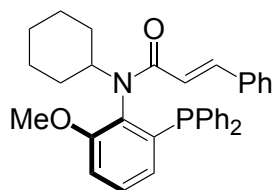
methoxyphenyl)cinnamamide ((+)-**1b**). 14% yield (10.5 mg, 0.018 mmol) as a white solid; mp 184-186 °C; 99% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ 96.9 (*c* 1.05, CHCl₃); ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 7.36-7.27 (m, 5H), 7.24-7.13 (m, 7H), 7.00-6.94 (m, 6H), 6.86 (qd, *J* = 2.7 and 7.7 Hz, 1H), 5.74 (d, *J* = 15.3 Hz, 1H), 4.71 (s, 1H), 3.83 (s, 3H), 2.76 (s, 1H), 2.23-2.16 (m, 2H), 2.04 (d, *J* = 12.1 Hz, 1H), 1.85-1.80 (m, 3H), 1.73-1.63 (m, 4H), 1.44 (t, *J* = 14.7 Hz, 2H), 1.20 (d, *J* = 14.4 Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 167.5, 157.2 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz), 139.8, 135.6, 134.6 × 2 (d, *J*_{CP} = 22.0 Hz), 133.3 (d, *J*_{CP} = 27.6 Hz), 133.13 × 2 (d, *J*_{CP} = 19.2 Hz), 129.3, 128.9, 128.7, 128.4 × 2 (d, *J*_{CP} = 6.0 Hz), 128.3, 128.23, 128.16 × 4, 127.6 × 4, 126.7 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz), 120.5, 112.2, 63.4 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz), 55.4, 38.8, 37.90, 37.86, 31.9 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz), 31.4, 30.8 (d, *J*_{CP} = 6.6 Hz), 30.3, 27.8, 27.0; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -16.1; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₈H₃₈O₂NP + H 572.2713 found 572.2712; EI-MS *m/z* (rel intensity) 571 (M⁺, 7); HPLC (Daicel CHIRALPAC[®] IA, 0.46×25 cm, UV 270 nm, hexane : 2-Propanol = 98 : 2, 1.5 mL/min) t_R (major) = 14.7 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), t_R (minor) = 20.6 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).

(-)-*N*-(Adamantan-2-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((-)-**1b**). 16% yield (11.5 mg, 0.020 mmol) as a white solid; mp 184-186 °C; 99% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ -94.2 (*c* 0.43, CHCl₃); ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 7.36-7.27 (m, 5H), 7.25-7.13 (m, 7H), 7.00-6.94 (m, 6H), 6.86 (qd, *J* = 2.7 and 7.7 Hz, 1H), 5.74 (d, *J* = 15.3 Hz, 1H), 4.71 (s, 1H), 3.84 (s, 3H), 2.76 (s, 1H), 2.23-2.16 (m, 2H), 2.04 (d, *J* = 12.1 Hz, 1H), 1.85-180 (m, 3H), 1.72-1.64 (m, 4H), 1.44 (t, *J* = 14.7 Hz, 2H), 1.20 (d, *J* = 14.4 Hz, 1H);

^{13}C NMR (101 MHz, CDCl_3) δ 167.5, 157.2 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 139.8, 135.6, 134.6×2 (d, $J_{\text{CP}} = 22.0$ Hz), 133.3 (d, $J_{\text{CP}} = 27.6$ Hz), 133.1×2 (d, $J_{\text{CP}} = 19.2$ Hz), 129.3, 128.9, 128.7, 128.4×2 (d, $J_{\text{CP}} = 6.0$ Hz), 128.3, 128.22, 128.15×4 , 127.6×4 , 126.7 (d, $J_{\text{CP}} = 2.2$ Hz), 120.5, 112.2, 63.4 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 55.4, 38.8, 37.89, 37.86, 31.9 (d, $J_{\text{CP}} = 2.2$ Hz), 31.4, 30.8 (d, $J_{\text{CP}} = 6.6$ Hz), 30.2, 27.8, 27.0; ^{31}P NMR (121 MHz, CDCl_3) δ -16.1; HRMS (ESI-orbitrap) m/z calcd for $\text{C}_{38}\text{H}_{38}\text{O}_2\text{NP} + \text{H}$ 572.2713 found 572.2711; EI-MS m/z (rel intensity) 571 (M^+ , 3); HPLC (Daicel CHIRALPAC[®] IA, 0.46 \times 25 cm, UV 270 nm, hexane : 2-Propanol = 98 : 2, 1.5 mL/min) t_{R} (minor) = 15.2 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), t_{R} (major) = 20.6 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).

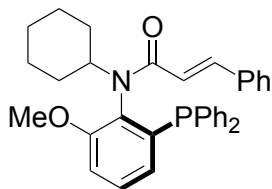
Optical Resolution of (\pm)-**1c**.

HPLC resolution of (\pm)-**1c** (96.9 mg, 0.186 mmol) dissolved in hexane (50 mL) was carried out by successive injections of 2 mL on a CHIRALCEL[®] OD (1.0 \times 25 cm). A solution of hexane : 2-propanol = 98 : 2 was used as the eluent working at a flow rate of 3.0 mL/min and with UV monitoring at 254 nm. (*aR*)-(-)-**1c** and (*aS*)-(+)-**1c** were obtained by concentration of fractions respectively.



(*aR*)-(-)-*N*-(Cyclohexyl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((*aR*)-(-)-**1c**). 36% yield (34.9 mg, 0.067 mmol) as a white solid; mp 175-177 °C; 99% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ -149 (*c* 0.48, CHCl_3); ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3) δ 7.38 (d, $J = 15.5$ Hz, 1H), 7.34-7.26 (m, 6H), 7.25-7.18 (m 4H), 7.10-7.02 (m, 5H), 6.95 (dd, $J = 1.2$ and 8.3 Hz, 1H), 6.84 (ddd, $J = 2.7$ and 1.3 and 7.7 Hz, 1H), 5.70 (d, $J = 15.6$ Hz, 1H), 4.11 (tt, $J = 3.5$ and 11.6 Hz, 1H), 3.75 (s, 3H), 2.13 (t, $J = 13.9$ Hz, 2H), 1.71-1.63 (m, 3H), 1.57-1.42 (m, 3H), 1.33-1.22 (m, 2H) 0.99 (tq, $J = 3.7$ and 13.0 1H); ^{13}C NMR (101 MHz, CDCl_3) δ 166.9, 156.9 (d, $J_{\text{CP}} = 5.9$ Hz), 141.0 (d, $J_{\text{CP}} = 13.9$ Hz), 140.1, 137.0 (d, $J_{\text{CP}} = 13.2$ Hz), 135.7 (d, $J_{\text{CP}} = 13.2$ Hz), 135.5, 134.39 (d, $J_{\text{CP}} = 22.0$ Hz) $\times 2$, 134.38 (d, $J_{\text{CP}} = 30.1$ Hz) $\times 2$, 133.2 (d, $J_{\text{CP}} = 19.1$ Hz) $\times 2$, 129.2, 128.8 (d, $J_{\text{CP}} = 2.9$ Hz) $\times 2$, 128.42 (d, $J_{\text{CP}} = 3.0$ Hz) $\times 2$, 128.35(d, $J_{\text{CP}} = 1.5$ Hz) $\times 2$, 128.27, 128.22 $\times 2$, 127.7 $\times 2$, 126.7 (d, $J_{\text{CP}} = 1.5$ Hz), 120.4, 112.2, 59.5, 55.6, 31.0 (d, $J_{\text{CP}} = 7.3$ Hz), 30.7 (d, $J_{\text{CP}} = 2.2$ Hz), 26.2, 26.1, 25.9; ^{31}P NMR (121 MHz, CDCl_3) δ -17.4; HRMS (ESI-orbitrap) m/z calcd for $\text{C}_{34}\text{H}_{34}\text{O}_2\text{NP} + \text{H}$ 520.2400 found 520. 2398; EI-MS m/z (rel intensity) 519 (M^+ , 6); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46 \times 25 cm, UV 254 nm, hexane : 2-

Propanol = 98 : 2, 0.8 mL/min) t_R (major) = 13.8 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), t_R (minor) = 16.5 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).



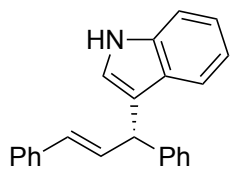
(aS)-(+)-N-(Cyclohexyl)-N-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((aS)-(+)-**1c**). 26% yield (25.2 mg, 0.048 mmol) as a white solid; mp 175-177 °C; 99% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ 131 (*c* 0.23, CHCl₃); ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃) δ 7.38 (d, *J* = 15.5 Hz, 1H), 7.33-7.27 (m, 6H), 7.24-7.18 (m 4H), 7.10-7.02 (m, 5H), 6.95 (dd, *J* = 1.2 and 8.3 Hz, 1H), 6.84 (ddd, *J* = 2.7 and 1.3 and 7.7 Hz, 1H), 5.70 (d, *J* = 15.6 Hz, 1H), 4.11 (tt, *J* = 3.5 and 11.6 Hz, 1H), 3.76 (s, 3H), 2.13 (t, *J* = 13.9 Hz, 2H), 1.69-1.63 (m, 3H), 1.57-1.43 (m, 3H), 1.33-1.22 (m, 2H) 0.98 (tq, *J* = 3.7 and 13.0 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 166.9, 156.9 (d, *J*_{CP} = 5.9 Hz), 141.1 (d, *J*_{CP} = 13.9 Hz), 140.1, 137.1 (d, *J*_{CP} = 13.2 Hz), 135.8 (d, *J*_{CP} = 13.2 Hz), 135.5, 134.39 (d, *J*_{CP} = 22.0 Hz) \times 2, 134.38 (d, *J*_{CP} = 30.1 Hz) \times 2, 133.2 (d, *J*_{CP} = 19.1 Hz) \times 2, 129.2, 128.8 (d, *J*_{CP} = 2.9 Hz) \times 2, 128.42 (d, *J*_{CP} = 3.0 Hz) \times 2, 128.36 \times 2, 128.27, 128.22 \times 2, 127.7 \times 2, 126.7 (d, *J*_{CP} = 1.5 Hz), 120.4, 112.2, 59.5, 55.6, 31.0 (d, *J*_{CP} = 7.3 Hz), 30.7 (d, *J*_{CP} = 2.2 Hz), 26.2, 26.1, 25.9; ³¹P NMR (121 MHz, CDCl₃) δ -17.4; HRMS (ESI-orbitrap) *m/z* calcd for C₃₄H₃₄O₂NP + H 520.2400 found 520. 2398; EI-MS *m/z* (rel intensity) 519 (M⁺, 5); HPLC (Daicel CHIRALCEL[®] OD-H, 0.46 \times 25 cm, UV 254 nm, hexane : 2-Propanol = 98 : 2, 0.8 mL/min) t_R (minor) = 12.8 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (-)), t_R (major) = 17.3 min (CD : λ_{ext} ($\Delta\epsilon$) 254 (+)).

X-ray Diffraction Analysis data of (aS)-(+)-1c: Colorless Prismatic crystals from hexane, orthorhombic space group *P*2₁2₁2₁, *a* = 9.2573(2) Å, *b* = 17.7086(4) Å, *c* = 17.8309(4) Å, α = 90 °, β = 93.1780(10) °, γ = 90 °, *V* = 2923.09(11) Å³, *Z* = 4, ρ = 1.181 g/cm³, μ (CuK α) = 1.059 mm⁻¹. The structure was solved by the direct method of full-matrix least-squares, where the final *R* and *R*_w were 0.0418 and 0.1117 for 5103 reflections.

General Procedure for the Palladium-Catalyzed Allylic Alkylation of Indoles.

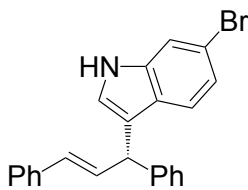
To a mixture of **1** (12 μ mol), [Pd(C₃H₅)Cl]₂ (2.2 mg, 6 μ mol), indole or substituted indole (0.2 mmol), 1,3-diphenyl-2-propenyl acetate (60.6 mg, 0.24 mmol), and Cs₂CO₃ (130 mg, 0.4 mol) was added THF (0.2 mL) at room temperature under an Ar atmosphere. After stirring for 18 h at 40 °C, the reaction mixture was quenched with water and diluted

with diethyl ether. The organic layer was washed with water and brine, and dried over MgSO₄. The filtrate was concentrated under reduced pressure and the residue was purified by column chromatography (elution with *n*-hexane/EtOAc/Et₃N = 20/4/1).



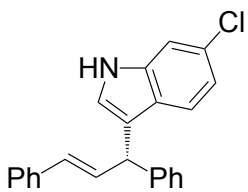
(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4a**) (Table 3, entry 1).⁵

69% yield (42.8 mg, 0.138 mmol) as a yellow solid; mp 118-120 °C; 97% ee; [α]_D²⁰ +36.7 (*c* 0.79, CHCl₃); ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.78 (s, 1H), 7.41 (d, *J* = 8.0 Hz, 1H), 7.34-7.12 (m, 12H), 7.03-6.99 (m, 1H), 6.80 (d, *J* = 2.2 Hz, 1H), 6.70 (dd, *J* = 7.4 and 15.8 Hz, 1H), 6.42 (d, *J* = 15.8 Hz, 1H), 5.09 (d, *J* = 7.4 Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 143.3, 137.4, 136.5, 132.5, 130.5, 128.44×(1+1), 128.38, 127.1, 126.7, 126.34, 126.26, 122.6, 122.0, 119.8, 119.4, 118.5, 111.1, 46.1; EI-MS *m/z* (rel intensity) 309 (M⁺, 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, 0.46 ϕ × 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.7 mL/min: *t*_R = 55.4 min (minor) and 61.3 min (major).



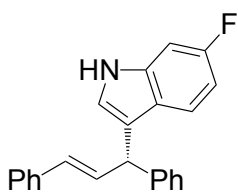
(S,E)-6-Bromo-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4b**) (Table 3, entry 2).⁵

70% yield (54.6 mg, 0.141 mmol) as a yellow solid; mp 132-134 °C; 90% ee; [α]_D²⁰ +34.9 (*c* 1.02, CHCl₃); ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.82 (s, 1H), 7.41 (d, *J* = 1.6 Hz, 1H), 7.34-7.16 (m, 11H), 7.09 (dd, *J* = 1.7 and 8.5 Hz, 1H), 6.79 (dd, *J* = 0.9 and 2.3 Hz, 1H), 6.66 (dd, *J* = 7.3 and 15.8 Hz, 1H), 6.39 (d, *J* = 15.8 Hz, 1H), 5.04 (d, *J* = 7.3 Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 142.9, 137.34, 137.23, 132.0, 130.7, 128.49, 128.47, 128.36, 127.3, 126.3, 126.3, 125.6, 123.2, 122.7, 121.1, 118.8, 115.6, 114.0, 46.0; EI-MS *m/z* (rel intensity) 387 (M⁺, 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA-3, 0.46 ϕ × 25 cm, UV 254 nm), hexane : 2-propanol = 99 : 2, 0.9 mL/min: *t*_R = 63.8 min (major) and 71.7 min (minor).

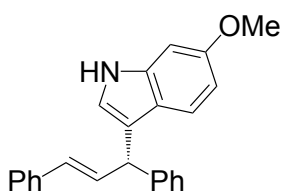


(S,E)-6-Chloro-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4c**) (Table 3, entry 3).⁵ 70% yield (48.4 mg, 0.141 mmol) as a brown solid; mp 46-48 °C; 93% ee;

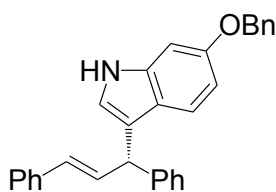
$[\alpha]_D^{20} +36.1$ (c 0.98, CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 7.86 (s, 1H), 7.35-7.17 (m, 12H), 6.96 (dd, $J = 1.8$ and 8.6 Hz, 1H), 6.83 (dd, $J = 0.8$ and 2.3 Hz, 1H), 6.67 (dd, $J = 7.4$ and 15.8 Hz, 1H), 6.40 (d, $J = 15.8$ Hz, 1H), 5.05 (d, $J = 7.4$ Hz, 1H); $^{13}\text{C NMR}$ (101 MHz, CDCl_3) δ 143.0, 137.2, 137.0, 132.1, 130.7, 128.49 \times 2, 128.47 \times 2, 128.37 \times 2, 128.0, 127.3, 126.5, 126.3 \times 2, 125.3, 123.2, 120.7, 120.1, 118.8, 111.0, 46.0; EI-MS m/z (rel intensity) 343 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA-3, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.7 mL/min: $t_{\text{R}} = 60.6$ min (major) and 63.8 min (minor).



(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-6-fluoro-1H-indole ((*S*)-**4d**) (Table 3, entry 4).⁵ 72% yield (47.4 mg, 0.145 mmol) as a brown solid; mp 42-44 °C; 93% ee; $[\alpha]_D^{20} +23.0$ (c 0.12, CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 7.84 (s, 1H), 7.35-7.16 (m, 11H), 6.96 (dd, $J = 2.3$ and 9.6 Hz, 1H), 6.81-6.64 (m, 3H), 6.41 (d, $J = 15.8$ Hz, 1H), 5.05 (d, $J = 7.4$ Hz, 1H); $^{13}\text{C NMR}$ (101 MHz, CDCl_3) δ 159.9 (d, $J_{\text{C-F}} = 236.2$ Hz), 143.1, 137.3, 136.5 (d, $J_{\text{C-F}} = 12.4$ Hz), 132.2, 130.7, 128.49, 128.45, 128.39, 127.2, 126.5, 126.3, 123.3, 122.8 (d, $J_{\text{C-F}} = 3.1$ Hz), 120.6 (d, $J_{\text{C-F}} = 10.0$ Hz), 118.7, 108.2 (d, $J_{\text{C-F}} = 24.2$ Hz), 97.4 (d, $J_{\text{C-F}} = 25.9$ Hz), 46.1; EI-MS m/z (rel intensity) 327 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.5 mL/min: $t_{\text{R}} = 109.4$ min (major) and 118.9 min (minor).

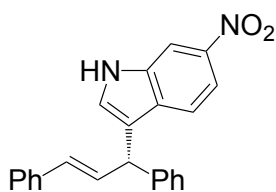


(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-6-methoxy-1H-indole ((*S*)-**4e**) (Table 3, entry 5).⁵ 71% yield (48.3 mg, 0.142 mmol) as a yellow solid; mp 145-147 °C; 72% ee; $[\alpha]_D^{20} +37.0$ (c 1.04 CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 7.76 (s, 1H), 7.34-7.15 (m, 11H), 6.76 (d, $J = 2.2$ Hz, 1H), 6.72-6.66 (m, 3H), 6.42 (d, $J = 15.8$ Hz, 1H), 5.04 (d, $J = 7.4$ Hz, 1H), 3.77 (s, 3H); $^{13}\text{C NMR}$ (101 MHz, CDCl_3) δ 156.4, 143.4, 137.43, 137.36, 132.5, 130.4, 128.44, 128.41, 128.36, 127.1, 126.32, 126.26, 121.4, 121.2, 120.4, 118.5, 109.3, 94.6, 55.6, 46.2; EI-MS m/z (rel intensity) 339 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.9 mL/min: $t_{\text{R}} = 76.8$ min (minor) and 84.1 min (major).



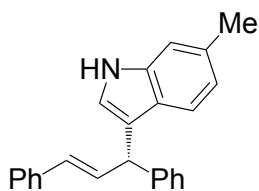
(S,E)-6-(Benzyloxy)-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4f**)

(Table 3, entry 6).⁵ 87% yield (63.9 mg, 0.154 mmol) as a yellow solid; mp 132-134 °C; 87% ee; $[\alpha]_D^{20} +32.78$ (*c* 1.02, CHCl₃); ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.65 (s, 1H), 7.38 (d, *J* = 7.3 Hz, 2H), 7.34-7.13 (m, 14H), 6.76-6.64 (m, 4H), 6.40 (d, *J* = 15.8 Hz, 1H), 5.02 (d, *J* = 7.4 Hz, 1H), 4.99 (s, 2H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 155.5, 143.3, 137.41, 137.36, 137.23, 132.5, 130.4, 128.49, 128.44, 128.40, 128.36, 127.8, 127.4, 127.1, 126.32, 126.26, 121.53, 121.40, 120.4, 118.4, 110.0, 96.0, 70.5, 46.2; EI-MS *m/z* (rel intensity) 415 (M⁺, 88), 324 (100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 98 : 2, 0.7 mL/min: *t*_R = 46.0 min (major) and 52.3 min (minor).



(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-6-nitro-1H-indole ((*S*)-**4g**) (Table 3, entry 7).⁵ 26% yield (18.2 mg, 0.051 mmol) as a brown solid; mp 71-73 °C; 76% ee;

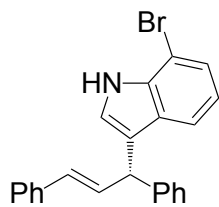
$[\alpha]_D^{20} +28.6$ (*c* 0.45, CHCl₃); ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 8.66 (s, 1H), 8.35 (d, *J* = 0.5 Hz, 1H), 7.91 (dd, *J* = 1.4 and 8.9 Hz, 1H), 7.43 (d, *J* = 8.8 Hz, 1H), 7.38-7.22 (m, 11H), 6.69 (dd, *J* = 7.3 and 15.8 Hz, 1H), 6.42 (d, *J* = 15.9 Hz, 1H), 5.12 (d, *J* = 7.4 Hz, 1H); ¹³C NMR (101 MHz, CDCl₃) δ 143.2, 142.4, 137.0, 135.1, 131.42, 131.36, 131.1, 128.63, 128.60, 128.5, 128.3, 127.4, 126.8, 126.3, 119.73, 119.67, 114.9, 108.2, 45.8; EI-MS *m/z* (rel intensity) 354 (M⁺, 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA-3, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 98 : 2, 0.5 mL/min: *t*_R = 104.1 min (major) and 111.9 min (minor).



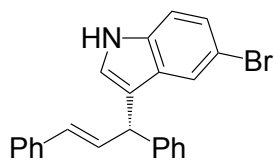
(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-6-methyl-1H-indole ((*S*)-**4h**) (Table 3, entry 8).⁵ 34% yield (22.0 mg, 0.068 mmol) as a brown solid; mp 125-127 °C; 87% ee;

$[\alpha]_D^{20} +33.8$ (*c* 0.25, CHCl₃); ¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 7.81 (s, 1H), 7.36-7.17 (m, 11H), 7.12 (s, 1H), 6.85 (d, *J* = 8.1 Hz, 1H), 6.80 (dd, *J* = 0.7 and 2.2 Hz, 1H), 6.71 (dd, *J* = 7.4 and 15.8 Hz, 1H), 6.43 (d, *J* = 15.8 Hz, 1H), 5.08 (d, *J* = 7.4 Hz, 1H), 2.42 (s, 3H);

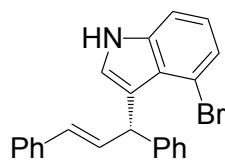
^{13}C NMR (101 MHz, CDCl_3) δ 143.4, 137.4, 137.0, 132.5, 131.9, 130.4, 128.43 \times (1+1), 128.36, 127.1, 126.30, 126.27, 124.6, 121.9, 121.1, 119.5, 118.4, 111.0, 46.2, 21.7; EI-MS m/z (rel intensity) 323 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.7 mL/min: t_{R} = 64.9 min (minor) and 72.2 min (major).



(S,E)-7-Bromo-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4i**) (Table 3, entry 9).⁵ 64% yield (50.0 mg, 0.129 mmol) as a brown solid; mp 35-37 °C; 83% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ +15.6 (c 0.27, CHCl_3); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 8.11 (s, 1H), 7.35-7.16 (m, 12H), 6.91 (dd, J = 0.9 and 2.4 Hz, 1H), 6.87 (t, J = 7.8 Hz, 1H), 6.68 (dd, J = 7.3 and 15.8 Hz, 1H), 6.40 (d, J = 15.8 Hz, 1H), 5.07 (d, J = 7.3 Hz, 1H); ^{13}C NMR (101 MHz, CDCl_3) δ 142.9, 137.3, 135.3, 132.0, 130.8, 128.481, 128.468, 128.40, 127.9, 127.3, 126.5, 126.3, 124.4, 123.2, 120.6, 119.9, 119.1, 104.7, 46.2; EI-MS m/z (rel intensity) 387 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.7 mL/min: t_{R} = 25.0 min (major) and 28.4 min (minor).

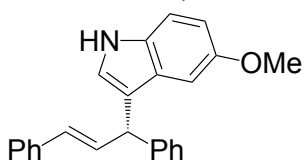


(S,E)-5-Bromo-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4j**) (Table 3, entry 10).⁵ 60% yield (46.7 mg, 0.120 mmol) as a brown solid; mp 50-52 °C; 91% ee; $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ +37.2 (c 0.55, CHCl_3); ^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 7.90 (s, 1H), 7.53 (t, J = 0.7 Hz, 1H), 7.35-7.13 (m, 12H), 6.83 (d, J = 2.2 Hz, 1H), 6.65 (dd, J = 7.3 and 15.8 Hz, 1H), 6.38 (d, J = 15.8 Hz, 1H), 5.03 (d, J = 7.2 Hz, 1H); ^{13}C NMR (101 MHz, CDCl_3) δ 142.8, 137.2, 135.2, 132.0, 130.7, 128.49 \times (1+1), 128.34, 127.2, 126.5, 126.3, 125.0, 123.8, 122.2, 118.3, 112.68, 112.56, 45.8; EI-MS m/z (rel intensity) 387 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, 0.46 ϕ \times 25 cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.9 mL/min: t_{R} = 36.7 min (minor) and 39.2 min (major).

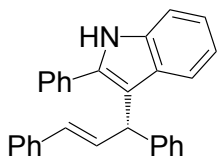


(S,E)-4-Bromo-3-(1,3-diphenylallyl)-1H-indole ((*S*)-**4k**) (Table 3, entry 11).⁵ 68% yield (53.2 mg, 0.137 mmol) as a brown solid; mp 50-52 °C; 95% ee;

$[\alpha]^{20}_{\text{D}} +45.3$ (c 0.18, CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 8.12 (s, 1H), 7.33-7.15 (m, 12H), 6.95 (t, $J = 7.9$ Hz, 1H), 6.86 (d, $J = 2.4$ Hz, 1H), 6.70 (dd, $J = 6.6$ and 15.8 Hz, 1H), 6.21 (d, $J = 15.9$ Hz, 1H), 5.88 (d, $J = 6.5$ Hz, 1H); $^{13}\text{C NMR}$ (101 MHz, CDCl_3) δ 143.8, 137.69, 137.56, 133.7, 130.6, 128.92, 128.43, 128.18, 127.0, 126.22, 126.16, 124.90, 124.75, 124.3, 122.9, 118.9, 114.3, 110.5, 44.7; EI-MS m/z (rel intensity) 387 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IA-3, $0.46 \phi \times 25$ cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.5 mL/min: $t_{\text{R}} = 105.7$ min (major) and 116.8 min (minor).



(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-5-methoxy-1H-indole ((*S*)-**4l**) (Table 3, entry 12).⁵ 78% yield (53.1 mg, 0.156 mmol) as a brown solid; mp 53-55 °C; 91% ee; $[\alpha]^{20}_{\text{D}} +27.1$ (c 0.17, CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 7.80 (s, 1H), 7.35-7.16 (m, 11H), 6.83-6.80 (m, 3H), 6.69 (dd, $J = 7.3$ and 15.8 Hz, 1H), 6.42 (d, $J = 15.8$ Hz, 1H), 5.05 (d, $J = 7.2$ Hz, 1H), 3.69 (s, 3H); $^{13}\text{C NMR}$ (101 MHz, CDCl_3) δ 153.7, 143.2, 137.4, 132.4, 131.7, 130.5, 128.45 \times (1+1), 128.39, 127.127, 127.119, 126.4, 126.2 \times 2, 123.4, 118.2, 112.1, 111.8, 101.7, 55.7, 46.1; EI-MS m/z (rel intensity) 339 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, $0.46 \phi \times 25$ cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.9 mL/min: $t_{\text{R}} = 42.1$ min (minor) and 49.5 min (major).



(S,E)-3-(1,3-Diphenylallyl)-2-phenyl-1H-indole ((*S*)-**4m**) (Table 3, entry 13).⁵ 88% yield (67.8 mg, 0.176 mmol) as a yellow solid; mp 86-88 °C; 92% ee; $[\alpha]^{20}_{\text{D}} +89.7$ (c 0.99, CHCl_3); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ 7.94 (s, 1H), 7.49-7.12 (m, 18H), 7.00-6.96 (m, 1H), 6.88 (dd, $J = 7.3$ and 15.8 Hz, 1H), 6.39 (d, $J = 15.8$ Hz, 1H), 5.27 (d, $J = 7.2$ Hz, 1H); $^{13}\text{C NMR}$ (75 MHz, CDCl_3) δ 143.4, 137.4, 136.1, 135.5, 132.9, 132.2, 131.0, 128.8, 128.6, 128.4, 128.25, 128.23, 128.0, 127.8, 127.1, 126.3, 126.1, 122.1, 121.2, 119.7, 113.7, 110.9, 45.1; EI-MS m/z (rel intensity) 385 (M^+ , 100); HPLC (Daicel CHIRALPAK[®] IB, $0.46 \phi \times 25$ cm, UV 254 nm), hexane : ethanol = 99 : 1, 0.9 mL/min: $t_{\text{R}} = 16.4$ min (major) and 17.8 min (minor).

Table S1. Time Dependence of Ee Value of **1b** at Various Temperatures in Dodecane.

Time (sec)	Ee (%) ^a at 70 °C	Ee (%) ^a at 75 °C	Ee (%) ^a at 80 °C	Ee (%) ^a at 85 °C
0	99.0	99.0	99.0	99.0
1800	98.4	97.5	97.8	96.8
3600	97.8	96.9	95.2	94.8
7200	95.7	93.8	90.7	88.6
14400	90.9	86.8	80.7	79.2
28800	84.2	73.6	66.1	63.0
86400	61.7	46.4	32.4	

^a Ee was determined by chiral HPLC analysis.

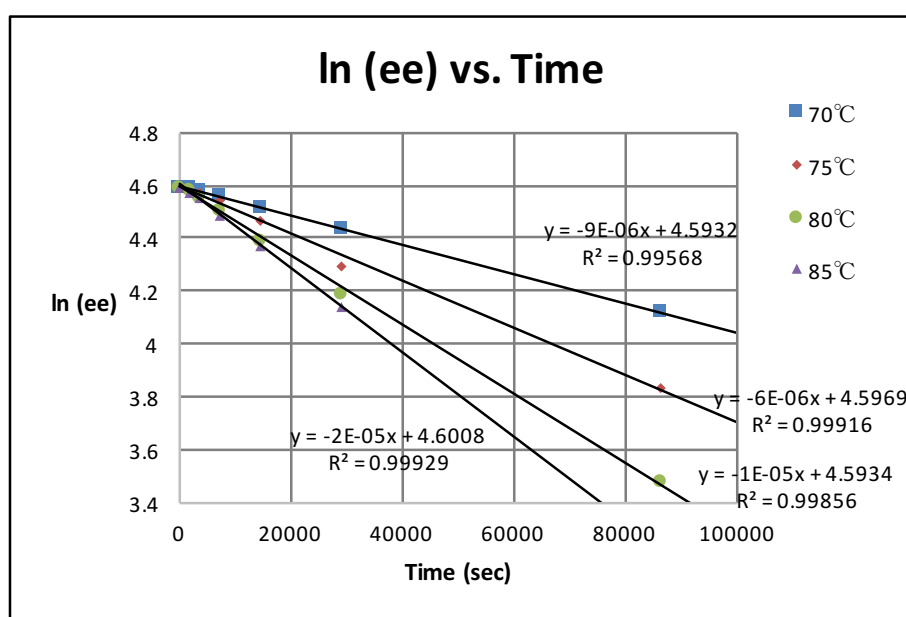


Figure S1. Data for the Racemization Plot of **1b**

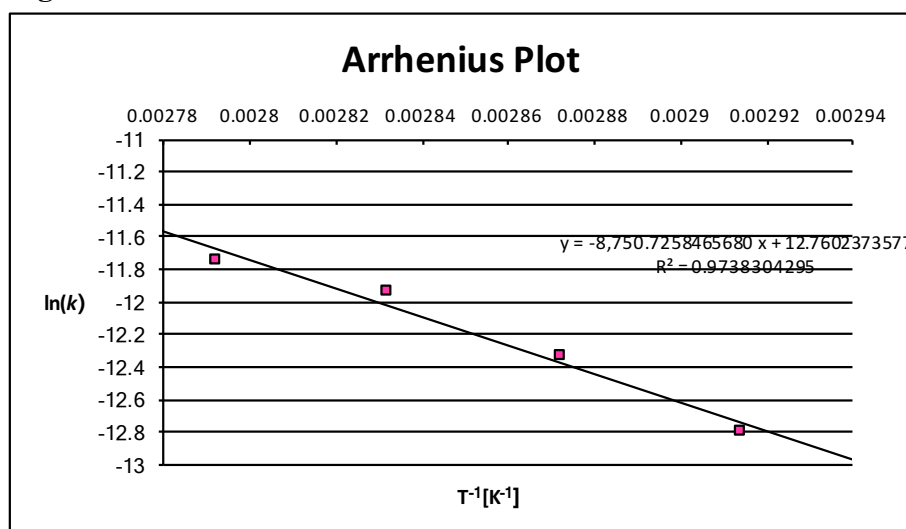


Figure S2. Data for the Arrhenius Plot of **1b**

Table S2. Time Dependence of Ee Value of **1c** at Various Temperatures in Dodecane.

Time (sec)	Ee (%) ^a at 40 °C	Ee (%) ^a at 45 °C	Ee (%) ^a at 55 °C	Ee (%) ^a at 60 °C
0	99.0	99.0	99.0	96.4
1800	96.3	94.6	85.4	71.8
3600	94.4	89.9	70.2	49.9
7200	89.1	78.3	54.9	
14400	80.5	64.3		
28800	63.9	39.5		

^a Ee was determined by chiral HPLC analysis.

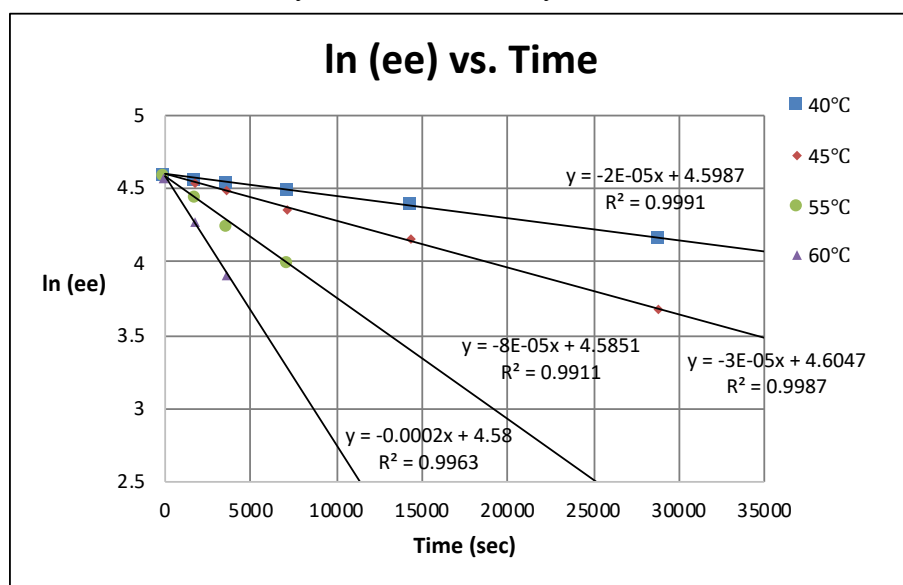


Figure S3. Data for the Racemization Plot of **1c**

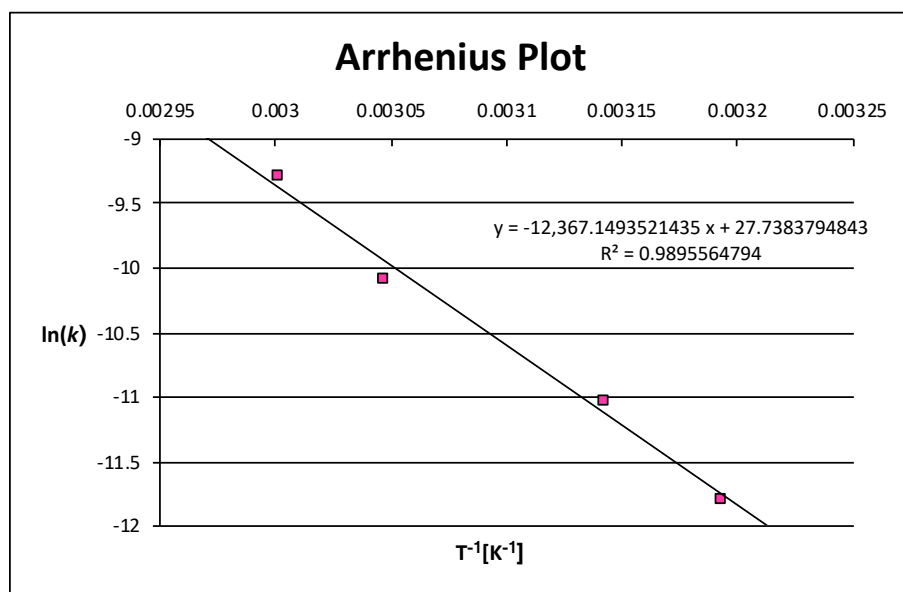
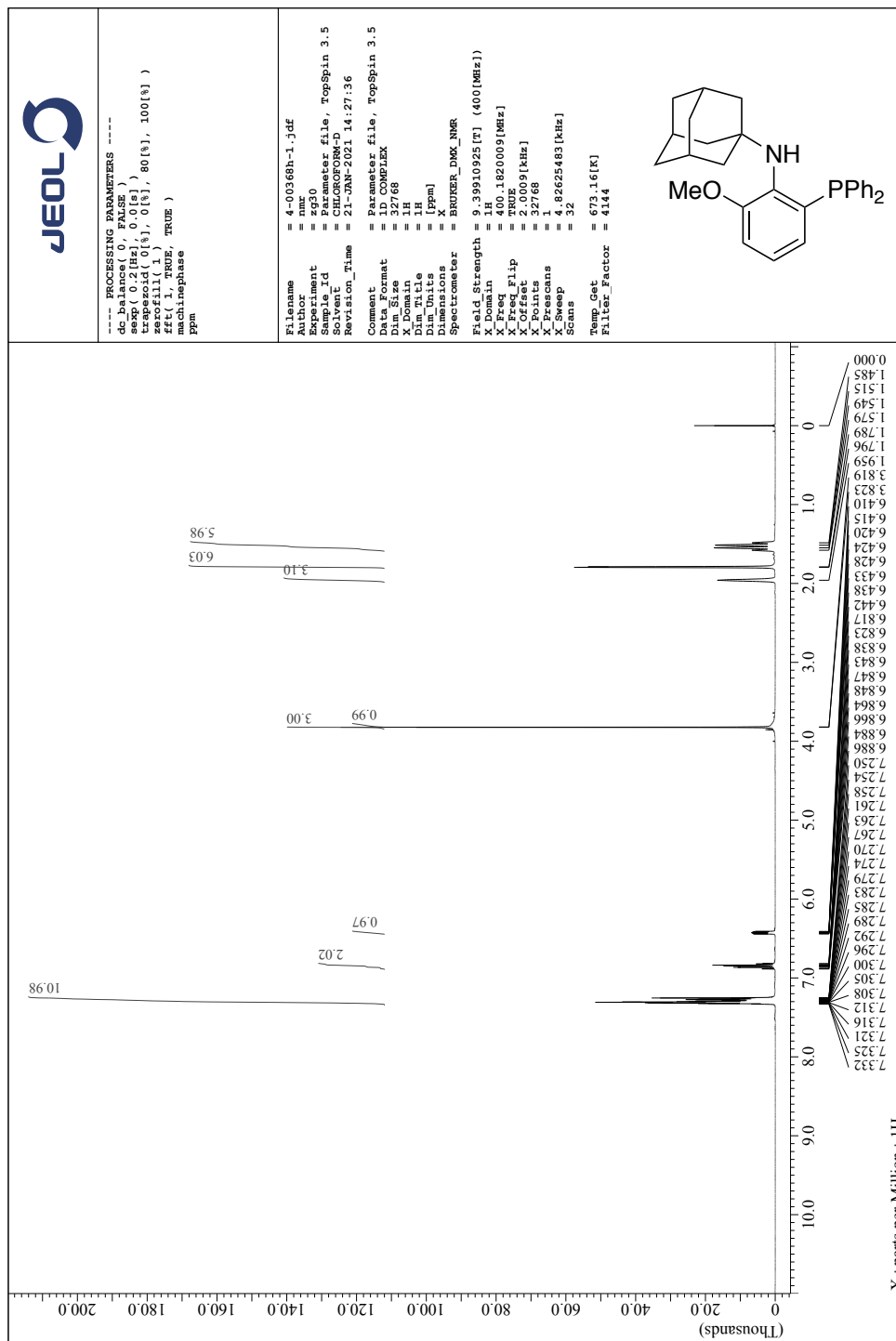
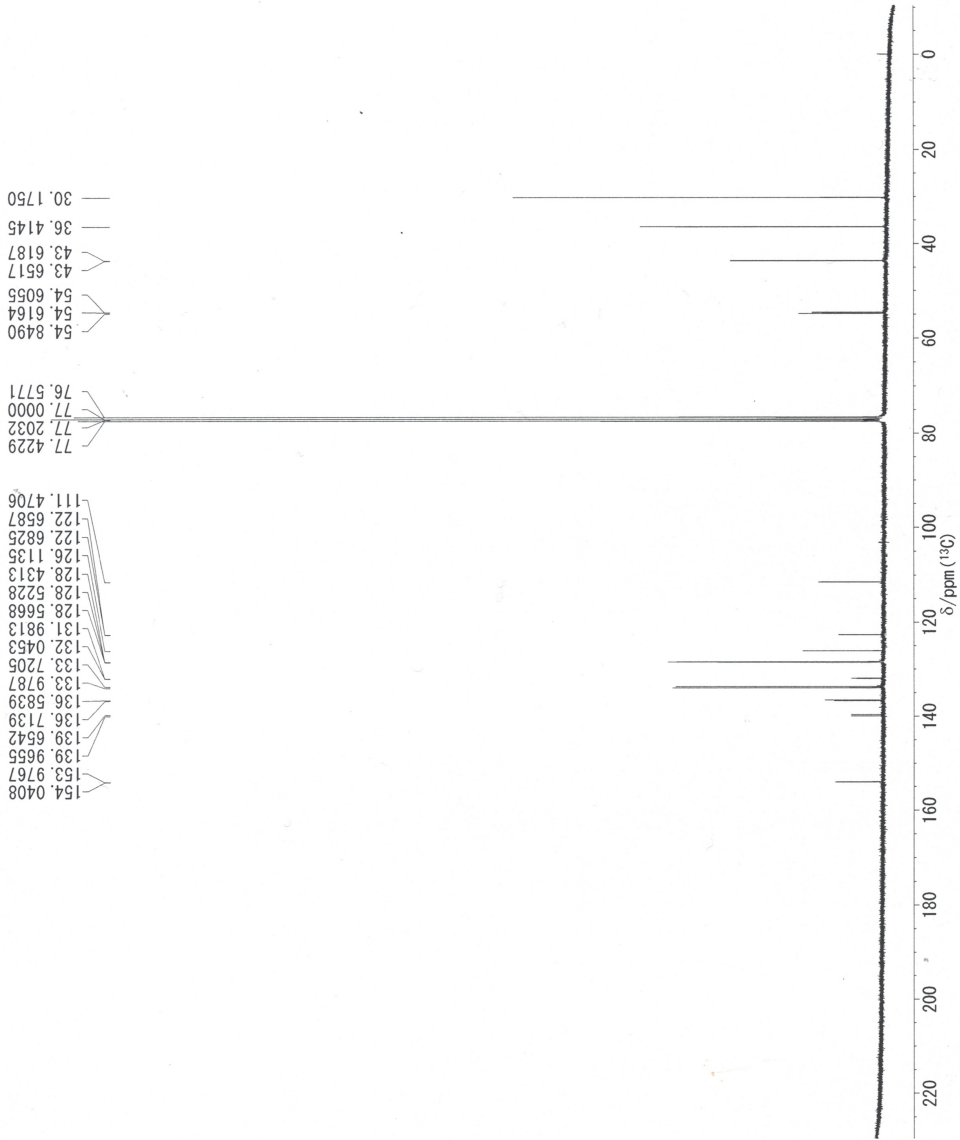


Figure S4. Data for the Arrhenius Plot of **1c**

^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR of *N*-(2-(Diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)adamantan-1-amine (**3a**)



