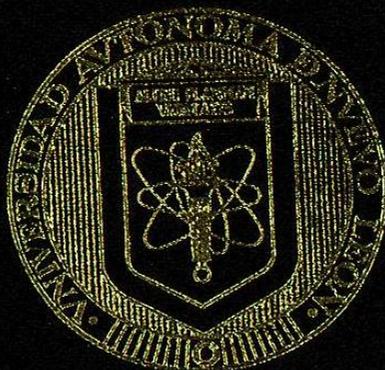


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



SINTESIS DE INDOLOQUINOLIZINAS
SUSTITUIDAS EN EL ANILLO "A"
UTILIZANDO LA REACCION DE TEUBER.

Por

L.Q.I. ESAUL VILLARREAL PLATAS

Como requisito parcial para obtener el Grado de
MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD
EN QUIMICA ORGANICA

ENERO, 2001

SINTESIS DE INDOLOQUINOLIZINAS
SUSTITUIDAS EN EL ANILLO "A"
UTILIZANDO LA REACCION DE TUBBER.

TM

Z5521

FCQ

2001

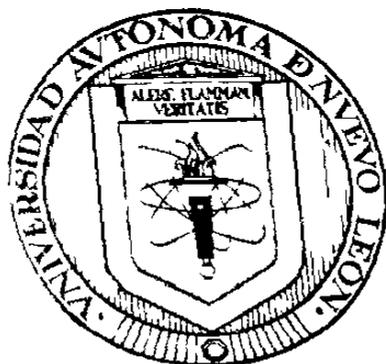
V5



1020145962

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



ISIS DE INDOLOQUINOLIZINAS
SITUADAS EN EL ANILLO "A"
USANDO LA REACCION DE TEUBER

Por

L.Q.I ESAUL VILLARREAL PLATAS

Como requisito parcial para obtener el Grado de
MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD
EN QUIMICA ORGANICA

ENERO. 2001

c

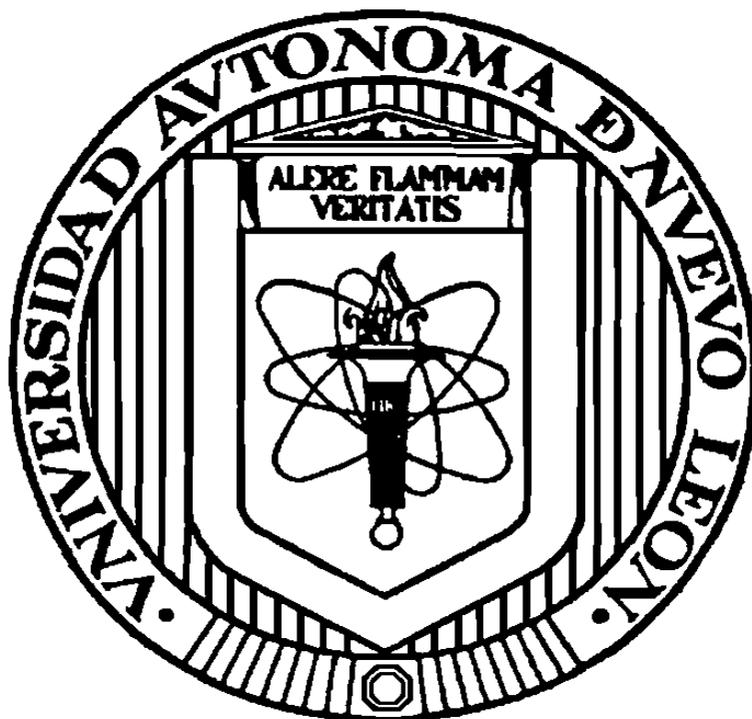
M
2552
FQQ
201
Vs



FONDO
TESIS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



**SÍNTESIS DE INDOLOQUINOLIZINAS SUSTITUIDAS EN
EL ANILLO "A" UTILIZANDO LA REACCIÓN DE
TEUBER.**

Por

L.Q.I. Esaúl Villarreal Platas

**Como requisito parcial para obtener el grado de
MAESTRÍA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN
QUÍMICA ORGÁNICA.**

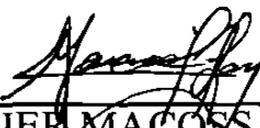
Enero, 2001

SÍNTESIS DE INDOLOQUINOLIZINAS SUSTITUIDAS EN
EL ANILLO "A" UTILIZANDO LA REACCIÓN DE TEUBER.

Aprobación de la comisión de tesis:

DR. RAMIRO QUINTANILLA LICEA
Asesor de tesis

DR. JOSE MA. VIADER SALVADO
Comisión de tesis



DR. JAVIER MACOSSAY TORRES
Comisión de tesis

M. C. MARTHA SUAREZ HERRERA
Coordinadora de la Maestría en Ciencias

DEDICATORIA

A la memoria de Maria de los Ángeles Platas González, que por mucho tiempo sufrió la enfermedad a la que este trabajo pretende aportar una solución.

A mis padres, hermanos y familiares en general.

AGRADECIMIENTOS

A Dios.

A mis padres por apoyarme en cada una de las metas que me he propuesto.

A mis hermanos, Norma Rubí (La Perrucha) y Daniel (Sascuash), por estar ahí cuando los necesito y, aunque ellos no lo crean, por hacerme pasar buenos momentos.

A toda mi familia en general que siempre me han alentado a superarme y han contribuido a que llegara a este punto.

A Dora Estela Hernández e Imelda Xochitl Padilla por aguantarme todo el tiempo que estuve en la facultad y dejarme calentar la comida en el microondas.

Al Dr. Ramiro Quintanilla Licea por la paciencia que a lo largo de más de 3 años ha tenido para conmigo y por lo que de él he aprendido.

Al Dr. Javier Macossay por la colaboración prestada para el desarrollo de este trabajo y sus comentarios alentadores.

Al Dr. José Ma. Viader por los comentarios y correcciones hechos a este trabajo.

Al L.Q.I. José Juan Gutiérrez por las sugerencias hechas durante el desarrollo de este trabajo

A Enrique, Margarita, Ruth, Aidé, Virginia, la maita (Nohemí), mi compadre Oscar, Colunga y Walter, con quienes compartí mucho tiempo en el laboratorio y me la pasé muy bien.

A la Q. I. Blanca Neri Segura por sus comentarios de aliento y pláticas tan amenas.

Al personal de Reacciones Químicas, en especial al departamento de Gerencia Técnica y al de Sistemas, que contribuyeron a la realización de este trabajo.

A Verónica Rivas y Adolfo Caballero por su gran disponibilidad y la ayuda prestada en la obtención de los espectros de RMN.

Al Departamento de Servicios Profesionales de la Facultad de Ciencias Químicas por permitirme usar su equipo de Infrarrojo.

A todos mis amigos, que gracias a Dios son muchos, y que no nombro por temor a omitir algún nombre.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada, a través del proyecto No. 1139P-A9507.

Al Programa de Apoyo a la Investigación Científica y Tecnológica de la Universidad Autónoma de Nuevo León por la beca obtenida del proyecto PAICYT clave CA 058-98.

Se agradece al laboratorio de RMN dirigido por la Dra. Nohemí Waskman de Torres por la realización de los espectros. Este equipo se instaló con el apoyo de CONACYT según convenio F512-N9306.

TABLA DE CONTENIDO

Capítulo	Página
1. INTRODUCCIÓN	
1.1 Generalidades	1
1.2 Antecedentes	2
1.3 Objetivos	3
1.4 Metodología	4
1.5 Esquema sintético	5
1.6 Fundamento	6
2. PARTE TEÓRICA	
2.1 Discusión de los resultados experimentales	
2.1-1 Síntesis del hidrocloruro de triptamina	15
2.1-2a Síntesis del cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	16
2.1-2b Síntesis del cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio usando metanol como solvente	17
2.1-3 Síntesis del cloruro de 3-acetil-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	20
2.1-4 Hidrocloruro de 5-nitrotriptamina	21
2.1-5 Hidrocloruro de 5-metoxitriptamina	22

2.1-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	23
2.1-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	23
2.1-8 Hidrocloruro de 5-isopropiltryptamina	24
2.1-9 Hidrocloruro de 5-fluortryptamina	25
2.1-10 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-fluor-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	26
2.1-11 Cloruro de 3-acetil-9-fluor-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	29
2.1-12 Hidrocloruro de 5-bromotryptamina	30
2.1-13 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-bromo-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	31
2.1-14 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	33
2.2 Discusión de espectros	
2.2-1 Hidrocloruro de triptamina	35
2.2-2a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	38
2.2-2b 1,3,5-triacetilbenceno	42
2.2-3 Cloruro de 3-acetil-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	44
2.2-4 Fenilhidrazona de la <i>p</i> -nitrofenilhidrazina y el γ -aminobutiraldehído	47
2.2-5 Hidrocloruro de 5-metoxitryptamina	49

2.2-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	52
2.2-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	55
2.2-8 Hidrocloruro de 5-isopropiltriptamina	57
2.2-9 Hidrocloruro de 5-fluortriptamina	57
2.2-10a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-fluor-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	61
2.2-10b Cloruro de 18-acetil-10-fluor-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidroyohimbano	64
2.2-11 Cloruro de 3-acetil-9-flúor-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	66
2.2-12 Hidrocloruro de 5-bromotriptamina	68
2.2-13a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-bromo-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	71
2.2-13b Cloruro de 18-acetil-10-bromo-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidroyohimbano	73
2.2-14 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	76

3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Descripción de lo reactivos	78
3.2 Material y equipo	79

3.3 Procedimientos	
3.3-1 Hidrocloruro de triptamina	80
3.3-2a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	81
3.3-2b Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio usando metanol como solvente	83
3.3-2c Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio a partir de triptamina	84
3.3-3 Cloruro de 3-acetil-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	85
3.3-4 Hidrocloruro de 5-nitrotriptamina	86
3.3-5 Hidrocloruro de 5- metoxitriptamina	89
3.3-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	91
3.3-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	92
3.3-8 Hidrocloruro de 5-isopropiltriptamina	94
3.3-9 Hidrocloruro de 5-fluortriptamina	96
3.3-10a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-fluor-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	97
3.3-10b Cloruro de 18-acetil-10-fluor-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidroyohimbano	99
3.3-11 Cloruro de 3-acetil-9-flúor-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	100

3.3-12	Hidrocloruro de 5-bromotriptamina	101
3.3-13a	Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-bromo-2-metil-6 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	102
3.3-13b	Cloruro de 18-acetil-10-bromo-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidroyohimbano	104
2.3-14	Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12 <i>H</i> -indolo[2,3- <i>a</i>]quinolizinio	105
4.	CONCLUSIONES	106
5.	BIBLIOGRAFÍA	109
6.	APÉNDICE A: ESPECTROS DE INFRARROJO.	
7.	APÉNDICE B: ESPECTROS DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR.	

RESUMEN

L.Q.I. Esaúl Villarreal Platas

Fecha de graduación: Enero, 2001

Universidad Autónoma de Nuevo León

Facultad de Ciencias Químicas

Título del Estudio: SÍNTESIS DE INDOLOQUINOLIZINAS SUSTITUIDAS EN EL ANILLO "A" UTILIZANDO LA REACCIÓN DE TEUBER.

Número de páginas: 113

Candidato para el grado de Maestría en Ciencias con Especialidad en Química Orgánica.

Área de Estudio: Química Orgánica.

Propósito y método de estudio: Se sintetizaron los cloruros de 9-flúor-, 9-bromo- y 9-metoxi-indoloquinolizino mediante una secuencia de cuatro pasos, partiendo de los hidroccloruros de fenilhidrazina correspondientes, obteniéndose rendimientos globales que oscilan entre el 10 y el 17 %. Se lograron aislar tres subproductos durante la síntesis de las dihidro-indoloquinolizinas fluorada y bromada. Se proponen estructuras así como un mecanismo de reacción para la formación de cada uno de estos compuestos. Se intentó la síntesis, sin éxito, de los hidroccloruros de 5-nitro-, 5-metoxi- y 5-isopropil-triptamina, utilizando una modificación de la síntesis de indol de Fischer. La síntesis del cloruro de dihidro-indoloquinolizino mediante la reacción de Teuber usando metanol como solvente, se discute en el presente trabajo, así como el uso de triptamina básica como reactivo de partida en la misma reacción. Todos los compuestos mencionados anteriormente se caracterizaron por medio de espectroscopía de infrarrojo y de resonancia magnética nuclear; de esta última se obtuvieron espectros de protones, carbono-13, COSY, DEPT 135, HMBC y HMQC.

Contribuciones y conclusiones: En este trabajo se lograron obtener y caracterizar los cloruros de 9-flúor, 9-bromo y 9- metoxi-indoloquinolizino.

FIRMA DEL ASESOR:

Dr. Ramiro Quintanilla Licea

CAPÍTULO 1
INTRODUCCIÓN

1.1 GENERALIDADES

El objetivo fundamental de la quimioterapia¹ del cáncer debería ser el uso de compuestos que destruyan selectivamente *in vitro* e *in vivo* la capacidad proliferativa de células cancerosas sin afectar notablemente la multiplicación y supervivencia de células normales. Los efectos laterales indeseables de prácticamente todas las drogas anticancer usadas en el tratamiento de esta enfermedad, son su toxicidad para los tejidos y el daño particularmente severo que causan sobre las células hematopoiéticas.

El potencial mutagénico y/o carcinógeno de estas drogas observado en células eucariotas y animales, señala claramente la necesidad de una nueva generación de drogas anticancerígenas que posean mayor selectividad.

La búsqueda de sustancias producidas por la naturaleza o sintetizadas químicamente que tengan una gran afinidad por el ADN de células cancerosas se ha llevado a cabo en gran escala², algunas de estas sustancias se enlazan a las bases del ADN. Su interacción con este último resulta en la inhibición preferencial ya sea de la transcripción del ADN en ARN o en la replicación del ADN. Varias drogas usadas en la terapia del cáncer tienen tales propiedades pero también actúan como mutágenos (como lo hacen los carcinógenos) hacia las células normales.

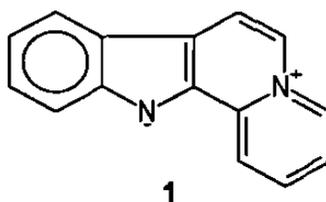
Se ha mostrado que el ADN de células, cancerosas y no cancerosas, de mamíferos y de plantas, exhibe un patrón de actividad diferente, *in vitro*.

Así, en un ensayo bioquímico (oncotest), fue posible demostrar que los carcinógenos estimulan preferentemente, y en gran medida, la síntesis *in vitro* del ADN de células cancerosas; mientras que el estímulo en la síntesis del ADN de células normales es muy pequeño.

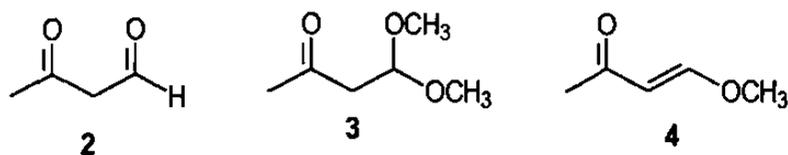
La conducta diferente del ADN canceroso y normal frente a las drogas anticancer es debida a las áreas relativamente desestabilizadas del primero, las cuales conducen a la aparición de cadenas simples que ofrecen más sitios para enlazarse a esas sustancias. Algunas de ellas se enlazan selectivamente a este tipo de ADN y consecuentemente previenen la replicación de éste.

1.2 ANTECEDENTES

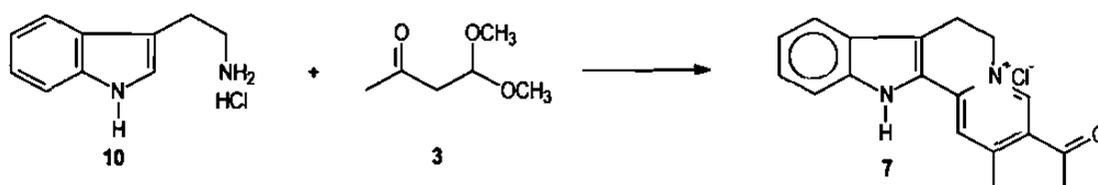
Las indoloquinolizinas,²⁷ de estructura general **1**, son compuestos tetracíclicos relacionados con los alcaloides indólicos las cuales pueden aislarse en forma de sales o de compuestos zwitteriónicos.



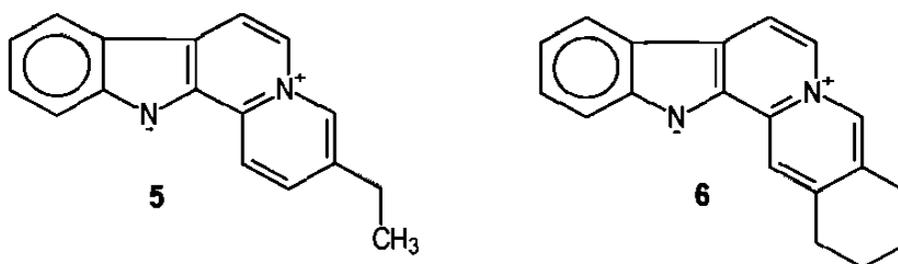
A partir de 1960, Teuber³⁻⁶ y sus colaboradores iniciaron el estudio de los diferentes derivados del acetilacetaldehído, **2**, (especialmente de la 4,4-dimetoxi-2-butanona, **3**, y la 4-metoxi-3-buten-2-ona, **4**) con aminas aromáticas y biogénicas, así como con derivados indólicos.



Una de las reacciones más importantes de este estudio y que constituye la parte medular de este trabajo, es la síntesis de sales de dihidro-indoloquinolizino partiendo del hidrocloruro de triptamina y derivados del acetilacetaldehído.



El pequeño grupo de alcaloides de interés biogénico que incorporan el sistema anular zwitteriónico de indolo[2,3-*a*]quinolizina **1**³¹, ha recibido una limitada atención en el campo de la síntesis^{7, 29}. El descubrimiento hecho por Beljanski^{1,2} en los años 80's de que algunos de estos alcaloides, tales como la flavopereirina, **5**, y la sempervirina, **6**, poseen actividad antitumoral, justifica el interés por la síntesis de indoloquinolizinas sustituidas en el anillo "A", utilizando la reacción descubierta por Teuber, para posteriormente investigar su posible actividad antineoplásica.



1.3 OBJETIVOS

Sintetizar y caracterizar por medio de técnicas espectroscópicas (IR y RMN) un conjunto de hidroclouros de triptamina substituidos en el anillo bencénico utilizando la síntesis de indol de Fischer.

Sintetizar y caracterizar por medio de técnicas espectroscópicas (IR y RMN) una serie de dihidro-indoloquinolizinas substituidas en el anillo 'A' partiendo de los hidroclouros de triptamina anteriores usando la reacción de Teuber y posteriormente llevar a cabo una reacción de deshidrogenación en el anillo C.

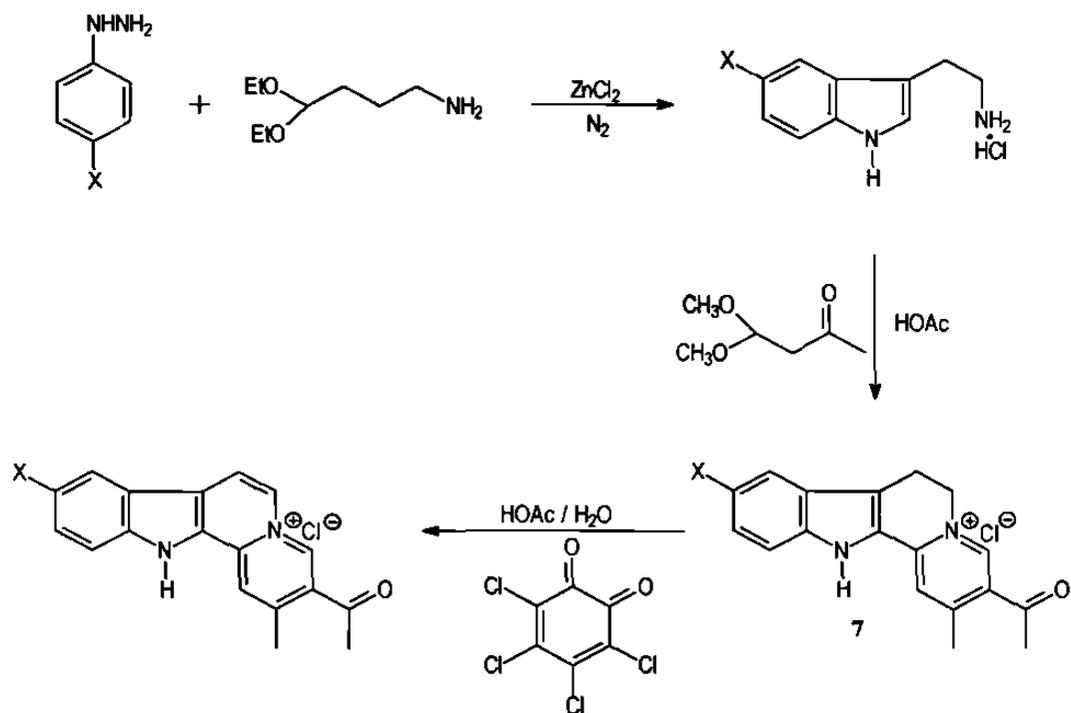
1.4 METODOLOGÍA

Sintetizar una serie de hidroclouros de triptamina usando la reacción de ciclación de Fischer partiendo de fenilhidrazinas *p*-substituidas.

Posteriormente, proceder a la formación de los sistemas tetracíclicos dihidrogenados, con estructura general 7, empleando la reacción de Teuber. (Ver 1.6 Esquema Sintético)

Por último, llevar acabo la oxidación (deshidrogenación) de los compuestos obtenidos en el paso anterior mediante el uso de tetracloro-*o*-benzoquinona (*o*-cloranilo) con el fin de obtener un sistema completamente aromatzado.

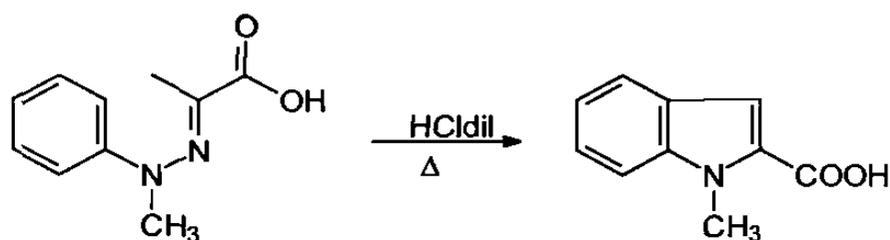
1.5 ESQUEMA SINTÉTICO



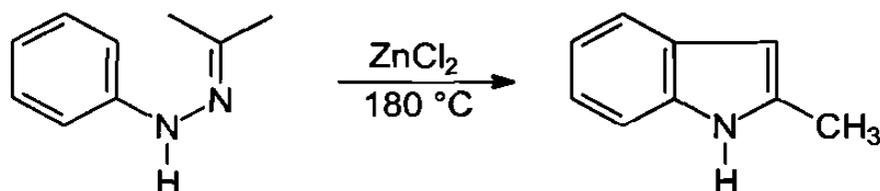
1.6 FUNDAMENTO

REACCIÓN DE FISCHER^{8,9}.

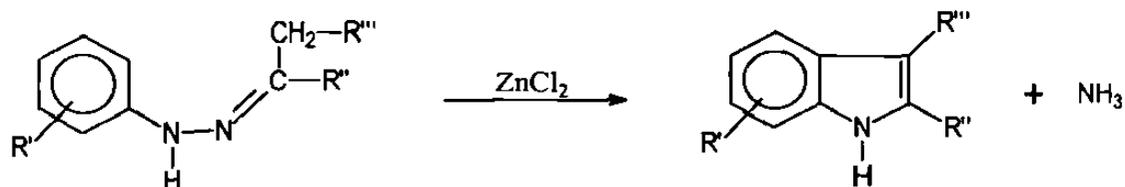
Mediante el calentamiento de la metil-fenilhidrazona del ácido pirúvico en ácido clorhídrico diluido, Fischer y Jourdan^{8,10} obtuvieron en bajo rendimiento una sustancia que identificaron como ácido 1-metilindol-2-carboxílico.



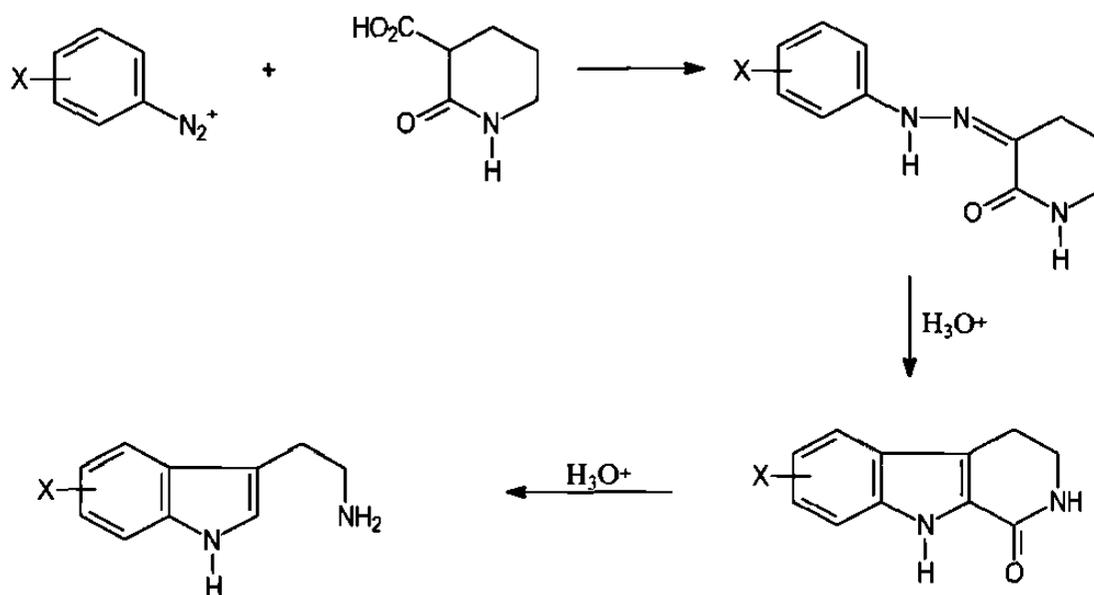
Posteriormente se encontró que los bajos rendimientos obtenidos con ácido clorhídrico diluido, debidos probablemente a la hidrólisis de la hidrazona, se podían evitar utilizando cloruro de zinc como catalizador. Una mezcla de la fenilhidrazona de la acetona con un exceso de 5:1 de cloruro de zinc calentado a 180 °C dio 2-metilindol con un 60% de rendimiento^{8,11}.



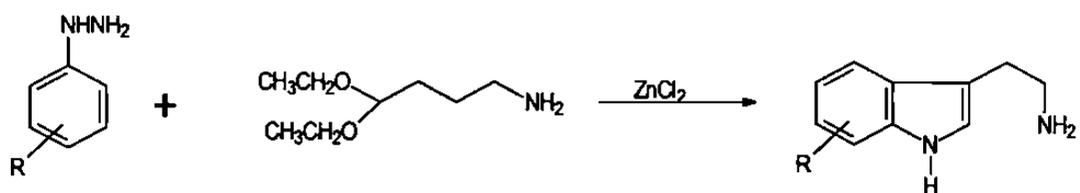
Desde entonces las arilhidrazonas obtenidas de la reacción de muchos compuestos carbonílicos, tales como aldehídos, cetonas, etc. han sido convertidas por una gran variedad de ácidos (de Brønsted y de Lewis), a compuestos que contienen la unidad estructural del indol. Esta conversión de arilhidrazonas a indol, acompañada por la eliminación de amoníaco, se conoce como la síntesis de indol de Fischer y se representa por la siguiente ecuación:



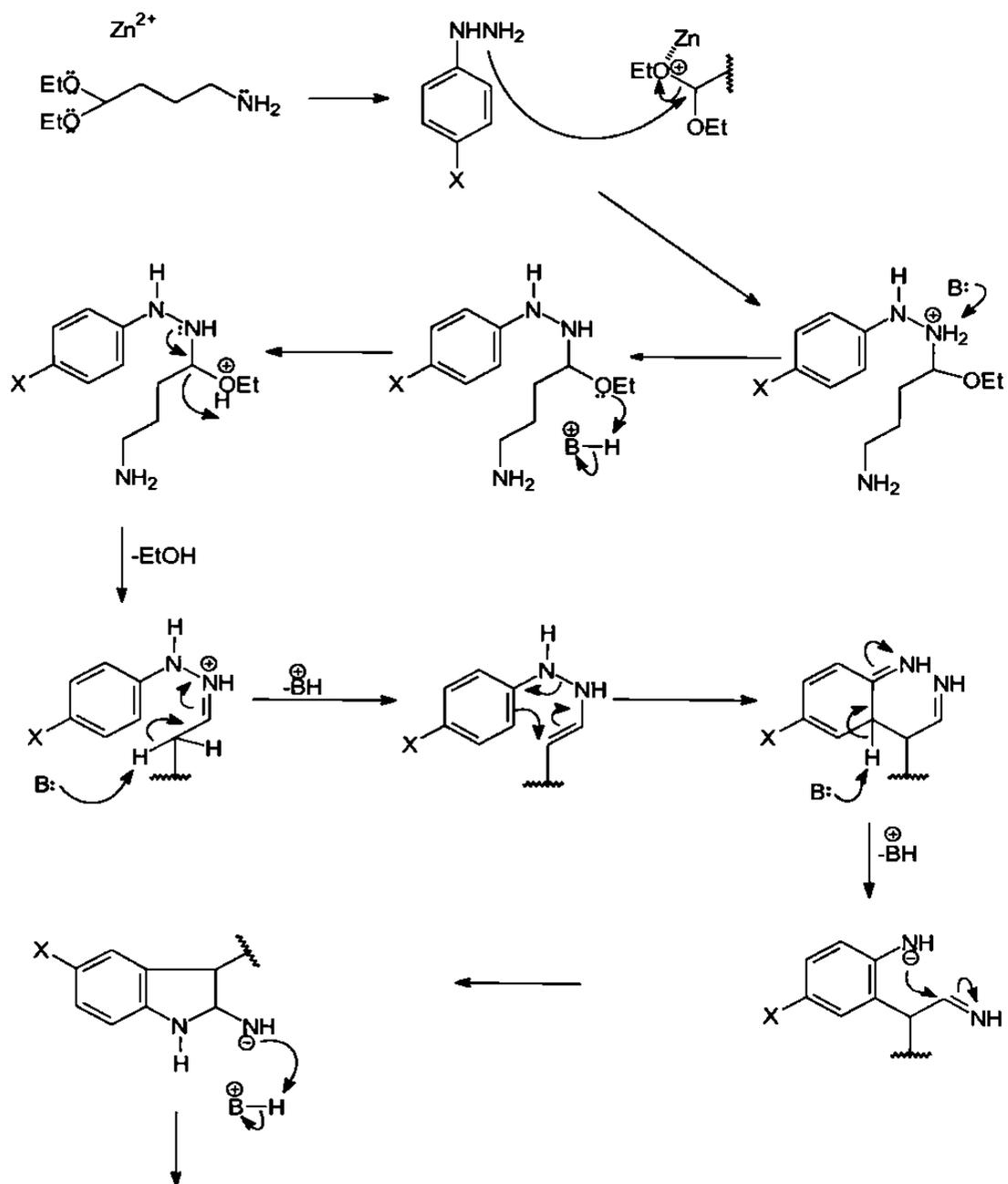
Entre las adaptaciones especiales hechas a la reacción de Fischer, una de las más usadas es el procedimiento de Abramovitch y Shapiro^{9,12}, el cual produce triptaminas sustituidas en tres pasos. Los iones aril diazonio reaccionan con la 3-carboxi-2-piperidona, dando arilhidrazonas de la 3-oxo-2-piperidona. La ciclación de Fischer produce un derivado indólico, el cual da triptamina después de su hidrólisis y descarboxilación.

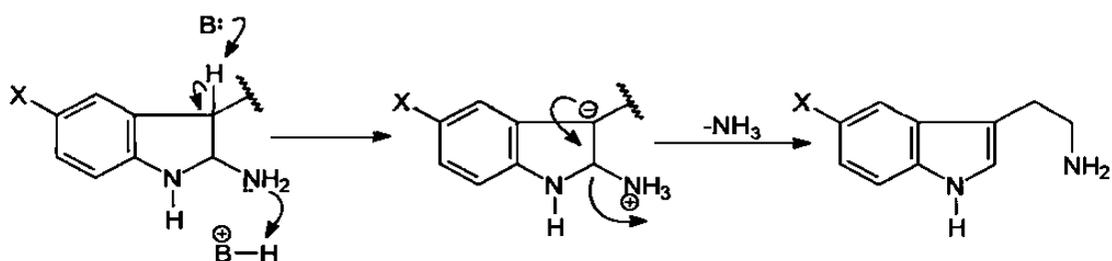


Un método alternativo emplea fenilhidrazonas de γ -aminocetonas o γ -aminoaldehídos^{9,13}, cuya ciclación da los derivados de la triptamina. El compuesto carbonílico más ampliamente usado para este propósito es el dietilacetal del γ -aminobutiraldehído. Históricamente, la primera síntesis de triptamina se llevó a cabo de esta manera. En lo que se refiere al trabajo de esta tesis las triptaminas sustituidas en el anillo bencénico se sintetizarán mediante este último procedimiento.



En el siguiente esquema se muestra el mecanismo de la reacción:

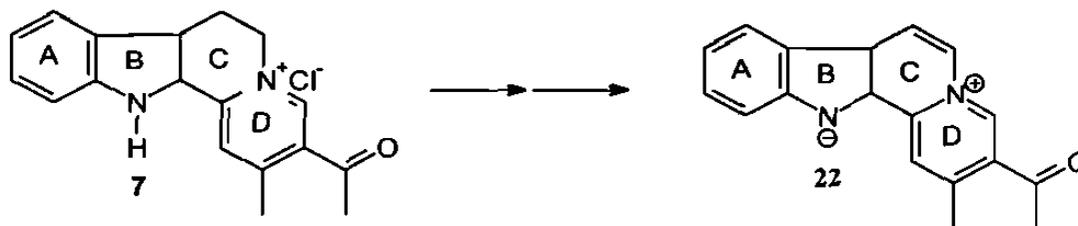




El mecanismo de esta ciclación ha sido objeto de considerable estudio. Desde que fue propuesto por Robinson^{8,9} se ha reunido una gran cantidad de evidencia para este mecanismo: El aislamiento de algunos intermediarios, experimentos de marcaje isotópico¹⁴ con ¹³C y ¹⁵N; más recientemente Hughes y Zhao¹⁵ han estudiado el efecto isotópico y de solvente sobre la reacción; en la Facultad de Ciencias Químicas de la U.A.N.L. se están llevando a cabo también estudios relacionados con el mecanismo de la reacción de ciclación de Fischer^{16,17}.

REACCIÓN DE TEUBER

La reacción de Teuber³ es de gran utilidad en la síntesis de cloruros de indoloquinolizino hidrogenados en el anillo 'C', con estructura general 7, obteniéndose a partir de ellas las indoloquinolizinas correspondientes con carácter zwitteriónico.

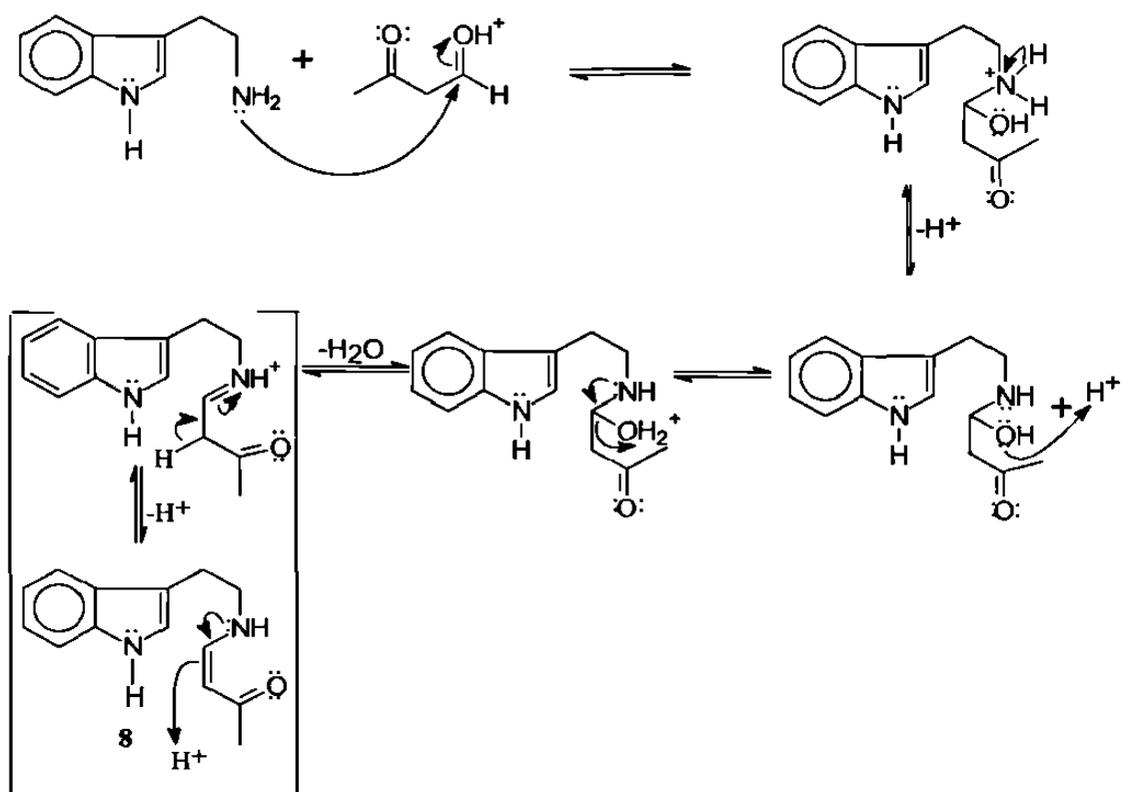


Debido a los reportes mencionados anteriormente sobre la actividad antineoplásica de estas sustancias, la reacción de Teuber adquiere gran

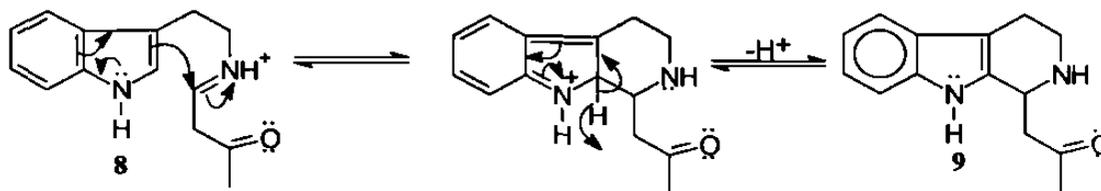
importancia para la obtención de compuestos con potencial farmacológico¹⁸.

Sobre la base de nuestras investigaciones mecanísticas¹⁹, las sales de indoloquinolizinio se forman a partir de las correspondientes triptaminas vía la enamina **8**; esta última sufre una ciclación del tipo Pictet-Spengler²⁴ a la correspondiente tetrahidrocarbolina **9** antes de proceder a la formación de la sal de indoloquinolizinio.

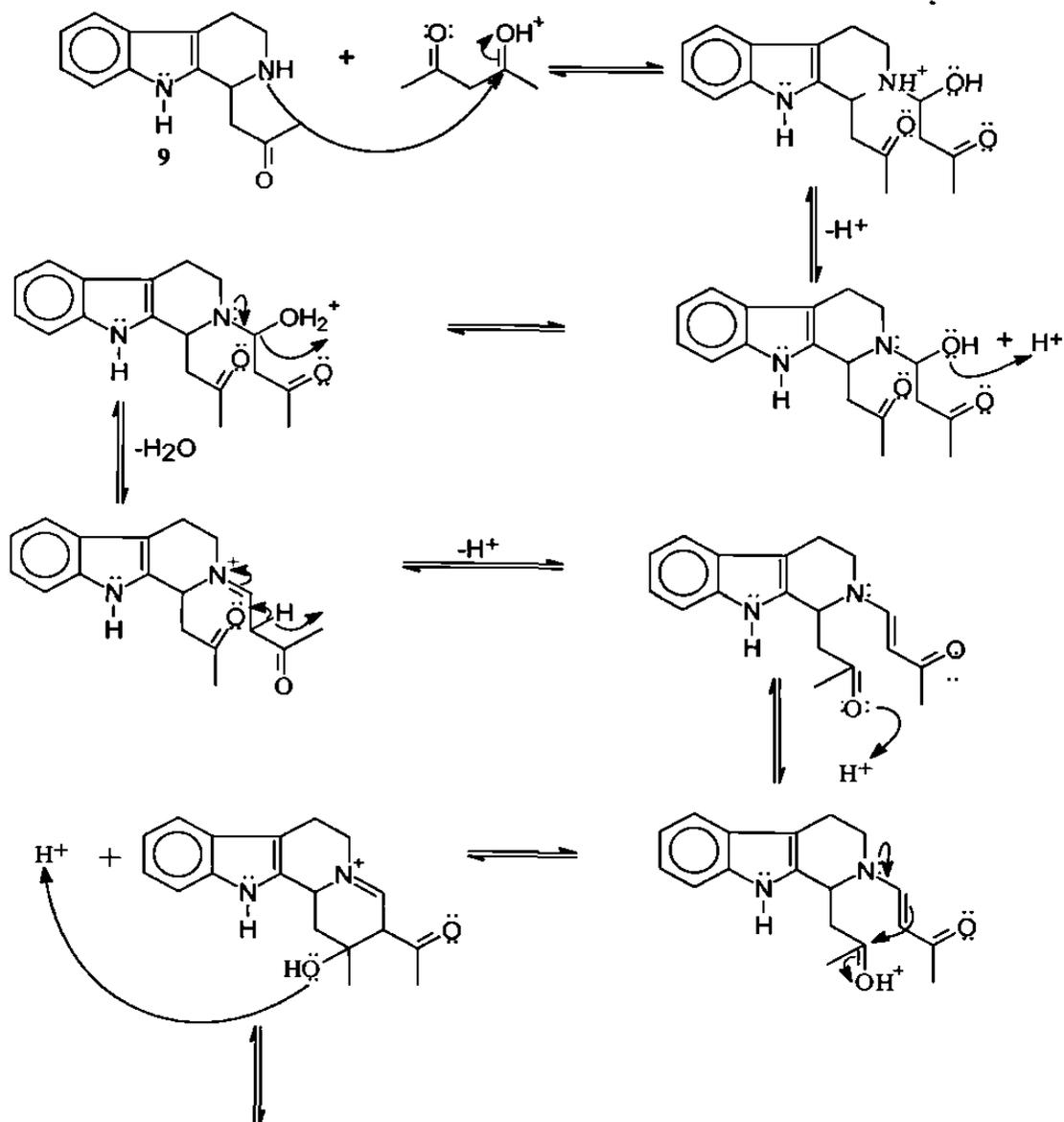
A) FORMACIÓN DE LA AMINA INTERMEDIARIA **8**

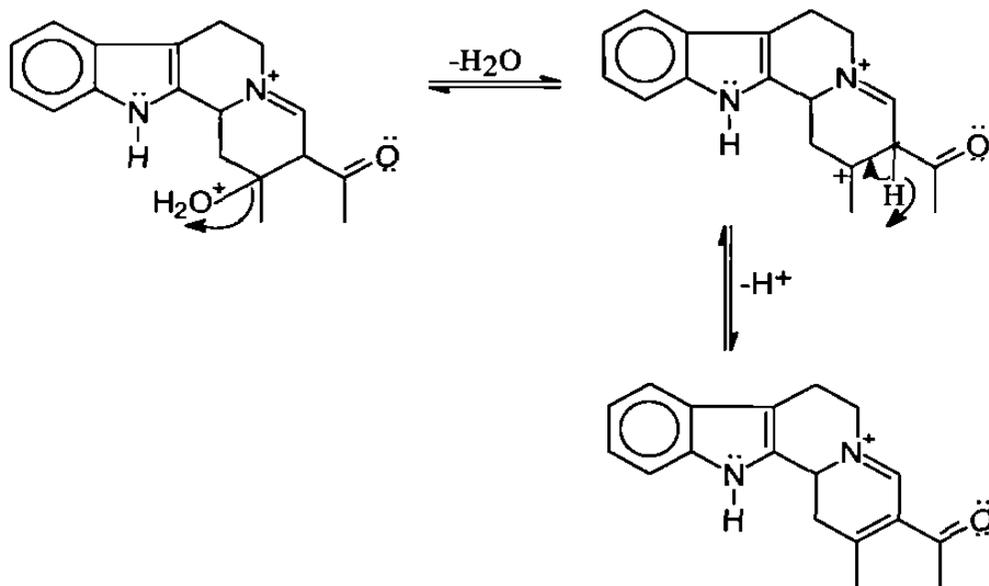


B) CICLACIÓN DE PICTET-SPENGLER²⁴

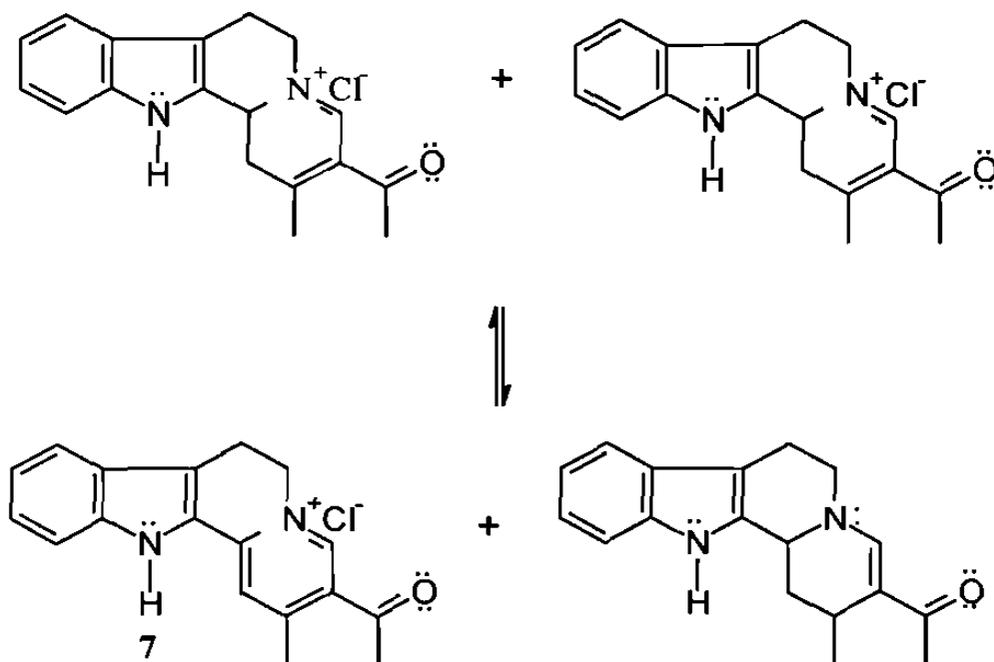


C) FORMACIÓN DE LA DIHIDROPIRIDINA INTERMEDIARIA





D) DESPROPORCIÓN DE LA DIHIDROPIRIDINA INTERMEDIARIA



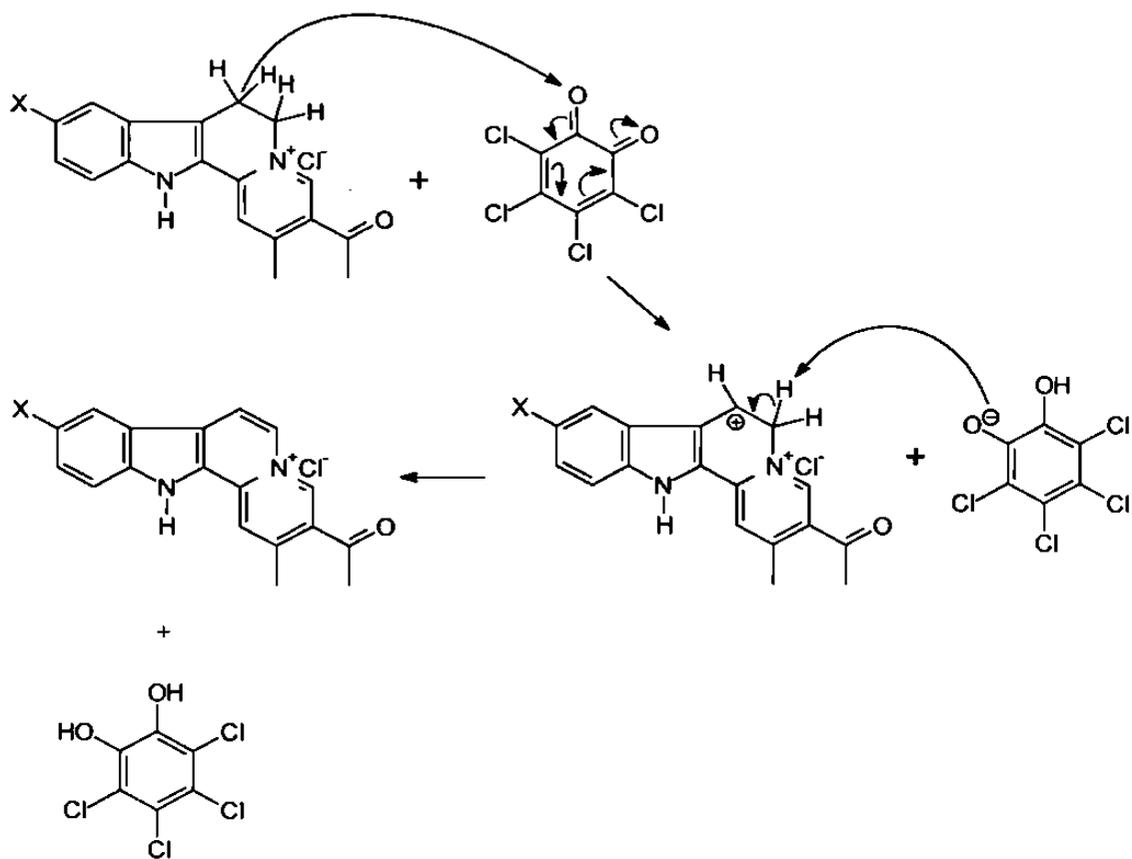
DESHIDROGENACIÓN DE DIHIDROINDOLOQUINOLIZINAS.^{14,20}

Los anillos de 6 miembros pueden aromatizarse de varias maneras. La aromatización se lleva a cabo más fácilmente cuando existen uno o dos dobles enlaces en el anillo, o cuando este último se encuentra fusionado con un anillo aromático. La reacción también puede aplicarse a heterocícllos de 5 o 6 miembros. Las cetonas cíclicas son transformadas en fenoles; y los anillos de 7 miembros o más por lo general se isomerizan a anillos aromáticos de 6 miembros.

Entre los reactivos que más frecuentemente se usan para llevar a cabo la aromatización se encuentran los siguientes:

1.- Catalizadores para hidrogenación, tales como Pd, Pt, Ni, etc.

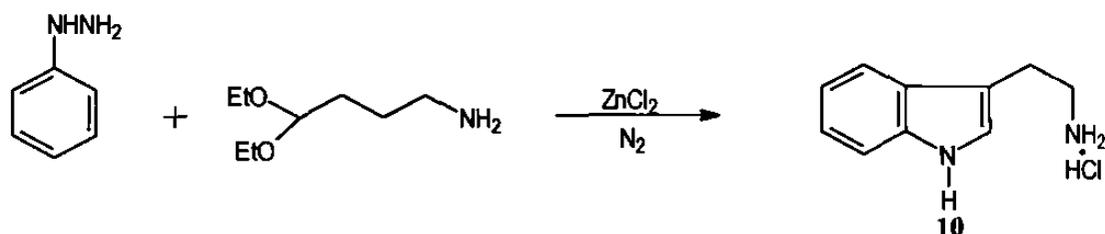
2.- Otros reactivos utilizados para este propósito son las quinonas, las cuales se reducen a las correspondientes hidroquinonas. Dos quinonas importantes que se utilizan frecuentemente para las aromatizaciones son el *o*-cloranilo (2,3,5,6-tetracloro-1,4-benzoquinona) y DDQ (2,3-dicloro-5,6-diciano-benzoquinona). Este último es más reactivo y se puede usar en casos donde el substrato es difícil de deshidrogenar. El mecanismo propuesto¹⁴ para esta transformación es el siguiente:



CAPÍTULO 2
PARTE TEÓRICA

2.1 DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES.

2.1-1 Síntesis del hidrocloruro de triptamina¹³ (10).



Los primeros experimentos para sintetizar este compuesto resultaron negativos. El ZnCl_2 se usaba en cantidades de 1-5% molar respecto a la fenilhidrazina y se secaba hasta 120 °C antes de usarlo, no observándose transformación alguna. Posteriormente se usaron cantidades estequiométricas de ZnCl_2 previamente fundido (300 °C) y pulverizado observándose el desprendimiento de NH_3 , como señal de que se estaba llevando a cabo la ciclación de Fischer esperada.

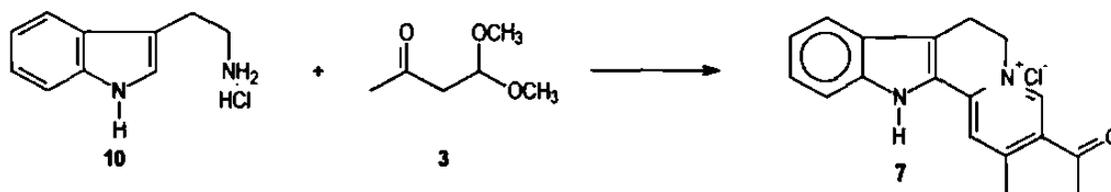
El aislamiento del producto se dificultó ya que éste se encontraba acomplejado con el Zn^{+2} usado en la reacción. La adición de Na_2S a la mezcla de reacción para liberar la amina y formar el hidrocloruro resolvió el problema; este último se obtiene después de filtrar el ZnS precipitado y de concentrar el filtrado en el rotavapor.

Otro inconveniente es la cantidad de hidrocloruro de triptamina que queda atrapado en el ZnS ; por lo que este último se extrae en un soxhlet usando metanol, y la solución resultante se evapora a sequedad para

después juntar el residuo con la solución acuosa del hidrocloreto. Desgraciadamente, tras concentrar ésta para obtener el producto, también precipita el cloruro de sodio formado al agregar el Na₂S. La solución se puede concentrar hasta un volumen (aproximadamente la mitad), en el que no precipita nada, y dejarla reposar 2 o 3 horas con lo que se forman unos cristales en forma de agujas que son de producto puro. Sin embargo, los rendimientos así obtenidos son muy bajos (10-15%). Para extraer el producto y eliminar el NaCl se hicieron lavados con etanol anhidro a la mezcla de sólidos y la solución se llevó a sequedad con lo que se obtiene un sólido amarillo claro.

Es importante mencionar que esta reacción se llevó a cabo tanto bajo atmósfera de nitrógeno como sin ella, obteniéndose los mismos resultados. Sin embargo, para los análogos fluorado y bromado el empleo de nitrógeno es indispensable, ya que de lo contrario el rendimiento disminuye notablemente debido a la descomposición. Al variar la relación molar ZnCl₂:fenilhidrazina desde 1:1 hasta 5:1 disminuyó el tiempo de reacción de 3 horas a 8-10 min, pero no aumentó el rendimiento.

2.1-2a Síntesis del cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-a]quinolizinio (7).



Tradicionalmente este compuesto se ha obtenido mezclando hidrocloreto de triptamina (10) con el dimetilacetal del acetilacetaldehído (3), usando ácido acético como solvente³, el cual a su vez sirve como catalizador para la reacción de Pictet-Spengler involucrada¹⁹.

El producto se obtiene precipitando del medio de reacción como un sólido amarillo con un rendimiento del 38%. El bajo rendimiento se puede justificar por la baja estabilidad del acetilacetaldehído (2) que se genera *in situ* en el medio y por la formación de la hexahidro-indoloquinolizina obtenida como subproducto en la reacción de auto oxidación-reducción en el último paso del mecanismo.

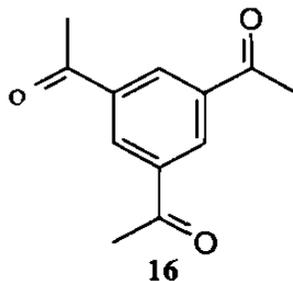
2.1-2b Síntesis del cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo[2,3-a]-quinolizinio utilizando metanol como solvente. Discutimos en este mismo punto el empleo de triptamina como reactivo de partida.

Para este trabajo obtuvimos la dihidro-indoloquinolizina (7) de la manera descrita en el punto anterior, sin embargo se realizaron algunos experimentos en otras condiciones con miras a elevar el rendimiento así como a disminuir costos. Para tal efecto llevamos a cabo algunos experimentos usando metanol como solvente y en otros casos se utilizó triptamina en lugar de su hidrocloreto.

En los experimentos en metanol se demostró por TLC que el cloruro de dihidro-indoloquinolizinio (7) se forma en pequeñas cantidades, sin

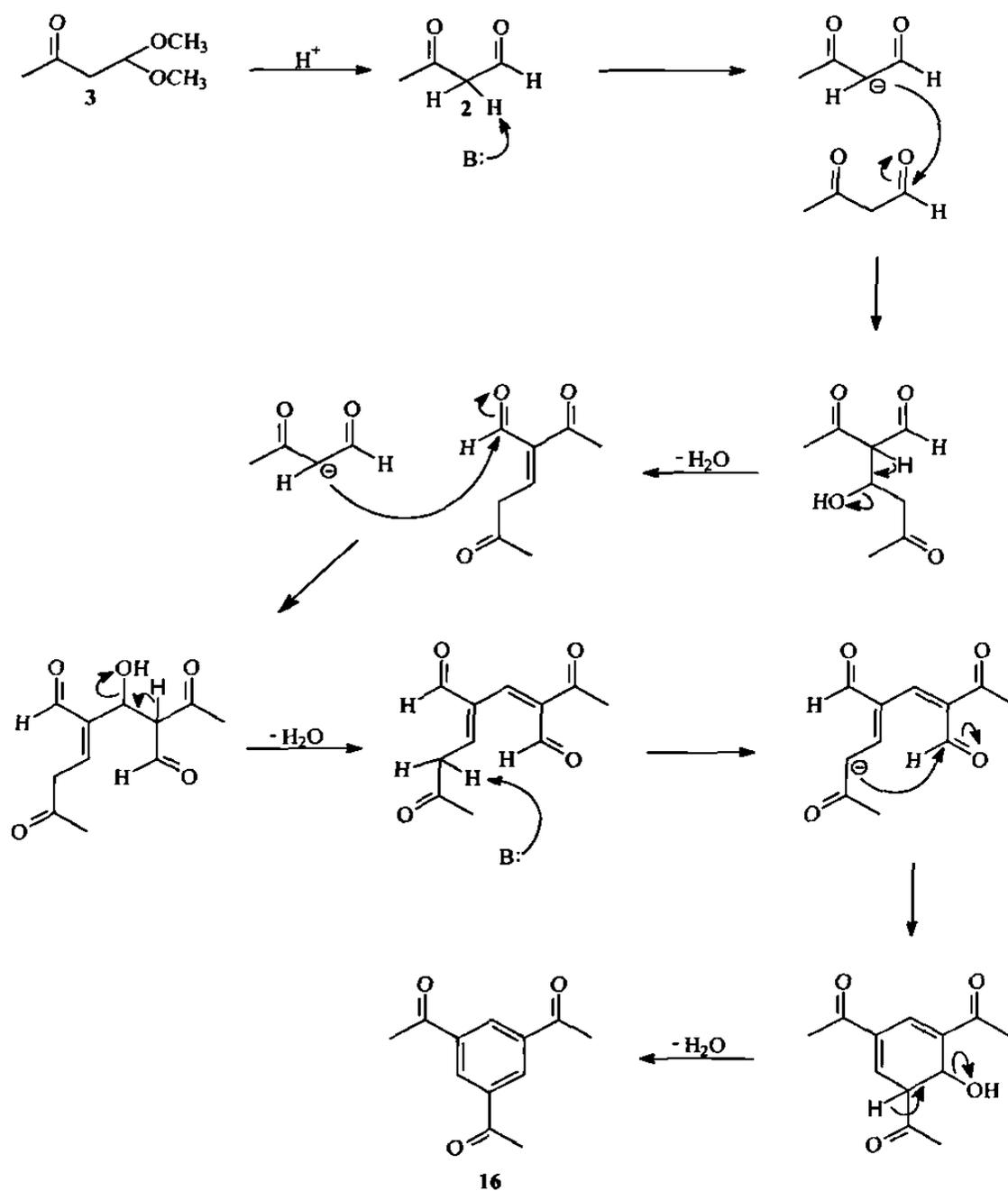
embargo aun después de tiempos de reacción de 10 horas se seguía observando el hidrocloreuro de triptamina como componente principal.

En los experimentos con triptamina en ácido acético también se observó por TLC la formación de una pequeña cantidad del compuesto **7**, la cual no nos fue posible aislar. El producto principal de esta reacción es un compuesto con $R_f = 0.98$ (Acetato de etilo: Ácido fórmico: Metanol; 8:1:1) el cual identificamos como triacetilbenceno (**16**).



El triacetilbenceno se forma también en mayor cantidad durante la obtención de la dihidro-indoloquinolizina fluorada (**17**).

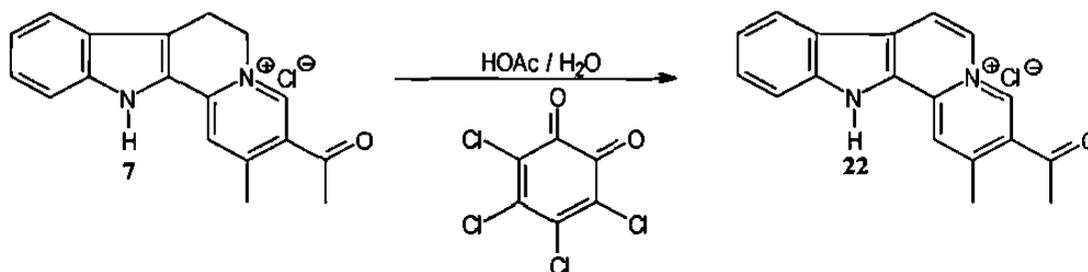
Suponemos que en las reacciones llevadas a cabo con hidrocloreuro de triptamina en metanol así como de triptamina en ácido acético no se tiene la catálisis ácida necesaria para inducir la reacción de Pictet-Spengler entre la amina biogénica y el acetilacetaldehído, dando lugar a productos de descomposición de los reactantes así como a la trimerización del acetilacetaldehído liberado de su acetal. Para este último asumimos el mecanismo propuesto por Franke²⁶:



No obstante las condiciones ácidas del medio, esta reacción puede llevarse a cabo por los equilibrios presentes en solución.

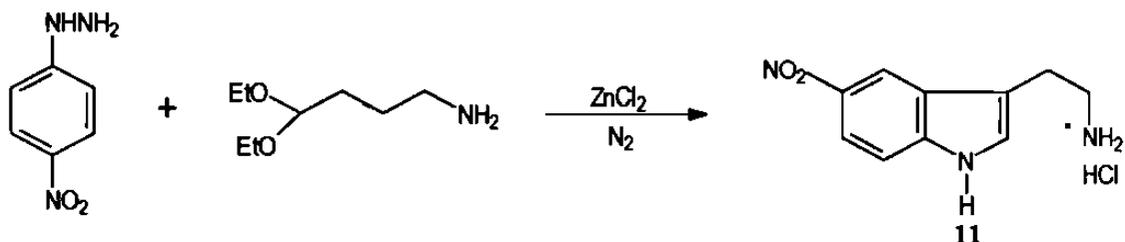
En un intento por aumentar la catálisis ácida se agregó un equivalente de ácido clorhídrico concentrado a un experimento conteniendo triptamina en ácido acético, sin embargo se obtuvo solo una mezcla de diferentes compuestos entre los que se encontraba la dihidro-indoloquinolizina **7** como uno de los componentes minoritarios.

2.1-3 Cloruro de 3-acetil-2-metil-12*H*-indolo [2,3-*a*]quinolizinio (**22**).

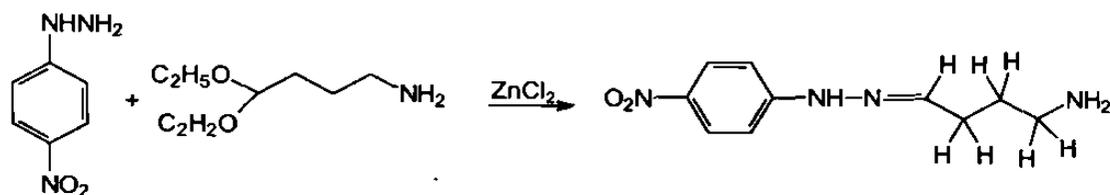


Este compuesto se obtuvo al hacer reaccionar el *o*-cloranilo y el compuesto **7** en una relación 3:1. El reactivo es completamente deshidrogenado al cabo de 10 min., tiempo después del cual se obtiene una mezcla de un sólido amarillo (producto) y un sólido rojo (oxidante en exceso). Este último se elimina haciendo una extracción continua (soxhlet) usando acetato de etilo para dar un sólido amarillo de dos componentes con un rendimiento del 70%. Dicho sólido se puede recristalizar en metanol o ácido acético; sin embargo es muy difícil eliminar la impureza.

2.1-4 Hidrocloruro de 5-nitrotriptamina (11).

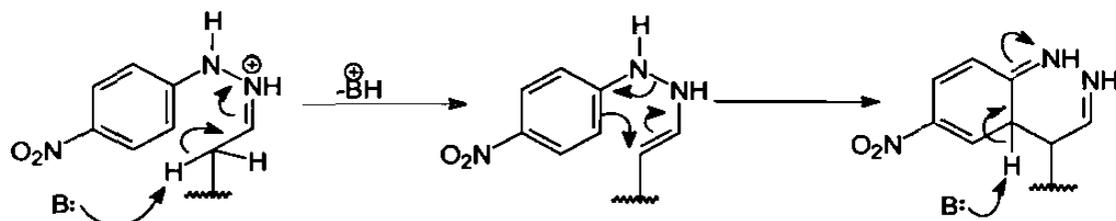


Se hicieron varios experimentos, variando la relación molar ZnCl_2 :*p*-nitrofenilhidrazina desde 1:1 hasta 10:1 y la de dietilacetal del γ -aminobutiraldehído:*p*-nitrofenilhidrazina de 1:1 hasta 2:1; la temperatura se manejó desde 110 hasta 140 °C (el punto de descomposición de la *p*-nitrofenilhidrazina es de 157 °C); la reacción se llevó a cabo sin solvente así como utilizando tolueno y etilenglicol en algunos casos. En ningún experimento se observó desprendimiento de NH_3 . En el mejor de los casos obtuvimos un aceite de color rojizo (al trabajar sin solvente y en atmósfera de N_2) con al menos 5 componentes, uno de ellos en mayor proporción. Se trató de inducir a la cristalización en varios solventes (metanol, etanol, acetato de etilo, éter etílico), sin lograrlo; la separación por cromatografía en capa fina (sílica gel) nos permitió aislar este componente principal, el cual resultó ser la hidrazona intermediaria y es sumamente inestable:

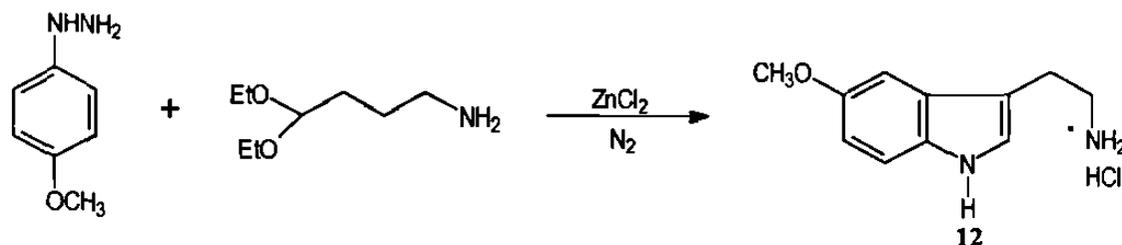


Probablemente, el efecto desactivante del grupo nitro sea la causa de que la reacción no prosiga después de la formación de la hidrazona, bajo las condiciones de reacción empleadas. Uno de los pasos del mecanismo involucra la participación de los electrones del anillo aromático, los cuales

son fuertemente atraídos por este grupo, dando como resultado una disminución en la velocidad del proceso de ciclación y subsecuente formación del anillo indólico.



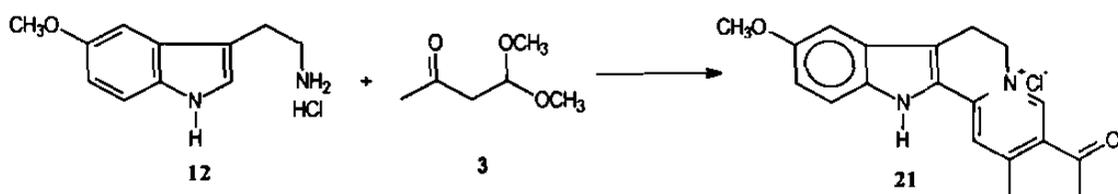
2.1-5 Hidrocloruro de 5-metoxitriptamina (12).



Los intentos por tratar de obtener este compuesto a partir de *p*-metoxifenilhidrazina tampoco dieron buenos resultados. En ninguno de los casos se observó desprendimiento abundante de NH_3 y el resultado, al igual que en el caso anterior, fue un aceite de muchos componentes del cual no pudimos obtener cristales ni separar por TLC. Este aceite se comparó por TLC con un estándar de hidrocloruro de 5-metoxitriptamina comercial (Aldrich) y se encontró que este último sí estaba presente en la mezcla, pero en una cantidad muy pequeña por lo cual no pudo ser aislado. La relación molar dietilacetal del γ -aminobutiraldehído (DEA):*p*-metoxifenilhidrazina (PMFH) fue 2:1, mientras que la de ZnCl_2 :PMFH se usó desde 1:1 hasta 5:1 sin que mejoraran los rendimientos. La temperatura se varió desde 65 hasta 150 °C (el punto de descomposición de PMFH es

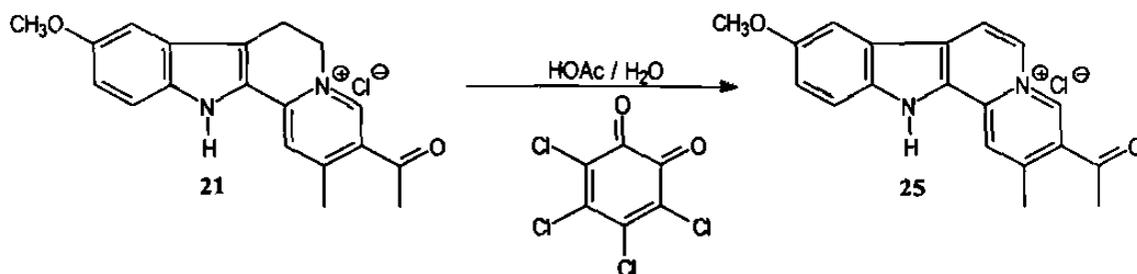
160-162 °C) obteniéndose en todos los casos una mezcla de compuestos. Los experimentos se llevaron a cabo tanto en atmósfera de nitrógeno como sin ella.

2.1-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (21).



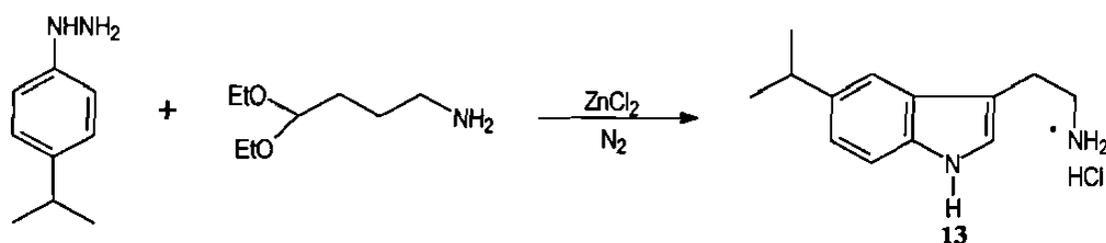
Para esta reacción se utilizó hidrocloreuro de 5-metoxitriptamina comercial (Aldrich). Aquí no se observa la formación de 1,3,5-triacetilbenceno (16) cuando se añade 3 todo al mismo tiempo y no se forma ningún subproducto. Este compuesto se obtiene como un sólido de color dorado con un rendimiento del 40%.

2.1-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (25).



Este compuesto se sintetizó bajo las mismas condiciones que 22 obteniéndose conversión completa. Al reducir la relación molar *o*-cloranilo:21 de 3:1 a 2:1, también se observa la deshidrogenación completa del sistema tetracíclico al cabo de 10 minutos. El producto precipita como agujas pequeñas de color café claro; el análisis por TLC muestra una impureza que no causa problemas ya que no aparece en el espectro de ^1H -RMN.

2.1-8 Hidrocloruro de 5-isopropiltriptamina (13).

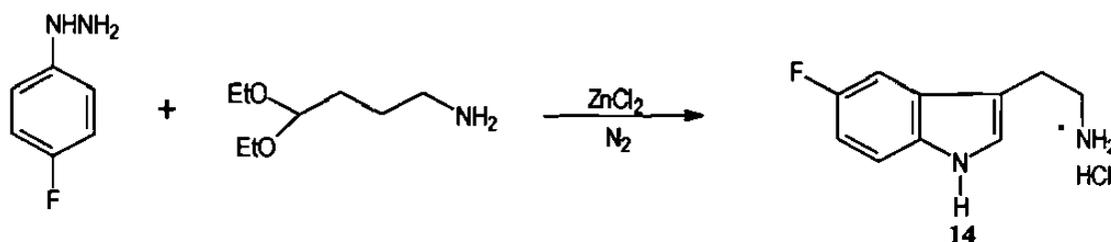


Los primeros experimentos se realizaron siguiendo el procedimiento reportado para obtener el hidrocloruro de triptamina¹³. El resultado fue una mezcla de productos que no se pudo separar.

Se siguió el procedimiento reportado en 3.3-1, el cual es una modificación del original¹³ y obtuvimos buenos resultados. Sin embargo, el tratamiento de la mezcla de reacción fue diferente al del punto 3.3-1. En este caso utilizamos H_2S en lugar de Na_2S para precipitar el zinc y evitar el problema de la formación de NaCl .

Se juntaron los sólidos de los diferentes experimentos (ya que por TLC se observó que eran lo mismo) y se guardaron en un desecador durante varios días (3-5). Al sacarlos del desecador se transformaron en un aceite, el cual analizamos por TLC teniendo como resultado una mezcla de varios componentes. Tratamos de inducir el aceite a la cristalización con metanol, etanol, acetato de etilo, eter etílico, THF, etc., sin éxito. La separación por cromatografía en columna de al menos uno de los componentes tampoco dio resultado, ya que los componentes del aceite se adsorbían fuertemente en la fase estacionaria. Al aceite se le hizo una fusión con sodio para verificar si se encontraba azufre en la mezcla y ver si el H_2S había reaccionado de alguna manera con el producto dando los resultados observados, pero la prueba dio negativa. Es evidente sin embargo que las condiciones ácidas resultantes de introducir H_2S a la mezcla de reacción indujeron a la descomposición de la triptamina formada.

2.1-9 Hidrocloruro de 5-fluortriptamina (14).



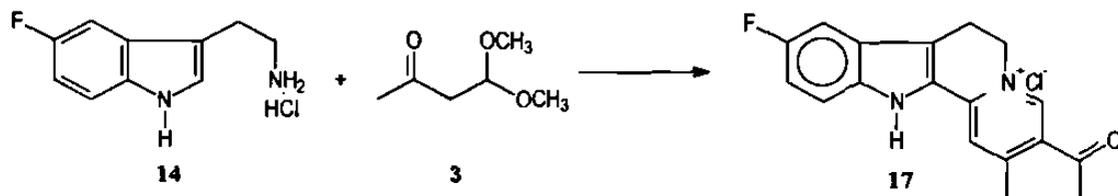
No se obtuvieron buenos resultados siguiendo la marcha reportada para el hidrocloruro de triptamina¹³ por lo que se usaron las mismas condiciones que para el hidrocloruro de 5-isopropiltriptamina, a excepción del tiempo de reacción, el cual fue de 15-20 min. Un factor importante en

esta síntesis es la calidad del nitrógeno a usarse (grado cromatográfico), ya que de lo contrario el rendimiento se ve afectado.

También se presentan los problemas del ZnS y el NaCl (interferencia en la separación del producto), los cuales se resolvieron en la misma forma que para el hidrocloreto de triptamina.

Cuando la escala fue lo suficientemente grande (más de 0.5 g del hidrocloreto de 4-fluorfenilhidrazina), después de filtrar el ZnS y dejar reposar el filtrado toda la noche, se formaron en éste último unos cristales cúbicos de color blanco que son de producto puro y es conveniente separar, antes de seguir con el tratamiento. Por lo demás, los pasos a seguir y los resultados obtenidos fueron idénticos que para el hidrocloreto de triptamina.

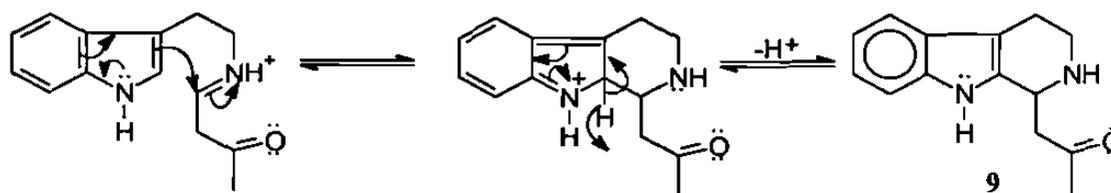
2.1-10 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-flúor-2-metil-6H-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (17).



Los primeros intentos por sintetizar esta substancia se llevaron acabo empleando el mismo procedimiento reportado para 7 (disolución del hidrocloreto de triptamina en HOAc a ebullición y adición del dimetilacetal del acetilacetaldehído 3); sin embargo el producto obtenido

fue una mezcla de un sólido rojo amorfo y unas agujas largas de color amarillento. Los análisis por TLC, IR y RMN, demostraron que el primero era el compuesto de interés y el segundo era el 1,3,5-triacetilbenceno²⁶ (**16**), este último es el mismo compuesto que se obtuvo cuando se intentó sintetizar el sistema tetracíclico partiendo de triptamina (ver punto 2.1-2b).

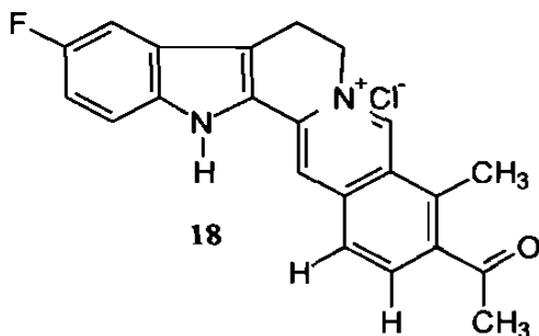
Podemos justificar el que esta reacción produzca cantidades importantes de este compuesto analizando el mecanismo de formación del sistema tetracíclico:



La formación de la tetrahydro- β -carbolina (**9**) transcurre por medio de la reacción de Pictet-Spengler, la cual involucra la participación de los electrones del anillo bencénico; el efecto inductivo del flúor dificulta la participación de estos electrones y por lo tanto retarda la formación del intermediario, favoreciendo así la reacción del acetilacetaldehído (**2**) consigo mismo.

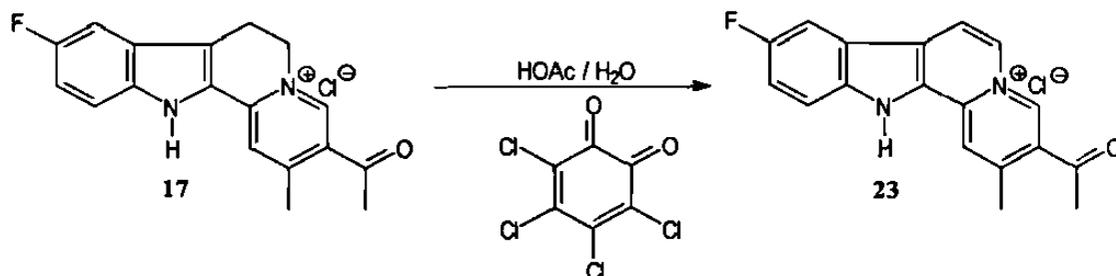
El problema se resolvió agregando el diemtilacetal del acetilacetaldehído lentamente (a lo largo de 90-120 min.) para favorecer la reacción de éste con la triptamina y posteriormente con la tetrahydro- β -carbolina.

Otro componente de la mezcla de reacción que se obtiene de las aguas madres en pequeñas cantidades (10 %) fue un sólido polar ($R_f = 0.1$) de color amarillo cuya estructura probablemente sea la siguiente:



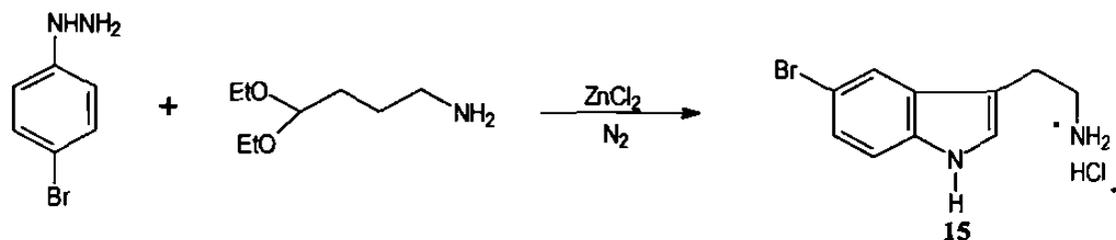
El producto se aisló y recristalizó de ácido acético, pero desgraciadamente parece descomponerse en las condiciones de recristalización ya que siempre se obtiene una mezcla de compuestos aun después de tres recristalizaciones sucesivas. Se intentó formar un cristal por evaporación lenta utilizando ácido acético, ácido fórmico y metanol (por separado) sin que los resultados fueran favorables. En el mejor de los casos se obtuvo un aglomerado de cristales muy pequeños en forma de agujas (HOAc).

2.1-11 Cloruro de 3-acetil-9-flúor-2-metil-12*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (23).



La deshidrogenación de **17** se intentó en las mismas condiciones en que se obtuvo **22**, pero la transformación no fue completa. El transcurso de la reacción se siguió por TLC calentando hasta por tres horas sin observar conversión completa y sí una descomposición gradual de la mezcla de reacción.

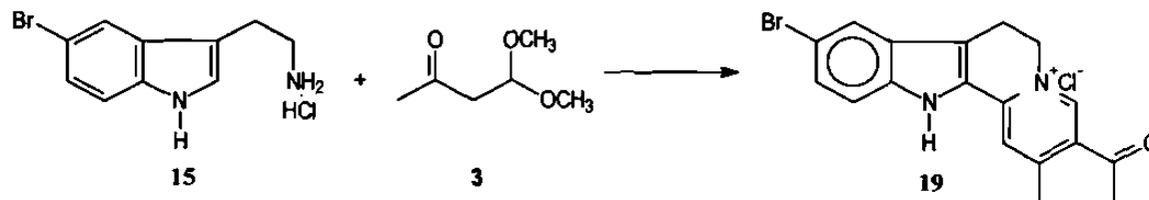
La relación molar *o*-cloranilo:**17** se incrementó gradualmente hasta llegar a un valor de 10:1 y a un tiempo de reacción de 30 min. Con lo que el reactivo se consume totalmente. Al final de la reacción queda una solución oscura y un sólido rojo (oxidante en exceso). El producto fue soluble en el medio de reacción, a diferencia de **22**, y una vez que el primero se obtiene se le hizo una extracción soxhlet con acetato de etilo para obtener un sólido amarillo de dos componentes con un rendimiento de 60%. El sólido se recristalizó en metanol sin que se pudiera eliminar la impureza, el uso de otros solventes no dio resultado. Aparentemente, esta impureza es un compuesto con estructura muy similar a la del compuesto esperado, ya que las señales de $^1\text{H-RMN}$ así lo demuestran (espectros B_{109} - B_{111}).

2.1-12 Hidrocloruro de 5-bromotriptamina (15).

La síntesis de este compuesto tampoco funciona con las condiciones reportadas para obtener hidrocloruro de triptamina, y por ello se usaron las mismas condiciones que para 14 (hidrocloruro de 5-fluortriptamina). En este caso el tiempo de reacción es de 10 min. También es importante la calidad del nitrógeno que se usa (debe ser grado cromatográfico) ya que de lo contrario baja el rendimiento.

El problema del ZnS y el NaCl se atacó igual que en el caso anterior. Vuelve a observarse la formación de cristales cúbicos en el filtrado que resulta al eliminar el ZnS después de dejarlo reposar toda la noche, los cuales también deben de separarse antes de seguir con el procedimiento. El resto del procedimiento y los resultados fueron idénticos a los de los dos análogos anteriores.

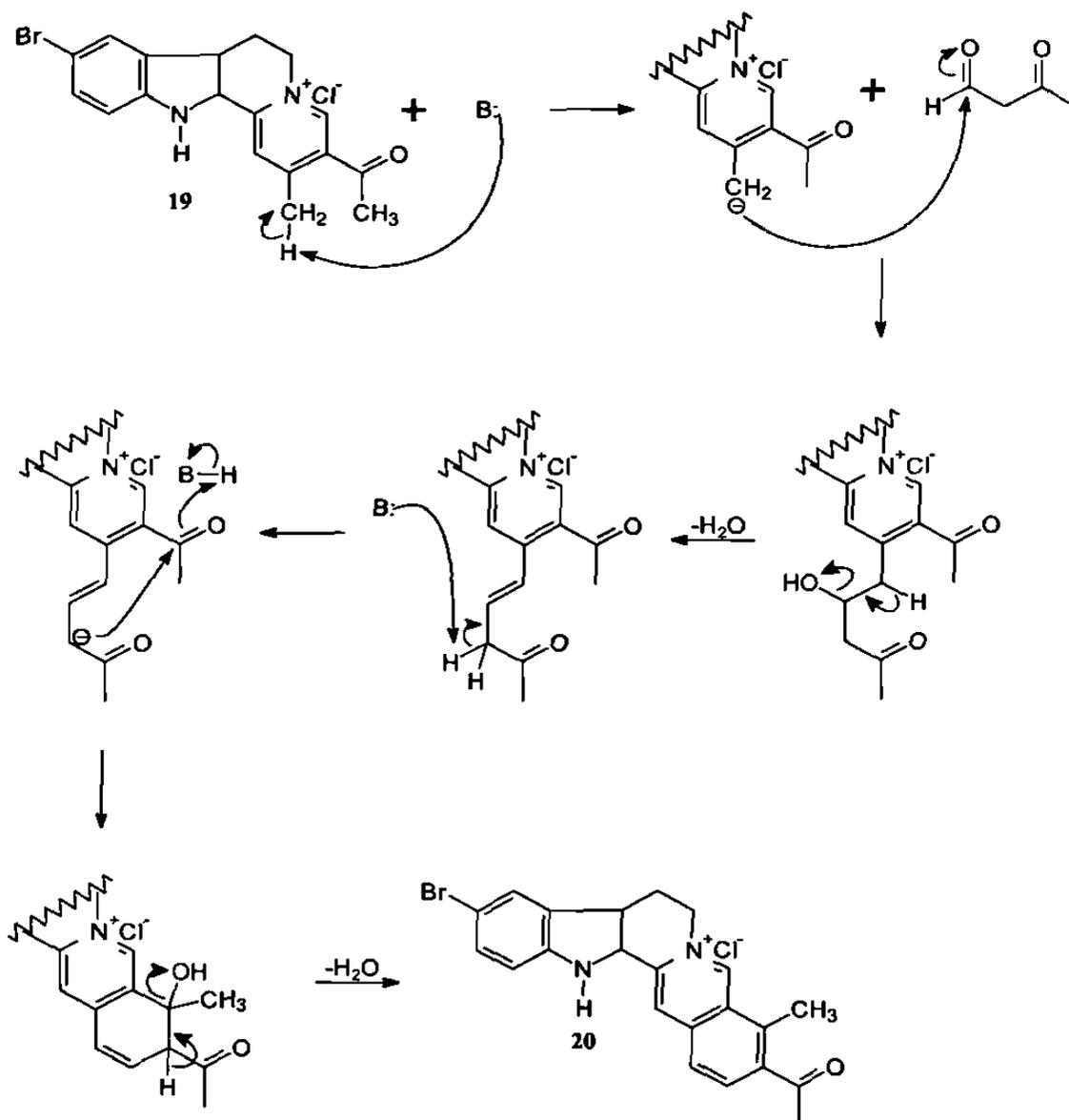
2.1-13 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-a]quinolizinio (19).



En esta síntesis también se obtuvieron, aunque en cantidades menores, el 1,3,5-triacetilbenceno cuando se añadió el compuesto 3 todo al mismo tiempo. Por esta razón se siguió el mismo procedimiento que para el análogo fluorado.

También se obtuvo un subproducto polar ($R_f = 0.12$; acetato de etilo: metanol: ácido fórmico; 8:1:1) el cual es análogo al observado en la reacción para obtener 17, ya que presentan un espectro de RMN (protones) similar. A diferencia del subproducto fluorado (18), éste sí pudo obtenerse puro y se analizó por RMN llegando a la conclusión de que ambos subproductos presentan la misma estructura. No obstante, la información proporcionada por los espectros de RMN da lugar a varias suposiciones y no confirma completamente la estructura propuesta 20 (ver punto 2.2-13b), por lo que se trató de hacer crecer un cristal bajo las mismas condiciones del análogo fluorado obteniendo un aglomerado de cristales muy pequeños que no pueden ser usados para la determinación de estructura.

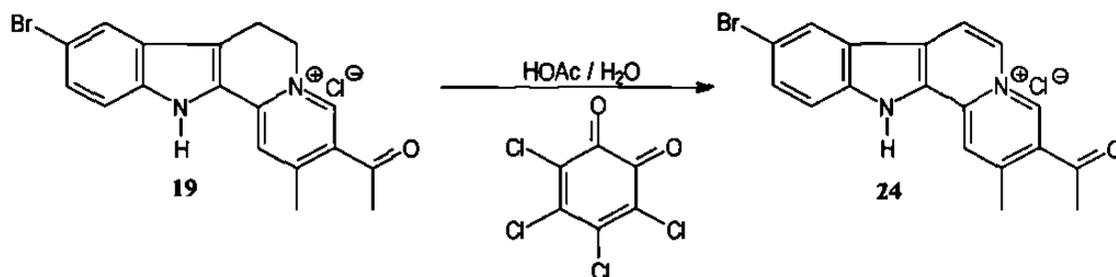
El mecanismo propuesto para la formación del compuesto **20** es el siguiente:



Todo lo anterior es un intento para tratar de explicar la formación del subproducto cuya estructura proponemos con base en los datos espectroscópicos presentados. La mejor manera para elucidar la estructura del compuesto sería la obtención de un difractograma, sin embargo

tampoco hemos podido obtener un cristal de las dimensiones adecuadas para este compuesto.

2.1-14 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (24).



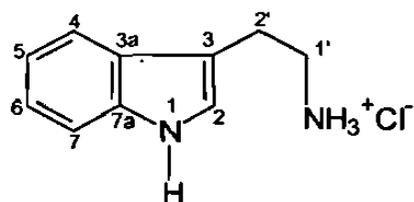
El punto de partida para tratar de obtener este compuesto fue el mismo que para **22**. La única excepción fue el solvente ya que se usó HOAc: Ac. fórmico 2:1 debido a que la mezcla HOAc:H₂O no disolvió el reactivo. Sin embargo, la transformación no fue completa. En la misma forma que para el análogo fluorado, se llegó a la relación molar *o*-cloranilo:**19** = 15:1 y a un tiempo de reacción de 60 min para transformar completamente el reactivo. El producto obtenido tiene una impureza que la recrystalización de varios solventes no pudo eliminar.

La facilidad con que se deshidrogena cada uno de los análogos tiene que ver con el efecto inductivo del sustituyente en el anillo 'A'. El flúor y el bromo tienden a desestabilizar el carbocatión formado durante la reacción de deshidrogenación, mientras que el grupo metoxi lo estabiliza.

Sin embargo, esto no explica porqué es más difícil deshidrogenar el compuesto bromado que el fluorado.

2.2 DISCUSIÓN DE ESPECTROS^{21, 22, 23, 28, 30}

2.2-1 Hidrocloruro de triptamina (10).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₁).

La banda intensa a 3292 cm^{-1} se debe a modos de tensión del N-H indólico. El pico ancho localizado a 3010 cm^{-1} así como las señales a 1581 y 1504 cm^{-1} corresponden a movimientos de tensión del enlace N-H del NH_3^+ . La banda que aparece a 1237 cm^{-1} es debida a modos de tensión C-N en el sistema indólico, mientras que la banda en 1102 cm^{-1} es causada por la tensión del enlace C-N en el C-NH_3^+ . La señal intensa a 748 cm^{-1} es generada por la flexión fuera del plano de los enlaces C-H del anillo bencénico, la cual es característica de la sustitución *orto* como es el caso del sistema indólico.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectro B₁-B₃).

La señal con un desplazamiento químico de 11.10 ppm es debida al protón indólico (posición 1). El pico localizado a 8.32 ppm corresponde a los tres protones del NH_3^+ . El doblete a 7.58 ppm es originado por el protón 4-H, mientras que el registrado a 7.39 ppm se debe al átomo de hidrógeno 7-H. El núcleo de hidrógeno en la posición 2 da lugar a la señal localizada a 7.25 ppm . Los tripletes que se encuentran a 7.09 y 7.00 ppm corresponden a los protones 6 y 5. El pico trazado a 3.48 ppm se debe a la

presencia de agua en el solvente. La señal que aparece a 3.07 ppm se debe a los dos metilenos en las posiciones 1' y 2'. El singulete registrado a 2.51 ppm es causado por restos de solvente no deuterado (D_6 -DMSO).

2D 1H -RMN (400 MHz, COSY, D_6 -DMSO, Espectros B_4 - B_5).

Acoplamientos observados.

3J (Vecinales)	4-H (7.58) con 5-H (7.00)
	6-H (7.09) con 7-H (7.39)
	1-H (11.10) con 2-H (7.25)
	1-H (11.10) con 2-H (7.25)
4J	2-H (7.25) con 2'-H (3.07)*

* 1' y 2' Tienen el mismo desplazamiento químico.

^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_6 - B_8)²⁵.

Los picos registrados a 136.22 y 126.75 ppm se deben a los carbonos de las posiciones 7a y 3a respectivamente. Los picos de los carbonos terciarios tanto del anillo bencénico como el adyacente al nitrógeno indólico se localizan entre 123.21 y 111.47 ppm, correspondiendo estas dos señales a los carbonos de las posiciones 2 y 7. A 121.03 ppm se encuentra la señal del núcleo 6-C, mientras que a 118.04 y 118.35 ppm están las de los carbonos 4-C y 5-C respectivamente. El carbono de la posición 3 da señal a 109.48 ppm. Las señales respectivas de los carbonos en las posiciones 1' y 2' se encuentran a 39.23 y 22.95 ppm.

La señal de 1'-C aparece cubierta por la señal del solvente (DMSO) en el espectro normal (B_6). Sin embargo se observa claramente en el espectro DEPT 135 (B_8).

2D (^1H - ^{13}C)-RMN.

Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros B_9 - B_{10}).

2-H (7.25) con 2-C (123.21)

4-H (7.58) con 4-C (118.05)

5-H (7.00) con 5-C (118.35)

6-H (7.09) con 6-C (121.03)

7-H (7.39) con 7-C (111.47)

Acoplamientos observados a 2 y 3 enlaces (HMBC, Espectros B_{11} - B_{12}).

2J 2-H (7.24) con 3-C (109.48)

3J 1-H (11.10) con 3-C (109.48)

1-H (11.10) con 3a-C (126.75)

2-H (7.25) con 3a-C (126.75)

2-H (7.25) con 7a-C (136.23)

4-H (7.58) con 6-C (121.03)

4-H (7.58) con 7a-C (136.23)

5-H (7.00) con 7-C (111.48)

5-H (7.00) con 3a-C (126.75)

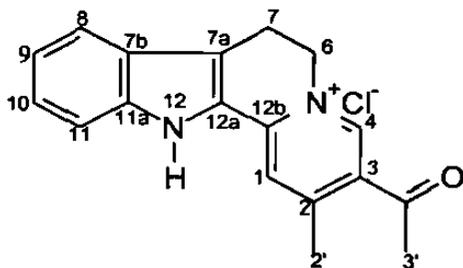
6-H (7.09) con 4-C (118.05)

6-H (7.09) con 7a-C (136.23)

7-H (7.39) con 5-C (118.35)

7-H (7.39) con 3a-C (126.75)

2.2-2a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (7).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₂).

La desaparición de la banda ancha e intensa cerca de 3000 cm^{-1} debida al NH_3^+ (presente en el espectro del hidrocloreuro de triptamina) y la presencia del pico agudo localizado a 1696 cm^{-1} característico del modo de tensión $\text{C}=\text{O}$ del grupo acetilo, el cual está desplazado a una frecuencia más baja de lo usual (1715 cm^{-1}) debido a los efectos de conjugación con el anillo piridínico, son los indicios más importantes de la obtención del sistema tetracíclico. Otras diferencias en los espectros que sugieren la transformación del reactivo son la señal a 1383 cm^{-1} , la cual proviene de las flexiones de los enlaces $\text{C}-\text{H}$ de los grupos metilo presentes en el producto y ausentes en el reactivo; así como también la ausencia de la banda debida a la tensión del enlace $\text{C}-\text{NH}_3^+$ alrededor de 1100 cm^{-1} .

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₃-B₁₄).

En este espectro se pueden observar señales similares a las del hidrocloreuro de triptamina: el protón indólico a 12.61 ppm, los protones aromáticos de 7.75 a 7.19 ppm (2 dobletes, 2 tripletes) y los metilenos de las posiciones 6 y 7 en 4.84 y 3.33 ppm respectivamente a la forma de tripletes; este último triplete solamente se observa después del intercambio con deuterio. Las primeras pruebas de la obtención del sistema tetracíclico son los singuletes a 9.43 y 8.27 ppm que corresponden a los protones 4-H y 1-H del anillo piridínico, así como la desaparición de la señal debida al protón alfa del indol (7.25 ppm en el espectro del hidrocloreuro de triptamina), lo cual apoya la formación de los anillos 'D' y 'C' respectivamente. La presencia en la molécula de los metilos en las posiciones 2' y 3' se confirma mediante los singuletes a 2.70 y 2.73 ppm. El pico intenso a 3.35 ppm lo causa el agua contenida en el solvente. La señal intensa a 2.50 ppm es debida a restos de solvente no deuterado (D₆-DMSO).

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₁₅-B₁₆).**Acoplamientos observados.**

³ J (Vecinales)	8-H (7.75) con 9-H (7.19)
	10-H (7.41) con 11-H (7.57)
	9-H (7.19) con 10-H (7.41)
	6-H (4.93) con 7-H (3.42)

^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{17} - B_{19}).

El espectro muestra 18 señales correspondientes a igual número de carbonos en la molécula. La primera señal (196.26 ppm) corresponde al carbono del grupo carbonilo. En la región de carbonos aromáticos se observan 13 señales, 5 más que para el hidrocloreuro de triptamina, las cuales corresponden al incremento de este tipo de carbonos en la molécula producto: Núcleos 12b-C (142.88), 1-C (122.74), 2-C (130.64), 3-C (157.03), y 4-C (146.92) del anillo 'D'. Por último las señales de los metilenos a 54.98 y 18.68 ppm presentes también en el reactivo y las señales a 29.33 y 21.82 ppm correspondientes a los carbonos 3'-C y 2'-C, los cuales se encuentran solamente en la estructura del producto. Estas últimas cuatro señales se distinguen perfectamente en el espectro DEPT 135 (Espectro B_{19}).

2D (^1H - ^{13}C)-RMN.**Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros B_{20} - B_{21}).**

1-H (8.27) con 1-C (122.74)

4-H (9.43) con 4-C (146.92)

8-H (7.76) con 8-C (120.85)

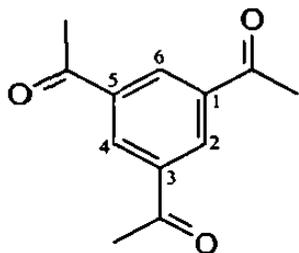
9-H (7.19) con 9-C (120.92)

10-H (7.41) con 10-C (126.97)

11-H (7.57) con 11-C (112.73)

Acoplamientos observados a 2 y 3 enlaces (HMBC, Espectros B₂₂-B₂₃).

- ²J
- 1-H (8.27) con 2-C (130.64)
 - 1-H (8.27) con 12b-C (142.88)
 - 4-H (9.43) con 3-C (157.03)
 - 6-H (4.93) con 7-C (18.86)
- ³J
- 1-H (8.27) con 2'-C (21.82)
 - 1-H (8.27) con 12a-C (124.60)
 - 4-H (9.43) con 6-C (54.98)
 - 4-H (9.43) con 2-C (130.64)
 - 4-H (9.43) con 12b-C (142.88)
 - 4-H (9.43) con carbonilo (196.26)
 - 6-H (4.93) con 7a-C (119.56)
 - 6-H (4.93) con 12b-C (142.88)
 - 8-H (7.75) con 10-C (126.97)
 - 8-H (7.75) con 11a-C (139.90)
 - 9-H (7.19) con 11-C (112.73)
 - 9-H (7.19) con 7b-C (124.55)
 - 10-H (7.41) con 8-C (120.85)
 - 10-H (7.41) con 11a-C (139.90)
 - 11-H (7.57) con 9-C (120.91)
 - 11-H (7.57) con 7b-C (124.55)
 - 12-H (12.61) con 7a-C (119.56)
 - 12-H (12.61) con 7b-C (124.55)

2.2-2b y 2c 1,3,5-triacetilbenceno (16).**Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₃).**

El pico pequeño en 3060 cm^{-1} se debe a la deformación por tensión de los enlaces C-H aromáticos. Aproximadamente a 2980 y 2925 cm^{-1} aparece la señal causada por las tensiones asimétricas de los enlaces C-H de los grupos acetilo. La banda localizada a 1692 cm^{-1} es la correspondiente a la tensión del grupo carbonilo; mientras que los picos pequeños en 1588 y 1400 cm^{-1} probablemente se deben a las tensiones de los enlaces C=C aromáticos. La señal debida a la deformación por flexión de los enlaces C-H de los grupos acetilo tiene lugar en 1363 cm^{-1} .

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectro B₂₄).

El espectro completo consta solamente de cuatro señales incluidas las correspondientes al agua contenida en el solvente (3.31 ppm) y a restos de solvente no deuterado a 2.50 ppm . Las dos señales de importancia son singuletes lo cual indica que los protones que dan lugar a cada señal están aislados (no tienen protones vecinos) y la simplicidad del espectro sugiere una gran simetría de la molécula.

El singulete registrado a 8.63 ppm (integra para uno) corresponde a los protones aromáticos, los cuales dan una sola señal por ser

magnéticamente equivalentes. Los grupos acetilo dan origen a la señal a 2.72 ppm (integra para tres) y se registra una sola señal debido a la misma razón que los protones aromáticos.

2D ^1H -RMN (400 MHz, COSY, D_6 -DMSO, Espectro B₂₅).

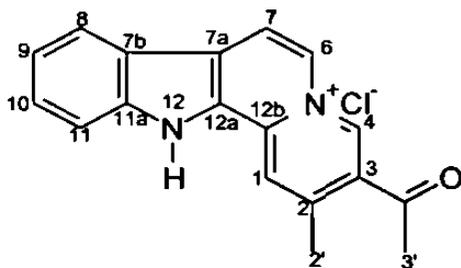
Se observa solo un acoplamiento pequeño de largo alcance entre los protones aromáticos y los grupos metilo.

^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectro B₂₆).

Este espectro es también sumamente sencillo en cuanto al número de señales que aparecen en él (cuatro), lo cual sugiere nuevamente la presencia de simetría en la molécula.

La primera señal a 197.07 ppm se debe a los grupos carbonilo, mientras que la ubicada a 137.49 ppm corresponde a los carbonos aromáticos substituidos por los grupos acetilo. Los carbonos aromáticos sin substituir dan señal en 131.22 ppm. La señal correspondiente al solvente se registra alrededor de 39.0 ppm. Por último, la presencia de los grupos metilo de la molécula da origen a la señal a 26.96 ppm. Lo anterior se puede constatar con el DEPT 135 en el cual aparecen únicamente los carbonos primarios, secundarios y terciarios; los primeros y los últimos aparecen hacia arriba del eje, en tanto que los carbonos secundarios lo hacen hacia abajo.

2.2-3 Cloruro de 3-acetil-2-metil-12*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (22).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₄).

La estructura de esta molécula es muy parecida a la de su precursor (al igual que su espectro), la diferencia es un doble enlace entre las posiciones 6 y 7 y cuya señal sería difícil de asignar y/o de diferenciar con certeza, ya que aparece en la misma región de las tensiones C=C aromáticos, comunes a ambas moléculas. Las diferencias más importantes son la presencia de la banda alrededor de 1400 cm⁻¹ y la que está centrada en 3050 cm⁻¹, así como la desaparición de la banda cerca de 1560 cm⁻¹ que se encuentra solamente en el espectro del producto.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₂₇-B₂₈).

Este espectro confirma la estructura de la molécula ya que muestra la desaparición de los tripletes debidos a los metilenos y la aparición de un nuevo par de dobletes a 9.11 y 8.86 ppm causados por los protones de las posiciones 6 y 7 respectivamente. El resto de las señales permanecen igual, salvo un ligero cambio en los desplazamientos químicos.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₂₉-B₃₀).**Acoplamiento observado.**

³ J (Vecinales)	6-H (9.11) con 7-H (8.86)
	8-H (8.46) con 9-H (7.5)
	9-H (7.5) con 10-H (7.76)
	10-H (7.76) con 11-H (7.89)

¹³C-RMN (100 Mz, D₆-DMSO, Espectros B₃₁-B₃₅).

Aquí se puede verificar también la deshidrogenación del sistema tetracíclico del compuesto **7** apoyándose principalmente en la técnica DEPT 135, en la cual, al igual que en el espectro de protones se puede observar la desaparición de las señales de los dos metilenos de **7**, así como la aparición de dos nuevas señales debidas a los carbonos terciarios correspondientes a las posiciones 6 (127.55 ppm) y 7 (116.51 ppm).

2D (¹H-¹³C)-RMN**Acoplamiento observado a un solo enlace (HMQC, Espectros B₃₆-B₃₇).**

2'-H (2.81) con 2'-C (21.43)
3'-H (2.81) con 3'-C (29.44)
1-H (8.96) con 1-C (122.42)
4-H (10.07) con 4-C (139.78)
6-H (9.11) con 6-C (127.55)
7-H (8.87) con 7-C (116.51)
8-H (8.47) con 8-C (122.24)
9-H (7.50) con 9-C (121.79)

10-H (7.77) con 10-C (129.88)

11-H (7.89) con 11-C (112.90)

Acoplamientos observados a dos y tres enlaces (HMBC, Espectros

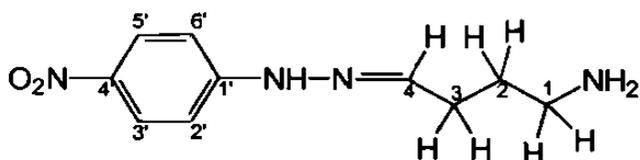
B_{38} - B_{39}).

2J 2'-H (2.80) con 2-C (130.61)
 3'-H (2.80) con Carbonilo (197.07)
 1-H (8.96) con 2-C (130.61)
 1-H (8.96) con 12b-C (132.11)
 4-H (10.06) con 3-C (146.09)
 6-H (9.11) con 7-C (116.50)
 7-H (8.86) con 6-C (127.54)

3J 2'-H (2.80) con 1-C (122.42)
 2'-H (2.80) con 3-C (146.09)
 3'-H (2.80) con 3-C (146.09)
 4-H (10.06) con 6-C (127.54)
 4-H (10.06) con 2-C (130.61)
 4-H (10.06) con 12bC (132.11)
 6-H (9.11) con 7a-C (123.85)
 6-H (9.11) con 12b-C (132.11)
 6-H (9.11) con 4-C (139.77)
 7-H (8.86) con 12a-C (129.57)
 8-H (8.46) con 10-C (129.88)
 8-H (8.46) con 11a-C (141.64)
 9-H (7.50) con 11-C (112.90)

- 9-H (7.50) con 7b-C (120.58)
- 10-H (7.76) con 8-C (122.23)
- 10-H (7.76) con 11a-C (141.64)
- 11-H (7.89) con 7b-C (120.58)
- 11-H (7.89) con 9-C (121.78)

2.2-4 No obtuvimos espectros de 5-Nitrotriptamina (11), solamente de la hidrazona formada a partir de la *p*-nitrofenilhidrazina y el γ -aminobutiraldehído.



$^1\text{H-RMN}$ (400 MHz, $\text{D}_6\text{-DMSO}$, Espectros $\text{B}_{40}\text{-B}_{42}$).

La señal a 10.95 ppm corresponde al protón del NH (posición 1') el cual se intercambia con agua deuterada. A 8.07 ppm se observa un doblete que integra para dos protones el cual se debe a los núcleos de las posiciones 3' y 5'; de igual manera, el doblete localizado a 6.99 ppm corresponde a los protones 2' y 6'. Cada uno de estos pares de núcleos dan una misma señal debido a la simetría de la molécula. La señal a 7.41 ppm (tripleto) la causa el protón de la posición 4 el cual aparece a campo bajo debido a que está unido a un carbono sp^2 . A 2.84 ppm aparece un tripleto que integra para dos debido al núcleo de la posición 1. Las señales de los protones de las posiciones 2 y 3 (quinteto y cuarteto respectivamente) se observan a 1.82 y 2.35 ppm. La señal debida al NH_2 se encuentra

probablemente debajo de la señal del agua a 3.30 ppm ya que como se observa en el COSY (espectro B₄₅), hay una pequeña interacción entre esta última señal y la del protón de la posición 1.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₄₃-B₄₅).

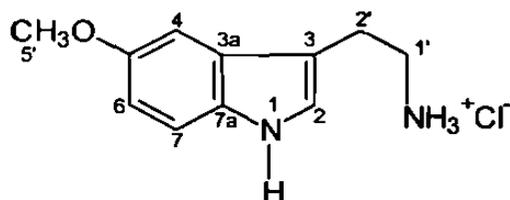
Acoplamientos observados.

J^{β}	3'-H y 5'-H (8.07) con 2'-H y 6'-H (6.99)
	4-H (7.41) con 3-H (2.35)
	1-H (2.84) con 2-H (1.82)
	3-H (2.35) con 2-H (1.82)

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectro B₄₆).

El espectro muestra ocho señales para igual número de carbonos magnéticamente diferentes en la molécula, cinco en la región de carbonos aromáticos y tres en la de carbonos sp³. El hecho de que aparezca un número de señales menor al número de carbonos en la molécula, se debe a la simetría del anillo aromático. A 150.95 ppm se observa la señal del carbono en la posición 4' seguida de la del carbono de la posición 4 a 144.89 ppm. Hacia campo un poco más bajo, a 126.11 ppm, se encuentra la señal de los carbonos 3'-C y 5'-C. La señal correspondiente a 2'-C y 6'-C se localiza a 110.41 ppm. La última señal en la región de carbonos aromáticos a 101.52 ppm se debe al núcleo de la posición 1'. Las señales de los metilenos a campo alto son en el siguiente orden: 1-C, 38.27 ppm; 3-C, 28.64 ppm y 2-C 23.81 ppm.

2.2-5 Hidrocloruro de 5-metoxitriptamina (12).



Espectro de infrarrojo (KBr Espectro A₅).

El pico debido a la tensión del enlace N-H indólico se localiza a 3300 cm^{-1} . Los modos de tensión de los enlaces N-H del grupo $^+\text{NH}_3$ dan lugar a la banda ancha cerca de 3000 cm^{-1} ; mientras que las flexiones de estos mismos enlaces provocan la aparición de los picos a 1600 y 1450 cm^{-1} , los cuales probablemente se traslapan con los correspondientes a las tensiones de los enlaces C=C. A este último tipo de deformación se debe la señal intensa ubicada a 1500 cm^{-1} . La presencia del grupo metoxilo se confirma mediante el pico de intensidad media cerca de 1380 cm^{-1} ocasionado por los modos de flexión de los enlaces C-H del CH_3 y por el pico agudo e intenso a 1100 cm^{-1} debido a la tensión C-O.

^1H -RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₄₇-B₄₈).

La señal a 10.81 ppm corresponde al protón de la posición 1. El singlete ancho a 8.08 ppm se debe al grupo $^+\text{NH}_3$. Las señales de los protones aromáticos aparecen en el siguiente orden: 7-H (doblete) a 7.24, 2-H a 7.17, 4-H a 7.07 y 6-H (doblete de dobletes) a 6.72 ppm. El grupo metoxilo da un singlete intenso a 3.75 ppm, y la señal debida a los metilenos (posiciones 1' y 2') aparece como un multiplete centrado a 3.00 ppm.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₄₉-B₅₀).**Acoplamiento observado.**

³ J	1-H (10.81) con 2-H (7.17) 6-H (6.72) con 7-H (7.24)
⁴ J	6-H (6.72) con 4-H (7.07)
⁵ J	4-H (7.06) con 5'-H (3.76)

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₅₁-B₅₂).

Los carbonos cuaternarios 5, 3a y 7a, dan señal a 153.05, 131.34 y 127.08 ppm respectivamente. Las señales de los núcleos 2-C, 7-C y 6-C se ubican, en el orden citado, a 123.89, 112.08 y 111.17 ppm. Las últimas dos señales en la región de carbonos sp² corresponden a 3-C (109.16) y 4-C (100.00). La señal intensa a 55.36 ppm se debe al carbono del grupo metoxilo. Los metilenos de las posiciones 1' y 2' dan lugar a las señales ubicadas 39.22 y 23.01 ppm.

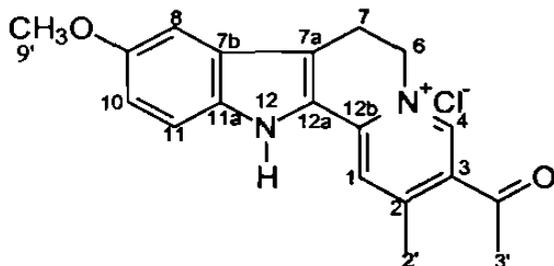
2D (¹H-¹³C)-RMN.**Acoplamiento observado a un solo enlace (HMQC, Espectros B₅₃-B₅₄).**

1'-H (3.00) con 1'-C (39.22)
2'-H (3.00) con 2'-C (23.01)
5'-H (3.76) con 5'-C (55.36)
2-H (7.17) con 2-C (123.89)
4-H (7.06) con 4-C (100.00)
6-H (6.72) con 6-C (111.17)
7-H (7.24) con 7-C (112.08)

Acoplamientos observados a 2 y 3 enlaces (HMBC, Espectros B₅₅-B₅₆).

² J	1'-H (3.00) con 2'-C (23.01)
	2'-H (3.00) con 1'-C (39.22)
	2'-H (3.00) con 3-C (109.16)
	1-H (10.81) con 7a-C (131.34)
	2-H (7.17) con 3-C (109.16)
	4-H (7.07) con 5-C (153.05)
³ J	2'-H (3.00) con 2-C (123.89)
	2'-H (3.00) con 3a-C (127.08)
	1-H (10.81) con 3-C (109.16)
	1-H (10.81) con 3a-C (127.08)
	2-H (7.17) con 3a-C (127.08)
	2-H (7.17) con 7a-C (131.34)
	4-H (7.07) con 3-C (109.16)
	4-H (7.07) con 6-C (111.17)
	4-H (7.07) con 7a-C (131.34)
	6-H (6.72) con 4-C (100.00)
	6-H (6.72) con 7a-C (131.34)
	7-H (7.24) con 3a-C (127.08)
	7-H (7.24) con 5-C (153.05)

2.2-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (21).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₆).

La banda de tensión del N-H aparece ligeramente más ensanchada y a una frecuencia mayor (3400) que en el espectro del hidrocloreuro de metoxitriptamina. La primera evidencia de la obtención del sistema tetracíclico es la desaparición de la señal ancha a 3000 cm^{-1} , lo cual indica que el grupo $^+\text{NH}_3$ ya no está presente. En su lugar quedan solamente los picos pequeños debidos a las tensiones C-H aromáticos. Los picos agudos a 1700 y 1380 cm^{-1} debidos a la tensión C=O y a las flexiones C-H de los CH_3 , también sugieren la obtención del producto deseado. Los picos agudos e intensos a 1650 y 1550 cm^{-1} se deben a los enlaces C=C del anillo piridínico.

^1H -RMN (400 MHz, D₆-DMSO, espectros B₅₇-B₅₈).

La señal del protón indólico (posición 12) se observa a 12.51 ppm. En la región de aromáticos se confirma la desaparición del protón α al nitrógeno indólico (por la formación del anillo 'C'), así como la obtención del anillo piridínico por los dos nuevos singuletes debidos a 4-H (9.39) y 1-H (8.22). A diferencia del espectro del hidrocloreuro, en el del sistema teracíclico, las señales debidas a los metilenos en las posiciones 6 (4.89) y

7 (3.37) aparecen perfectamente resueltas. La presencia de los grupos acetilo y metilo se puede constatar por las señales intensas a 2.70 y 2.67 ppm respectivamente. El resto de las señales experimentan solamente un desplazamiento hacia campo más bajo.

2D ^1H -RMN (400 MHz, COSY, D_6 -DMSO, Espectros B_{59} - B_{60}).

Acoplamientos observados.

3J (Vecinales)	6-H (4.89) con 7-H (3.37)
	10-H (7.04) con 11-H (7.45)
4J	8-H (7.18) con 10-H (7.04)
5J	8-H (7.18) con 11-H (7.45)

^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{61} - B_{63}).

Todas las señales corresponden al número y tipo de carbonos presentes en la molécula. Las tres señales que más fácilmente permiten comprobar la obtención del sistema tetracíclico son la del grupo carbonilo a 196.23 ppm y las de los grupos metilo 2' y 3' a 21.83 y 29.31 ppm. Las señales debidas a los carbonos terciarios del anillo 'D' se localizan a 122.54 (1-C) y 146.84 (4-C). La evidencia concluyente de la obtención del producto la dan las señales de los núcleos 12a-C, 12b-C, 2-C y 3-C a 124.92, 142.90, 130.37 y 156.76 ppm que son los carbonos cuaternarios (más el del carbonilo) que se forman junto con el sistema tetracíclico.

2D (^1H - ^{13}C)-RMN.**Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros B_{64} - B_{65}).**

2'-H (2.70) con 2'-C (21.83)

3'-H (2.67) con 3'-C (29.31)

9'-H (3.80) con 9'-C (55.35)

1-H (8.22) con 1-C (122.54)

4-H (9.39) con 4-C (146.84)

6-H (4.89) con 6-C (55.00)

7-H (3.37) con 7-C (18.94)

8-H (7.18) con 8-C (100.53)

10-H (7.04) con 10-C (118.84)

11-H (7.45) con 11-C (113.74)

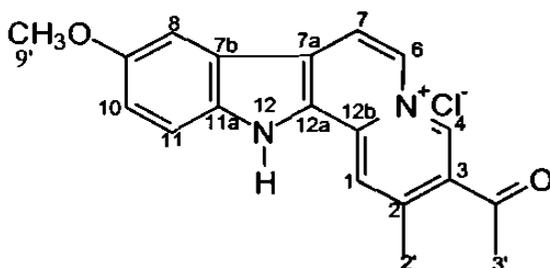
Acoplamientos observados a 2 y 3 enlaces (HMBC, espectros B_{66} - B_{67}).

2J 2'-H (2.70) con 2-C (130.37)
 3'-H (2.67) con carbonilo (196.23)
 1-H (8.22) con 12b-C (142.90)
 1-H (8.22) con 2-C (130.37)
 4-H (9.39) con 3-C (156.76)
 6-H (4.89) con 7-C (18.94)
 12-H (12.51) con 11a-C (135.50)

3J 2'-H (2.70) con 1-C (122.54)
 2'-H (2.70) con 3-C (156.76)
 9'-H (3.80) con 9-C (154.39)

- 1-H (8.22) con 2'-C (21.83)
1-H (8.22) con 12a-C (124.90)
4-H (9.39) con 6-C (55.00)
4-H (9.39) con 12b-C (142.90)
4-H (9.39) con carbonilo (196.23)
4-H (9.39) con 2-C (130.37)
6-H (4.89) con 7a-C (118.91)
6-H (4.89) con 12b-C (142.90)
6-H (4.89) con 4-C (146.84)
8-H (7.18) con 10-C (118.84)
8-H (7.18) con 11a-C (135.50)
10-H (7.04) con 11a-C (135.50)
11-H (7.45) con 7b-C (124.84)
11-H (7.45) con 9-C (154.39)
12-H (12.51) con 7a-C (118.91)
12-H (12.51) con 7b-C (124.84)

2.2-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (25).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₇).

Las diferencias de los espectros del compuesto dihidrogenado y del producto son muy pequeñas; la más notoria es la desaparición, en el espectro del producto, de la banda que aparece a 1550 cm^{-1} en el espectro del compuesto dihidrogenado .

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₆₈-B₆₉).

El hecho de que no se observen los tripletes debidos a los metilenos de las posiciones 6 y 7 (del reactivo), y la aparición de dos nuevos dobletes en la región de aromáticos a 9.04 (6-H) y 8.81 (7-H) confirma la obtención de la molécula.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₇₀-B₇₁).**Acoplamientos observados.**

³ J	6-H (9.04) con 7-H (8.81)
	10-H (7.39) con 11-H (7.79)
⁴ J	1-H (8.89) con 2'-H (2.80)
	10-H (7.39) con 8-H (7.97)
⁵ J	1-H (8.89) con 6-H (9.04)
	8-H (7.97) con 11-H (7.79)
⁶ J	1-H (8.89) con 7-H (8.81)

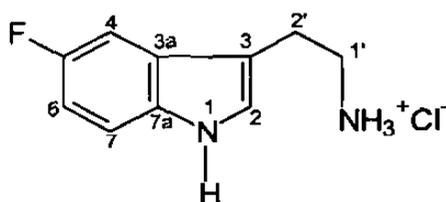
¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₇₂-B₇₄).

Al igual que en el espectro de protones, la desaparición de las señales a campo alto debidas a los metilenos y el aumento de dos señales en la región de carbonos aromáticos a 139.87 ppm (6-C) y 126.89 ppm (7-C),

permite constatar la deshidrogenación en las posiciones 6 y 7, observándose las 19 señales esperadas. La baja solubilidad del compuesto no permitió obtener los espectros DEPT, HMQC y HMBC.

2.2-8 No obtuvimos espectros de 5-isopropiltryptamina (13).

2.2-9 Hidrocloruro de 5-fluortryptamina (14).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₈).

La banda ligeramente ensanchada alrededor de 3280 cm^{-1} corresponde a la deformación por tensión del enlace N-H del indol. El pico ancho alrededor de 3000 cm^{-1} es debido a la presencia del grupo NH_3^+ . El par de picos ubicados cerca de 1600 cm^{-1} corresponden a la tensión de los enlaces C=C del anillo aromático (pico de frecuencia más alta) y el que se encuentra a la derecha de este último a los modos de flexión asimétrica del grupo NH_3^+ . La banda en 1500 cm^{-1} al igual que la ubicada cerca de 1450 cm^{-1} son causadas por los modos de tensión de los enlaces C=C aromáticos. El pico localizado entre estas dos últimas señales es originado por la flexión simétrica de los enlaces N-H de la sal de amonio cuaternario. Las bandas agudas de intensidad fuerte que se encuentran alrededor de 1200 y 1100 cm^{-1} se deben a las deformaciones por tensión de los enlaces C-N del indol y de la sal de amonio cuaternario respectivamente. La señal de

intensidad media ubicada aproximadamente a 930 cm^{-1} corresponde a las flexiones fuera del plano del enlace C-H del anillo aromático en la posición 4; en tanto que la que se encuentra en 800 cm^{-1} la causan los enlaces de las posiciones 6 y 7. En este espectro ya no aparece el pico debido a la flexión fuera del plano para el caso de un benceno con cuatro hidrógenos adyacentes (aproximadamente 750 cm^{-1}) debido a la substitución por el átomo de flúor en la posición 5.