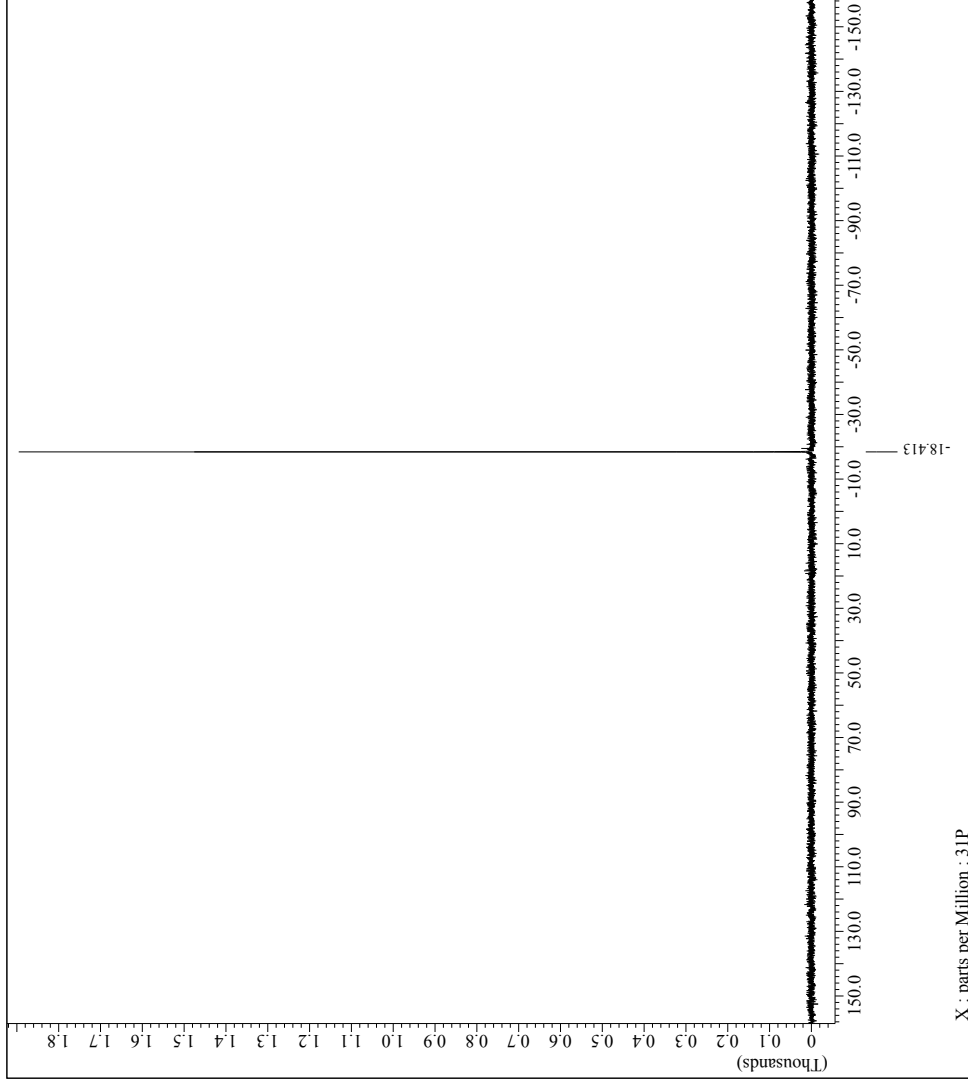
DFLE C:\KVOUSE\19\NMR\06\1N0201
 DATIM 822908CH1F1D
 COM1 07/Feb/2019 04:46:34
 13C
 ZGPG30
 EXMOD 75.49 MHz
 OBFRO 0 kHz
 OBSSET 8301.699 Hz
 OBFIN 131072 (ZeroF1)
 POINT 11:~4
 FREQU 18115.94 Hz
 SCANS 8192
 ACQTM 1.8088 s
 PD 2.0 s
 PULC 0.0 Hz
 PULS 0.0 Hz
 PROBRD 5 MM BBO BB-1H-D Z-GRD
 ZS284/01
 INSTRUM SPECT
 PULSPG
 GROPPROG
 CTEMP 26.85 °C
 SLVNT CDCL3
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.25 Hz
 WINDOW Exponential
 RGAIN 1024
 Operator _____





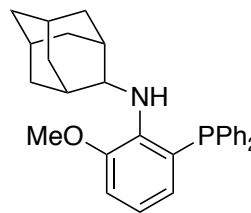
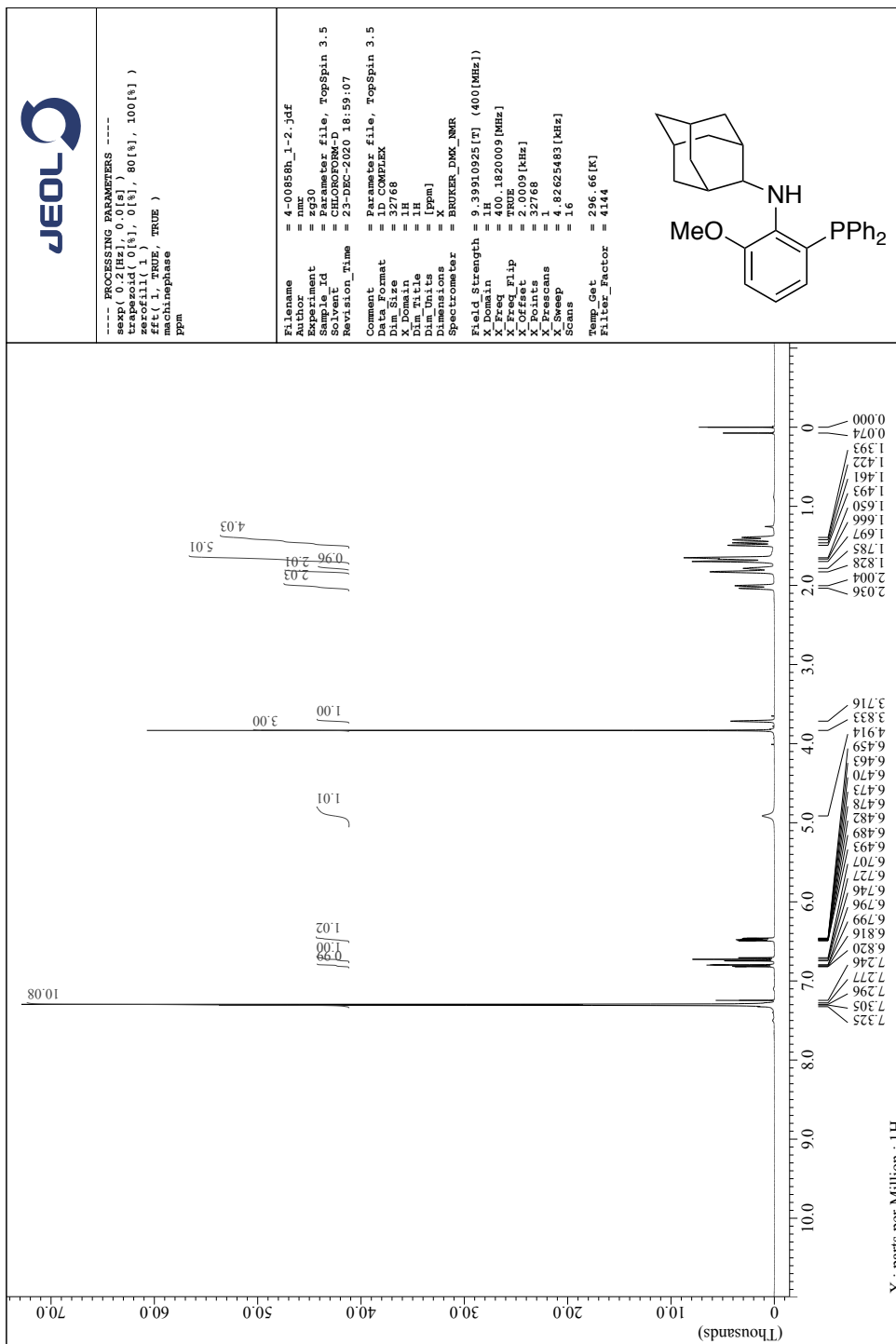
```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
sft( 0, TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 22908p-1.jdf  
Author = root  
Experiment = zpgj30  
Parameter file, TOPSPIN Ver =  
Sample_Id = CHURCOB-D-  
Revision_Time = 14-Jan-2011 20:46:22  
Comment = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Data_Format = 1D, COMPLEX  
Data_Size = 32768  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = [ppm]  
Dim_Units = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 7.05156322[T] (300[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Freq = 121.535182[MHz]  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 1  
X_Sweep = 38.53564547[MHz]  
Scans = 8  
Temp_Get = 300[K]  
Filter_Factor = 3
```



X : parts per Million : 31P

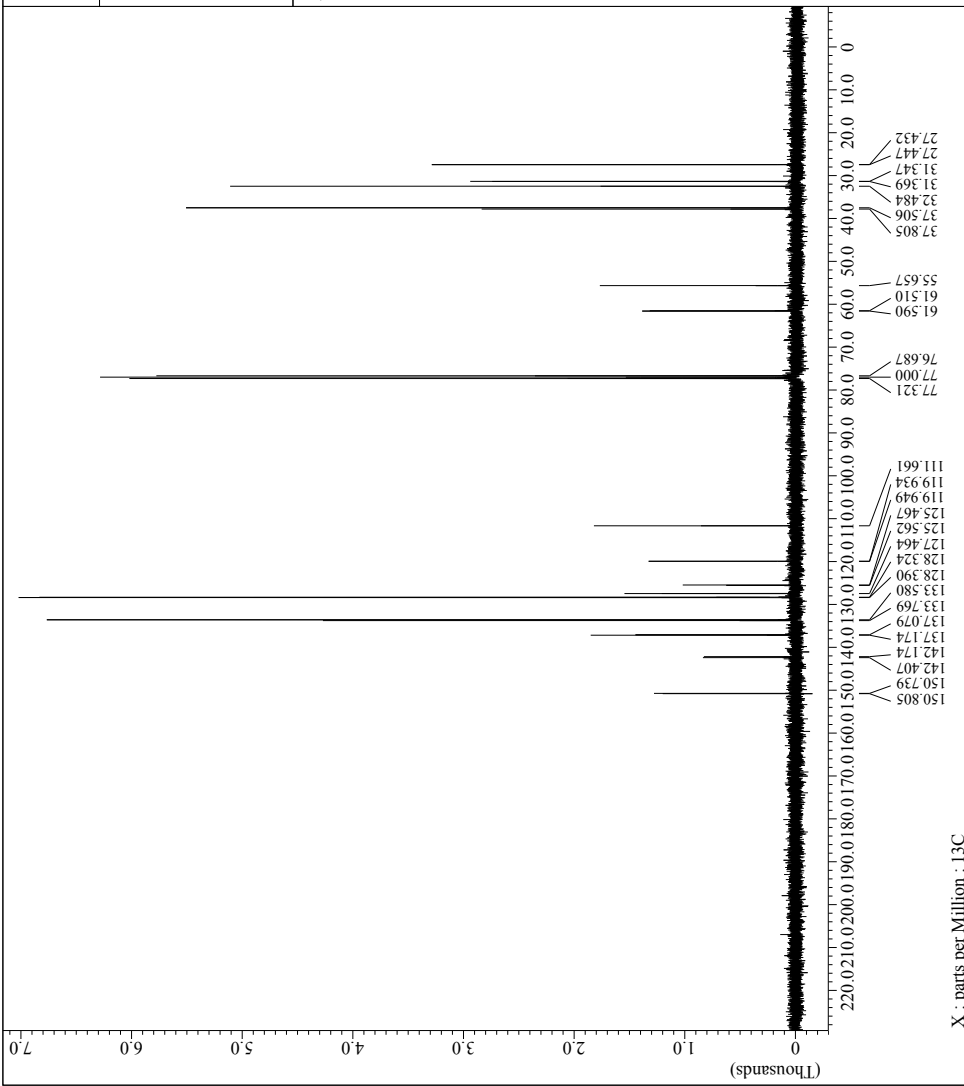
^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR of *N*-(2-(Diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)adamantan-2-amine (**3b**)





----- PROCESSING PARAMETERS -----
sexp(0.1[Hz], 0.0[s])
trapezoid(0[%], 0[%], 80[%], 100[%])
zerofill(TRUE)
gain(1.00)
machinephase
ppm

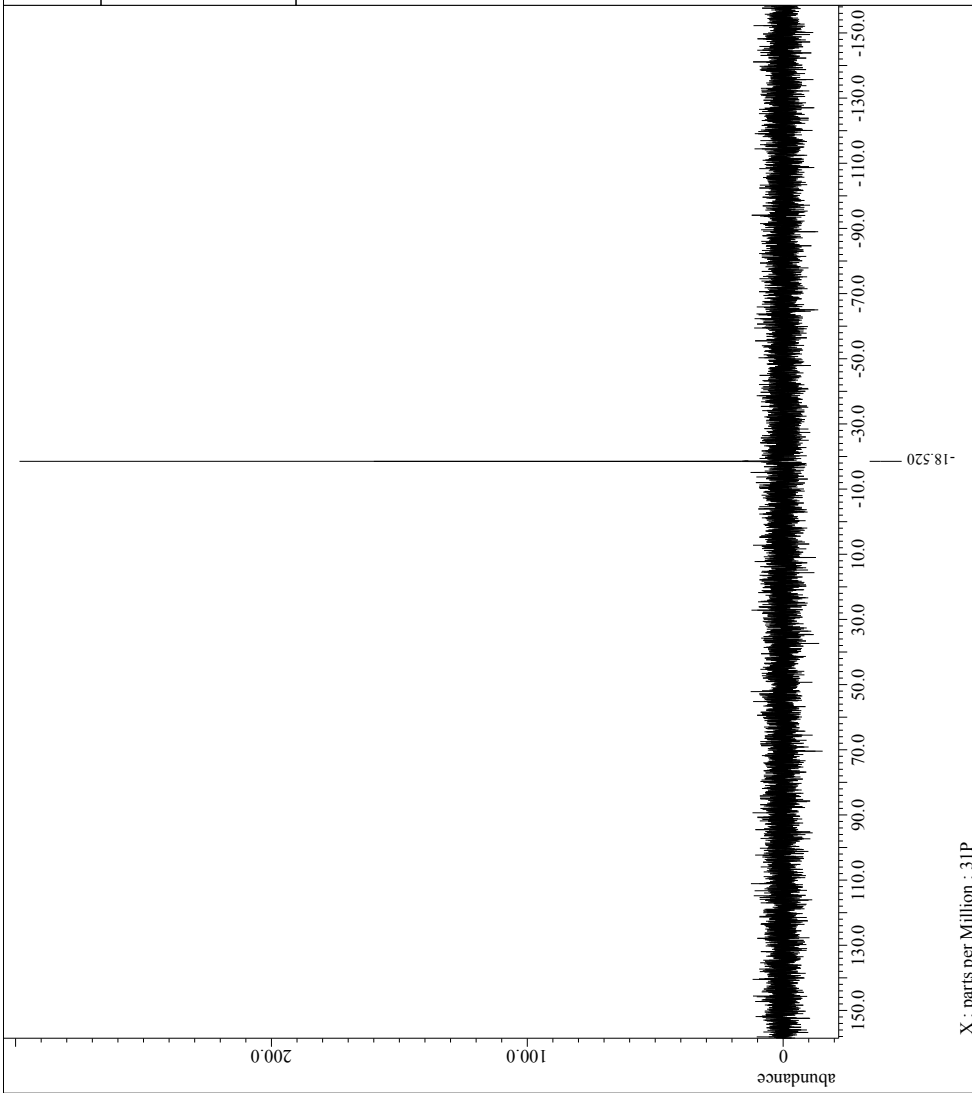
Filename = 4-0858c_1-2.jdf
Author = nmz
Experiment = zpgj30
Parameter file, TopSpin 3.5
Sample_Id = HURCOP01
SOLVENT = DMSO-d6
Revision_Time = 23 DEC 2010 19:01:43
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Date_Format = DD.MM.YYYY
Data_Size = 133.68
X_Domain = 13C
Dim_Title = 13C
Dim_Units = [ppm]
Dimensions = X
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR
Field_Strength = 9.39910925 [T] (400 [MHz])
X_Domain = 13C
X_Freq = 100.63640982 [MHz]
X_P1 = 12.500000 [ppm]
X_Offset = 11.068788 [kHz]
X_Points = 32768
X_Freescans = 2
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]
Scans = 236
Temp_Get = 297.36 [K]
Filter_Factor = 832



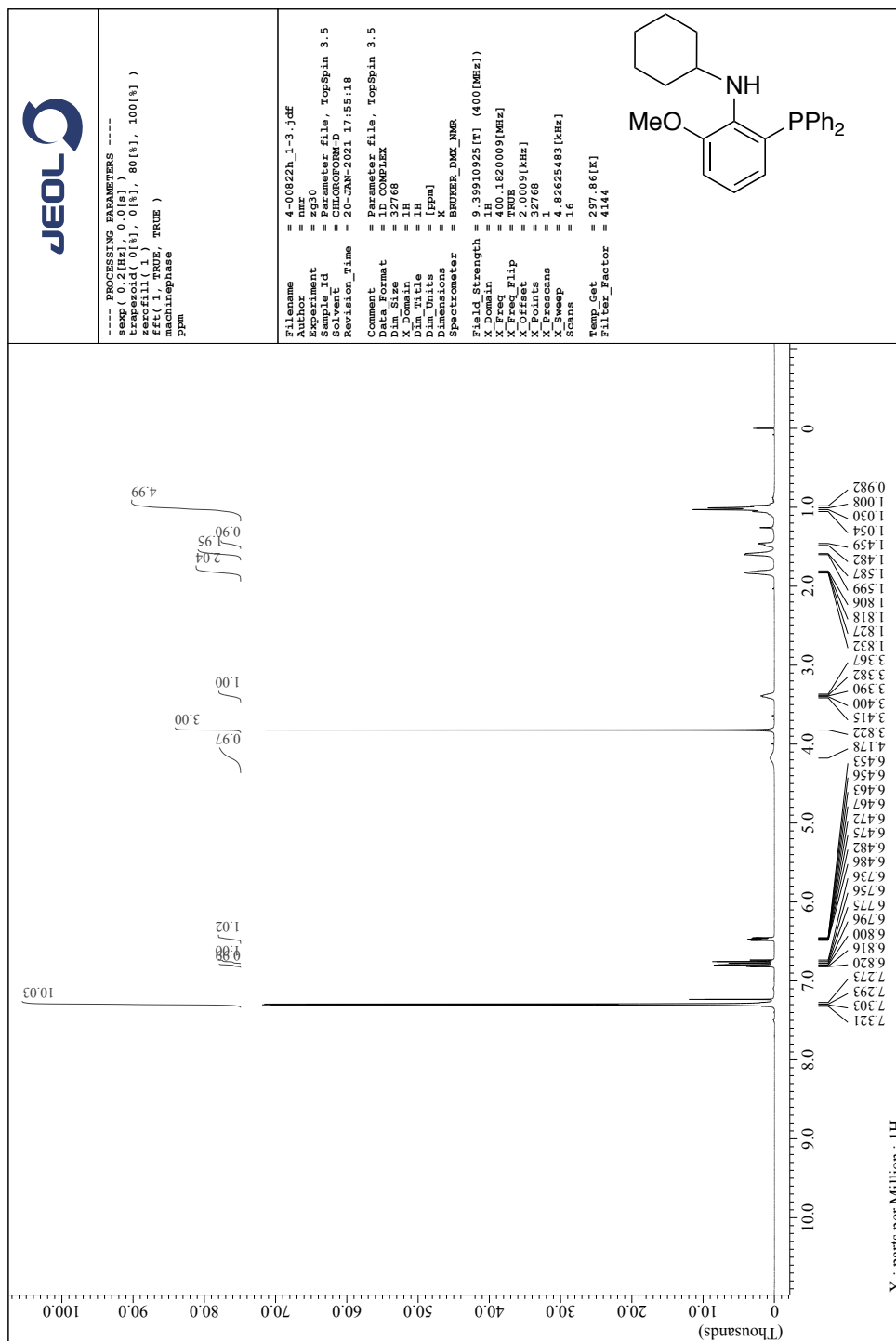


----- PROCESSING PARAMETERS -----
seop(2.0[HHz], 0.0[s])
trepasoid(0[s], 0[s], 80[%], 100[%])
zerofill(1)
frc(1, TRUE, TRUE)
manipulate
ppm

Filename = 2280p_1_1_1.dcf
Sample = 2280p_1_1_1
Experiment = zopg30
Sample Id = Parameter file, TOPSPIN Var
Solvent = CHLOROFORM-D
Revision_Time = 30-SEP-2020 20:02:24
Comment = Parameter file, TOPSPIN Var
Data Format = 1D COMPLEX
Data Size = 32768
X_Domain = 31P
Y_Domain = 1
Dim Units = [ppm]
Dimensions = X
Spectrometer = BRUKER_DMX_NMR
Field_Strength = 7.05156322 [T] (300 [MHz])
X_Domain = 31P
X_Freq = 121.535182 [MHz]
X_Freq_Flip = TRUE
X_Offset = 0 [Hz]
X_Scans = 1
X_Sweeps = 38.53564547 [kHz]
Scans = 8
Temp_Cat = 300 [K]
Filter_Factor = 3



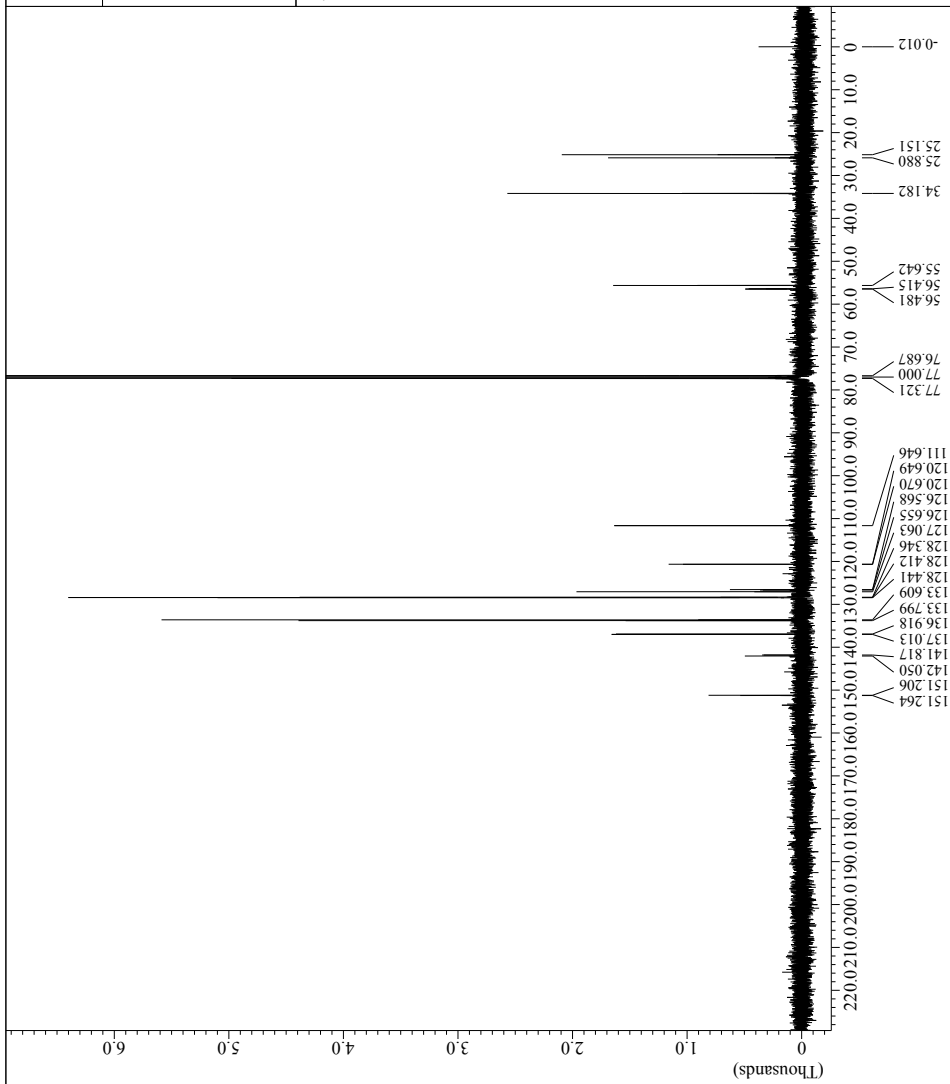
^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR of *N*-(2-(Diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cyclohexylamine (**3c**)





```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
scale( 1, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

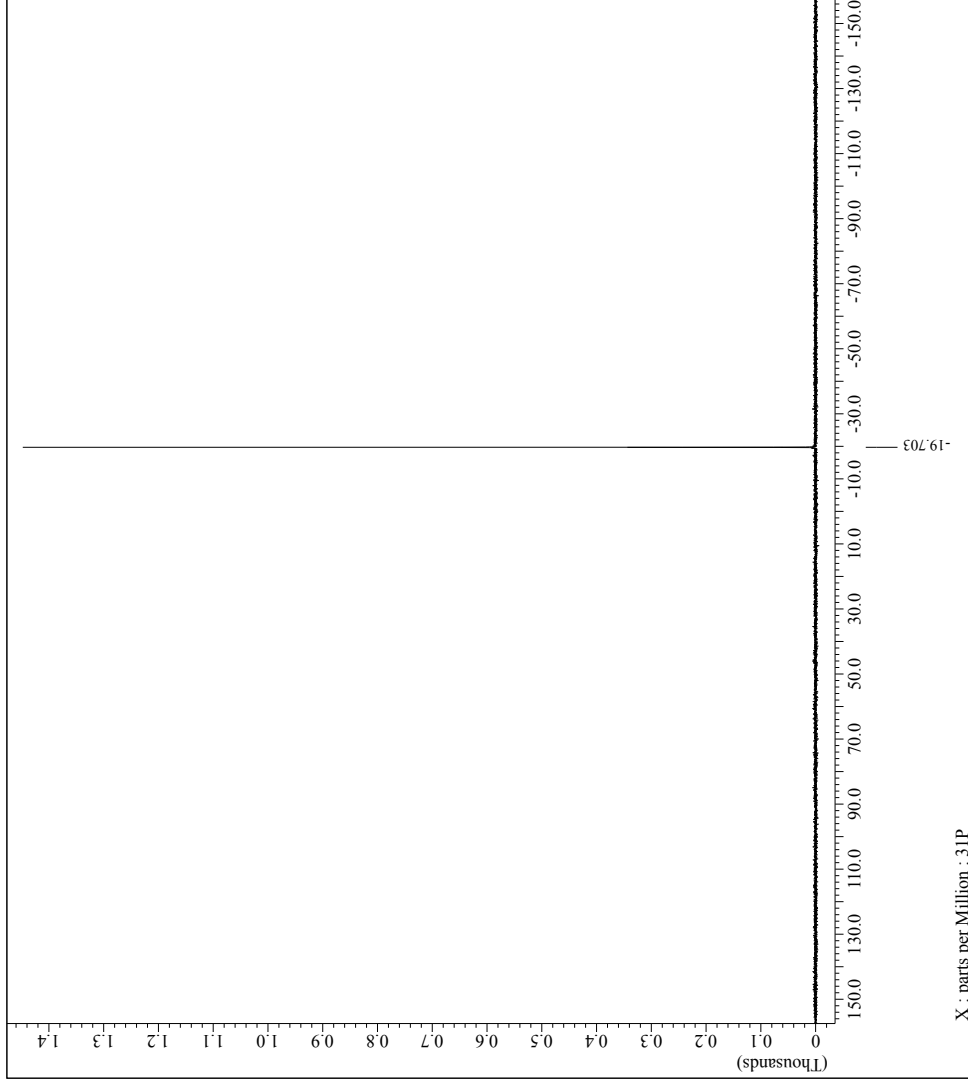
```
Filename = 4-0860c_1-4.jdf  
Author = nmz  
Experiment = zpgj30  
Parameter file, TopSpin 3.5  
Sample_Id = CHURCOB-D-  
Revision_Time = 14_Oct-2011_21:23:13  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = DD.MM.YYYY  
Data_Size = 18.68  
X_Domain = 13C  
Dim_Title = 13C  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925 [T] (400 [MHz])  
X_Domain = 13C  
X_Freq = 100.63640982 [MHz]  
X_P1 = 12.50 [us]  
X_P2 = 12.50 [us]  
X_Offset = 11.068788 [kHz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 2  
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]  
Scans = 512  
Temp_Get = 297.46 [K]  
Filter_Factor = 832
```





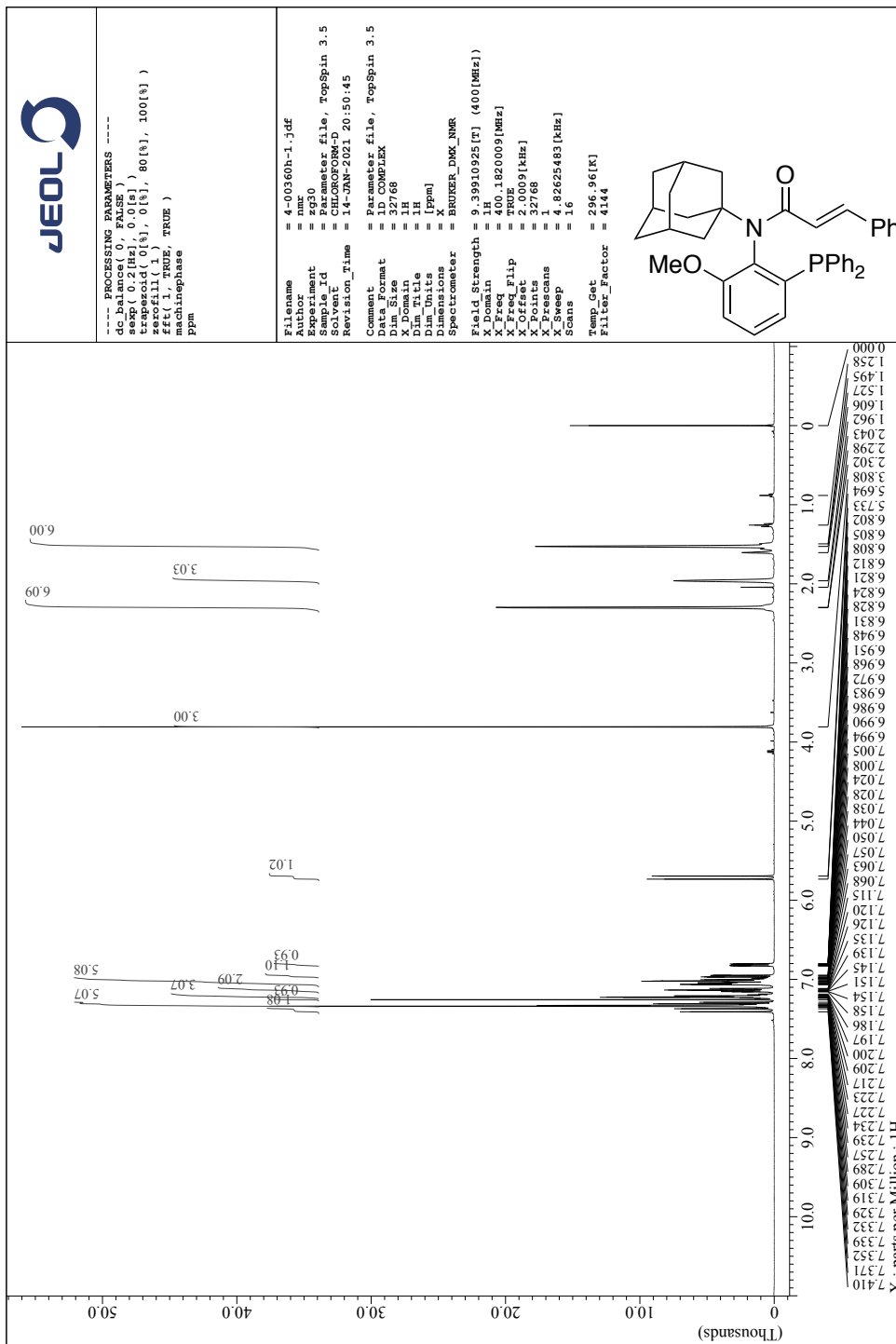
```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 1000 )  
sfr( 1000, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 4-0822p_1-1.jdf  
Author = nmz  
Experiment = zpg30  
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5  
Solvent = CHLOROFORM-D  
Revision_Time = 7-OCT-2000 18:37:47  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = DD.MM.YYYY  
Data_Size = 37.68  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = 31P  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925[T] (400[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Freq = 161.995835[MHz]  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Phase = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Prescans = 1  
X_Sweep = 51.02040816[MHz]  
Scans = 8  
Temp_Get = 297.96[K]  
Filter_Factor = 392
```



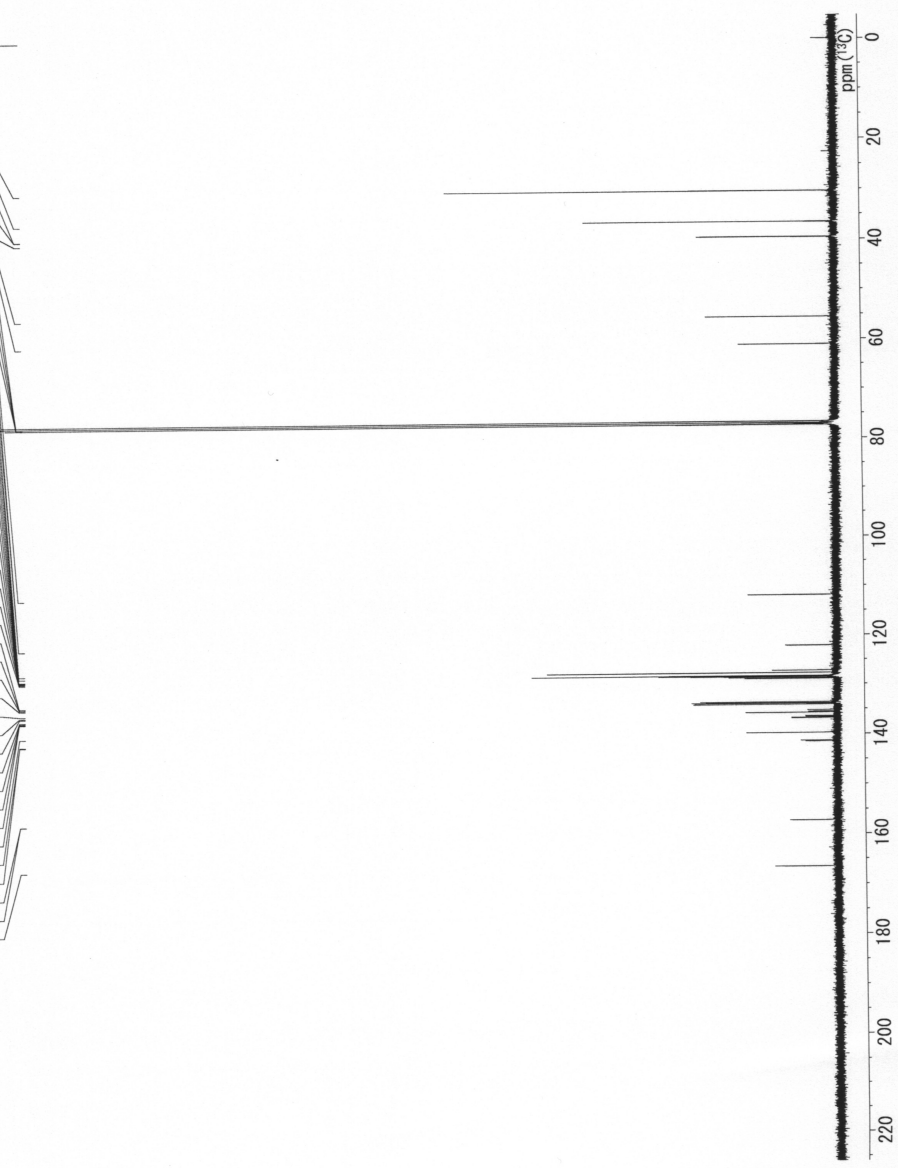
X : parts per Million : 31P

¹H, ¹³C and ³¹P NMR, and chiral phase HPLC chart of (±)-N-(Adamantan-1-yl)-N-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((±)-**1a**)



DF FILE C:\KYOUSETI\MR06MIN0201
 847 00361C\F1414
 DATUM 31/Jan/2019 15:30:41
 COMNT
 ORNUC ¹³C
 ZGPC30
 EXMOD 100.63 MHz
 OBFRQ 0.0 kHz
 OBSEF 11066.5 Hz
 OBFIN 131072 (ZeroFi
 POINT 11: x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 1024
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PW1 10.0 us
 TRNUC OFF
 PROBHD Z108618.011 (TA BBO 4
 00S1 BBF-H-D-05-Z PLUS)
 SPECT
 INSTRM
 SPCG
 GRPPOG
 CTEMP 25.31 °C
 SLVNT CDCl₃
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.25 Hz
 WINDOW Exponential
 RGAIN 203
 Operator:

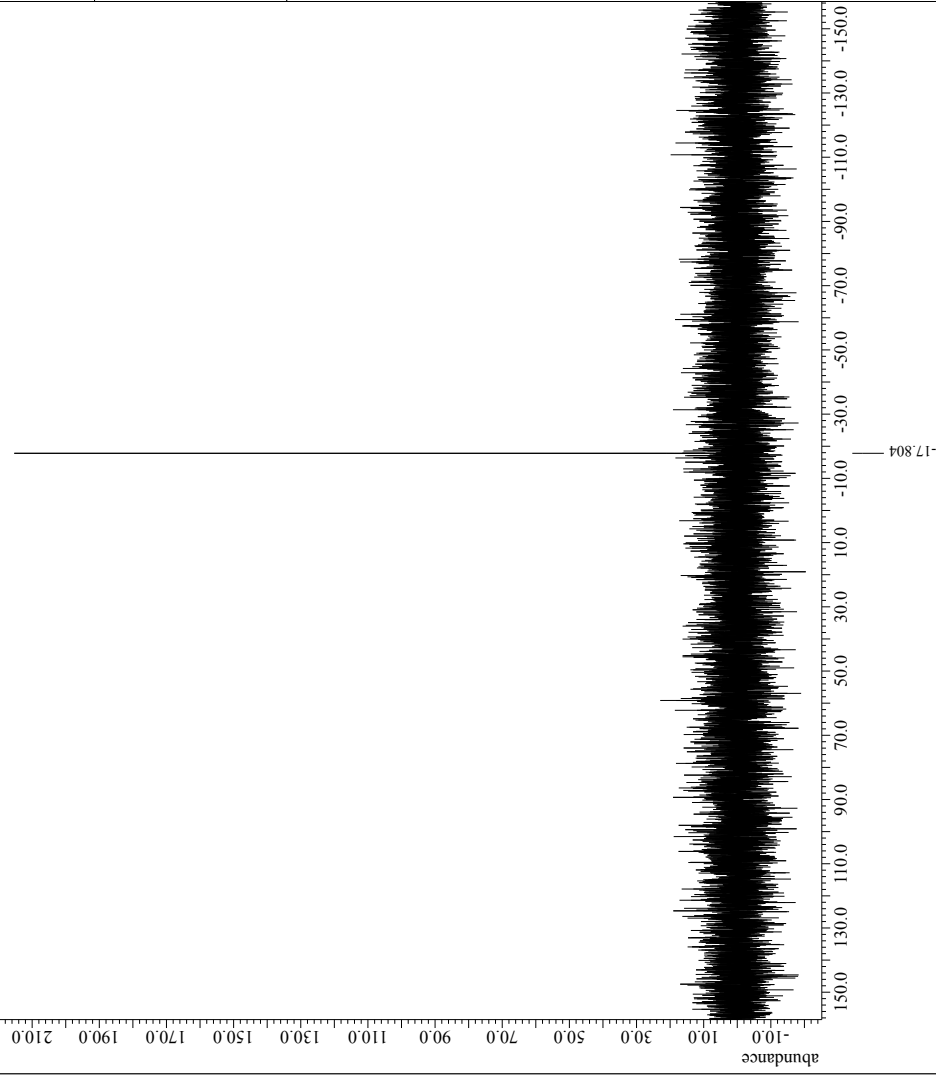
166.52
 157.29
 157.23
 141.44
 141.31
 139.76
 136.80
 136.67
 136.50
 136.38
 135.71
 135.51
 135.23
 134.14
 133.93
 133.82
 133.62
 128.92
 128.76
 128.59
 128.52
 128.46
 128.45
 128.35
 128.30
 128.28
 127.67
 127.21
 127.19
 122.11
 122.09
 111.88
 77.32
 77.20
 77.00
 76.68
 61.05
 55.55
 40.37
 39.58
 39.54
 36.54
 30.34



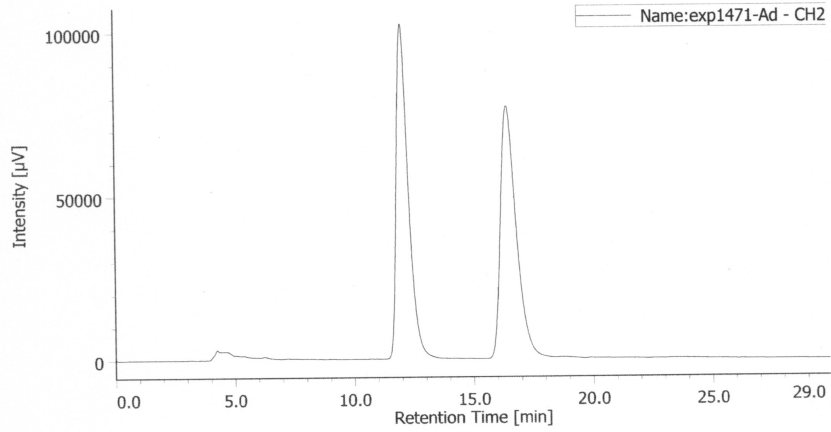


```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
set( file, ' ' )  
set( TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 22852p.jdf  
Author = root  
Experiment = zq9y30  
Sample_Id = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Sample_Rev = 1  
Revision_Time = 12-APR-2019 13:43:28  
Comment = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Data_Format = D COMPLEX  
Data_Size = 32768  
X_Domain = 31P  
X_Offset = 0 [Hz]  
X_Points = 32768  
Spectrometer = BRUKER DMX_NMR  
Field_Strength = 7.05156322[T] (300[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Offset = 535182[Mhz]  
X_Freq_Flip = TRUE  
X_Offset = 0 [Hz]  
X_Points = 32768  
X_Freqs = 38.5356647[Mhz]  
X_Temp = 8  
SCANS = 8  
Temp_Set = 300 [K]  
Filter_Factor = 3
```



クロマトグラム



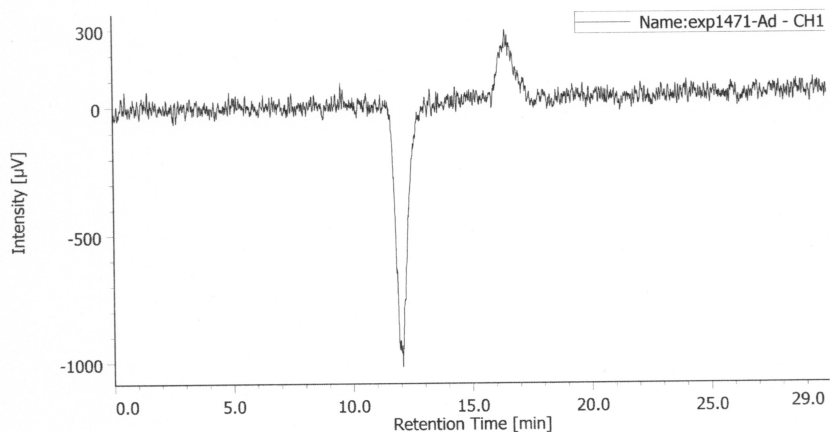
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2020/12/18 23:38:40
コメント	OD-H,1.0ml/min,Hex.2-Pro=98.2
HPLC システム名	HPLC-2
測定日	2020/12/18 18:04:00
注入量	1.00 [μL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system2
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	2_466444 koki
コントロールメソッド	system2_2019
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

チャンネル情報 + ピーク情報

クロマトグラム名	exp1471-Ad-CH2
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095-UV
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	(マニュアル)

クロマトグラム



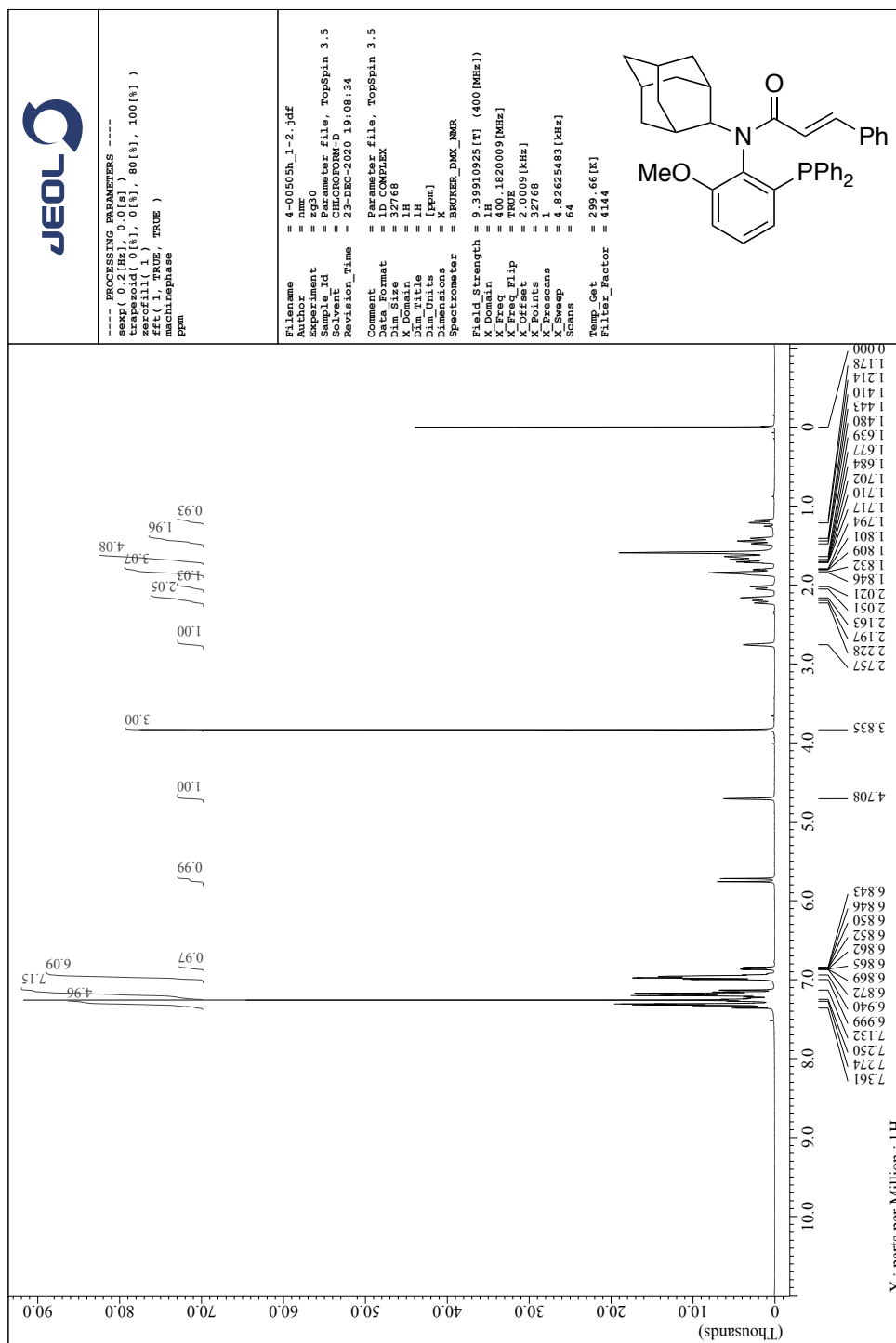
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2020/12/18 23:38:40
コメント	OD-H,1.0ml/min,Hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名	HPLC-2
測定日	2020/12/18 18:04:00
注入量	1.00 [μL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system2
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	2_466444 koki
コントロールメソッド	system2_2019
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名	exp1471-Ad-CH1
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095-CD
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	

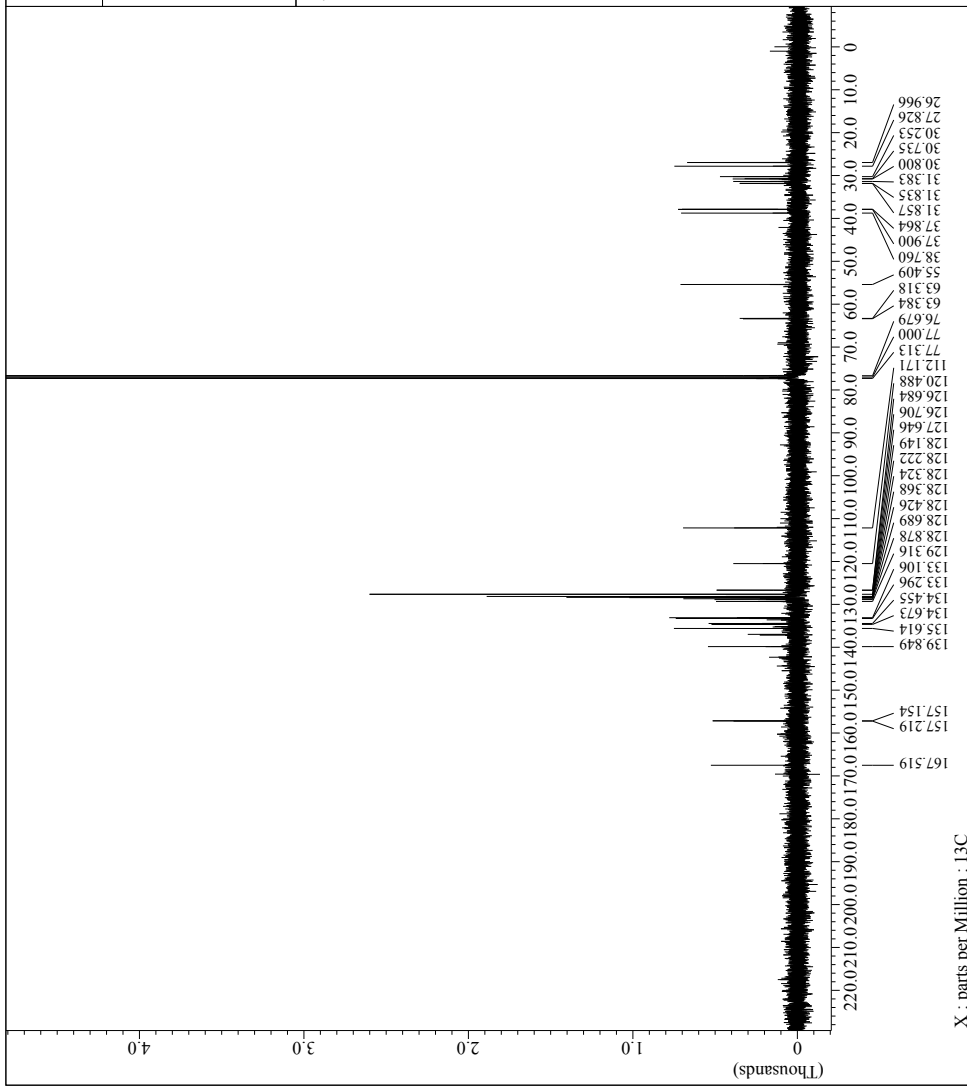
¹H, ¹³C and ³¹P NMR, and chiral phase HPLC chart of (±) -N-(Adamantan-2-yl)-N-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((±)-**1b**)





--- PROCESSING PARAMETERS ---
sexp(0.1[Hz], 0.0[s])
trapezoid(0[%], 0[%], 80[%], 100[%])
zerofill(0)
sfb(0, TRUE, TRUE)
machinephase
ppm

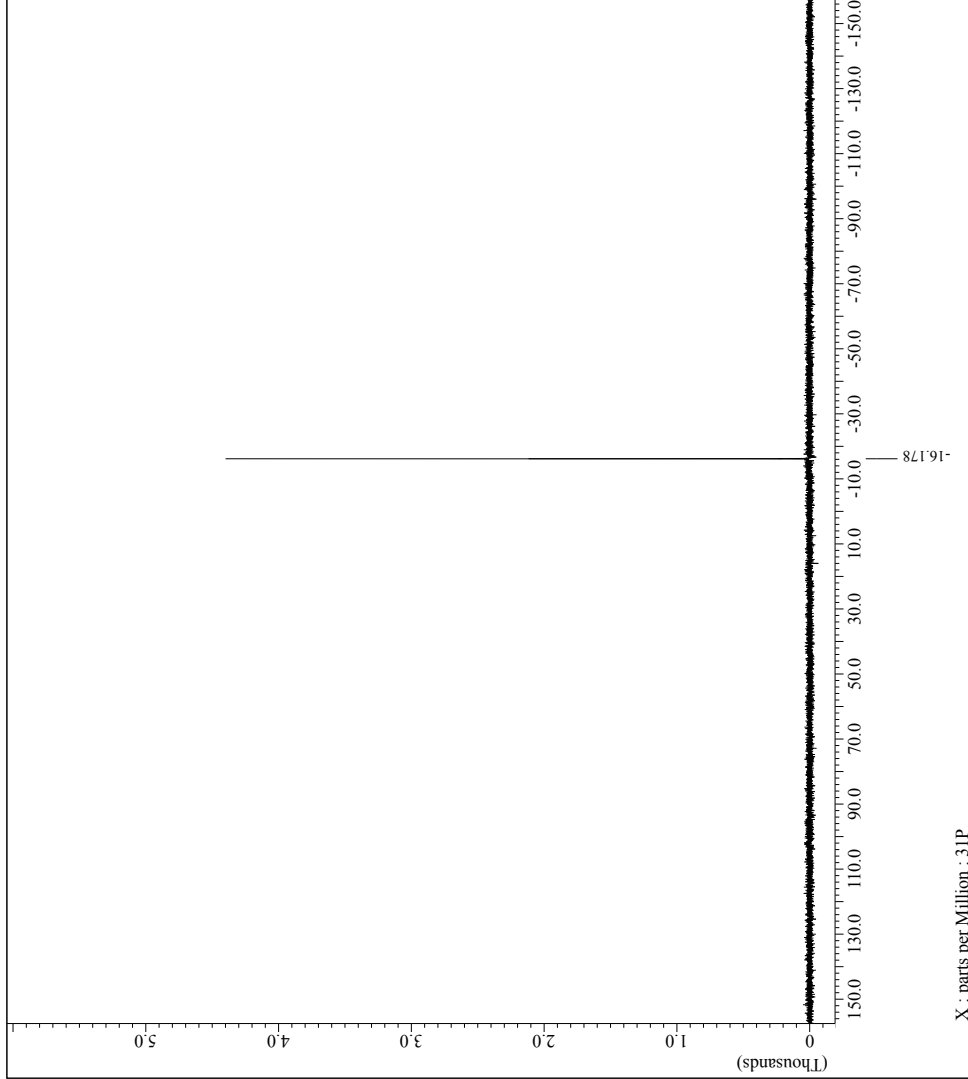
Filename = 4-0859c_1-6.jdf
Author = nmz
Experiment = zpgj30
Sample file, TopSpin 3.5
Solvent = CHLOROFORM-D
Revision_Time = 9-Jan-2001 18:08:00
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Date_Format = DD.MM.YYYY
Data_Size = 128 MB
X_Domain = 13C
X_Freq = 100.62640982
X_Offset = 11.0687881
X_Points = 32768
X_Prescans = 2
X_Sweep = 24.03846154 [KHz]
Scans = 256
Temp_Get = 297.36 [K]
Filter_Factor = 832





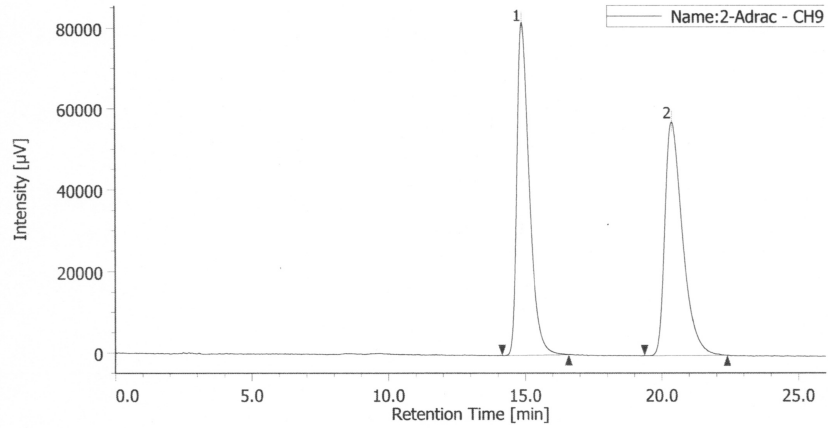
```
----- PROCESSING PARAMETERS -----
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )
zerofill( )
sfb( 0[bits], TRUE )
machinephase
ppm
```

```
Filename = 2329p_1-2_1.fdf
Author = nmrsu
Experiment = zpg30
Parameter file, TopSpin 3.5
Sample_Id = CHURCOB-D
Solvent = 15_OHR-201_16:46:36
Revision_Time =
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Data_Format = ID_COMPLEX
Data_Size = 37.66
Data_Units = 31P
Dim_Title = [ppm]
Dim_Units = X
Dimensions = X
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR
Field Strength = 9.39793489[T] (400[MHz])
X_Domain = 31P
X_Freq = 161.975595[MHz]
X_P1 = 0[Hz]
X_Offset = 0[Hz]
X_Points = 32768
X_Frescans = 1
X_Sweep = 51.02040816[MHz]
Scans = 8
Temp_Get = 289.3[K]
Filter_Factor = 392
```



X : parts per Million : 31P

クロマトグラム

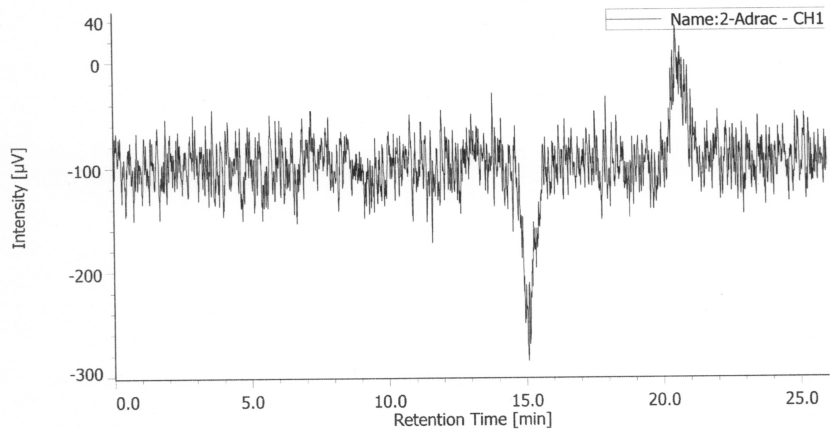


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/01/18 20:58:39
 コメント IA,1.5ml/min,Hex:2-Pro=98.2
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2021/01/18 19:55:05
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2_466463 koki
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 2-Adrac-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 270.0nm
 サンプリング間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	9	14.893	2584699	81897	50.083	58.820	N/A	5537	5.647	1.446	
2	Unknown	9	20.383	2576140	57335	49.917	41.180	N/A	5034	N/A	1.500	

クロマトグラム



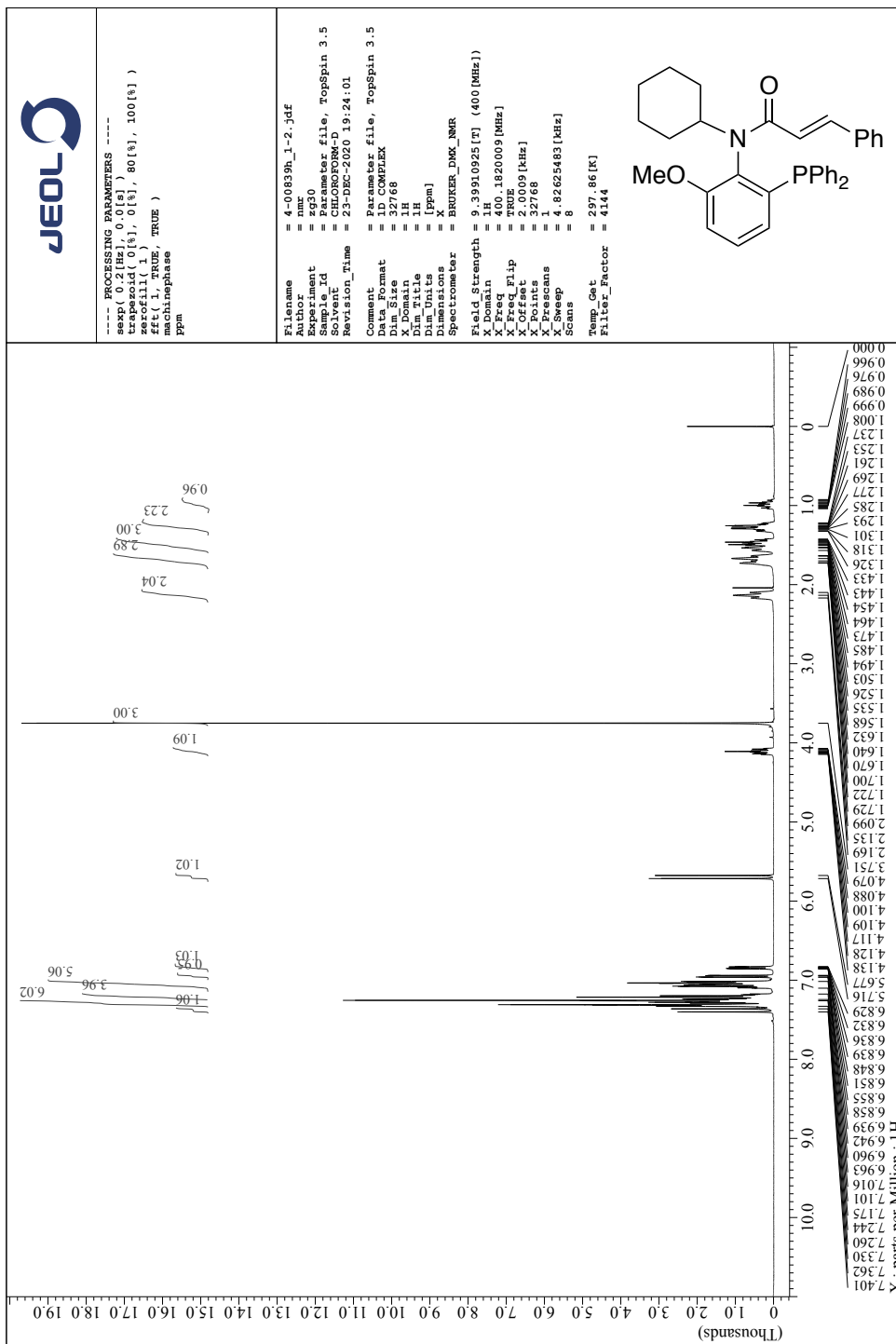
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2021/01/18 20:58:39
コメント	IA.1.5ml/min,Hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名	HPLC-2
測定日	2021/01/18 19:55:05
注入量	1.00 [μL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system2
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	2_466463 koki
コントロールメソッド	system2_2019
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

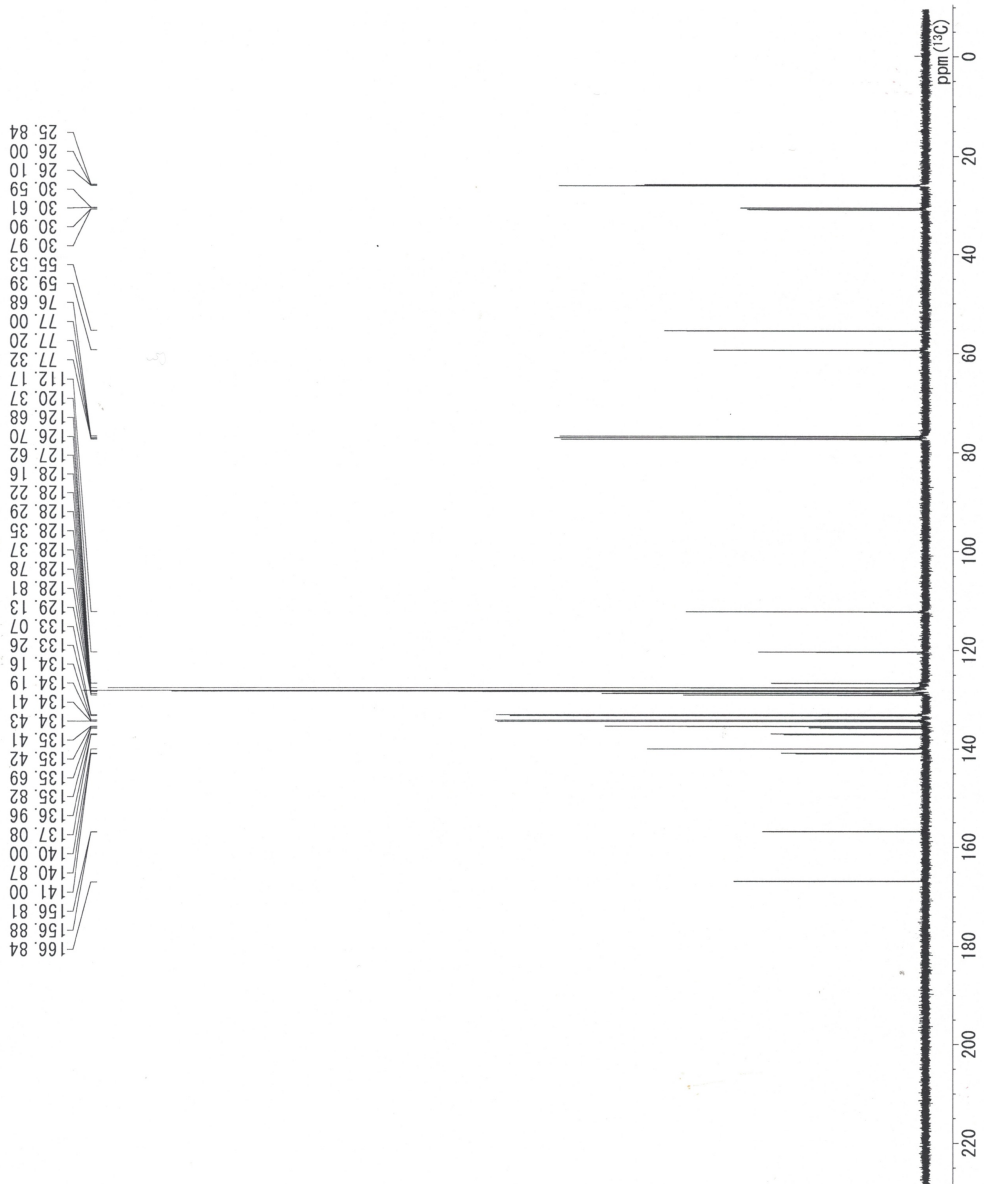
チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名	2-Adrac-CH1
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095-CD
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	

^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR, and chiral phase HPLC chart of (\pm)-*N*-(Cyclohexyl)-*N*-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide (\pm)-**1c**



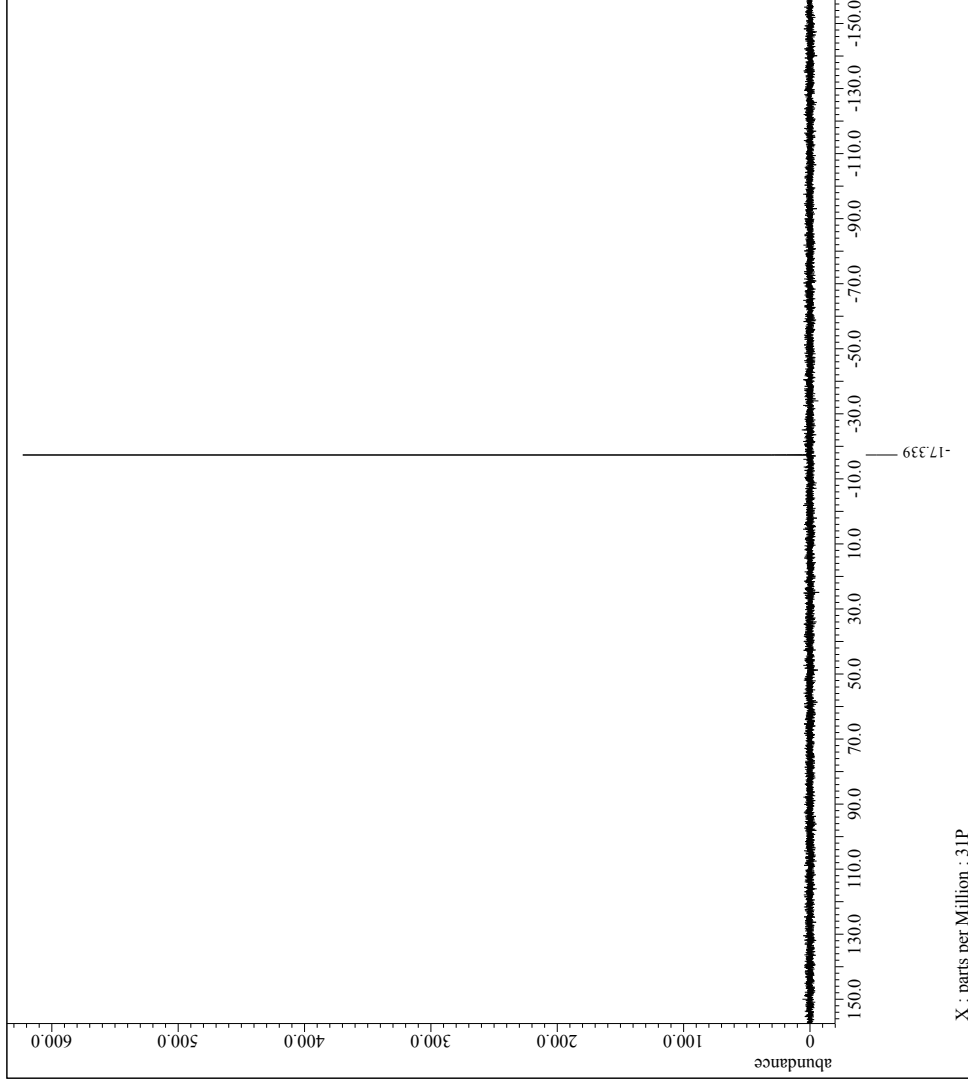
DFILF C:\VVOUSEI6\NMR\06MIN0202
 04-0086.CY1\F1.d
 DATIM 18/Sep/2020 00:01:03
 COMNT
 13C
 ORNUC Z6PG30
 EXMOD 100.63 MHz
 OBFRQ 0.0 MHz
 OBSET 11066.5 Hz
 OBFIN 131072 (ZeroFi
 POINT 11: x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PW1 10.0 μ s
 IRNUC OFF
 PROBHD Z108618_0111 (PA.BBO 4
 OOS1 BBF-H-D-05 Z PLUS)
 INSTRUM SPECT
 PULSPRG
 GRDPRG
 CTEMP 24.21 $^{\circ}$ C
 SOLVENT CDCl₃
 EXREF 77.0 ppm
 F2 0.25 Hz
 WINDOW Exponential
 RGAIN 203
 Operator:



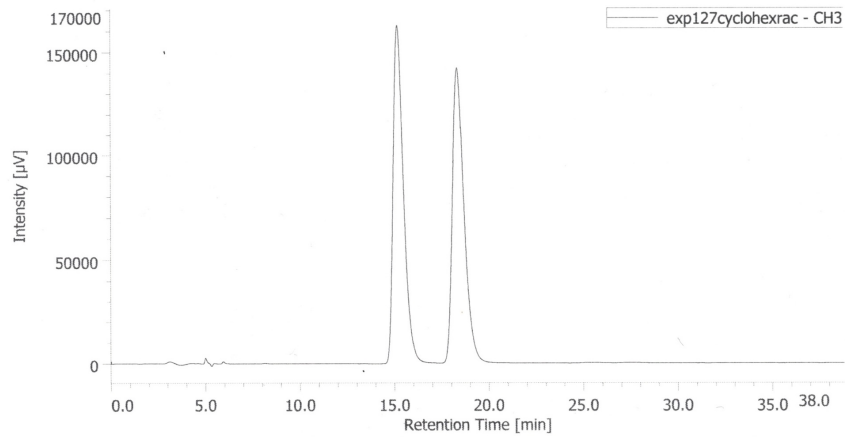


```
--- PROCESSING PARAMETERS ---  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
shift( 0, TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 4-0839p_1-1.jdf  
Author = nmc  
Experiment = zpgq30  
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5  
Solvent = H2O@300  
Revision_Time = 27-OCT-2020 19:48:17  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Data_Format = 1D, COMPLEX  
Data_Size = 32768  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = 31P  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925[T] (400[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Freq = 161.995835[MHz]  
X_P1 = 1000000000  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 1  
X_Sweep = 51.02040816[MHz]  
Scans = 8  
Temp_Get = 297.96[K]  
Filter_Factor = 392
```



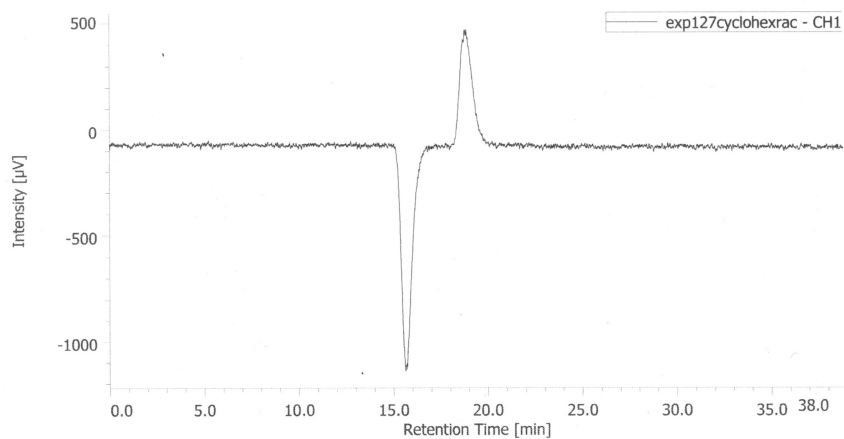
クロマトグラム



クロマトグラム情報
ユーザー名 3385
更新日時 2020/09/17 17:07:59
コメント OD-H, 0.8 mL/min, hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名 SYSTEM-3
測定日 2020/09/17 16:29:09
注入量 1.0 [μL]
サンプル# 1
プロジェクト名 2019system3
取込時間 180.0 [min]
測定シーケンス 3-650 koki
コントロールメソッド 2019system3
ピークIDテーブル
検量線テーブル
追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
クロマトグラム名 exp127cyclohexrac-CH3
サンプル名
チャンネル名 UV-2075
サンプリング間隔 500 [msec]
波形処理メソッド

クロマトグラム



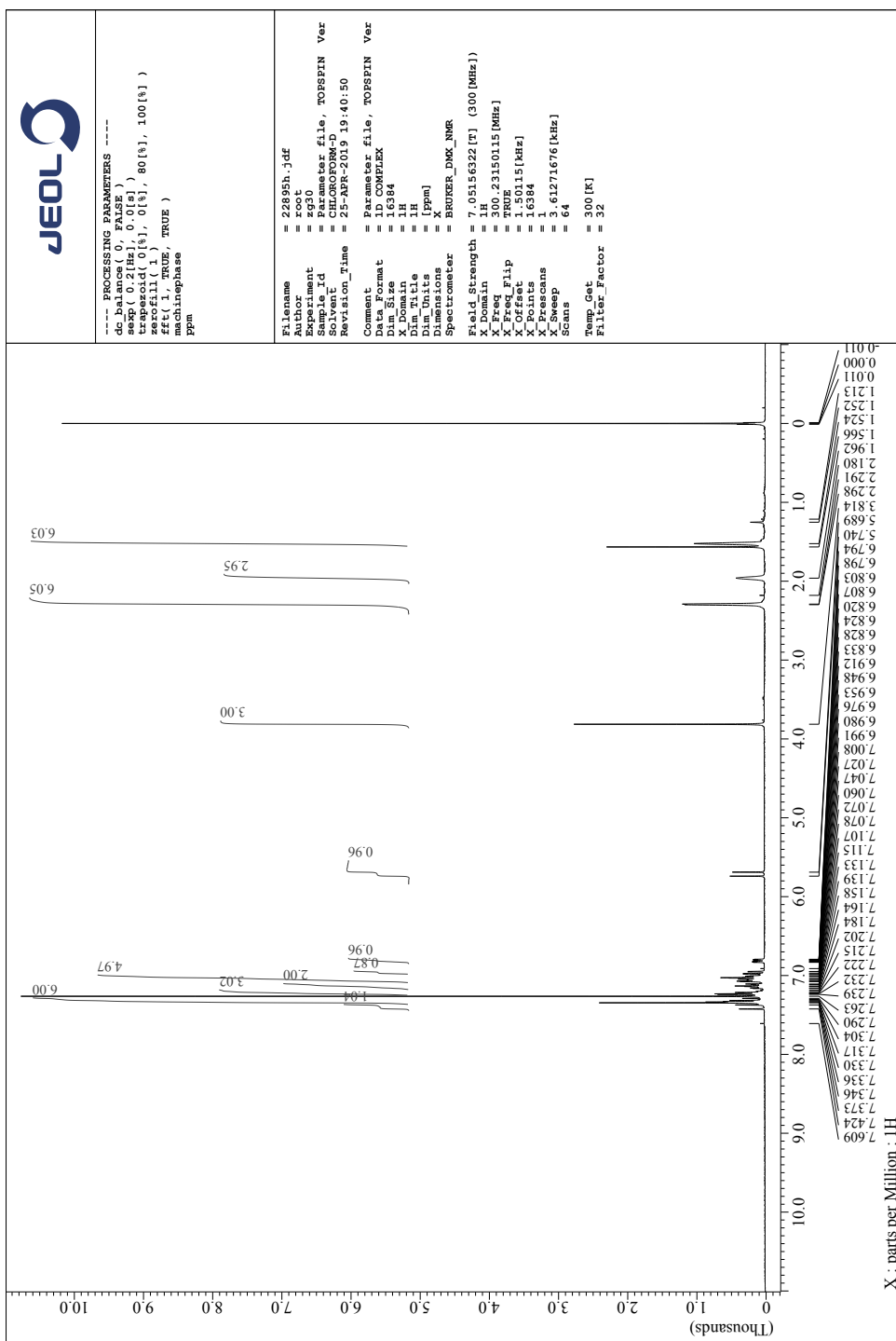
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2020/09/17 17:07:59
コメント	OD-H. 0.8 mL/min, hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名	SYSTEM-3
測定日	2020/09/17 16:29:09
注入量	1.0 [μL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system3
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	3-650 koki
コントロールメソッド	2019system3
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

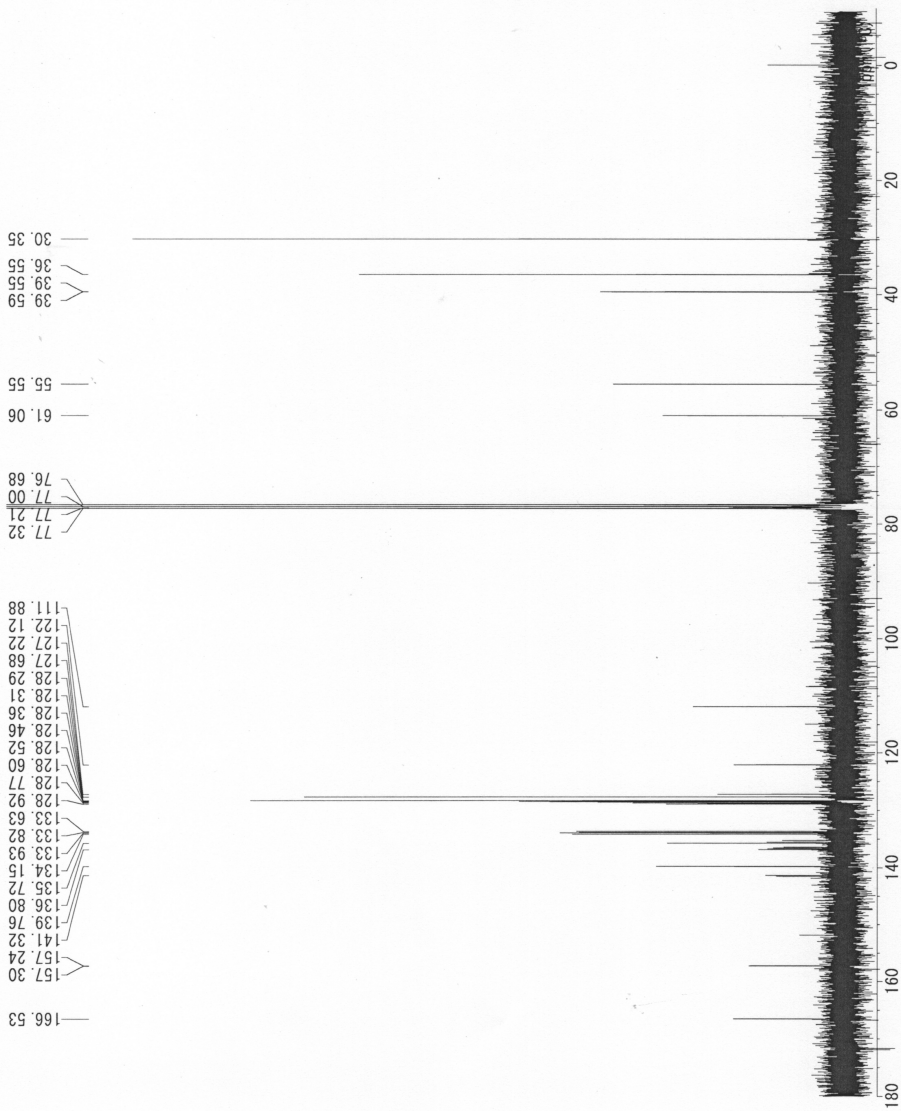
チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名	exp127cyclohexrac-CH1
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095_CD
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	

^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR, and chiral phase HPLC chart of (-)-*N*-(Adamantan-1-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((-)-**1a**)



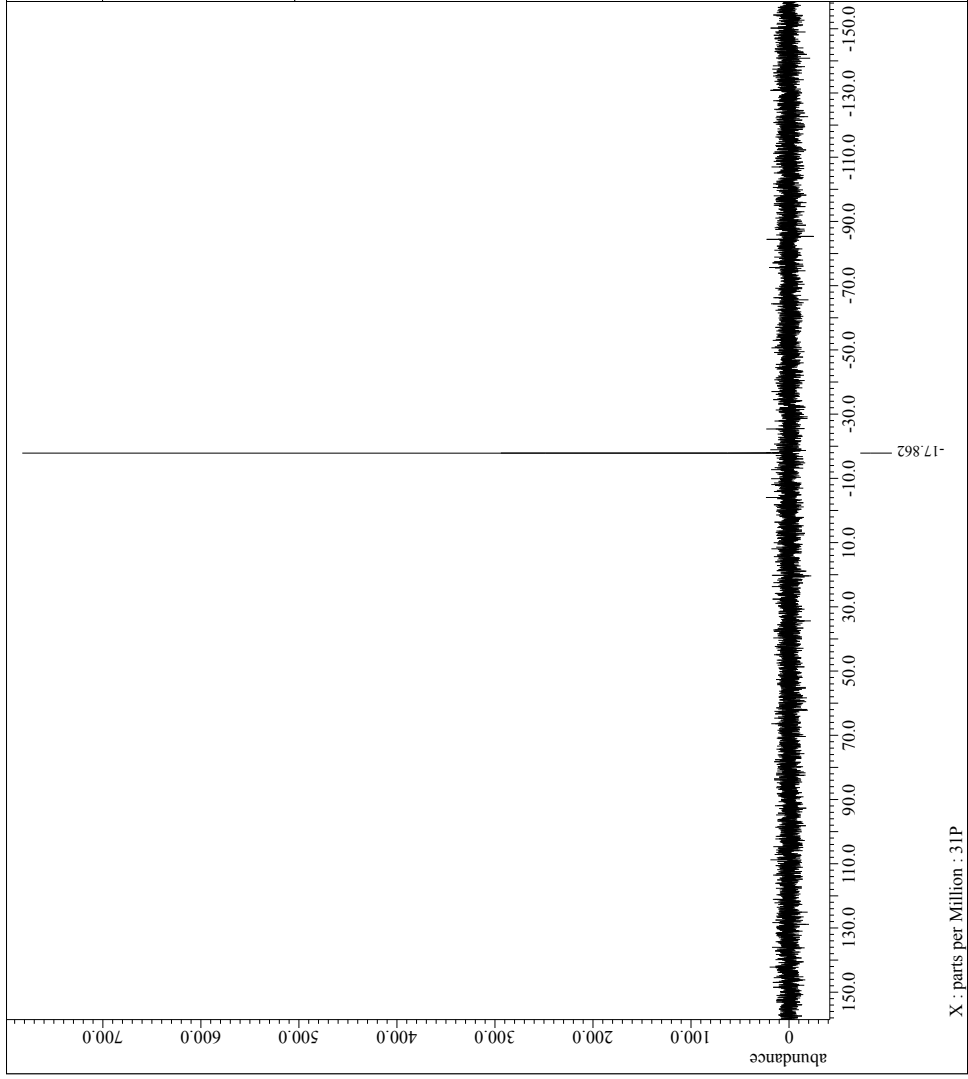
DPFILE C:\VYOUSEI\NMR\06\IN0201
 84-0035CV1111d
 DATE 29/Jun/2019 18:49:26
 COM1
¹³C
 ZGPC30
 EXMOD 100.63 MHz
 OBFREQ 0.0 kHz
 OBSET 11066.5 Hz
 OBFIN 131072 (ZeroF1
 POINT 1:*)
 FREQ1 24038.46 Hz
 SCANS 512
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PW1 10.0 μs
 TRNLC OFF
 PROBD 2108618.0111 (PA BBO 4
 OOS1 BFF-H-D-05.Z PLUS)
 INST100
 PULPROG
 GRDPRG
 CTEMP 25.21 °C
 SLVNT CDCL3
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.25 Hz
 WINDOW Exponential
 RGAIN 203
 Operator



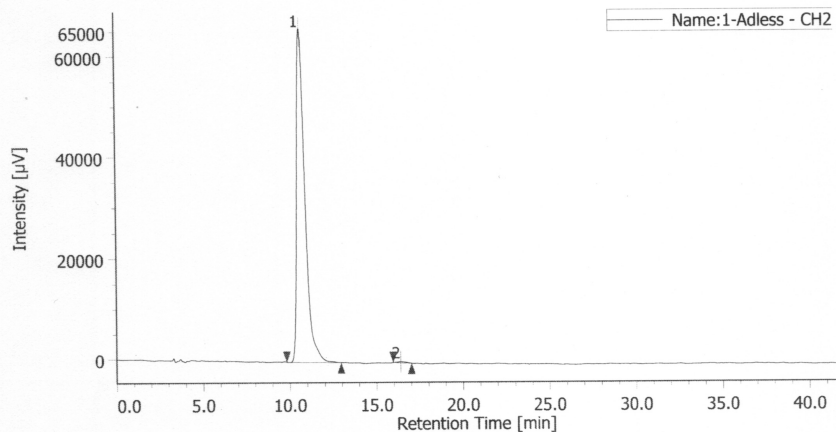