^1H -RMN (400 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{75} - B_{77}).

La primera señal ubicada hacia campo bajo en 11.13 ppm corresponde al nitrógeno indólico (posición 1). El singulete ancho a 8.05 ppm que integra para 3 protones corresponde a los hidrógenos del nitrógeno cuaternario. En la región de aromáticos las señales de los núcleos de las posiciones 4, 7 y 2 aparecen traslapadas en un multiplete centrado en 7.35 ppm; es posible reconocer un singulete ancho a 7.38 ppm que corresponde al protón 7-H, un doblete a 7.35 ppm con $J= 3.3\text{ Hz}$ que es posible asignarlo al protón 4-H y finalmente un singulete ancho a 7.33 ppm que corresponde al protón 2-H. El triplete localizado a 6.93 ppm se debe al protón de la posición 6, esta multiplicidad se debe al hecho de que el flúor se acopla en la misma forma que lo hacen los átomos de hidrógeno²⁸. La señal del agua presente en el solvente se observa a 3.36 ppm y la de restos de solvente no deuterado a 2.50 ppm. El multiplete centrado en 3.0 ppm corresponde a los protones de las posiciones 1' y 2'.

2D ^1H -RMN (400 MHz, COSY, D_6 -DMSO, Espectros B_{78} - B_{79}).**Acoplamientos observados.**

3J (Vecinales)	1-H (11.13) con 2-H (7.35)
	6-H (6.93) con 7-H (7.38)

 ^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{80} - B_{82}).

Las primeras dos señales centradas a 156.65 ppm corresponden al núcleo 5-C con una $^1J_{\text{C-F}}$ de 231.4 Hz, este valor se encuentra cerca del reportado para un benceno monosustituido con flúor (245 Hz)²⁸. Esta partición de la señal se debe a que el flúor se acopla con el carbono en la misma forma que lo hace con el hidrógeno. La señal debida al carbono 7a-C tiene lugar a 132.86 ppm. El doblete pequeño ($^3J_{\text{C-F}} = 10.06$ Hz) centrado en 127.0 ppm corresponde al carbono 3a-C. A 125.49 ppm se localiza el singulete debido a la presencia de 2-C. Los cuatro dobletes siguientes, continuando hacia campo alto, se deben a los carbonos terciarios del anillo de seis miembros y al de la posición 3; en 112.38 ppm se encuentra la señal correspondiente a 7-C, la señal del núcleo 3-C se localiza en 109.74 ppm. Las señales de 6-C y 4-C pueden observarse a 109.15 y 102.82 ppm respectivamente. Este patrón de partición es el mismo que se observa para el núcleo 5-C, la única diferencia es el valor de la constante de acoplamiento. La señal intensa centrada alrededor de 39 ppm se debe al solvente. Debajo de esta señal se encuentra la del metileno de la posición 2'; esto se puede comprobar mediante la técnica DEPT 135, en la cual los carbonos secundarios aparecen hacia abajo del eje, como es el caso. La última señal del espectro es debida a 1'-C.

2D (¹H-¹³C)-RMN.**Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros B₈₃-B₈₄).**

1'-H (3.00) con 1'-C (39.5)

2'-H (3.00) con 2'-C (22.91)

2-H (7.33) con 2-C (125.49)

4-H (7.35) con 4-C (112.38)

6-H (6.93) con 6-C (109.15)

7-H (7.38) con 7-C (102.82)

Acoplamientos observados a dos y tres enlaces (HMBC, Espectros B₈₅-B₈₆).²J 1-H (11.13) con 7a-C (132.86)

2-H (7.33) con 3-C (109.74)

1'-H (3.00) con 2'-C (22.91)

2'-H (3.00) con 1'-C (39.4)

4-H (7.35) con 3a-C (127.00)

4-H (7.35) con 5-C (156.65)

6-H (6.93) con 7-C (102.82)

6-H (6.93) con 5-C (156.65)

7-H (7.38) con 7a-C (132.86)

³J 1-H (11.13) con 3-C (109.74)

1-H (11.13) con 3a-C (127.00)

1'-H (3.00) con 3-C (109.74)

2'-H (3.00) con 3a-C (127.00)

2-H (7.33) con 3a-C (127.00)

4-H (7.35) con 3-C (109.74)

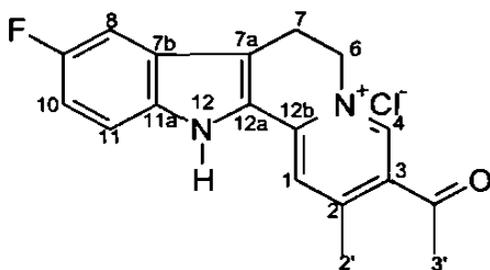
4-H (7.35) con 7a-C (132.86)

6-H (6.93) con 7a-C (132.86)

7-H (7.38) con 3a-C (127.00)

7-H (7.38) con 5-C (156.65)

2.2-10a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-flúor-2-metil-6*H*-indolo [2,3-*a*]quinolizinio (17).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₉):

A 1700 cm^{-1} se encuentra la señal del grupo carbonilo. Se puede apreciar también la ausencia de los picos debidos a la tensión N-H cerca de 3000cm^{-1} y a las flexiones simétricas y asimétricas del grupo N^+H_3 cerca de 1600 y 1500cm^{-1} , el cual desaparece para formar los anillos 'C' y 'D' del sistema tetracíclico. La presencia de los grupos metilo y/o acetilo puede confirmarse por la banda de intensidad media alrededor de 1360cm^{-1} . El resto de las señales aportan poca información acerca de la transformación.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₈₇-B₈₉).

En este espectro podemos observar los protones piridínicos (1-H y 4-H) a 9.44 y 8.30 ppm. Los singuletes intensos a 2.72 y 2.70 ppm corresponden a los protones del grupo metilo y del grupo acetilo. La ausencia de la señal debida al protón α al indol (posición 12a) junto con las señales anteriores confirman la obtención del sistema tetracíclico.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₉₀-B₉₁).**Acoplamientos observados**

³ J (Vecinales)	10-H (7.26) con 8-H (7.58)
	10-H (7.26) con 11-H (7.58)
	6-H (4.93) con 7-H (3.36)
Larga distancia	10-H (7.26) con 7-H (3.36)

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO Espectros B₉₂-B₉₅).

La técnica DEPT 135 muestra claramente las señales de los carbonos primarios en las posiciones 2' y 3' a 21.79 y 29.37 ppm respectivamente. Aparecen también dos nuevas señales de carbonos terciarios a 146.91 y 122.95 causadas por los núcleos 4-C y 1-C; mientras que la señal del carbono alfa del indol ya no aparece como un carbono terciario sino como uno cuaternario debido a la formación del anillo 'C'.

¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₉₆-B₉₇):

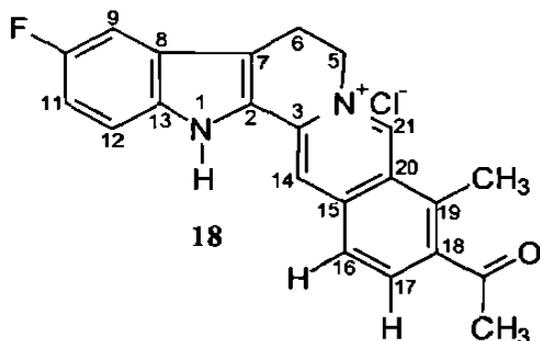
Este espectro presenta diferencias con respecto al obtenido en D₆-DMSO, sin embargo se pueden ver perfectamente las señales del compuesto 17.

La primera de estas diferencias es la desaparición de la señal del protón de la posición 12 debido al intercambio con deuterio del metanol deuterado. La diferencia más marcada es el desplazamiento de todas las demás señales hacia campos más altos; los protones de las posiciones 1 y 4 dan señal a 6.43 y 7.69 ppm respectivamente, mientras que en D₆-DMSO lo hacen a 8.30 y 9.44 ppm. Las señales correspondientes a los protones del anillo 'A' aparecen completamente resueltas, a diferencia del espectro en D₆-DMSO en donde las señales de los núcleos de las posiciones 8 y 11 se traslapan para dar un multiplete a 7.58 ppm. Otra diferencia importante en esta región es que la señal del protón 10-H aparece como un doblete de dobletes en lugar de un triplete como el espectro en D₆-DMSO; lo cual se debe a que este protón tiene constantes de acoplamiento diferentes con el flúor y el protón 11-H. Los metilenos de las posiciones 6 y 7 dan tripletes a 3.36 y 1.87 ppm. Las señales de los metilos de las posiciones 2' y 3' aparecen a 1.24 y 1.12 ppm, las cuales están más separadas que en el espectro de D₆-DMSO.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, CD₃OD, Espectros B₉₈-B₉₉):

³ J (Vecinales)	6-H (3.36) con 7-H (1.87)
	10-H (5.94) con 11-H (5.84)
⁴ J	8-H (5.62) con 10-H (5.94)
Larga distancia	1-H (6.43) con 10-H (5.94)

2.2-10b Cloruro de 18-acetil-10-fluor-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidro-yohimbano (18).



No pudimos obtener una muestra lo suficientemente pura de este compuesto para caracterización debido a que se descomponía al recrystalizarlo (ver parte experimental, punto 3.3-10b). Sin embargo; los espectros obtenidos de esta muestra permiten confirmar que se trata de un análogo del compuesto **20** (punto 2.2-13b).

Espectro de Infrarrojo (KBr, Espectro A₁₀):

Se observa la señal debida a la tensión del enlace N-H alrededor de 3400 cm^{-1} así como las debidas al grupo C=O y metilo a 1700 y 1380 cm^{-1} respectivamente. Una diferencia con respecto al espectro del compuesto **17**, es que en el espectro del compuesto **18** disminuye considerablemente la intensidad de las bandas localizadas cerca de 1550 y 1500 cm^{-1} . Esta misma situación se observa al comparar el espectro del cloruro de indoloquinolizinio con el de su respectivo compuesto deshidrogenado. También podemos observar la presencia de un par de picos alrededor de 850 cm^{-1} , característicos de la flexión fuera del plano de los enlaces C-H de

un anillo bencénico con dos átomos de hidrógeno adyacentes, como es el caso del primer y quinto anillo.

¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₁₀₀-B₁₀₂):

Este espectro presenta un patrón similar al del compuesto 17 en CD₃OD, solo que con las señales hacia campo más bajo.

La diferencia más notable es el par de dobletes a 8.73 y 8.04 ppm (17-H y 16-H respectivamente), los cuales provienen de un sistema aislado ya que se acoplan únicamente entre sí. También se observan un par de singuletes debidos probablemente a los protones del cuarto anillo, 14-H (8.65 ppm) y 21-H (7.04 ppm). Nuevamente se pueden ver las señales del anillo "A" (9-H, 11-H y 12-H) solo que ahora si se observa el acoplamiento de 9-H y 12-H con el flúor (2.2 y 2.0 Hz respectivamente). Las señales de los metilenos (4.96 y 3.43 ppm) y los metilos (2.87 y 2.33 ppm) aparecen perfectamente resueltas y a campo más bajo que las señales correspondientes del compuesto 17.

2D ¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₁₀₃-B₁₀₄):

Acoplamientos observados

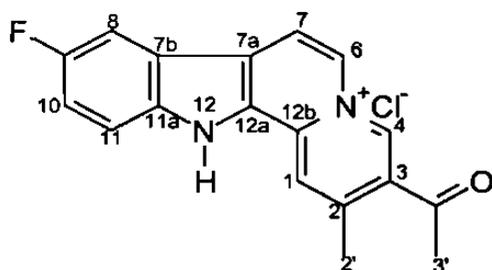
³ J (Vecinales)	16-H (8.04 con 17-H (8.73)
	5-H (4.96) con 6-H (3.43)
	11-H (7.33) con 12-H (6.89)
⁴ J	9-H (7.02) con 11-H (7.33)
⁵ J	9-H (7.02) con 12-H (6.89)

^{13}C -RMN (100 MHz, CD_3OD , Espectros B_{105} - B_{108}):

Este espectro también presenta un patrón parecido al del compuesto 17 pero con las señales a campo más bajo.

La presencia de dos nuevas señales de carbono terciario en la región de aromáticos y la permanencia de las señales principales del compuesto 17 (el carbonilo a 191.73 ppm; los dobletes correspondientes a 9-C, 10-C, 11-C y 12-C con sus correspondientes constantes de acoplamiento y las de los metilos y metilenos debajo de 50 ppm) nos hacen suponer que obtuvimos el compuesto con la estructura propuesta.

2.2-11 Cloruro de 3-acetil-9-flúor-2-metil-12*H*-indolo [2,3-*a*]quinolizinio (23).

**Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A_{11}):**

Salvo por la señal alrededor de 3400 cm^{-1} debida a la tensión del enlace N-H que aparece aquí como un pico ligeramente ensanchado en lugar de los dos que aparecen en el espectro del reactivo, el resto del espectro es muy parecido al de este último. El pico del carbonilo en 1700 cm^{-1} . Las tensiones C=C en 1650 , 1600 , 1500 y 1400 cm^{-1} . La banda debida a la flexión de los enlaces C-H de los metilos, etc. No se distingue una

señal en la región de los dobles enlaces que permita constatar la transformación.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₀₉-B₁₁₁).

El espectro obtenido es el de una mezcla de dos compuestos; sin embargo, se pueden observar las señales de un compuesto principal que corresponden al producto esperado.

Al igual que en el análogo no sustituido, la evidencia principal de la obtención del compuesto deshidrogenado es la desaparición de los tripletes en las posiciones 6 y 7 (los cuales se observan en el espectro del reactivo), así como la presencia de dos nuevos dobletes en la región de aromáticos a 9.09 y 8.82 ppm que corresponden a estas mismas dos posiciones en el producto. Otro cambio notorio es la resolución de las señales debidas a los núcleos 8-H (8.34 ppm) y 11-H (7.93 ppm), las cuales se traslapan en el espectro de la dihidroindoloquinolizina. Además, estas dos señales, junto con la del protón en la posición 10, aparecen como dobletes de dobletes y triplete de dobletes respectivamente.

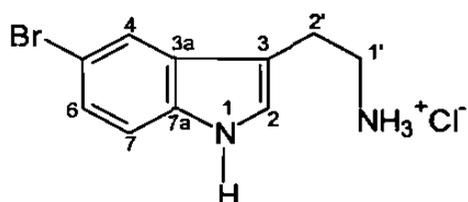
2D ¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₂-B₁₁₃).

Acoplamientos observados.

³ J (Vecinales)	6-H (9.09) con 7-H (8.82)
	10-H (7.65) con 11-H (7.93)
⁴ J	10-H (7.65) con 8-H (8.34)

^{13}C -RMN

No fue posible obtener espectros de carbono debido a la baja solubilidad del compuesto en los únicos solventes disponibles (D_6 -DMSO y CD_3OD).

2.2-12 Hidrocloruro de 5-bromotriptamina (15).**Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₁₂).**

La tensión del enlace N-H indólico da lugar a la banda a 3273 cm^{-1} . La banda ancha alrededor de 2972 cm^{-1} se debe a las tensiones de los enlaces N-H del NH_3^+ . Los picos debidos a las tensiones de los enlaces C=C están a 1605 , 1512 y 1461 cm^{-1} ; los correspondientes a las flexiones de los enlaces N-H del N^+H_3 se encuentran a la derecha del pico de 1605 y a 1461 cm^{-1} . A 1098 cm^{-1} se encuentra la banda de la tensión del enlace C-N de la posición 1'. El patrón de sustitución del anillo bencénico se puede comprobar por las señales a 885 y 800 cm^{-1} , las cuales son características de las flexiones fuera del plano de los enlaces C-H aromáticos cuando hay 1 (posición 4) y 2 (posiciones 6 y 7) hidrógenos adyacentes. La banda a 631 cm^{-1} se debe al enlace C-Br.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₄-B₁₁₅).

La señal del protón indólico se ubica a 11.24 ppm. El singulete ancho localizado a 8.05 ppm corresponde a los protones enlazados al nitrógeno cuaternario. El núcleo de la posición 4 da lugar a la señal que se encuentra a 7.78 ppm, mientras que los dobletes que están a 7.34 y 7.19 ppm se deben a 7-H y 6-H respectivamente. El singulete a 7.31 ppm se debe al protón de la posición 2; esta última asignación se confirma por el acoplamiento (COSY) de dicha señal con la correspondiente a 1-H. Las señales de los metilenos (1' y 2') aparecen traslapadas a 3.01 ppm. La señal del agua contenida en el solvente y la de restos de solvente no deuterado se encuentran a 3.33 y 2.50 ppm.

2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₆-B₁₁₇).**Acoplamientos observados.**

³ J (Vecinales)	1-H (11.24) con 2-H (7.31)
	6-H (7.19) con 7-H (7.34)
⁴ J	4-H (7.78) con 6-H (7.19)
⁵ J	4-H (7.78) con 7-H (7.34)
	4-H (7.78) con 2'-H (3.01)
Larga distancia	4-H (7.78) con ⁺ NH ₃ (8.05)

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₈-B₁₂₀).

La señal hacia campo más bajo (134.92 ppm) corresponde al núcleo 5-C; en seguida, a 128.68 ppm se encuentra la señal del carbono de la posición 3a. Las señales de los carbonos terciarios aparecen en forma

consecutiva en el siguiente orden: 2-C a 125.18, 6-C a 123.54, 4-C a 120.43 y 7-C a 113.51 ppm. Las siguientes dos señales a 111.12 y 109.34 ppm se deben a 7a-C y 3-C respectivamente. Los metilenos 1' y 2' dan señal a 39.48 y 22.76 ppm.

2D (¹H-¹³C)-RMN.

Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros **B₁₂₁-B₁₂₂**).

- 1'-H (3.01) con 1'-C (39.48)
- 2'-C (3.01) con 2'-C (22.76)
- 2-H (7.31) con 2-C (125.18)
- 4-H (7.78) con 4-C (120.43)
- 6-H (7.19) con 6-C (123.54)
- 7-H (7.34) con 7-C (113.51)

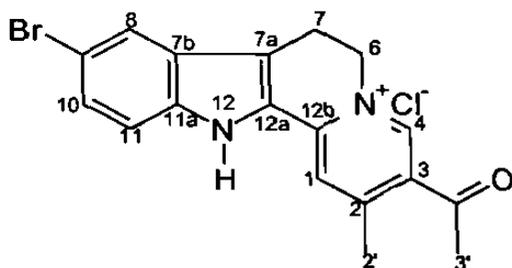
Acoplamientos observados a dos y tres enlaces (HMBC, Espectros **B₁₂₃-B₁₂₄**).

- ²J 1'-H (3.01) con 2'-C (22.76)
- 2'-H (3.01) con 1'-C (39.48)
- 4-H (7.78) con 5-C (134.92)
- 2-H (7.31) con 3-C (109.35)
- 6-H (7.19) con 5-C (134.92)
- 7-H (7.34) con 7a-C (111.12)

- ³J 1-H (11.24) con 3-C (109.35)
- 1-H (11.24) con 3a-C (128.68)

- 2-H (7.31) con 3a-C (128.68)
- 2-H (7.31) con 7a-C (111.12)
- 1'-H (3.01) con 3-C (109.35)
- 2'-H (3.01) con 3a-C (128.68)
- 4-H (7.78) con 6-C (123.54)
- 4-H (7.78) con 3-C (109.35)
- 4-H (7.78) con 7a-C (111.12)
- 6-H (7.19) con 4-C (120.43)
- 7-H (7.34) con 3a-C (128.68)
- 7-H (7.34) con 5-C (134.92)

2.2-13a Cloruro de 3-acetil-9-bromo-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-a]quinolizinio (19).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₁₃).

La banda debida a la tensión del enlace N-H indólico está desplazada a frecuencia más alta (3450 cm^{-1}) respecto a la del hidrocloreuro de triptamina bromado (3272 cm^{-1}). No se observa la banda ancha centrada a 3000 cm^{-1} ni las cercanas a 1600 y 1460 cm^{-1} debidas a la tensión de los enlaces N-H del grupo $^+\text{NH}_3$ lo que sugiere la formación de los anillos 'C' y 'D'. El pico agudo en 1700 cm^{-1} confirma la presencia del grupo acetilo

(tensión C=O) en el anillo 'D', así como el ubicado alrededor de 1380 cm^{-1} debido a las flexiones de los enlaces C-H de los CH_3 .

^1H -RMN (400 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{125} - B_{127}).

La baja solubilidad de este compuesto en los dos únicos solventes disponibles (D_6 -DMSO y CD_3OD) dio lugar a que se obtuviera solamente el espectro de protones con una intensidad de las señales muy pequeña. No obstante, las señales que indican la obtención del compuesto se aprecian claramente. Tales son las de los protones piridínicos 1-H y 4-H a 8.19 y 9.42 ppm. Desaparece la señal debida al protón α al nitrógeno indólico; lo cual, junto con las señales anteriores, indica la formación de los anillos 'C' y 'D'. Otra diferencia es la resolución de las señales debidas a los metilenos presentes en la molécula, las cuales se traslapan en el espectro del reactivo. En este caso observamos 2 tripletes a 4.91 y 3.40 ppm. Los protones aromáticos del anillo 'A' aparecen como un singulete a 8.03 ppm (8-H) y dos dobletes a 7.55 (11-H) y 7.50 ppm (10-H). La presencia de los metilos en las posiciones 2' y 3' se confirma por los singuletes ubicados a 2.69 y 2.73 ppm.

^1H -RMN (400 MHz, CD_3OD , Espectros B_{128} - B_{130}).

El espectro de este compuesto en metanol deuterado es muy similar al obtenido en D_6 -DMSO, solo que las señales de protones aromáticos están ligeramente corridas hacia campos altos y la de protones alifáticos hacia campos bajos.

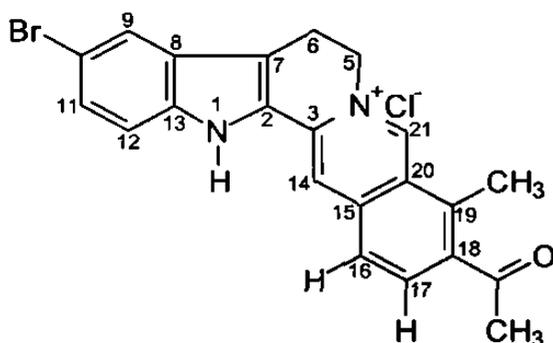
2D ¹H-RMN (400 MHz, COSY, D₆-DMSO Espectros B₁₃₁-B₁₃₂).**Acoplamientos observados.**³J (Vecinales) 10-H (7.50) con 11-H (7.55)

6-H (4.91) con 7-H (3.40)

Larga distancia 1-H (8.20) con 8-H (8.03)

2.2-13b Cloruro de 18-acetil-10-bromo-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidro-yohimbano (20).

Durante la síntesis del compuesto **19** se aisló un segundo producto (ver parte experimental) cuyas propiedades y datos espectrales difieren, en poca medida, de las del primero. Aparentemente dicha substancia resulta de la adición de una segunda molécula de acetilacetaldéhidó y la posterior formación de un quinto anillo. La estructura que se propone es la siguiente:

**Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₁₄).**

Tomando como referencia el espectro del compuesto **16**, siguen observándose las señales principales. El pico de la tensión del NH aparece a 3400 cm⁻¹. La banda intensa debida a la tensión del enlace C=O se localiza a 1700 cm⁻¹. Las señales a 1650 y 1550 cm⁻¹ de los enlaces C=C

también aparecen aunque con una marcada disminución en la intensidad, al igual que la señal de los CH₃.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₃₃-B₁₃₅).

Aparecen todas las señales características del sistema tetracíclico, aunque con un ligero desplazamiento hacia campo bajo en la región de aromáticos. En esta misma región aparecen un par de dobletes (8.82 y 8.15 ppm) que integran cada uno para un protón, tienen una constante de acoplamiento de 8 Hz. y que se acoplan solamente entre sí (COSY), lo cual indica que es un sistema aislado.

En un principio consideramos que la adición de una segunda molécula de acetilacetaldehído (2) había sido en el nitrógeno indólico; sin embargo, debido a la presencia de la señal a 11.31 ppm (que desaparece después del intercambio con D₂O) y a que hay solamente dos señales de grupos metilo, se descartó la posibilidad.

Se hicieron experimentos NOE irradiando las señales correspondientes a los núcleos de las posiciones 1, 16, 17, 18' y 19'. La irradiación de la primera incrementa las señales de 12-H y 14-H; la señal de 17-H registra un noe al irradiar la de 16-H y viceversa, pero no afecta la señal de 14-H. Las otras dos señales en que se observa un aumento en la intensidad son 17-H y 21-H por la irradiación de 18'-H y 19'-H respectivamente. Estos datos soportan, aunque sea en parte, la estructura propuesta.

2D ^1H -RMN (400 MHz, COSY, D_6 -DMSO, Espectros B_{136} - B_{137}).

Se observan los acoplamientos esperados entre los metilenos de las posiciones 5 y 6 así como entre los pares de protones vecinales 11-H, 12-H y 16-H, 17-H.

 ^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B_{138} - B_{140}).

El espectro consta de dieciocho señales en total, en lugar de las veintidós que son de esperarse para la estructura propuesta. La técnica DEPT 135 muestra las señales de dos metilos (a 20.98 ppm aparece una tercera señal de grupo metilo debida a la acetona que está como impureza) y dos metilenos; además hay siete señales de carbonos terciarios en la región de aromáticos que corresponden al mismo número y tipo de carbonos presentes en la molécula. Lo anterior indica que las señales faltantes serían de carbonos cuaternarios. Una justificante sería el largo tiempo de relajación de este tipo de núcleos lo cual causa que no se observe la señal en el espectro. Otra razón por la cual no se observan estas cuatro señales puede ser el traslape. La gran mayoría de los carbonos de esta molécula (18) dan señal en la región de 100-160 ppm lo cual puede provocar el traslape de una o más señales.

2D (^1H - ^{13}C)-RMN.

Acoplamientos observados a un solo enlace (HMQC, Espectros B_{141} - B_{143}):

14-H (9.18) con 14-C (146.12)

17-H (8.82) con 17-C (143.19)

16-H (8.15) con 16-C (129.79)

9-H (7.22) con 9-C (126.05)

11-H (7.19) con 11-C (123.74)

14-H (7.64) con 14-C (120.26)

12-H (7.34) con 12-C (113.54)

5-H (4.90) con 5-C (58.26)

6-H (3.26*) con 6-C (24.85)

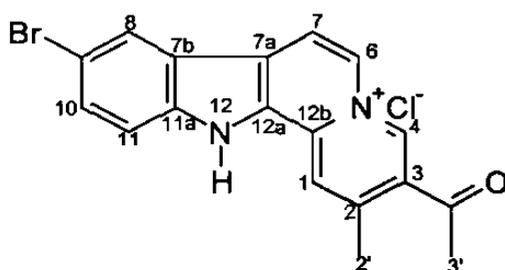
19'-H (2.85) con 19'-C (19.75)

18'-H (2.85) con 18'-C (19.75)

*En D₂O

Nota: Se obtuvo un compuesto análogo al anterior (mismas señales ¹H-RMN. Ver punto 2.2-10b) durante la síntesis de **14**; sin embargo los datos espectrales son menos abundantes, por lo que discutimos solamente los del derivado bromado.

2.2-14 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (**24**).



Espectro de infrarrojo (KBr, Espectro A₁₅).

La diferencia más notable es la desaparición de la señal que aparece en el espectro del reactivo (**17**) a 1550 cm⁻¹.

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₄₄-B₁₄₅).

Al igual que en los análogos anteriores, la desaparición de las señales debidas a los metilenos (tripletes) y la aparición de un par de dobletes en la región de aromáticos (9.04 y 8.79 ppm) debidos a la nueva insaturación, permite confirmar la obtención del producto.

CAPÍTULO 3
PARTE EXPERIMENTAL

3.1 DESCRIPCIÓN DE LOS REACTIVOS.

Fórmula	Nombre	Marca	Pureza (%)
$C_6H_8N_2$	Fenilhidrazina.	Sigma	97
$C_8H_{19}NO_2$	Dietilacetal del 4-aminobutiraldehído.	Aldrich	90
$Na_2S \cdot 9H_2O$	Sulfuro de sodio nonahidratado.	PQM	100
$ZnCl_2$	Cloruro de cinc	Desarrollo de especialidades químicas.	99
$C_6H_7N_3O_2$	4-nitrofenilhidrazina.	Espectrum	97
$C_7H_{11}ClN_2O$	Hidrocloruro de 4-metoxifenilhidrazina.	Aldrich	98
$C_9H_{15}ClN_2$	Hidrocloruro de 4-isopropilfenilhidrazina.	Aldrich	98
$C_6H_8ClFN_2$	Hidrocloruro de 4-fluorfenilhidrazina.	Aldrich	97
$C_6H_8BrClN_2$	Hidrocloruro de 4-bromofenilhidrazina.	Aldrich	99
$C_6H_{12}O_3$	Dimetilacetal del acetilacetaldehído.	Aldrich	90
$C_{11}H_{15}ClN_2O$	Hidrocloruro de 5-metoxitriptamina.	Aldrich	97
$C_6Cl_4O_2$	<i>o</i> -Cloranilo	GMBH & Co.	97
SiO_2	Gel de sílice	Merck	

Solventes: Todos son grado analítico de la marca PQM.

3.2 MATERIAL Y EQUIPO.

Placas para cromatografía en capa fina marca Riedel-deHaën gel de sílice 60 F254.

Espectrofotómetro de infrarrojo magna IR 550 de la marca Nicolet. Las unidades de los espectros de infrarrojo están dadas en cm^{-1} .

Espectrómetro de resonancia magnética nuclear de 400 MHz amx serie avance dpx 400 con sonda multinuclear de la marca Bruker. Las unidades de los espectros de RMN (desplazamientos químicos, δ) están dadas en partes por millón (ppm). El formato en que se presenta la descripción de los espectros de RMN es: desplazamiento químico (integración de la señal, multiplicidad, constante de acoplamiento, posición del núcleo que da la señal). En dichas descripciones se utilizan las siguientes abreviaturas: s: singulete, d: doblete, t: triplete, *J*: constante de acoplamiento (Hz), sa: singulete ancho.

3.3 PROCEDIMIENTOS.

3.3-1 Hidrocloruro de triptamina (10)¹³.

Se pesaron en un matraz redondo de 50 mL 0.8 g (7.4 mmol) de fenilhidrazina, 1.2 g (7.4 mmol) del dietilacetal del γ -aminobutiraldehído, y 1.01 g (7.4 mmol) de ZnCl_2 previamente fundido y pulverizado después de enfriarse. La mezcla se agitó magnéticamente y se calentó en un baño de glicerina a 170-180 °C por tres horas. La mezcla se disolvió en 15 mL de HOAc al 15 % y la solución se extrajo con éter etílico. La capa etérea se desechó y la solución acuosa se mezcló con 2 g de $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ disueltos en la mínima cantidad de agua. El ZnS precipitado se filtró y se extrajo en un soxhlet con 30 mL de metanol por dos horas. La solución de metanol se evaporó a sequedad en el rotavapor y el residuo se agregó a la solución de HOAc. La solución se concentró en el rotavapor hasta 3 mL aproximadamente y se dejó enfriar para filtrar posteriormente. El sólido obtenido se secó a vacío y se lavó con etanol anhidro, filtrando posteriormente. El filtrado se evaporó a sequedad en el rotavapor con lo que se obtuvieron 7.2 g (50 %) de un sólido amarillo claro.

$R_f = 0.28$ (Metanol: cloroformo 1:3)

La recristalización de este compuesto se llevó a cabo disolviéndolo en CH_3OH a temperatura ambiente y dejando evaporar la solución a la misma temperatura (30 °C aproximadamente). La solución se dejó evaporar hasta una quinta parte y se obtuvieron unos cristales grandes de color café claro, los cuales se filtraron y lavaron con metanol helado.

IR (KBr, Espectro A₁):

3292 (N-H indólico); 3010 (N-H del R-NH₃⁺); 1237 (C-N del indol); 1102 (C-N del C-NH₃⁺); 748 (C-H del anillo bencénico *o*-disustituido).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectro B₁-B₃):

11.10 (1H, s, ↑ D₂O, 1-H); 8.32 (3H, sa, ↑ D₂O, -⁺NH₃); 7.58 (1H, d, *J*= 7.81 Hz, 4-H); 7.39 (1H, d, *J*= 8.50 Hz, 7-H); 7.25 (1H, d, *J*= 2.0 Hz, 2-H); 7.09 (1H, t, *J*= 7.51 Hz, 6-H); 7.00 (1H, t, *J*= 7.16 Hz, 5-H); 3.07 (4H, s, 1'-H y 2'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₆-B₈):

136.22 (Cq, 7a-C); 126.75 (Cq, 3a-C); 123.21 (CH, 2-C); 121.03 (CH, 6-C); 118.35 (CH, 5-C); 118.05 (CH, 4-C); 111.48 (CH, 7-C); 109.48 (CH, 3-C); 39.23 (CH₂, 1'-C); 22.95 (CH₂, 2'-C).

3.3-2a Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (7)³.

En un matraz redondo de 25 mL se pesaron 1.995 g (10 mmoles) de hidrocloreuro de triptamina y se agregaron 15 mL de ácido acético glacial. La mezcla se calentó a reflujo bajo agitación constante y, una vez que se disolvió el sólido, se añadieron 4 g (30 mmoles) de dimetilacetal del acetilacetaldehído. La mezcla se dejó refluendo por cuatro horas y posteriormente se dejó enfriar y reposar hasta que ya no precipitó más sólido (generalmente toda la noche). El producto obtenido se filtró a vacío y se lavó con 5 mL de éter etílico, posteriormente se colocó en un

deseccador a vacío con NaOH. El sólido seco dió un peso de 1.21 g (38.8 %) y se recristalizó en agua con lo que se obtuvieron agujas de color amarillo. $R_f = 0.6$ (Acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₂):

3445 (N-H indólico); 1696 (C=O); 1637, 1553 (C=C piridínico); 1383 (C-H del CH₃); 755 (C-H del anillo bencénico *o*-disustituido).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₃-B₁₄):

12.61 (1H, s, 12-H, \uparrow D₂O); 9.43 (1H, s, 4-H); 8.27 (1H, s, 1-H); 7.76 (1H, d, $J = 8.05$ Hz, 8-H); 7.57 (1H, d, $J = 8.3$ Hz, 11-H); 7.41 (1H, t, $J = 7.5$ Hz, 10-H); 7.19 (1H, t, $J = 7.4$ Hz, 9-H); 4.93 (2H, t, $J = 7.2$ Hz, 6-H); 3.43 (2H, t, $J = 7.2$ Hz, 7-H); 2.73 (3H, s, 2'-H); 2.70 (3H, s, 3'-H).

La señal de los protones en la posición 7 se observa solo después del intercambio con deuterio.

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₇-B₁₉):

196.26 (Cq, C=O); 157.03 (Cq, 3-C); 146.92 (CH, 4-C); 142.88 (Cq, 12b-C); 139.90 (Cq, 11a-C); 130.64 (Cq, 2-C); 126.97 (CH, 10-C); 124.60 (Cq, 12a-C); 124.55 (Cq, 7b-C); 122.74 (CH, 1-C); 120.92 (CH, 9-C); 120.85 (CH, 8-C); 119.56 (Cq, 7a-C); 112.73 (CH, 11-C); 54.98 (CH₂, 6-C); 29.33 (CH₃, 3'-C); 21.82 (CH₃, 2'-C); 18.86 (CH₂, 7-C).

3.3-2b Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-a]quinolizinio (7)³ utilizando metanol como solvente.

Se realizaron tres experimentos para sintetizar la dihidro-indoloquinolizina en metanol, en escalas de 0.2, 0.2 y 0.5 g de hidrocloreuro de triptamina.

Experimento A: 200 mg (1.02 mmol) de hidrocloreuro de triptamina y 400 mg (3.06 mmol) del dimetilacetal del acetilacetaldehído se disuolvieron en 2 mL de metanol anhidro a reflujo y se calentaron durante 8 horas. Después se enfrió la mezcla de reacción (48 hrs) con lo que precipitaron 9.5 mg (13 %) de cloruro de dihidro-indoloquinolizinio 7 (TLC).

Experimento B: Similar al experimento A, pero se añadieron 0.2 mL de ácido clorhídrico concentrado (37.2 %) antes de iniciar la reacción. A las tres horas de reacción se observó la presencia del cloruro 7; sin embargo después de 8 horas de calentamiento a reflujo, la mezcla se tornó completamente oscura y la TLC reveló la formación de una mezcla compleja, desapareciendo el cloruro de dihidroindoloquinolizinio inicialmente formado.

Experimento C: 500 mg (2.55 mmol) de hidrocloreuro de triptamina y 1 g (7.65 mmol) del dimetilacetal del dimetilacetaldehído se disuolvieron en 4 mL de metanol anhidro. Después de calentar 6 horas a reflujo se añadió 1 g más del dimetilacetal, calentándose a reflujo durante 4 horas más. Después de enfriar la mezcla de reacción (48 hrs) precipitaron 105 mg de un sólido amarillo y se recuperaron 123 mg más del mismo al agregar 20 mL de éter

etílico a las aguas madres de reacción. El total de cloruro de dihidro-indoloquinolizino (TLC) obtenido de esta manera resultó en un 45 % de rendimiento.

3.3-2c Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-a]quinolizino (7)³ a partir de triptamina.

Para esta síntesis se siguió el método descrito en el punto 3.3-2a pero partiendo de triptamina en lugar de su hidrocloreto; sin embargo, el producto principal fue el triacetilbenceno 16, el cual precipitó al enfriarse el medio de reacción

$R_f = 0.98$ (Acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1)

IR (KBr, Espectro A₃):

3060 (C-H aromático); 1692 (C=O); 1558 (C=C aromático); 1363 (-CH₃); 1227 (C-O).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectro B_{2,4}):

8.63 (1H, s, C-H aromático); 2.72 (3H, s, -COCH₃).

Debido a la simetría de la molécula del triacetilbenceno, estas señales corresponden a la de los tres protones aromáticos y a la de los tres grupos metilo.

¹³C-RMN (100 MHz, D6-DMSO, Espectro B₂₆):

197.03 (Cq, C=O); 137.49 (Cq, 1-C, 3-C y 5-C); 131.22 (CH, 2-C, 4-C y 6-C); 26.96 (CH₃, -CH₃). De nuevo la simetría de la molécula deja observar solo una señal para cada uno de los grupos de átomos de carbono similares.

Se observó por TLC que el compuesto **7** está presente en el medio de reacción pero en cantidad tal que no pudimos aislarlo.

Se realizó un experimento adicional bajo las condiciones mencionadas anteriormente pero agregando un equivalente de ácido clorhídrico concentrado a la mezcla de reacción; sin embargo el resultado fue una mezcla de muchos compuestos, con la dihidro-indoloquinolizina como uno de los componentes minoritarios.

3.3-3 Cloruro de 3-acetil-2-metil-12*H*-indolo[2,3-*a*]quinolizinio (22).

Se disolvió, con agitación magnética, 1 g (3.2 mmol) del compuesto **7** en una mezcla de ácido acético:agua en la relación 6.6:0.4, a temperatura de ebullición. Una vez disuelto el reactivo, se agregaron cuidadosamente 2.36 g (9.6 mmol) de *o*-cloranilo y se mantuvo refluendo la mezcla por 10 minutos; la mezcla se dejó enfriar y reposar por toda una noche. El sólido obtenido se filtró y lavó con 20 mL de éter etílico; después se extrajo en un equipo soxhlet con acetato de etilo hasta que dejó de observarse una coloración amarilla en el solvente. El sólido se secó y pesó (75 %). El sólido se puede recrystalizar de metanol o de HOAc.

R_f = 0.16 (Acetato de etilo: Ácido fórmico: Metanol 8:1:1)

IR (KBr, Espectro A₄):

3400 (N-H indólico); 1700 (C=O); 1650, 1400 (C=C piridínicos); 1380 (C-H de CH₃); 750 (C-H anillo bencénico *o*-disustituido).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₂₇-B₂₈):

13.80 (1H, s, ↑ D₂O, 12-H); 10.07 (1H, s, 4-H); 9.11 (1H, d, *J*= 6.9 Hz, 6-H); 8.96 (1H, s, 1-H); 8.87 (1H, d, *J*= 6.9 Hz, 7-H); 8.46 (1H, d, *J*= 8.03 Hz, 8-H); 7.89 (1H, d, *J*= 8.34 Hz, 11-H); 7.77 (1H, t, *J*= 7.65 Hz, 10-H); 7.50 (1H, t, *J*= 7.51 Hz, 9-H); 2.81 (6H, s, 2'-H y 3'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₃₁-B₃₅):

197.08 (Cq, C=O); 146.10 (Cq, 3-C); 141.65 (Cq, 11a-C); 139.78 (CH, 4-C); 132.11 (Cq, 12b-C); 130.62 (Cq, 2-C); 129.88 (CH, 10-C); 129.58 (Cq, 12a-C); 127.55 (CH, 6-C); 123.86 (Cq, 7a-C); 122.42 (CH, 1-H); 122.24 (CH, 8-H); 121.79 (CH, 9-H); 120.58 (Cq, 7b-C); 116.51 (CH, 7-C); 112.91 (CH, 11-C); 29.44 (CH₃, 2'-C); 21.43 (CH₃, 3'-C).

3.3-4 Hidrocloruro de 5-nitrotriptamina (11).

Los intentos para sintetizar este compuesto se basaron en el procedimiento descrito en el punto 3.3-1. (PNFH = *p*-nitro fenilhidrazina, DEA = dietilacetal del aminobutiraldehído).

En la siguiente tabla se resumen las condiciones empleadas:

Rel. Molar ZnCl ₂ :PNFH	Rel. Molar DEA:PNFH	Solvente	Temp. (°C)	Tiempo de reacción (minutos)	N ₂	Resultado
1.5:1	1:1	No	120	180	No	No hay reacción*.
3:1	1:1	No	135	180	No	No hay reacción*.
3:1	1:1	No	140	180	No	No hay reacción*.
10:1	1:1	No	140	5	No	No hay reacción*.
6:1	1.5:1	Tolueno	110	120	No	No hay reacción*.
10:1	1.5:1	Etilen- glicol	135	50	No	Descomposi- ción.
5:1	2:1	No	120	5	Sí	Hidrazona
5:1	2:1	No	130	5	Sí	Hidrazona

*Se recuperó *p*-nitrofenilhidrazina.

Recuperación de la *p*-nitrofenilhidrazona del γ -aminobutiraldehído.

En un matraz bola de 50 mL se pesaron 1.0 g (6.5 mmol) de *p*-nitrofenilhidrazina, 2.10 g (13 mmol) de dietilacetal del γ -aminobutiraldehído y 4.4 g (32.5 mmol) de ZnCl₂ previamente fundido y pulverizado. Los reactivos se mezclaron perfectamente mediante agitación magnética y se hizo pasar una corriente de nitrógeno sobre la mezcla. El

matraz se introdujo en un baño de aceite precalentado a 130 °C. Después de 5 minutos, se retiró el matraz del baño de temperatura y se cortó el nitrógeno. La mezcla de reacción se disolvió con 40 mL de HOAc al 10 % en agua y se extrajo tres veces con éter etílico (40 mL). Después se agregaron 9.4 g de $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ disueltos en la mínima cantidad de agua. El sólido precipitado se filtró y se extrajo en un equipo soxhlet durante 2 horas usando metanol (35 mL). La solución de metanol se evaporó a sequedad en un rotavapor y el residuo se mezcló con la solución de HOAc. La nueva mezcla se concentró hasta 3-4 mL y el sólido resultante se filtró y después se secó en un desecador a vacío. El sólido se lavó con 30 mL de etanol anhidro usando agitación y se filtró por gravedad. El filtrado se concentró a sequedad con lo que se obtuvieron 315 mg de un aceite de color rojizo. El aceite se disolvió en la mínima cantidad de metanol y se aplicó sobre una placa para cromatografía en capa fina de 20 x 20 cm. La placa se desarrolló con una mezcla de cloroformo:metanol 3:1 con lo que se logró aislar 5 mg de uno de los componentes principales.

^1H -RMN (400 MHz, D_6 -DMSO, Espectros B₄₀-B₄₂):

10.95 (1H, s, 1'-NH); 8.07 (2H, d, $J= 9.21$ Hz, 3'-H y 5'-H); 7.41 (1H, t, $J= 4.75$ Hz, 4-H); 6.99 (2H, d, $J= 9.00$ Hz, 2'-H y 6'-H); 2.84 (2H, t, $J= 7.56$ Hz, 1-H); 2.35 (2H, c, $J= 7.35$ Hz, 3-H); 1.82 (2H, q, $J= 7.45$ Hz, 2-H).

^{13}C -RMN (100 MHz, D_6 -DMSO, Espectro B_{46}):

150.95 (Cq, 4'-C); 144.89 (CH, 4-C); 126.11 (CH, 3'C y 5'-C); 110.41 (CH, 2'-C y 6'-C); 101.52 (Cq, 5'-C); 38.27 (CH_2 , 1-C); 28.64 (CH_2 , 3-C); 23.81 (CH_2 , 2-C).

3.3-5 Hidrocloruro de 5-metoxitriptamina (12).

Para la síntesis de este compuesto se siguió un procedimiento similar al descrito en 3.3-1, variando la temperatura y la relación molar de los reactantes entre si. Para el tratamiento de la mezcla de reacción se siguieron las mismas indicaciones que para el aislamiento del hidrocloruro de triptamina.

En la siguiente tabla se resumen las condiciones de los experimentos realizados:

Rel. Molar ZnCl ₂ :PMFH	Rel. Molar DEA:PMFH	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Nitrógeno	Resultado
1:1	2:1	140	180	No	Mezcla de productos.
2:1	2:1	135	180	No	Mezcla de productos.
2:1	2:1	135	300	No	Mezcla de productos.
5:1	2:1	145-150	5	Sí	Mezcla de productos.
5:1	2:1	140	60	Sí	Mezcla de productos.
5:1	2:1	90-100	240	Sí	Mezcla de productos.
5:1	2:1	65-70	180	Sí	Mezcla de productos.

PMFH= Hidrocloruro de *p*-metoxifenilhidrazina

Al comparar estas mezclas de reacción con un estándar comercial (Aldrich) de hidrocloruro de *p*-metoxitriptamina se encontró que este último se encuentra presente en dichas mezclas en cantidades mínimas.

$R_f = 0.16$ (cloroformo:metanol 3:1).

Los espectros que se obtuvieron son los del producto comercial de la marca Aldrich.

IR (KBr, Espectro A₅):

3300 (N-H indólico); 3000 (N-H del ⁺NH₃); 1600, 1400 (N-H del ⁺NH₃); 1500 (C=C); 1200 (C-N); 1100 (C-O); 800 (C-H del anillo bencénico 1, 3, 5-trisustituido).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₄₇-B₄₈):

10.81 (1H, s, 1-H); 8.08 (3H, sa, ⁺NH₃); 7.24 (1H, d, *J*= 8.7 Hz, 7-H); 7.17 (1H, d, *J*= 1.8 Hz, 2-H); 7.07 (1H, s, 4-H); 6.72 (1H, dd, *J*= 2.2, 8.7 Hz, 6-H); 3.76 (3H, s, -OCH₃); 3.00 (4H, m, 1'-H y 2'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₅₁-B₅₂):

153.05 (Cq, 5-C); 131.34 (Cq, 7a-C); 127.08 (Cq, 3a-C); 123.89 (CH, 2-C); 112.08 (CH, 7-C); 111.17 (CH, 6-C); 109.16 (Cq, 3-C); 100.00 (CH, 4-C); 55.36 (CH₃, -OCH₃); 39.22* (CH₂, 1'-C); 23.01 (CH₂, 2'-C).

* Bajo la señal de DMSO.

3.3-6 Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-2-metil-9-metoxi-6*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (21).

Se disolvieron 0.5 g (2.2 mmol) de hidrocloreto de 5-metoxitriptamina en 5 mL de ácido acético a la temperatura de ebullición. Se agregó 1 mL (0.87 g, 6.6 mmol) de dimetilacetal del acetilacetaldehído. La mezcla se dejó refluendo durante 4 horas después de agregar el segundo reactivo y después se dejó reposando toda la noche. El sólido se filtró a vacío y se puso en un desecador a vacío con NaOH.

El sólido obtenido precipitó en forma de agujas pequeñas de color dorado con un 40 % de rendimiento.

$R_f = 0.32$ (acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1)

IR (KBr, Espectro A₆):

3400 (N-H indólico); 3050 (C-H aromáticos); 1700 (C=O); 1650, 1550 (C=C); 1380 (C-H de los CH₃); 1200 (C-N).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₅₇-B₅₈):

12.51 (1H, s, 12-H); 9.39 (1H, s, 4-H); 8.22 (1H, s, 1-H); 7.45 (1H, d, $J = 8.9$ Hz, 11-H); 7.18 (1H, s, 8-H); 7.04 (1H, dd, $J = 2.1, 8.9$ Hz, 10-H); 4.89 (2H, t, $J = 7.2$ Hz, 6-H); 3.80 (3H, s, 9'-H); 3.37 (2H, t, $J = 7.3$ Hz, 7-H); 2.70 (3H, s, 2'-H); 2.67 (3H, s, 3'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₆₁-B₆₃):

196.23 (Cq, C=O); 156.76 (Cq, 3-C); 154.39 (Cq, 9-C); 146.84 (CH, 4-C); 142.90 (Cq, 12b-C); 135.50 (Cq, 11a-C); 130.37 (Cq, 2-C); 124.92 (Cq, 12a-C); 124.80 (Cq, 7b-C); 122.54 (CH, 1-C); 118.91 (Cq, 7a-C); 118.84 (CH, 10-C); 113.74 (CH, 11-C); 100.53 (CH, 8-C); 55.35 (CH₃, 9'-C); 55.00 (CH₂, 6-C); 29.31 (CH₃, 3'-C); 21.83 (CH₃, 2'-C); 18.94 (CH₂, 7-C).

3.3-7 Cloruro de 3-acetil-2-metil-9-metoxi-12H-indolo[2,3-a]quinolizinio (25).

Se Disolvieron 0.1 g (0.029 mmol) del compuesto **21** en una mezcla de 1.3 mL de HOAc y 0.1 mL de H₂O. Una vez disuelto el reactivo, se

agregaron cuidadosamente 0.14 g (0.58 mmol) de *o*-cloranilo. La mezcla refluó por 20 minutos y se dejó reposar toda la noche. El sólido obtenido se filtró a vacío y se extrajo en un soxhlet con acetato de etilo hasta que el solvente salió incoloro. El sólido cristalizó como agujas pequeñas de color café claro (65%).

$R_f = 0.44$ (acetato de etilo: metanol: ácido fórmico; 8:1:1)

IR (KBr, Espectro A₇):

3400 (N-H indólico); 3050 (C-H aromáticos); 1700 (C=O); 1650, 1400 (C=C); 1380 (C-H de los CH₃); 1050 (C-O); 800 (C-H del anillo 'A').

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₆₈-B₆₉):

13.68 (1H, s, 12-H); 10.03 (1H, s, 4-H); 9.04 (1H, d, $J = 6.6$ Hz, 6-H); 8.90 (1H, s, 1-H); 8.81 (1H, d, $J = 6.6$ Hz, 7-H); 7.97 (1H, s, 8-H); 7.79 (1H, d, $J = 8.9$ Hz, 11-H); 7.39 (1H, dd, $J = 1.5, 8.9$ Hz, 10-H); 3.92 (3H, s, 9'-H); 2.80 (6H, s, 2'-H y 3'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₇₂-B₇₄):

197.09 (Cq, C=O); 154.91 (Cq, 9-C); 146.05 (CH, 4-C); 139.87 (CH, 6-C); 136.84 (Cq, 12b-C); 132.20 (Cq, 11a-C); 130.39 (Cq, 2-C); 129.64 (Cq, 7b-C); 126.89 (CH, 7-C); 123.38 (Cq, 3-C); 122.28 (CH, 1-C); 121.11 (Cq, 12a-C); 121.03 (Cq, 7a-C); 116.56 (CH, 10-C); 113.92 (CH, 11-C); 102.55 (CH, 8-C); 55.63 (CH₃, 9'-C); 29.44 (CH₃, 3'-C); 21.50 (CH₃, 2'-C).

3.3-8 Hidrocloruro de 5-isopropiltriptamina (13).

Los primeros experimentos siguieron las indicaciones reportadas para obtener hidrocloruro de triptamina (cantidades estequiométricas de los tres reactivos, $T = 170-180\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 3\text{ hrs.}$) pero el resultado fue una mezcla de compuestos debida a la descomposición.

Para corregir esto se usaron las siguientes relaciones molares: dietilacetal del γ -aminobutiraldehído (DEA):*p*-isopropilfenilhidrazina (PIFH) = 2:1 y ZnCl_2 :PIFH = 5:1; la reacción se llevó a cabo en atmósfera de nitrógeno, el tiempo se acortó a 5 min., y la temperatura se controló entre 160 y 170 $^{\circ}\text{C}$. El aumento en la cantidad de DEA fue para disolver una parte de la PIFH y el incremento de ZnCl_2 para tratar de reducir el tiempo de reacción y con ello la posible descomposición de los reactivos y/o el producto.

Bajo estas condiciones se llevó a cabo un experimento y a los 5 minutos se suspendió el calentamiento ya que cesó el desprendimiento de NH_3 .

El análisis por TLC mostró un componente principal con un R_f muy parecido al del hidrocloruro de triptamina.

Debido a la gran cantidad de NaCl que precipita junto con el producto después de concentrar la mezcla de reacción durante la obtención del hidrocloruro de triptamina, se decidió en este caso burbujear H_2S en la solución de la mezcla de reacción en lugar de agregar Na_2S .

El procedimiento fue el siguiente:

La mezcla de reacción se disolvió en 15-20 mL de HOAc al 15 % y bajo agitación se burbujeó una corriente de H₂S en un sistema con una trampa de NaOH al 40 % al final del mismo. El gas se obtuvo al hacer reaccionar 12.2 g de Na₂S.9H₂O con 3 mL de H₂SO₄ concentrado. Este último se agregó muy lentamente a la sal de sodio por medio de un embudo de adición. Una vez terminado el proceso, en la solución de HOAc se formó un precipitado amarillo (ZnS) el cual se filtró a vacío y se depositó en el contenedor correspondiente. El filtrado se concentró en el rotavapor hasta 4-5 mL con lo que se obtuvo un aceite de color café rojizo. El aceite se separó de la solución acuosa y se disolvió en la mínima cantidad de MeOH. La solución de metanol se evaporó a sequedad en el rotavapor con lo que se obtuvo un sólido del mismo color que el aceite en un rendimiento del 97 %.

El análisis por TLC del sólido mostró dos componentes, uno con $R_f = 0$ y el otro con un R_f igual al del producto principal de la reacción.

El poco reactivo restante se hizo reaccionar bajo las mismas condiciones y la mezcla de reacción se trató de la misma forma, observándose los mismos resultados. Desafortunadamente después de 5 días, este sólido, aun en el desecador, volvió a convertirse en aceite y presentó varios componentes (TLC) como producto de la descomposición, no pudiéndose recuperar el producto principal.

3.3-9 Hidrocloruro de 5-fluortriptamina (14).

En un matraz bola de 50 mL se pesaron 0.3 g (1.8 mmoles) de hidrocloruro de 4-fluorfenilhidrazina y 0.59 g (3.6 mmoles) de dietilacetal del γ -aminobutiraldehído y se mezclaron completamente con agitación magnética. A continuación se agregaron 1.25 g (9.2 mmol) de $ZnCl_2$ previamente fundido y pulverizado (esto se hizo rápidamente, dado que el $ZnCl_2$ es muy higroscópico) y se mezcló con los dos compuestos anteriores. Se hizo pasar una corriente de nitrógeno por el matraz y se introdujo en un baño de aceite precalentado a 170-180 °C hasta que cesó el desprendimiento de amoniaco (15-20 min.). El matraz se sacó del baño se cerró la corriente de N_2 . La mezcla de reacción se disolvió en 15 mL de HOAc al 10-15 % y se extrajo 2 veces con 15 mL de éter etílico. Se disolvieron 2.5 g de $Na_2S \cdot 9H_2O$ en la mínima cantidad de agua y se agregaron con agitación intensa a la solución de HOAC. El sólido precipitado se filtró y después se extrajo en un equipo soxhlet durante 2 horas con 25 mL de metanol. La solución de metanol se evaporó a sequedad y enseguida se agregó al residuo la solución de ácido acético. La solución se concentró hasta 3 mL aproximadamente y se filtró. El se colocó en un desecador a vacío con NaOH y una vez seco, se suspendió en 15-20 mL de etanol. La mezcla se filtró por gravedad y el filtrado se evaporó a sequedad para obtener un sólido de color amarillo claro con un rendimiento del 55 %.

$R_f = 0.47$ (Metanol: cloroformo 1:3)

La recristalización del producto final se hizo en la misma forma que para el análogo **10** obteniéndose cristales del mismo tipo, solo que más pequeños.

IR (KBr, Espectro A₈):

3290 (N-H indólico); 3000 (N-H del ⁺NH₃); 1600, 1400 (C=C y N-H del ⁺NH₃); 1100 (C-N); 800 (C-H aromáticos).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₇₅-B₇₇):

11.13 (1H, s, 1-H); 8.05 (3H, sa, ⁺NH₃); 7.38 (1H, sa, 7-H); 7.35 (1H, d, *J* = 3.3 Hz, 4-H); 7.33 (1H, s, 2-H); 6.93 (1H, t, *J* = 8.6 Hz, 6-H); 3.00 (4H, m, 1'-H y 2'H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₈₀-B₈₂):

156.65 (Cq, d, ¹J_{C-F} = 231.4 Hz, 5-C); 132.86 (Cq, 7a-C); 127.00 (Cq, d, ³J_{C-F} = 10.06 Hz, 3a-C); 125.49 (CH, 2-C); 112.38 (CH, d, ²J_{C-F} = 10.06 Hz, 7-C); 109.74 (Cq, d, ⁴J_{C-F} = 5.03 Hz, 3-C); 109.15 (CH, d, ²J_{C-F} = 26.10 Hz, 6-C); 102.82 (CH, d, ³J_{C-F} = 23.14 Hz, 4-C); 39.45 (CH₂, 1'-C); 22.91 (CH₂, 2'-C).

3.3-10 a) Cloruro de 3-acetil-7,12-dihidro-9-flúor-2-metil-6*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (17).

En un matraz de 10 mL se pesaron 0.47 g (2.2 mmol) de hidrocloreto de 5-flúortriptamina y se disolvieron a temperatura de ebullición en 3.3 mL de HOAc. A lo largo de 2 horas a reflujo se agregó 1 mL (0.86 g = 6.6

mmol) de dimetilacetal del acetilacetaldehído. La mezcla se dejó refluendo durante 2 horas después de terminar la adición y se dejó reposar durante toda la noche para después filtrarla a vacío. El sólido obtenido es amorfo y de color rojizo (28 %) aun después de recristalizarlo en ácido acético (solubilidad aproximada: 12 mg/mL).

$R_f = 0.31$ (Acetato de etilo: metanol: ácido fórmico 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₉):

3600, 3450 (N-H del indol); 3050 (C-H aromático); 1700 (C=O); 1650, 1550, 1500 (C=C) 1380 (C-H del CH₃).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₈₇-B₈₉):

12.79 (1H, s, \uparrow D₂O, 12-H); 9.44 (1H, s, 4-H); 8.30 (1H, s, 1-H); 7.58 (2H, m, 8-H y 11-H); 7.27 (1H, t, $J = 8.6$ Hz, 10-H); 4.93 (2H, t, $J = 7.1$ Hz, 6-H); 3.39 (7-H, se traslapa con la señal de H₂O); 2.73 (3H, s, 3'-H); 2.70 (3H, s, 2'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₉₂-B₉₅):

187.33 (Cq, C=O); 150.68 (Cq, 3-C); 150.28 (Cq, d, $^1J_{C-F} = 237.94$ Hz, 9-C); 138.44 (CH, 4-C); 135.28 (Cq, 12b-C); 129.19 (Cq, 11a-C); 123.22 (Cq, 2-C); 114.60 (CH, 1-C); 108.11 (CH, d, $^2J_{C-F} = 27.5$ Hz, 10-C); 105.58 (CH, d, $^3J_{C-F} = 9.4$ Hz, 11-H); 96.36 (CH, $^2J_{C-F} = 24.1$ Hz, 8-C); 47.37 (CH₂, 6-C); 19.63 (CH₃, H₃C-CO); 13.14 (CH₃, 2'-C).

¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₉₆-B₉₇):

7.69 (1H, s, 4-H); 6.43 (1H, s, 1-H); 5.94 (1H, dd, $J_1 = 8.9$ Hz, $J_2 = 4.1$ Hz, 10-H); 5.84 (1H, d, $J = 9.0$ Hz, 11-H); 5.64 (1H, s, 8-H); 3.36 (2H, t, $J = 7.0$ Hz, 6-H); 1.87 (2H, t, $J = 7.0$ Hz, 7-H); 1.25 (3H, s, 3'-H); 1.24 (3H, s, 2'-H).

3.3-10b Cloruro de 18-acetil-10-fluor-19-metil-3, 4, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidro-yohimbano (18).

Después de filtrar 17 y dejar reposar las aguas madres, precipitó un segundo sólido ($R_f = 0.1$, acetato de etilo: metanol: ácido fórmico 8:1:1) de color amarillo claro; el cual, aparentemente resultó de la adición de una segunda molécula de acetilacetaldehído. Este compuesto también se recrystalizó de ácido acético. La formación de cristales se intentó disolviendo 5 mg de la muestra (en HOAc, ac. fórmico y MeOH) a la temperatura ambiente y dejando evaporar la solución a la misma temperatura. Solamente en el caso del ácido acético se obtuvieron unos cristales en forma de agujas, pero demasiado pequeños como para obtener un difractograma.

Espectro de Infrarrojo (IR, KBr, Espectro A₁₀):

3400 (N-H indólico); 1700 (C=O); 1380 (C-H, CH₃); 850 (C-H de los anillos A y D).

¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₁₀₀-B₁₀₂):

8.73 (1H, d, $J = 8.24$ Hz, 17-H); 8.65 (1H, s, 14-H); 8.04 (1H, d, $J = 8.25$ Hz, 16-H); 7.33 (1H, dd, $J_1 = 8.8$ Hz, $J_2 = 4.4$ Hz, 11-H); 7.04 (1H, s, 21-H); 7.02 (1H, d, $J = 2.2$ Hz, 9-H); 6.89 (1H, td, $J_1 = 2$ Hz, $J_2 = 9.1$ Hz, 12-H); 4.96 (2H, t, $J = 6.4$ Hz, 5-H); 3.43 (2H, t, $J = 6.4$ Hz, 6-H); 2.87 (3H, s, H₃C-CO); 2.33 (3H, s, 19'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, CD₃OD, Espectros B₁₀₅-B₁₀₈):

191.73 (C_q, C=O); 158.49 (C_q, 18-C); 157.2 (C_q, d, $J_{C-F} = 209.7$ Hz, 10-C); 145.22 (CH, 21-C); 142.39 (CH, 18-C); 129.38 (CH, 16-C); 125.45 (CH, 14-C); 111.79 (CH, d, $J_{C-F} = 9.6$ Hz, 12-C); 109.36 (CH, d, $J_{C-F} = 26.5$ Hz, 11-C); 58.30 (CH₂, 5-C); 24.48 (CH₂, 6-C); 24.42 (CH₃, H₃C-CO); 18.40 (CH₃, 19'-C).

3.3-11 Cloruro de 3-acetil-9-flúor-2-metil-12*H*-indolo[2,3- α]quinolizinio (23).

Se disolvieron 0.17 g (0.51 mmol) del compuesto **17** en una mezcla HOAc:H₂O (30:2) a la temperatura de ebullición. Una vez disuelto el sólido, se agregaron 1.26 g (5.1 mmol) de *o*-cloranilo la mezcla se mantuvo refluendo y con agitación durante media hora. Inmediatamente después se filtró el sólido rojo y se lavó con 3-5 mL de ácido fórmico. El filtrado se evaporó a sequedad en el rotavapor y se agregaron al residuo 10 mL de acetato de etilo, con lo que se formó un sólido amarillo. Dicho sólido se filtró y se le hizo una extracción continua (soxhlet) con acetato de etilo

hasta que el solvente quedó incoloro. El producto final fue un sólido amarillo (61%)

$R_f = 0.4$ (Acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₁₁):

3400 (N-H indólico); 3050 (C-H aromáticos); 1700 (C=O); 1650, 1550, 1400 (C=C); 1380 (C-H de los CH₃); 800 (C-H del anillo 'A').

¹H-RMN (400 MHz, D6-DMSO, Espectros B₁₀₉-B₁₁₁):

13.8 (1H, s, \uparrow D₂O, 12-H); 10.07 (1H, s, 4-H); 9.09 (1H, d, $J = 6.9$ Hz, 6-H); 8.94 (1H, s, 1-H); 8.83 (1H, d, $J = 6.8$ Hz, 7-H); 8.34 (1H, dd, $J = 2.1, 9.5$ Hz, 8-H); 7.93 (1H, dd, $J = 4.1, 8.9$ Hz, 11-H); 7.66 (1H, td, $J = 2.5, 9.1$ Hz, 10-H); 2.81 (6H, s, 2'-H y 3'-H).

3.3-12 Hidrocloruro de 5-bromotriptamina (15).

Este compuesto se obtuvo siguiendo el mismo procedimiento con el que se sintetizó el análogo fluorado (3.3-9), basándose en las relaciones molares de los reactivos. El rendimiento obtenido fue de 60%.

$R_f = 0.64$ (Cloroformo: metanol 3:1)

La recristalización fue igual que para **10**, mas el resultado son láminas opacas de color blanco.

IR (KBr, Espectro A₁₂):

3273 (N-H indólico); 2972 (N-H del ⁺NH₃); 1605, 1461 (N-H del ⁺NH₃); 1512 (C=C); 1098 (C-N); 885 (C-H del anillo 'A').

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₄-B₁₁₅):

11.24 (1H, s, 1-H); 8.05 (3H, sa, ⁺NH₃); 7.78 (1H, s, 4-H); 7.34 (1H, d, *J*= 8.5 Hz, 7-H); 7.31 (1H, s, 2-H); 7.19 (1H, d, *J*= 8.5 Hz, 6-H); 3.01 (4H, s, 1'-H y 2'-H).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₁₈-B₁₂₀):

134.92 (Cq, 5-C); 128.68 (Cq, 3a-C); 125.18 (CH, 2-C); 123.54 (CH, 6-C); 120.43 (CH, 4-C); 113.51 (CH, 7-C); 111.12 (Cq, 7a-C); 109.35 (Cq, 3-C); *39.48 (CH₂, 1'-C); 22.76 (CH₂, 2'-C).

*Bajo la señal de DMSO

3.3-13a Cloruro de 3-acetil-9-bromo-7,12-dihidro-2-metil-6H-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (19).

Se disolvieron 0.44 g (1.6 mmol) de hidrocloreto de 5-bromotriptamina en 5.5 mL de HOAc hirviendo con agitación magnética. Una vez disuelto el compuesto, se agregaron a lo largo de 90-120 minutos, 0.7 mL de dimetilacetal del acetaldehído (0.63 g, 4.8 mmol). La mezcla se mantuvo refluendo durante dos horas después de haber terminado la adición del dimetil acetal. Después se dejó enfriar y reposar durante tres horas y se filtró a vacío. Se obtuvo un sólido rojizo con un rendimiento del 30 %, el cual se recrystalizó de una mezcla de ácido

acético: ácido fórmico 3:0.6. $R_f = 0.8$ (Acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₁₃):

3400 (N-H indólico); 3050 (C-H aromáticos); 1700 (C=O); 1650, 1550 (C=C); 1380 (C-H de los CH₃); 800 (C-H del anillo 'A').

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₂₅-B₁₂₇):

9.42 (1H, s, 4-H); 8.19 (1H, s, 1-H); 8.03 (1H, s, 8-H); 7.55 (1H, d, $J = 8.8$ Hz, 11-H); 7.50 (1H, d, $J = 8.3$ Hz, 10-H); 4.91 (2H, t, $J = 6.7$ Hz, 6-H); 3.40 (7H, se traslapa con la señal de H₂O); 2.73 (3H, s, 3'-H); 2.69 (3H, s, 2'-H).

¹H-RMN (400 MHz, CD₃OD, Espectros B₁₂₈-B₁₃₀):

9.27 (1H, s, 4-H); 8.00 (1H, s, 1-H); 7.94 (1H, s, 8-H); 7.51 (1H, dd, $J_1 = 8.7$ Hz, $J_2 = 1.2$ Hz, 10-H); 7.46 (1H, d, $J = 8.9$ Hz, 11-H); 4.93 (2H, t, $J = 7.4$ Hz, 6-H); 3.45 (2H, t, $J = 7.3$ Hz, 7-H); 2.82 (3H, s, 3'-H); 2.70 (3H, s, 2'-H).

La baja solubilidad de este compuesto no permitió obtener espectros de carbono 13.

3.3-13b Cloruro de 18-acetil-10-bromo-19metil-3, 4, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-dehidro-yohimbano (20).

Después de dejar reposar el filtrado de donde se obtuvo **19**, precipitaron 100 mg de un segundo sólido de color amarillo, el cual se recrystalizó de ácido acético.

$R_f = 0.12$ (acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₁₄):

3400 (N-H indólico); 1700 (C=O); 1650, 1550 (C=C); 800 (C-H del anillo 'A').

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₃₃-B₁₃₅):

11.31 (1H, s, 1-H, \uparrow D₂O); 9.18 (1H, s, 14-H); 8.82 (1H, d, $J = 8$ Hz, 17-H); 8.15 (1H, d, $J = 8$ Hz, 16-H); 7.64 (1H, s, 21-H); 7.34 (1H, d, $J = 8.5$ Hz, 12-H); 7.22 (1H, s, 9-H); 7.19 (1H, d, $J = 8.5$ Hz, 11-H); 4.90 (2H, t, $J = 6.0$ Hz, 5-H); 3.26 (1H, t, $J = 5.9$ Hz, 6-H); 2.85 (3H, s, 19-CH₃); 2.53 (3H, s, CH₃ del grupo acetilo).

¹³C-RMN (100 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₃₈-B₁₄₀):

193.71 (Cq, C=O); 146.19 (CH, 21-C); 143.19 (CH, 16-C); 129.79 (CH, 17-C); 126.05 (CH, 9-C); 123.74 (CH, 11-C); 120.26 (CH, 14-C); 113.54 (CH, 12-C); 58.26 (CH₂, 5-C); 26.83 (CH₃, grupo acetilo); 24.85 (CH₂, 6-C); 19.75 (CH₃, 19-CH₃); 158.76, 134.69, 132.71, 128.59, 111.42, 108.26 (señales correspondientes a 6 átomos de carbono cuaternario. Cuatro señales de carbono cuaternario esperadas no aparecen probablemente debido a empalmes con otras señales).

3.3-14 Cloruro de 3-acetil-9-bromo-2-metil-12*H*-indolo-[2,3-*a*]quinolizinio (24).

Se disolvieron en una mezcla de 10 mL de ácido acético y 5 mL de ácido fórmico a la temperatura de ebullición, 0.5 g (1.2 mmol) del compuesto **19**. Se agregaron 4.7 g (19.1 mmol) de *o*-cloranilo a la solución y la mezcla se mantuvo refluendo y con agitación magnética durante una hora. La mezcla de reacción se filtró a vacío y el sólido obtenido se lavó con 5-8 mL de ácido fórmico. El filtrado se evaporó a sequedad y se le agregaron 20 mL de acetato de etilo agitando muy bien. El sólido amarillo que queda sin disolver se filtró (se oscurece un poco) y se le hizo una extracción continua en un soxhlet con acetato de etilo. El producto final fue un sólido amarillo (65-70 %). La recristalización se llevó a cabo en metanol.

$R_f = 0.52$ (Acetato de etilo: ácido fórmico: metanol 8:1:1).

IR (KBr, Espectro A₁₅):

3450 (N-H indólico); 3050 (C-H aromáticos); 1700 (C=O); 1650, 1450 (C=C); 1380 (C-H de los CH₃).

¹H-RMN (400 MHz, D₆-DMSO, Espectros B₁₄₄-B₁₄₅):

13.89 (1H, s, 12-H); 10.01 (1H, s, 4-H); 9.04 (1H, d, $J = 6.7$ Hz, 6-H); 8.88 (1H, s, 1-H); 8.79 (1H, d, $J = 6.7$ Hz, 7-H); 8.72 (1H, s, 8-H); 2.75 (6H, s, 3'-H y 2'-H).

No es posible observar claramente los dos dobletes ocasionados por los protones 10 y 11. Suponemos que se encuentran traslapados con las señales restantes.

CAPÍTULO 4
CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Con base en los resultados obtenidos y en los mecanismos de reacción propuestos, podemos concluir que los sustituyentes con efecto inductivo positivo aumentan la velocidad de reacción de formación de los hidroclouros de triptamina a partir de las fenilhidrazinas correspondientes utilizando la síntesis clásica de indol de Fischer; mientras que los que tienen efecto inductivo negativo la retardan. Para los sustituyentes estudiados en este trabajo se encontró el siguiente orden de reactividad:



para el caso del grupo nitro, la desactivación es tal, que el compuesto de interés no se obtiene bajo las condiciones de reacción empleadas.

Este orden de reactividad se debe a la participación de los electrones del anillo bencénico para la formación del anillo de 5 miembros, los cuales estarán más o menos disponibles según si el sustituyente es menos o más electronegativo.

No obstante que, en teoría, el grupo metoxi debería favorecer en mayor medida que el *i*-propil la reacción de ciclación, no pudimos obtener el reactivo de interés. Probablemente debido a la baja estabilidad térmica del reactivo.

Algo muy importante en la reacción para obtener los hidroclouros de triptamina es el uso de una atmósfera de nitrógeno, ya que de lo

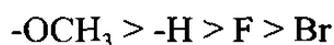
contrario los productos obtenidos se oxidan bajo las condiciones de reacción. Esto último pasa en los casos de los sustituyentes *i*-propil, Br y F; el único que no presenta este comportamiento es el hidrocloreuro de triptamina, ya que éste se puede obtener tanto en atmósfera de nitrógeno como sin ella sin que haya repercusiones en el rendimiento de la reacción, lo cual indica una mayor estabilidad térmica de este compuesto respecto a los otros análogos.

En lo referente a la obtención del cloruro de dihidro-indoloquinolizino, utilizando la reacción de Teuber, encontramos que para que la reacción se lleve a cabo se necesita tanto de la catálisis ácida del ácido acético usado como solvente así como de la del HCl proveniente del hidrocloreuro de triptamina, ya que de lo contrario se obtiene un producto derivado de la trimerización del acetilacetaldehído (partiendo de la amina libre del hidrocloreuro de triptamina). Otro factor importante es la temperatura que se alcanza con el ácido acético (116 °C), ya que de ser menor, los rendimientos de la reacción son tan bajos que el producto no se puede aislar, detectándose solamente por TLC (uso de metanol como solvente).

La presencia de flúor y bromo en el anillo bencénico retarda la reacción de Pictet-Spengler para la formación de la tetrahidro- β -carbolina (9), favoreciendo con ello la trimerización del acetilacetaldehído. Algo parecido a lo que pasa en ausencia de la catálisis de HCl.

Otra reacción que favorecen estos mismos grupos, es la adición de una tercera molécula de acetilacetaldehído en el metilo de la posición 2 de las dihidroindoloquinolizinas formadas y la posterior formación de un quinto anillo. Lo anterior es una consecuencia de la mayor estabilidad que tiene un carbanión generado en esta posición cuando el flúor o el bromo se encuentran presentes en la molécula, con respecto a uno en el que no hay ningún grupo electronegativo que estabilice la carga generada.

Por otro lado, la deshidrogenación de los sistemas tetracíclicos presenta un patrón muy parecido. El orden de reactividad encontrado fue el siguiente:



este orden obedece a que los grupos con efecto inductivo positivo tienden a estabilizar el carbocatión que se genera en la posición 7 durante el transcurso de la reacción. Sin embargo el orden de reactividad del flúor y el bromo no es el de esperarse tomando en cuenta la reactividad de cada uno de estos grupo. No obstante, es difícil hacer una comparación directa, ya que en el caso del flúor el solvente utilizado fue una mezcla de ácido acético y agua, mientras que con el bromo se usó ácido acético y ácido fórmico.

Los datos espectroscópicos confirman la estructura esperada para cada uno de los compuestos sintetizados, a excepción de los subproductos obtenidos en las reacciones de formación de las dihidroindoloquinolizinas fluorada y bromada, de los cuales solamente fue posible proponer una estructura probable.

CAPÍTULO 5

BIBLIOGRAFÍA

BIBLIOGRAFÍA

1. Beljanski M., Beljanski M. S.; Three alkaloids as selective destroyers of cancer cells in mice; *Oncology* **1986**, 43; 198-203.

2. Beljanski M., Beljanski M. S.; Selective inhibition of in vitro synthesis of cancer DNA by alkaloids of β -carboline class; *Experimental Cell Biology* **1982**, 50; 79-87.

- 3a) Teuber H. J., U. Hochmuth; *Tetrahedron Lett.* **1964**, 325-329.

- b) Teuber H. J., Quintanilla-Licea R., Raabe T.; Indolo[2,3-*a*]chinolizine und eine einfache synthese von flavoserpentine; *Liebigs Ann. Chemie* **1988**, 1111-1120.

4. Teuber H. J., Quintanilla-Licea R.; Heteroyohimban-analoga aus 3-acetyl-7,12-dihydro-2-methyl-6H-indolo[2,3-*a*]chinolizinium chlorid; *Liebigs Ann. Chem.* **1989**, 443-447.

5. Quintanilla-Licea R.; Teuber H. J.; Ein chinolizin-derivat aus tryptophan und acetylacetaldehyd; *Arch. Pharm.* **1992**, 325, 557-58.

6. Teuber H. J., Quintanilla-Licea R.; Synthese von Heterocyclen mit Hydroxymethylenketonen. XIV [1] Zur regioselectivität der reaction von

acetylacetaldehyd mit tryptamin; Journal für Praktische Chemie **1994**, 336, 452-457.

7. Gribble W. G., Johnson D. A.; A direct metalation route to the zwitterionic indole alkaloids. Syntheses of indolo[2,3-*a*]quinolizine, flavopereirine, flavocarpine and dihidroflavopereirine; Tetrahedron Lett. **1987**, 28, 5259-5262.

8. Weissberg A. Taylor E. C.; The chemistry of heterocyclic compounds, part one; John Wiley & Sons; pp 232-316; **1972**.

9. Sundberg Richard J.; The chemistry of indoles; Academic Press; pp142-164, 159, 229; **1970**.

10. E. Fischer and F. Jourdan, Chem. Ber. **1883**, 16, 2241.

11a) E. Fischer; Justus Liebigs Ann. Chem. **1886**, 236, 116.

b). E. Fischer; Chem. Ber. **1886**, 19, 1563.

12a) Abramovitch, R. A.; J. Chem. Soc., p 4593 (1956).

b) Abramovitch, R. A. and Shapiro D.; J. Chem. Soc., p 4589 (1956).

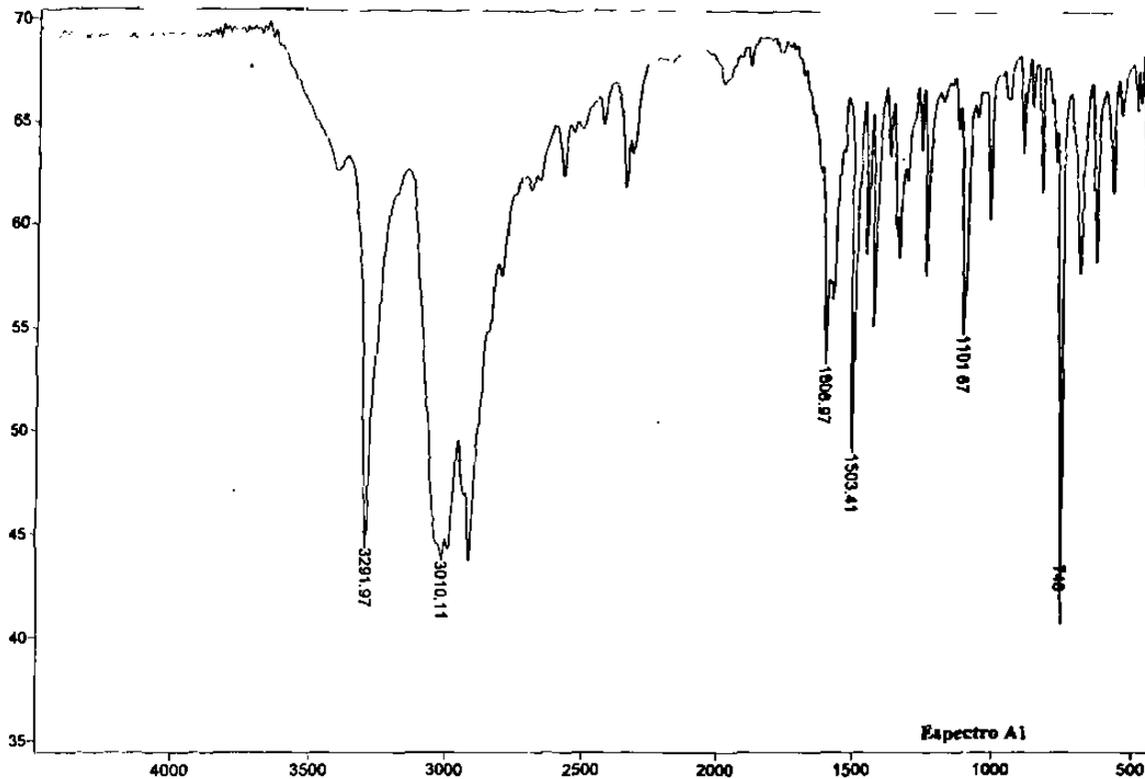
13. Ewins A. J.; J. Chem. Soc., **99**, 270 (1911).

14. March Jerry; *Advanced Organic Chemistry; reactions, mechanisms and structure*, fourth edition; John Wiley & Sons; pp 1162-63; **1992**.
15. Hughes D. L., Zhao D.; *Mechanistic studies of the Fischer indole reaction*; *Journal of Organic Chemistry* **1993**, 58, 228-233.
16. *The Fischer Indole Synthesis: A Semiempirical Study*; Rosas García V. M., Quintanilla-Licea R., Longoria E.; *Conference on Heterocyclic Chemistry (ECHET 98)*; June-July 1998.
[Http://www.ch.ic.ac.uk.ectoc.echet98](http://www.ch.ic.ac.uk.ectoc.echet98).
17. Longoria Enrique; *Síntesis de indol de Fischer: Un estudio semiempírico*; Tesis de Licenciatura; F.C.Q, U.A.N.L.; **1999**.
18. Teuber H. J., Quintanilla-Licea R., Bats J. W.; *Reaction of 3-acetyl-7,12-dihydro-2-methyl-6H-indolo[2,3-a]quinolizinium chloride with aromatic aldehydes forming "dimers" under kinetic control; stereoselective acetal versus aldol ring closure*; *Liebigs Ann. Chem.* **1992**, 1251-1257.
19. Villarreal-Platas Esaúl; *Estudios mecanísticos en la formación de indoloquinolizinas*; Tesis de Licenciatura; F.C.Q, U.A.N.L.; **1997**.
20. Trost B. M.; *Dehydrogenation mechanisms. On the mechanism of dehydrogenation of acenaphtene by quinones*; *Journal of The American Chemical Society* **1967**, 89, 1847-1851.

-
21. Sylverstein R. M., Bassler Clayton C., Morrill Terence C.; Spectrometric identification of organic compounds, fifth edition; John Wiley & Sons; pp 100-132, 231-248; **1991**.
22. Pasto Daniel J., Johnson Carl R.; Determinación de estructuras orgánicas; Reverté; pp 125-144; **1974**.
23. Friebolin Horst; Basic one- and two-dimensional NMR spectroscopy, second edition; VCH; pp 58-66, 87-88, 104-105; **1993**.
- 24a) R. N. Schut; Chemistry and Industry (London) **1960**, 1246-1247.
- b) M. J. Mokrosz, P. Kowalski, A. J. Bojarski, J. L. Mokrosz; Heterocycles 1994, 37, 265-274.
25. Erners Ludger, Kang Sungzong; Carbon-13 NMR spectroscopy of substituted indoles and tryptamins; J. Chem. Research **1981**, 3019-3027.
26. Franke Walter, Kraft Richard; Neure methoden der präparativen organischen chemie II, über synthesen mit acetessigaldehyd; Angewandte Chemie **1955**, 67, 395-99.
27. A. I. Scott; Bioorg. Che. **1974**, 3, 39.
28. M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh; Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie, Georg Thieme Verlag, Stuttgart **1984**; pag. 154.

29. P. Yu, T. Wang, J. Li, J. M. Cook; *Journal of Organic Chemistry* **2000**, *65*, 3173-3192.
30. L. Llor, L. Muñoz; *Journal of Organic Chemistry* **2000**, *65*, 2716-2722.
31. M. Itoigawa, Y. Kashiwada, ch. Ito, H. Furukawa, Y. Tachibana, K. F. Bastow, K. H. Lee; *Journal of Natural Products*, **2000**, *63*, 893-897.

***APÉNDICE “A”:
ESPECTROS DE
INFRARROJO***



Transmittance / Wavenumber (cm-1)

Number of Scans= 10 Apodization=

File # 2 : HCTREC

11/02/96 8.58 PM Res=4 cm-1

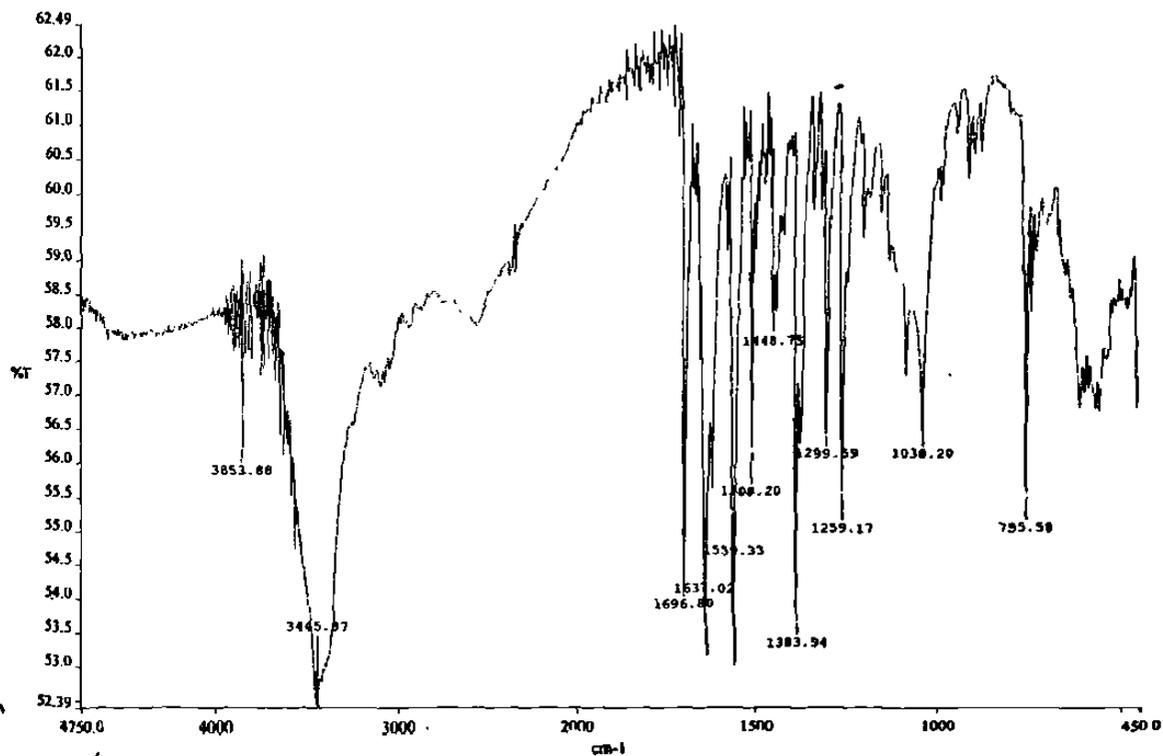
Espectro de IR correspondiente al experimento EVP-IC 2° rec.

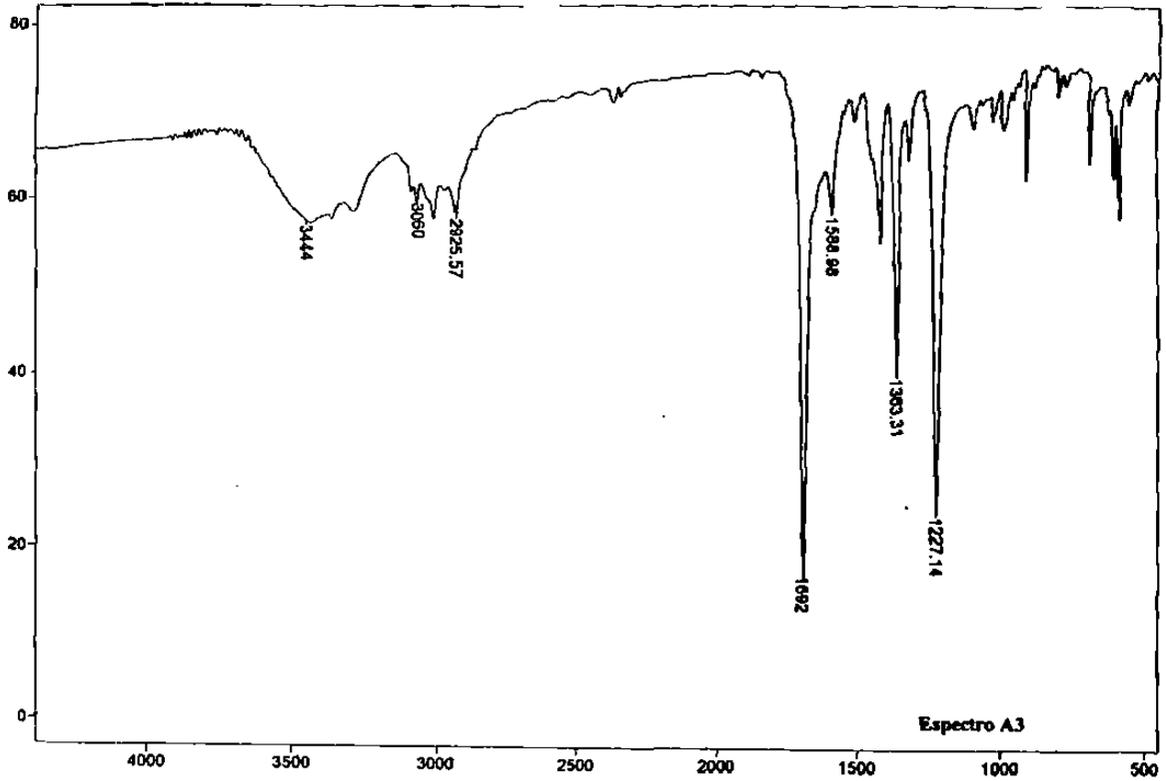
Date: 14/06/96

Espectro A2

Time: 12:52:56 PM

File: NMB0005





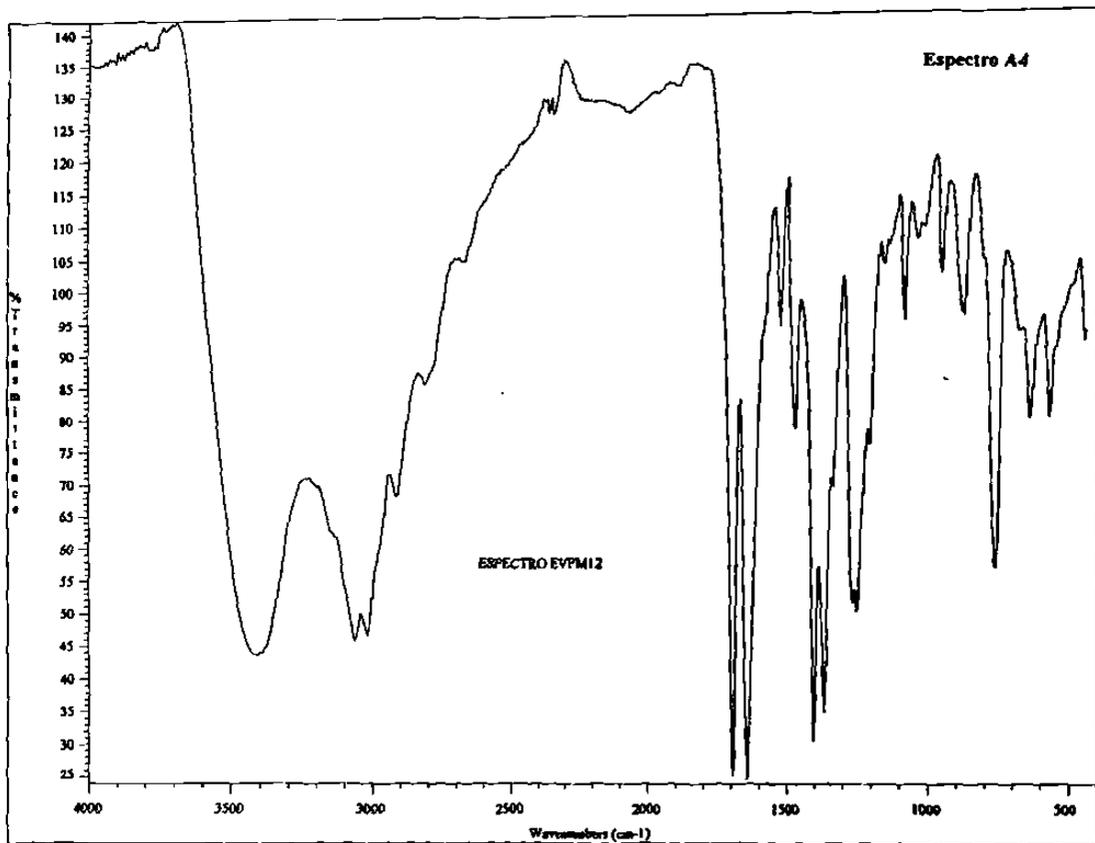
Transmittance / Wavenumber (cm-1)

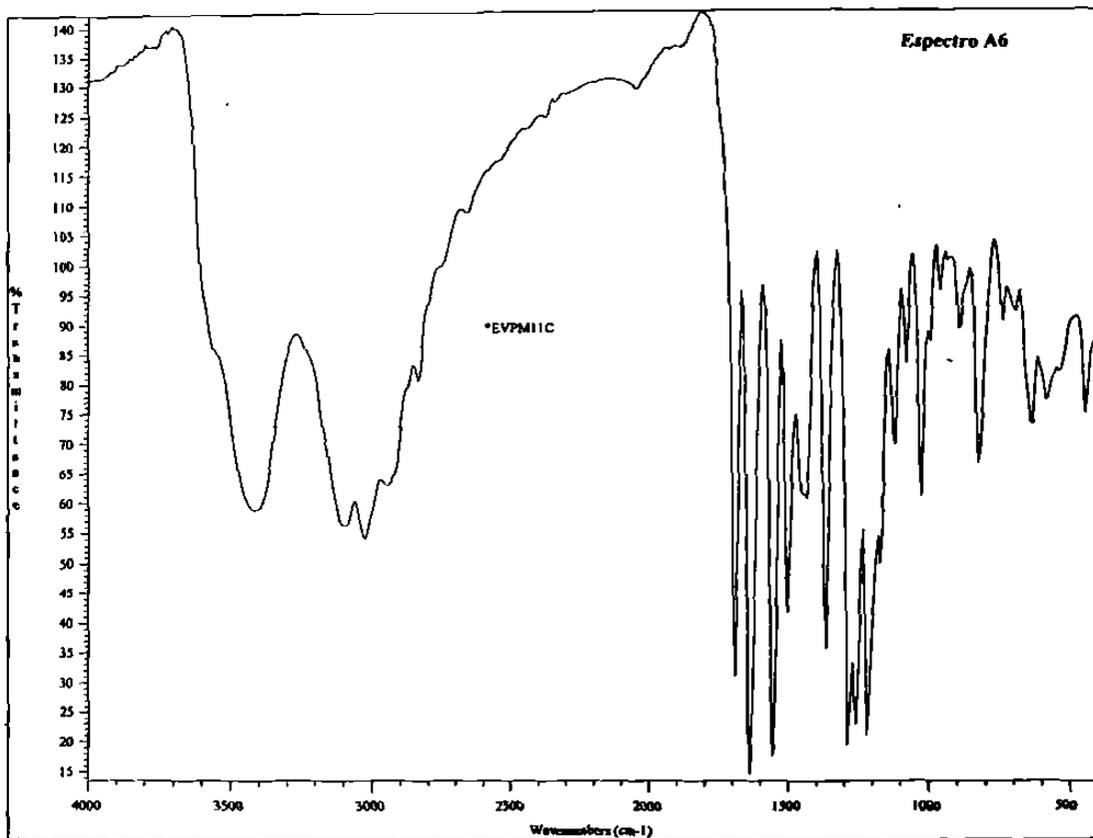
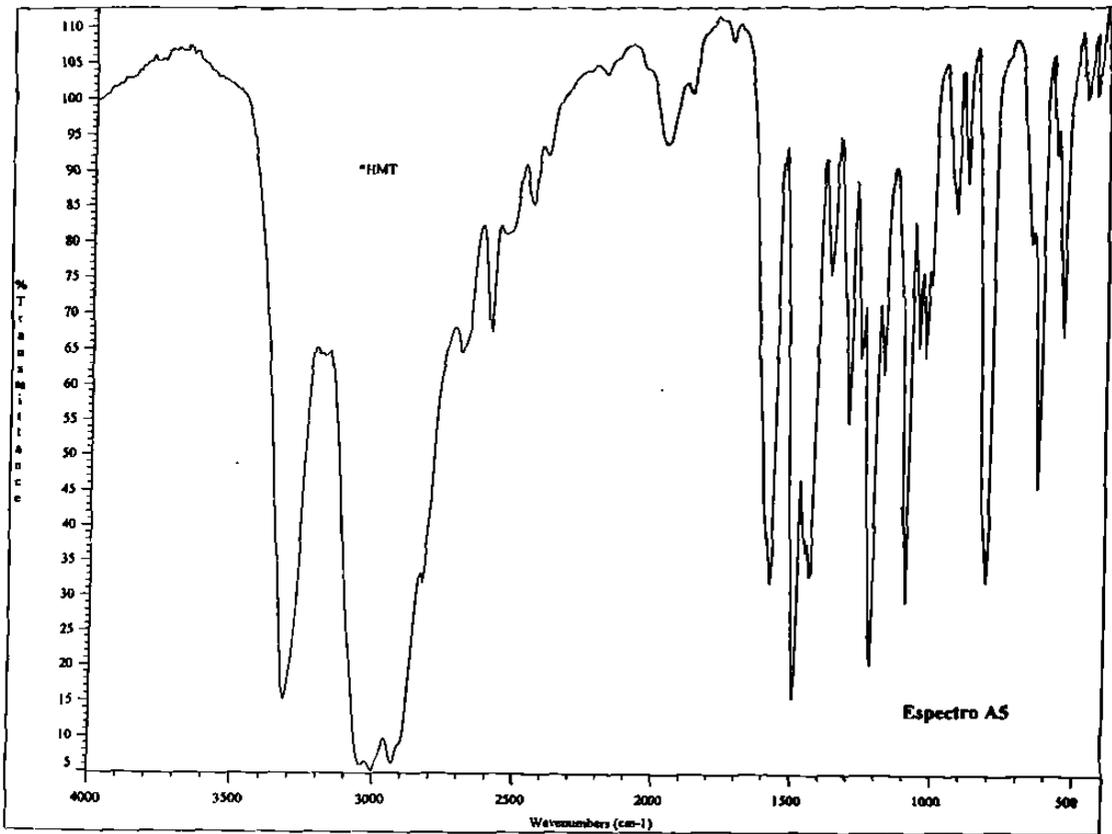
Number of Scans= 10 Apodization=

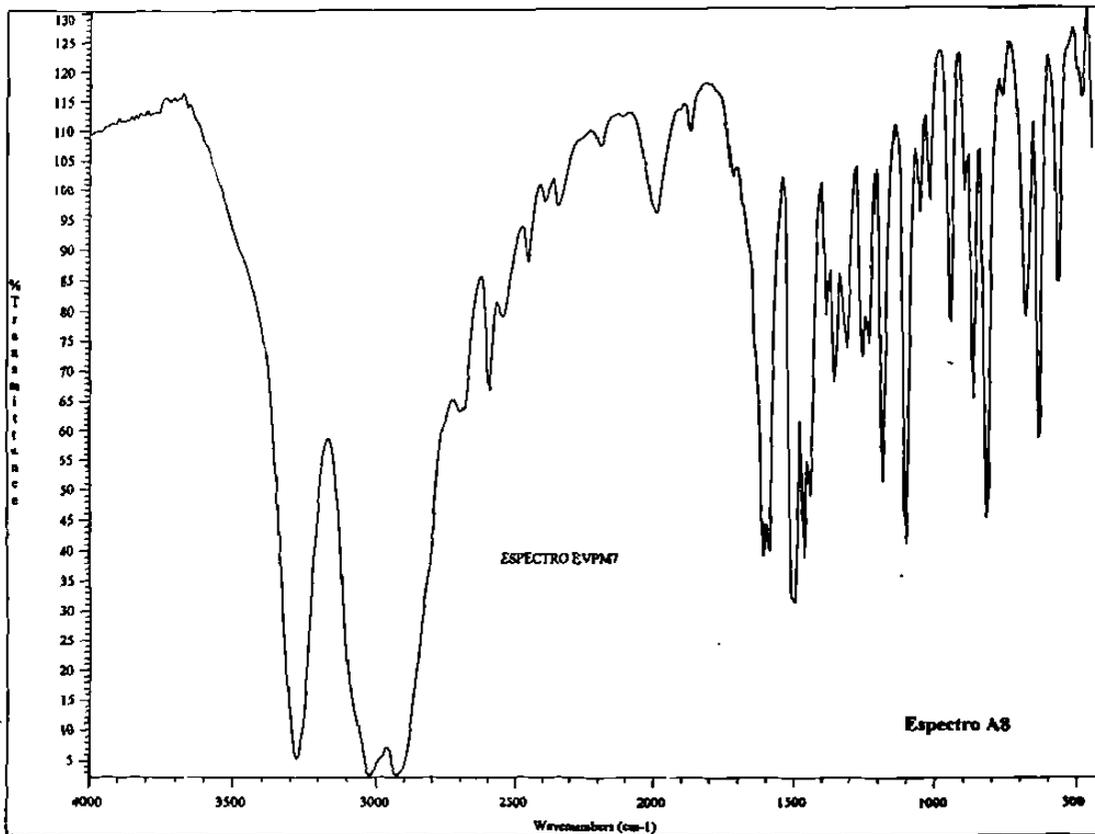
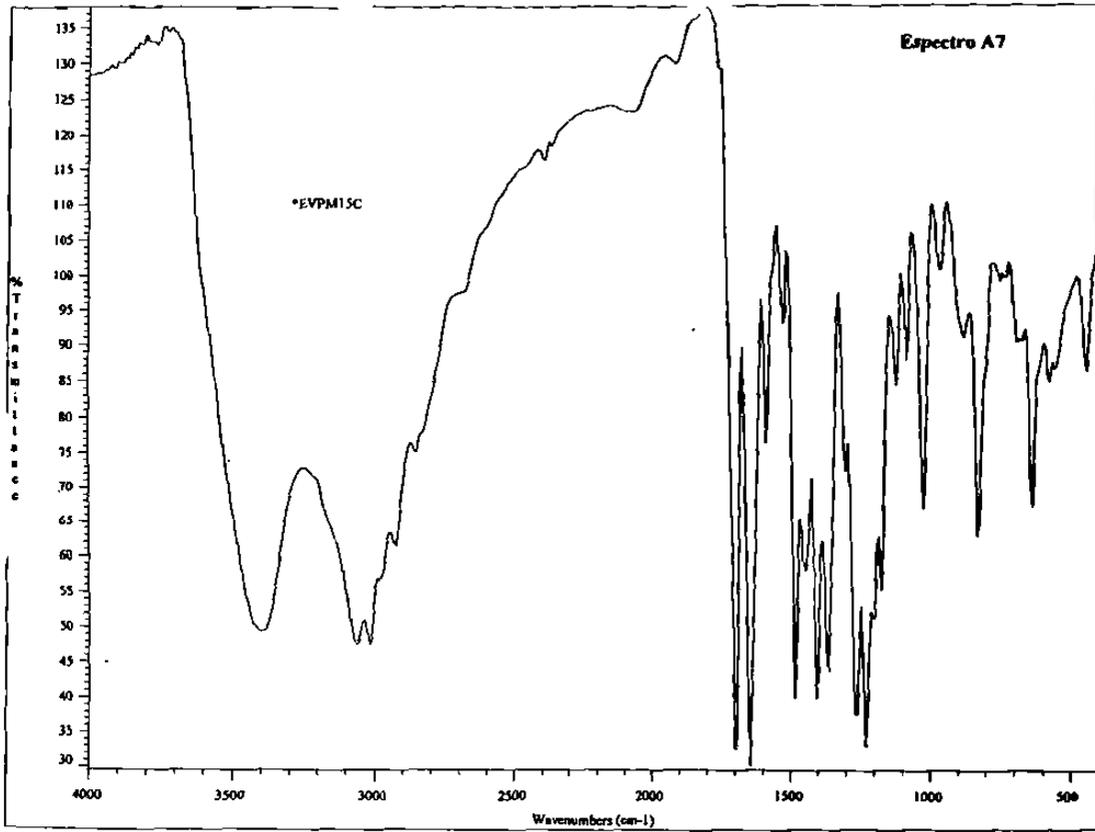
File # 2 : TRIAB

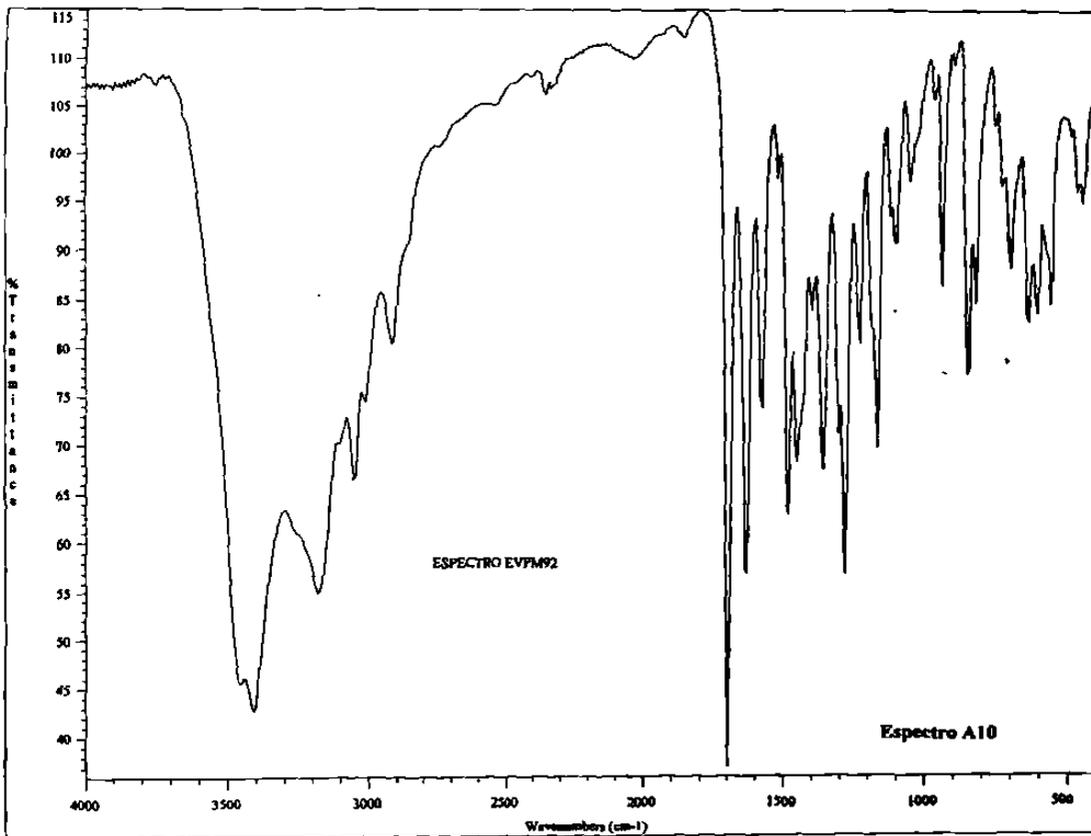
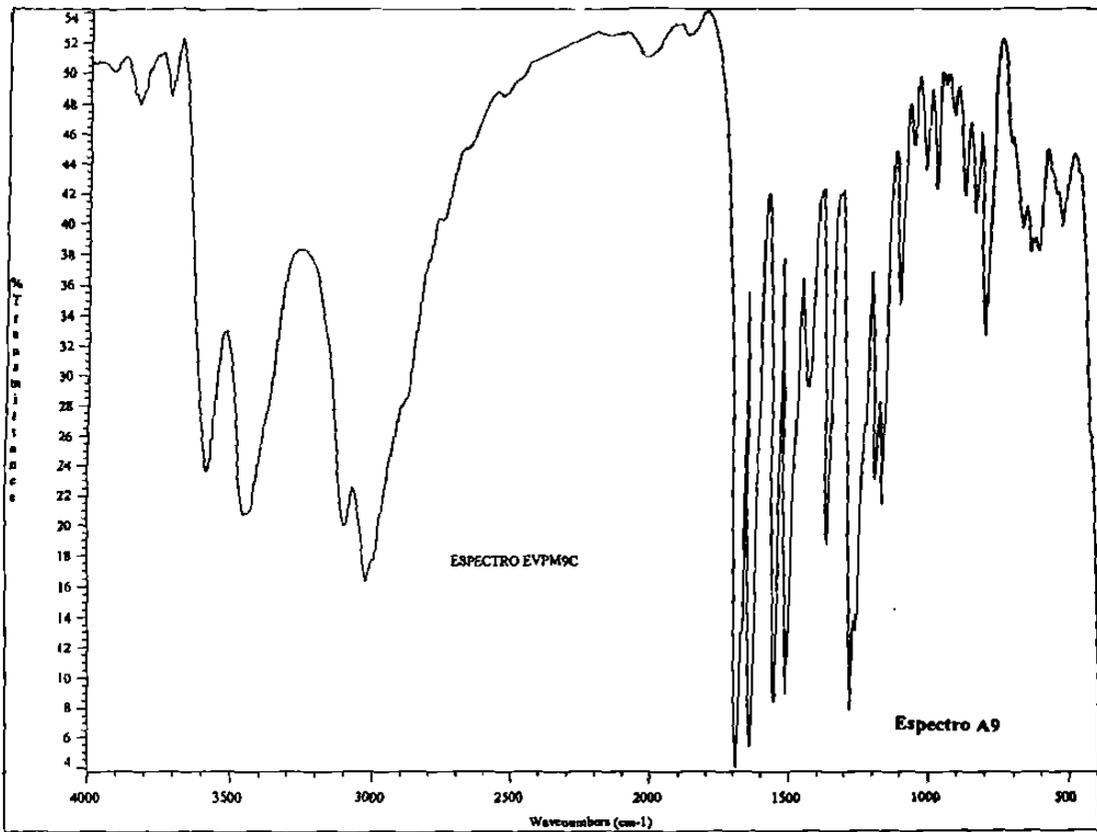
2/12/98 4:34 PM Res=4 cm-1

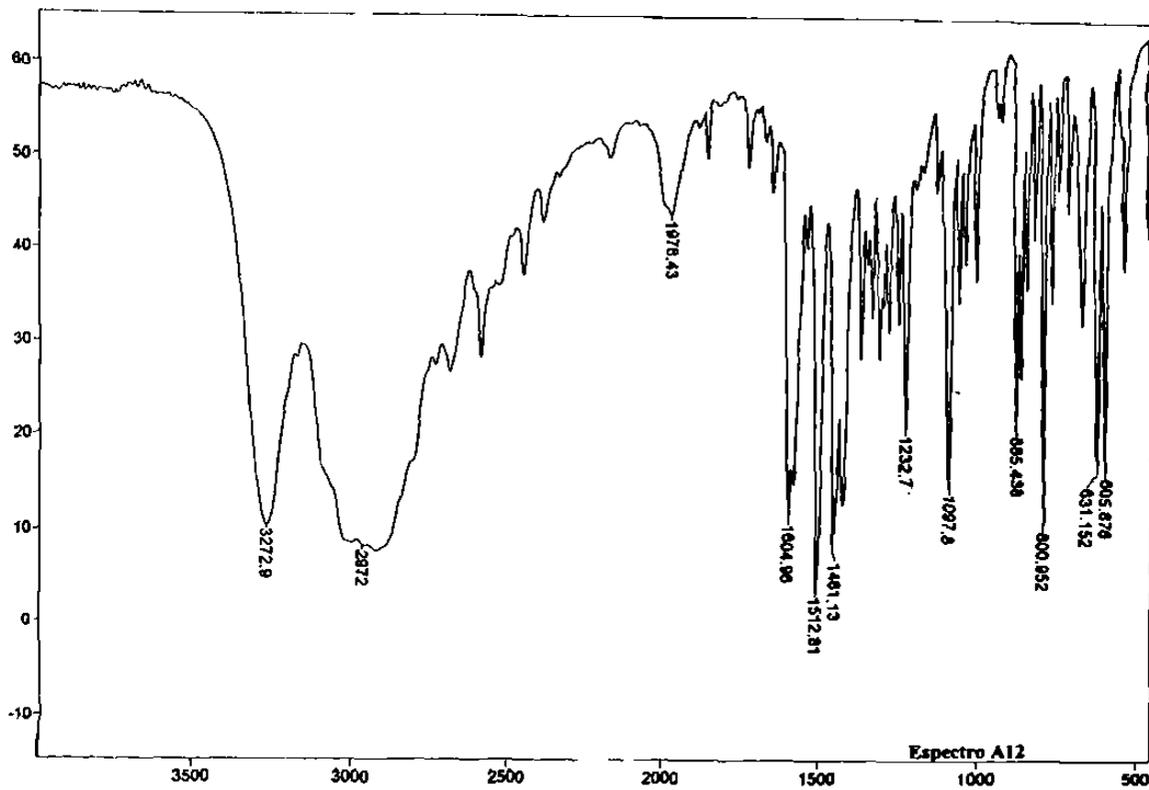
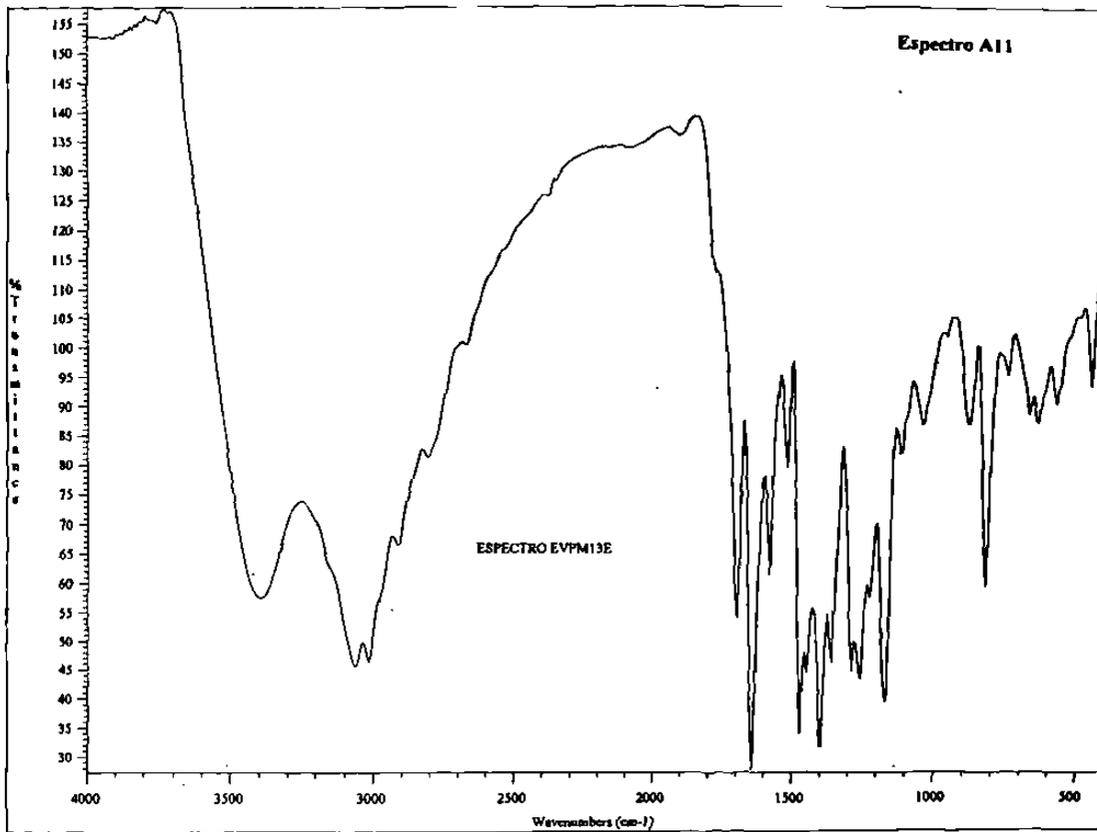
indoloquinolizinas









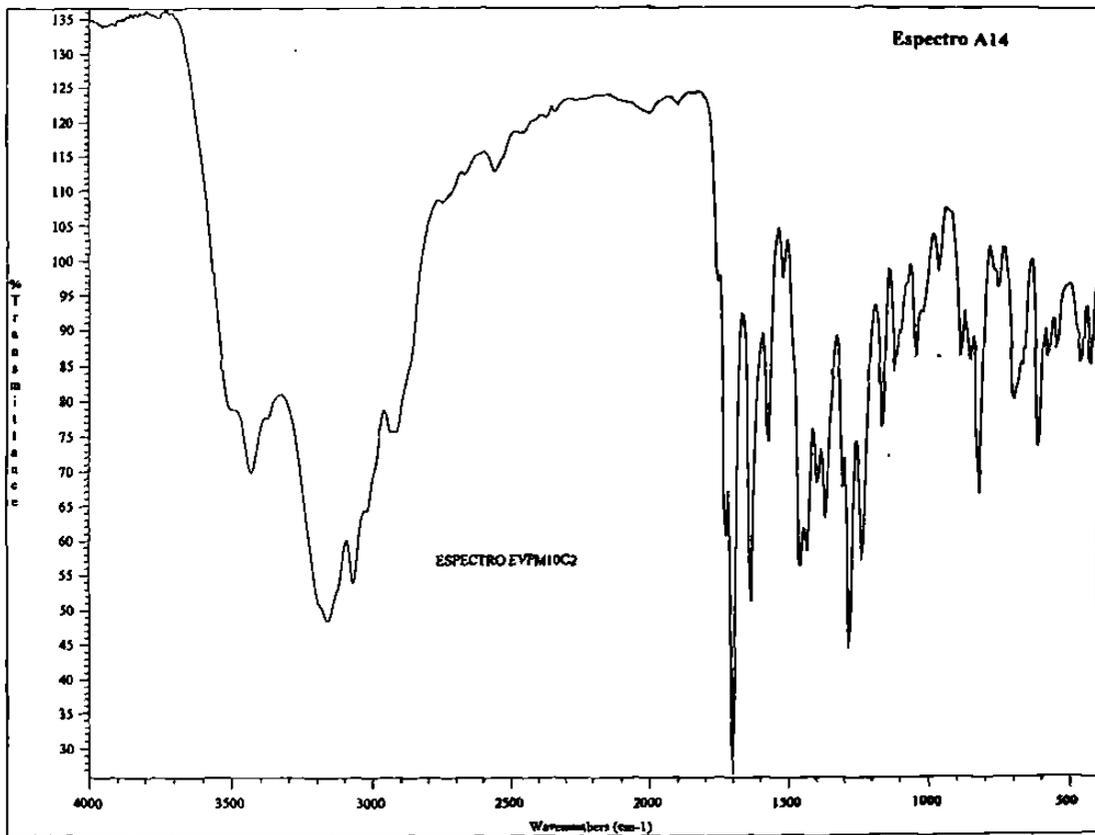
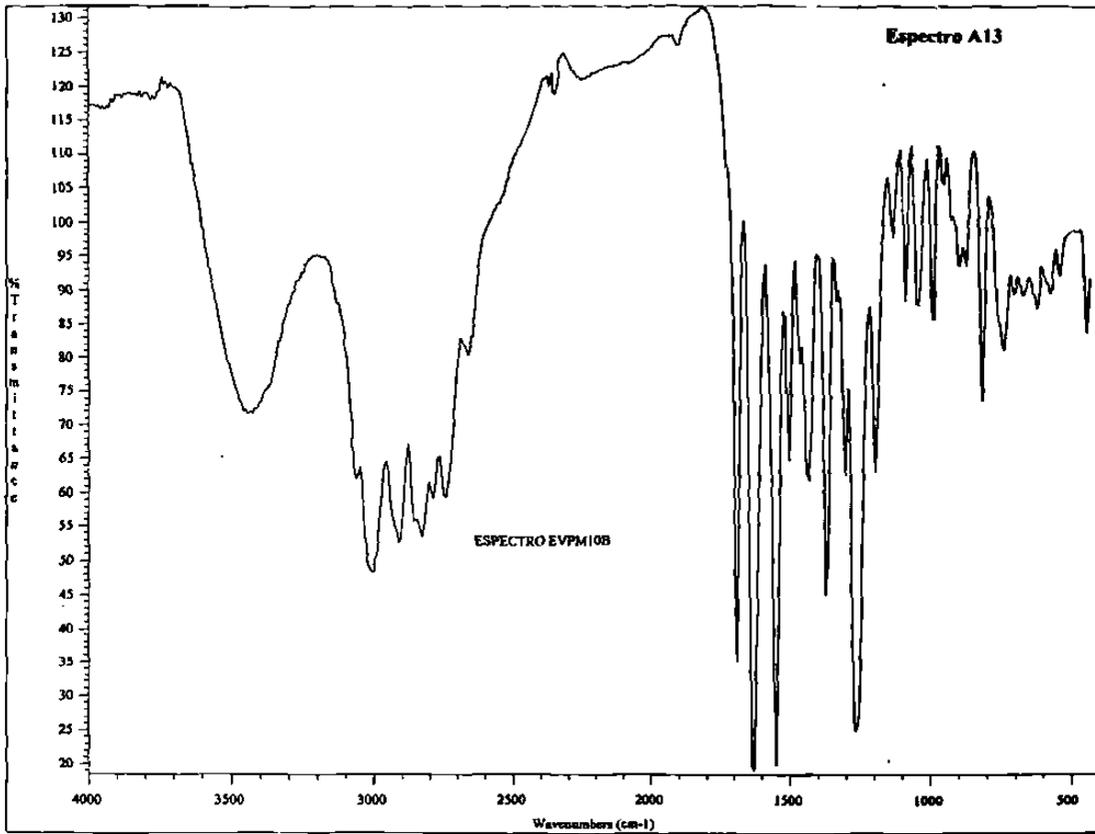