```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
set( file, ' ' )  
set( TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 22899p.jdf  
Author = root  
Experiment = zq9q30  
Sample_Id = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Spectrum = 22899p.jdf  
Revision_Time = 12-APR-2019 13:49:30  
Comment = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Data_Format = D COMPLEX  
S = 68  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = 31P  
Dim_Units = [ppm]  
Spectrum = BRUKER DMX_NMR  
Field_Strength = 7.05156322[T] (300[MHz])  
X_Domain = 31P 535182[MHz]  
X_Offset = TRUE  
X_Freq_Flip = TRUE  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Fscans = 8  
X_Temp = 38.53566457[KHz]  
SCANS = 8  
Temp_Get = 300[K]  
Filter_Factor = 3
```



クロマトグラム

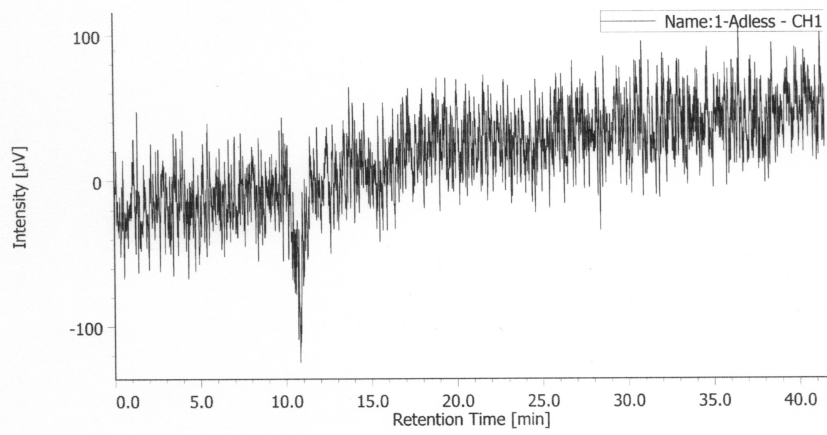


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/01/20 13:26:18
 コメント OD-H,1.0ml/min,Hex:2-Pro=98:2
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2021/01/20 12:44:44
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2_466471 koki
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 1-Adless-CH2
 サンプル名
 チャンネル名 CD-2095-UV
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	2	10.683	2141953	66196	99.667	99.678	N/A	2793	6.356		1.492
2	Unknown	2	16.392	7166	214	0.333	0.322	N/A	4365	N/A		1.205

クロマトグラム



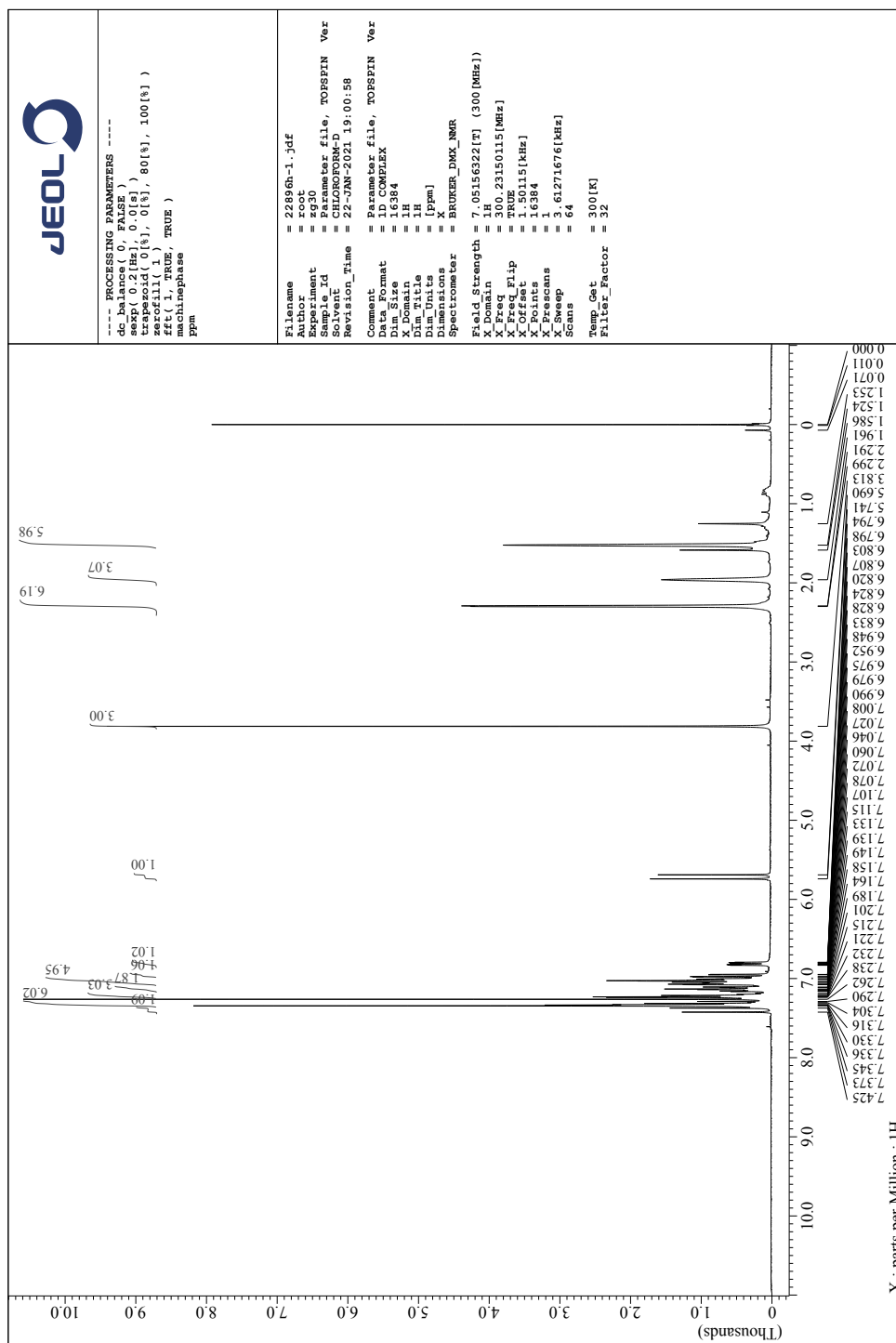
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2021/01/20 13:26:18
コメント	OD-H,1.0ml/min,Hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名	HPLC-2
測定日	2021/01/20 12:44:44
注入量	1.00 [µL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system2
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	2_466471 koki
コントロールメソッド	system2_2019
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

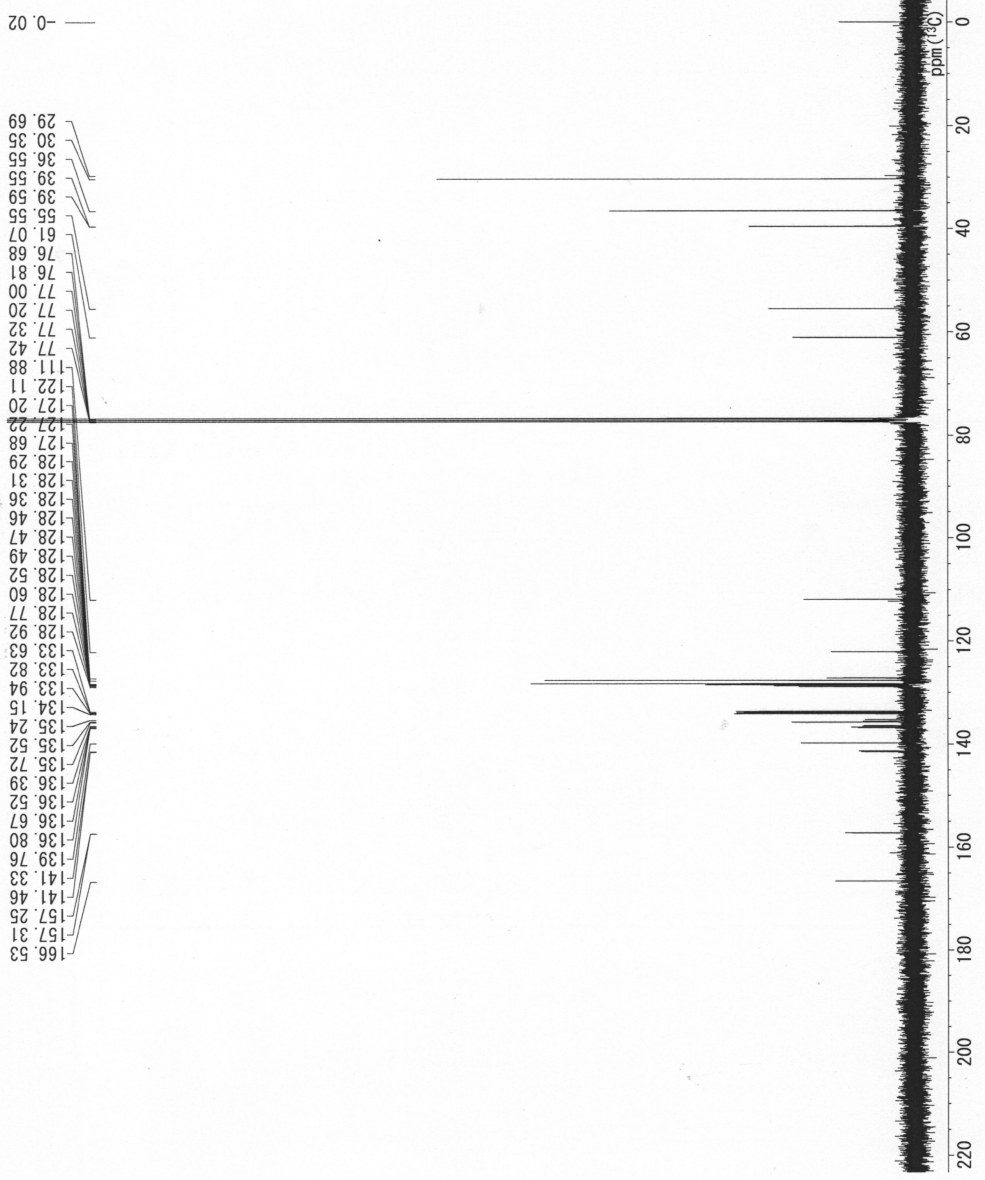
チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名	1-Adless-CH1
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095-CD
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	

¹H, ¹³C and ³¹P NMR, and chiral phase HPLC chart of (+)-N-(Adamantan-1-yl)-N-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((+)-**1a**)



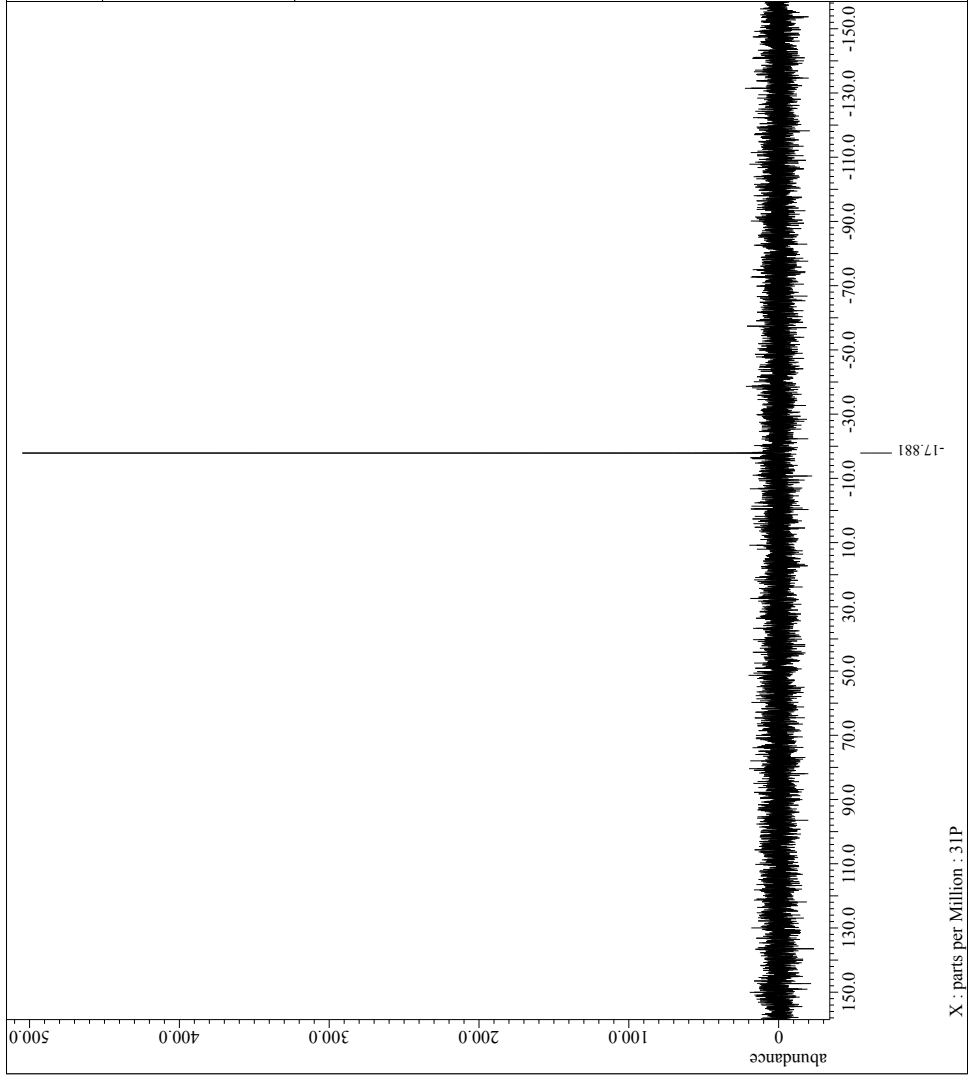
DFILE C:\KYOU\SEI\6NRV06\MINO201
 874-00381C\1\Fid
 DATIM 05/Mar/2019 21:22:06
 COMNT
 OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30
 OBFREQ 100.63 MHz
 OBSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072 (ZeroF1
 11:~4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 1024
 PCQTM 1.3631 s
 PUL 2.0 s
 PW 10.0 μ s
 IRENUC OFF
 PROGRD 7108618.0111 (PA BB0 4
 00S1 BBF-H-D-05.7 PLUS)
 SPECT
 INSTRUM
 PULPROG
 GROPROC
 CTEMP 25.71 $^{\circ}$ C
 SLVNT CDCl₃
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.25 Hz
 WINDOW Exponential
 RGAIN 203
 Operator _____





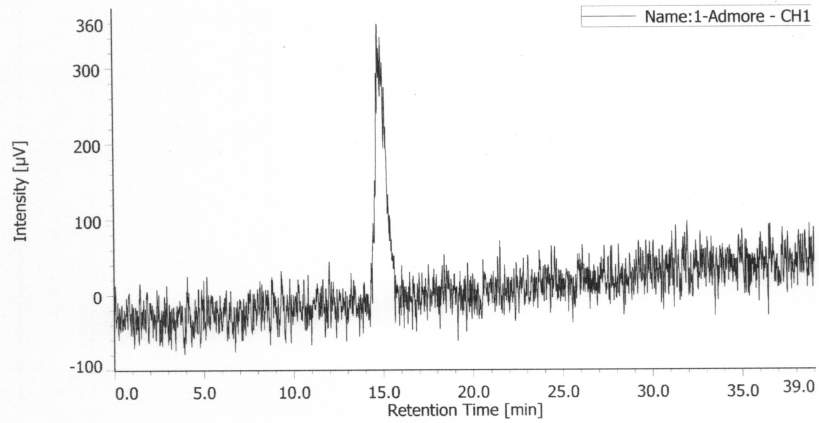
```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
setfill( )  
set( TRUE, TRUE )  
machinename  
ppm
```

```
Filename = 22896p.jdf  
Author = root  
Experiment = zq9q30  
Sample_Id = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Spectrum = 22896p.jdf  
Revision_Time = 12-APR-2019 13:45:57  
Comment = Parameter file, TOPSPIN Ver  
Data_Format = D COMPLEX  
S = 32768  
X_Domain = 31P  
Dim_1 = 31P  
Dim_Title = [ppm]  
Dim_Units = [ppm]  
Dimension = 1  
Spectrum = BRUKER_DMX_NMR  
Field_Strength = 7.05156322[T] (300[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Offset = 535182[MHz]  
X_Freq_Flip = TRUE  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Freqs = 38.53566457[MHz]  
X_Scans = 8  
Temp_Get = 300[K]  
Filter_Factor = 3
```



X : parts per Million : 31P

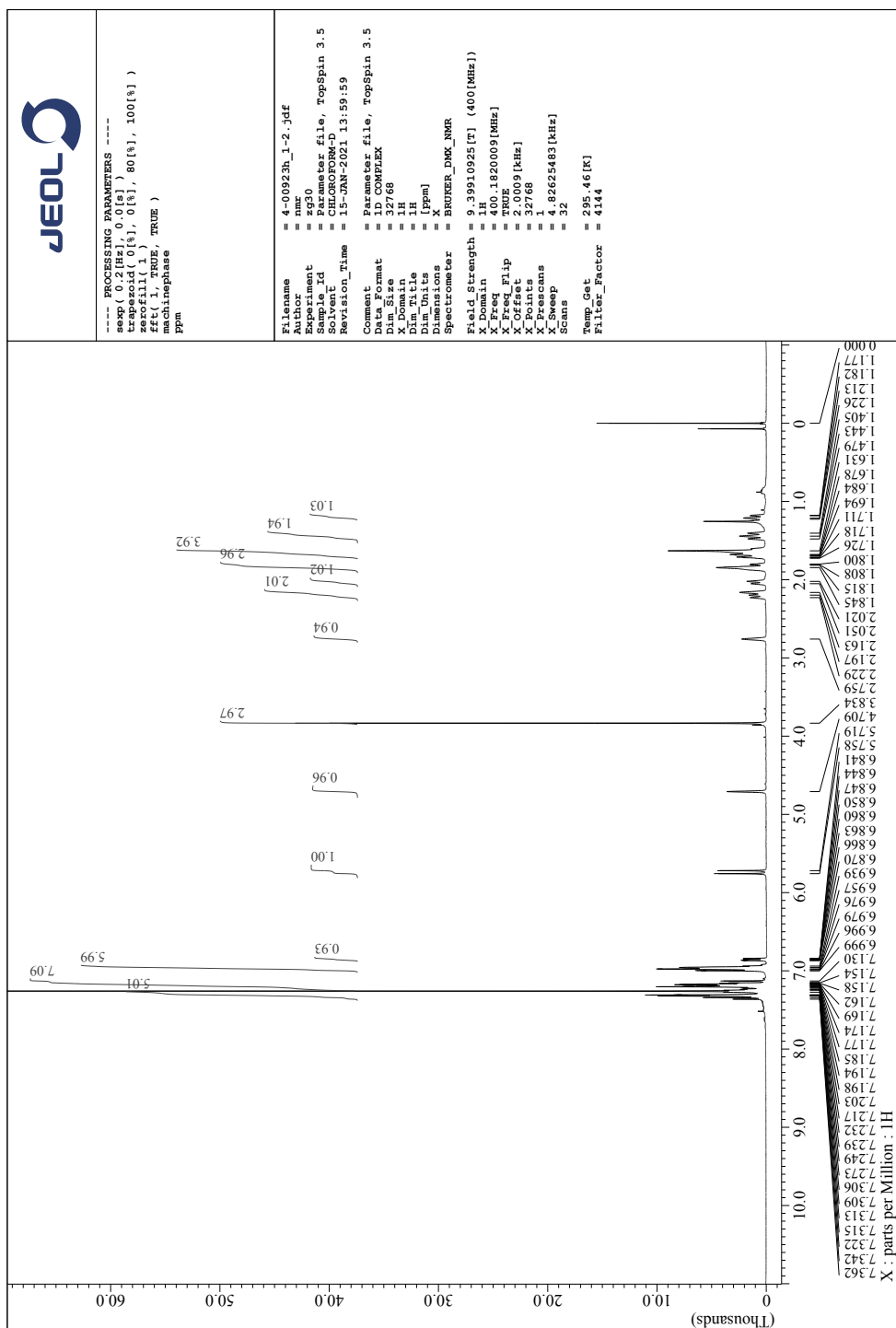
クロマトグラム



クロマトグラム情報
ユーザー名 3385
更新日時 2021/01/19 15:51:20
コメント OD-H,1.0ml/min,Hex:2-Pro=98.2
HPLC システム名 HPLC-2
測定日 2021/01/19 15:12:16
注入量 1.00 [μL]
サンプル# 1
プロジェクト名 2019system2
取込時間 180.0 [min]
測定シーケンス 2_466465 koki
ピークIDテーブル system2_2019
検量線テーブル
追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
クロマトグラム名 1-Admore-CH1
サンプル名
チャンネル名 OD-2095-CD
サンプリング間隔 500 [msec]
波形処理メソッド

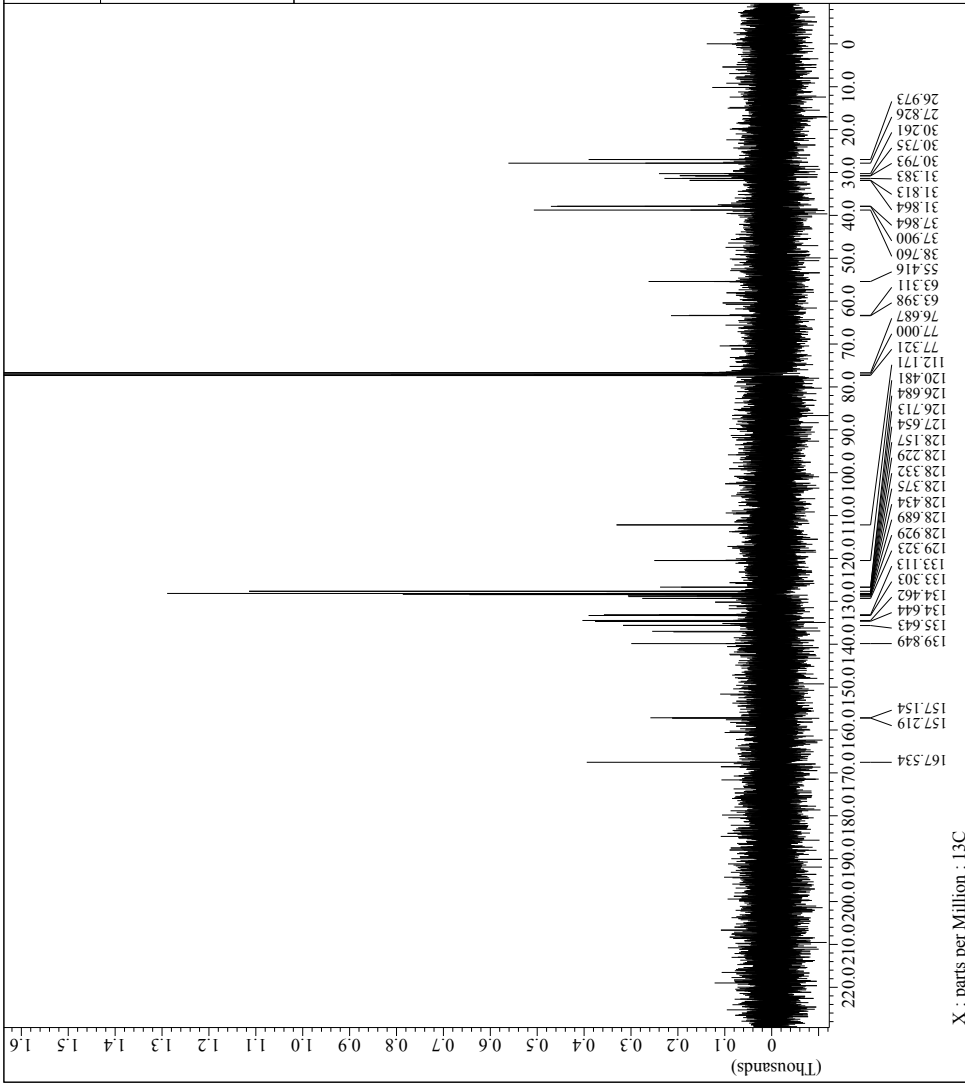
^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR, and chiral phase HPLC chart of (+)-*N*-(Adamantan-2-yl)-*N*-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((+)-**1b**)





```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( )  
sfb( 1[Hz], TRUE )  
machinephase  
ppm
```

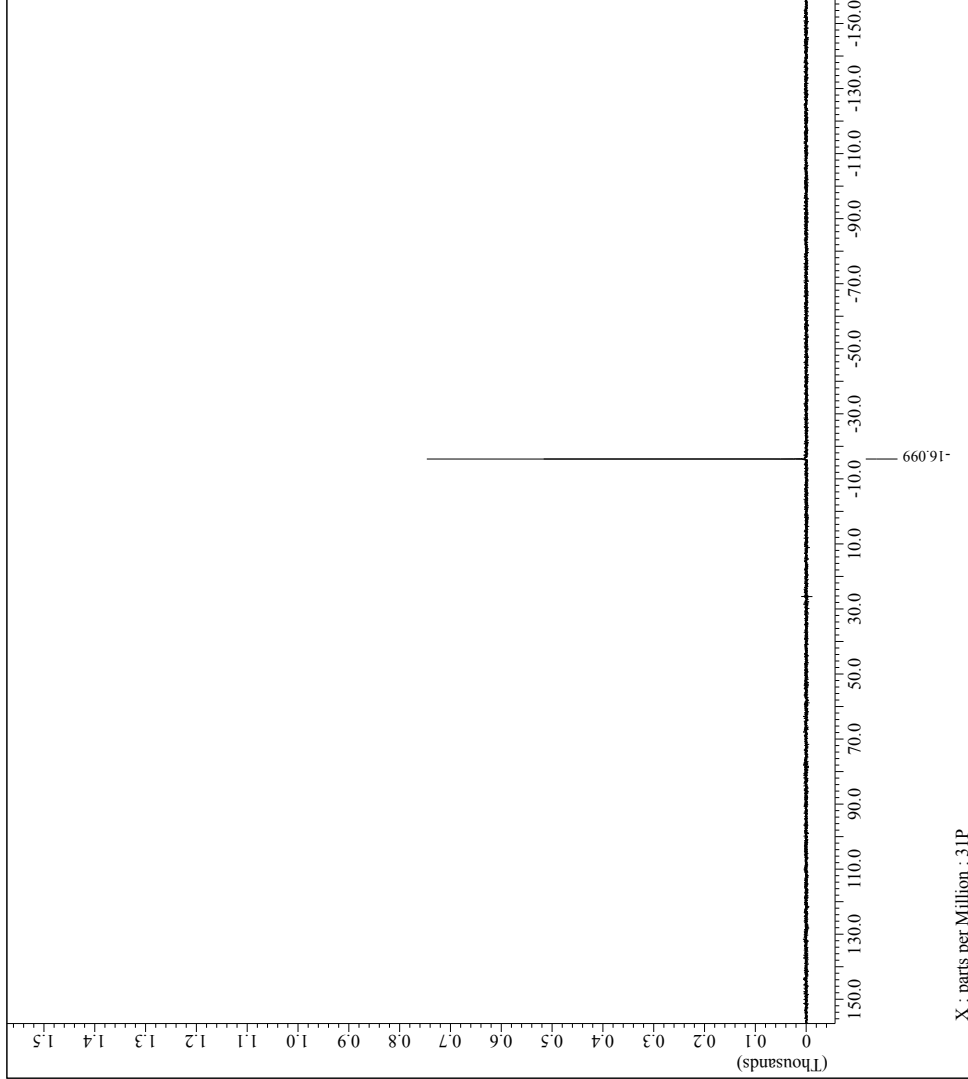
```
Filename = 4-00923c_1-2.jdf  
Author = nmz  
Experiment = zpgq30  
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5  
Solvent = CHLOROFORM-D  
Revision_Time = 15-Jan-2011 14:16:32  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = ID_COMPLEX  
Data_Size = 15.68  
X_Domain = 13C  
Dim_Title = 13C  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925 [T] (400[MHz])  
X_Domain = 13C  
X_Freq = 100.63640982 [MHz]  
X_P1 = 12.50 [us]  
X_P2 = 12.50 [us]  
X_Offset = 11.068788 [kHz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 2  
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]  
Scans = 236  
Temp_Get = 296.16 [K]  
Filter_Factor = 832
```



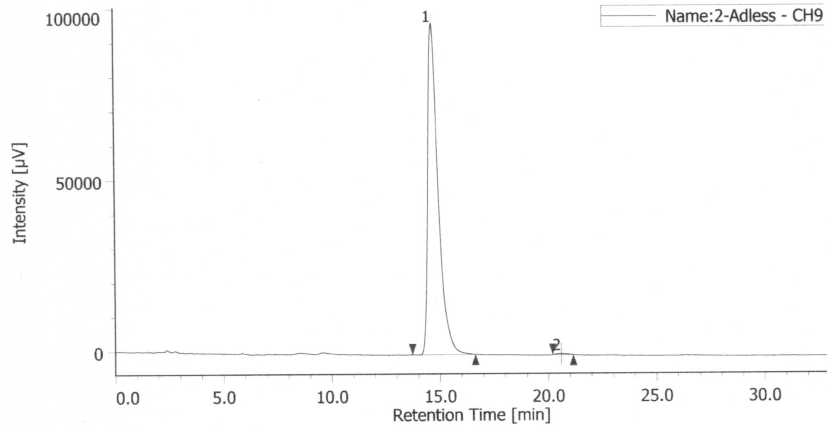


```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( )  
sfb( 0, TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 4-0923p_1-2.jdf  
Author = nmc  
Experiment = zpgj30  
Parameter file, TopSpin 3.5  
Sample_Id = CHURCOB-D-  
Solvent = 15-0HR-201 14:22:58  
Revision_Time  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = ID_COMPLEX  
Data_Size = 31768  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = 31P  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field Strength = 9.39910925 [T] (400[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Freq = 161.995835 [MHz]  
X_P1 = 0.0 [Hz]  
X_Offset = 0 [Hz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 1  
X_Sweep = 51.02040816 [kHz]  
Scans = 8  
Temp_Get = 295.56 [K]  
Filter_Factor = 392
```



クロマトグラム

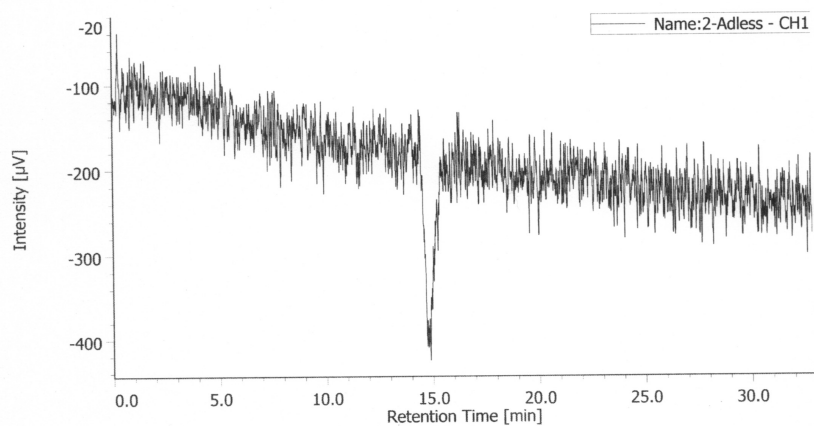


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/01/18 20:58:38
 コメント IA,1.5ml/min,Hex:2-Pro=98.2
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2021/01/18 18:02:59
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2,466460 koki
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 2-Adless-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 270.0nm
 サンプリング間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シノドリー係数	警告
1	Unknown	9	14.683	3228463	96616	99.692	99.690	N/A	4913	6.278	1.551	
2	Unknown	9	20.587	9965	301	0.308	0.310	N/A	6179	N/A	1.218	

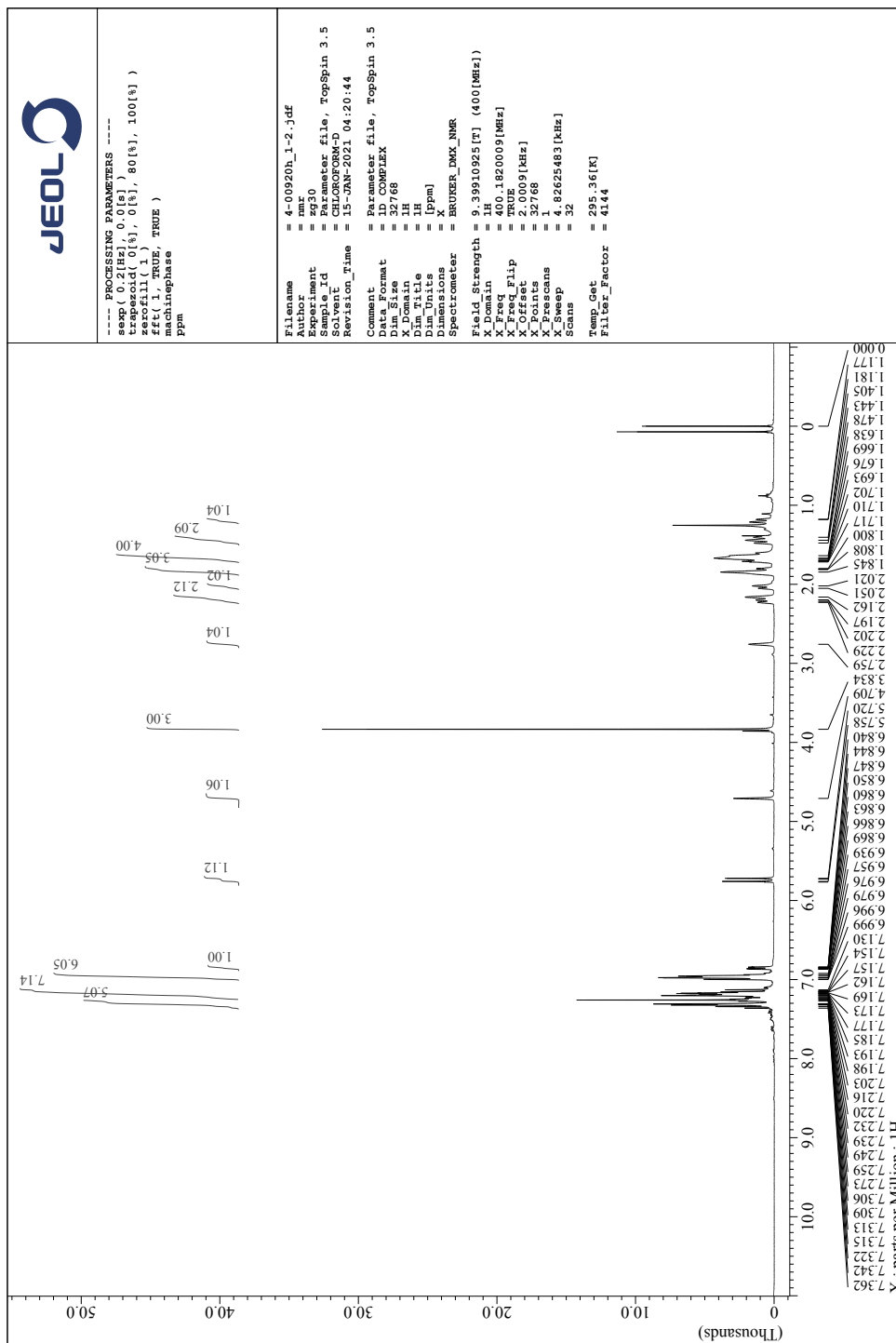
クロマトグラム



クロマトグラム情報
ユーザー名 3385
更新日時 2021/01/18 20:58:38
コメント IA,1.5ml/min,Hex:2-Pro=98.2
HPLC システム名 HPLC-2
測定日 2021/01/18 18:02:59
注入量 1.00 [μL]
サンプル# 1
プロジェクト名 2019system2
取込時間 180.0 [min]
測定シーケンス 2.466460 koki
コントロールメソッド system2_2019
ピークIDテーブル
検量線テーブル
追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
クロマトグラム名 2-Adless-CH1
サンプル名
チャンネル名 CD-2095-CD
サンプリング間隔 500 [msec]
波形処理メソッド

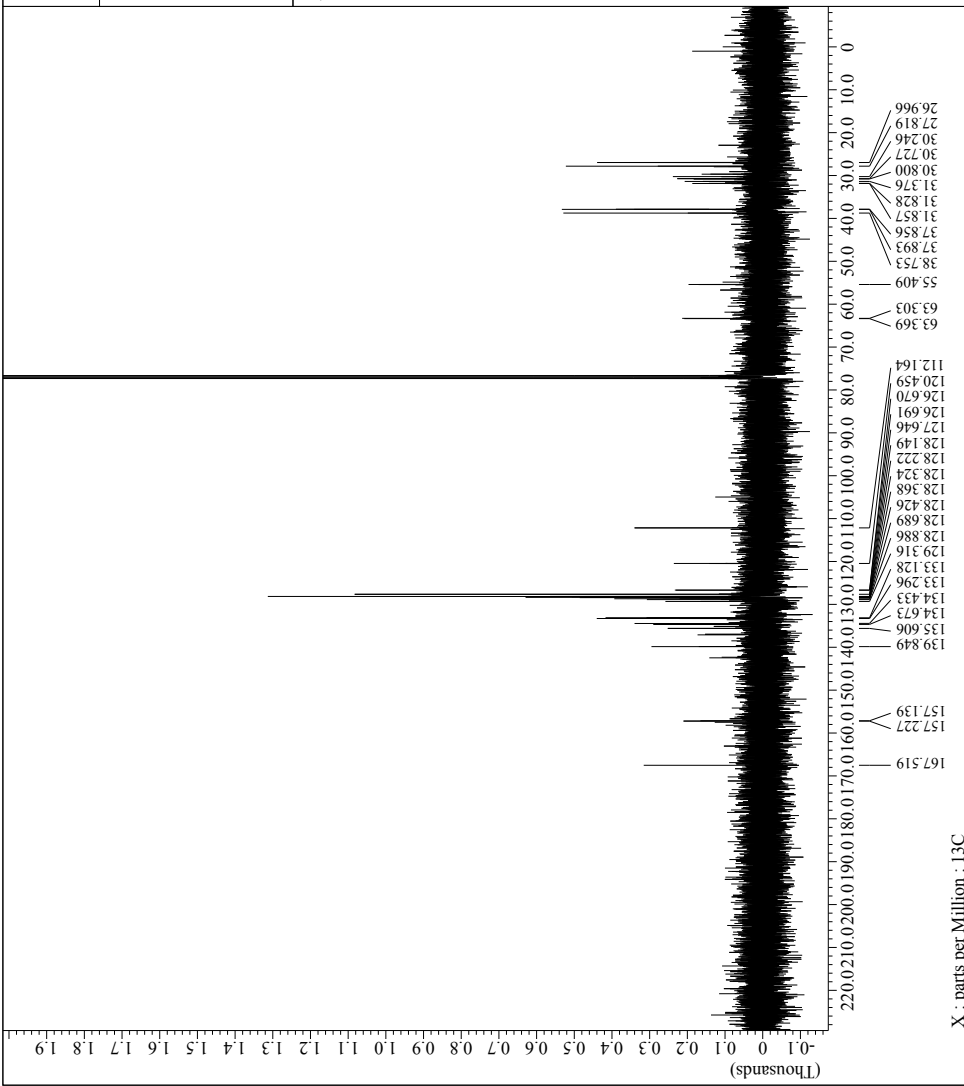
¹H, ¹³C and ³¹P NMR, and chiral phase HPLC chart of (-)-N-(Adamantan-2-yl)-N-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((-)-**1b**)





```
----- PROCESSING PARAMETERS -----
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )
zerofill( )
gpc( 100, TRUE )
machinephase
ppm
```

```
Filename = 4-00920c_1-3.jdf
Author = nmz
Experiment = zpgj30
Parameter file, TopSpin 3.5
Sample_Id = CHURCH&D-1
Solvent = 15_uhr-201_04.37.28
Revision_Time =
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Date_Format = ID_COMPLEX
File_Size = 136
X_Domain = 13C
X_Freq = 100.62640982
X_Offset = 11.0687881
X_Phase = 2
X_Points = 32768
X_Prescans = 24.03846154
X_Sweep = 236
Scans =
Temp_Get = 295.76[K]
Filter_Factor = 832
```





```

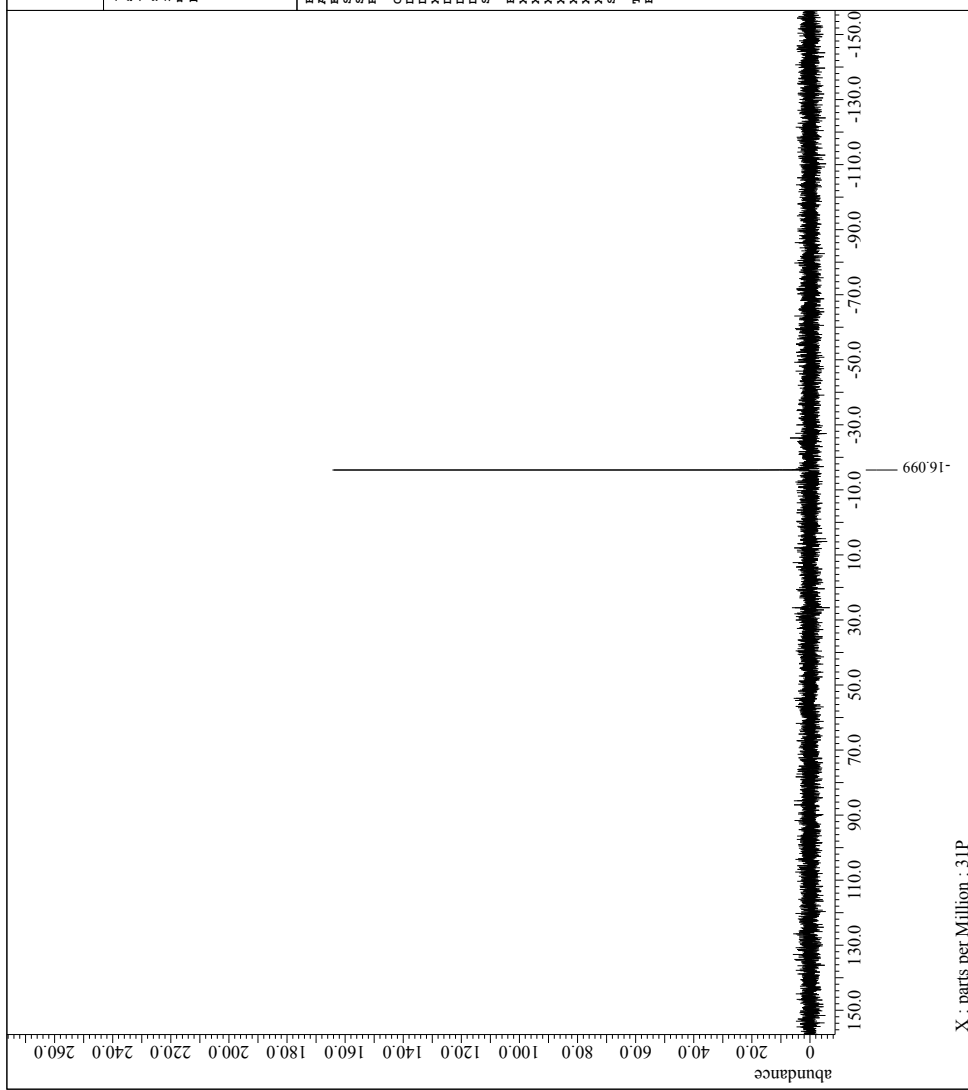
---- PROCESSING PARAMETERS ----
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )
zerofill( 0 )
sfb( 16[bits], TRUE )
machinephase
ppm

```

```

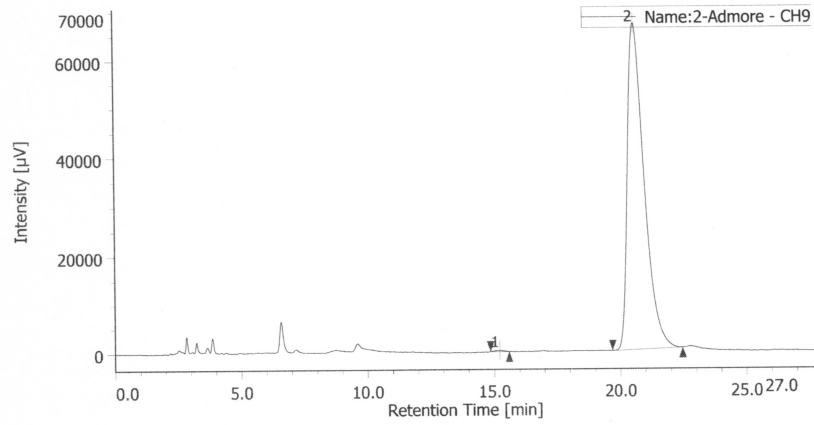
Filename = 4-00920p_1-2.jdf
Author = nmc
Experiment = zpqj30
Parameter file, TopSpin 3.5
Sample_Id = CHURCOB-D-
Solvent = CHURCOB-D-
Revision_Time = 15-Jan-2001 04:40:25
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Data_Format = ID_COMPLEX
Data_Size = 31768
X_Domain = 31P
Dim_Title =
Dim_Units = [ppm]
Dimensions = X
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR
Field Strength = 9.39910925[T] (400[Mhz])
X_Domain = 31P
X_Freq = 161.995835[Mhz]
X_P1 = 161.995835[Mhz]
X_Offset = 0[Hz]
X_Points = 32768
X_Frescans = 1
X_Sweep = 51.02040816[Mhz]
Scans = 8
Temp_Get = 295.46[K]
Filter_Factor = 392

```



X : parts per Million : 31P

クロマトグラム

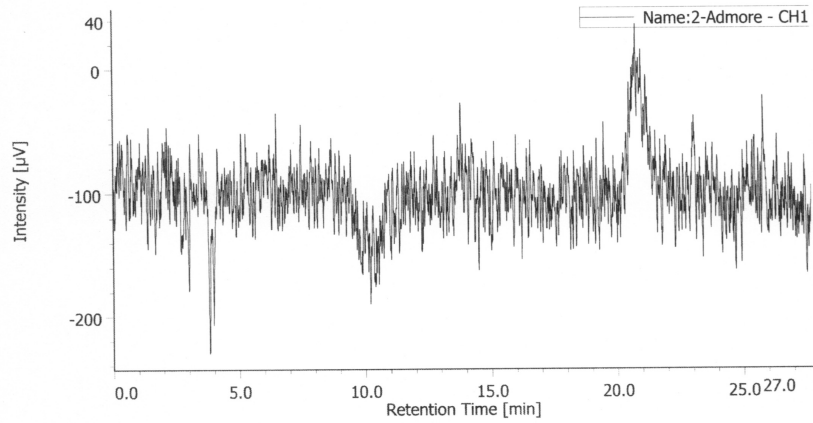


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/01/18 20:58:38
 コメント IA,1.5ml/min,Hex:2-Pro=98:2
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2021/01/18 19:14:11
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2.466462 koki
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 2-Admore-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 270.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	TR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定置値	NTP	分離度	シフト	係数	警告
1	Unknown	9	15.207	5576	226	0.182	0.337	N/A	6274	5.555			0.997
2	Unknown	9	20.600	3060459	66834	99.818	99.663	N/A	4884	N/A			1.512

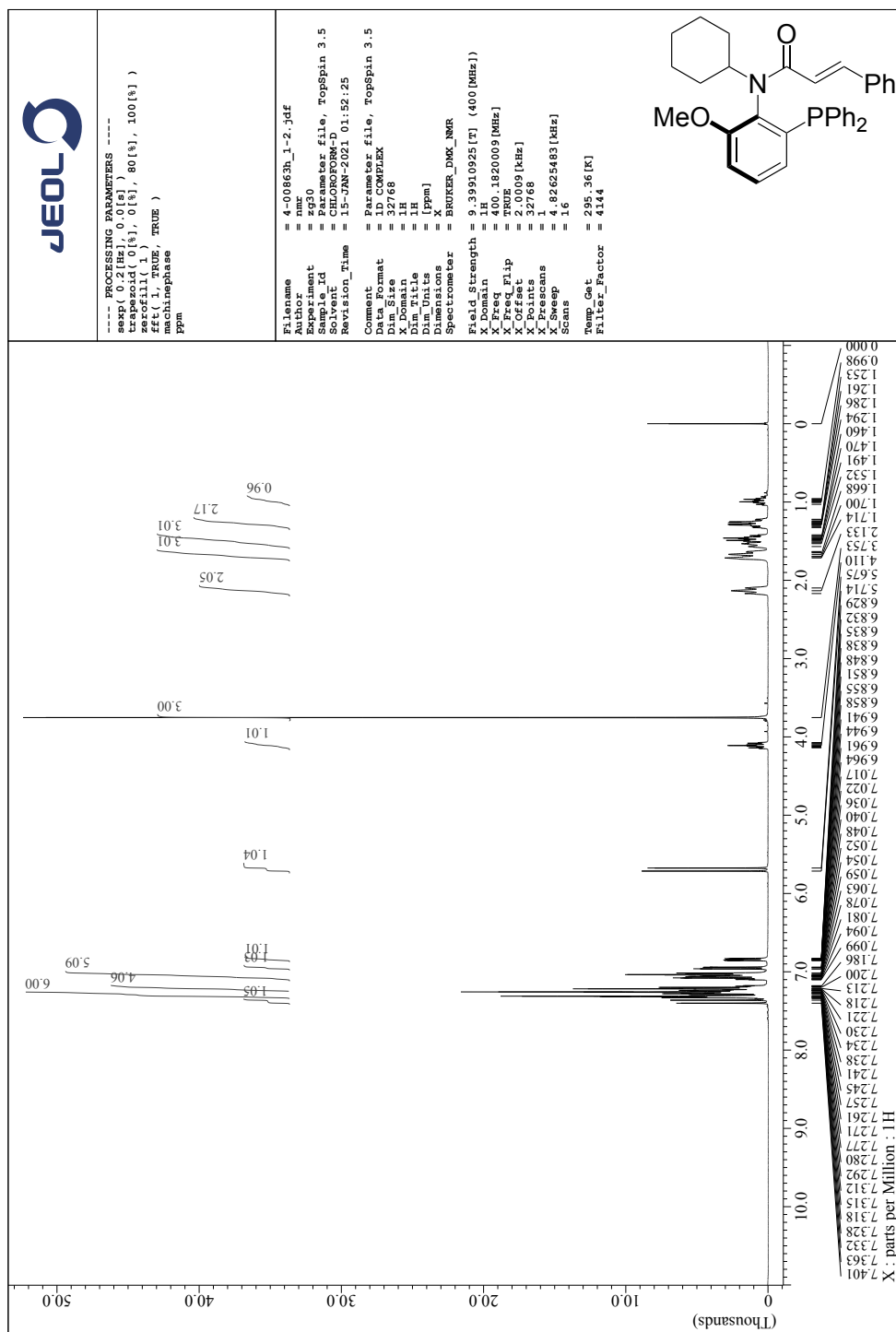
クロマトグラム



クロマトグラム情報
ユーザー名 3385
更新日時 2021/01/18 20:58:38
コメント IA,1.5ml/min,Hex:2-Pro=98:2
HPLC システム名 HPLC-2
測定日 2021/01/18 19:14:11
注入量 1.00 [μL]
サンプル# 1
プロジェクト名 2019system2
取込時間 180.0 [min]
測定シーケンス 2_466462 koki
コントロールメソッド system2_2019
ピークIDテーブル
検量線テーブル
追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
クロマトグラム名 2-Admore-CH1
サンプル名
チャンネル名 CD-2095-CD
サンプリング間隔 500 [msec]
波形処理メソッド

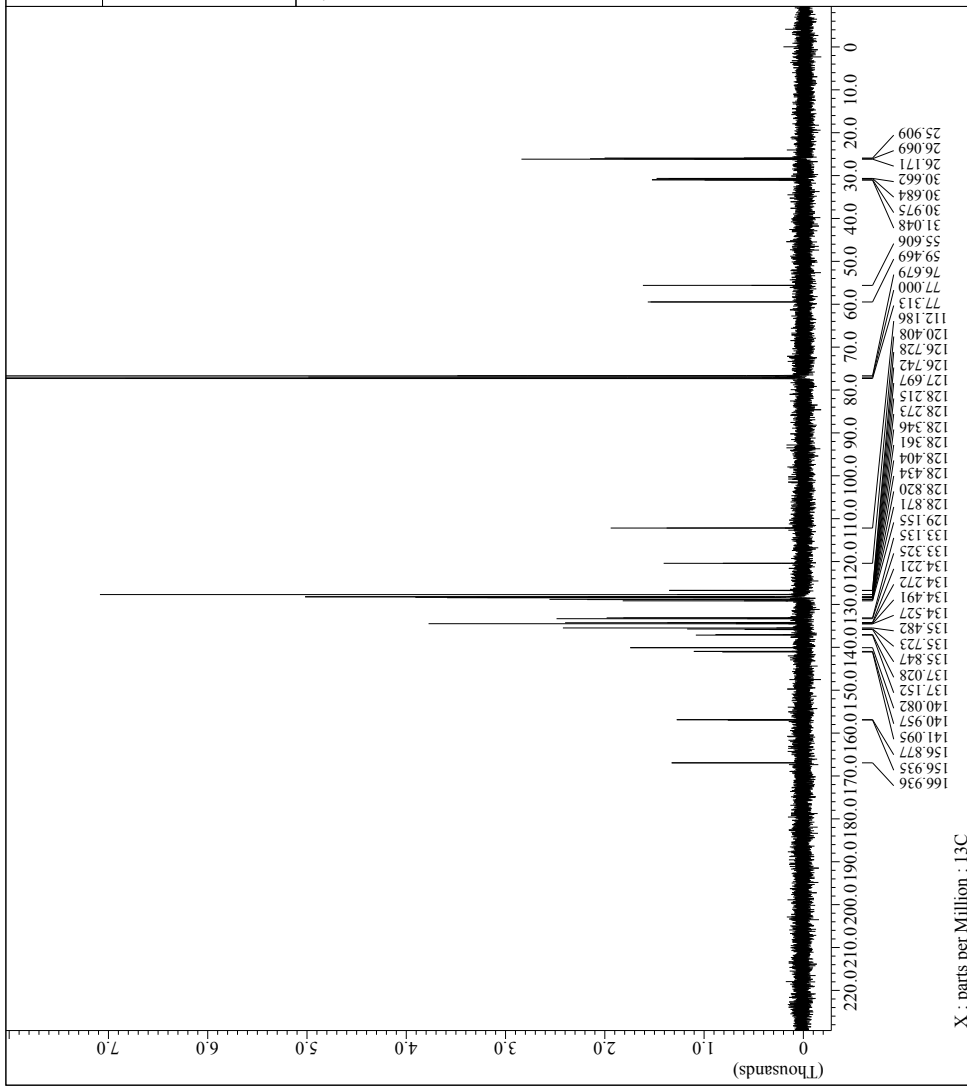
¹H, ¹³C and ³¹P NMR, and chiral phase HPLC chart of (aR)-(-)-N-(Cyclohexyl)-N-(2-(diphenylphosphaneyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((aR)-(-)-1c)





```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
sfb( 0, TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

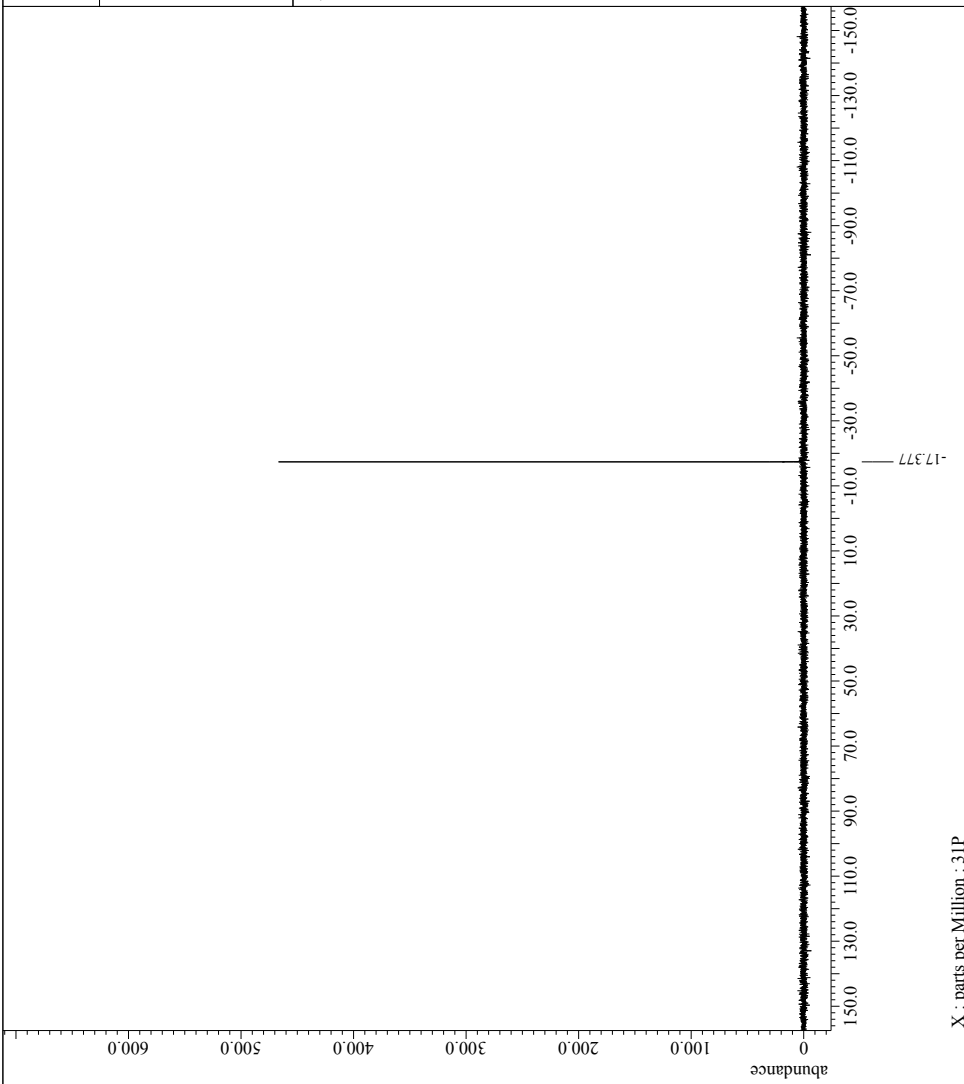
```
Filename = 4-0863c_1-3.jdf  
Author = nmz  
Experiment = zpgq30  
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5  
Solvent = CHLOROFORM-D  
Revision_Time = 15-Jan-2011 02:16:21  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = DD.MM.YYYY  
F2_Size = 128.68  
F2_Domain = 13C  
Dim_Title = 13C  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925 [T] (400[MHz])  
X_Domain = 13C  
X_Freq = 100.62640982 [MHz]  
X_Offset = 0.000000 [ppm]  
X_Phase = 0.000000 [deg]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 2  
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]  
Scans = 512  
Temp_Get = 296.06 [K]  
Filter_Factor = 832
```



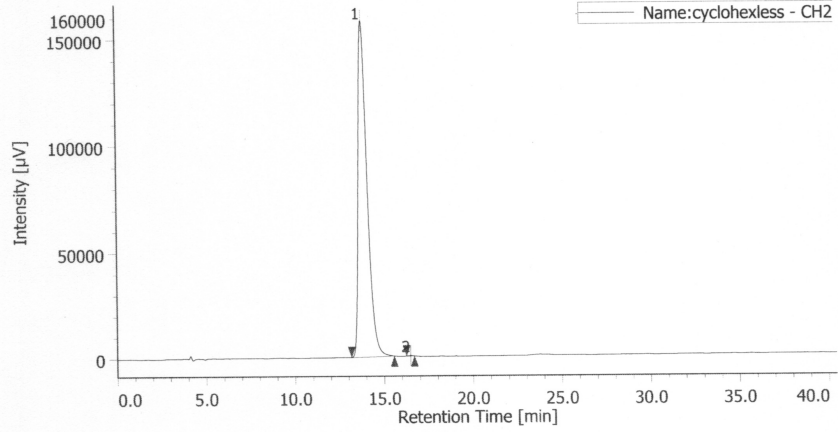


```
--- PROCESSING PARAMETERS ---  
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( )  
sfb( 0[Hz], TRUE )  
machinephase
```

```
Filename = 4-0863p_1-2.jdf  
Author = nmr  
Experiment = zpgq30  
Parameter file, TopSpin 3.5  
Sample_Id = CHURCHORD-  
Revision_Time = 15_Oct-2011_02:18:21  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Data_Format = 1D_COMPLEX  
Data_Size = 32768  
X_Domain = 31P  
Dim_Title = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925[T] (400[MHz])  
X_Domain = 31P  
X_Freq = 161.995833[MHz]  
X_Offset = 0[Hz]  
X_Points = 32768  
X_Frescans = 1  
X_Sweep = 51.02040816[MHz]  
Scans = 8  
Temp_Get = 295.46[K]  
Filter_Factor = 392
```



クロマトグラム



クロマトグラム情報

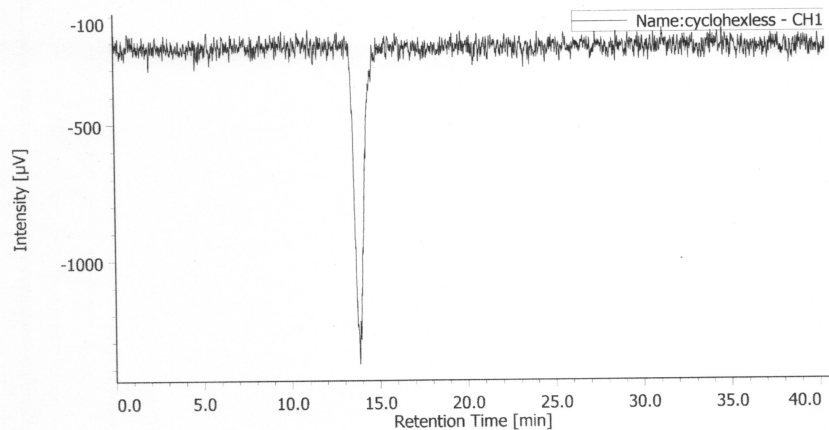
ユーザー名 3385
 更新日時 2021/01/18 16:16:16
 コメント OD-H,0.8ml/min,Hex:2-Pro=98.2
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2020/10/07 14:58:12
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2_466373 koki
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名 cyclohexless-CH2
 サンプル名
 チャンネル名 CD-2095-UV
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV-sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シグマ	係数	警告
1	Unknown	2	13.842	5510842	158005	99.960	99.911	N/A	3792	3.857	1.407		
2	Unknown	2	16.467	2194	140	0.040	0.089	N/A	20004	N/A	0.996		

クロマトグラム



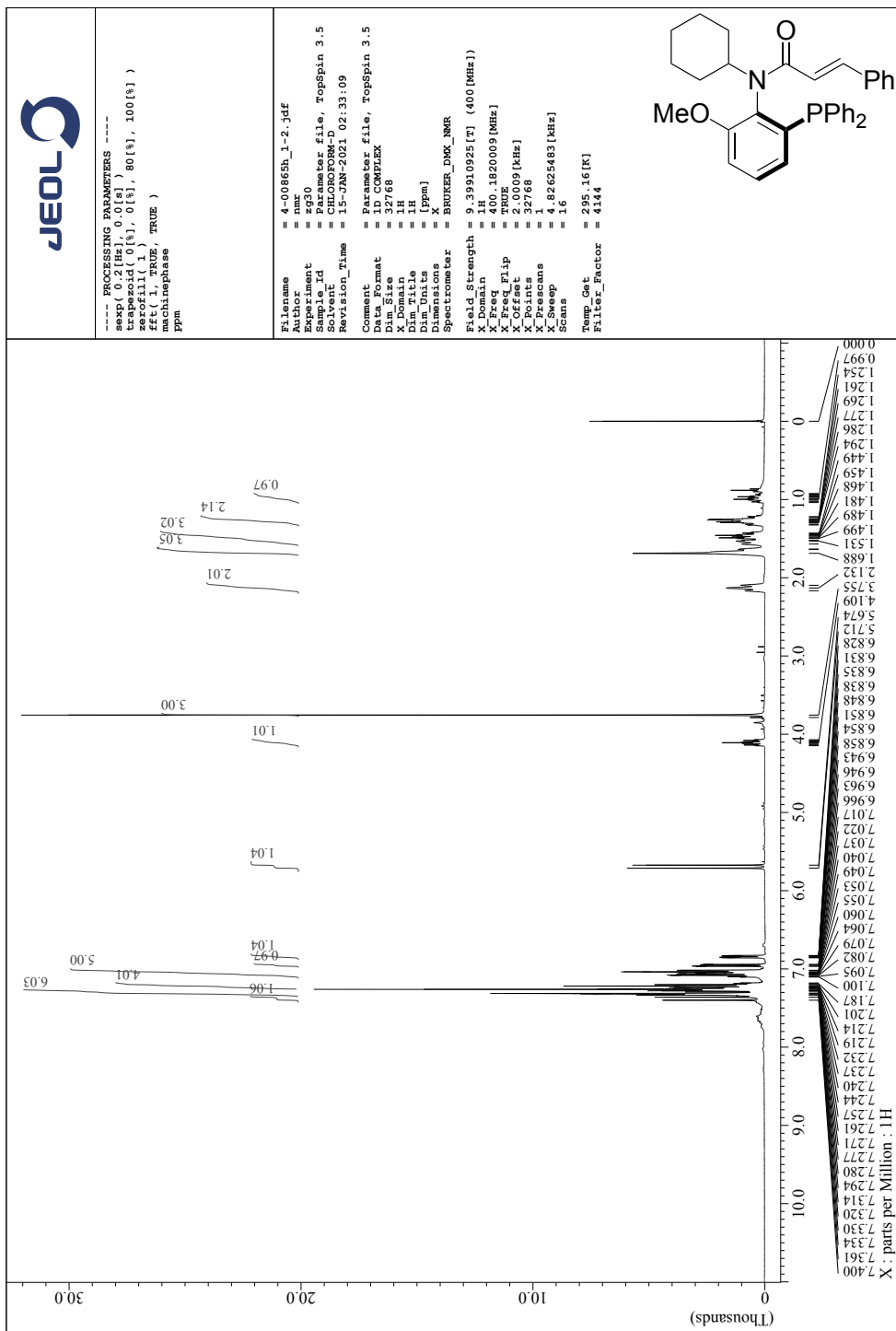
クロマトグラム情報

ユーザー名	3385
更新日時	2021/01/18 16:16:16
コメント	OD-H,0.8ml/min,Hex:2-Pro=98.2
HPLC システム名	HPLC-2
測定日	2020/10/07 14:58:12
注入量	1.00 [μL]
サンプル#	1
プロジェクト名	2019system2
取込時間	180.0 [min]
測定シーケンス	2_466373 koki
コントロールメソッド	system2_2019
ピークIDテーブル	
検量線テーブル	
追加情報	

チャンネル情報+ピーク情報

クロマトグラム名	cyclohexless-CH1
サンプル名	
チャンネル名	CD-2095-CD
サンプリング間隔	500 [msec]
波形処理メソッド	

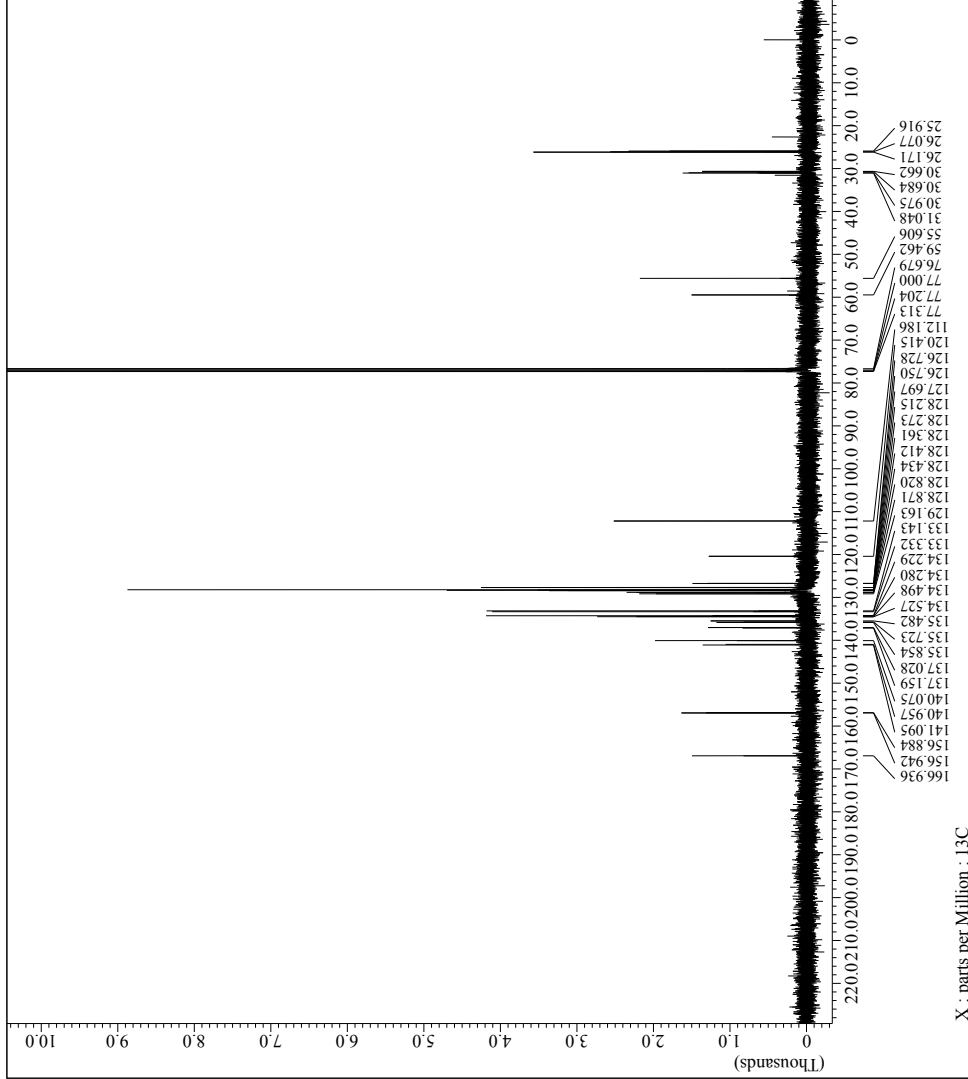
^1H , ^{13}C and ^{31}P NMR, and chiral phase HPLC chart of (aS)-(+)-N-(Cyclohexyl)-N-(2-(diphenylphosphanyl)-6-methoxyphenyl)cinnamamide ((aS)-(+)-**1c**)





```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
sfb( 0, TRUE, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 4-0865c_1-5.jdf  
Author = nmz  
Experiment = zpgj30  
Parameter file, TopSpin 3.5  
Sample_Id = CHURCHOR-D-  
Revision_Time = 15_Oct-2011_02:47:51  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Date_Format = DD_MM_YY  
Data_Size = 15.86  
X_Dim = 13C  
Dim_Title = 13C  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR  
Field_Strength = 9.39910925 [T] (400[MHz])  
X_Domain = 13C  
X_Freq = 100.63640982 [MHz]  
X_P1 = 12.50 [ppm]  
X_Offset = 11.068788 [kHz]  
X_Points = 32768  
X_Freescans = 2  
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]  
Scans = 1024  
Temp_Get = 296.06 [K]  
Filter_Factor = 832
```





```

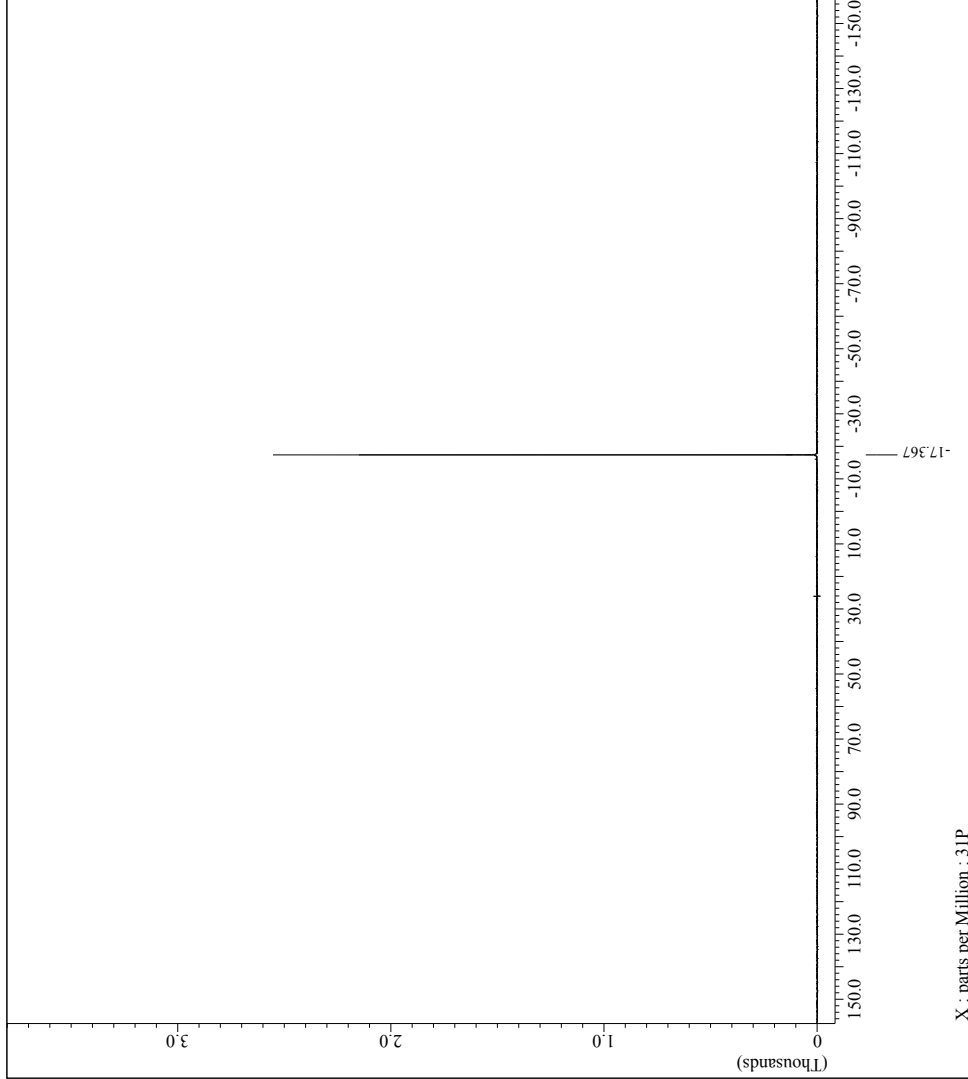
--- PROCESSING PARAMETERS ---
sexp( 2.0[Hz], 0.0[s] )
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )
zerofill( 0 )
machinephase( TRUE )
ppm

```

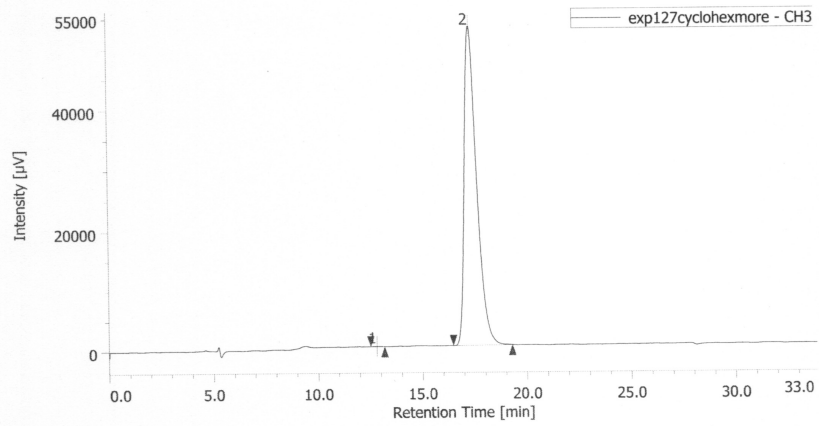
```

Filename = 4-00945p_1-2.jdf
Author = nmr
Experiment = zpgq30
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5
Solvent = CHLOROFORM-D
Revision_Time = 15_Oct-2011_14:32:18
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5
Data_Format = 1D_COMPLEX
Data_Size = 32768
X_Domain = 31P
Dim_Title = 31P
Dim_Units = [ppm]
Dimensions = X
Spectrometer = BRUKER_DMG_NMR
Field_Strength = 9.39910925[T] (400[MHz])
X_Domain = 31P
X_Freq = 161.995835[MHz]
X_P1 = 12.00[MHz]
X_Offset = 0[Hz]
X_Points = 32768
X_Frescans = 1
X_Sweep = 51.02040816[MHz]
Scans = 8
Temp_Get = 295.46[K]
Filter_Factor = 392

```



クロマトグラム

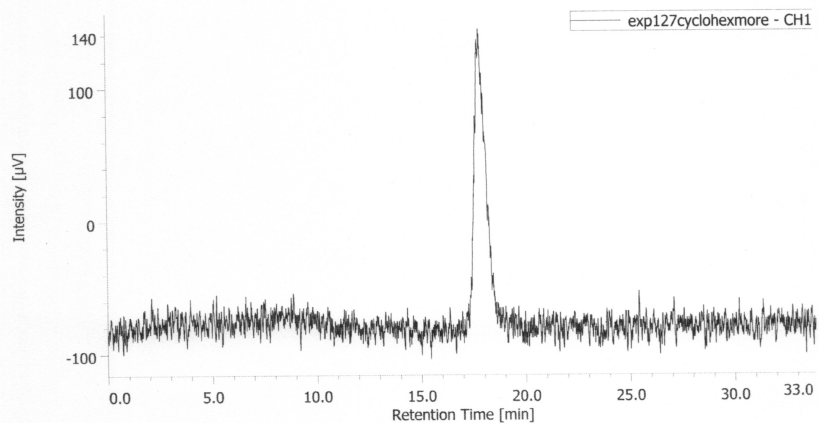


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2020/09/17 16:21:45
 コメント OD-H, 0.8 mL/min, hex:2-Pro=98.2
 HPLC システム名 SYSTEM-3
 測定日 2020/09/17 15:47:49
 注入量 1.0 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system3
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 3-649 koki
 コントロールメソッド 2019system3
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp127cyclohexmore-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シムドリ	係数	警告
1	Unknown	3	12.808	828	37	0.038	0.070	N/A	4465	5.004		1.130	
2	Unknown	3	17.342	2152939	52795	99.962	99.930	N/A	4365	N/A		1.338	

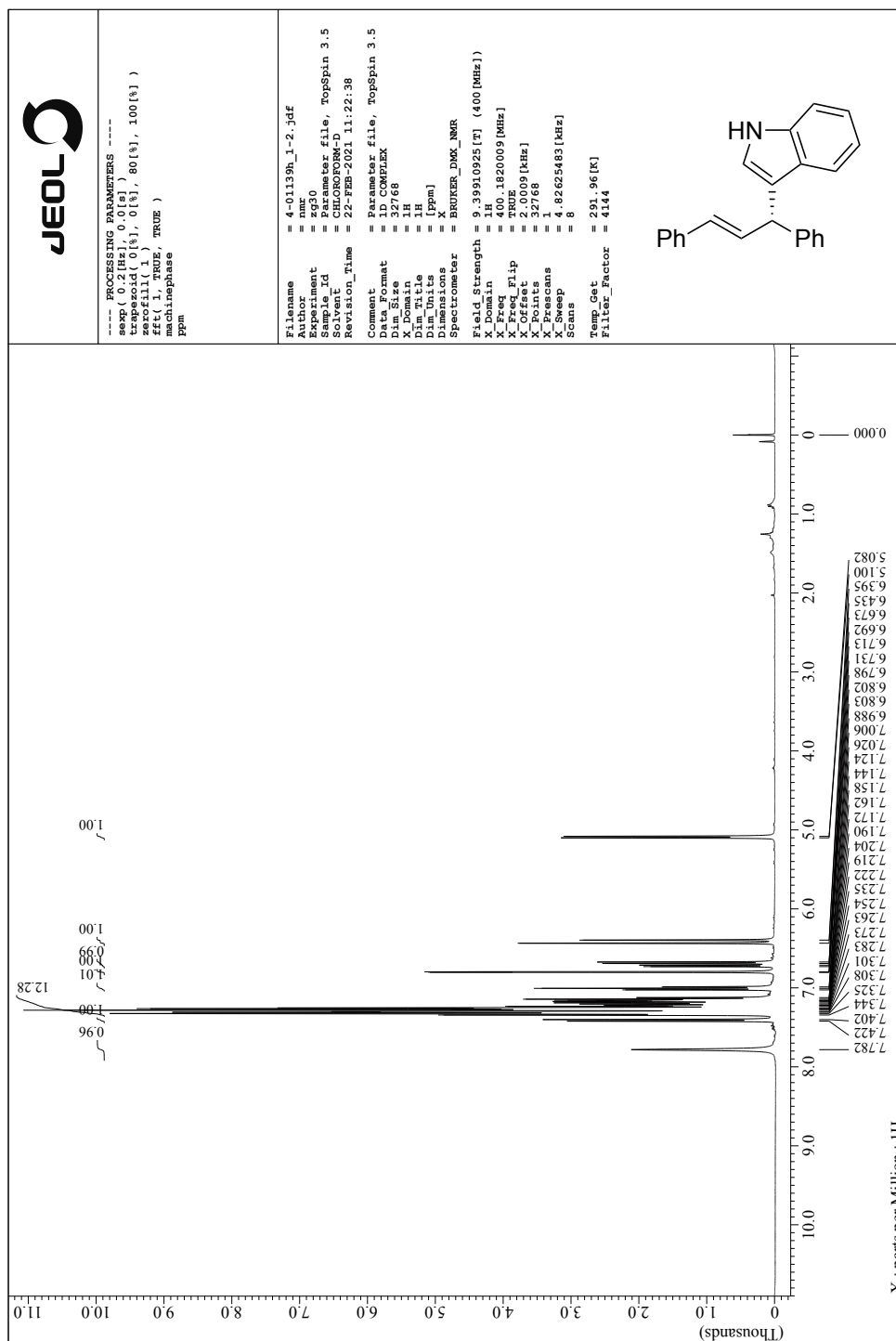
クロマトグラム



クロマトグラム情報
ユーザー名 3385
更新日時 2020/09/17 16:21:45
コメント OD-H, 0.8 mL/min, hex:2-Pro=98.2
HPLC システム名 SYSTEM-3
測定日 2020/09/17 15:47:49
注入量 1.0 [μL]
サンプル# 1
プロジェクト名 2019system3
取込時間 180.0 [min]
測定シーケンス 3-649 koki
コントロールメソッド 2019system3
ピークIDテーブル
検量線テーブル
追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
クロマトグラム名 exp127cyclohexmore-CH1
サンプル名
チャンネル名 CD-2095_CD
サンプリング間隔 500 [msec]
波形処理メソッド

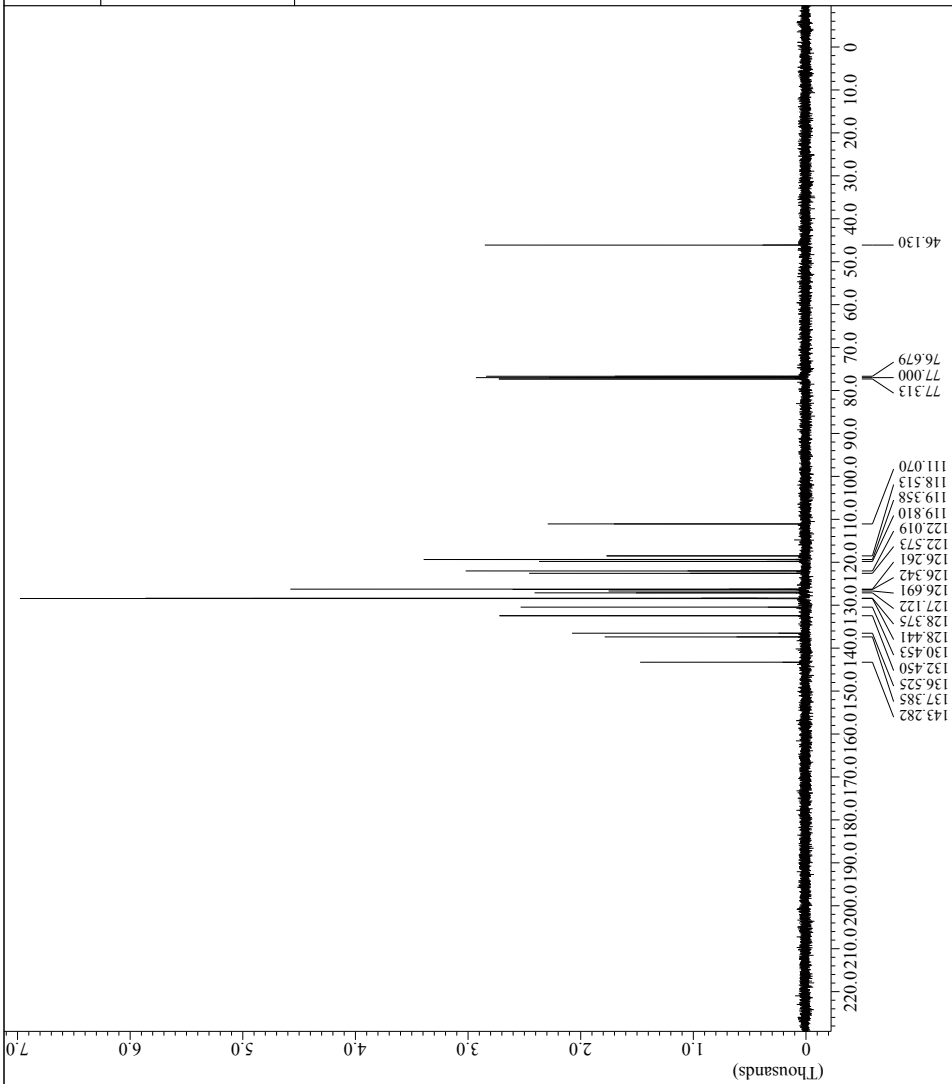
¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4a**



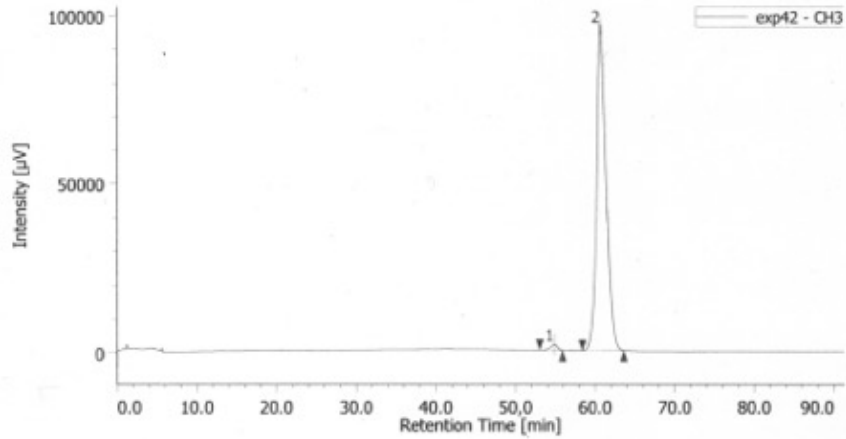


```
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
sexp( 0.1[Hz], 0.0[s] )  
trapezoid( 0[%], 0[%], 80[%], 100[%] )  
zerofill( 0 )  
scale( 1.0, TRUE )  
machinephase  
ppm
```

```
Filename = 4-01139c_1-2.jdf  
Author = mxr  
Experiment = zjpx30  
Sample_Id = Parameter file, TopSpin 3.5  
Solvent = CHLOROFORM-D  
Revision_Time = 22-FEB-2021 10:53:14  
Comment = Parameter file, TopSpin 3.5  
Data_Format = ID COMPLEX  
Dim_Size = 12768  
Sweep = 2  
Dim_Title = 13C  
Dim_Units = [ppm]  
Dimensions = X  
Spectrometer = BRUKER_DMX_NMR  
Field_Strength = 9.39910925[T] (400[MHz])  
X_Domain = 13C  
X_Freq = 100.6364982[MHz]  
X_P1_Prog = zgpg30  
X_P1_Flip = 180  
X_Offset = 110668788[kHz]  
X_Points = 32768  
X_Prescans = 2  
X_Sweep = 24.03846154 [kHz]  
Scans = 128  
Temp_Get = 292.66[K]  
Filter_Factor = 832
```



クロマトグラム



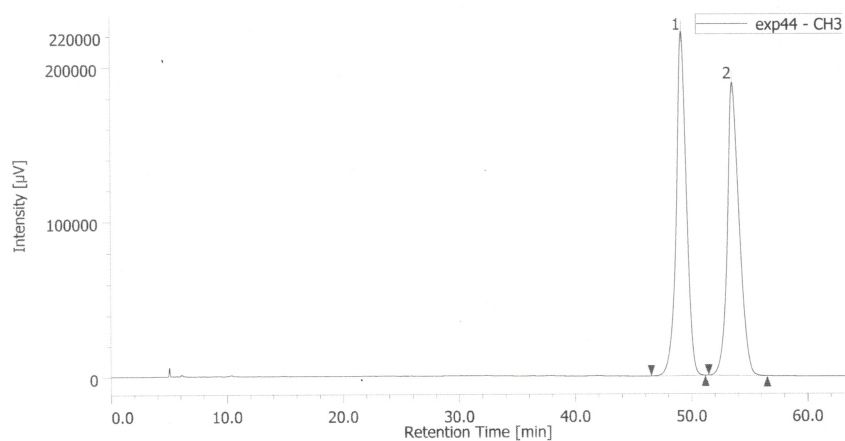
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/02/03 20:00:15
 コメント IB.0.7ml/min,Hex:EtOH=99:1,254nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2021/02/03 18:28:56
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1,00750 takaya
 エントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp42-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	TR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定置値	NTP	分離度	シフトリー係数	警告
1	Unknown	3	54.867	111136	1719	1.379	1.744	N/A	17822	3.185	0.820	
2	Unknown	3	60.708	7950262	96837	98.621	98.256	N/A	14256	N/A	1.192	

Chiral phase HPLC chart of (±)-4a

クロマトグラム

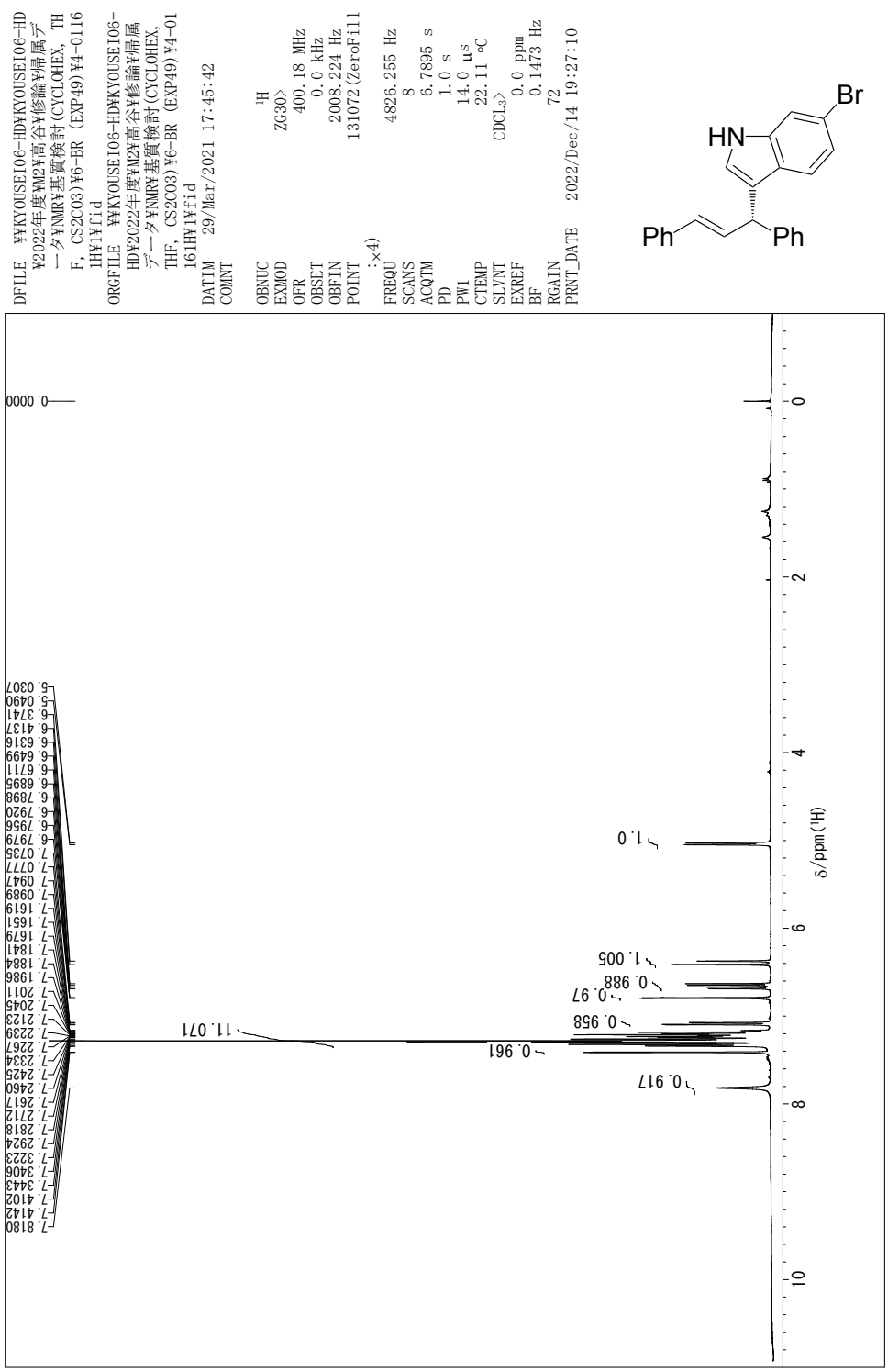


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2019/01/11 17:59:19
 コメント IB, 0.7 mL/min, Hex:EtOH=99:1, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2019/01/11 16:09:57
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2017system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1.5765 koki
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp44-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