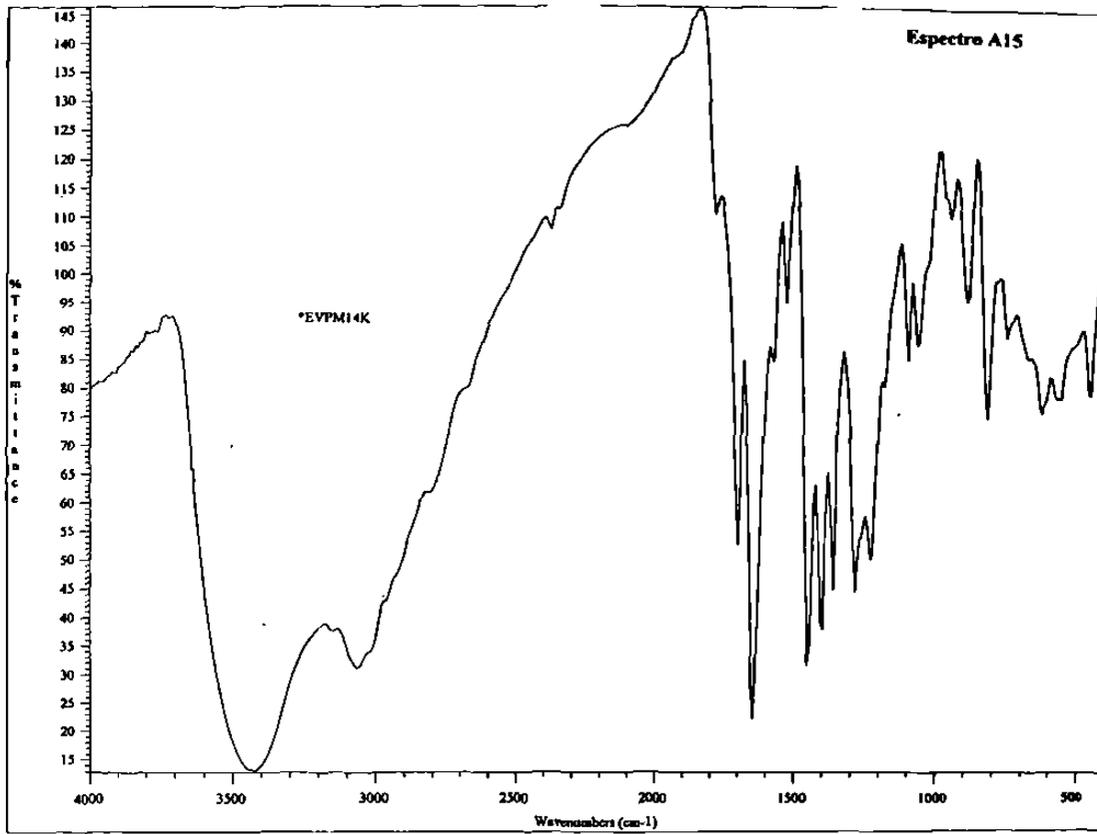
Transmittance / Wavenumber (cm-1)

File # 1 : EVPM8G

Number of Scans= 10 Apodization=

26/11/98 5:49 PM Res=4 cm-1

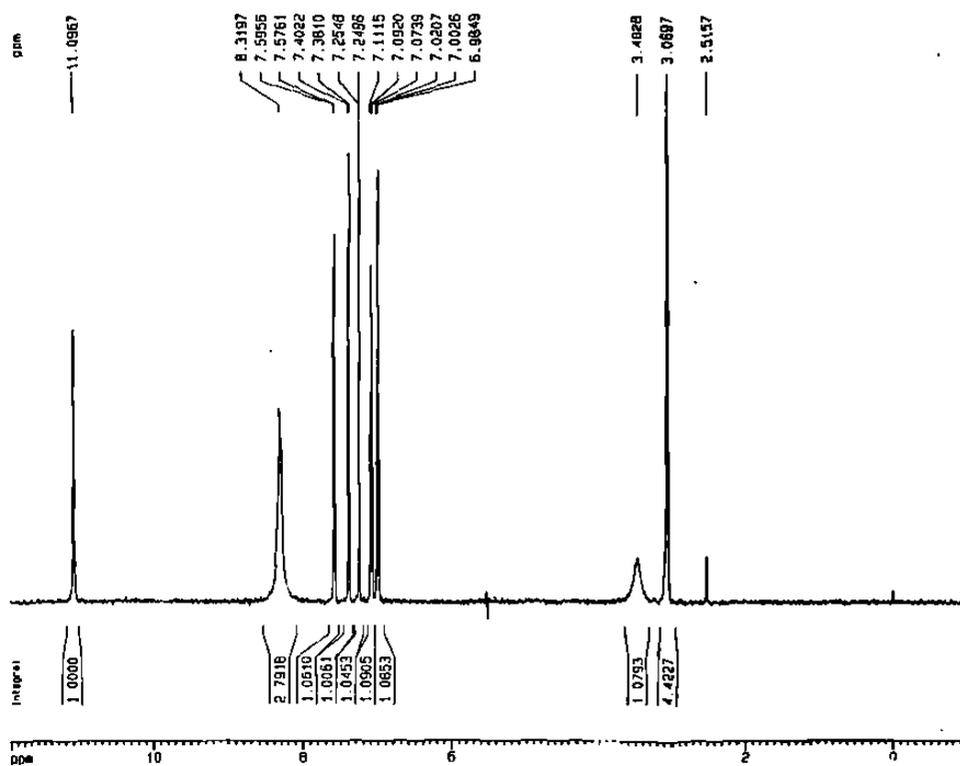




***APÉNDICE “B”:
ESPECTROS DE
RESONANCIA
MAGNÉTICA
NUCLEAR***

Cloruro de Triptamina
Espectro RMN 1H

B1: ¹H-RMN, Espectro normal



Current Data Parameters
NAME Triptamcl
EXPO 1
PROCNO 1

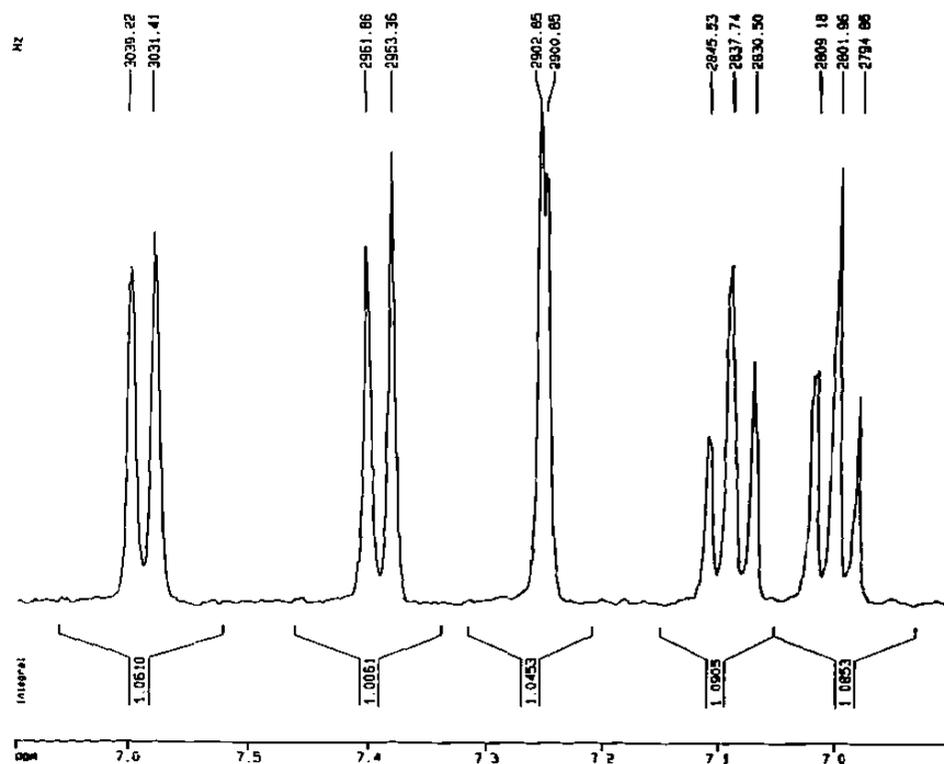
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980211
Time 8 19
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 2
SWH 5208.333 Hz
FIDRES 0.158546 Hz
AQ 3.1457779 sec
RG 45.3
OR 98.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.9000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.1322083 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 8192
SF 400.1299985 MHz
WDW EM
SSB 0
LB -1.20 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR list parameters
CX 20.00 cm
F1P 12.017 ppm
F1 4808.43 Hz
F2P 0.899 ppm
F2 -395.91 Hz
PWHCH 0.85083 ppm/cm
MECH 250.41856 Hz/cm

Cloruro de Triptamina
Espectro RMN 1H

B2: ¹H-RMN, Ampliación de la región de aromáticos



Current Data Parameters
NAME Triptamcl
EXPO 1
PROCNO 1

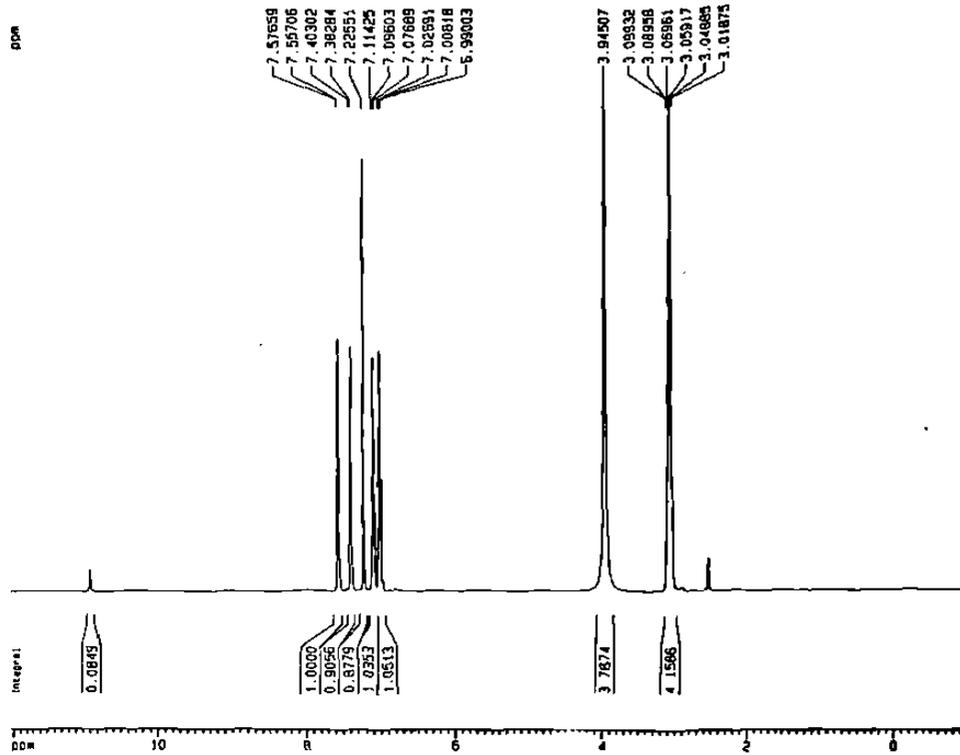
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980211
Time 8 19
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 2
SWH 5208.333 Hz
FIDRES 0.158546 Hz
AQ 3.1457779 sec
RG 45.3
OR 98.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.9000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.1322083 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 8192
SF 400.1299985 MHz
WDW EM
SSB 0
LB -1.20 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR list parameters
CX 20.00 cm
F1P 7.700 ppm
F1 3881.80 Hz
F2P 6.900 ppm
F2 2780.90 Hz
PWHCH 0.84000 ppm/cm
MECH 16.08519 Hz/cm

Cloruro de Triptamina
Espectro de RMN 1H
Intercambio con Deuterio

B3: ¹H-RMN, Intercambio
con D₂O.



Current Data Parameters
NAME Triptam1
EXPNO 7
PROCNO 1

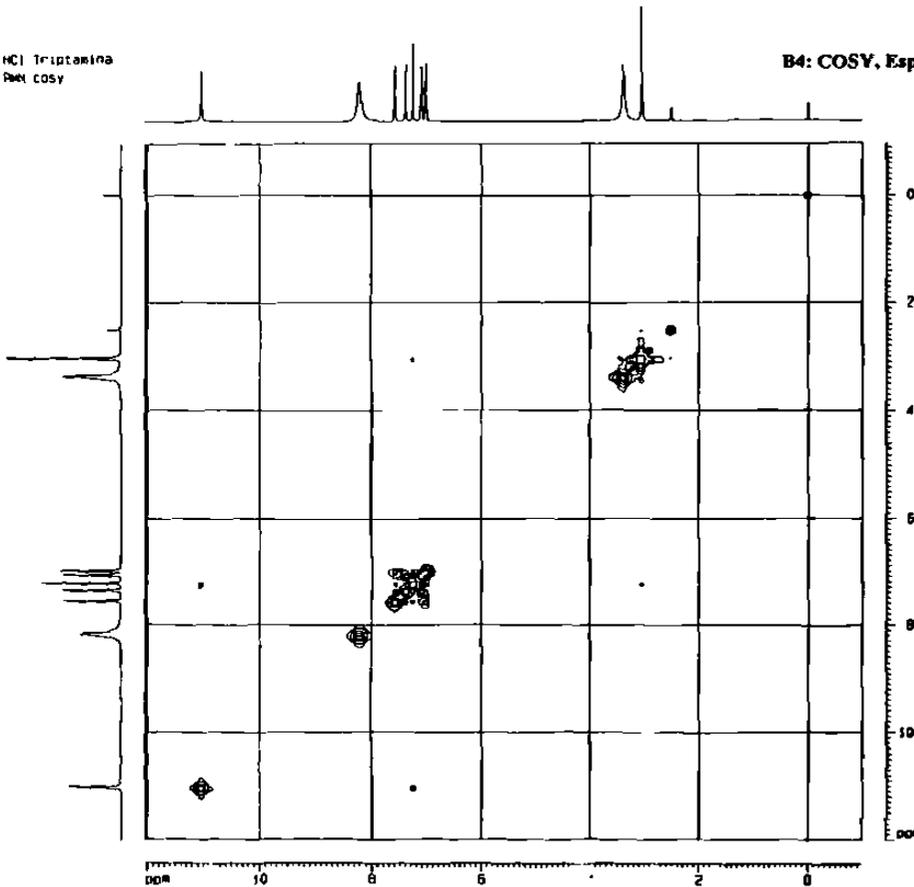
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 200212
Time 1:07
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 2
SWH 5308.333 Hz
FIDRES 0.158946 Hz
AQ 3.1457773 sec
RG 409.3
DM 66.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.50000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.132065 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 3192
SF 400.132065 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR plot parameters
CH 20.00 cm
F1P 12.031 ppm
F1 -4814.15 Hz
F2P -0.385 ppm
F2 -384.10 Hz
FREQH 0.05003 ppm/cm
WICH 280.41840 Hz/cm

HCl Triptamina
RMN cosy

B4: COSY, Espectro completo.



Current Data Parameters
NAME Triptam1
EXPNO 7
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 200212
Time 1:07
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 2
SWH 5308.333 Hz
FIDRES 0.158946 Hz
AQ 3.1457773 sec
RG 409.3
DM 66.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.50000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.132065 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

F1 - Acquisition Parameters
Date_ 200212
Time 1:07
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 2
SWH 5308.333 Hz
FIDRES 0.158946 Hz
AQ 3.1457773 sec
RG 409.3
DM 66.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.50000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.132065 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

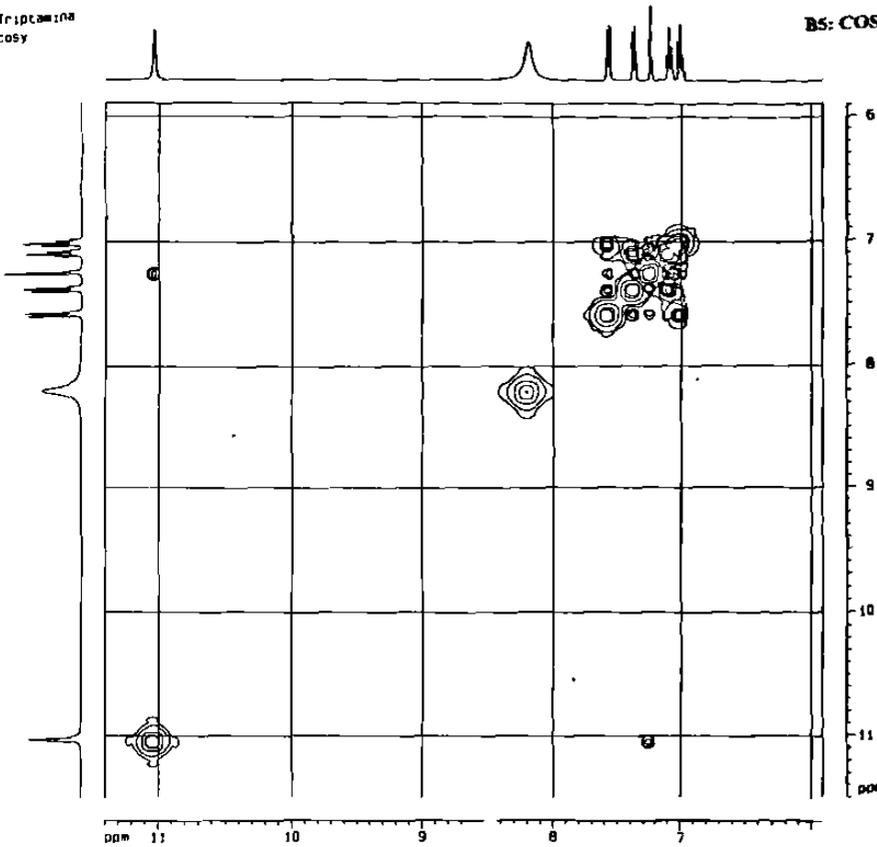
F2 - Processing parameters
SI 3192
SF 400.132065 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

F1 - Processing parameters
SI 3192
SF 400.132065 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR plot parameters
CH 20.00 cm
F1P 12.031 ppm
F1 -4814.15 Hz
F2P -0.385 ppm
F2 -384.10 Hz
FREQH 0.05003 ppm/cm
WICH 280.41840 Hz/cm

HCl Triptamina
16M cosy

B5: COSY, Ampliación.



```

Current Data Parameters
NAME      Trisolec1
EXPNO    2
PROCNO   1

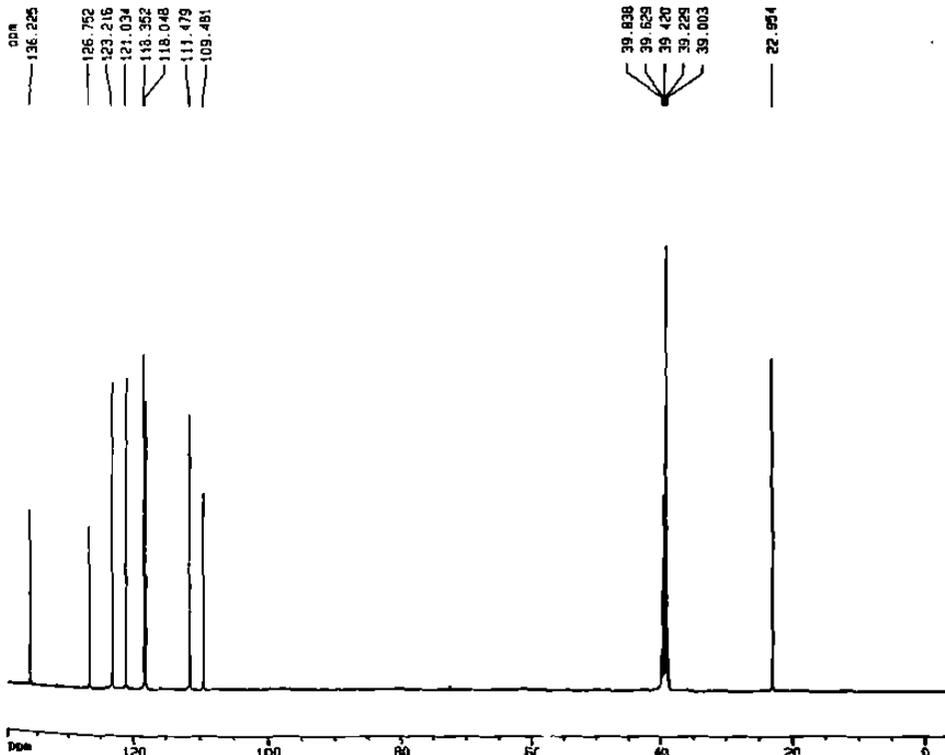
F2 - Acquisition Parameters
Date_    990211
Time     8 24
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multicore
PULPROG  zgpg
TD        65536
SOLVENT  CDCl3
NS        1024
DS        4
SWH       12676.324 Hz
FIDRES    0.237676 Hz
AQ        2.1637977 sec
RG         658
WB        30.100 usec
DE         8.00 usec
TE        300.0 K
SFO1     0.000000 sec
SFO2     0.000200 sec
RL13     16.00 dB
D1        2.0000000 sec
CPOPRG2  waltz16
PCPD2    165.00 usec
SFO2     400.1360005 MHz
NUC2      13
PL2       -3.00 dB
PL12     95.00 dB
P1        10.25 usec
DE        0.00 usec
SFO1     100.6201214 MHz
NUC1      1H
PL1       -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI        32768
SF        100.6160213 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        1.00 Hz
GB        0
PC        1.40

D0 sub plot parameters
CX        20.00 cm
FAP       140.000 ppm
F1        14000.75 Hz
F2P       -5.000 ppm
F2        -563.00 Hz
SFO1P     7.25000 ppm/cp
LPCP      775.00000 Hz/cp
    
```

Cloruro de Triptamina
Espectro RMN 13C

B6: ¹³C-RMN, Espectro normal.



```

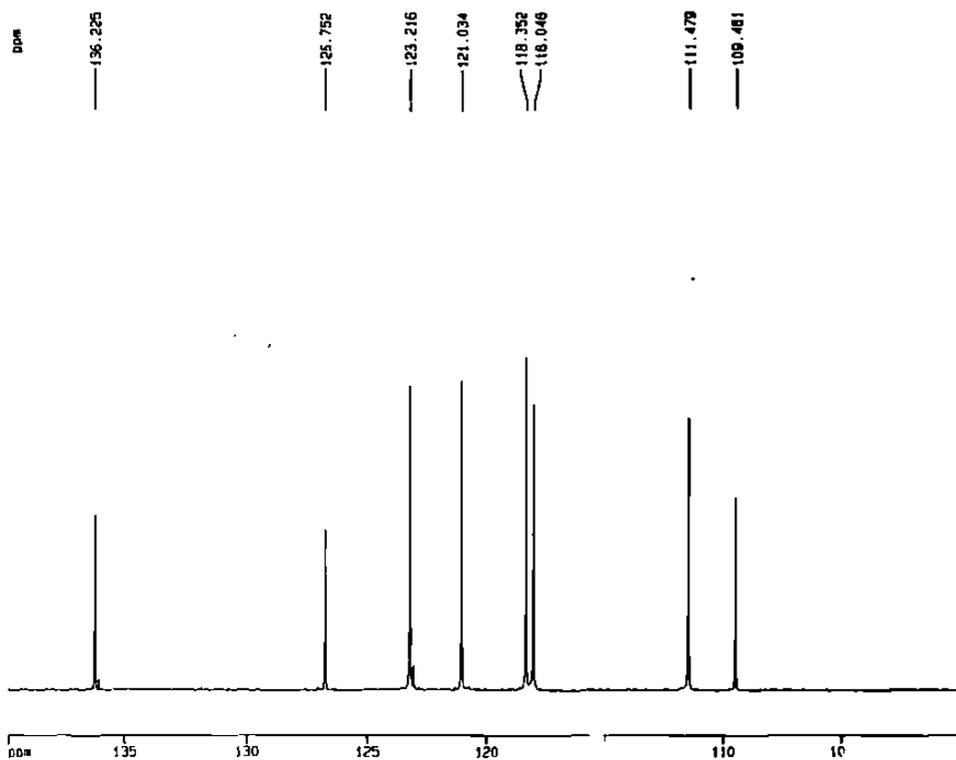
Current Data Parameters
NAME      Trisolec1
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990211
Time     8 24
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multicore
PULPROG  zgpg
TD        65536
SOLVENT  CDCl3
NS        1024
DS        4
SWH       12676.324 Hz
FIDRES    0.237676 Hz
AQ        2.1637977 sec
RG         658
WB        30.100 usec
DE         8.00 usec
TE        300.0 K
SFO1     0.000000 sec
SFO2     0.000200 sec
RL13     16.00 dB
D1        2.0000000 sec
CPOPRG2  waltz16
PCPD2    165.00 usec
SFO2     400.1360005 MHz
NUC2      13
PL2       -3.00 dB
PL12     95.00 dB
P1        10.25 usec
DE        0.00 usec
SFO1     100.6201214 MHz
NUC1      1H
PL1       -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI        32768
SF        100.6160213 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        1.00 Hz
GB        0
PC        1.40

D0 sub plot parameters
CX        20.00 cm
FAP       140.000 ppm
F1        14000.75 Hz
F2P       -5.000 ppm
F2        -563.00 Hz
SFO1P     7.25000 ppm/cp
LPCP      775.00000 Hz/cp
    
```

Cloruro de Triptamina
Espectro RMN 13C



B7: ¹³C-RMN, Ampliación de la región de aromáticos.

```

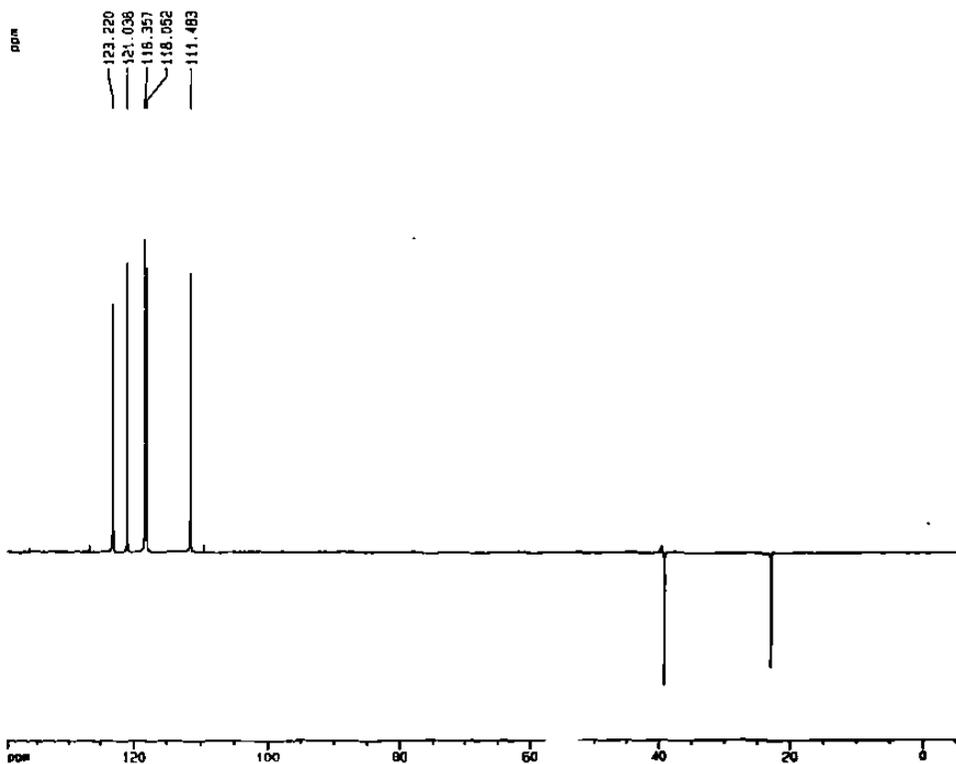
Current Data Parameters
NAME      Triptam1
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    980711
Time     8 24
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG zgpg
TD       65536
SOLVENT CDCl3
NS       1624
DS       4
SWH      15876.324 Hz
FIDRES   0.237876 Hz
AQ       2.1637257 sec
RG       68384
DM       32.100 usec
DE       0.00 usec
TE       300.0 K
AQ1      0.0300000 sec
AQ2      0.0000000 sec
PL13     18.00 dB
G1       2.0000000 sec
CPOPRG2 waltz16
PCPD2    100.00 usec
SFO2     400.1316000 MHz
NUC2     13C
PL2      -3.00 dB
PL12     18.00 dB
P1       10.25 usec
DE       0.00 usec
SFO1    100.6201214 MHz
NUC1     13C
PL1      -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6126273 MHz
EX       0
GB       0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40

1D NMR plot parameters
SI       32768
SF       100.6126273 MHz
F1       14000.75 Hz
F2       100.000.000 Hz
F3       10061.26 MHz
PPMPP   2.0000000 ppm/Hz
MPCN    201.22565 Hz/cn
    
```

Cloruro de Triptamina
Espectro deat 135



B8: ¹³C-RMN, DEPT-135.

```

Current Data Parameters
NAME      Triptam1
EXPNO    4
PROCNO   1

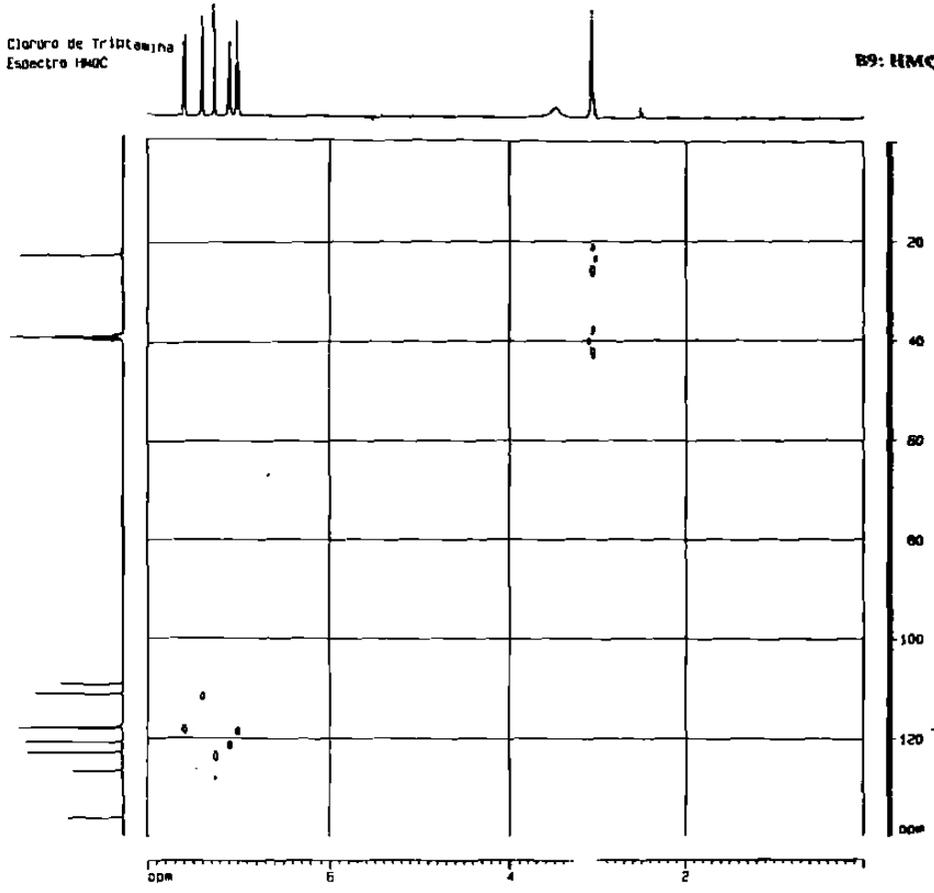
F2 - Acquisition Parameters
Date_    980711
Time     9 18
INSTRUM spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG zgpg
TD       65536
SOLVENT CDCl3
NS       1624
DS       4
SWH      15876.324 Hz
FIDRES   0.237876 Hz
AQ       2.1637257 sec
RG       68384
DM       32.100 usec
DE       0.00 usec
TE       300.0 K
AQ1      0.0300000 sec
AQ2      0.0000000 sec
PL13     18.00 dB
G1       2.0000000 sec
CPOPRG2 waltz16
PCPD2    100.00 usec
SFO2     400.1316000 MHz
NUC2     13C
PL2      -3.00 dB
PL12     18.00 dB
P1       10.25 usec
DE       0.00 usec
SFO1    100.6201214 MHz
NUC1     13C
PL1      -1.00 dB
PL       15.30 usec
PL12     18.00 dB
DE       0.00 usec
CPOPRG2 waltz16
PCPD2    100.00 usec

F2 - Processing parameters
SI       32768
SF       100.6126273 MHz
EX       0
GB       0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40

1D NMR plot parameters
SI       32768
SF       100.6126273 MHz
F1       14000.75 Hz
F2       -5.000.000 Hz
F3       -983.00 Hz
PPMPP   7.25000000 ppm/Hz
MPCN    228.44299 Hz/cn
    
```

Cloruro de Triptamina
Espectro HMQC

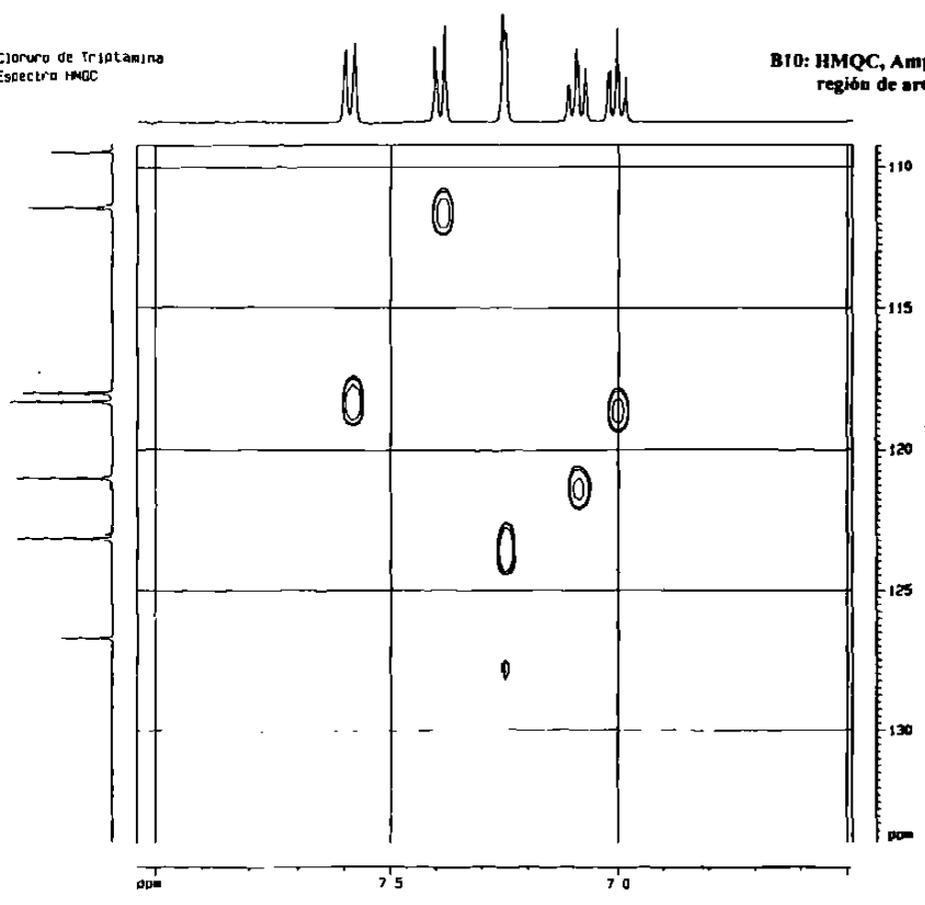
B9: HMQC completo.



Chemical Shift (ppm)	Assignment
170.0	Carbonyl
155.0	Aromatic
145.0	Aromatic
135.0	Aromatic
125.0	Aromatic
115.0	Aromatic
105.0	Aromatic
95.0	Aromatic
85.0	Aromatic
75.0	Aromatic
65.0	Aromatic
55.0	Aromatic
45.0	Aromatic
35.0	Aromatic
25.0	Aromatic
15.0	Aromatic
5.0	Aliphatic
3.0	Aliphatic
2.0	Aliphatic
1.0	Aliphatic

Cloruro de Triptamina
Espectro HMQC

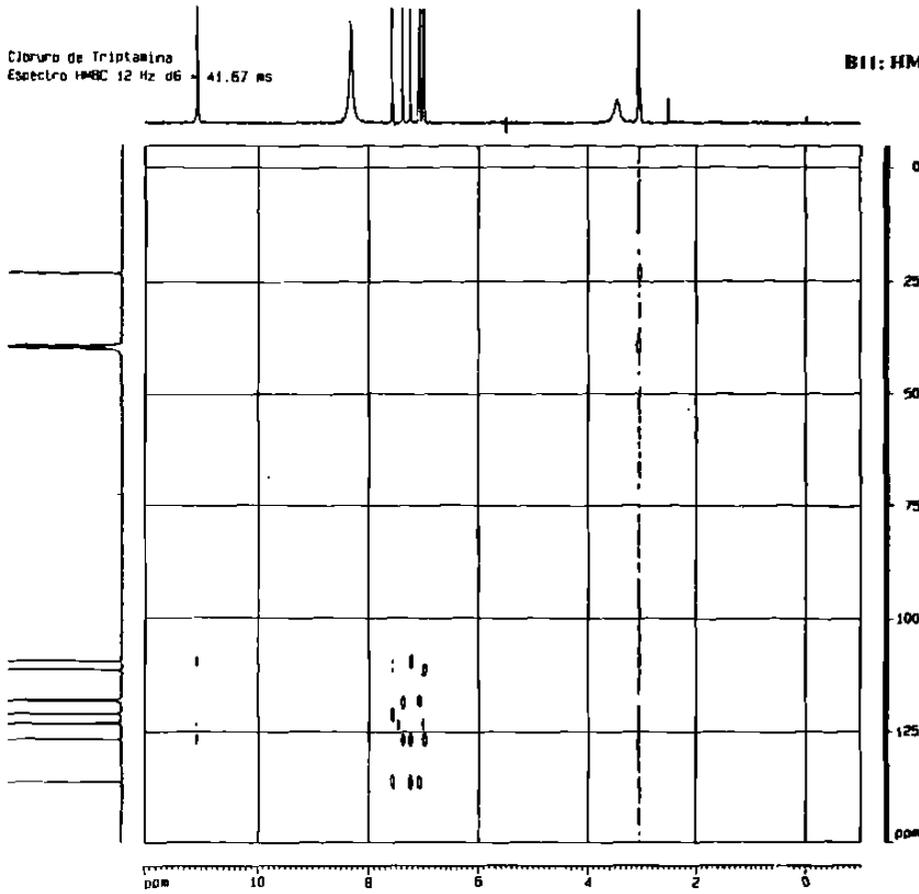
B10: HMQC, Ampliación de la
región de aromáticos.



Chemical Shift (ppm)	Assignment
128.0	Aromatic
125.0	Aromatic
122.0	Aromatic
118.0	Aromatic
115.0	Aromatic
112.0	Aromatic
108.0	Aromatic
105.0	Aromatic
102.0	Aromatic
98.0	Aromatic
95.0	Aromatic
92.0	Aromatic
88.0	Aromatic
85.0	Aromatic
82.0	Aromatic
78.0	Aromatic
75.0	Aromatic
72.0	Aromatic
68.0	Aromatic
65.0	Aromatic

Cloruro de Triptamina
Espectro HMBC 12 Hz d6 - 41.67 ms

B11: HMBC completa.



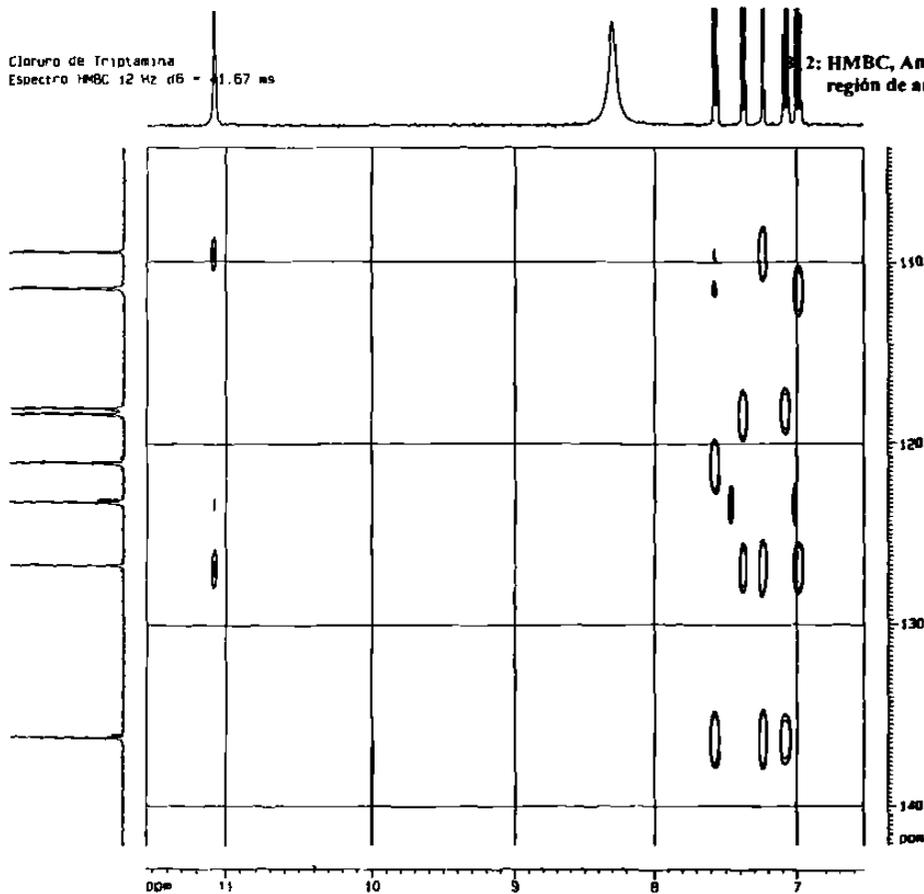
```

=====
Name:          Cloruro de Triptamina
Product:       1
=====
F2 - Acquisition Parameters
Date_   :      14.08
Time    :      12.00
INSTRUM : spect
PROBHD  : 5 mm QNP 1H/1
PULPROG : zgpg30
AQ      : 0.50000000
RG      : 655.36
RG2     : 327.68
SFO     : 500.136199
SFO2    : 125.761350
SF      : 500.136199
SF2     : 125.761350
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F1 - Acquisition Parameters
Date_   :      14.08
Time    :      12.00
INSTRUM : spect
PROBHD  : 5 mm QNP 1H/1
PULPROG : zgpg30
AQ      : 0.50000000
RG      : 655.36
RG2     : 327.68
SFO     : 500.136199
SFO2    : 125.761350
SF      : 500.136199
SF2     : 125.761350
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F2 - Processing parameters
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F1 - Processing parameters
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
=====

```

Cloruro de Triptamina
Espectro HMBC 12 Hz d6 - 41.67 ms

2: HMBC, Ampliación de la
región de aromáticos



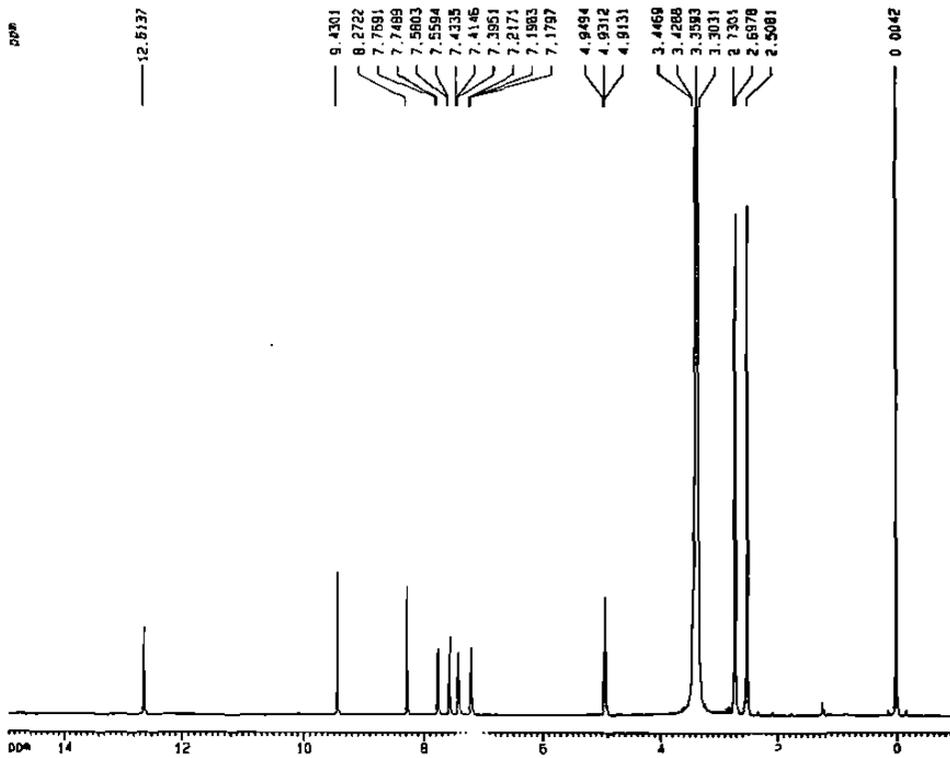
```

=====
Name:          Cloruro de Triptamina
Product:       1
=====
F2 - Acquisition Parameters
Date_   :      14.08
Time    :      12.00
INSTRUM : spect
PROBHD  : 5 mm QNP 1H/1
PULPROG : zgpg30
AQ      : 0.50000000
RG      : 655.36
RG2     : 327.68
SFO     : 500.136199
SFO2    : 125.761350
SF      : 500.136199
SF2     : 125.761350
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F1 - Acquisition Parameters
Date_   :      14.08
Time    :      12.00
INSTRUM : spect
PROBHD  : 5 mm QNP 1H/1
PULPROG : zgpg30
AQ      : 0.50000000
RG      : 655.36
RG2     : 327.68
SFO     : 500.136199
SFO2    : 125.761350
SF      : 500.136199
SF2     : 125.761350
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F2 - Processing parameters
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
F1 - Processing parameters
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
SI      : 32768
SF      : 500.136199
WDW     : EM
SS      : 0
LB      : 3.00000000
GB      : 0
PC      : 1.00000000
=====
=====

```

C) Indoloquinazolinio
part 1H

B13: ¹H-RMN, Espectro completa.



Current Data Parameters

NAME	C110mz
EXPNO	1
PROCNO	1

F2 - Acquisition Parameters

Date_	980521
Time	10 52
INSTRUM	jeol
PROBHD	5 mm Multinu
PULPROG	zgpg30
TD	32768
SOLVENT	DMSO
NS	16
DS	2
SWH	8410.256 Hz
FIDRES	0.195625 Hz
AQ	2.3558540 sec
RG	256
DR	70.000 usec
DE	8.00 usec
TE	300.0 K
D1	1.00000000 sec
P1	12.50 usec
DE	8.00 usec
SFO1	400.1326009 MHz
MUCL	1H
PL1	-3.00 dB

F2 - Processing parameters

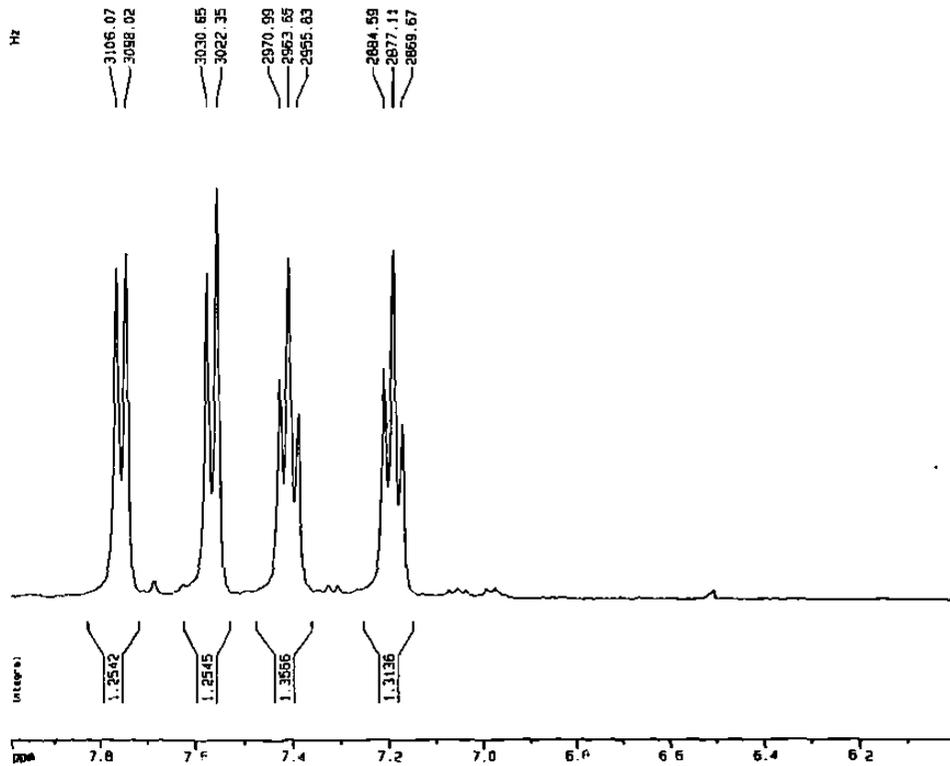
SI	16384
SF	400.1300000 MHz
WDW	EM
SSB	0
LB	0.30 Hz
GB	0
PC	1.00

10 MHz list parameters

CS	20.00 cm
F1P	15.010 ppm
F1	6005.64 Hz
F2P	1.010 ppm
F2	404.22 Hz
FRQCH	0.80102 ppm/cm
AZCH	320.51285 Hz/cm

Indoloquinazolinio

B14: ¹H-RMN, Ampliación de la región de aromáticos.



Current Data Parameters

NAME	Indoloq
EXPNO	1
PROCNO	1

F2 - Acquisition Parameters

Date_	980226
Time	20 02
INSTRUM	jeol
PROBHD	5 mm Multinu
PULPROG	zgpg30
TD	32768
SOLVENT	DMSO
NS	256
DS	4
SWH	8009.615 Hz
FIDRES	0.183395 Hz
AQ	2.7263477 sec
RG	181.3
DR	63.200 usec
DE	8.00 usec
TE	300.0 K
D1	1.50000000 sec
P1	12.50 usec
DE	8.00 usec
SFO1	400.1326009 MHz
MUCL	1H
PL1	-3.00 dB

F2 - Processing parameters

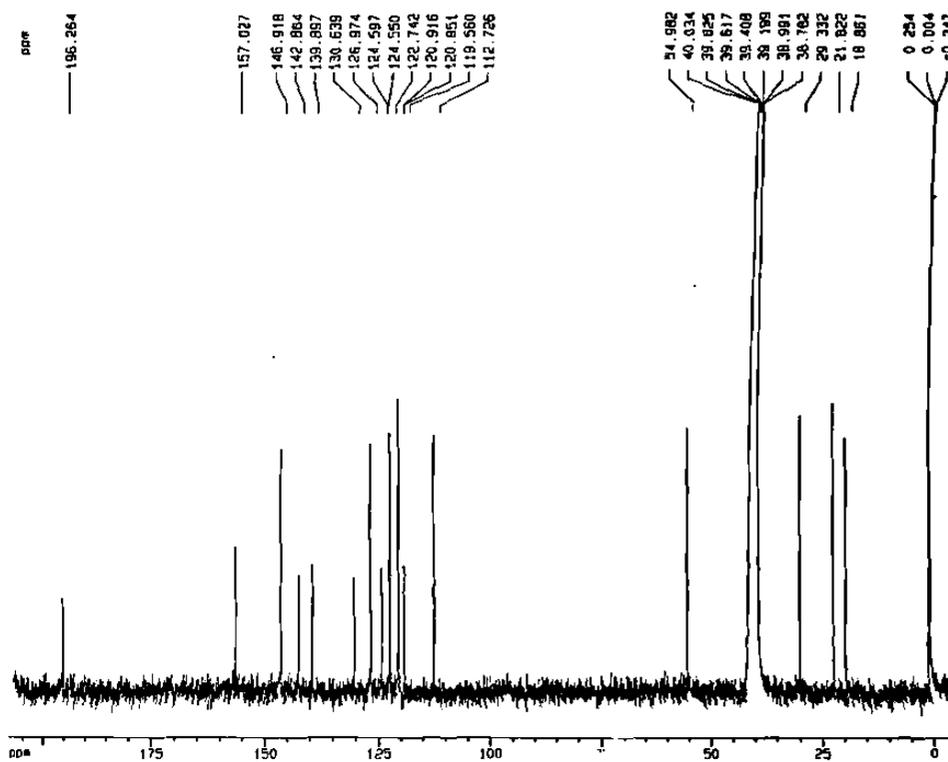
SI	8192
SF	400.1300016 MHz
WDW	EM
SSB	0
LB	0.30 Hz
GB	0
PC	1.00

10 MHz list parameters

CS	20.00 cm
F1P	0.000 ppm
F1	3201.64 Hz
F2P	0.000 ppm
F2	2400.78 Hz
FRQCH	0.10009 ppm/cm
AZCH	49.01308 Hz/cm

C) Indaloquinazolinona
run 13C

B17: ¹³C-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
NAME Exp-1C
EXPNO 3
PROCNO 1

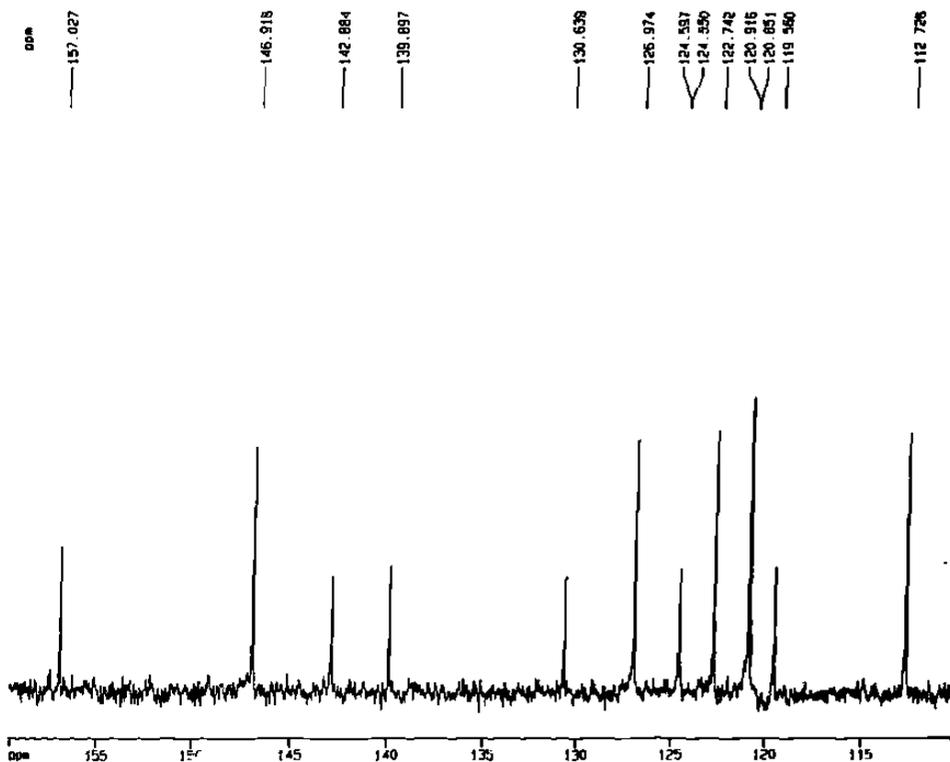
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980509
Time 11:48
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Avance
PULPROG zgpg
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 41280
DS 8
SWH 21551.725 Hz
FIDRES 0.320853 Hz
AQ 1.520452 sec
RG 32768
DQ 23.200 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D11 0.630000 sec
d12 0.000000 sec
PL13 16.00 dB
G1 2.000000 sec
COPPR2 waltz16
PCPD2 100.00 usec
SFO2 400.1318005 MHz
NUC2 13
PL2 -3.00 dB
PL12 16.00 dB
P1 10.25 usec
DE 8.00 usec
SFO1 100.6230418 MHz
NUC1 13C
PC 1.40

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6128257 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 100.000 MHz
F1 100.6128257 MHz
F2P 4.000 MHz
F2 104.6128257 MHz
FWDN 10.71624 MHz/cm
H2CN 1077.58716 MHz/cm

C) Indaloquinazolinona
run 13C

B18: ¹³C-RMN, Ampliación.

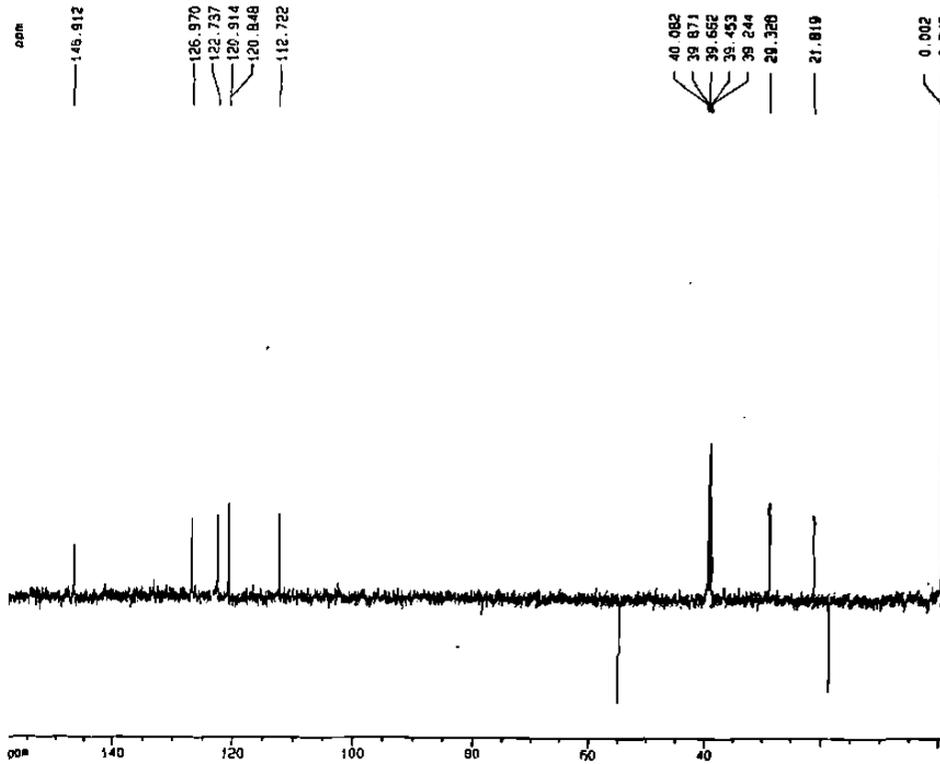


Current Data Parameters
NAME Exp-1C
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980509
Time 11:48
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Avance
PULPROG zgpg
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 41280
DS 8
SWH 21551.725 Hz
FIDRES 0.320853 Hz
AQ 1.520452 sec
RG 32768
DQ 23.200 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D11 0.630000 sec
d12 0.000000 sec
PL13 16.00 dB
G1 2.000000 sec
COPPR2 waltz16
PCPD2 100.00 usec
SFO2 400.1318005 MHz
NUC2 13
PL2 -3.00 dB
PL12 16.00 dB
P1 10.25 usec
DE 8.00 usec
SFO1 100.6230418 MHz
NUC1 13C
PC 1.40

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6128257 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

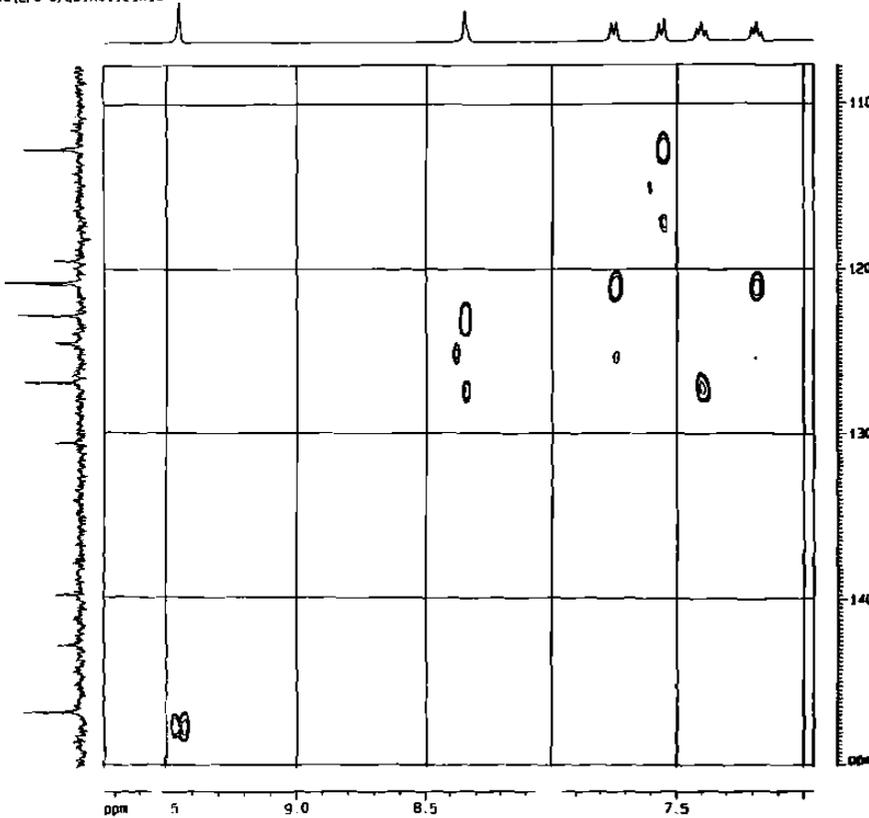
10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 100.000 MHz
F1 100.6128257 MHz
F2P 4.000 MHz
F2 104.6128257 MHz
FWDN 10.71624 MHz/cm
H2CN 1077.58716 MHz/cm



Current Data Parameters
 NAME: B19
 EXP NO: 1
 PROCNO: 1
 F2 - Acquisition Parameters
 INSTR: spect
 FREQ: 125.760 MHz
 PULPROG: zgpg30
 SOLVENT: DMSO
 NS: 32768
 DS: 4
 SWH: 16191.228 Hz
 FIDRES: 0.452812 Hz
 AQ: 1.622912 sec
 RG: 32768
 GB: 0
 PC: 30.000 sec
 RE: 0.00 sec
 XT: 0.00 sec
 YL: 10.25 sec
 YB: 20.5 sec
 YC: 12.50 sec
 YD: 25.0 sec
 DELT2: 1.45000000 sec
 DELT: 0.003485 sec
 DELT1: 0.0006200 sec
 DELT4: 0.0000131 sec
 DELT3: 2.0000000 sec
 SF: 100.626092 MHz
 WDC: 400.131680 MHz
 WCN: 34
 SFO1: 100.626092 MHz
 WCN1: 13C
 F1: 1.00 sec
 F12: 16.00 sec
 X: 0.00 sec
 CRDPR2: 49.1116
 CRDPR: 105.00 sec
 F2 - Processing parameters
 SI: 32768
 SF: 100.626092 MHz
 WDC: 400.131680 MHz
 SFO1: 100.626092 MHz
 WCN1: 13C
 F1: 1.00 sec
 F12: 16.00 sec
 X: 0.00 sec
 CRDPR2: 49.1116
 CRDPR: 105.00 sec
 F2 - 13C NMR parameters
 EI: 20.00 sec
 F1: 150.947 sec
 F12: 150.947 sec
 F2: 1.00 sec
 WDC: 0.0000000 MHz
 WCN: 0.0000000 MHz

Cloruro de 3-acetil-2-metil-5,7-dihidro-12H-
indola[2,3-b]quinolizinio

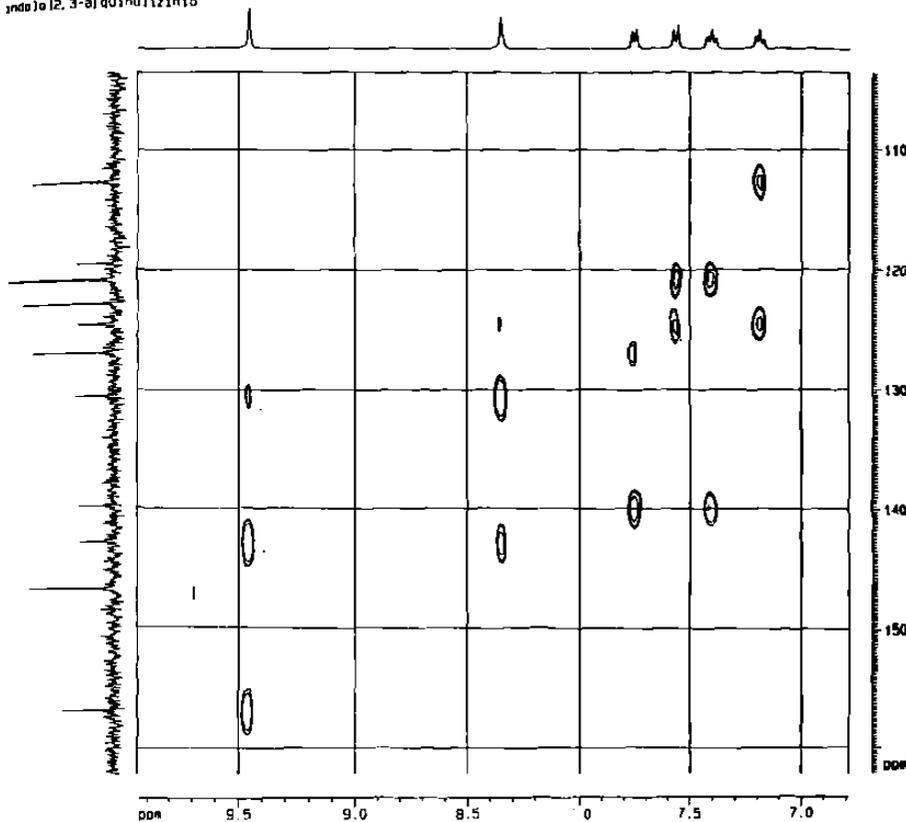
B20: HMBC.