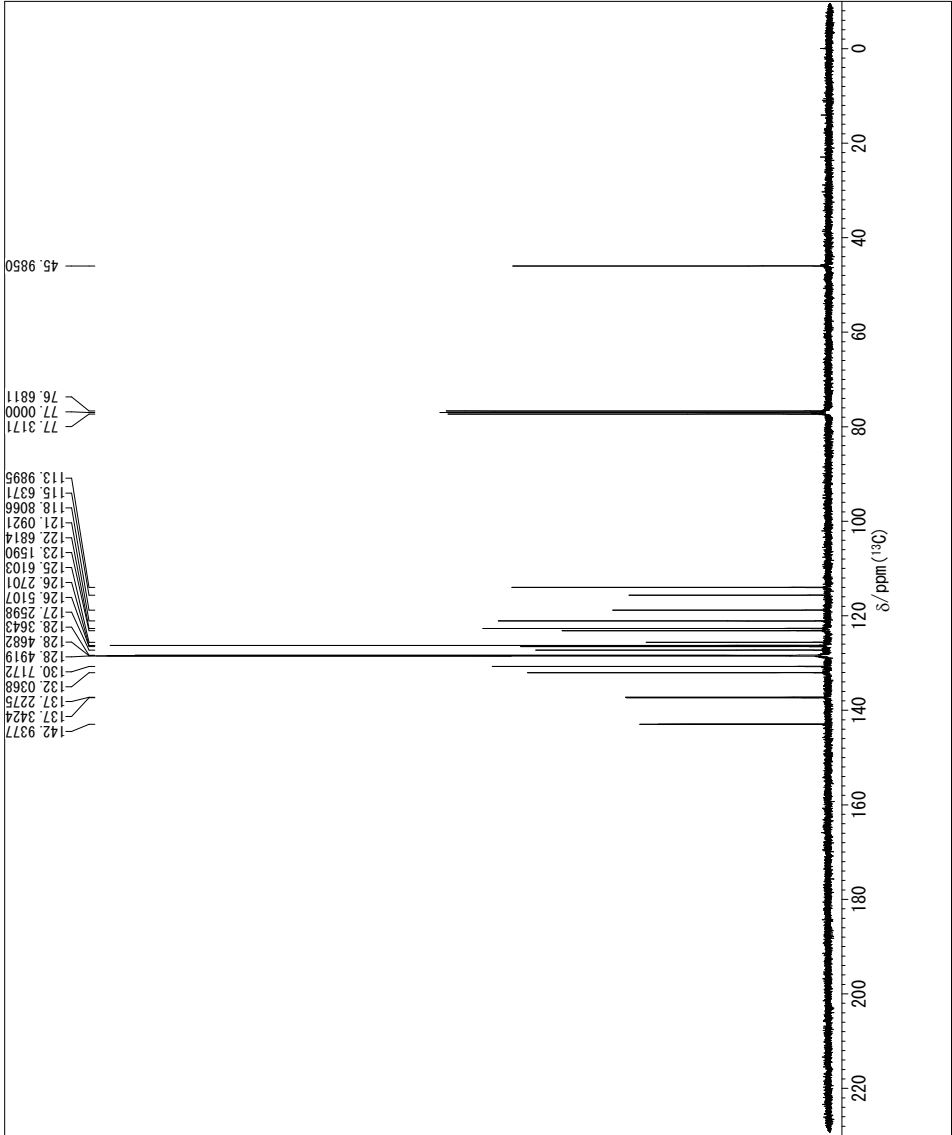
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%
1	Unknown	3	49.183	13438067	221778	50.1	54.0
2	Unknown	3	53.542	13381284	188978	49.9	46.0

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4b**

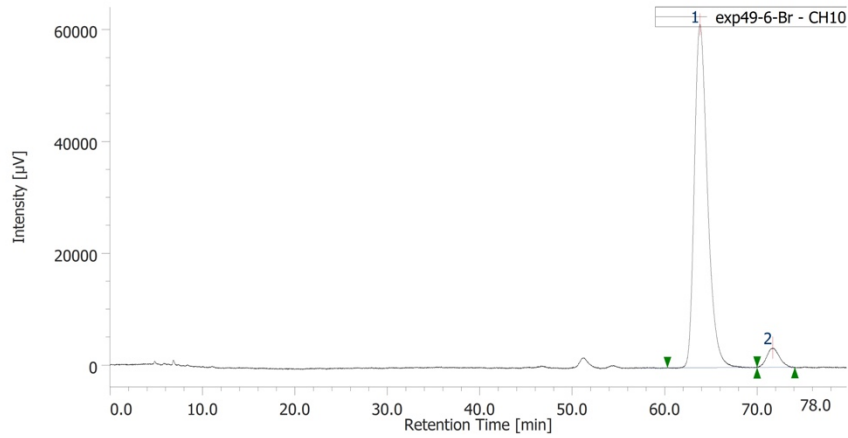


DFILF YYKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 Y2022年度YMZ研高谷修論帰属予
 一夕NMRY基質検討(CYClOHEX, TH
 F, CS2C03)Y6-BR (EXP49)Y4-0116
 1CY1Yfid
 ORGFILF YYKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HDY2022年度YMZ研高谷修論帰属
 予一夕NMRY基質検討(CYClOHEX,
 THF, CS2C03)Y6-BR (EXP49)Y4-01
 161CY1Yfid
 DATIM 29/Mar/2021 18:04:31
 COMNT

¹³C
 ZGFG30>
 100.63 MHz
 0.0 kHz
 11066.5 Hz
 131072 (Zerofil1)
 24038.46 Hz
 256
 1.3631 s
 2.0 s
 10.0 μs
 22.81 °C
 CDCl₃>
 77.0 ppm
 0.7336 Hz
 203
 2022/Dec/14 19:33:42



クロマトグラム



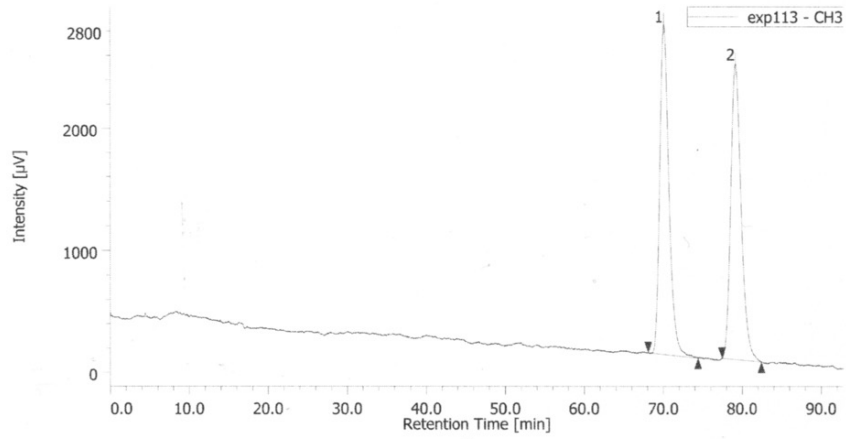
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2023/01/25 15:11:03
 コメント IA-3, 0.9 mL/min, Hex:2-PrOH=98:2, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2023/01/25 13:39:50
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2022system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-2279 takaya
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報 + ピーク情報
 クロマトグラム名 exp49-6-Br-CH10
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 100 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%
1	Unknown	10	63.790	6054665	61392	94.9	94.7
2	Unknown	10	71.668	325998	3457	5.11	5.33

Chiral phase HPLC chart of (±)-4b

クロマトグラム

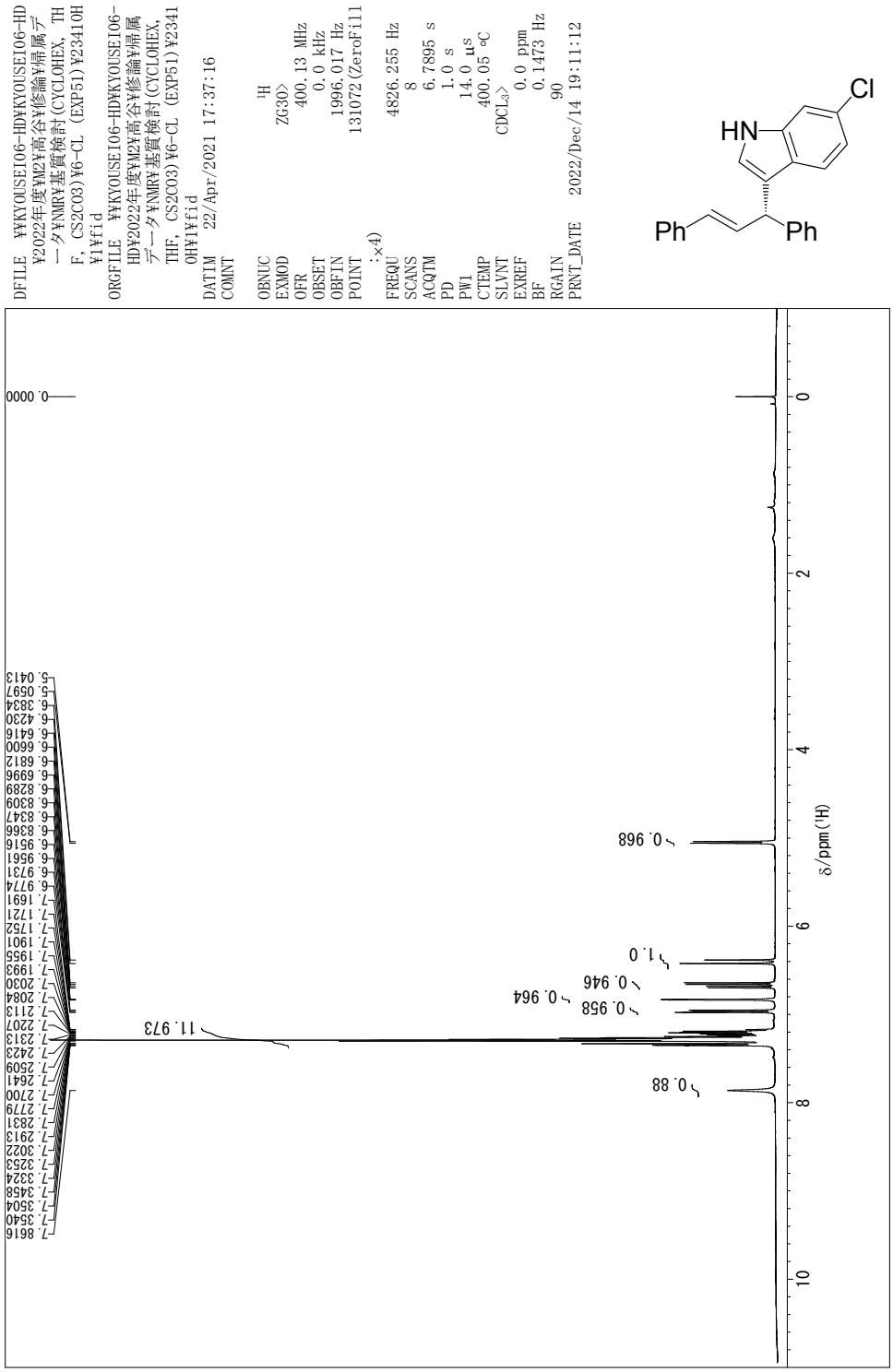


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2012/05/01 18:08:54
 コメント IA-3,flow0.9,Hex:2-pro=98.2
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2012/05/01 16:36:05
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system1
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 1_1338 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp113-CH3
 サンプル名 6-Br(rac)
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

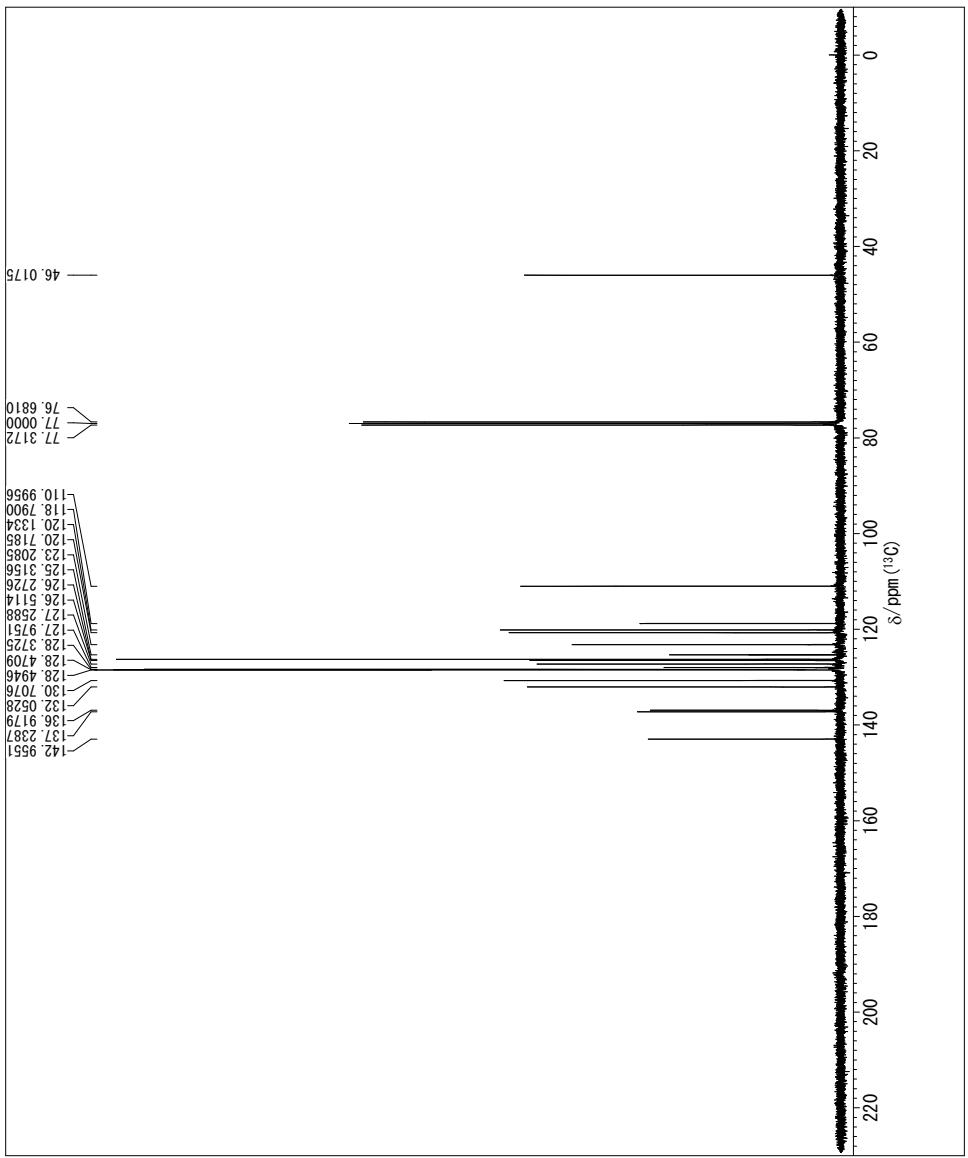
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	3	70.050	218281	2705	49.681	52.760	N/A	18789	4.135	1.300	
2	Unknown	3	79.092	221087	2422	50.319	47.240	N/A	18272	N/A	1.254	

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4c**

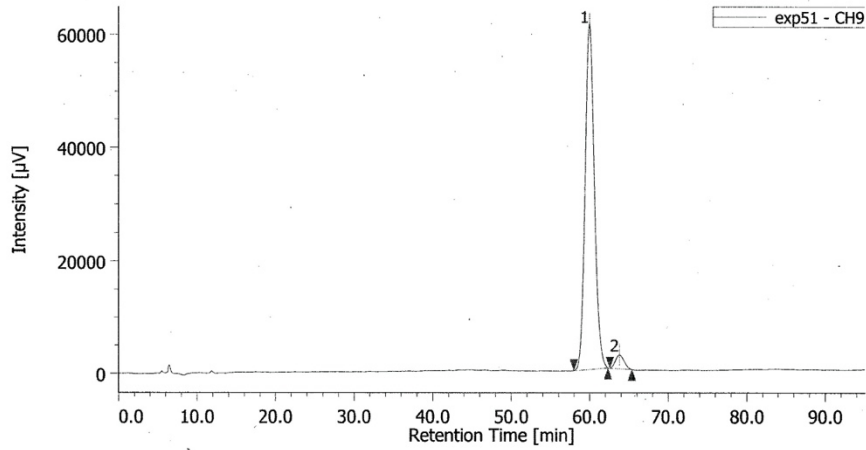


DFILE YKYOUSETI06-HDKYOUSETI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一々¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-CL (EXP51) ¥23410C
 ¥1¥fid
 ORGFILE YKYOUSETI06-HDKYOUSETI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一々¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥6-CL (EXP51) ¥2341
 0C¥1¥fid
 DATIM 22/Apr/2021 17:53:18
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.61 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11067.71 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 9.0 µs
 CTEMP 400.05 °C
 SLVNT CDCl₃>
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.7336 Hz
 RGAIN 2050
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 19:17:23



クロマトグラム



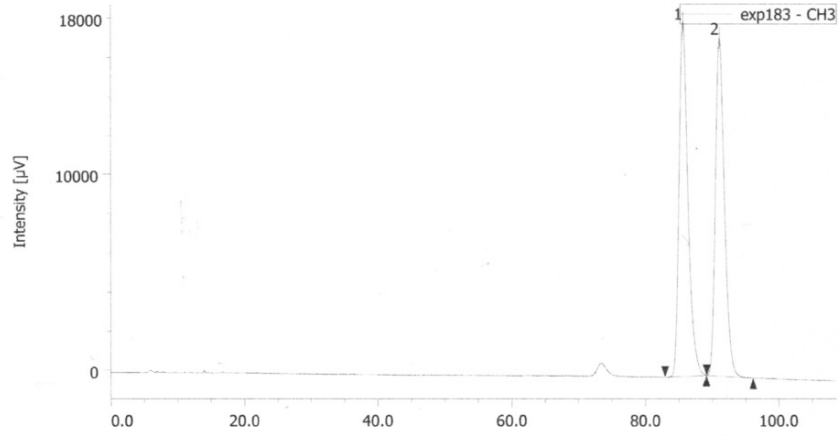
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/04/30 15:50:46
 コメント IA-3,0.7ml/min,Hex:EtOH=99:1,254nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2021/04/30 14:15:43
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-00816 takaya
 コントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp51-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	9	59.953	5007969	61039	96.493	96.169	N/A	12658	1.835	1.127	
2	Unknown	9	63.773	182031	2431	3.507	3.831	N/A	15599	N/A	1.100	

Chiral phase HPLC chart of (±)-4c

クロマトグラム



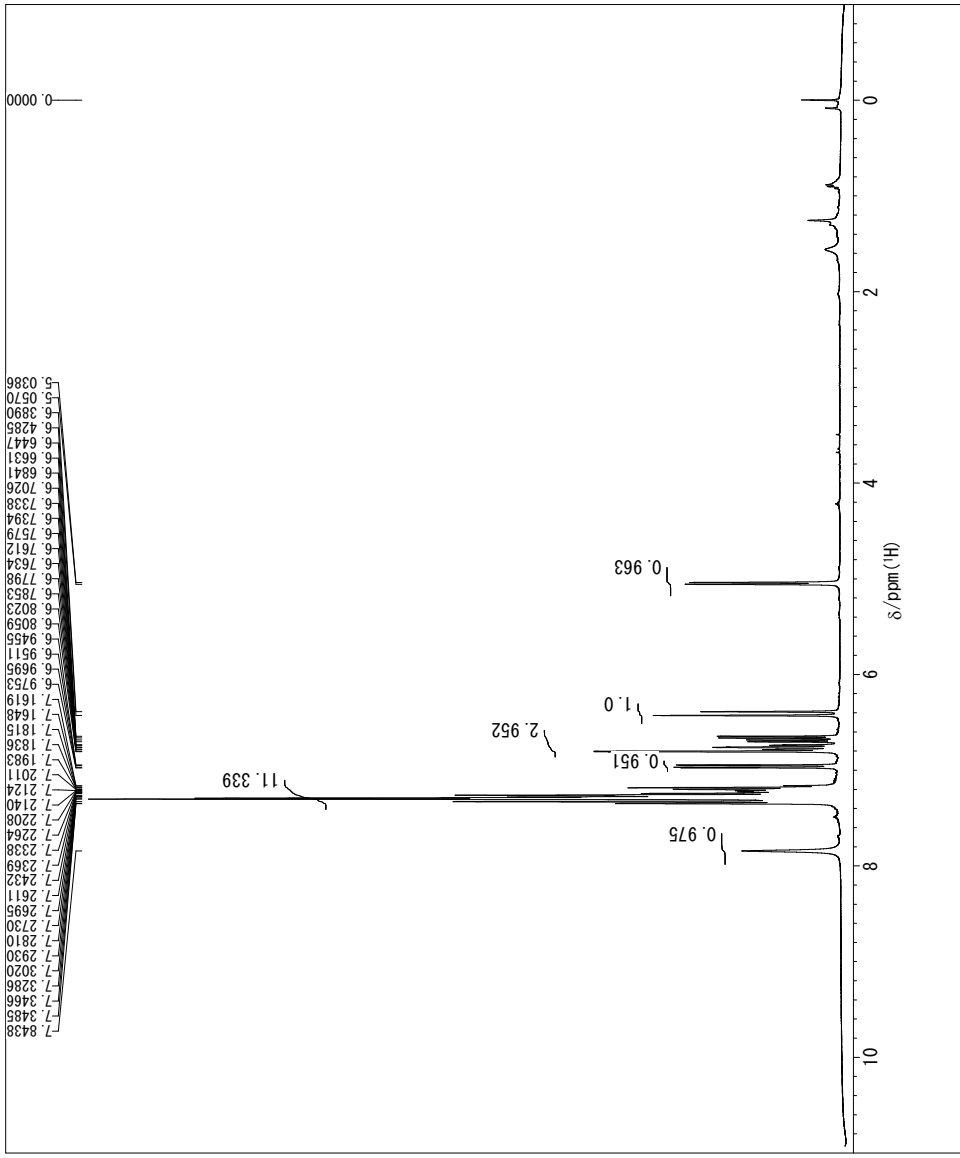
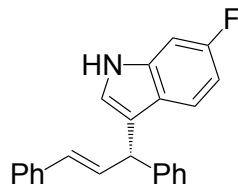
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2012/07/10 17:49:11
 コメント IA-3,flow0.5,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2012/07/10 16:00:35
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system2
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 2.1360 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system2_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp183-CH3
 サンプル名 6-Cl(rac)
 チャンネル名 UV-970
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	LR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	3	85.625	1667051	18113	50.897	51.179	N/A	21126	2.272	1.338	
2	Unknown	3	91.058	1627576	17278	49.103	48.821	N/A	22304	N/A	1.243	

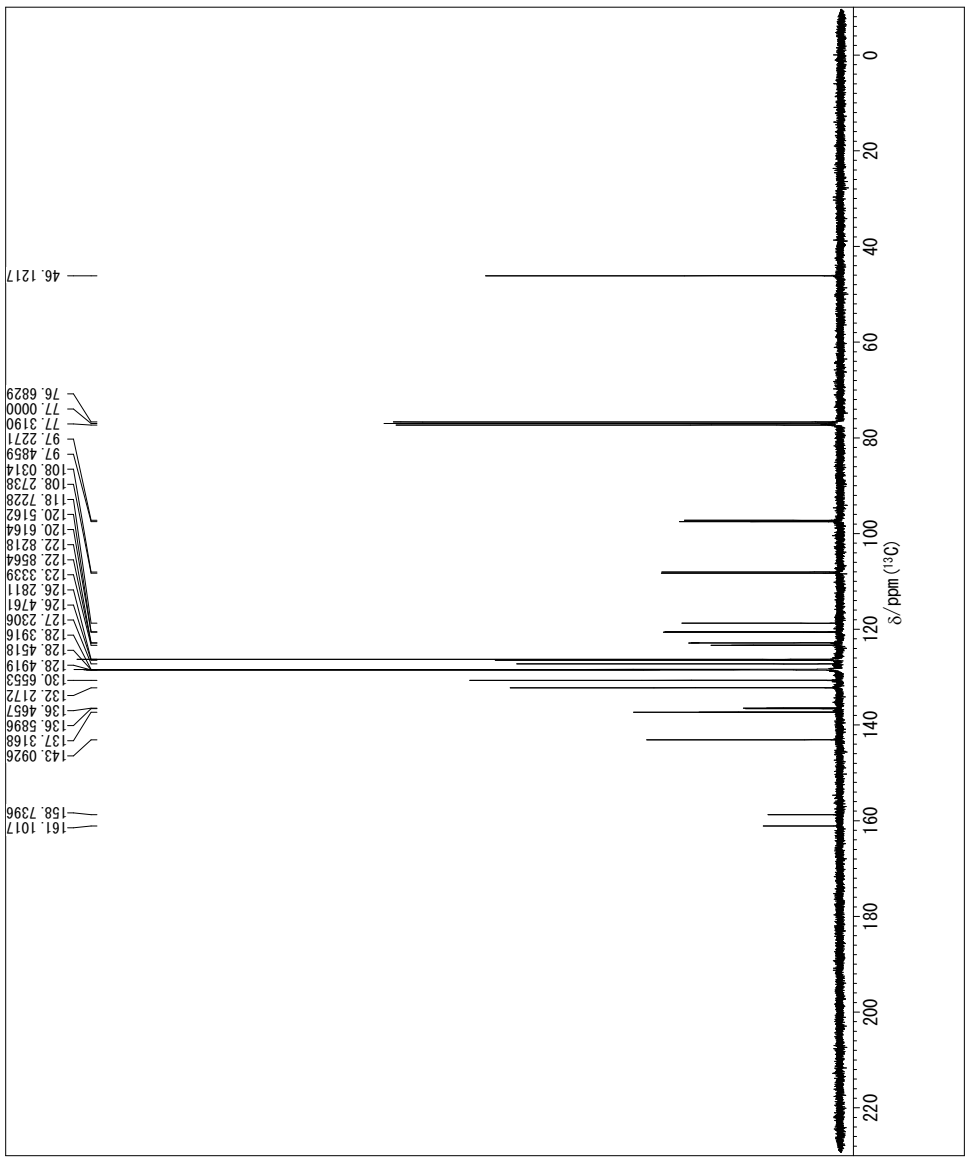
¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4d**

DFILE ¥¥KYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質¥検討 (CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-F (EXP59) ¥6-F (4-0
 1355H). RMI
 ORGFILE ¥¥KYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 デ一夕¥NMR¥基質¥検討 (CYCLOHEX,
 THF, CS2C03) ¥6-F (EXP59) ¥4-013
 55H1¥fid
 DATIM 02/Aug/2021 10:40:03
 COMNT
 OBNIC ¹H
 EXM0D ZG30>
 OFR 400.18 MHz
 OBESE 0.0 kHz
 OBFIN 2008.224 Hz
 POINT 131072 (ZeroFill
 :x4)
 FREQU 4826.255 Hz
 SCANS 8
 ACQTM 6.7895 s
 PD 1.0 s
 PWI 14.0 µs
 CTEMP 23.91 °C
 SLVNT CDCl₃>
 EXREF 0.0 ppm
 BF 0.1473 Hz
 RGAIN 64
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 18:46:35

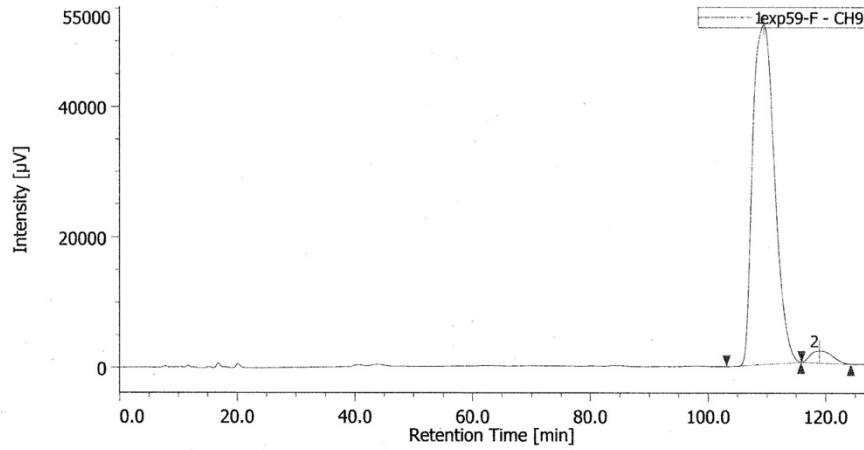


DFILE YKYOUSETI06-HDKYOUSETI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-F (EXP59) ¥4-01355
 C¥H¥fid
 ORGFILE YKYOUSETI06-HDKYOUSETI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質検讨(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥6-F (EXP59) ¥4-013
 55C¥H¥fid
 DATIM 02/Aug/2021 10:58:56
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.63 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 10.0 µs
 SLVNT 24.81 °C
 EXREF CDCl₂>
 BF 77.0 ppm
 RGAIN 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 18:53:49



クロマトグラム



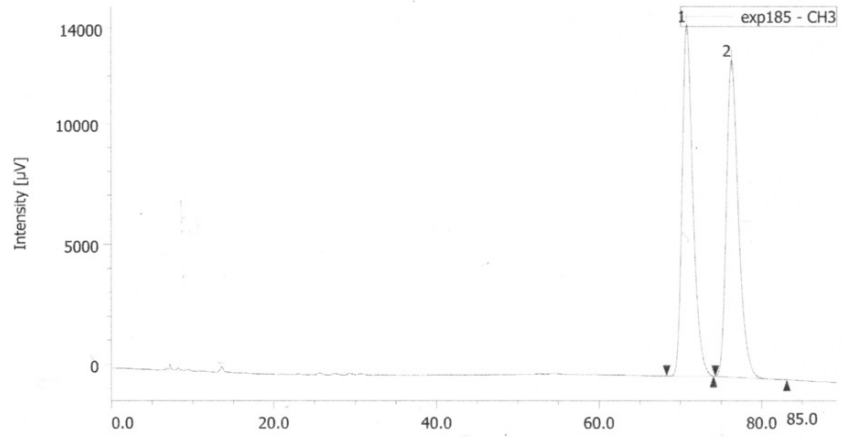
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/08/06 19:14:40
 コメント IA,0.45ml/min,Hex:EtOH=99.5:0.5,254nm,rt
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2021/08/06 17:06:21
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-00972 takaya
 コントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検査線テーブル
 追加情報 .4h

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp59-F-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μV·sec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	109.43	13519009	52008	96.596	96.561
2	Unknown	9	118.89	476411	1852	3.404	3.439

Chiral phase HPLC chart of (±)-4d

クロマトグラム

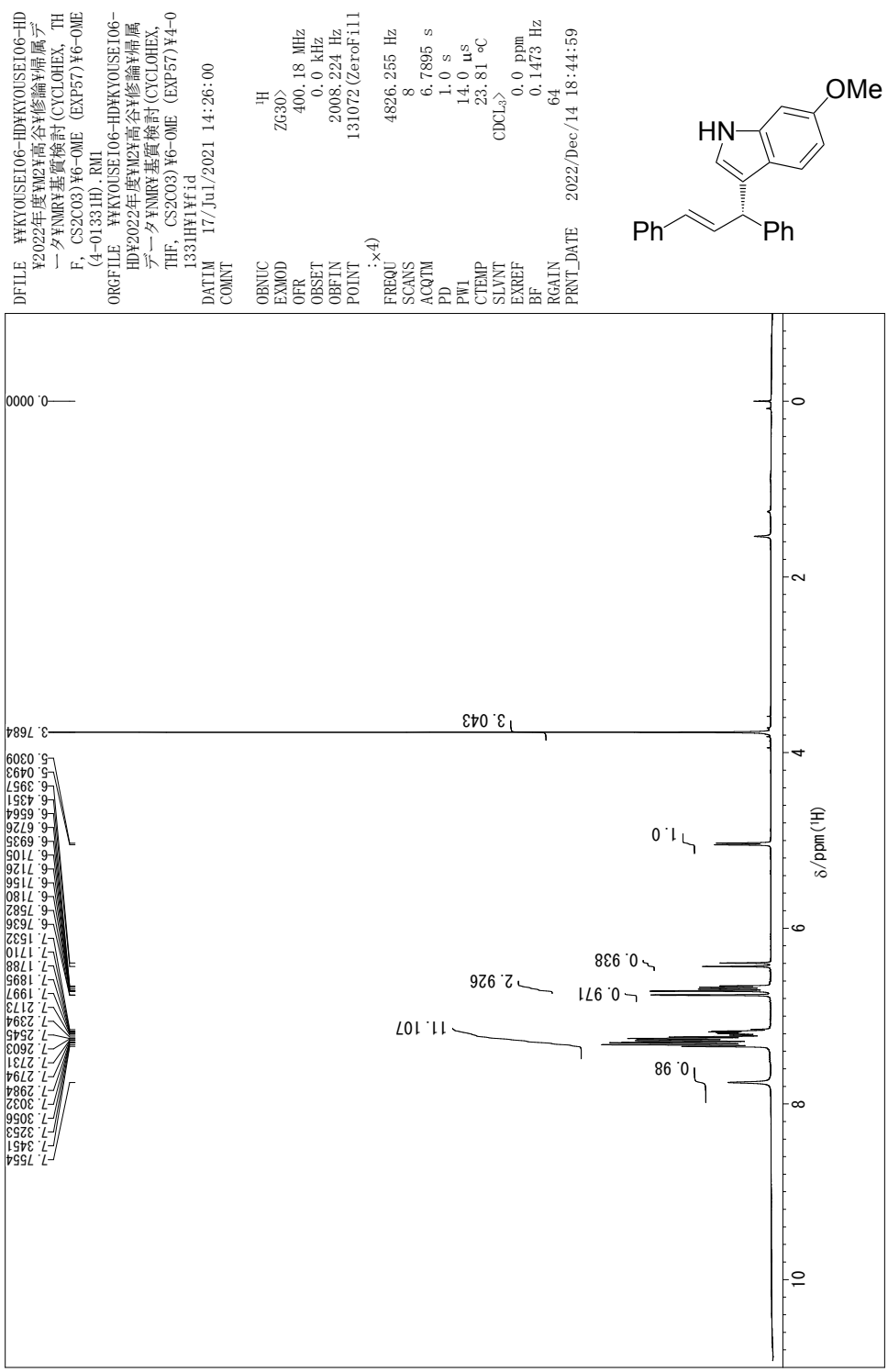


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2012/08/01 14:44:04
 コメント IA,flow0.5,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2012/08/01 13:14:48
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system2
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 2_1430_ishikawa
 コントロールメソッド 2009system2_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp185-CH3
 サンプル名 6-F(rac)
 チャンネル名 UV-970
 サンプリグ間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

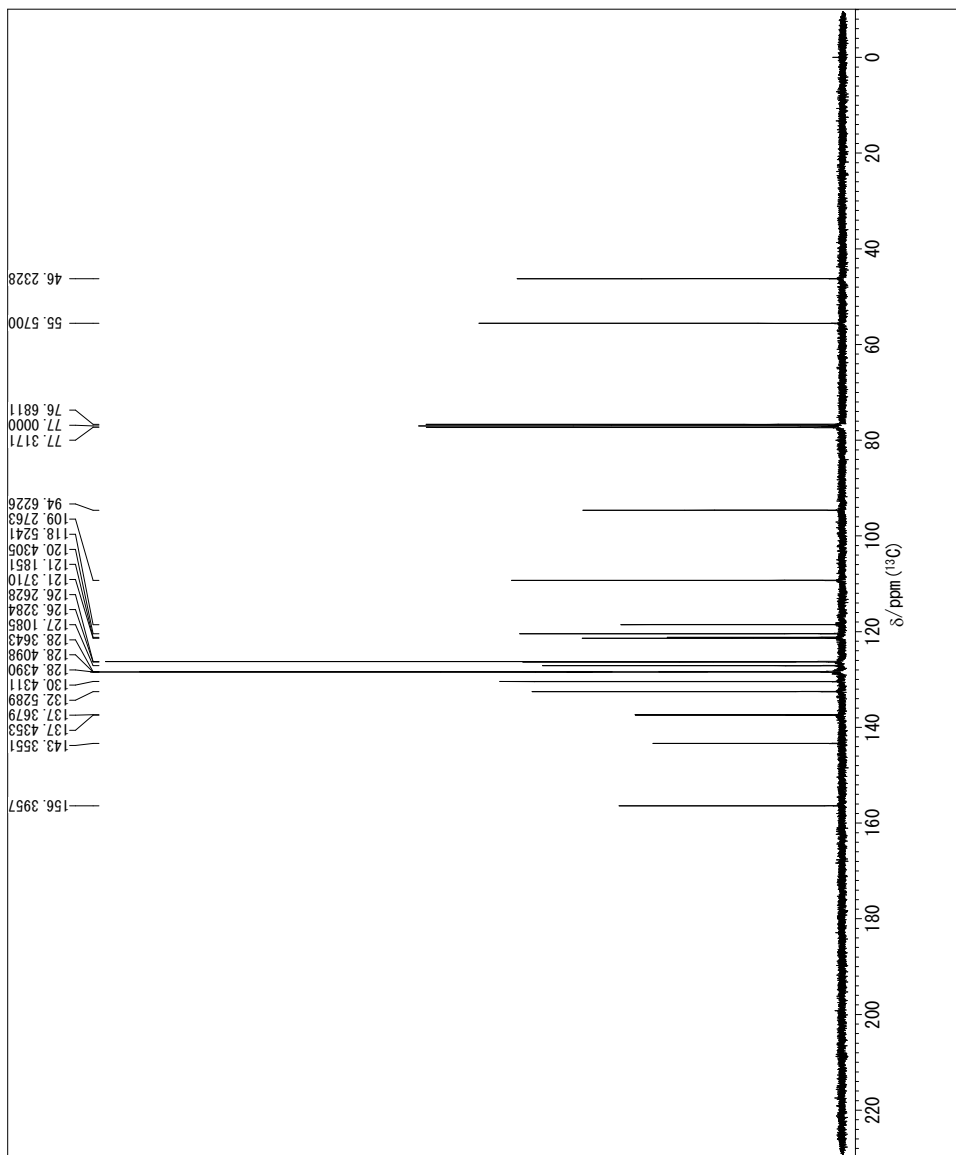
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	3	70.775	1352527	14639	49.956	52.590	N/A	14612	2.223		1.325
2	Unknown	3	76.267	1354934	13197	50.044	47.410	N/A	13642	N/A		1.332

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4e**

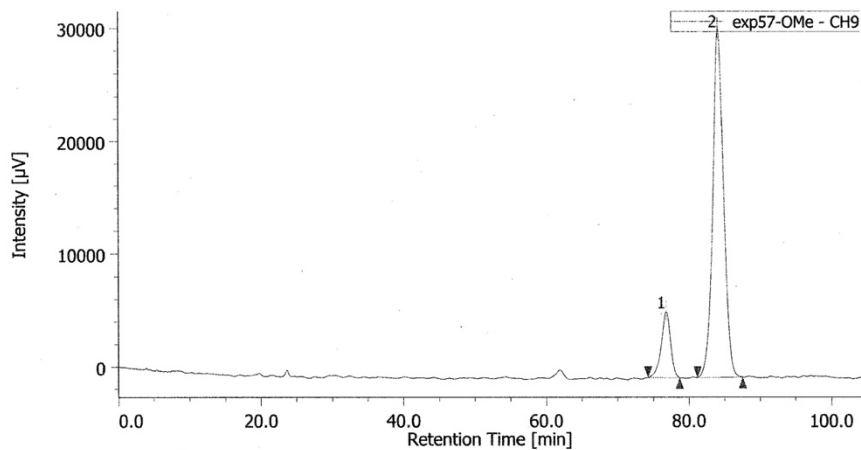


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-OME (EXP57) ¥4-013
 31CH1Yfid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥6-OME (EXP57) ¥4-0
 1331CY1Yfid
 DATIM 17/Jul/2021 14:43:54
 COMNT

¹³C
 ZGPC30>
 100.63 MHz
 0.0 kHz
 11066.5 Hz
 131072(ZeroFill
 :x4)
 24038.46 Hz
 256
 1.3631 s
 2.0 s
 10.0 μ s
 24.71 °C
 CDCl₂>
 77.0 ppm
 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/13 11:39:18



クロマトグラム



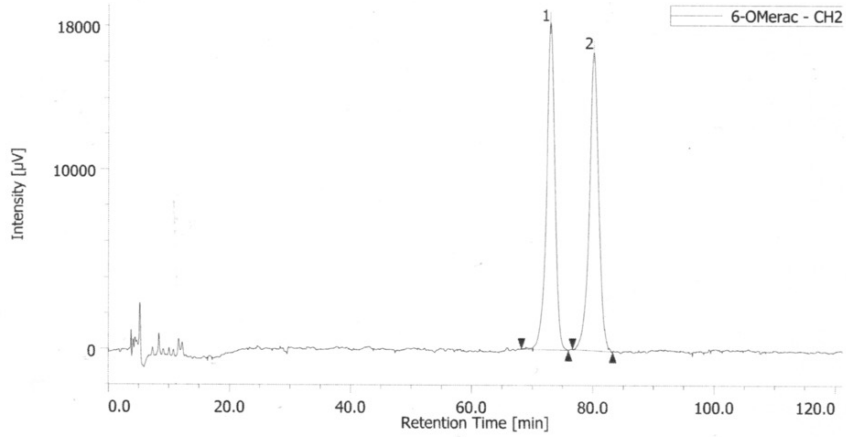
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/07/19 12:17:17
 コメント IB,0.9ml/min,Hex:EtOH=99:1,254nm,rt
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2021/07/19 10:30:12
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-00953 takaya
 コントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報 .4h

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp57-OMe-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μV·sec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	76.81	533842	5651	14.209	15.945
2	Unknown	9	84.10	3223190	30844	85.791	84.055

Chiral phase HPLC chart of (±)-4e

クロマトグラム



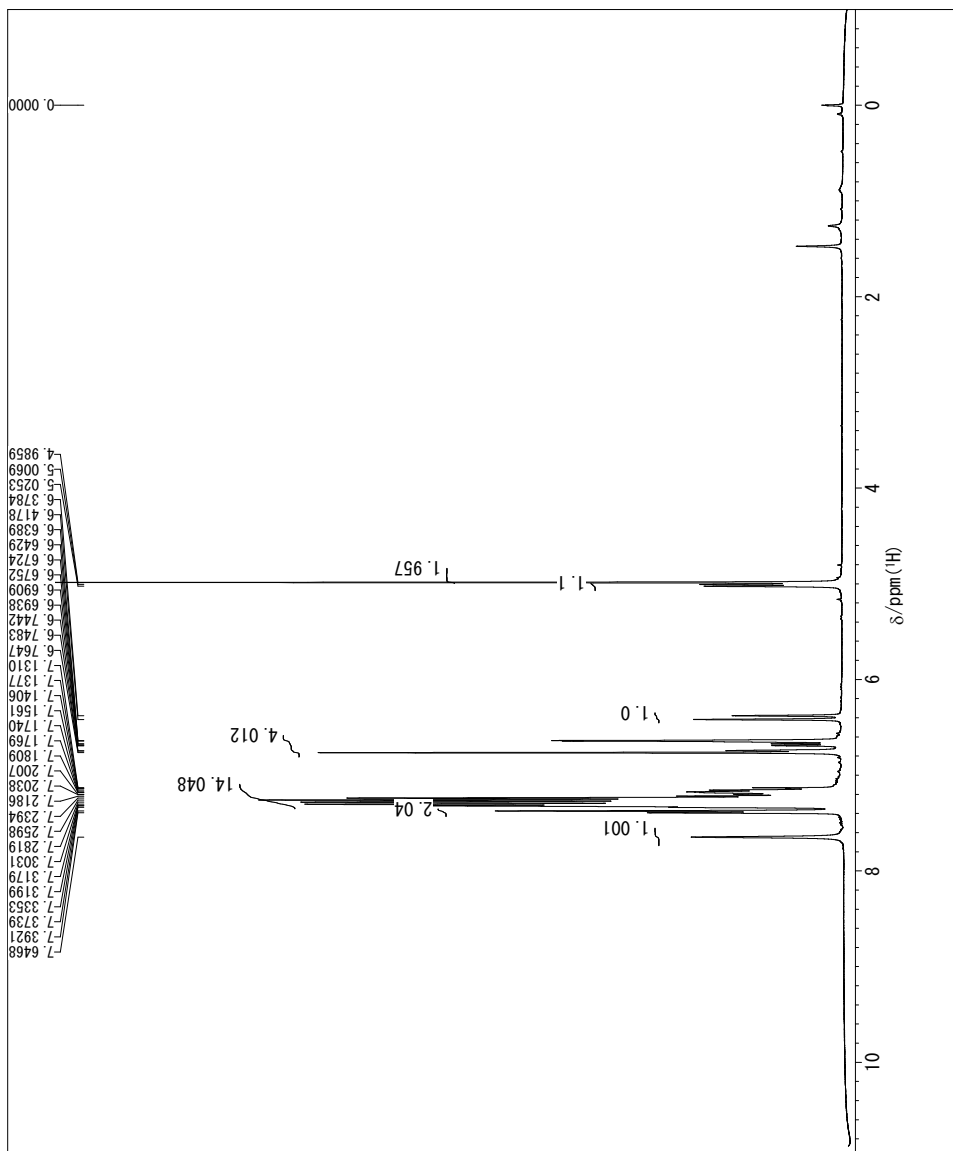
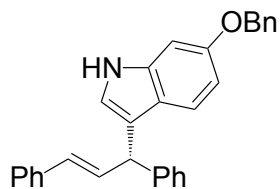
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2018/12/13 16:58:32
 コメント IB, 0.9mL/min, Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2018/12/13 14:57:20
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2015system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2.46415 yamaguchi
 コントロールメソッド 2009system2_600min_2
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 6-OMerac-CH2
 サンプル名
 チャンネル名 CD-2095-UV
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	area [μV·sec]	area%	height [μV]	height%
1	Unknown	2	72.967	1784256	49.968	18190	52.301
2	Unknown	2	80.117	1786517	50.032	16589	47.699

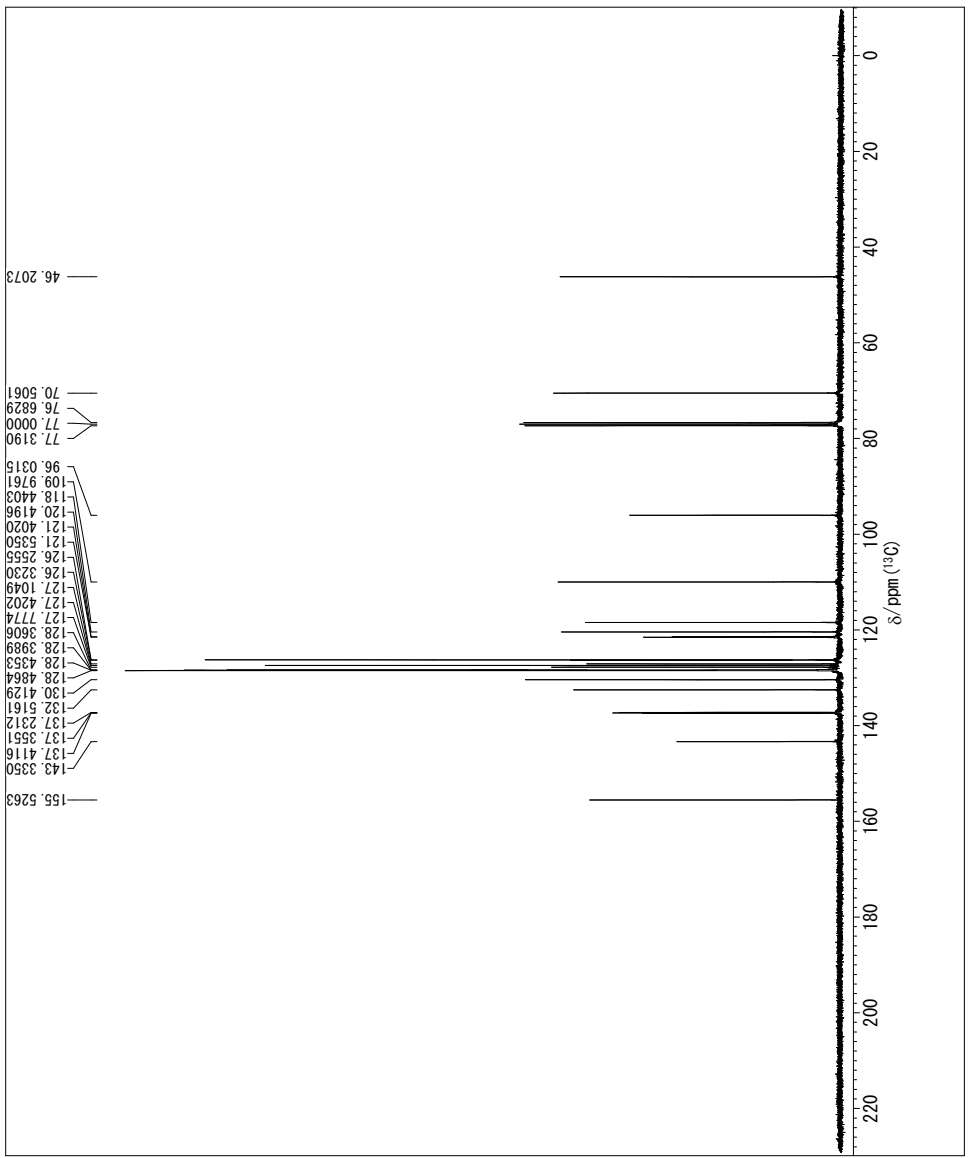
^1H and ^{13}C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4f**

DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質¥検討 (CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-OBN (EXP61) ¥6-OBN
 (4-01376H). RMI
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 デ一夕¥NMR¥基質¥検討 (CYCLOHEX,
 THF, CS2C03) ¥6-OBN (EXP61) ¥4-0
 1376H1Vfid
 DATIM 23/Aug/2021 15:03:34
 COMNT
 OBNIC ^1H
 EXMOD ZG30>
 OFR 400.18 MHz
 OBSET 0.0 kHz
 OBFIN 2008.224 Hz
 POINT 131072 (ZeroFill
 :x4)
 FREQU 4826.255 Hz
 SCANS 8
 ACQTM 6.7895 s
 PD 1.0 s
 PWI 14.0 μs
 CTEMP 24.41 $^{\circ}\text{C}$
 SLVNT CDCl_3 >
 EXREF 0.0 ppm
 BF 0.1473 Hz
 RGAIN 45
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 18:42:10

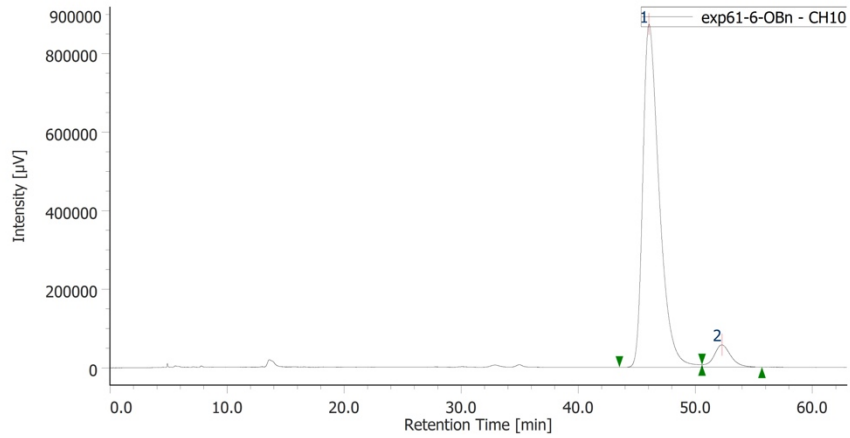


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-0BN (EXP61) ¥4-013
 76CF1Yfid
 ORGFIL YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥6-0BN (EXP61) ¥4-0
 1376CF1Yfid
 DATIM 23/Aug/2021 16:18:30
 COMNT

¹³C
 ZGPC30>
 100.63 MHz
 0.0 kHz
 11066.5 Hz
 131072(ZeroFill
 :x4)
 24038.46 Hz
 512
 1.3631 s
 2.0 s
 10.0 μ s
 25.21 °C
 CDCl₂>
 77.0 ppm
 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 17:16:13



クロマトグラム



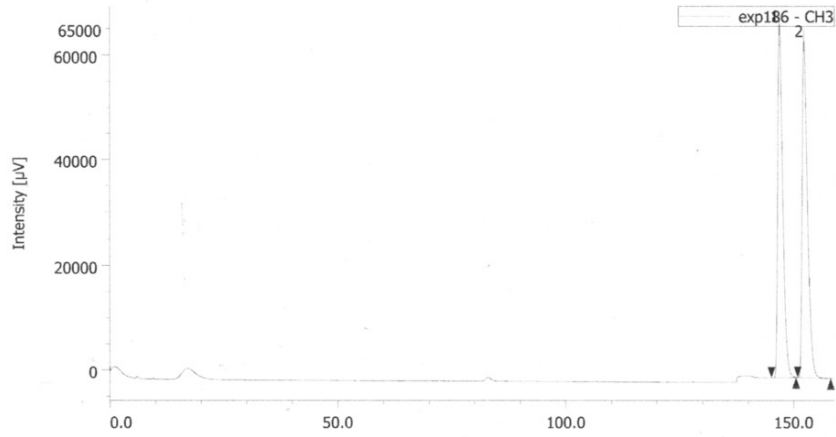
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2023/01/26 17:31:10
 コメント IA, 0.7 mL/min, Hex:EtOH=98:2, UV=254nm, CD=254nm
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2023/01/26 16:07:07
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2022system2
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 2-466703 takaya
 コントロールメソッド 2009system2_600min_2
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報 + ピーク情報
 クロマトグラム名 exp61-6-OBn-CH10
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 100 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	area [μV·sec]	area%	height [μV]	height%
1	Unknown	10	46.027	85068244	93.737	872995	93.880
2	Unknown	10	52.272	5683602	6.263	56906	6.120

Chiral phase HPLC chart of (±)-4f

クロマトグラム

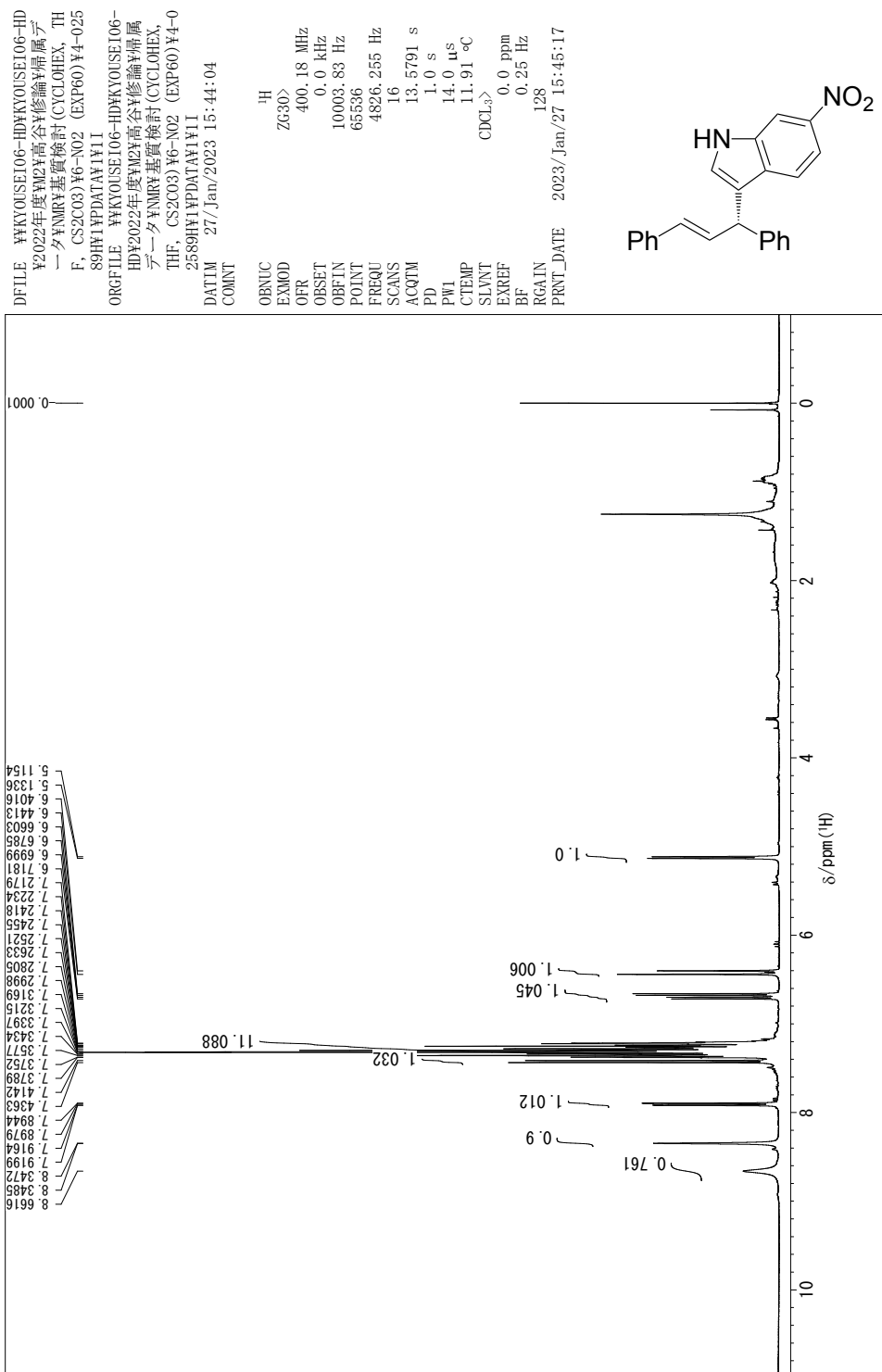


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2012/06/19 16:43:14
 コメント IA-3.flow0.7.Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2012/06/19 14:04:21
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system2
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 2_1283 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system2_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp186-CH3
 サンプル名 6-BnO(rac)
 チャンネル名 UV-970
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

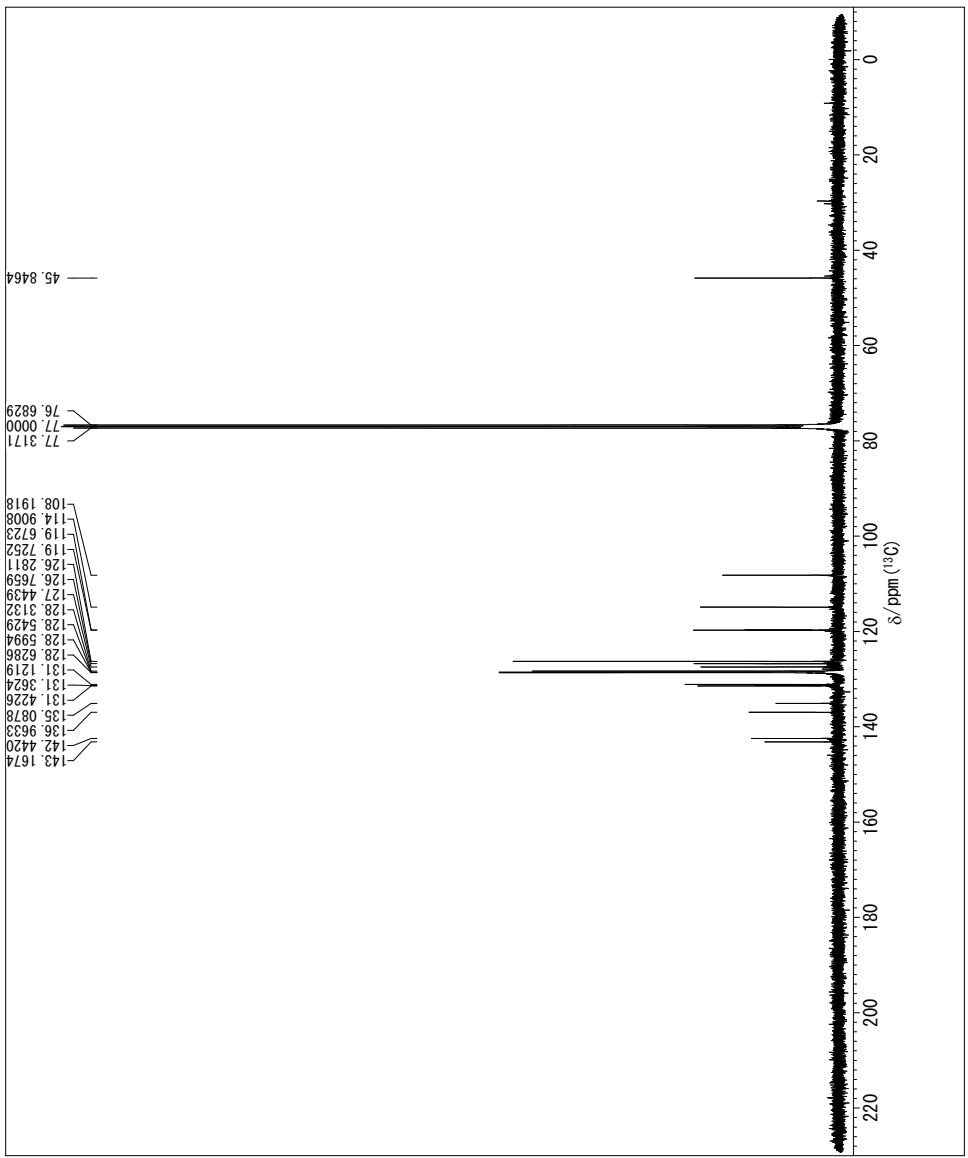
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ	係数	警告
1	Unknown	3	146.842	5189847	67237	49.920	51.164	N/A	86735	2.649			1.707
2	Unknown	3	152.233	5206388	64179	50.080	48.836	N/A	85062	N/A			1.694

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (S)-4g

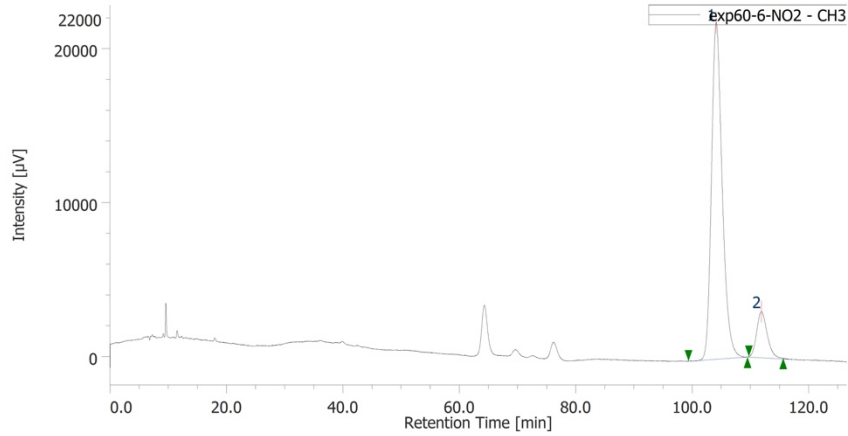


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥予
 一々¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-N02 (EXP60) ¥4-025
 75CF1Yfid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 予一々¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX,
 THF, CS2C03) ¥6-N02 (EXP60) ¥4-0
 2575CF1Yfid
 DATIM 23/Jan/2023 14:20:05
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.63 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 512
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 10.0 µs
 SLVNT 15.21 °C
 EXREF CDCl₂>
 BF 77.0 ppm
 RGAIN 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2023/Jan/23 18:02:15



クロマトグラム



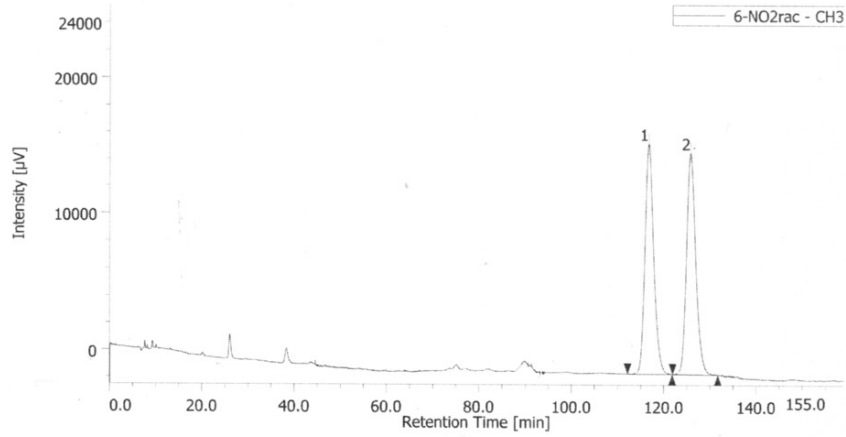
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2023/01/24 20:23:32
 コメント IA-3, 0.5 mL/min, Hex:EtOH=98:2, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2023/01/24 18:16:56
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2022system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-2277 takaya
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報 + ピーク情報
 クロマトグラム名 exp60-6-NO2-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%
1	Unknown	3	104.108	2797103	21886	88.1	88.0
2	Unknown	3	111.883	379126	2998	11.9	12.0

Chiral phase HPLC chart of (±)-4g

クロマトグラム

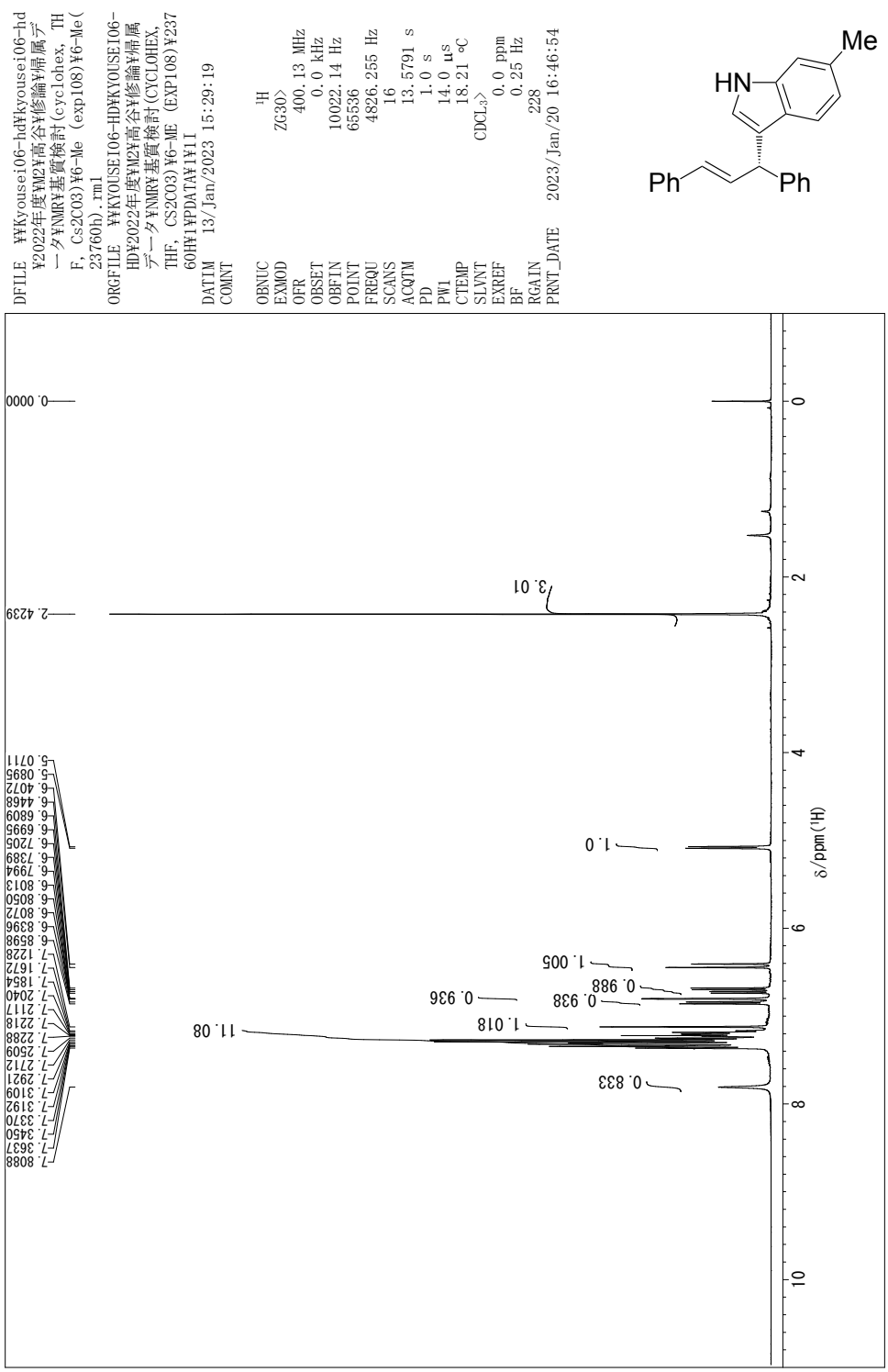


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2018/11/16 14:18:22
 コメント IA-3, 0.5 mL/min, Hex:EtOH=98:2, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2018/11/16 11:39:25
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2017system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1_5689 yamaguchi
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 6-NO2rac-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

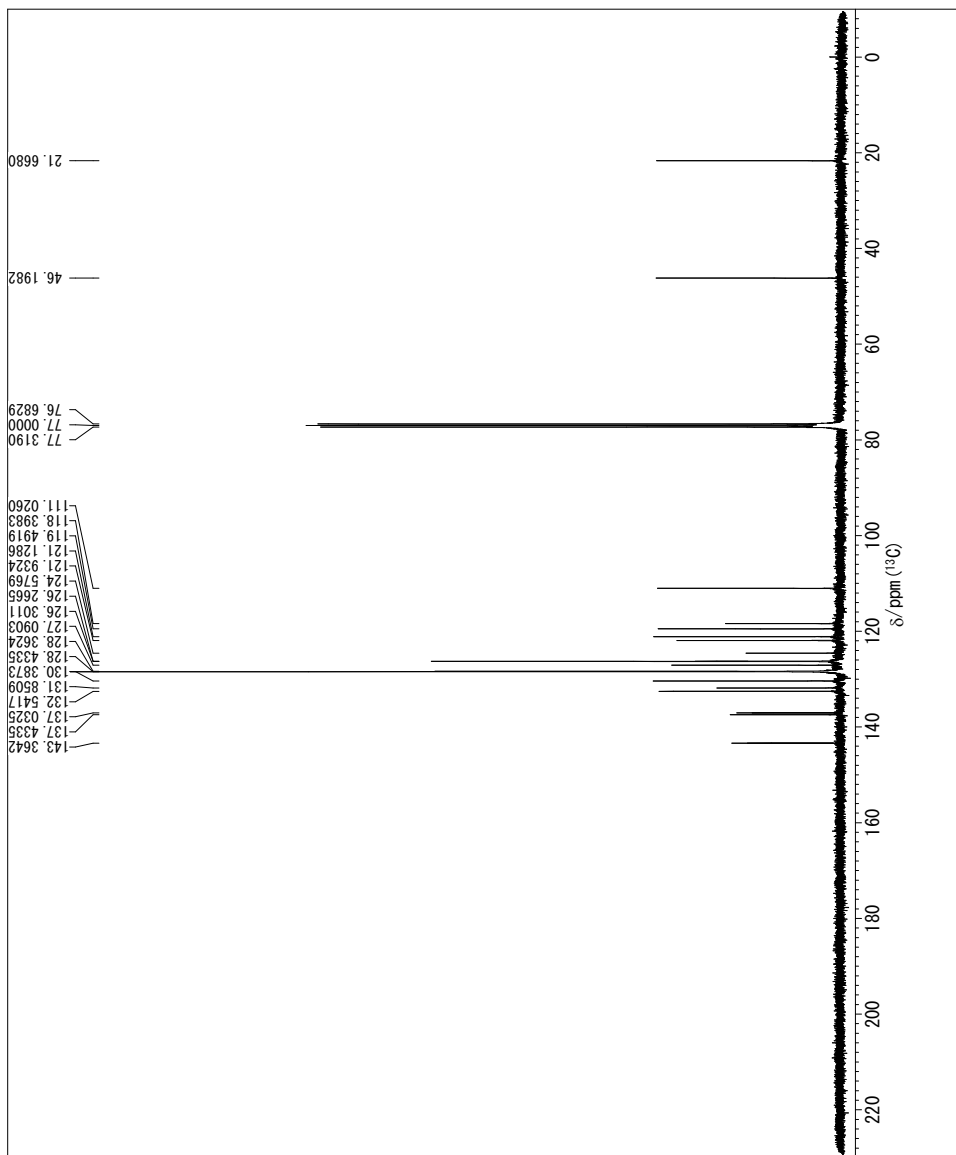
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シムドリー係数	警告
1	Unknown	3	116.858	2275456	16872	50.133	51.006	N/A	18258	2.595		1.265
2	Unknown	3	125.742	2263396	16207	49.867	48.994	N/A	19883	N/A		1.252
Total				4538852	33079			0.00000				

^1H and ^{13}C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4h**

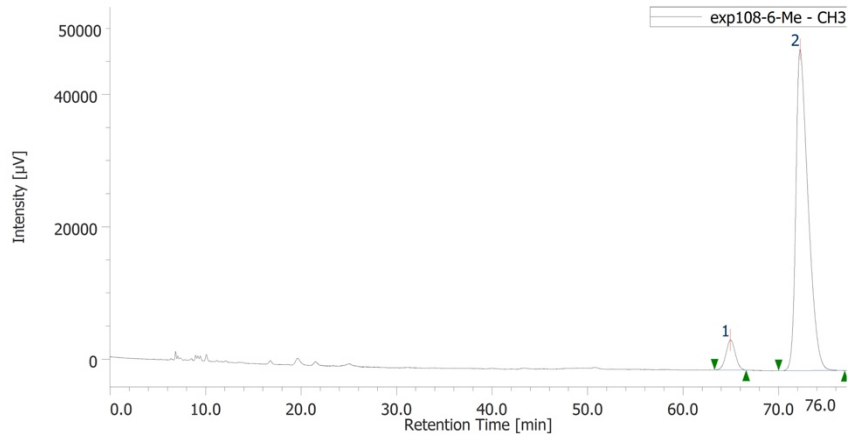


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥6-ME (EXP108) ¥4-025
 45C¥H¥fid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥6-ME (EXP108) ¥4-0
 2545C¥H¥fid
 DATIM 16/Jan/2023 15:23:02
 COMNT

¹³C
 ZGPC30>
 100.63 MHz
 0.0 kHz
 11066.5 Hz
 131072(ZeroFill
 :x4)
 24038.46 Hz
 512
 1.3631 s
 2.0 s
 10.0 μ s
 15.51 °C
 CDCl₂>
 77.0 ppm
 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2023/Jan/16 15:50:52



クロマトグラム



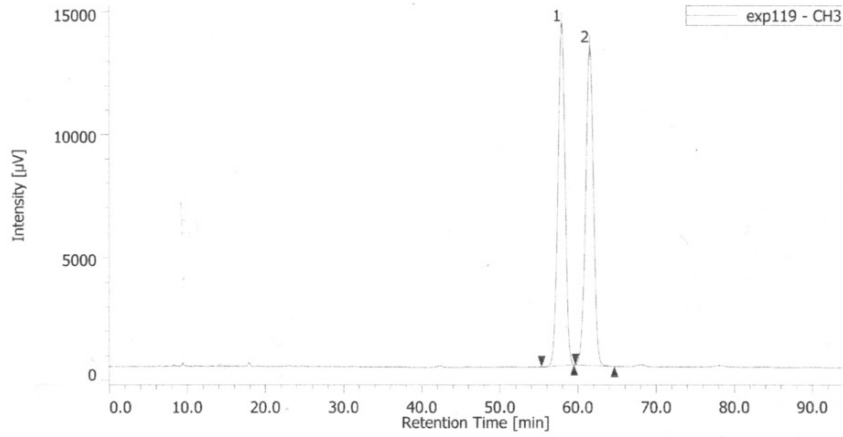
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2023/01/16 17:38:39
 コメント IB, 0.7 mL/min, Hex:EtOH=99:1, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2023/01/16 15:35:17
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2022system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-2262 takaya
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報 + ピーク情報
 クロマトグラム名 exp108-6-Me-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%
1	Unknown	3	64.942	309337	4529	6.69	8.54
2	Unknown	3	72.225	4314196	48523	93.3	91.5

Chiral phase HPLC chart of (±)-4h

クロマトグラム

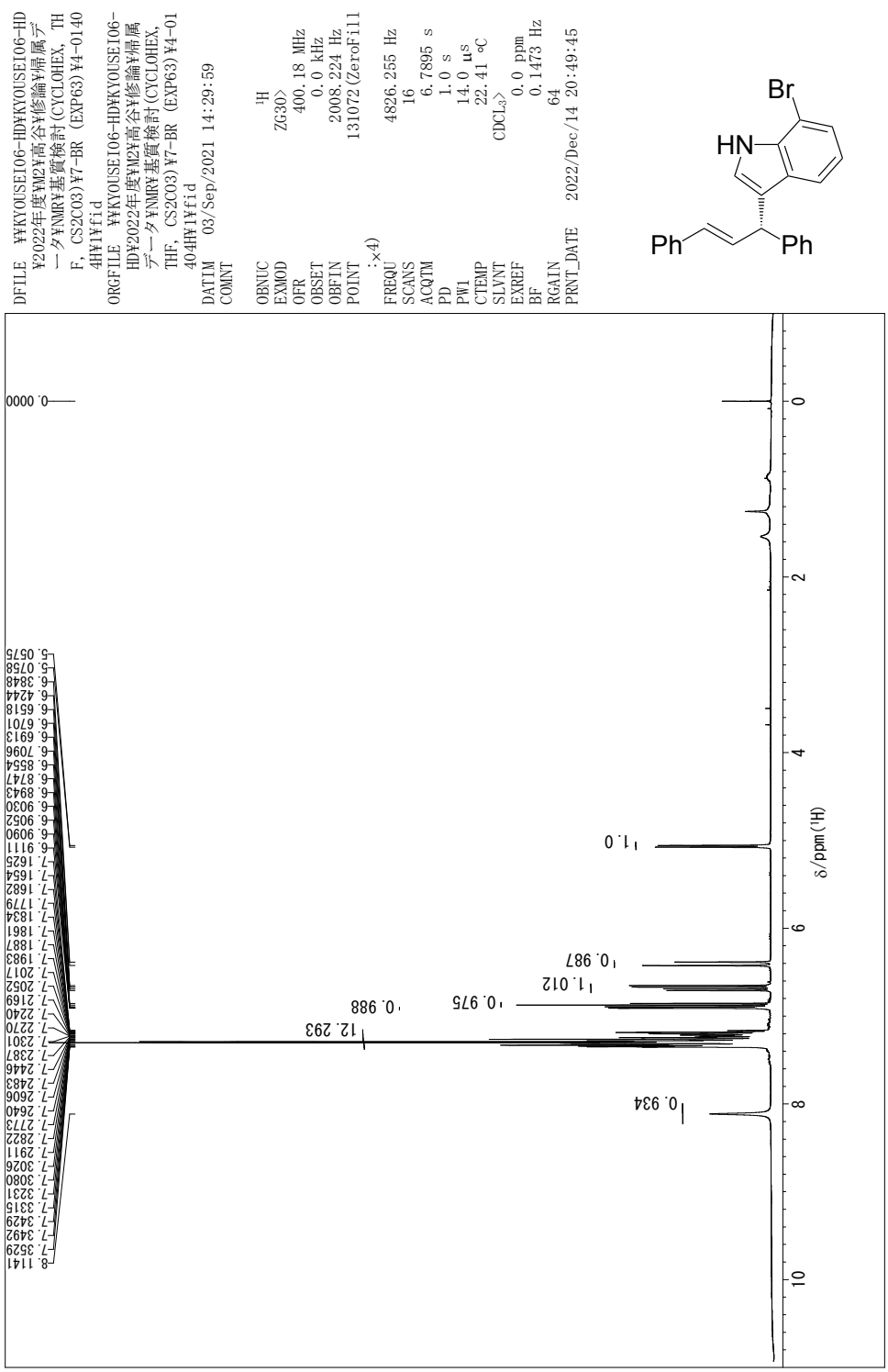


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2011/10/13 15:44:46
 コメント IB.flow0.5,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2011/10/13 14:10:56
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2009system1
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 1_0937 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp119-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

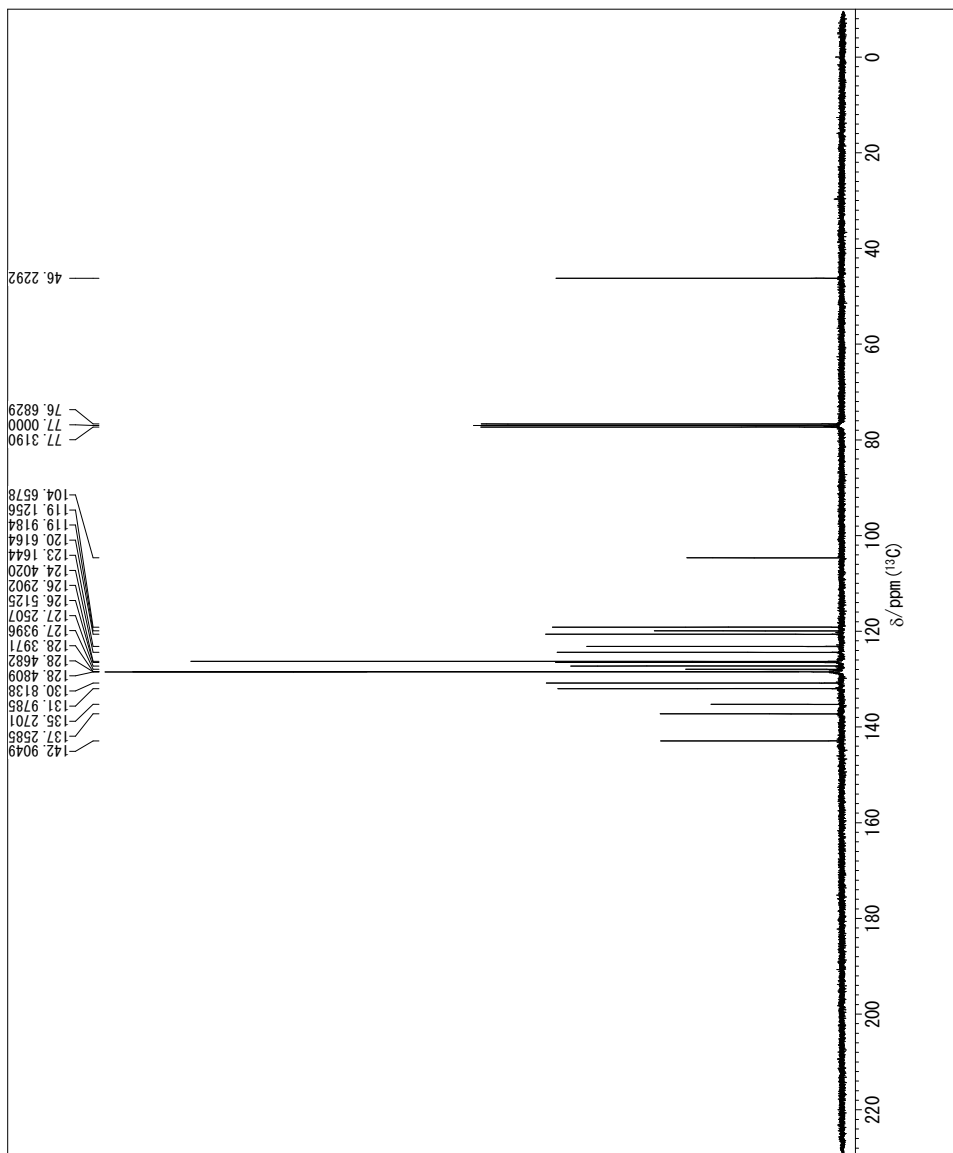
#	ピーク名	CH	tr [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	3	57.892	900295	13939	49.962	51.774	N/A	18789	2.056		0.946
2	Unknown	3	61.483	901662	12984	50.038	48.226	N/A	18401	N/A		0.960

^1H and ^{13}C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4i**

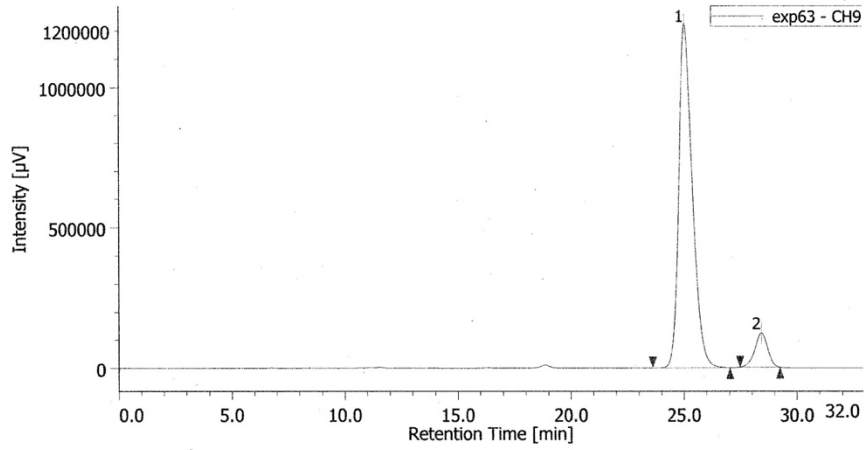


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 Y2022年度W2Y高谷修論Y帰属予
 一夕NMRY基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03)Y7-BR (EXP63)Y4-0140
 4CHYfid
 ORGFIL YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HDY2022年度W2Y高谷修論Y帰属
 予一夕NMRY基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03)Y7-BR (EXP63)Y4-01
 404CHYfid
 DATIM 03/Sep/2021 15:43:00
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.63 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 10.0 μ s
 CTEMP 23.31 $^{\circ}$ C
 SLVNT CDCl₂>
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.7336 Hz
 RGAIN 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 20:54:27



クロマトグラム



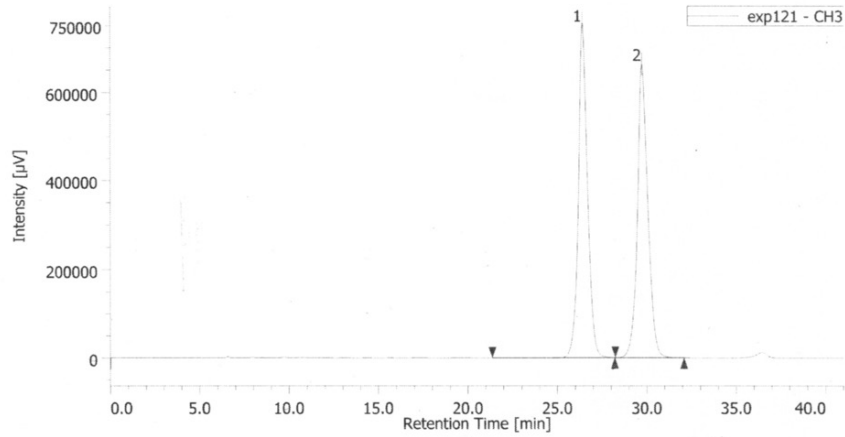
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2021/09/07 13:04:48
 コメント IB.0.7ml/min,Hex:EtOH=99:1.254nm,rt
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2021/09/07 10:50:44
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-01041 takaya
 コントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検査線テーブル
 追加情報 .4h

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp63-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μVsec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	25.02	50897594	1224564	91.381	90.928
2	Unknown	9	28.40	4800862	122174	8.619	9.072

Chiral phase HPLC chart of (±)-4i

クロマトグラム

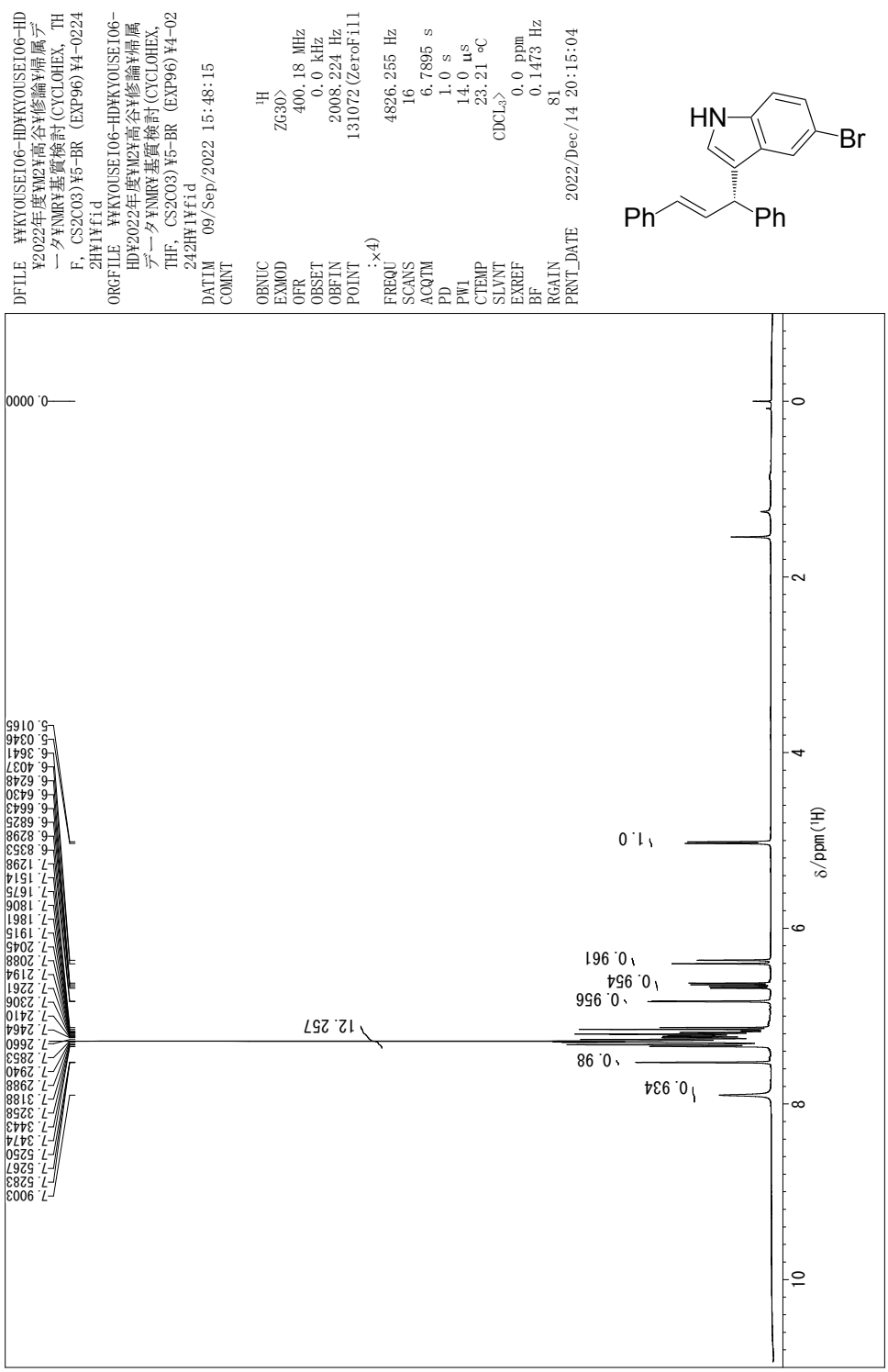


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2018/10/22 18:24:29
 コメント IB, 0.7 mL/min, Hex:EtOH=99:1, UV 254 nm, CD 254 nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2018/10/22 17:43:24
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2017system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1_5644 yamaguchi
 コントロールメソッド system1_2017
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp121-CH3
 サンプル名
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