Current Data Parameters
 NAME: B20
 EXP NO: 1
 PROCNO: 1
 F2 - Acquisition Parameters
 INSTR: spect
 FREQ: 125.760 MHz
 PULPROG: zgpg30
 SOLVENT: DMSO
 NS: 32768
 DS: 4
 SWH: 16191.228 Hz
 FIDRES: 0.452812 Hz
 AQ: 1.622912 sec
 RG: 32768
 GB: 0
 PC: 30.000 sec
 RE: 0.00 sec
 XT: 0.00 sec
 YL: 10.25 sec
 YB: 20.5 sec
 YC: 12.50 sec
 YD: 25.0 sec
 DELT2: 1.45000000 sec
 DELT: 0.003485 sec
 DELT1: 0.0006200 sec
 DELT4: 0.0000131 sec
 DELT3: 2.0000000 sec
 SF: 100.626092 MHz
 WDC: 400.131680 MHz
 WCN: 34
 SFO1: 100.626092 MHz
 WCN1: 13C
 F1: 1.00 sec
 F12: 16.00 sec
 X: 0.00 sec
 CRDPR2: 49.1116
 CRDPR: 105.00 sec
 F2 - Processing parameters
 SI: 32768
 SF: 100.626092 MHz
 WDC: 400.131680 MHz
 SFO1: 100.626092 MHz
 WCN1: 13C
 F1: 1.00 sec
 F12: 16.00 sec
 X: 0.00 sec
 CRDPR2: 49.1116
 CRDPR: 105.00 sec
 F2 - 13C NMR parameters
 EI: 20.00 sec
 F1: 150.947 sec
 F12: 150.947 sec
 F2: 1.00 sec
 WDC: 0.0000000 MHz
 WCN: 0.0000000 MHz

Cloruro de 3-acetil-2-metil-5,7-dihidro-12H-
 indolo[2,3-a]quinolizina

B23: HMBC, Ampliación.



```

Current Date Parameters
NAME      EYMH44
EXPNO    1
PROCNO   1

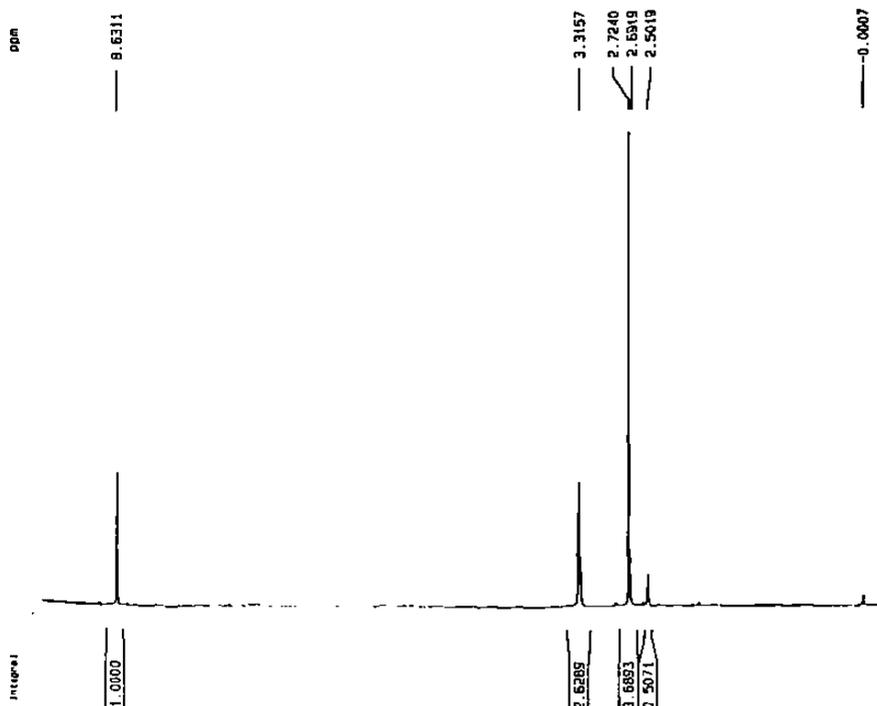
F2 - Acquisition Parameters
Date_    980402
Time     17 12
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Nucleo
PULPROG  zgpg30
TD        32768
SOLVENT  DMSO
NS        128
DS         4
SWH       6770.008 Hz
FIDRES    0.206759 Hz
AQ        2.418283 sec
RG         574.7
DN        73.800 usec
DE        8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.50000000 sec
P1        12.50 usec
DE        8.00 usec
SF01     400.130023 MHz
NUC1      13C
PL1       -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI         8192
SF        400.130023 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.30 Hz
GB         0
PC         0.10

ID parameters
CX        20.00 cm
FYP       10.000 ppm
F1        4001.30 Hz
F2P       -8.987 ppm
F2        -307.05 Hz
RATCH     0.54837 mm/cm
RZCH      219.41762 Hz/cm
  
```

EYH-M44

B24: ¹H-RMN, Espectro completo.



```

Current Date Parameters
NAME      EYMH44
EXPNO    1
PROCNO   1

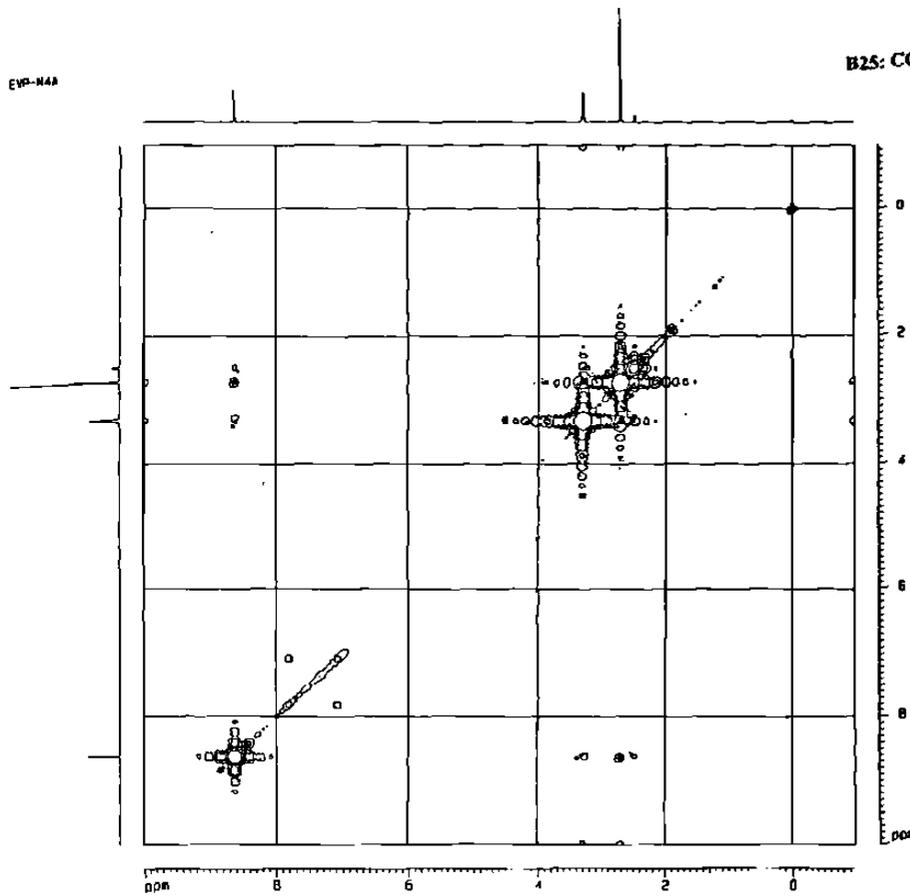
F2 - Acquisition Parameters
Date_    980402
Time     17 12
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Nucleo
PULPROG  zgpg30
TD        32768
SOLVENT  DMSO
NS        128
DS         4
SWH       6770.008 Hz
FIDRES    0.206759 Hz
AQ        2.418283 sec
RG         574.7
DN        73.800 usec
DE        8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.50000000 sec
P1        12.50 usec
DE        8.00 usec
SF01     400.130023 MHz
NUC1      13C
PL1       -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI         8192
SF        400.130023 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.30 Hz
GB         0
PC         0.10

ID parameters
CX        20.00 cm
FYP       10.000 ppm
F1        4001.30 Hz
F2P       -8.987 ppm
F2        -307.05 Hz
RATCH     0.54837 mm/cm
RZCH      219.41762 Hz/cm
  
```

EVP-M4A

B25: COSY completo.



```

Current Data Parameters
NAME          EVM411
EXPNO        3
PROCNO       1

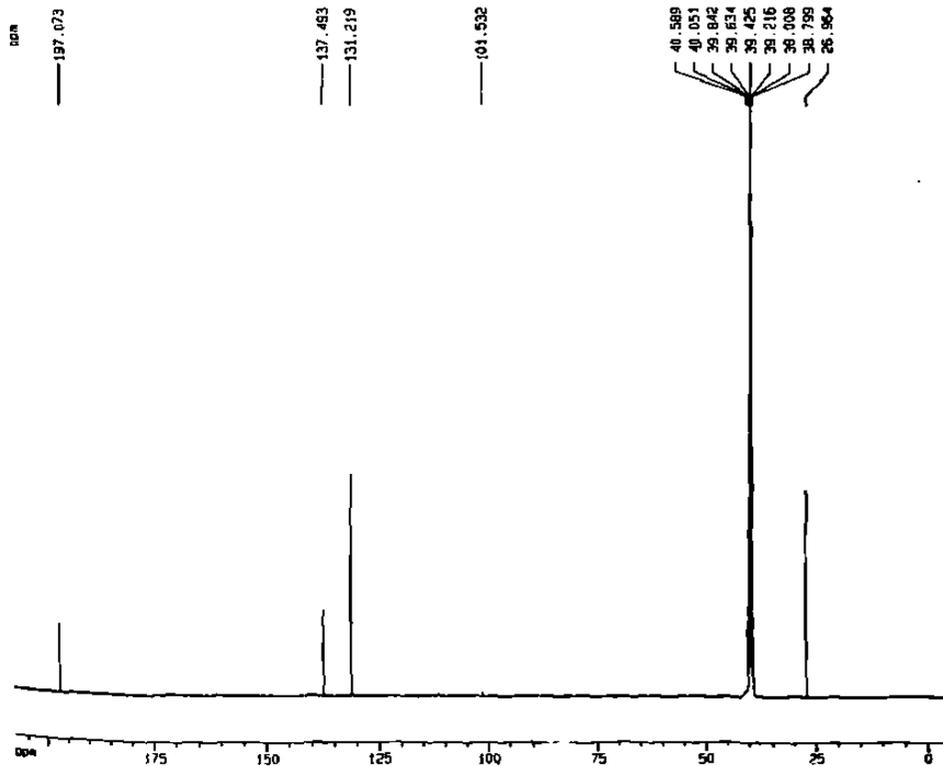
F2 - Acquisition Parameters
Date_        980409
Time         8 38
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm Huj100
PULPROG      zgpg30
TD           65536
SOLVENT      CH3O
NS           8192
DS           8
SWH          21951.725 Hz
FIDRES      0.329853 Hz
AQ          1.5204602 sec
RG          37768
DE          23.100 umsec
TE          300.2 K
d11         0.0380000 sec
d12         0.0002000 sec
PL12        18.00 dB
D1          2.0000000 sec
CPDPRG2     waltz16
PCPD2       185.00 umsec
SFO2        400.1318000 MHz
NUC2         13C
PL2          -3.00 dB
PL12        95.00 dB
P1          10.25 umsec
DE          0.00 umsec
SFO1        400.6230418 MHz
NUC1         1H
PL1          -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI          32768
SF          999.5126633 MHz
WDW         EM
SSB         0
LB          1.00 Hz
GB          0
PC          1.40

NO MRB plot parameters
CX          20.00 cm
FPP         219.000 MHz
T1          21120.00 Hz
FPP         -5.000 cm
F2          -583.05 Hz
HWHZ       30.75000 MHz/CP
VPCF       9801.59789 MHz/CP
    
```

EVP-M4A

B26: ¹³C-RMN, Espectro completo.



```

Current Data Parameters
NAME          EVM411
EXPNO        3
PROCNO       1

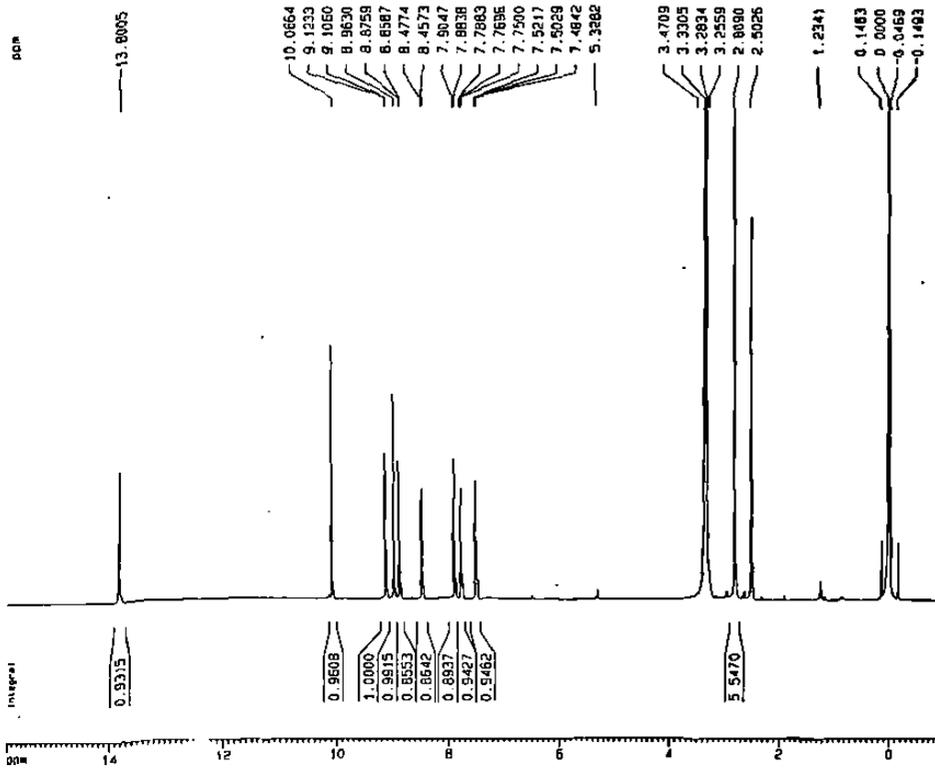
F2 - Acquisition Parameters
Date_        980409
Time         8 38
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm Huj100
PULPROG      zgpg30
TD           65536
SOLVENT      CH3O
NS           8192
DS           8
SWH          21951.725 Hz
FIDRES      0.329853 Hz
AQ          1.5204602 sec
RG          37768
DE          23.100 umsec
TE          300.2 K
d11         0.0380000 sec
d12         0.0002000 sec
PL12        18.00 dB
D1          2.0000000 sec
CPDPRG2     waltz16
PCPD2       185.00 umsec
SFO2        400.1318000 MHz
NUC2         13C
PL2          -3.00 dB
PL12        95.00 dB
P1          10.25 umsec
DE          0.00 umsec
SFO1        400.6230418 MHz
NUC1         1H
PL1          -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI          32768
SF          999.5126633 MHz
WDW         EM
SSB         0
LB          1.00 Hz
GB          0
PC          1.40

NO MRB plot parameters
CX          20.00 cm
FPP         219.000 MHz
T1          21120.00 Hz
FPP         -5.000 cm
F2          -583.05 Hz
HWHZ       30.75000 MHz/CP
VPCF       9801.59789 MHz/CP
    
```

WST-2KN 3ra. Recristalizada
RNN 1H

B27: ¹H-RMN. Espectro completo.



Current Data Parameters
NAME W5120m
EXPNO 2
PROCNO 1

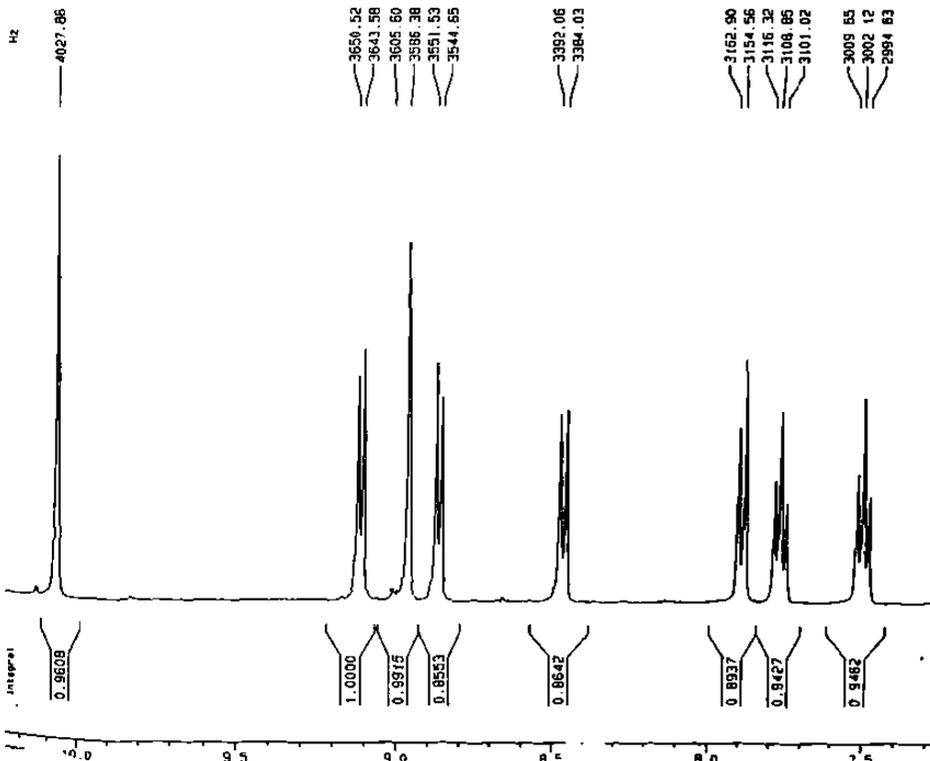
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980522
Time 18 46
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 64
DS 4
SWH 8012 820 Hz
FIDRES 0 244532 Hz
AQ 2 0447731 sec
RG 256
DN 62 400 usec
DE 0 00 usec
TE 300 0 K
D1 1 00000000 sec
P1 12 50 usec
DE 0 00 usec
SFO1 400 1324022 Hz
NUC1 1H
PL1 3 00 dB

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400 1300023 Hz
WDW EM
SSB 0
LB 0 30 Hz
GB 0
PC 1 00

10 MHz plot parameters
C1 20 00 cm
F1P 16 013 ppm
F1 6407 13 Hz
F2P -1 000 ppm
F2 -400 13 Hz
PPHCH 0 85064 ppm/cm
WZCH 340 36818 Hz/cm

WST-2KN 3ra. Recristalizada
RNN 1H

B28: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
NAME W5120m
EXPNO 2
PROCNO 1

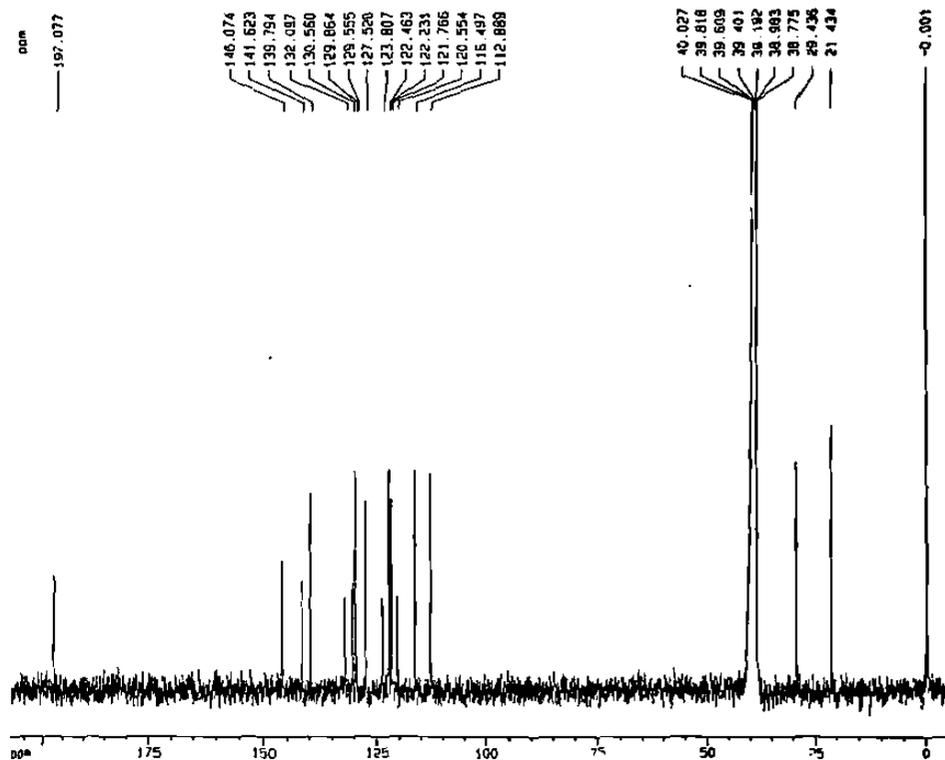
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980522
Time 18 46
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 64
DS 4
SWH 8012 820 Hz
FIDRES 0 244532 Hz
AQ 2 0447731 sec
RG 256
DN 62 400 usec
DE 0 00 usec
TE 300 0 K
D1 1 00000000 sec
P1 12 50 usec
DE 0 00 usec
SFO1 400 1324022 Hz
NUC1 1H
PL1 -3 00 dB

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400 1300023 Hz
WDW EM
SSB 0
LB 0 30 Hz
GB 0
PC 1 00

10 MHz plot parameters
C1 20 00 cm
F1P 16 013 ppm
F1 6407 13 Hz
F2P -1 000 ppm
F2 2901 67 Hz
PPHCH 0 15012 ppm/cm
WZCH 80 06699 Hz/cm

MST 2KM

B31: ¹³C-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
 NAME MST2km2
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 990528
 Time 9:48
 INSTRUM spect
 PROBN 5 mm MSL100
 PULPROG zgpg30
 TO 60536
 SOLVENT DMSO
 NS 16384
 DS 8
 SSI 21551.725 Hz
 FIDRES 0.378853 Hz
 AQ 1.5204852 sec
 RG 46364
 DR 23.268 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D11 0.8300000 sec
 d12 0.0003000 sec
 RL13 16.00 usec
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 POPP2 105.00 usec
 SFO2 400.1318000 MHz
 RUC2 1X
 PL2 -3.00 dB
 PL12 15.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 100.6230416 MHz
 RUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

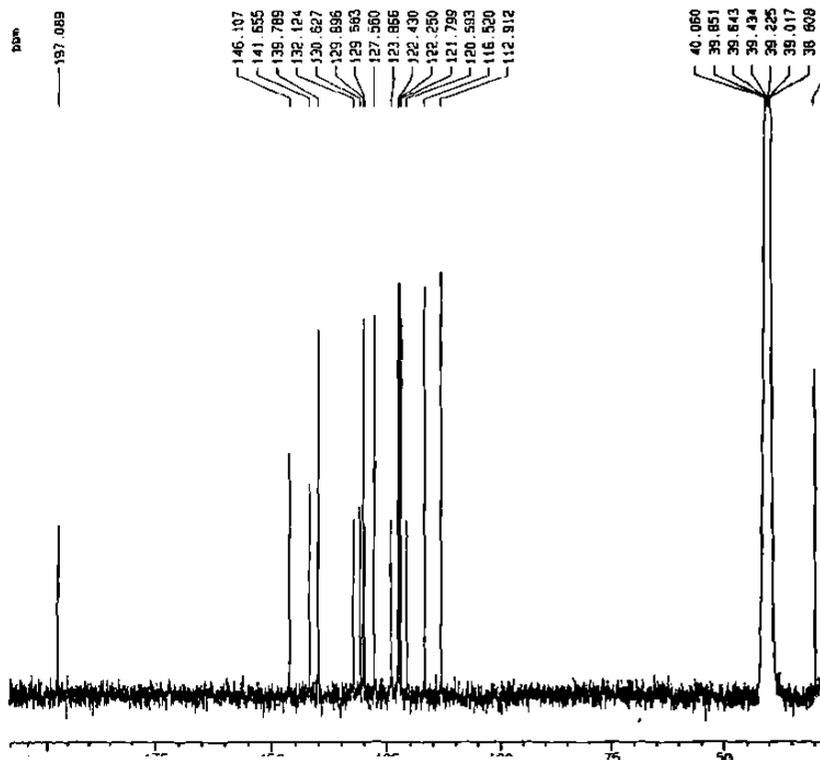
F2 - Processing parameters

SI 32768
 SF 100.6182776 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 3.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

90 MHz list parameters
 CX 20.00 cm
 FSP 200.820 ppm
 F1 20990.70 Hz
 F2 -5.576 ppm
 F2 18.0157 Hz
 RMC1 10 71823 ppm/cn
 RMC2 1077 58816 ppm/cn

MST-2KM 3ra. recristal12800
Cm 13C

B32: ¹³C-RMN, Amplificación.



Current Data Parameters
 NAME MST2km2
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 990524
 Time 15:04
 INSTRUM spect
 PROBN 5 mm MSL100
 PULPROG zgpg30
 TO 60536
 SOLVENT DMSO
 NS 81828
 DS 8
 SSI 21551.725 Hz
 FIDRES 0.378853 Hz
 AQ 1.5204852 sec
 RG 32768
 DR 23.268 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D11 0.8300000 sec
 d12 0.0003000 sec
 RL13 16.00 usec
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 POPP2 105.00 usec
 SFO2 400.1318000 MHz
 RUC2 1X
 PL2 -3.00 dB
 PL12 15.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 100.6230416 MHz
 RUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

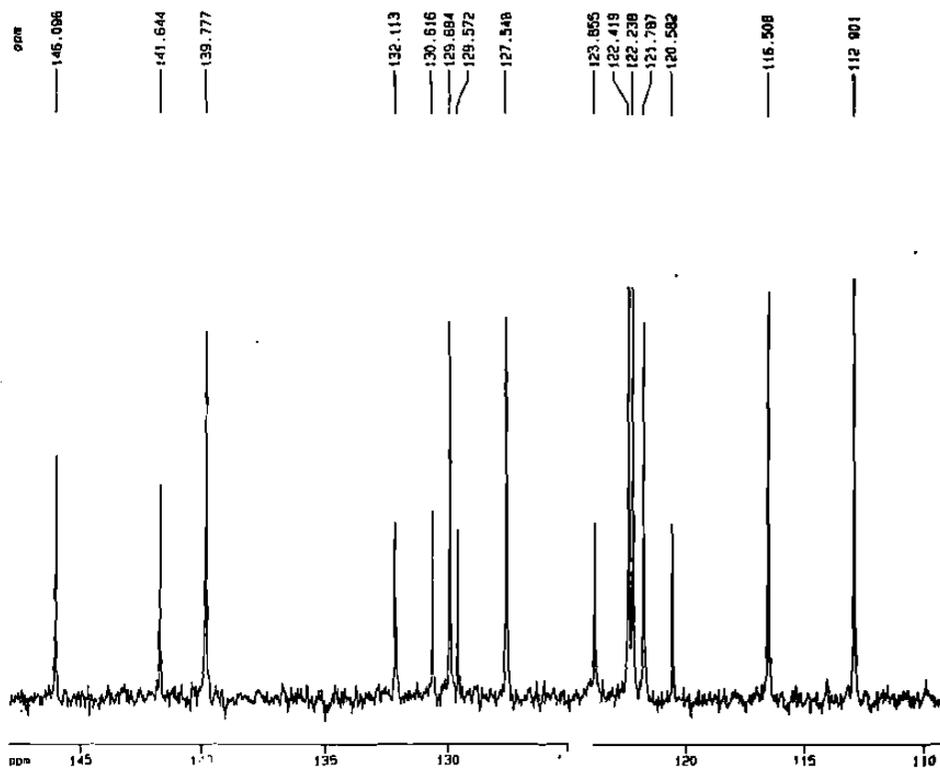
F2 - Processing parameters

SI 32768
 SF 100.6182776 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 3.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

90 MHz list parameters
 CX 20.00 cm
 FSP 210.000 ppm
 F1 21678.00 Hz
 F2 0.000 ppm
 F2 0.00 Hz
 RMC1 10 50080 ppm/cn
 RMC2 9856 43488 ppm/cn

WST-2KM 3ra. recristalizada
nm 13C

B33: ¹³C-RMN, Ampliación de la
región de aromáticos.



Current Data Parameters
NAME WST200a
EXPNO 3
PROCNO 1

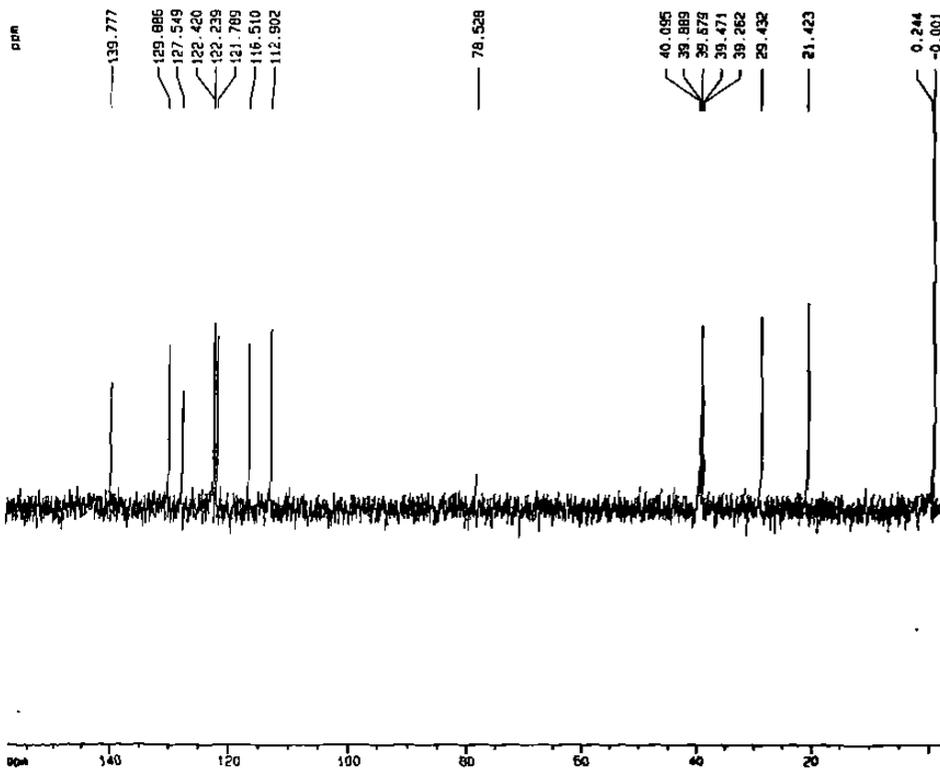
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980524
Time 15 04
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multifly
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 81629
DS 8
SWH 21251.725 Hz
FIDRES 0.320853 Hz
AQ 1.5004952 sec
RG 32768
OR 23.200 usec
OE 8.00 usec
TE 300.0 K
SI 0.030000 sec
Sf2 0.0080200 sec
PL12 16.00 dB
SI 2.0000000 sec
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 105.00 usec
SFO2 400.1318005 MHz
NUC2 13
P12 -3.00 dB
P12 16.00 dB
P1 10.25 usec
OE 8.00 usec
SFO1 100.626106 MHz
NUC1 13C
PL1 1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.626106 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

30 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
FAP 148.266 mm
F1 1491.749 Hz
F2 109.109 mm
FRQ1 100.626106 MHz
FRQ2 100.626106 MHz
ALPHA 197.00489 Hz/cm

WST2KM
dept 135

B34: ¹³C-RMN, DEPT-135.



Current Data Parameters
NAME WST200a
EXPNO 3
PROCNO 1

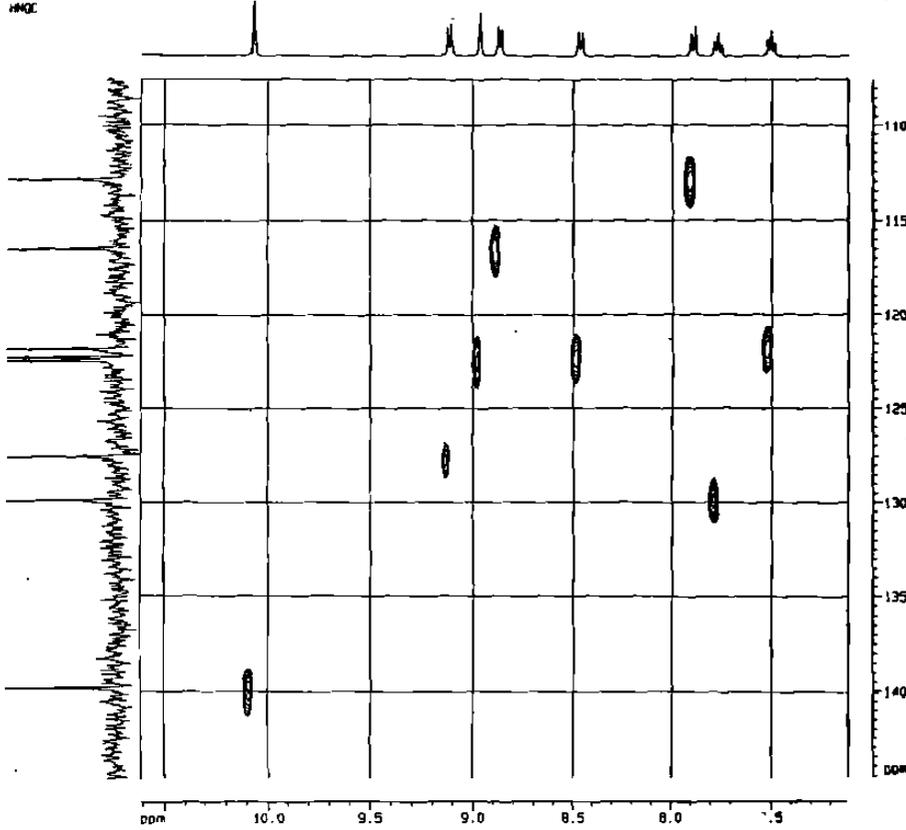
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 980524
Time 15 30
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multifly
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 81629
DS 8
SWH 18189.200 Hz
FIDRES 0.493812 Hz
AQ 1.0129812 sec
RG 32768
OR 26.300 usec
OE 8.00 usec
TE 300.0 K
SI 0.030000 sec
Sf2 0.0080200 sec
PL12 -3.00 dB
P12 16.00 dB
P1 10.25 usec
OE 8.00 usec
SFO1 100.626106 MHz
NUC1 13C
PL1 -3.00 dB
P12 16.00 dB
TE 8.00 usec
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 105.00 usec

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.626106 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

30 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
FAP 120.040 mm
F1 1391.51 Hz
F2 -1.005 mm
FRQ1 100.626106 MHz
FRQ2 100.626106 MHz
ALPHA 197.00489 Hz/cm

Cloruro de indoloquinolizina
HMOC

B37: HMOC, Ampliación.



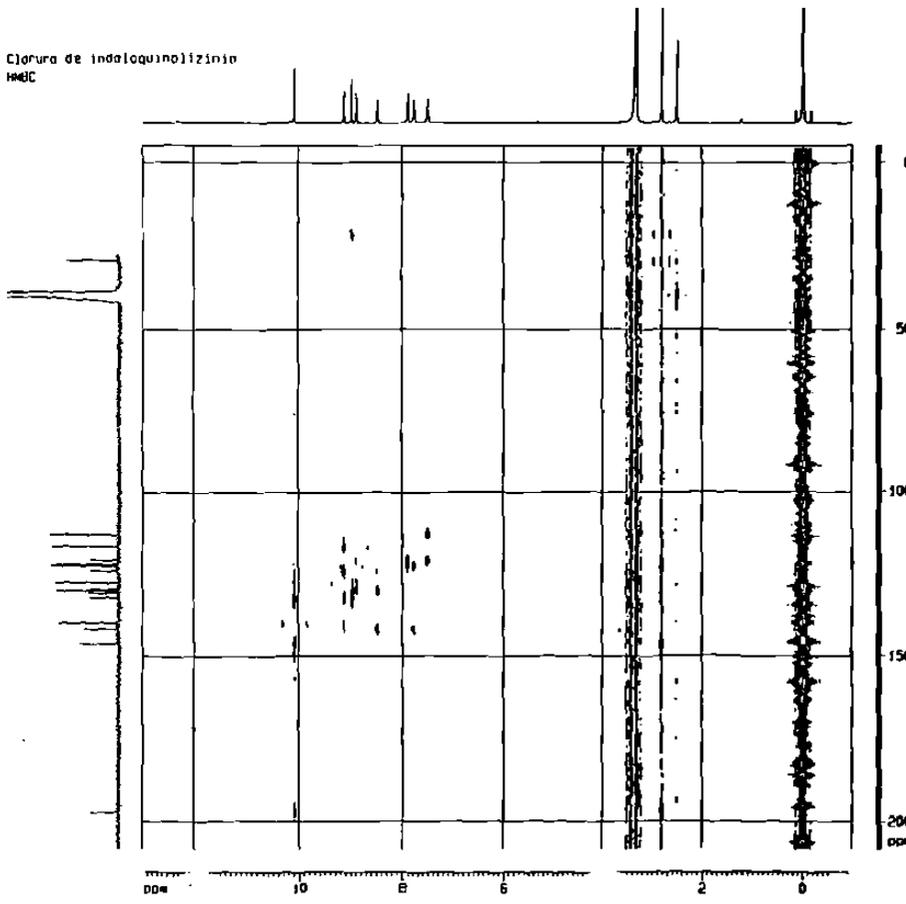
```

Current Data Parameters
Name: B37
Date: 11/11/2011
Time: 10:00:00
Acquisition Parameters
F2 - Acquisition Parameters
Date_ Acq: 11/11/2011
Time_ Acq: 10:00:00
Instr: spect
Proc: 1
F2 - Processing parameters
Date_ Proc: 11/11/2011
Time_ Proc: 10:00:00
F2 - Acquisition Parameters
Date_ Acq: 11/11/2011
Time_ Acq: 10:00:00
Instr: spect
Proc: 1
F2 - Processing parameters
Date_ Proc: 11/11/2011
Time_ Proc: 10:00:00

```

Cloruro de indoloquinolizina
HMBC

B38: HMBC.



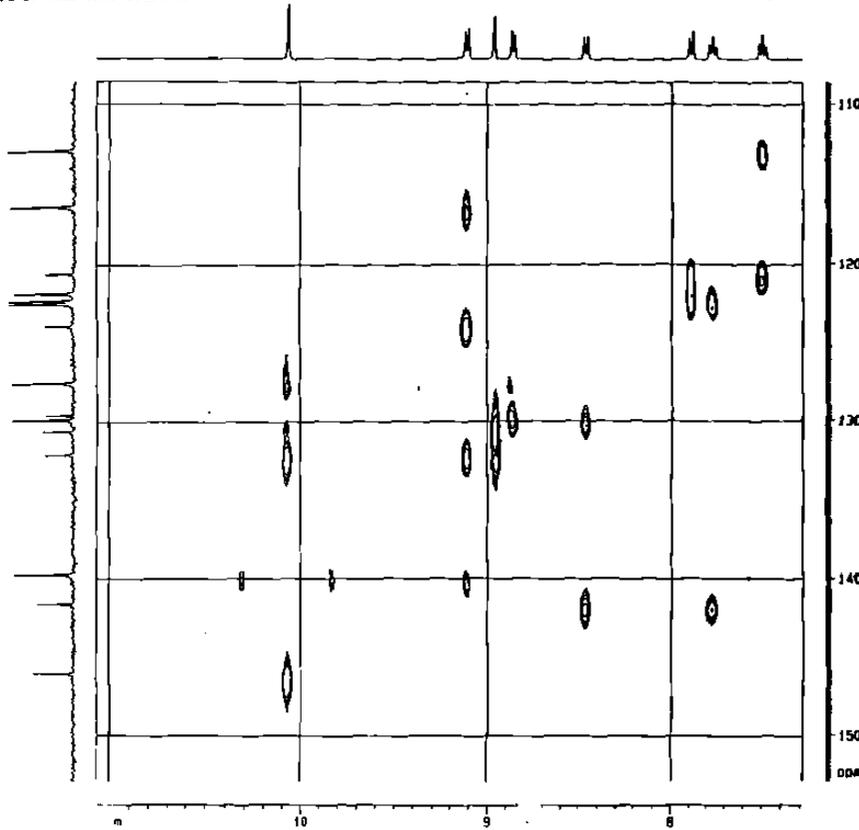
```

Current Data Parameters
Name: B38
Date: 11/11/2011
Time: 10:00:00
Acquisition Parameters
F2 - Acquisition Parameters
Date_ Acq: 11/11/2011
Time_ Acq: 10:00:00
Instr: spect
Proc: 1
F2 - Processing parameters
Date_ Proc: 11/11/2011
Time_ Proc: 10:00:00
F2 - Acquisition Parameters
Date_ Acq: 11/11/2011
Time_ Acq: 10:00:00
Instr: spect
Proc: 1
F2 - Processing parameters
Date_ Proc: 11/11/2011
Time_ Proc: 10:00:00

```

Cloruro de indoloquinolizina
HMBC

B39: HMBC, Ampliación.

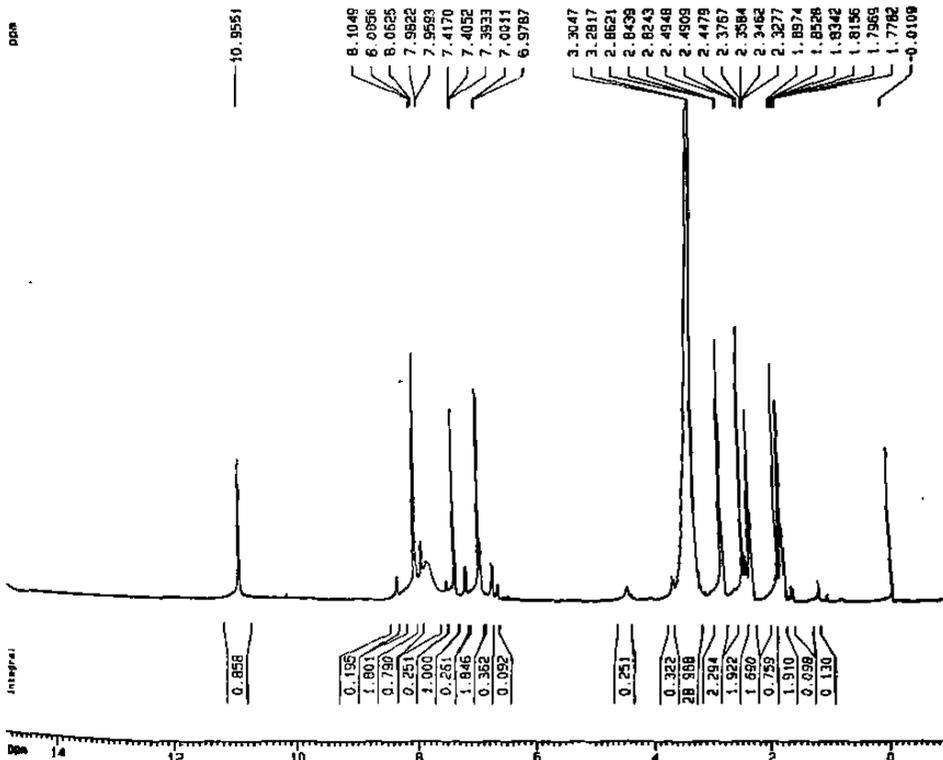


```

Current Data Parameters
NAME          B39
EXPNO        1
PROCNO       1
F2 - Acquisition Parameters
Date_        980201
Time         15 31
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm MiltiPw
PULPROG      zgpg30
TD           32768
SOLVENT      DMSO
NS           4
DS           6410 256 Hz
SI           0 105625 Hz
FIDRES       2 5259548 sec
AQ           1148 A
RG           78 000 usec
DE           8 00 usec
TE           300 0 K
D1           1 00000000 sec
P1           12 50 usec
DE           8 00 usec
SF          400 1326024 MHz
NUC1         1H
RL1          -3 00 dB
F2 - Processing parameters
SI           15384
SF           400 1326024 MHz
WDW          EM
SSB           0
LB           0 30 Hz
GB           0
PC           1 00
SI - 1H NMR parameters
CX           20 00 cm
FSP          14 997 ppm
F1           9500 81 Hz
F2           -1 023 ppm
F3           -405 44 Hz
RFWDW        0 00 1421 exp/pt
AQ           30 51200 Hz/cx
  
```

EVPKJUT

B40: ¹H-RMN, Espectro completo.

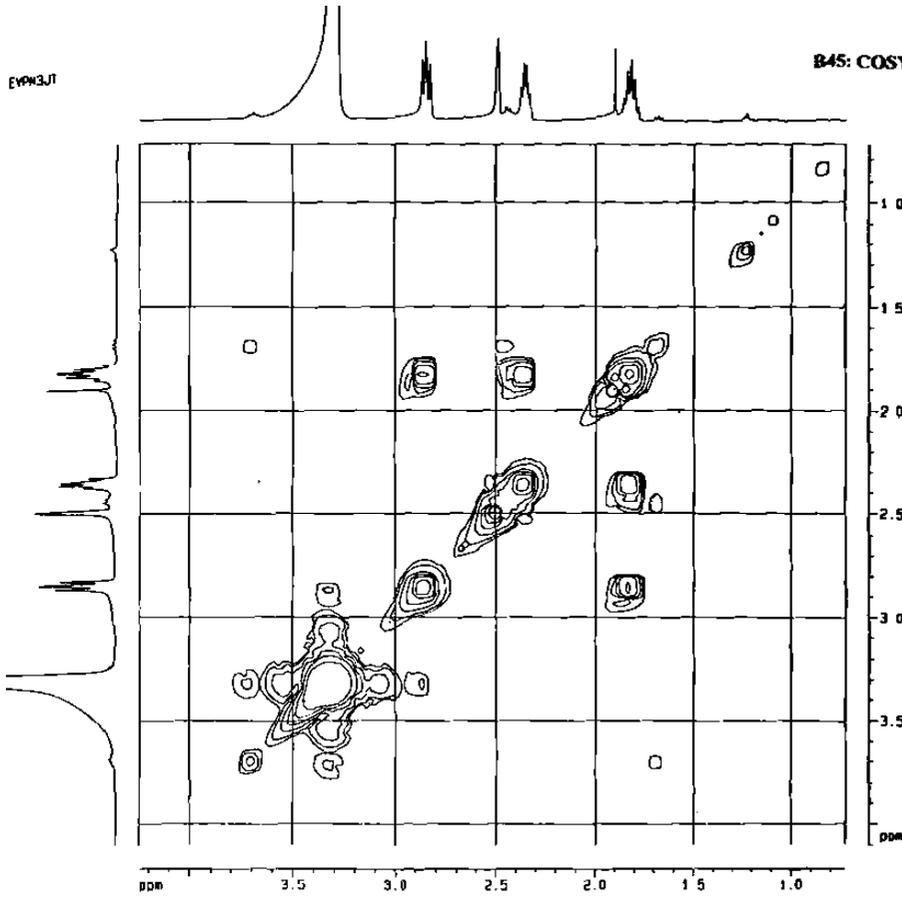


```

Current Data Parameters
NAME          EVPKJUT
EXPNO        1
PROCNO       1
F2 - Acquisition Parameters
Date_        980201
Time         15 31
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm MiltiPw
PULPROG      zgpg30
TD           32768
SOLVENT      DMSO
NS           4
DS           6410 256 Hz
SI           0 105625 Hz
FIDRES       2 5259548 sec
AQ           1148 A
RG           78 000 usec
DE           8 00 usec
TE           300 0 K
D1           1 00000000 sec
P1           12 50 usec
DE           8 00 usec
SF          400 1326024 MHz
NUC1         1H
RL1          -3 00 dB
F2 - Processing parameters
SI           15384
SF           400 1326024 MHz
WDW          EM
SSB           0
LB           0 30 Hz
GB           0
PC           1 00
SI - 1H NMR parameters
CX           20 00 cm
FSP          14 997 ppm
F1           9500 81 Hz
F2           -1 023 ppm
F3           -405 44 Hz
RFWDW        0 00 1421 exp/pt
AQ           30 51200 Hz/cx
  
```


EVPN3JT

B45: COSY. Ampliación.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPN3JT
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990202
Time     3 01
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HLLYH
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        32
DS        4
SWH       407.892 MHz
FIDRES    0.00041 Hz
AQ        0.00024 sec
RG         512
GB         0
PC         1.00
SFO1      400.146 MHz
NUC1      13C
NUC2      1H
PC1       0.00 sec
PC2       0.00024 sec

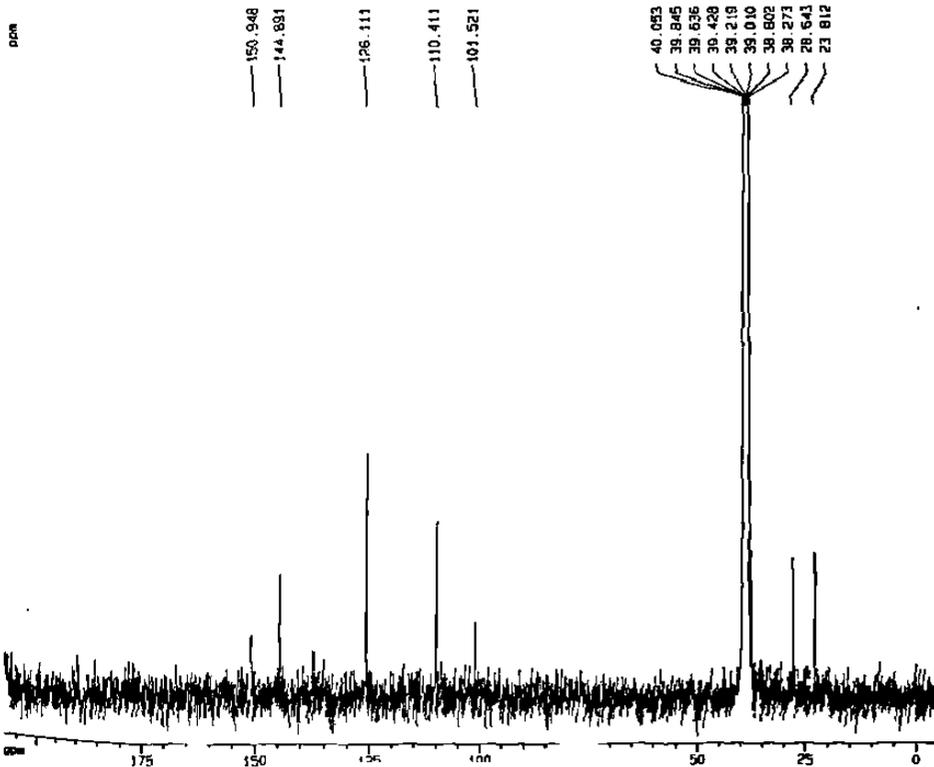
F1 - Acquisition parameters
SI        1
SF        400.146 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00

F3 - Processing parameters
SI        1
SF        400.146 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00

30 MHz 13C parameters
SI        15
SF        125.760 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00
SFO1      100.626418 MHz
NUC1      13C
NUC2      1H
PC1       -1.00 sec
PC2       0.00024 sec
    
```

EVPN3JT

B46: ¹³C-RMN, Espectro completo.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPN3JT
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990202
Time     3 01
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HLLYH
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        32
DS        4
SWH       2101.725 MHz
FIDRES    0.057708 MHz
AQ        0.00024 sec
RG         512
GB         0
PC         1.00
SFO1      400.146 MHz
NUC1      13C
NUC2      1H
PC1       0.00 sec
PC2       0.00024 sec

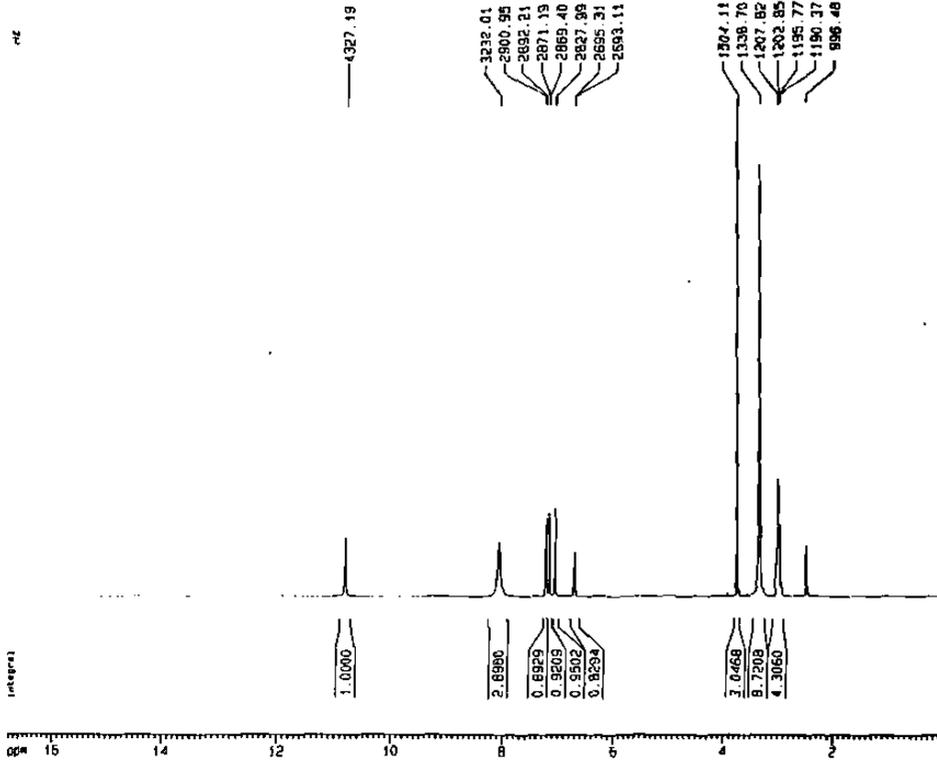
F1 - Acquisition parameters
SI        1
SF        400.146 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00

F3 - Processing parameters
SI        15
SF        125.760 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00

30 MHz 13C parameters
SI        15
SF        125.760 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         3.00 Hz
GB         0
PC         1.00
SFO1      100.626418 MHz
NUC1      13C
NUC2      1H
PC1       -1.00 sec
PC2       0.00024 sec
    
```

HMT

B47: ¹H-RMN, Espectro completa.