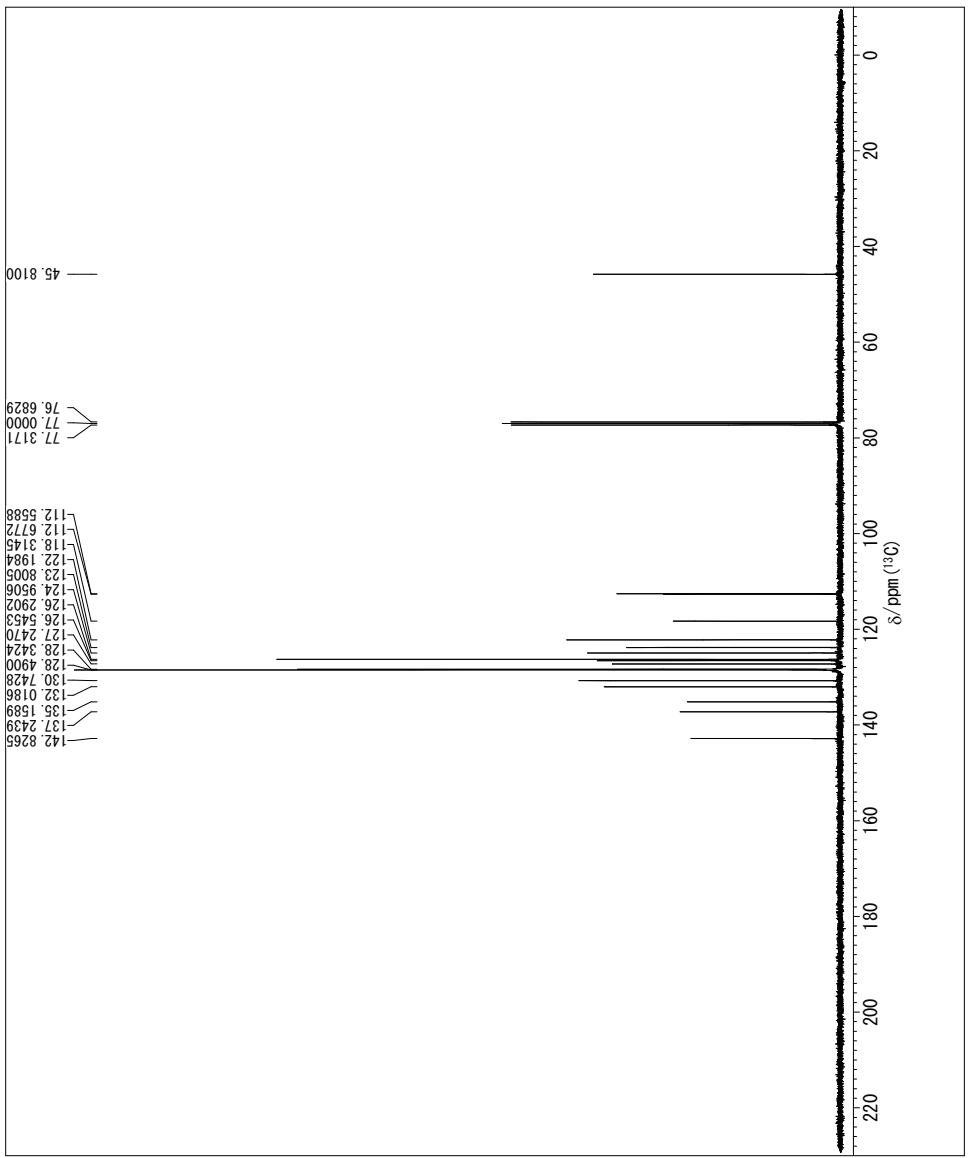
#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリ係数	警告
1	Unknown	3	26.392	26851159	754882	49.921	53.281	N/A	14765	3.570	1.108	
2	Unknown	3	29.708	26936048	661910	50.079	46.719	N/A	14279	N/A	1.124	

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (S)-4j

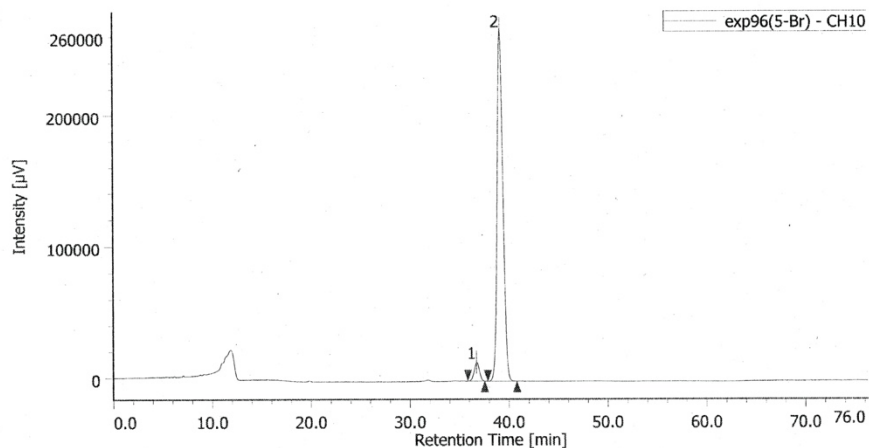


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥5-BR (EXP96) ¥4-0224
 2CH1F1d
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質¥検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥5-BR (EXP96) ¥4-02
 242C11F1d
 DATIM 09/Sep/2022 16:05:20
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.63 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 10.0 µs
 CTEMP 24.11 °C
 SLVNT CDCl₃>
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.7336 Hz
 RGAIN 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 20:20:59



クロマトグラム



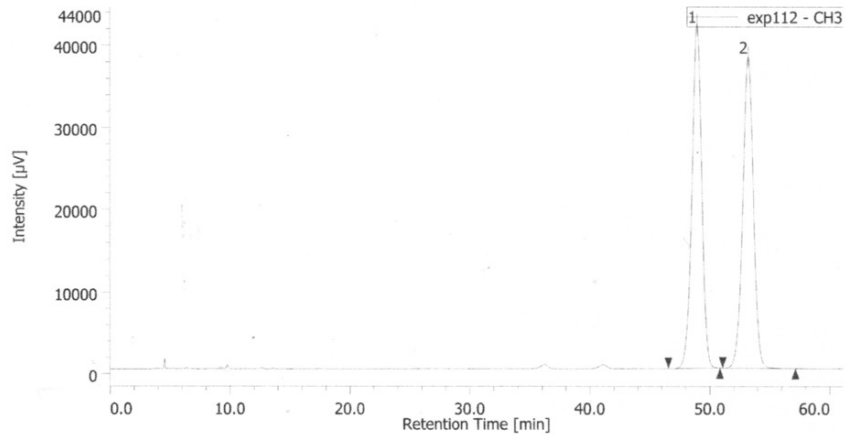
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2022/09/12 17:59:02
 コメント IB, 0.9 mL/min, Hex:EtOH=99:1, UV=254nm, CD=254nm
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2022/09/12 16:42:42
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2022system2
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 2-466679 takaya
 コントロールメソッド 2009system2.600min_2
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp96(5-Br)-CH10
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 100 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	TR [min]	area [μV·sec]	area%	height [μV]	height%
1	Unknown	10	36.727	521487	4.539	14221	5.033
2	Unknown	10	39.153	10968171	95.461	268330	94.967

Chiral phase HPLC chart of (±)-4j

クロマトグラム



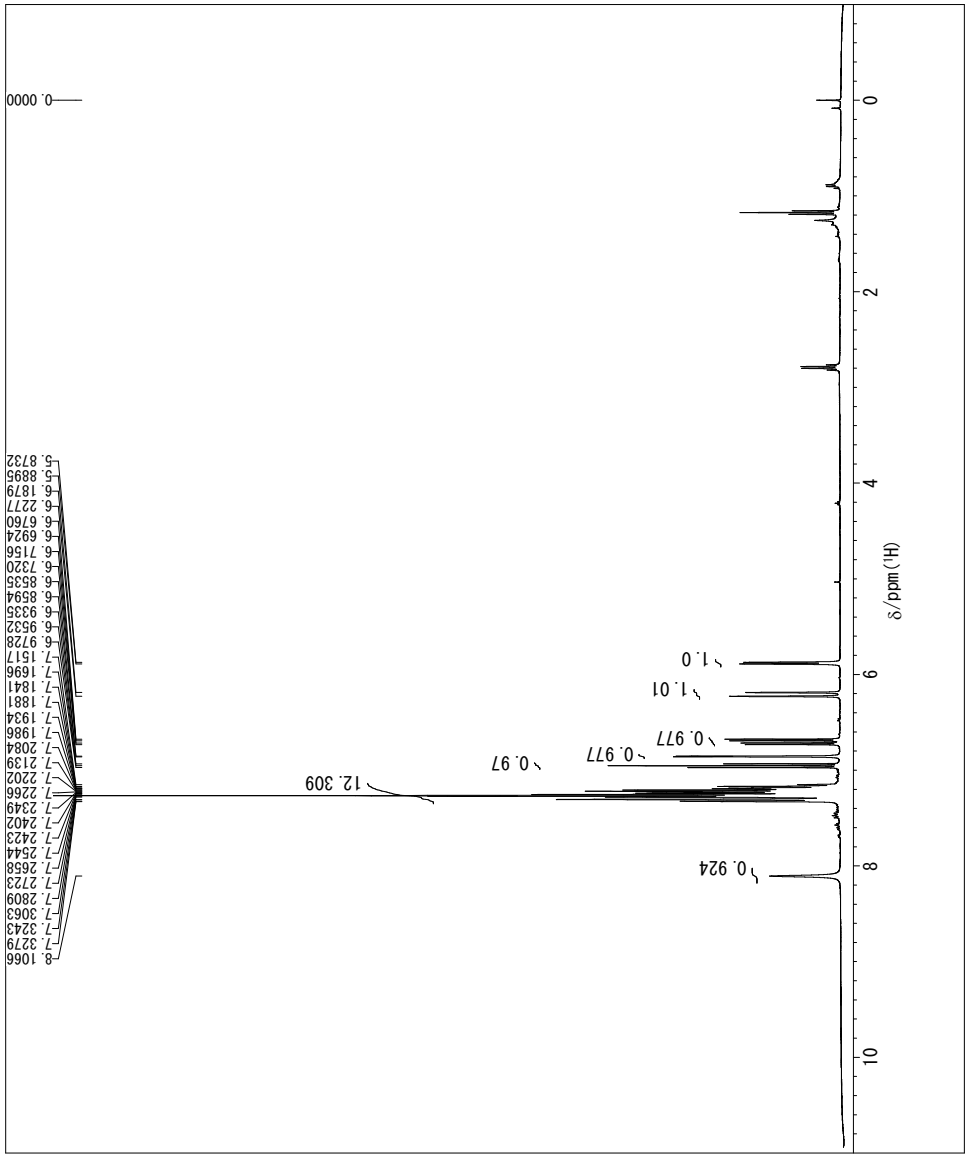
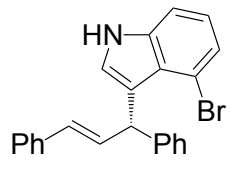
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2011/09/22 18:15:38
 コメント IB,flow0.9,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2011/09/22 17:14:31
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2009system1
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 1_0904 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp112-CH3
 サンプル名 5-Br indole
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	TR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シメトリー係数	警告
1	Unknown	3	48.925	2375311	41835	49.941	52.489	N/A	17744	2.757	0.941	
2	Unknown	3	53.175	2380899	37867	50.059	47.511	N/A	17189	N/A	0.983	

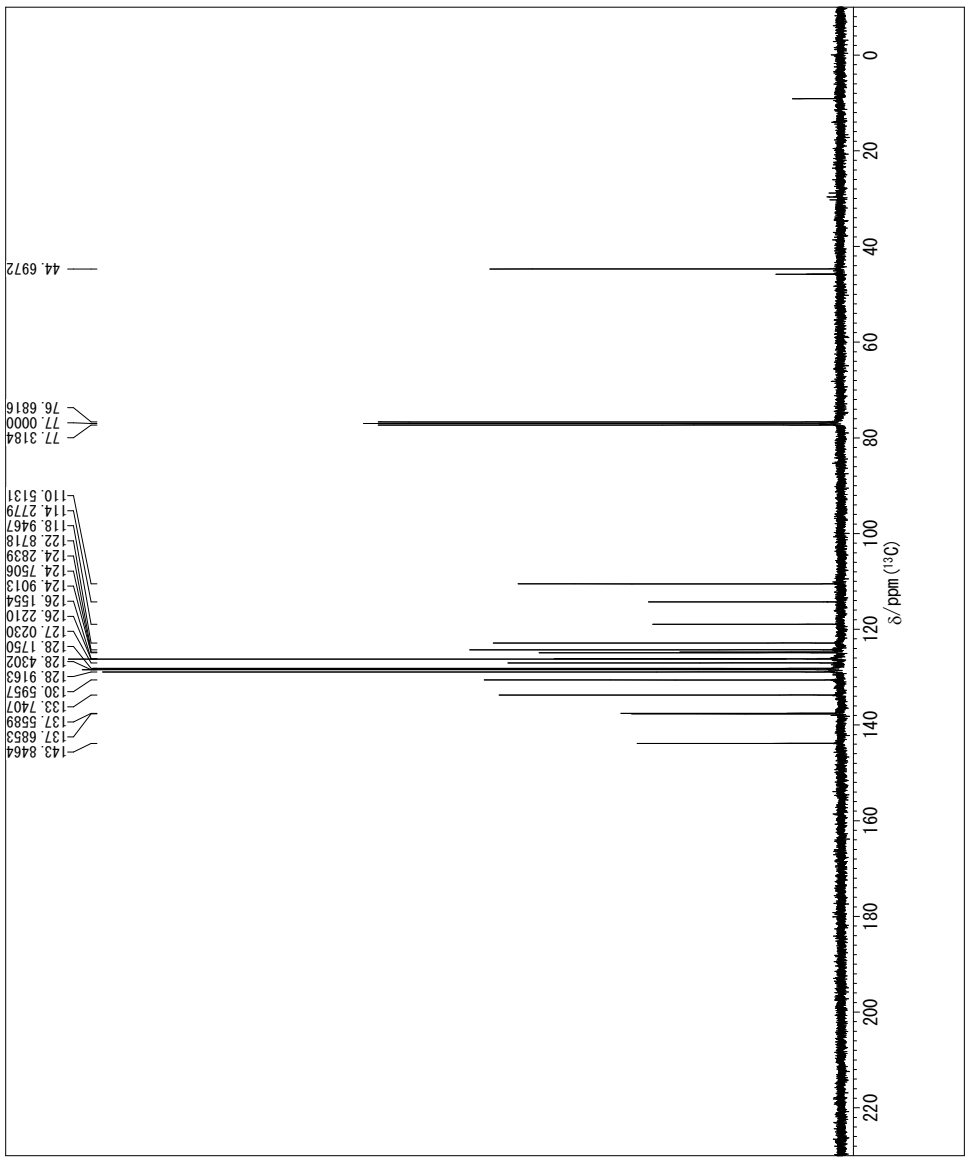
¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4k**

DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 Y2022年度YMZ高谷修論帰属予
 一夕YMRX基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03)Y4-BR (EXP79)Y23652H
 Y1Yfid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HDY2022年度YMZ高谷修論帰属
 一夕YMRX基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03)Y4-BR (EXP79)Y2365
 2HW1Yfid
 DATIM 26/May/2022 18:53:32
 COMNT
 OBNIC ¹H
 EXMOD ZG30>
 OFR 400.13 MHz
 OBSET 0.0 kHz
 OBFIN 1996.017 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 4826.255 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 6.7895 s
 PD 1.0 s
 PWI 14.0 μs
 CTEMP 20.41 °C
 SLVNT CDCl₃>
 EXREF 0.0 ppm
 BF 0.1473 Hz
 RGAIN 101
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 20:32:52

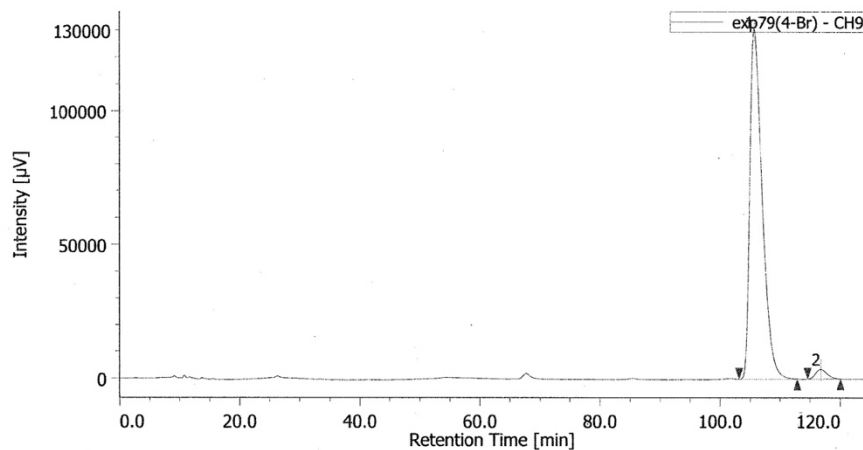


DFILF YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質檢討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥4-BR (EXP79) ¥23652C
 ¥1¥fid
 ORGFILF YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥2¥高谷¥修論¥帰属¥
 一夕¥NMR¥基質檢討(CYCLOHEX,
 THF, CS2C03) ¥4-BR (EXP79) ¥2365
 2C¥1¥fid
 DATIM 26/May/2022 19:08:28
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.61 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 12705.91 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 32051.28 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.0224 s
 PD 2.0 s
 PWL 9.0 µs
 SLVNT 21.01 °C
 EXREF CDCl₃>
 BF 77.0 ppm
 RGAIN 0.9781 Hz
 2050
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 20:41:15



クロマトグラム



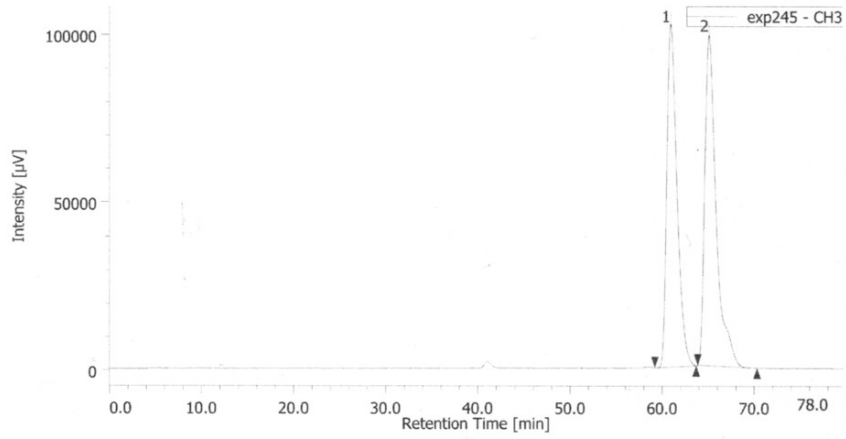
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2022/05/27 13:42:21
 コメント IA,0.5ml/min,Hex:EtOH=99:1,254nm
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2022/05/27 11:33:19
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1-02035 takaya
 コントロールメソッド 2019system1
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp79(4-Br)-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 254.0nm
 サンプル間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μV·sec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	105.69	18715941	130537	97.518	97.314
2	Unknown	9	116.81	476355	3604	2.482	2.686

Chiral phase HPLC chart of (±)-4k

クロマトグラム

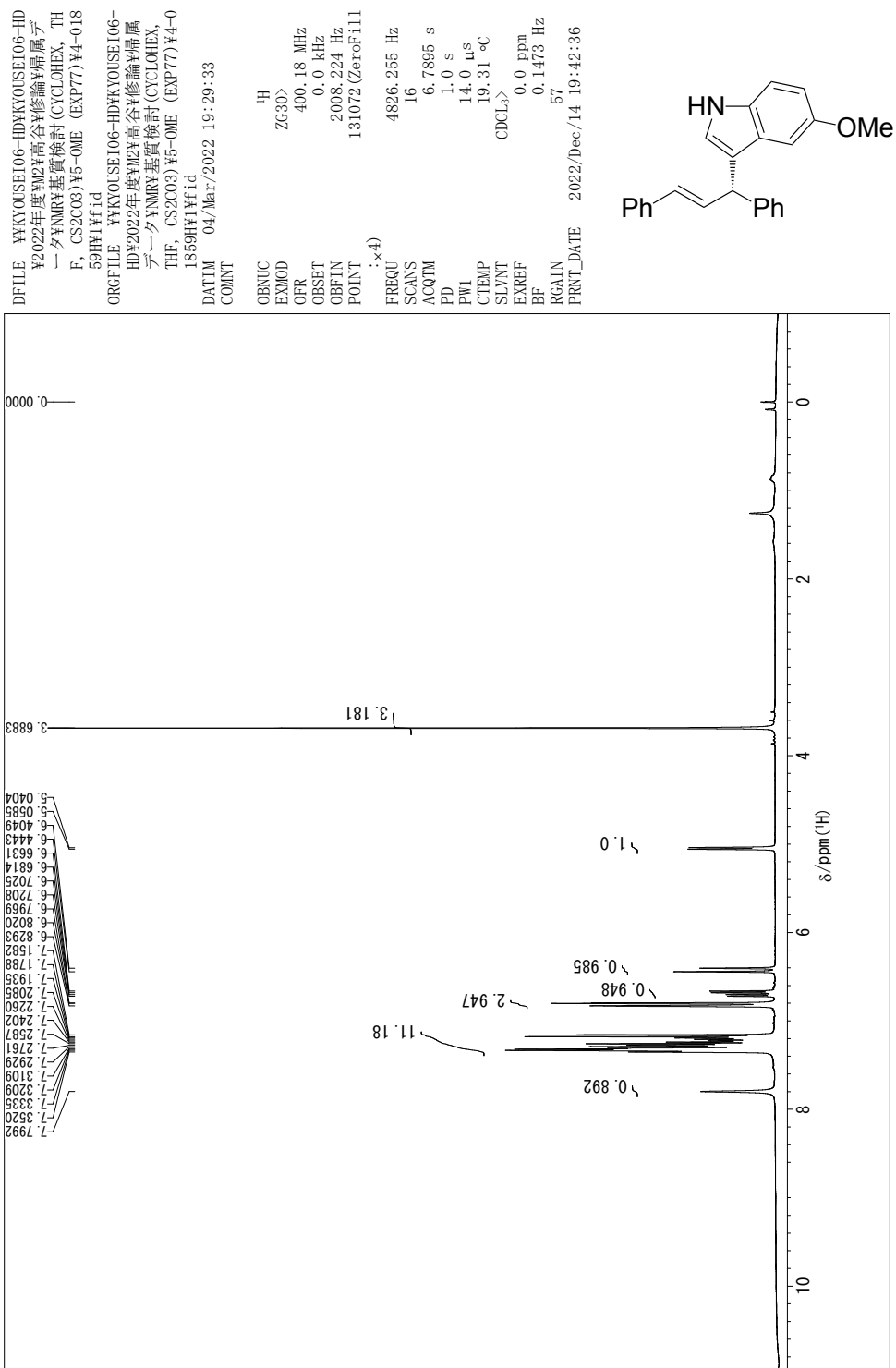


クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2014/07/01 14:51:17
 コメント IA-3,0.7, Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2014/07/01 13:31:41
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system1
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 1.2696 asano
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp245-CH3
 サンプル名 4-Br
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

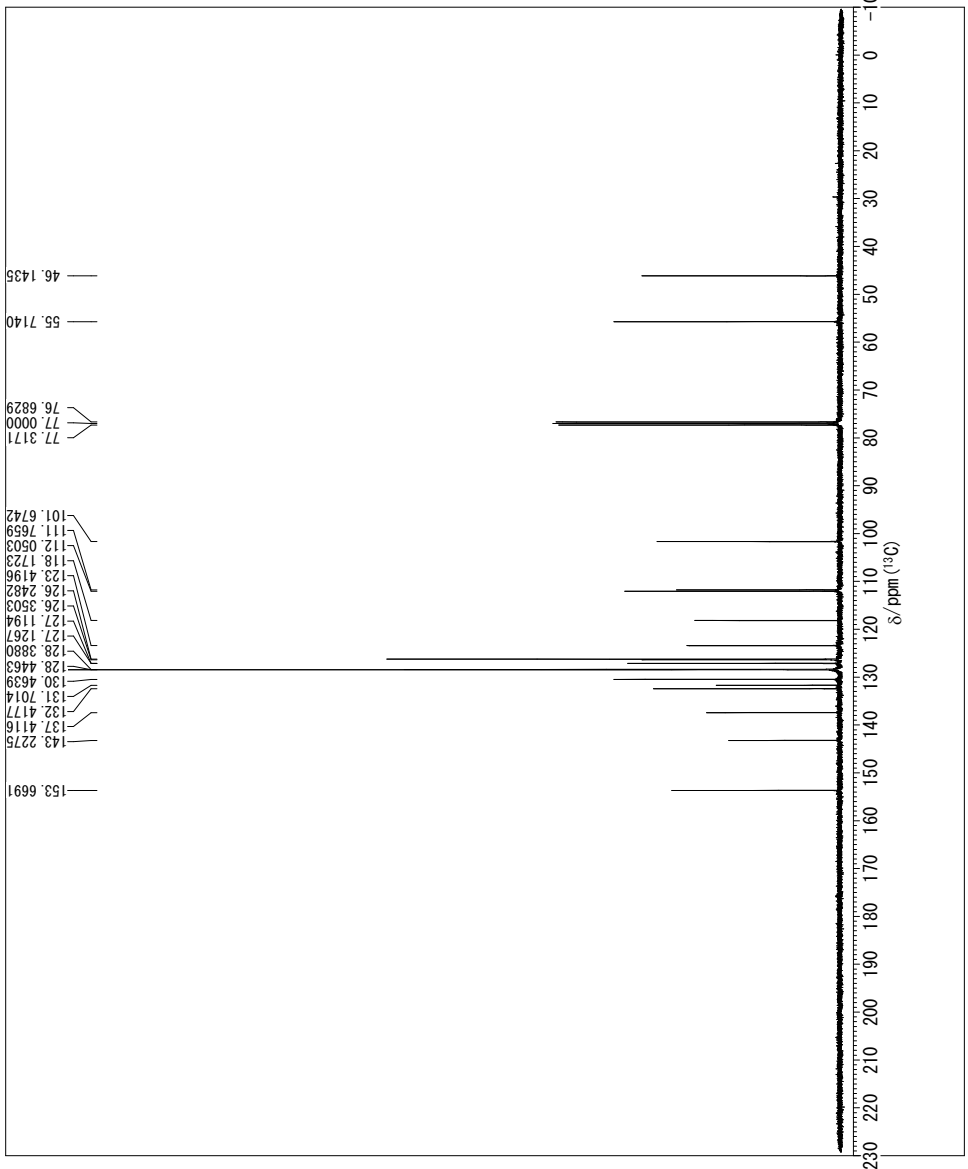
#	ピーク名	CH	IR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定置値	NTP	分離度	シメトリー係数	警告
1	Unknown	3	60.917	7827300	102143	48.315	50.929	N/A	15127	2.060		1.503
2	Unknown	3	65.050	8373098	98417	51.685	49.071	N/A	16219	N/A		1.917

¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**41**

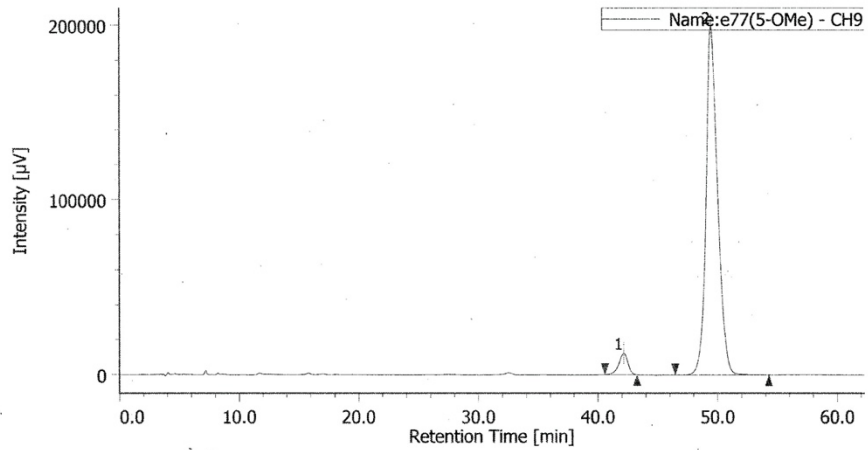


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 ¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) ¥5-OME (EXP77) ¥4-018
 59C¥H¥fid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HD¥2022年度¥M2¥高谷¥修論¥附属¥
 一夕¥NMR¥基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) ¥5-OME (EXP77) ¥4-0
 1859C¥H¥fid
 DATIM 04/Mar/2022 19:45:08
 COMNT

OBNUC ¹³C
 EXMOD ZGPC30>
 OFR 100.63 MHz
 OBSSET 0.0 kHz
 OBFIN 11066.5 Hz
 POINT 131072(ZeroFill
 :x4)
 FREQU 24038.46 Hz
 SCANS 256
 ACQTM 1.3631 s
 PD 2.0 s
 PWL 10.0 µs
 CTEMP 20.11 °C
 SLVNT CDCl₂>
 EXREF 77.0 ppm
 BF 0.7336 Hz
 RGAIN 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 19:50:21



クロマトグラム



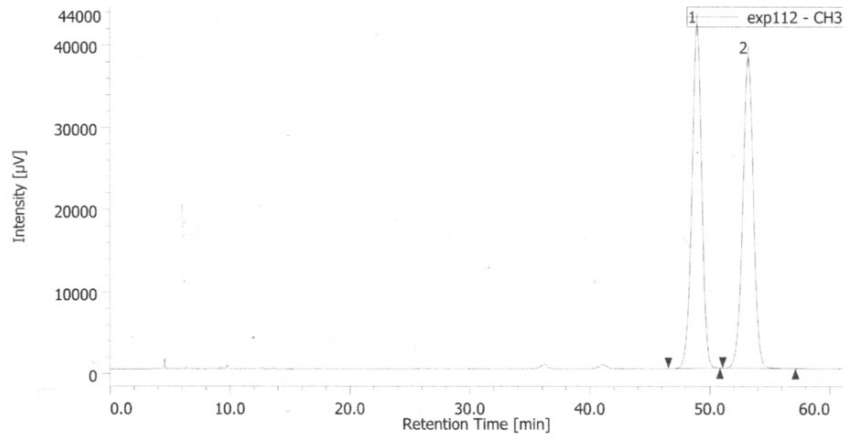
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2022/03/07 17:22:25
 コメント IB,0.9ml/min,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2022/03/07 15:21:32
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2_466666 takaya
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 e77(5-OMe)-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 256.0nm
 サンプルング間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μVsec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	42.12	631750	12203	4.487	5.755
2	Unknown	9	49.45	13446883	199853	95.513	94.245

Chiral phase HPLC chart of (±)-41

クロマトグラム



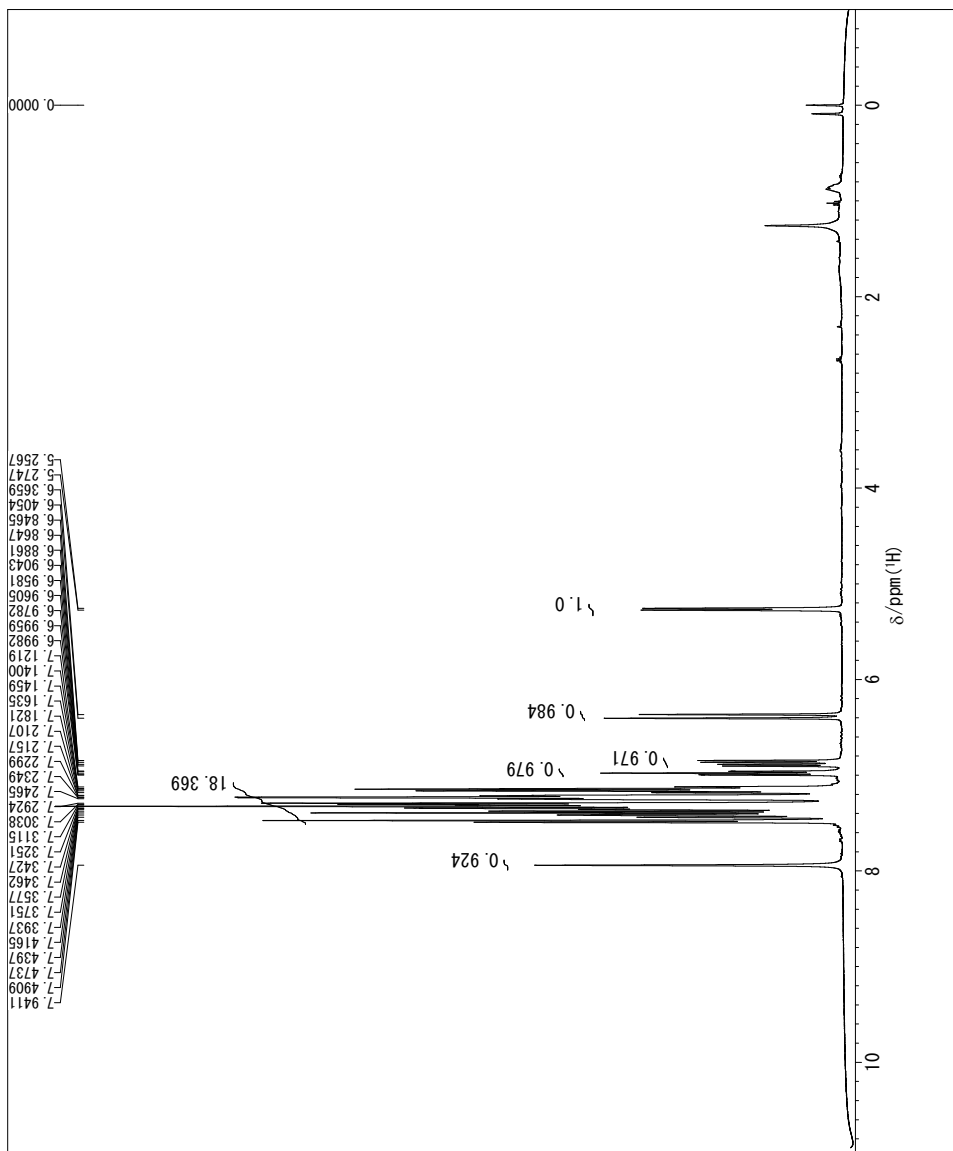
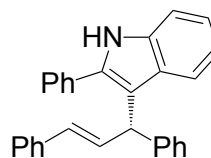
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2011/09/22 18:15:38
 コメント IB,flow0.9,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2011/09/22 17:14:31
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2009system1
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 1_0904 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp112-CH3
 サンプル名 5-Br indole
 チャンネル名 UV-2075
 サンプル間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	TR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	3	48.925	2375311	41835	49.941	52.489	N/A	17744	2.757	0.941	
2	Unknown	3	53.175	2380899	37867	50.059	47.511	N/A	17189	N/A	0.983	

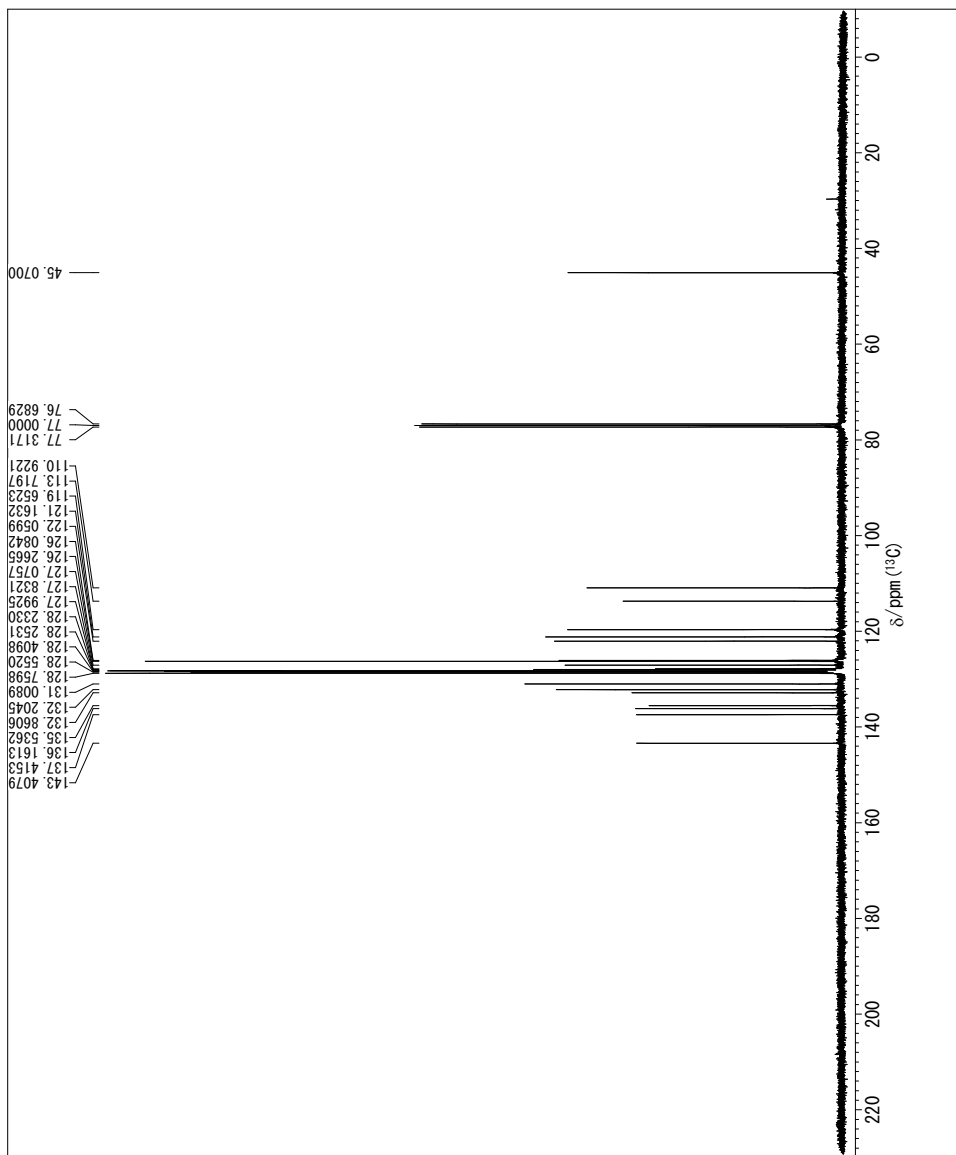
¹H and ¹³C NMR, and chiral phase HPLC chart of (*S*)-**4m**

DFILE YKYOU106-HDKYOU106-HD
 Y2022年度YMZ高谷修論帰属予
 一夕YMRV基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03)Y2-PH (EXP78)Y4-0185
 SHYIFid
 ORGFILE YKYOU106-HDKYOU106-
 HDY2022年度YMZ高谷修論帰属
 一夕YMRV基質検討(CYCLOHEX,
 THF, CS2C03)Y2-PH (EXP78)Y4-01
 858HYIFid
 DATIM 04/Mar/2022 19:06:15
 COMNT
 OBNIC ¹H
 EXMOD ZG30>
 OFR 400.18 MHz
 OBSET 0.0 kHz
 OBFIN 2008.224 Hz
 POINT 131072(Zerofill
 :x4)
 FREQU 4826.255 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 6.7895 s
 PD 1.0 s
 PWI 14.0 μs
 CTEMP 19.31 °C
 SLVNT CDCl₃>
 EXREF 0.0 ppm
 BF 0.1473 Hz
 RGAIN 57
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 21:06:11

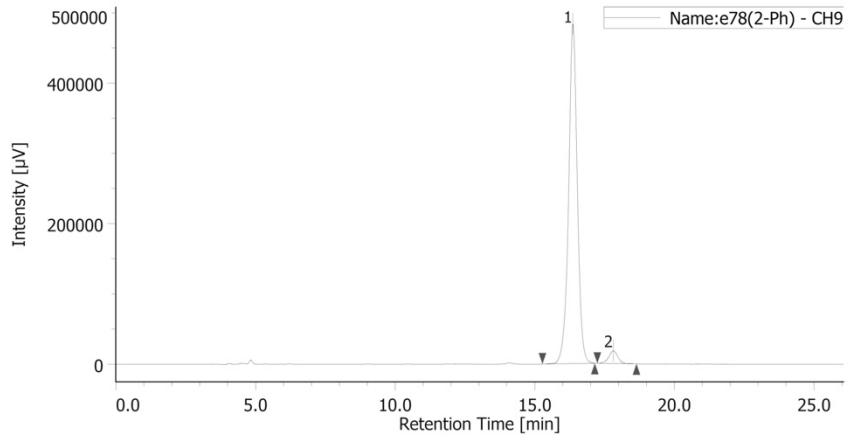


DFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-HD
 Y2022年度W2Y高谷修論Y帰属予
 一夕NMRY基質検討(CYCLOHEX, TH
 F, CS2C03) Y2-PH (EXP78) Y4-0185
 8CHYfid
 ORGFILE YKYOUSEI06-HDKYOUSEI06-
 HDY2022年度W2Y高谷修論Y帰属
 予一夕NMRY基質検討(CYCLOHEX,
 TH, CS2C03) Y2-PH (EXP78) Y4-01
 858CF1Yfid
 DATIM 04/Mar/2022 19:23:17
 COMNT

¹³C
 ZGPC30>
 100.63 MHz
 0.0 kHz
 11066.5 Hz
 131072(ZeroFill
 :x4)
 24038.46 Hz
 256
 1.3631 s
 2.0 s
 10.0 μ s
 20.11 $^{\circ}$ C
 CDCl₂>
 77.0 ppm
 0.7336 Hz
 203
 PRNT_DATE 2022/Dec/14 21:16:54



クロマトグラム



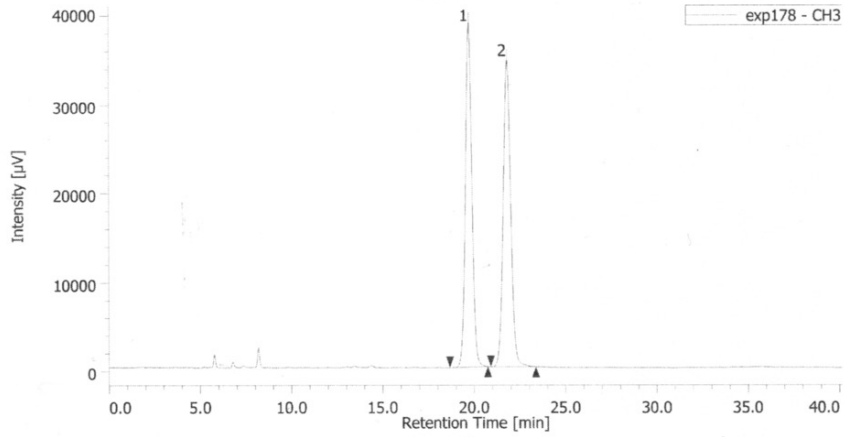
クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2022/03/07 17:22:26
 コメント IB,0.9ml/min,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-2
 測定日 2022/03/07 16:28:02
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2019system2
 取込時間 180.0 [min]
 測定シーケンス 2.466667 takaya
 コントロールメソッド system2_2019
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報 + ピーク情報
 クロマトグラム名 e78(2-Ph)-CH9
 サンプル名
 チャンネル名 256.0nm
 サンプルング間隔 200 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	tR [min]	Area [μV·sec]	Height [μV]	Area%	Height%
1	Unknown	9	16.36	10459524	482871	96.152	96.362
2	Unknown	9	17.81	418567	18231	3.848	3.638

Chiral phase HPLC chart of (±)-4m

クロマトグラム



クロマトグラム情報
 ユーザー名 3385
 更新日時 2012/07/23 13:23:51
 コメント IB,flow0.9,Hex:EtOH=99:1
 HPLC システム名 HPLC-1
 測定日 2012/07/23 12:43:40
 注入量 1.00 [μL]
 サンプル# 1
 プロジェクト名 2012system1
 取込時間 600.0 [min]
 測定シーケンス 1_1551 ishikawa
 コントロールメソッド 2009system1_温度制御なし_600min
 ピークIDテーブル
 検量線テーブル
 追加情報

チャンネル情報+ピーク情報
 クロマトグラム名 exp178-CH3
 サンプル名 2-Ph(rac)
 チャンネル名 UV-2075
 サンプリング間隔 500 [msec]
 波形処理メソッド (マニュアル)

#	ピーク名	CH	trR [min]	面積 [μVsec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シノメトリー係数	警告
1	Unknown	3	19.717	957849	36698	49.721	52.846	N/A	15314	3.084		1.014
2	Unknown	3	21.800	968612	34530	50.279	47.154	N/A	14782	N/A		1.041