Current Data Parameters
NAME HMT
EXPNO 1
PROCNO 1

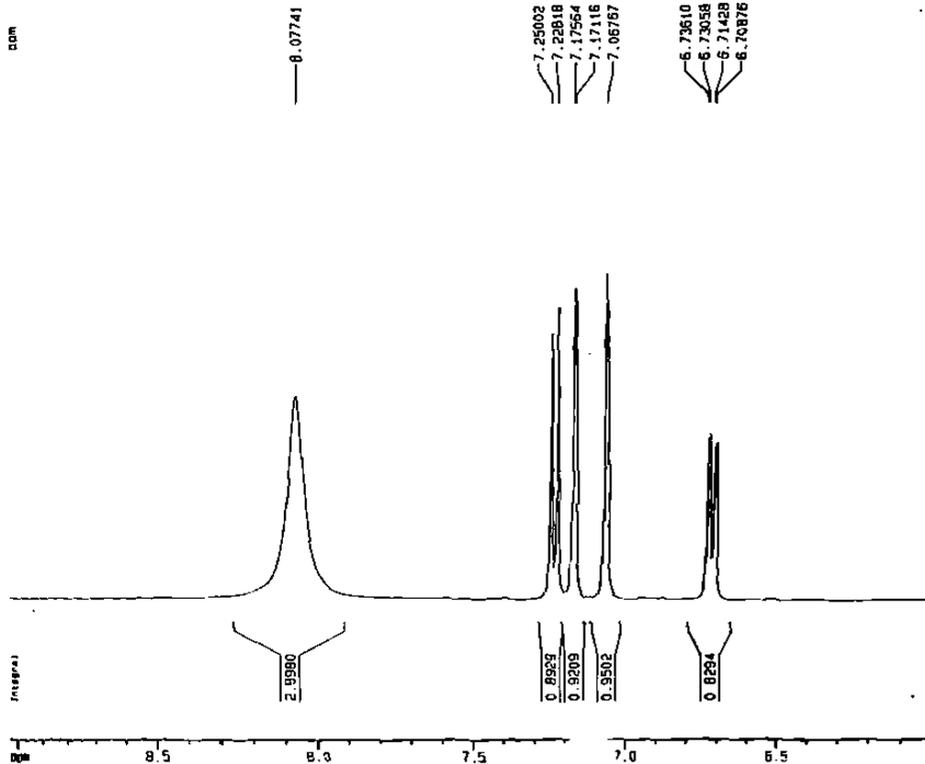
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990518
Time 14 58
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multiv
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 32
DS 4
SFO 6775.068 Hz
FIDRES 0.206728 Hz
AQ 2.4183283 sec
RG 181
Dw 73.800 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.0000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.133017 MHz
HXC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing Parameters
SI 16384
SF 400.1300089 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.38 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR list parameters
C1 20.00 cm
F1P 16.946 ppm
F1 6780.42 Hz
F2P 0.000 ppm
F2 0.00 Hz
PPM0 0.8428 ppm/cm
HZCM 328.02075 Hz/cm

HMT

B48: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
NAME HMT
EXPNO 1
PROCNO 1

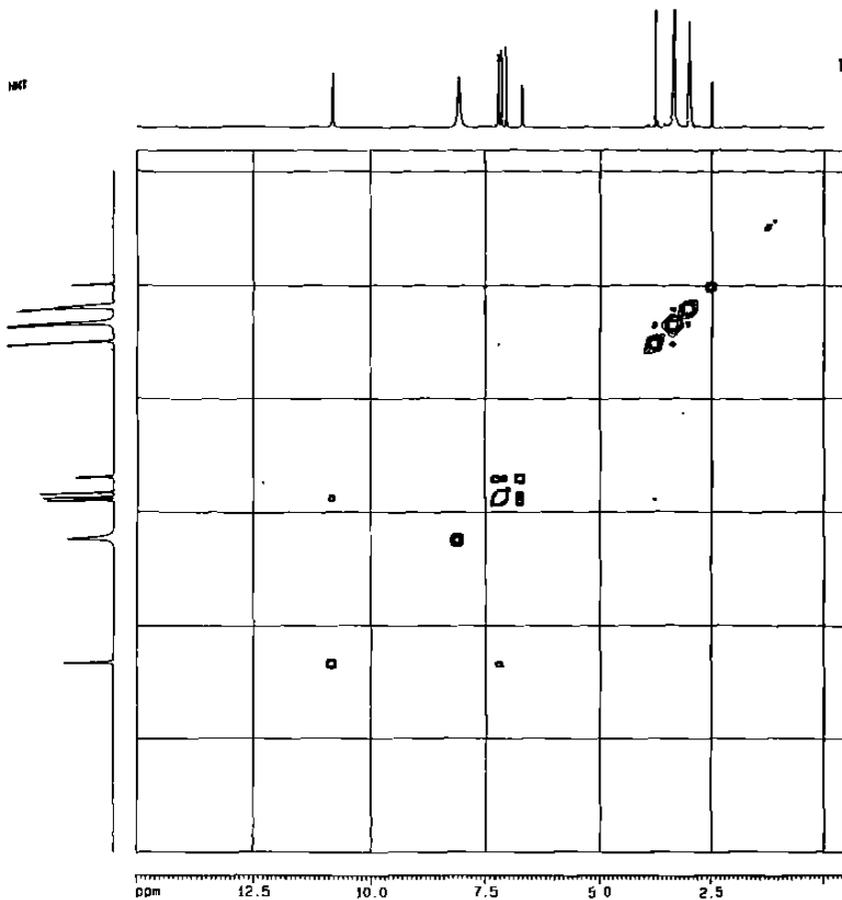
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990518
Time 14 58
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multiv
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 32
DS 4
SFO 6775.068 Hz
FIDRES 0.206728 Hz
AQ 2.4183283 sec
RG 181
Dw 73.800 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.0000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.133017 MHz
HXC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing Parameters
SI 16384
SF 400.1300089 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.38 Hz
GB 0
PC 1.00

1D NMR list parameters
C1 20.00 cm
F1P 9.073 ppm
F1 3614.33 Hz
F2P 5.987 ppm
F2 2395.45 Hz
PPM0 0.15231 ppm/cm
HZCM 80.94395 Hz/cm

18F

B49: COSY complete.



```

Current Data Parameters
NAME          B49
EXPNO         2
PROCNO        1

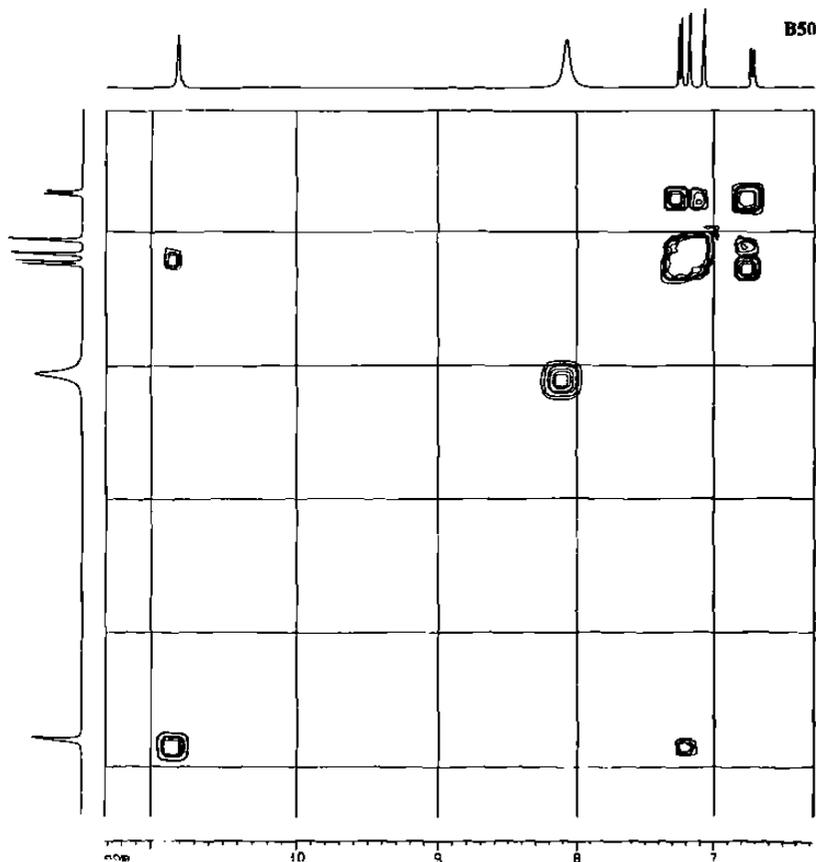
F2 Acquisition Parameters
Date_         990308
Time          15.00
INSTRUM       spect
PROBHD        5 mm BBO114
PULPROG       zgpg30
TD            65536
SOLVENT       DMSO
NS            640
DS            4
SWH            6580.170 Hz
F2OFF         0.000000 Hz
AQ            0.0079071 sec
RG            512.0
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00
RG2           320.0
SI            0.000000 sec
SF            500.136090 MHz
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00

F1 - Acquisition Parameters
SI            512
SF            500.136090 MHz
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00

2D sub data parameters
CQ1           15.00 sec
CQ2           15.00 sec
F2L0          0.000000 Hz
F2L1          0.000000 Hz
F2L2          0.000000 Hz
F2L3          0.000000 Hz
F2L4          0.000000 Hz
F2L5          0.000000 Hz
F2L6          0.000000 Hz
F2L7          0.000000 Hz
F2L8          0.000000 Hz
F2L9          0.000000 Hz
F2L10         0.000000 Hz
F2L11         0.000000 Hz
F2L12         0.000000 Hz
F2L13         0.000000 Hz
F2L14         0.000000 Hz
F2L15         0.000000 Hz
F2L16         0.000000 Hz
F2L17         0.000000 Hz
F2L18         0.000000 Hz
F2L19         0.000000 Hz
F2L20         0.000000 Hz
F2L21         0.000000 Hz
F2L22         0.000000 Hz
F2L23         0.000000 Hz
F2L24         0.000000 Hz
F2L25         0.000000 Hz
F2L26         0.000000 Hz
F2L27         0.000000 Hz
F2L28         0.000000 Hz
F2L29         0.000000 Hz
F2L30         0.000000 Hz
F2L31         0.000000 Hz
F2L32         0.000000 Hz
F2L33         0.000000 Hz
F2L34         0.000000 Hz
F2L35         0.000000 Hz
F2L36         0.000000 Hz
F2L37         0.000000 Hz
F2L38         0.000000 Hz
F2L39         0.000000 Hz
F2L40         0.000000 Hz
F2L41         0.000000 Hz
F2L42         0.000000 Hz
F2L43         0.000000 Hz
F2L44         0.000000 Hz
F2L45         0.000000 Hz
F2L46         0.000000 Hz
F2L47         0.000000 Hz
F2L48         0.000000 Hz
F2L49         0.000000 Hz
F2L50         0.000000 Hz
F2L51         0.000000 Hz
F2L52         0.000000 Hz
F2L53         0.000000 Hz
F2L54         0.000000 Hz
F2L55         0.000000 Hz
F2L56         0.000000 Hz
F2L57         0.000000 Hz
F2L58         0.000000 Hz
F2L59         0.000000 Hz
F2L60         0.000000 Hz
F2L61         0.000000 Hz
F2L62         0.000000 Hz
F2L63         0.000000 Hz
F2L64         0.000000 Hz
F2L65         0.000000 Hz
F2L66         0.000000 Hz
F2L67         0.000000 Hz
F2L68         0.000000 Hz
F2L69         0.000000 Hz
F2L70         0.000000 Hz
F2L71         0.000000 Hz
F2L72         0.000000 Hz
F2L73         0.000000 Hz
F2L74         0.000000 Hz
F2L75         0.000000 Hz
F2L76         0.000000 Hz
F2L77         0.000000 Hz
F2L78         0.000000 Hz
F2L79         0.000000 Hz
F2L80         0.000000 Hz
F2L81         0.000000 Hz
F2L82         0.000000 Hz
F2L83         0.000000 Hz
F2L84         0.000000 Hz
F2L85         0.000000 Hz
F2L86         0.000000 Hz
F2L87         0.000000 Hz
F2L88         0.000000 Hz
F2L89         0.000000 Hz
F2L90         0.000000 Hz
F2L91         0.000000 Hz
F2L92         0.000000 Hz
F2L93         0.000000 Hz
F2L94         0.000000 Hz
F2L95         0.000000 Hz
F2L96         0.000000 Hz
F2L97         0.000000 Hz
F2L98         0.000000 Hz
F2L99         0.000000 Hz
F2L100        0.000000 Hz
  
```

18F

B50: COSY, Ampliación.



```

Current Data Parameters
NAME          B50
EXPNO         2
PROCNO        1

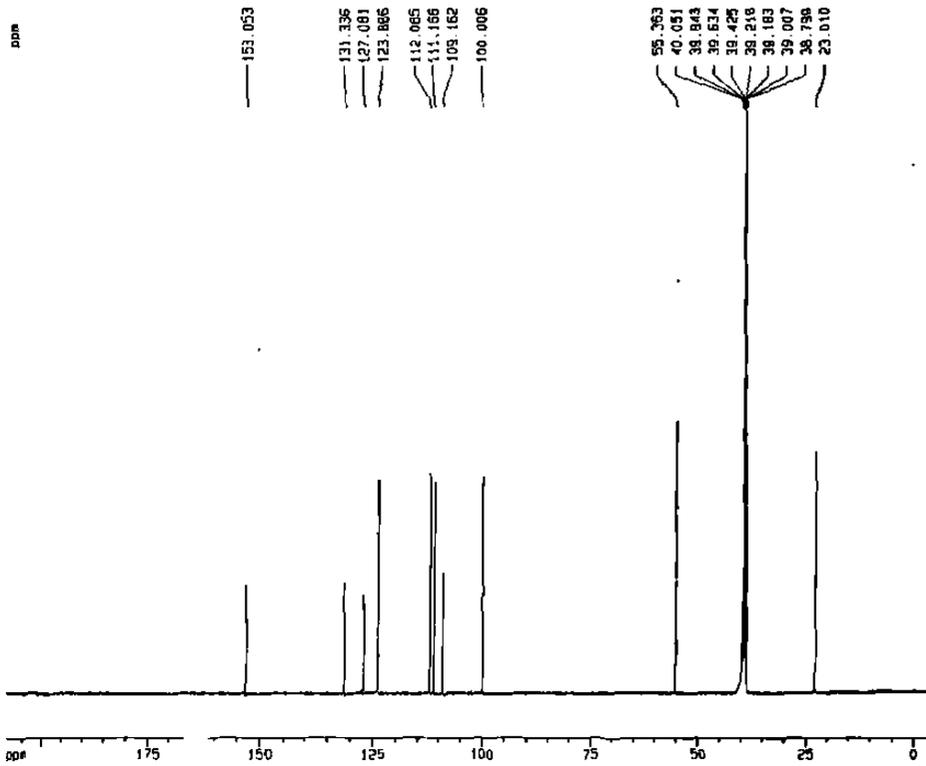
F2 Acquisition Parameters
Date_         990308
Time          15.00
INSTRUM       spect
PROBHD        5 mm BBO114
PULPROG       zgpg30
TD            65536
SOLVENT       DMSO
NS            640
DS            4
SWH            6580.170 Hz
F2OFF         0.000000 Hz
AQ            0.0079071 sec
RG            512.0
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00
RG2           320.0
SI            0.000000 sec
SF            500.136090 MHz
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00

F1 - Acquisition Parameters
SI            512
SF            500.136090 MHz
WDW            EM
SSB            0
LB             0.00 Hz
GB             0.00 Hz
PC            1.00

2D sub data parameters
CQ1           15.00 sec
CQ2           15.00 sec
F2L0          0.000000 Hz
F2L1          0.000000 Hz
F2L2          0.000000 Hz
F2L3          0.000000 Hz
F2L4          0.000000 Hz
F2L5          0.000000 Hz
F2L6          0.000000 Hz
F2L7          0.000000 Hz
F2L8          0.000000 Hz
F2L9          0.000000 Hz
F2L10         0.000000 Hz
F2L11         0.000000 Hz
F2L12         0.000000 Hz
F2L13         0.000000 Hz
F2L14         0.000000 Hz
F2L15         0.000000 Hz
F2L16         0.000000 Hz
F2L17         0.000000 Hz
F2L18         0.000000 Hz
F2L19         0.000000 Hz
F2L20         0.000000 Hz
F2L21         0.000000 Hz
F2L22         0.000000 Hz
F2L23         0.000000 Hz
F2L24         0.000000 Hz
F2L25         0.000000 Hz
F2L26         0.000000 Hz
F2L27         0.000000 Hz
F2L28         0.000000 Hz
F2L29         0.000000 Hz
F2L30         0.000000 Hz
F2L31         0.000000 Hz
F2L32         0.000000 Hz
F2L33         0.000000 Hz
F2L34         0.000000 Hz
F2L35         0.000000 Hz
F2L36         0.000000 Hz
F2L37         0.000000 Hz
F2L38         0.000000 Hz
F2L39         0.000000 Hz
F2L40         0.000000 Hz
F2L41         0.000000 Hz
F2L42         0.000000 Hz
F2L43         0.000000 Hz
F2L44         0.000000 Hz
F2L45         0.000000 Hz
F2L46         0.000000 Hz
F2L47         0.000000 Hz
F2L48         0.000000 Hz
F2L49         0.000000 Hz
F2L50         0.000000 Hz
F2L51         0.000000 Hz
F2L52         0.000000 Hz
F2L53         0.000000 Hz
F2L54         0.000000 Hz
F2L55         0.000000 Hz
F2L56         0.000000 Hz
F2L57         0.000000 Hz
F2L58         0.000000 Hz
F2L59         0.000000 Hz
F2L60         0.000000 Hz
F2L61         0.000000 Hz
F2L62         0.000000 Hz
F2L63         0.000000 Hz
F2L64         0.000000 Hz
F2L65         0.000000 Hz
F2L66         0.000000 Hz
F2L67         0.000000 Hz
F2L68         0.000000 Hz
F2L69         0.000000 Hz
F2L70         0.000000 Hz
F2L71         0.000000 Hz
F2L72         0.000000 Hz
F2L73         0.000000 Hz
F2L74         0.000000 Hz
F2L75         0.000000 Hz
F2L76         0.000000 Hz
F2L77         0.000000 Hz
F2L78         0.000000 Hz
F2L79         0.000000 Hz
F2L80         0.000000 Hz
F2L81         0.000000 Hz
F2L82         0.000000 Hz
F2L83         0.000000 Hz
F2L84         0.000000 Hz
F2L85         0.000000 Hz
F2L86         0.000000 Hz
F2L87         0.000000 Hz
F2L88         0.000000 Hz
F2L89         0.000000 Hz
F2L90         0.000000 Hz
F2L91         0.000000 Hz
F2L92         0.000000 Hz
F2L93         0.000000 Hz
F2L94         0.000000 Hz
F2L95         0.000000 Hz
F2L96         0.000000 Hz
F2L97         0.000000 Hz
F2L98         0.000000 Hz
F2L99         0.000000 Hz
F2L100        0.000000 Hz
  
```

HMT

B51: ¹³C-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
NAME HMT
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 199516
Time 21 43
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinn
PULPROG zgpg
TD 7998
TO 02536
SOLVENT DMSO
NS 11182
DS 4
SWH 23201.725 Hz
FIDRES 0.30853 Hz
AQ 1.5204952 sec
RG 16384
CB 23.290 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
d11 0.8300000 sec
d12 0.0002000 sec
PL13 16.00 dB
DI 2.0000000 sec
CPDPRG2 waltz16
RCY2 100.00 usec
SFO2 400.1315000 MHz
NUC2 13
PL2 -3.00 dB
PL12 18.00 dB
PI 10.75 usec
TE 8.00 usec
SFO1 100.6251338 MHz
NUC1 13C
PL1 1.00 dB

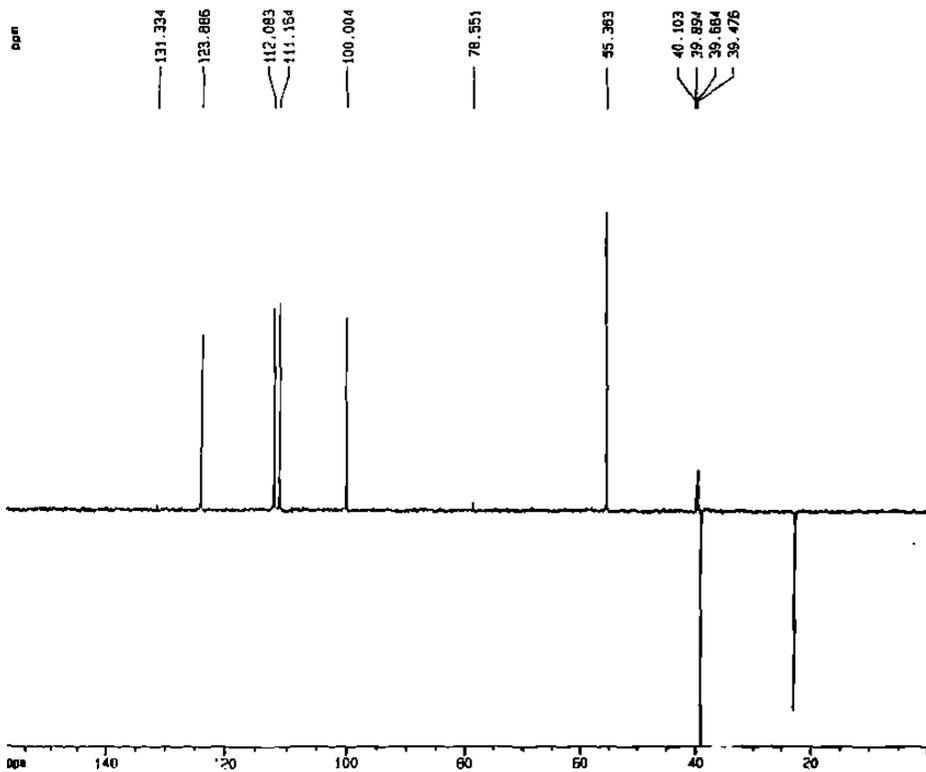
F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6126294 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

SI MRB data parameters
CA 20.00 cm
F1P 210.000 ppm
F1 21028.08 MHz
F2P -5.000 ppm
F2 -50.000 MHz
PCPD 10.75000 mm/cm
WCH 100.158700 MHz/cm

Dept 135

HMT

B52: ¹³C-RMN, DEPT-135.

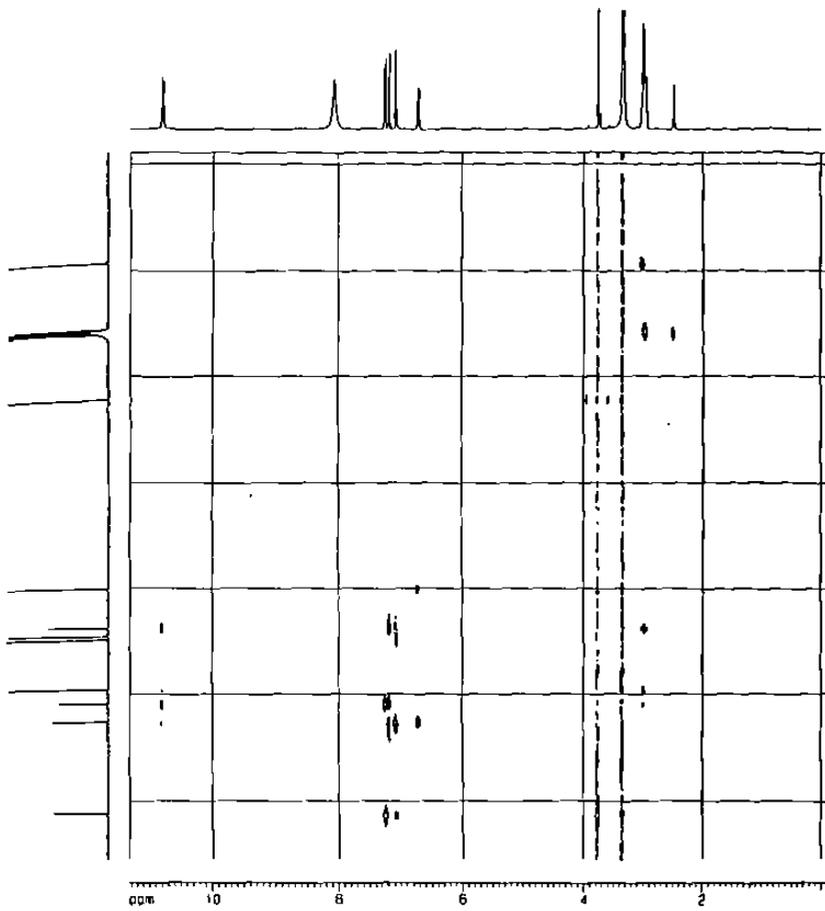


Current Data Parameters
NAME HMT
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 199518
Time 7 48
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinn
PULPROG zgpg135
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 6182
DS 0
SWH 16181.229 Hz
FIDRES 0.452012 Hz
AQ 1.0125012 sec
RG 32768
CB 36.894 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
d1 10.25 usec
d2 20.5 usec
d3 12.50 usec
d4 25.0 usec
CHST2 140.0000000
d2 0.0034803 sec
d12 0.0002000 sec
DELTA 0.0001311 sec
DI 2.0000000 sec
PL2 -3.00 dB
SFO2 400.1315000 MHz
NUC2 13
SFO1 100.6267277 MHz
NUC1 13C
PL1 -1.00 dB
PL12 10.00 dB
PI 6.00 usec

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6126294 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

SI MRB data parameters
CA 20.00 cm
F1P 130.941 ppm
F1 13290.10 MHz
F2P 1.000 ppm
F2 100.131 MHz
PCPD 0.04134 mm/cm
WCH 100.158700 MHz/cm

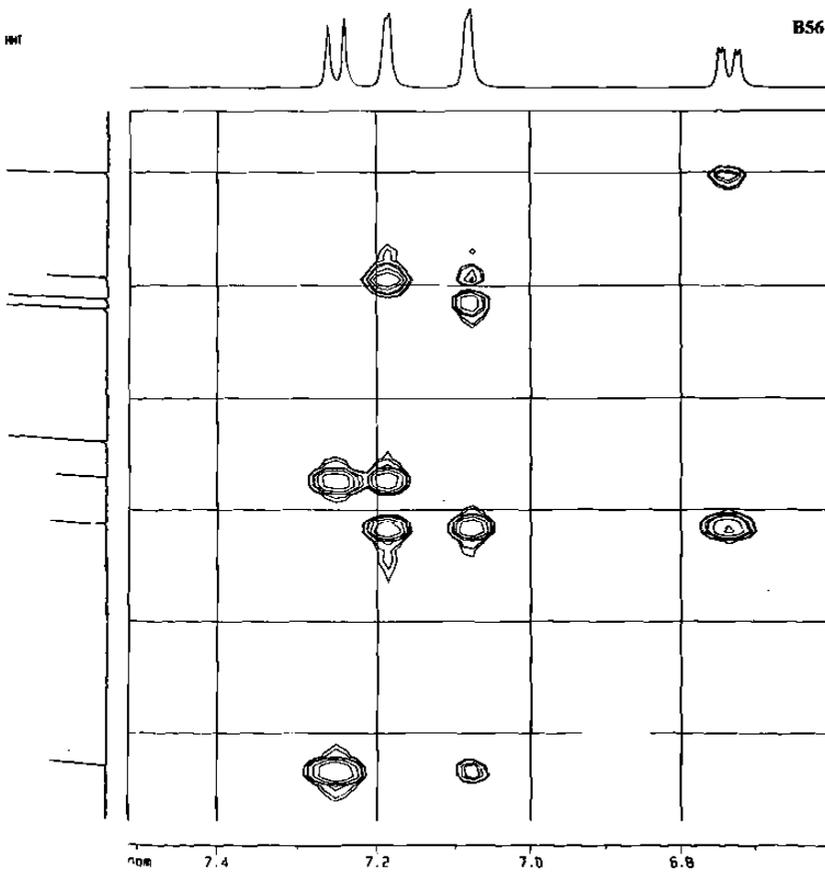


B56: HMBC.

```

Current Data Parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20100810
Time     12.34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO
PULPROG  zgpg30
PCPDPRG2
AQ       0.05000000
SFO      400
AQ2      0.05000000
SFO2     100
RG        655
AQ3      0.05000000
SFO3     400
RG2      655
RG3      655
AQ4      0.05000000
SFO4     100
RG4      655
AQ5      0.05000000
SFO5     400
RG5      655
AQ6      0.05000000
SFO6     100
RG6      655
AQ7      0.05000000
SFO7     400
RG7      655
F3 - Processing parameters
SI      32768
SF      400000000.00000000
WDW      EM
SSB      0
GB       0
PC      1.00
SC      0
F4 - Acquisition parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20100810
Time     12.34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO
PULPROG  zgpg30
PCPDPRG2
AQ       0.05000000
SFO      400
AQ2      0.05000000
SFO2     100
RG        655
AQ3      0.05000000
SFO3     400
RG2      655
RG3      655
AQ4      0.05000000
SFO4     100
RG4      655
AQ5      0.05000000
SFO5     400
RG5      655
AQ6      0.05000000
SFO6     100
RG6      655
AQ7      0.05000000
SFO7     400
RG7      655
F3 - Processing parameters
SI      32768
SF      400000000.00000000
WDW      EM
SSB      0
GB       0
PC      1.00
SC      0
F4 - Acquisition parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20100810
Time     12.34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO
PULPROG  zgpg30
PCPDPRG2
AQ       0.05000000
SFO      400
AQ2      0.05000000
SFO2     100
RG        655
AQ3      0.05000000
SFO3     400
RG2      655
RG3      655
AQ4      0.05000000
SFO4     100
RG4      655
AQ5      0.05000000
SFO5     400
RG5      655
AQ6      0.05000000
SFO6     100
RG6      655
AQ7      0.05000000
SFO7     400
RG7      655
F3 - Processing parameters
SI      32768
SF      400000000.00000000
WDW      EM
SSB      0
GB       0
PC      1.00
SC      0
F4 - Acquisition parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1

```



B56: HMBC, Ampliación.

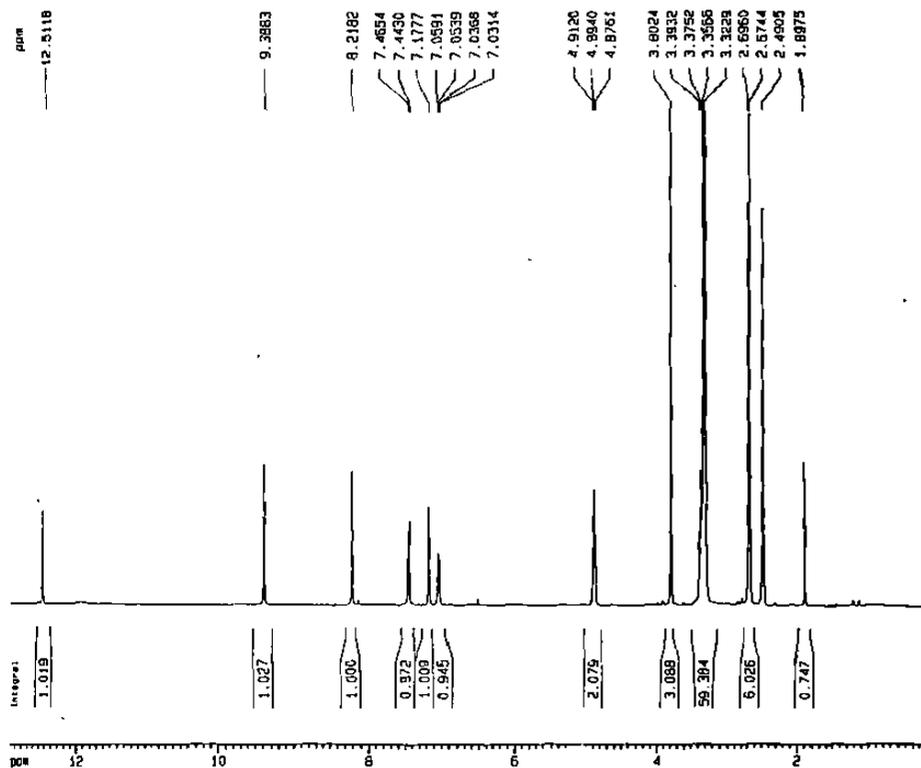
```

Current Data Parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20100810
Time     12.34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO
PULPROG  zgpg30
PCPDPRG2
AQ       0.05000000
SFO      400
AQ2      0.05000000
SFO2     100
RG        655
AQ3      0.05000000
SFO3     400
RG2      655
RG3      655
AQ4      0.05000000
SFO4     100
RG4      655
AQ5      0.05000000
SFO5     400
RG5      655
AQ6      0.05000000
SFO6     100
RG6      655
AQ7      0.05000000
SFO7     400
RG7      655
F3 - Processing parameters
SI      32768
SF      400000000.00000000
WDW      EM
SSB      0
GB       0
PC      1.00
SC      0
F4 - Acquisition parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1
F2 - Acquisition Parameters
Date_    20100810
Time     12.34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm BBO
PULPROG  zgpg30
PCPDPRG2
AQ       0.05000000
SFO      400
AQ2      0.05000000
SFO2     100
RG        655
AQ3      0.05000000
SFO3     400
RG2      655
RG3      655
AQ4      0.05000000
SFO4     100
RG4      655
AQ5      0.05000000
SFO5     400
RG5      655
AQ6      0.05000000
SFO6     100
RG6      655
AQ7      0.05000000
SFO7     400
RG7      655
F3 - Processing parameters
SI      32768
SF      400000000.00000000
WDW      EM
SSB      0
GB       0
PC      1.00
SC      0
F4 - Acquisition parameters
NAME      B56
EXPNO    1
PROCNO   1

```

EVP11B

B57: ¹H-RMN, Espectra completo.



Current Data Parameters
 NAME EVP11B
 EXPNO 1
 PROCNO 1

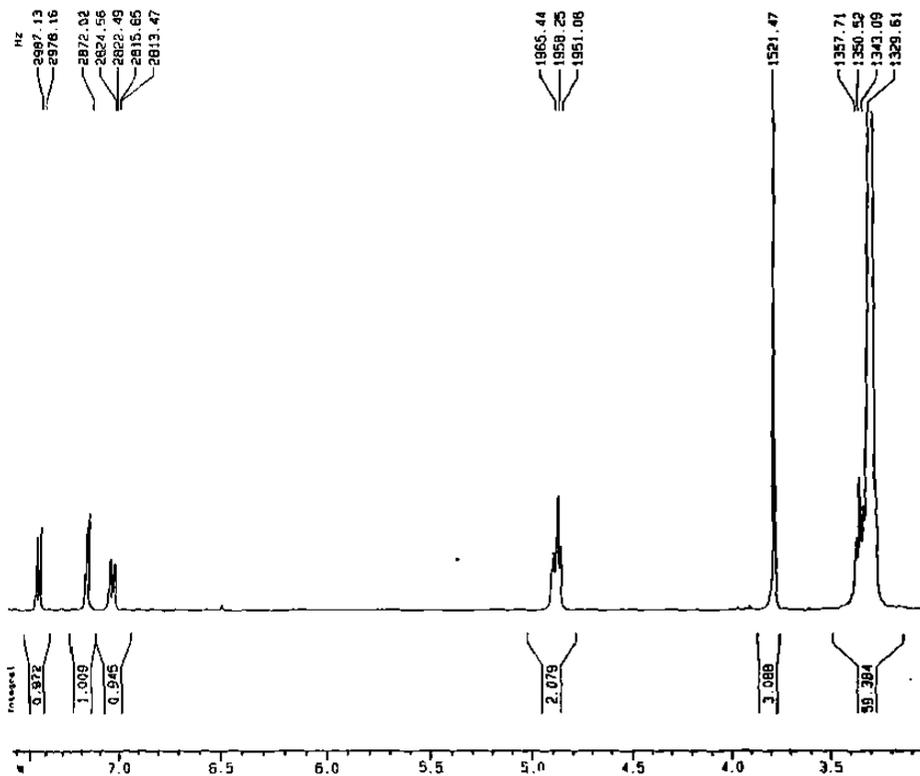
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990520
 Time 18 15
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 ee Multisw
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 32
 DS 4
 SSB 0
 SMH 8775.068 Hz
 FIDRES 0.206759 Hz
 AQ 2.4183283 sec
 RG 256
 DW 73.800 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 400.1333917 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300089 MHz
 WDW EN
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 7.654 ppm
 F1 3066.60 Hz
 F2P 0.025 ppm
 F2 1214.45 Hz
 FWHM 0.23145 ppm/cm
 HZCM 52.61147 Hz/cm

EVP11B

B58: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME EVP11B
 EXPNO 1
 PROCNO 1

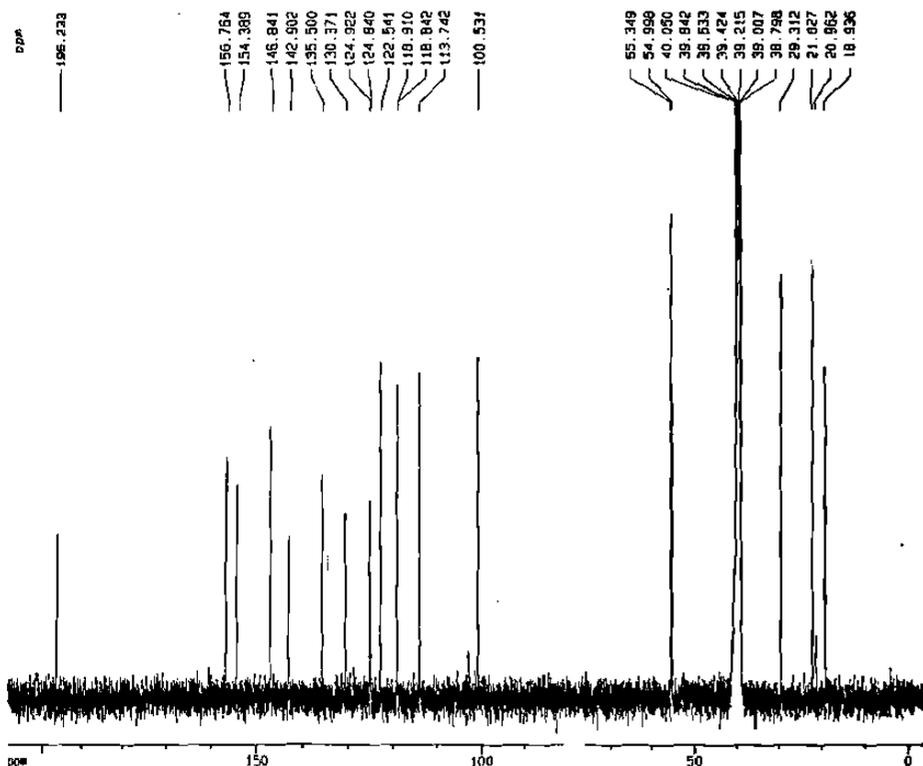
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990520
 Time 18 15
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 ee Multisw
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 32
 DS 4
 SSB 0
 SMH 8775.068 Hz
 FIDRES 0.206759 Hz
 AQ 2.4183283 sec
 RG 256
 DW 73.800 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 400.1333917 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300089 MHz
 WDW EN
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 7.654 ppm
 F1 3066.60 Hz
 F2P 0.025 ppm
 F2 1214.45 Hz
 FWHM 0.23145 ppm/cm
 HZCM 52.61147 Hz/cm

EVP0118

B61: ¹³C-RMN, Espectro normal.



Current Data Parameters
 NAME EVP0118
 EXPNO 3
 PROCNO 1

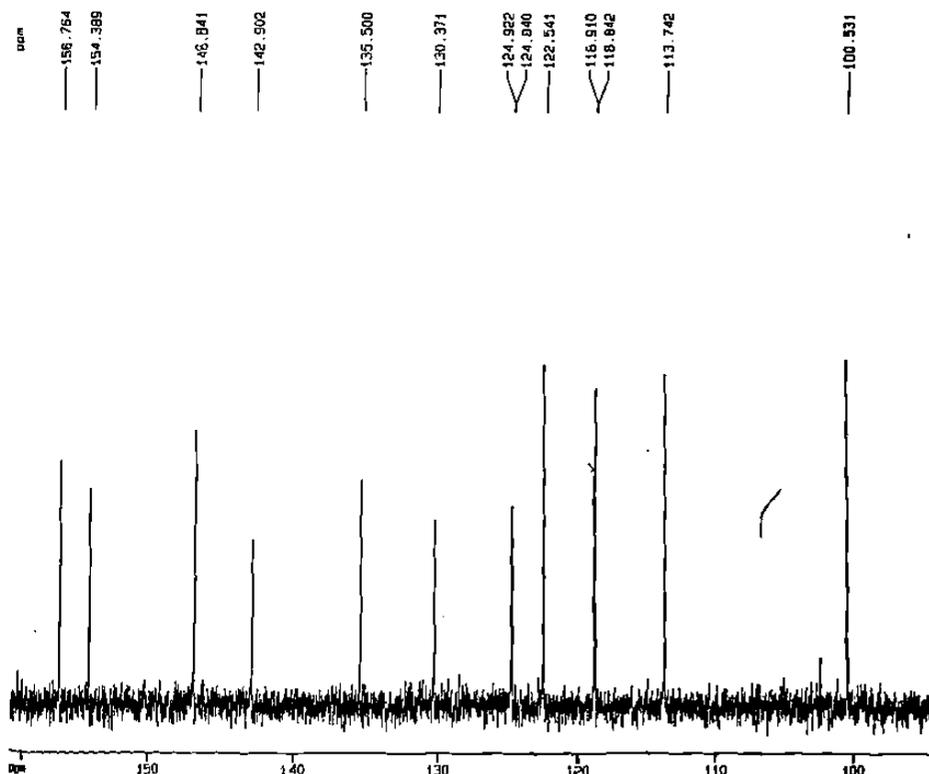
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990221
 Time 5.48
 INSTRUM spect
 PROBO 5 mm Multinu
 PULPROG zgpg
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 4
 DS 4
 SWH 21051.725 Hz
 FIDRES 0.320853 Hz
 AQ 1.5264952 sec
 RG 16384
 DR 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 d11 0.0300000 sec
 d12 0.0000000 sec
 PL13 15.00 dB
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 mltz18
 PCPD2 105.00 usec
 SFDR 400.1316095 MHz
 NUC2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 100.6231338 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128256 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.48

NOISE plot parameters
 CX 20.00 cm
 FXP 299.584 sec
 F1 21004.75 Hz
 F2 4.841 ppm
 F3 -488.54 Hz
 GPCW 10.71023 ppm/cm
 HQCW 1071.98618 Hz/cm

EVP0118

B62: ¹³C-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME EVP0118
 EXPNO 3
 PROCNO 1

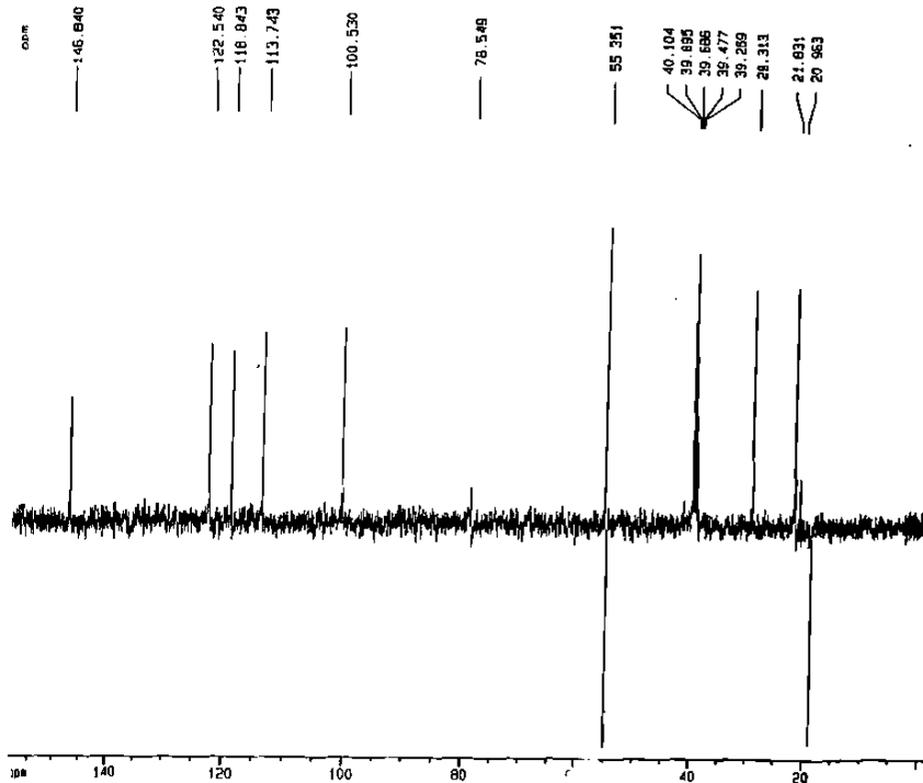
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990221
 Time 5.48
 INSTRUM spect
 PROBO 5 mm Multinu
 PULPROG zgpg
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 4
 DS 4
 SWH 21051.725 Hz
 FIDRES 0.320853 Hz
 AQ 1.5264952 sec
 RG 16384
 DR 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 d11 0.0300000 sec
 d12 0.0000000 sec
 PL13 15.00 dB
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 mltz18
 PCPD2 105.00 usec
 SFDR 400.1316095 MHz
 NUC2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 100.6231338 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128256 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.48

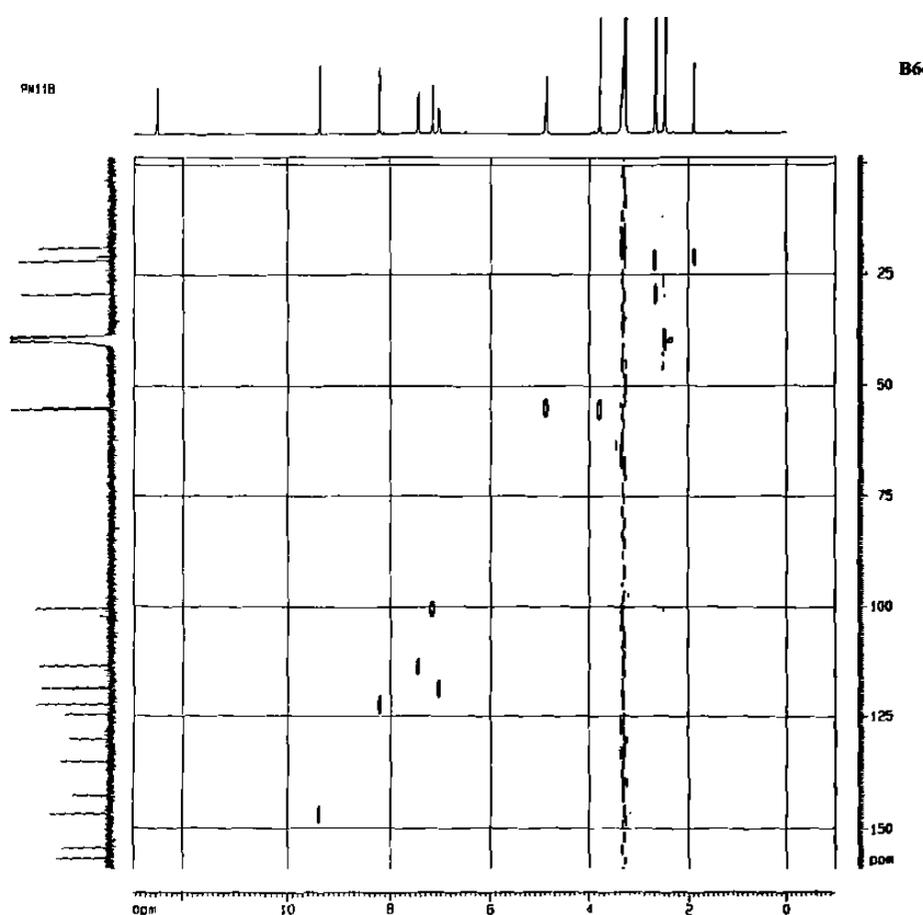
NOISE plot parameters
 CX 20.00 cm
 FXP 151.261 sec
 F1 16274.32 Hz
 F2 54.447 ppm
 F3 1562.00 Hz
 GPCW 3.34857 ppm/cm
 HQCW 336.11627 Hz/cm

EVPN118

B63: DEPT-135



Current Data Parameters
 NAME EVPN118
 EXPNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 090521
 Time 7:58
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 de Multis
 ALARM0 spect135
 ID 32768
 SOLVENT dmsd
 NS 36284
 DS 8
 SWH 66181.200 Hz
 FIDRES 0.482812 Hz
 AQ 1.0128812 sec
 SFO 32768
 XE 39.900 vsec
 XJ 0.00 vsec
 TE 300.0 K
 T1 10.25 vsec
 T2 20.3 vsec
 T3 12.50 vsec
 T4 25.0 vsec
 CRST2 145.000000 sec
 CR1 0.0034483 sec
 CR2 0.0002000 sec
 DELT1 0.0001311 sec
 SI 2.00000000 sec
 F2 1.00 MHz
 SFO2 400.146000 MHz
 NUC2 13C
 SFO1 100.6201277 MHz
 NUC1 13C
 A1 1.00 MHz
 A12 10.00 MHz
 XE 0.00 vsec
 CPDPR2 H11216
 XPR2 100.00 vsec
 F2 - Processing parameters
 SI 100.6126258 MHz
 NS 36284
 DS 8
 SW 66181.200 Hz
 SFO 32768
 XE 39.900 vsec
 XJ 0.00 vsec
 TE 300.0 K
 T1 10.25 vsec
 T2 20.3 vsec
 T3 12.50 vsec
 T4 25.0 vsec
 CRST2 145.000000 sec
 CR1 0.0034483 sec
 CR2 0.0002000 sec
 DELT1 0.0001311 sec
 SI 2.00000000 sec
 F2 1.00 MHz
 SFO2 400.146000 MHz
 NUC2 13C
 SFO1 100.6201277 MHz
 NUC1 13C
 A1 1.00 MHz
 A12 10.00 MHz
 XE 0.00 vsec
 CPDPR2 H11216
 XPR2 100.00 vsec

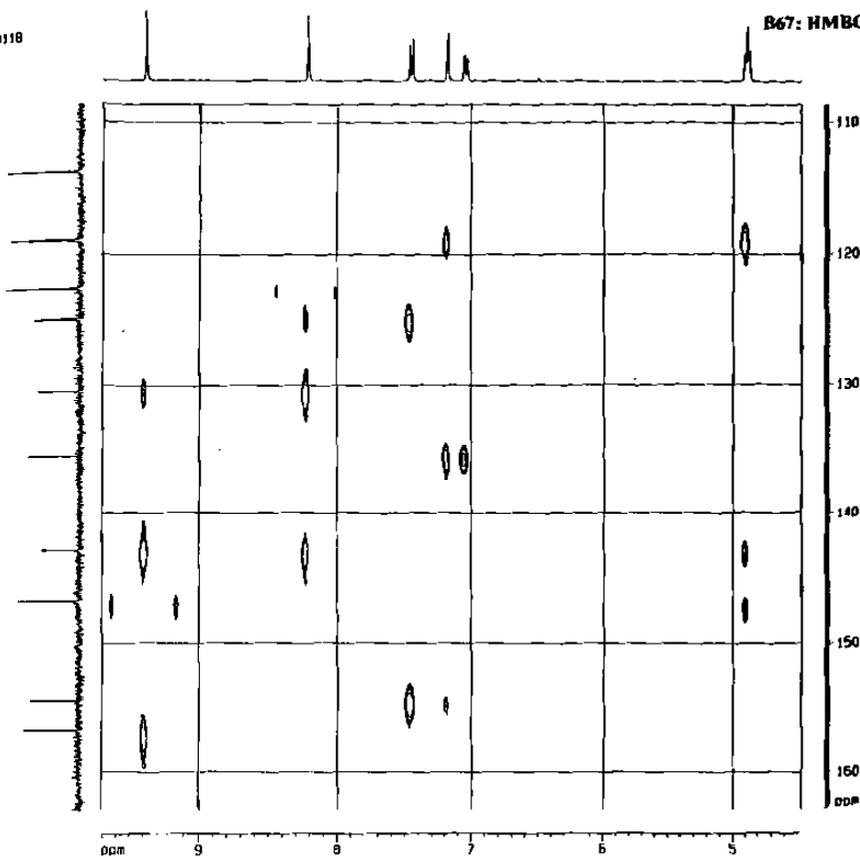


B64: HMQC

Current Data Parameters
 NAME HMQC
 EXPNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 090521
 Time 7:58
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 de Multis
 ALARM0 spect135
 ID 32768
 SOLVENT dmsd
 NS 36284
 DS 8
 SWH 66181.200 Hz
 FIDRES 0.482812 Hz
 AQ 1.0128812 sec
 SFO 32768
 XE 39.900 vsec
 XJ 0.00 vsec
 TE 300.0 K
 T1 10.25 vsec
 T2 20.3 vsec
 T3 12.50 vsec
 T4 25.0 vsec
 CRST2 145.000000 sec
 CR1 0.0034483 sec
 CR2 0.0002000 sec
 DELT1 0.0001311 sec
 SI 2.00000000 sec
 F2 1.00 MHz
 SFO2 400.146000 MHz
 NUC2 13C
 SFO1 100.6201277 MHz
 NUC1 13C
 A1 1.00 MHz
 A12 10.00 MHz
 XE 0.00 vsec
 CPDPR2 H11216
 XPR2 100.00 vsec
 F2 - Processing parameters
 SI 100.6126258 MHz
 NS 36284
 DS 8
 SW 66181.200 Hz
 SFO 32768
 XE 39.900 vsec
 XJ 0.00 vsec
 TE 300.0 K
 T1 10.25 vsec
 T2 20.3 vsec
 T3 12.50 vsec
 T4 25.0 vsec
 CRST2 145.000000 sec
 CR1 0.0034483 sec
 CR2 0.0002000 sec
 DELT1 0.0001311 sec
 SI 2.00000000 sec
 F2 1.00 MHz
 SFO2 400.146000 MHz
 NUC2 13C
 SFO1 100.6201277 MHz
 NUC1 13C
 A1 1.00 MHz
 A12 10.00 MHz
 XE 0.00 vsec
 CPDPR2 H11216
 XPR2 100.00 vsec

W118

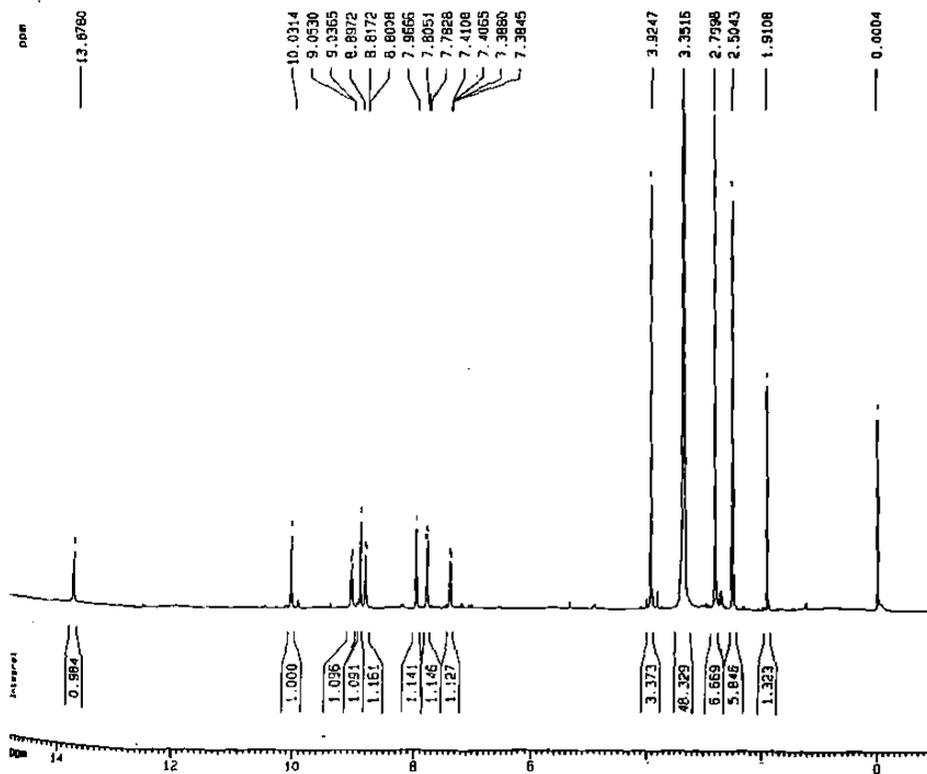
B67: HMBC, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME EYPM15C
 EXPNO 5
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990509
 Time 17 04
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 mm HLL1140
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 64
 DS 4
 SM 640 296 Hz
 FIDRES 0.188238 Hz
 AQ 2.6422215 sec
 RG 436 1
 OR 78 000 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 DS 1.5000000 sec
 PI 5.00 usec
 DE 8 00 usec
 SF01 400.1326061 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -1.00 dB
 F2 - Processing parameters
 SI 8192
 SF 400.1300012 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 0.10
 ID non alet parameters
 CX 20.00 cc
 FXP 15.025 mm
 F1 6011.95 Hz
 F2 0.995 mm
 F3 -308.30 Hz
 RECP 0.00162 mm/Hz
 M7C 320.51295 mm/Hz

EYPM15C

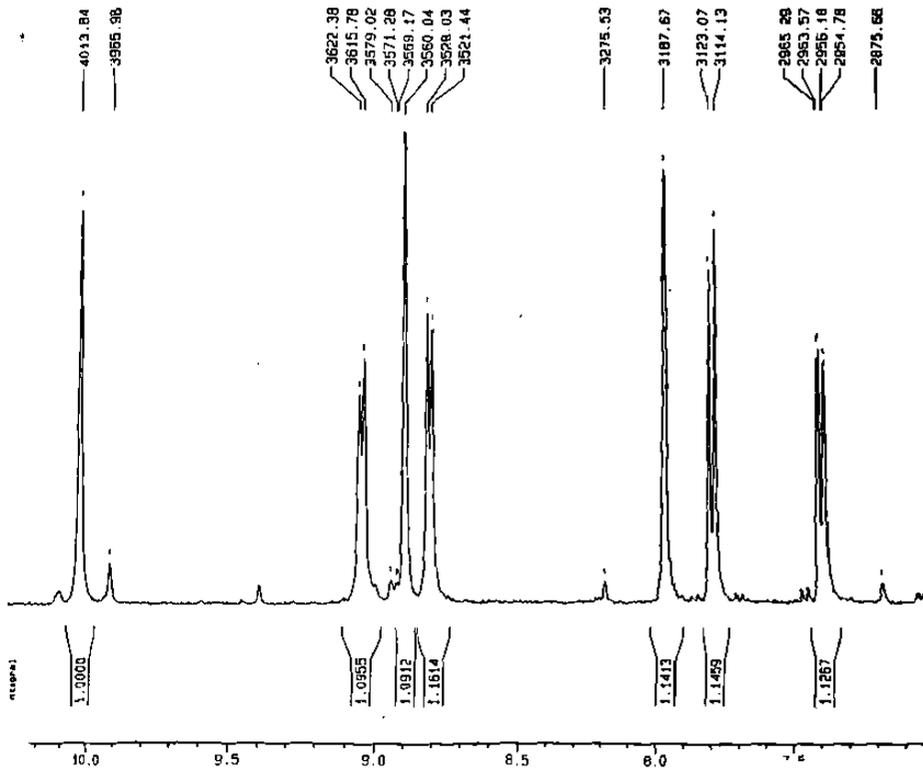
B68: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
 NAME EYPM15C
 EXPNO 5
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 990509
 Time 17 04
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 mm HLL1140
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 64
 DS 4
 SM 640 296 Hz
 FIDRES 0.188238 Hz
 AQ 2.6422215 sec
 RG 436 1
 OR 78 000 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 DS 1.5000000 sec
 PI 5.00 usec
 DE 8 00 usec
 SF01 400.1326061 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -1.00 dB
 F2 - Processing parameters
 SI 8192
 SF 400.1300012 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 0.10
 ID non alet parameters
 CX 20.00 cc
 FXP 15.025 mm
 F1 6011.95 Hz
 F2 0.995 mm
 F3 -308.30 Hz
 RECP 0.00162 mm/Hz
 M7C 320.51295 mm/Hz

EVM15C

B69: ¹H-RMN, Amplificac.



Current Data Parameters
 NAME EVM15C
 EXPNO 1
 PROCNO 1

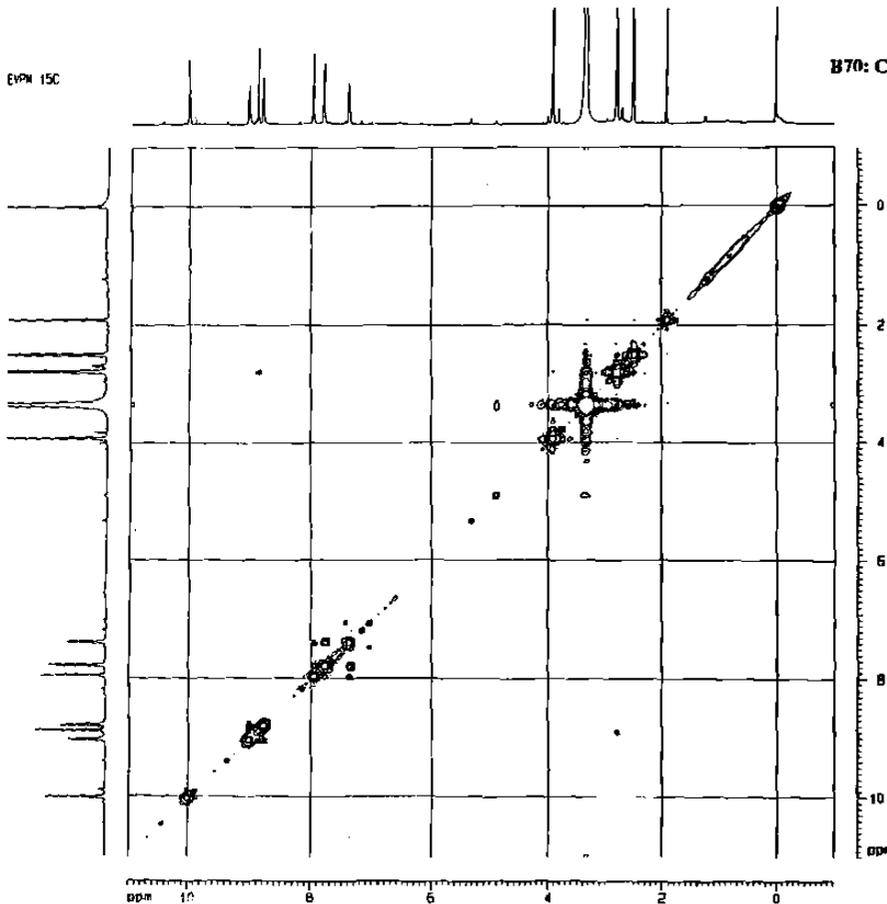
F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 990609
 TIME 17.04
 INSTRUM spect
 PROBRD 5 mm Multima
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 64
 DS 4
 SSB 0
 FIDRES 0.410 256 Hz
 AQ 2.642219 sec
 RG 436 1
 SN 78 000 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300 3 K
 D1 1.5000000 sec
 P1 8.00 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400 1326081 MHz
 NUC1 1H
 RL1 1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 8182
 SF 400.1300012 MHz
 MD 0H
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 DC 0.10

1D NMR list parameters
 CH 20.00 cm
 F1P 10.324 ppm
 F1 4131.11 Hz
 F2P 7.024 ppm
 F2 2810.67 Hz
 NUCC 0 165000 ppm/cm
 W/CH 66 02180 Hz/cm

EVM 15C

B70: COSY completo.



Current Data Parameters
 NAME EVM15C
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 990609
 TIME 17.05
 INSTRUM spect
 PROBRD 5 mm Multima
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT DMSO
 NS 64
 DS 4
 SSB 0
 FIDRES 0.407 256 Hz
 AQ 2.642219 sec
 RG 436 1
 SN 78 000 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300 3 K
 D1 1.5000000 sec
 P1 8.00 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400 1326081 MHz
 NUC1 1H
 RL1 1.00 dB

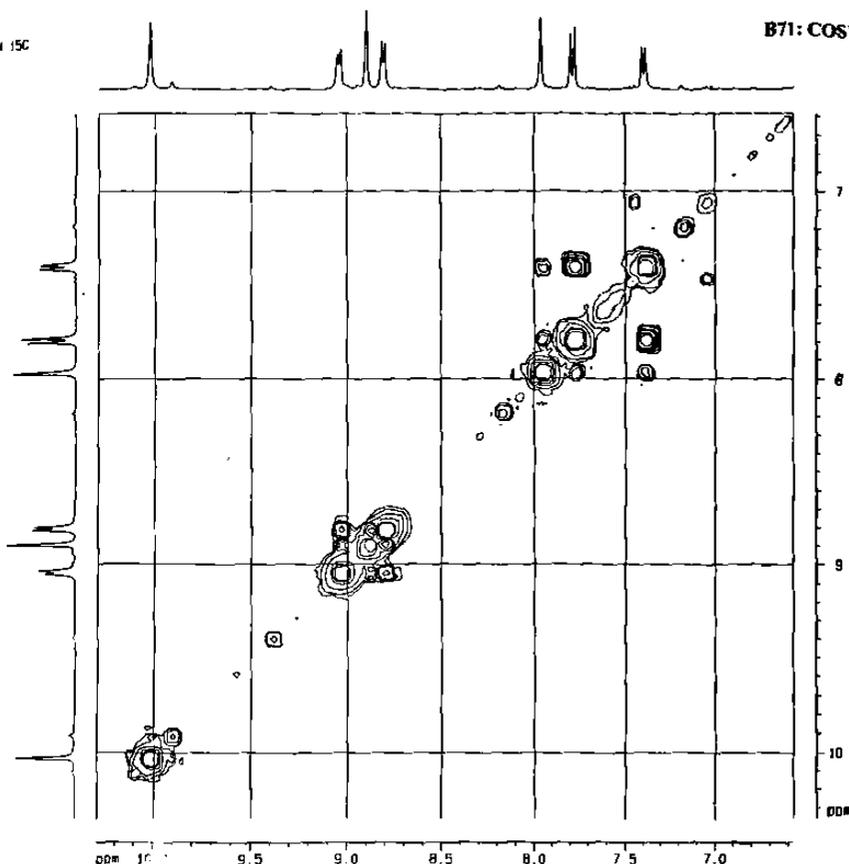
F2 - Processing parameters
 SI 8182
 SF 400.1300012 MHz
 MD 0H
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 DC 0.10

F1 - Processing parameters
 SI 8182
 SF 400.1300012 MHz
 MD 0H
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 DC 0.10

2D NMR list parameters
 CH 20.00 cm
 F1P 10.324 ppm
 F1 4131.11 Hz
 F2P 7.024 ppm
 F2 2810.67 Hz
 NUCC 0 165000 ppm/cm
 W/CH 66 02180 Hz/cm

EVPN 15C

B71: COSY, Ampliación.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPN15C
EXPNO    3
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990610
Time     17 06
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multifun
PULPROG  zgpg
TD        32768
SOLVENT  DMSO
NS        8194
DS        0
SFO1     21504.725 MHz
FIDRES   0.657106 MHz
AQ        0.7642676 sec
RG        32768
DM        23.200 usec
DE        0.00 usec
TE        300.2 K
d11      0.0300000 sec
PL12     16.00 dB
DPPRG2   161216
PCPD2    105.00 usec
SFO2     406.1316025 MHz
NUC2     13C
PC2      -3.00 dB
P1       2.0000000 sec
P2       10.25 usec
DE       0.00 usec
SFO3    100.6230418 MHz
NUC1     13C
PL1      -1.00 dB

F1 - Acquisition Parameters
NUC1     13C
SFO1     125.760370 MHz
AQ        0.7642676 sec
RG        32768
DM        23.200 usec
DE        0.00 usec
TE        300.2 K
d11      0.0300000 sec
PL12     16.00 dB
DPPRG2   161216
PCPD2    105.00 usec
SFO2     406.1316025 MHz
NUC2     13C
PC2      -3.00 dB
P1       2.0000000 sec
P2       10.25 usec
DE       0.00 usec
SFO3    100.6230418 MHz
NUC1     13C
PL1      -1.00 dB

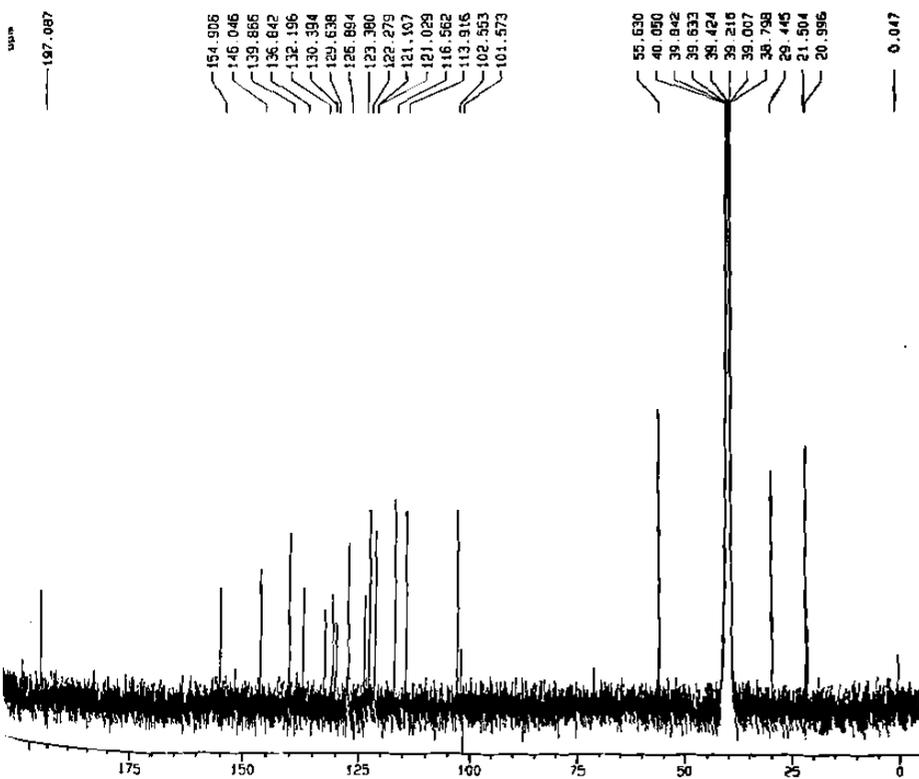
F2 - Processing parameters
SI        32768
SF        100.6126230 MHz
MX        ER
SGB       0
LB        1.00 MHz
GB        0
PC        1.40

F1 - Processing parameters
SI        32768
SF        125.760370 MHz
MX        ER
SGB       0
LB        1.00 MHz
GB        0
PC        1.40

10 MHz list parameters
CH        20.00 MHz
F1P       215.000 MHz
F1        215.000 MHz
F2P       5.000 MHz
F2        5.000 MHz
DDPCW    10.75000 MHz/cm
*ZC*     1081.50778 MHz/cm
  
```

EVPN15C

B72: ¹³C-RMN completo.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPN15C
EXPNO    3
PROCNO   1

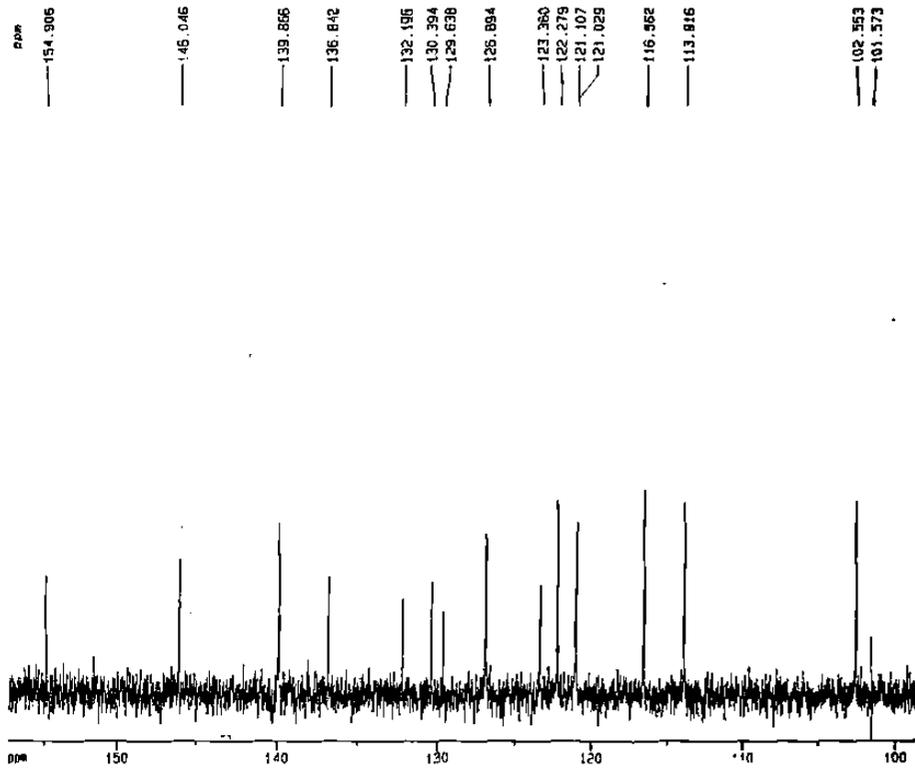
F2 - Acquisition Parameters
Date_    990610
Time     17 06
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multifun
PULPROG  zgpg
TD        32768
SOLVENT  DMSO
NS        8194
DS        0
SFO1     21504.725 MHz
FIDRES   0.657106 MHz
AQ        0.7642676 sec
RG        32768
DM        23.200 usec
DE        0.00 usec
TE        300.2 K
d11      0.0300000 sec
PL12     16.00 dB
DPPRG2   161216
PCPD2    105.00 usec
SFO2     406.1316025 MHz
NUC2     13C
PC2      -3.00 dB
P1       2.0000000 sec
P2       10.25 usec
DE       0.00 usec
SFO3    100.6230418 MHz
NUC1     13C
PL1      -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI        32768
SF        100.6126230 MHz
MX        ER
SGB       0
LB        1.00 MHz
GB        0
PC        1.40

10 MHz list parameters
CH        20.00 MHz
F1P       215.000 MHz
F1        215.000 MHz
F2P       5.000 MHz
F2        5.000 MHz
DDPCW    10.75000 MHz/cm
*ZC*     1081.50778 MHz/cm
  
```

EVPR15C

B73: ¹³C-RMN, amplificación.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPR15C
EXPNO     3
PROCNO    1

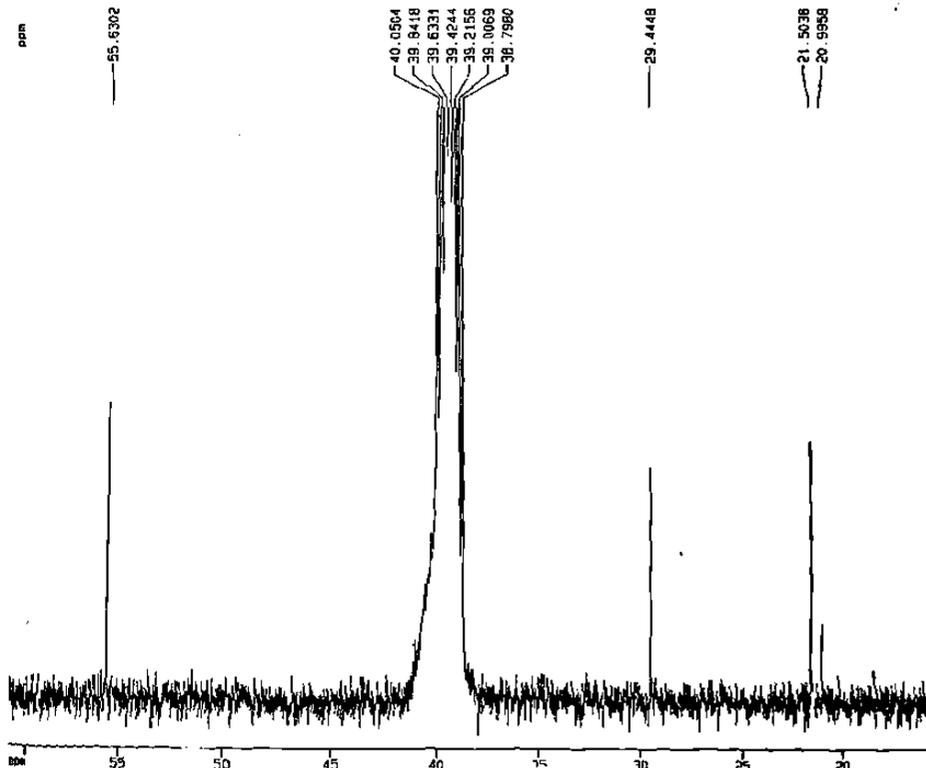
F2 - Acquisition Parameters
Date_     990810
Time      1.00
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm Multinu
PULPROG   zgpg
TD         32768
SOLVENT   DMSO
NS         9182
DS         8
SWH        21551.725 Hz
FIDRES     0.857706 Hz
AQ         0.7602676 sec
RG         32768
GB         23.200 usec
DE         8.00 usec
TE         300.2 K
d11        0.0300000 sec
PL12       16.00 dB
OPPRG2    multir2
PCPD2     105.00 usec
SF02      400.1315005 MHz
NUC2       13C
PL2        -3.00 dB
D1         2.0000000 sec
P1         10.25 usec
DE         8.00 usec
SF01      100.6230418 MHz
NUC1       13C
PL1        -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6126238 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.40

ID list parameters
CX         20.00 cm
F1P        157.700 ppm
F1         15075.50 MHz
F2P        98.250 ppm
F2         9896.07 MHz
PWRCH     2.97648 ppm/cm
H2CH      299.47171 MHz/cm
    
```

EVPR15C

B74: ¹³C-RMN, amplificación.



```

Current Data Parameters
NAME      EVPR15C
EXPNO     3
PROCNO    1

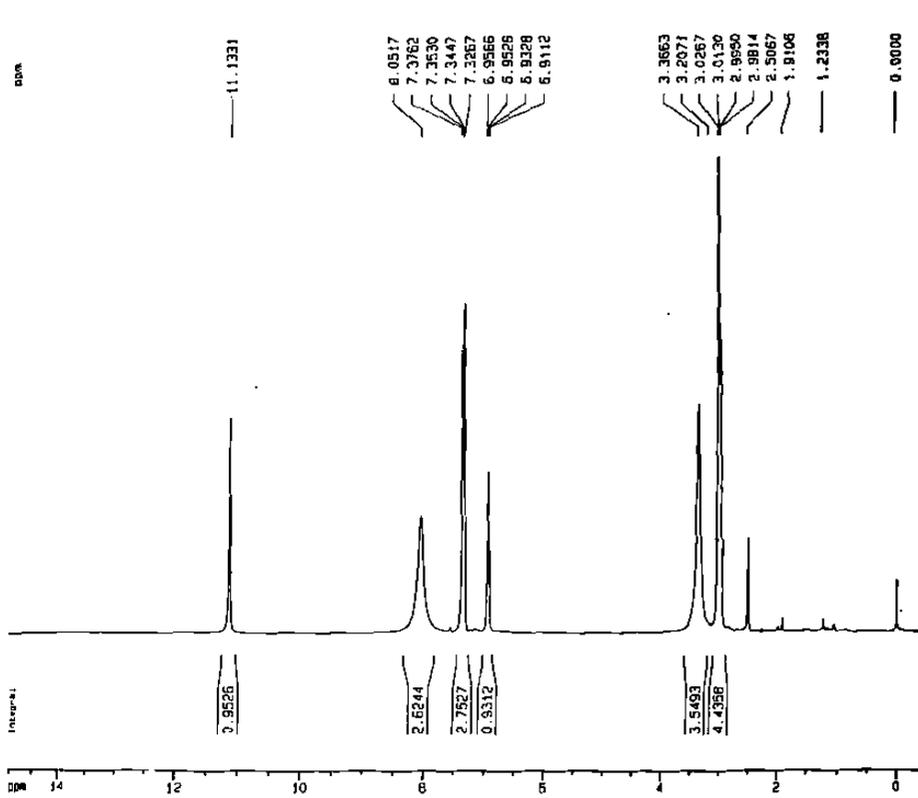
F2 - Acquisition Parameters
Date_     990810
Time      1.00
INSTRUM   spect
PROBHD    5 mm Multinu
PULPROG   zgpg
TD         32768
SOLVENT   DMSO
NS         9182
DS         8
SWH        21551.725 Hz
FIDRES     0.857706 Hz
AQ         0.7602676 sec
RG         32768
GB         23.200 usec
DE         8.00 usec
TE         300.2 K
d11        0.0300000 sec
PL12       16.00 dB
OPPRG2    multir2
PCPD2     105.00 usec
SF02      400.1315005 MHz
NUC2       13C
PL2        -3.00 dB
D1         2.0000000 sec
P1         10.25 usec
DE         8.00 usec
SF01      100.6230418 MHz
NUC1       13C
PL1        -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         100.6126238 MHz
WDW        EM
SSB        0
LB         1.00 Hz
GB         0
PC         1.40

ID list parameters
CX         20.00 cm
F1P        61.550 ppm
F1         6149.87 MHz
F2P        15.575 ppm
F2         1567.41 MHz
PWRCH     2.27680 ppm/cm
H2CH      299.48371 MHz/cm
    
```

EVP-7H/I

B75: ¹H-RMN, Espectro normal.



Current Data Parameters
 NAME [EVP7H]
 EXPNO 1
 PROCNO 1

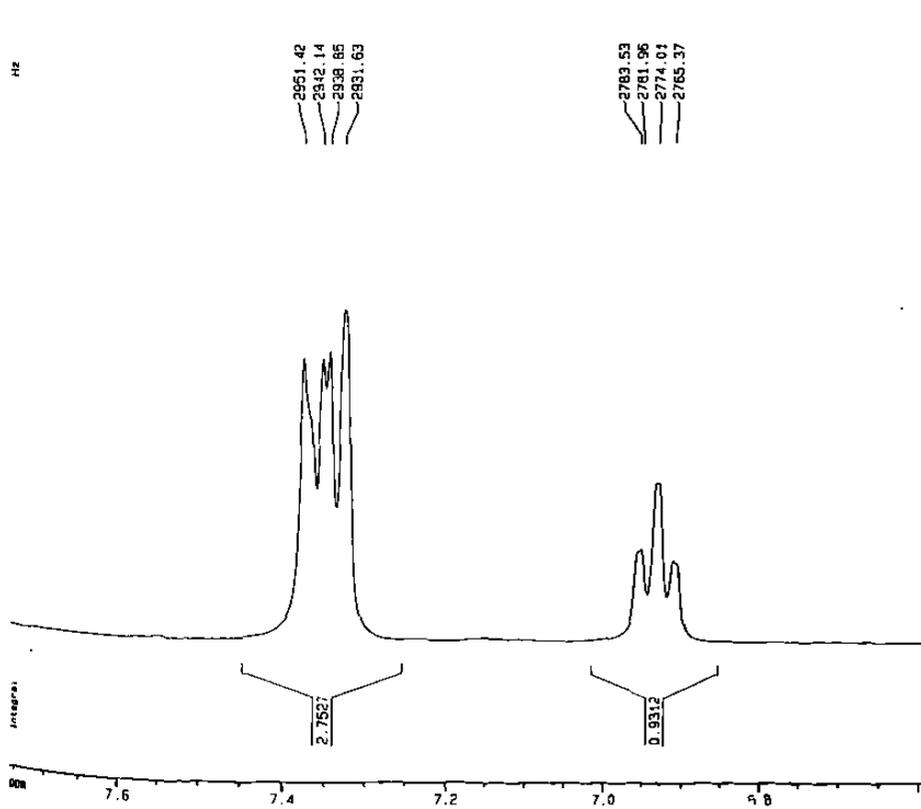
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 080823
 Time 11 41
 INSTRUM soect
 PROGNO 5 w Multinu
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMF0
 NS 32
 DS 2
 SFO1 600.001 Hz
 FIDRES 0.200453 Hz
 AQ 2.3866676 sec
 RG 322.5
 DR 73.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400.130054 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.130054 MHz
 MHZ 0
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR elot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 15.000 ppm
 F1 600.130 MHz
 F2P -0.500 ppm
 F2 -200.06 Hz
 PRMC 0.77500 ppm/cm
 NZCM 310.10077 Hz/cm

EVP-7H/I

B76: ¹H-RMN, Ampliación.

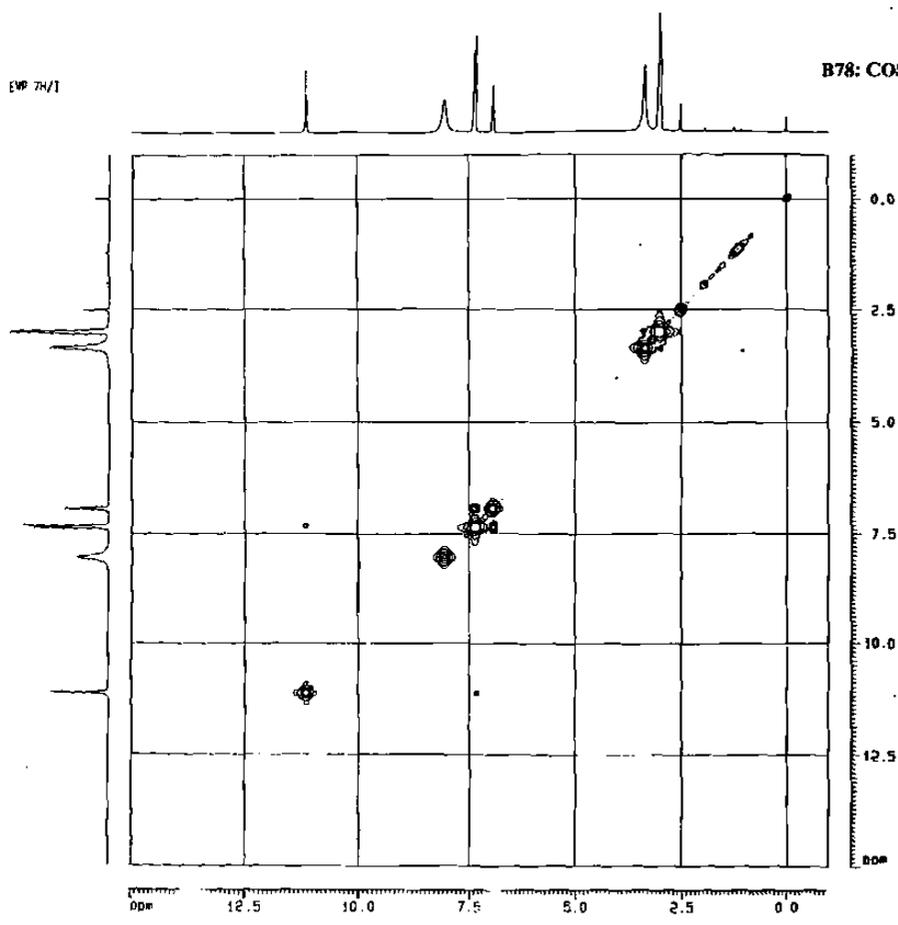
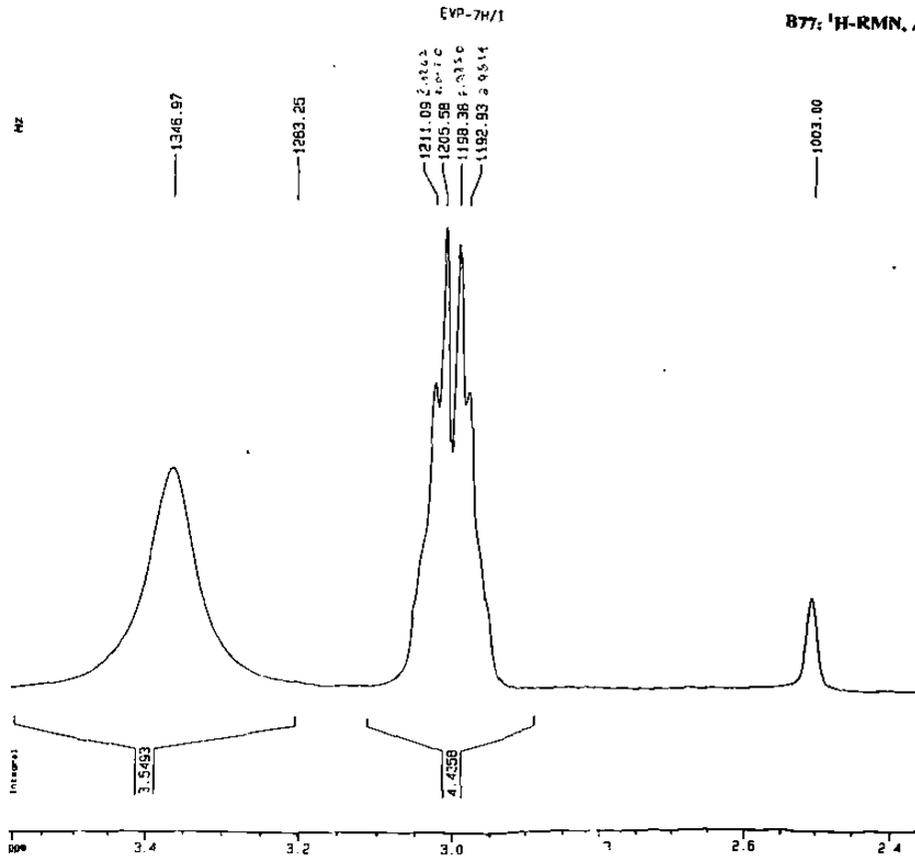


Current Data Parameters
 NAME [EVP7H]
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 080823
 Time 11 41
 INSTRUM soect
 PROGNO 5 w Multinu
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMF0
 NS 32
 DS 2
 SFO1 600.001 Hz
 FIDRES 0.200453 Hz
 AQ 2.3866676 sec
 RG 322.5
 DR 73.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400.130054 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.130054 MHz
 MHZ 0
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR elot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 15.000 ppm
 F1 600.130 MHz
 F2P -0.500 ppm
 F2 -200.06 Hz
 PRMC 0.77500 ppm/cm
 NZCM 310.10077 Hz/cm



Current Data Parameters

NAME	EVP7H
EXPNO	2
PROCNO	1

F2 - Acquisition Parameters

Date_	200823
Time	11:40
INSTRUM	jeolct
PROBHD	5 mm Multinu
PULPROG	zgpg30
TD	32768
SOLVENT	DMSO
NS	32
DS	2
SWH	5630.000 Hz
FIDRES	0.206453 Hz
AQ	2.398675 sec
RG	322.5
DM	73.200 usec
DE	8.00 usec
TE	300.0 K
D1	1.0000000 sec
D2	12.50 usec
DE	8.00 usec
SFO1	400.1300004 MHz
MU1	1M
PL1	-3.00 dB
PL2	0.0000000 sec

F1 - Acquisition Parameters

SI	16384
SF	400.1300000 MHz
WDW	EM
SSB	0
LB	0.30 Hz
GB	0
PC	1.00

F1 - Processing parameters

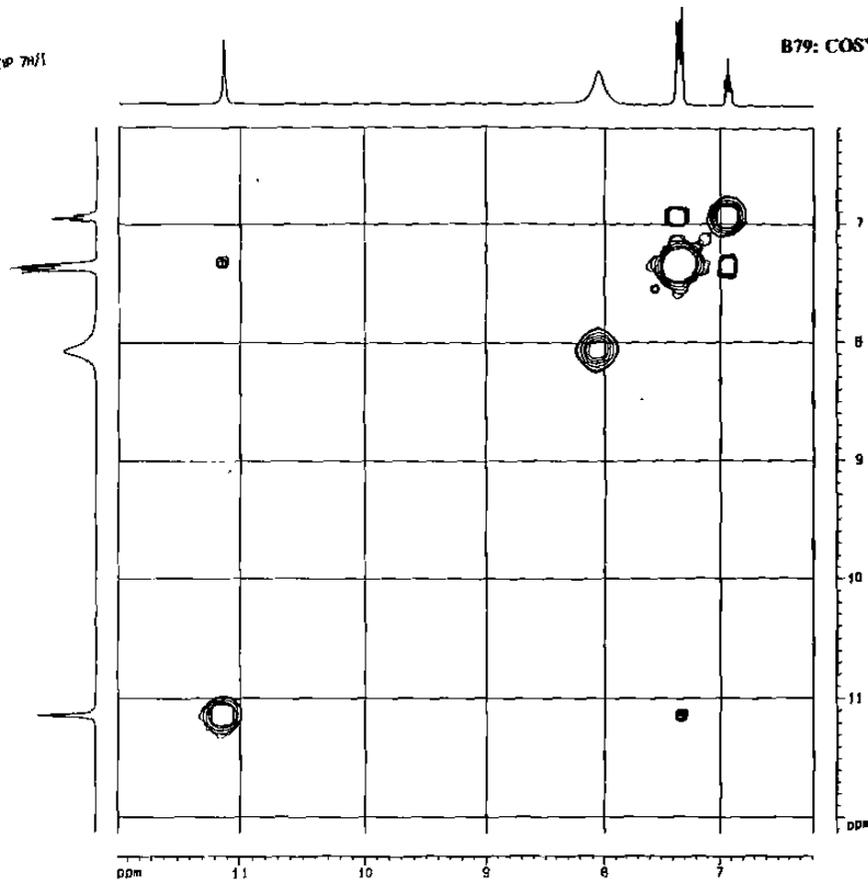
SI	16384
PC2	0.0
SF	400.1300000 MHz
WDW	EM
SSB	0
LB	0.30 Hz
GB	0

2D and plot parameters

CX0	25.00 cm
CX1	25.00 cm
F1P,0	17.870 ppm
F1P,1	943.81 Hz
F2P,0	-4.893 ppm
F2P,1	-239.85 Hz
F1P,2	17.877 ppm
F1P,3	888.17 Hz
F1P,4	-1.887 ppm
F1P,5	-491.48 Hz
FRMCH0	1.00000000 ppm/cm
FRMCH1	47.73366 Hz/cm
FRMCH2	1.00000000 ppm/cm
FRMCH3	47.73366 Hz/cm

sp 7H/1

B79: COSY, Ampliación.

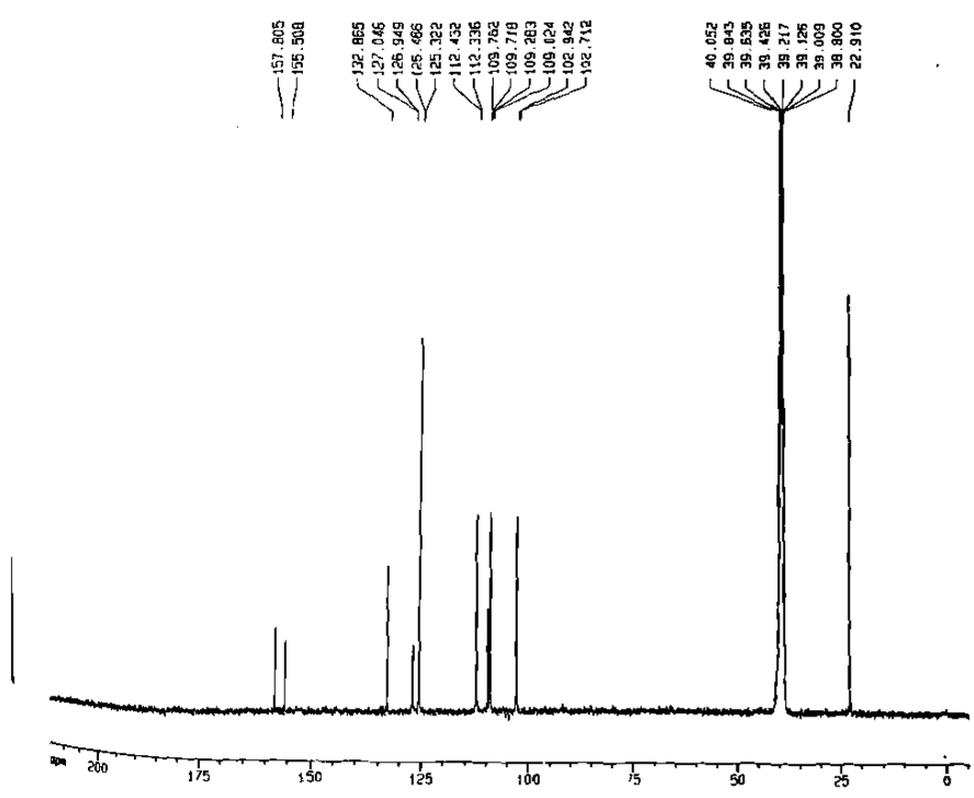


Current Data Parameters
 NAME E7P7H1
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 080822
 Time 11:48
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm Mult 1 nu
 PULPROG zgpg30
 nu1 100
 nu2 400
 nu3 400
 nu4 400
 nu5 400
 nu6 400
 nu7 400
 nu8 400
 nu9 400
 nu10 400
 nu11 400
 nu12 400
 nu13 400
 nu14 400
 nu15 400
 nu16 400
 nu17 400
 nu18 400
 nu19 400
 nu20 400
 nu21 400
 nu22 400
 nu23 400
 nu24 400
 nu25 400
 nu26 400
 nu27 400
 nu28 400
 nu29 400
 nu30 400
 nu31 400
 nu32 400
 nu33 400
 nu34 400
 nu35 400
 nu36 400
 nu37 400
 nu38 400
 nu39 400
 nu40 400
 nu41 400
 nu42 400
 nu43 400
 nu44 400
 nu45 400
 nu46 400
 nu47 400
 nu48 400
 nu49 400
 nu50 400
 nu51 400
 nu52 400
 nu53 400
 nu54 400
 nu55 400
 nu56 400
 nu57 400
 nu58 400
 nu59 400
 nu60 400
 nu61 400
 nu62 400
 nu63 400
 nu64 400
 nu65 400
 nu66 400
 nu67 400
 nu68 400
 nu69 400
 nu70 400
 nu71 400
 nu72 400
 nu73 400
 nu74 400
 nu75 400
 nu76 400
 nu77 400
 nu78 400
 nu79 400
 nu80 400
 nu81 400
 nu82 400
 nu83 400
 nu84 400
 nu85 400
 nu86 400
 nu87 400
 nu88 400
 nu89 400
 nu90 400
 nu91 400
 nu92 400
 nu93 400
 nu94 400
 nu95 400
 nu96 400
 nu97 400
 nu98 400
 nu99 400
 nu100 400

E7P 7H/1

B80: ¹³C-RMN, Espectro normal.

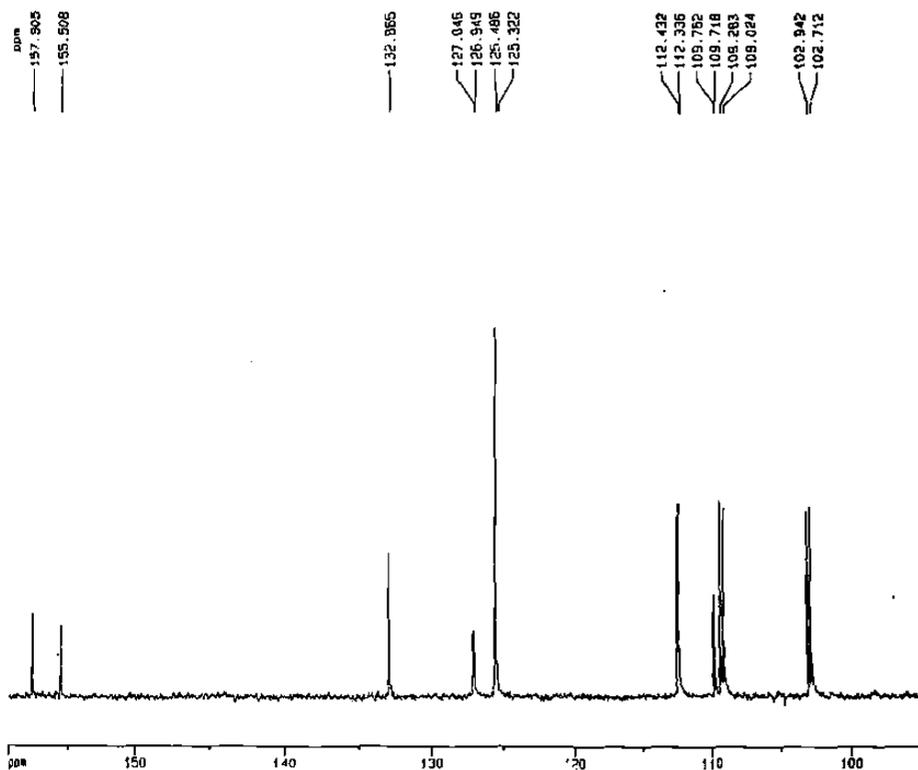


Current Data Parameters
 NAME E7P7H1
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 080827
 Time 18:12
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm Mult 1 nu
 PULPROG zgpg30
 nu1 100
 nu2 400
 nu3 400
 nu4 400
 nu5 400
 nu6 400
 nu7 400
 nu8 400
 nu9 400
 nu10 400
 nu11 400
 nu12 400
 nu13 400
 nu14 400
 nu15 400
 nu16 400
 nu17 400
 nu18 400
 nu19 400
 nu20 400
 nu21 400
 nu22 400
 nu23 400
 nu24 400
 nu25 400
 nu26 400
 nu27 400
 nu28 400
 nu29 400
 nu30 400
 nu31 400
 nu32 400
 nu33 400
 nu34 400
 nu35 400
 nu36 400
 nu37 400
 nu38 400
 nu39 400
 nu40 400
 nu41 400
 nu42 400
 nu43 400
 nu44 400
 nu45 400
 nu46 400
 nu47 400
 nu48 400
 nu49 400
 nu50 400
 nu51 400
 nu52 400
 nu53 400
 nu54 400
 nu55 400
 nu56 400
 nu57 400
 nu58 400
 nu59 400
 nu60 400
 nu61 400
 nu62 400
 nu63 400
 nu64 400
 nu65 400
 nu66 400
 nu67 400
 nu68 400
 nu69 400
 nu70 400
 nu71 400
 nu72 400
 nu73 400
 nu74 400
 nu75 400
 nu76 400
 nu77 400
 nu78 400
 nu79 400
 nu80 400
 nu81 400
 nu82 400
 nu83 400
 nu84 400
 nu85 400
 nu86 400
 nu87 400
 nu88 400
 nu89 400
 nu90 400
 nu91 400
 nu92 400
 nu93 400
 nu94 400
 nu95 400
 nu96 400
 nu97 400
 nu98 400
 nu99 400
 nu100 400

EVP 7H/1

B81: ¹³C-RMN. Ampliación.



Current Data Parameters
NAME B0796
EXPNO 3
PROCNO 1

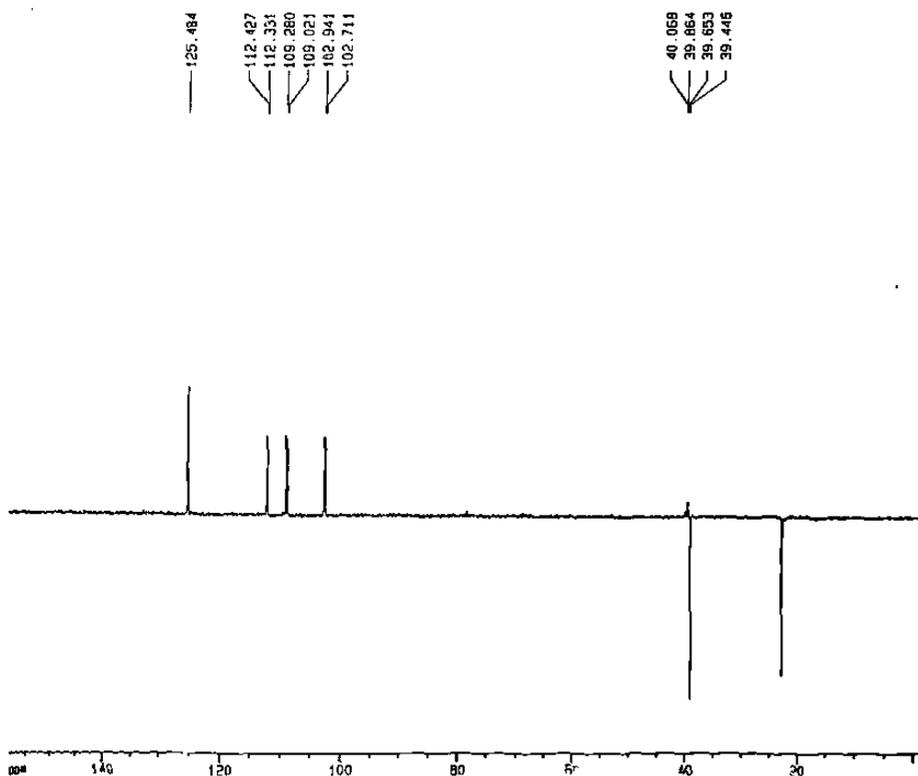
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 200827
Time 18 12
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zgpg
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 15822
DS 8
SWH 22123.885 Hz
FIDRES 0.137564 Hz
AQ 1.4011636 sec
RG 16384
DN 22.000 usec
DE 0.50 usec
TE 300.0 K
NUC1 0.000000 sec
NUC2 0.000000 sec
PL13 16.00 Hz
D1 2.0000000 sec
COPROG2 waltz16
PCPDZ 165.00 usec
SFOZ 400.1316005 MHz
NUCZ 1H
PLZ -3.00 Hz
PL12 16.00 Hz
P1 10.25 usec
DE 0.00 usec
SFO1 100.6233698 MHz
NUC1 13C
PL1 1.00 Hz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.626256 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
RC 1.40

10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 150.000 ppm
F1 100.626256 MHz
F2P 25.000 ppm
F2 95.022 Hz
FREQP 3.25000 ppm/cm
GPA 375.99187 Hz/cm

EVP 7H/1

B82: ¹³C-RMN, DEPT-135.



Current Data Parameters
NAME B0796
EXPNO 4
PROCNO 1

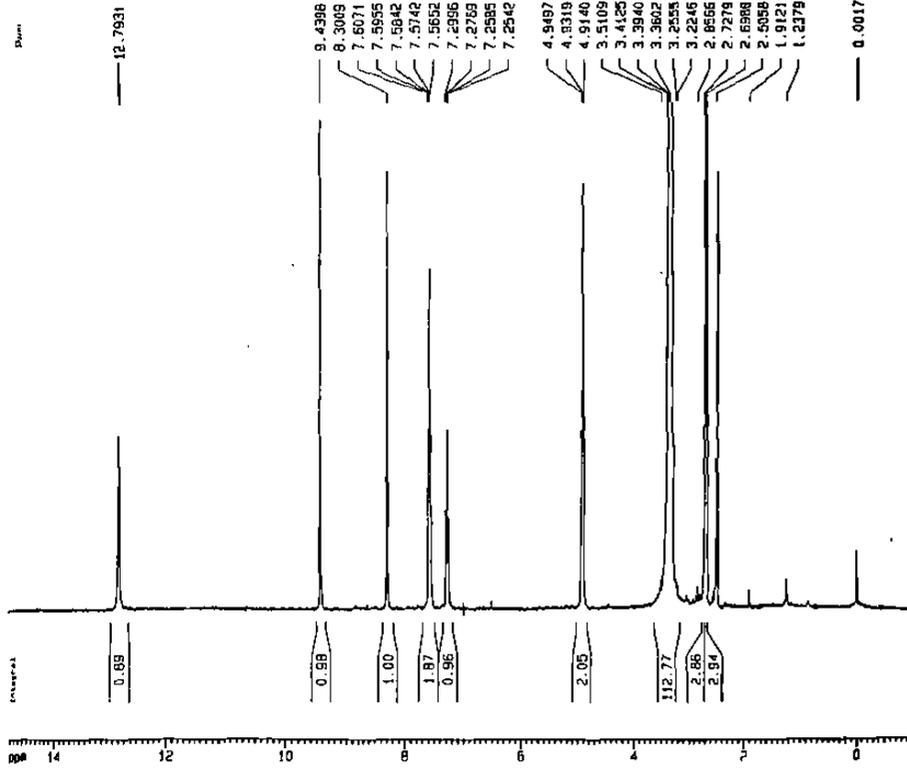
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 200827
Time 15 21
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG dept135
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 8192
DS 8
SWH 16181.228 Hz
FIDRES 0.452012 Hz
AQ 1.0129812 sec
RG 32768
DN 30.900 usec
DE 0.00 usec
TE 300.0 K
NUC1 10.25 usec
NUC2 20.5 usec
NUC3 12.50 usec
NUC4 25.0 usec
CRS12 145.000000
AQ 0.000000 sec
AQ 0.000000 sec
AQ 0.000000 sec
AQ 2.0000000 sec
PL2 -3.00 Hz
SFOZ 400.1316005 MHz
NUCZ 1H
SFO1 100.626256 MHz
NUC1 13C
PL1 -1.00 Hz
PL12 16.00 Hz
P1 0.00 usec
DE 0.00 usec
COPROG2 waltz16
PCPDZ 165.00 usec

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.626256 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
RC 1.40

10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 150.000 ppm
F1 100.626256 MHz
F2P -1.000 ppm
F2 -100.14 Hz
FREQP 0.04134 ppm/cm
GPA 375.99187 Hz/cm

EVPM 9C

B87: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
 NAME EVPM9C
 EXPNO 1
 PROCNO 1

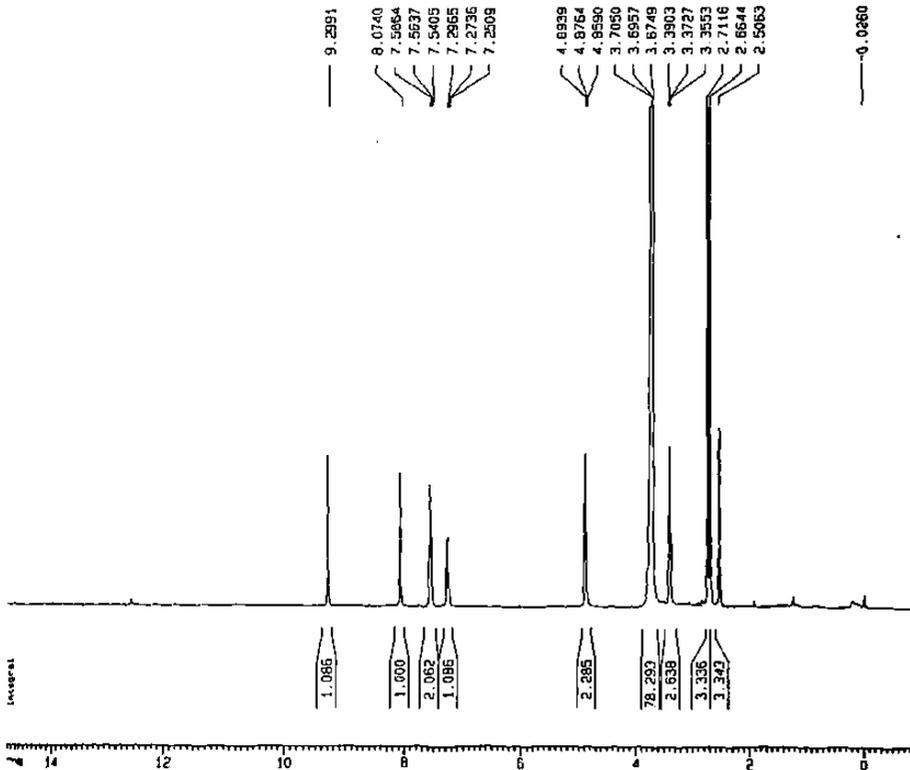
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980929
 Time 15 52
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 mm Multis
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 16
 DS 4
 SWH 6410.256 Hz
 FIDRES 0.195625 Hz
 AQ 2.9559540 sec
 RG 128
 DW 78.008 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D0 1.60000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400.1326017 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300008 MHz
 MDW EN
 SSB 0
 LB 0.38 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 15.010 ppm
 F1 8005.04 Hz
 F2P -1.010 ppm
 F2 400.22 MHz
 HPCOR 0.80102 ppm/cm
 HZCN 320.51295 Hz/cm

EVPM9C INTERCAMBIO

B88: ¹H-RMN, Intercambio con D₂O.



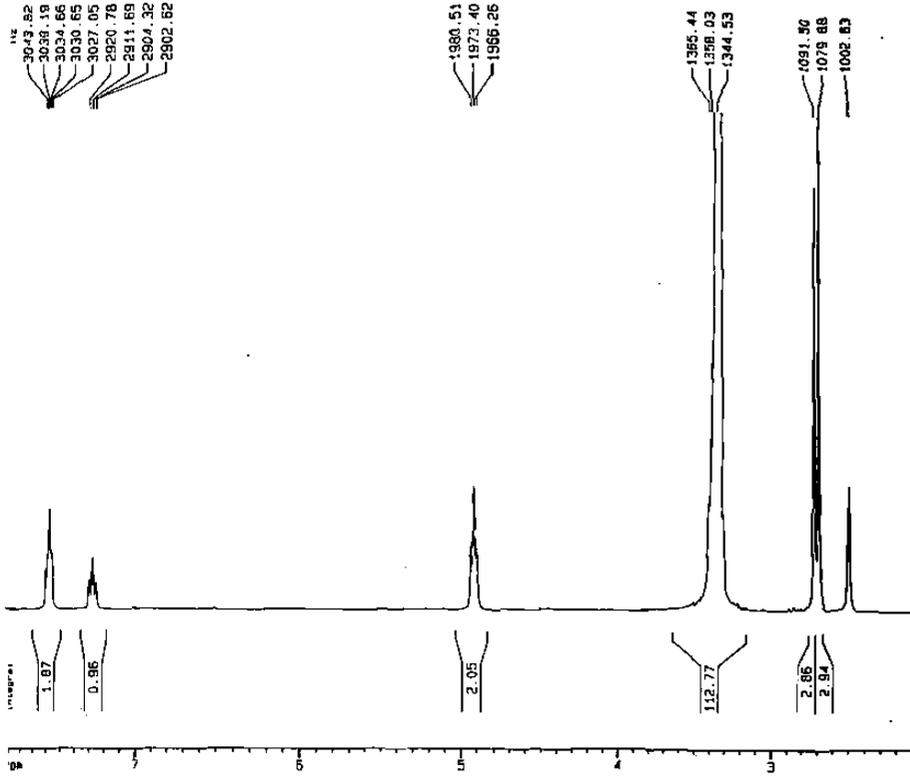
Current Data Parameters
 NAME EVPM9C
 EXPNO 5
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 981005
 Time 17 32
 INSTRUM spect
 PROBR0 5 mm Multis
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 32
 DS 4
 SWH 6410.256 Hz
 FIDRES 0.195625 Hz
 AQ 2.9559540 sec
 RG 128
 DW 78.008 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D0 1.60000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8.00 usec
 SFO1 400.1326017 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300008 MHz
 MDW EN
 SSB 0
 LB 0.38 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 15.000 ppm
 F1 8001.95 MHz
 F2P -1.508 ppm
 F2 400.13 MHz
 HPCOR 0.80000 ppm/cm
 HZCN 320.10400 Hz/cm

B89: ¹H-RMN, Ampliación.

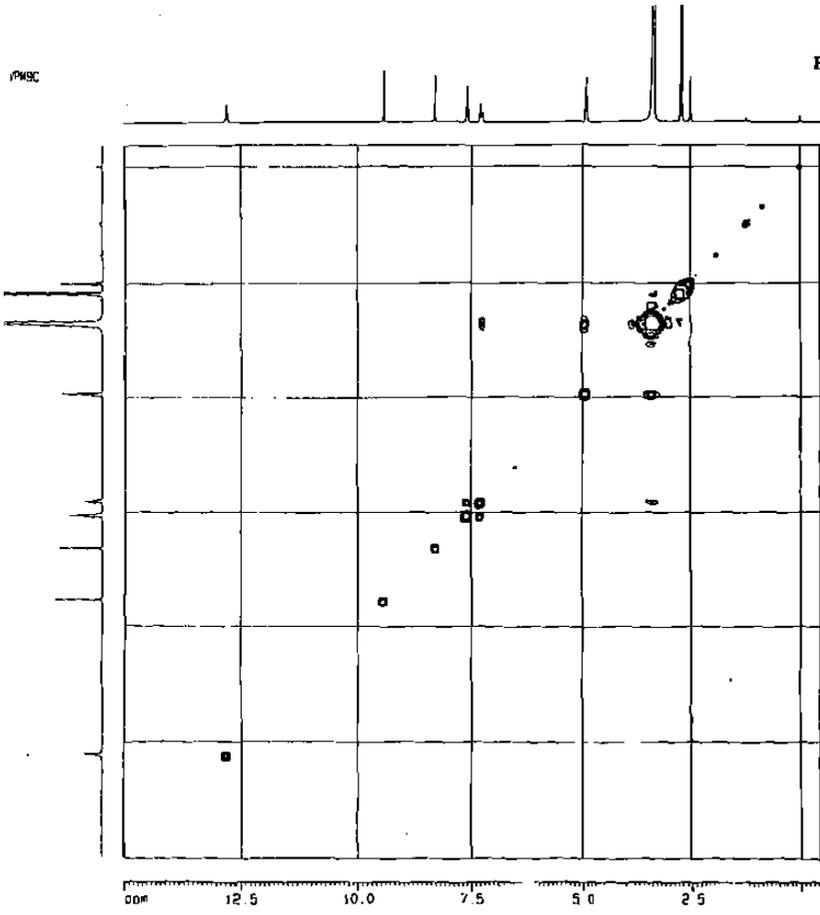


Current Data Parameters
 NAME EVMSC
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 980920
 TIME 15 52
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 on Multisw
 PULPROG zg
 TO 23700
 SOLVENT DMSO
 NS 16
 DS 4
 SWH 6410.256 Hz
 FIDRES 0.195625 Hz
 AQ 2.5329340 sec
 RG 120
 GH 78 000 usec
 GC 8 00 usec
 TE 300.2 K
 O1 1.00000000 sec
 O2 12 50 usec
 DE 8 00 usec
 SFO1 400.1326017 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 15384
 SF 400.1300000 MHz
 MDW Et
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 7.932 ppm
 F1 3173.95 Hz
 F2P 2.051 ppm
 F2 836.72 Hz
 FWHM 0.29206 ppm/cm
 HYCM 116.08156 Hz/cm



B90: COSY completo.

Current Data Parameters
 NAME EVMSC
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 980920
 TIME 15 52
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 on Multisw
 PULPROG cosy45
 TO 23700
 SOLVENT DMSO
 NS 16
 DS 4
 SWH 6410.256 Hz
 FIDRES 0.195625 Hz
 AQ 2.5329340 sec
 RG 120
 GH 78 000 usec
 GC 8 00 usec
 TE 300.2 K
 O1 1.00000000 sec
 O2 12 50 usec
 DE 8 00 usec
 SFO1 400.1326017 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F1 - Acquisition Parameters
 TO 120
 SFO1 400.1326017 MHz
 FWHM 0.29206 ppm/cm

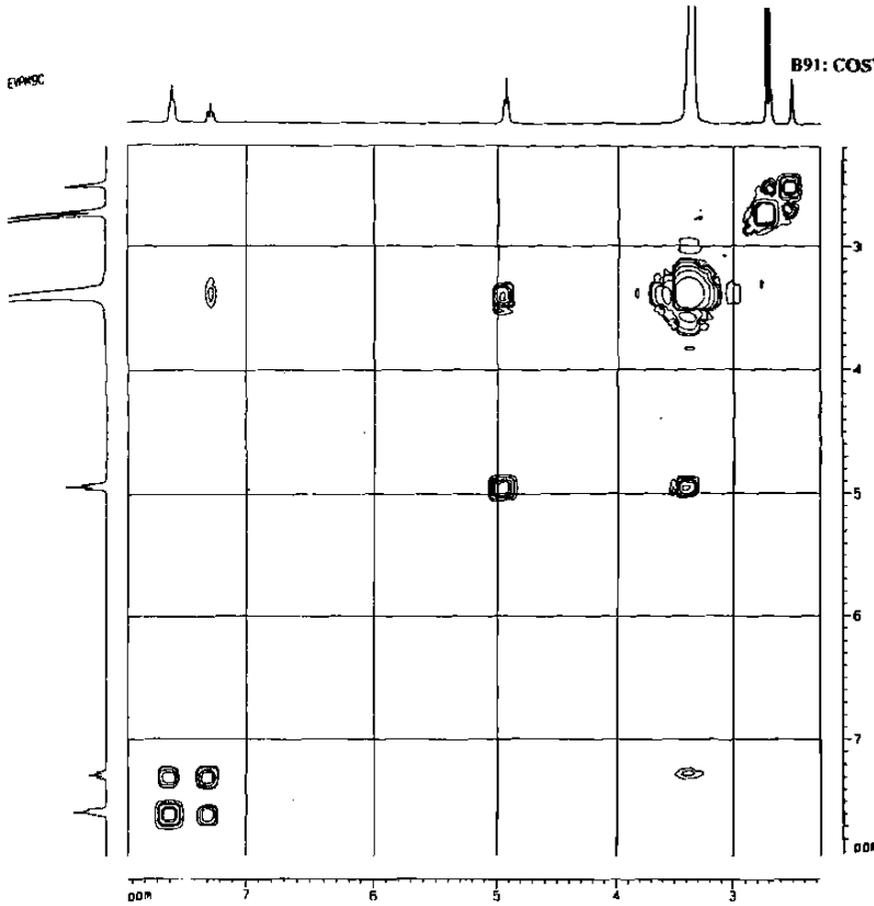
F2 - Processing parameters
 SI 15384
 SF 400.1300000 MHz
 MDW Et
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

F1 - Processing parameters
 SI 15384
 SF 400.1300000 MHz
 MDW Et
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 7.932 ppm
 F1 3173.95 Hz
 F2P 2.051 ppm
 F2 836.72 Hz
 FWHM 0.29206 ppm/cm
 HYCM 116.08156 Hz/cm

ECPM9C

B91: COSY, Ampliación.



```

Current Date Parameters
NAME      ECPM9C
EXPNO    2
PROCNO   1

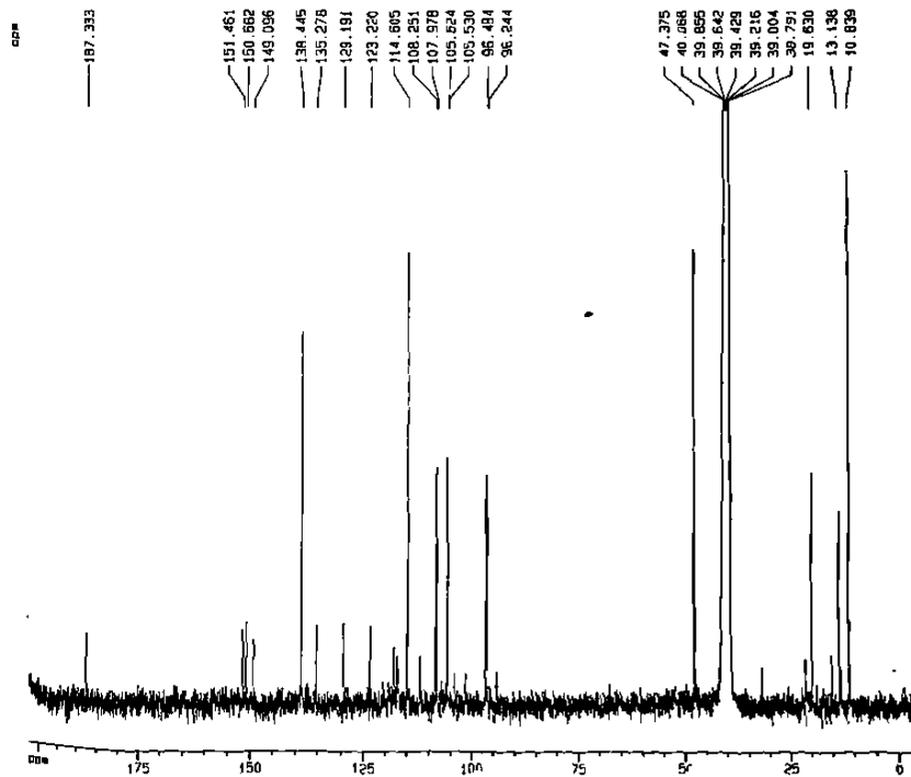
F2 - Acquisition Parameters
Date_    990813
Time     8 25
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        32785
DS        8
SWH       21581.725 Hz
FIDRES   0.320053 Hz
AQ        1.5204852 sec
RG         65384
GB         23 200 ussec
GC         8 00 ussec
GD         300 0 K
HI        0.0300000 sec
D12       0.0002000 sec
PL13      15 00 dB
O1        2.0000000 sec
CPOPRG2  mull16
PCPD2     100 00 ussec
SF02      400 131805.999 MHz
NUC2      1H
PL2       -3 00 dB
PL12      15 00 dB
P1        10 25 ussec
DE        8 00 ussec
TE        300 0 K
SF01      400 629139.899 MHz
NUC1      13C
PL1       -1 00 dB

F1 - Processing parameters
SI        32768
SF        100 612500.999 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        3 00 Hz
GB        0
PC        1 40

3D list parameters
C0        20 00 cm
C1        240 000 ppm
F10       21120 84 Hz
F5        -5 100 ppm
F2        -503 07 Hz
SF02CP   10 75000 ppm/CP
SF02CK   1001 59521 Hz/CK
    
```

ECPM9C

B92: ¹³C-RMN, Espectro normal.



```

Current Date Parameters
NAME      ECPM9C
EXPNO    2
PROCNO   1

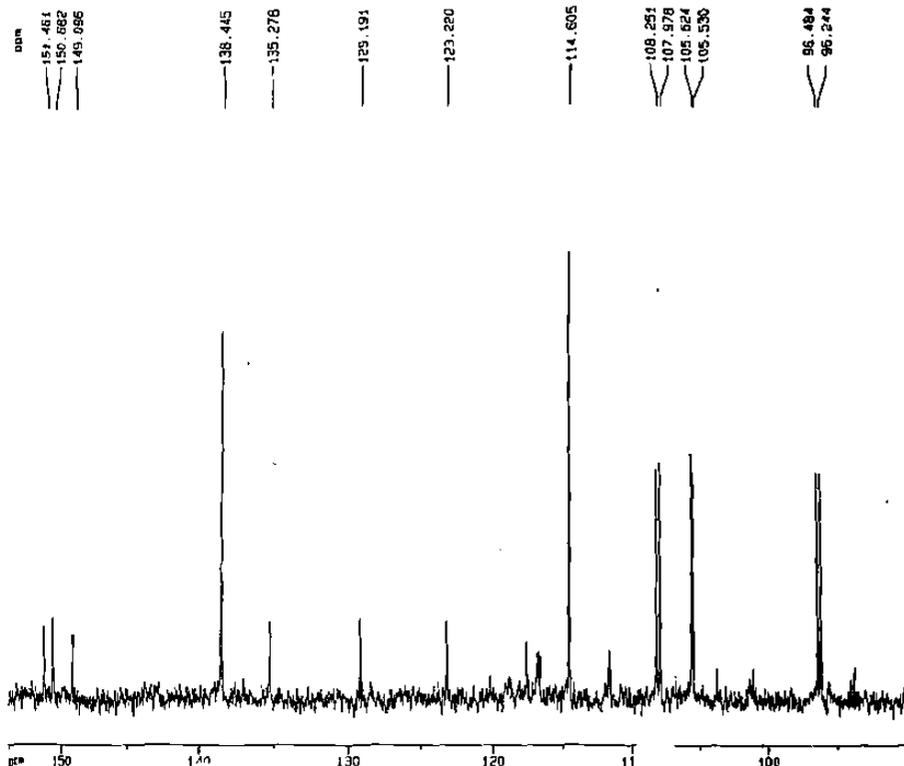
F2 - Acquisition Parameters
Date_    990813
Time     8 25
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        32785
DS        8
SWH       21581.725 Hz
FIDRES   0.320053 Hz
AQ        1.5204852 sec
RG         65384
GB         23 200 ussec
GC         8 00 ussec
GD         300 0 K
HI        0.0300000 sec
D12       0.0002000 sec
PL13      15 00 dB
O1        2.0000000 sec
CPOPRG2  mull16
PCPD2     100 00 ussec
SF02      400 131805.999 MHz
NUC2      1H
PL2       -3 00 dB
PL12      15 00 dB
P1        10 25 ussec
DE        8 00 ussec
TE        300 0 K
SF01      400 629139.899 MHz
NUC1      13C
PL1       -1 00 dB

F1 - Processing parameters
SI        32768
SF        100 612500.999 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        3 00 Hz
GB        0
PC        1 40

3D list parameters
C0        20 00 cm
C1        240 000 ppm
F10       21120 84 Hz
F5        -5 100 ppm
F2        -503 07 Hz
SF02CP   10 75000 ppm/CP
SF02CK   1001 59521 Hz/CK
    
```

ECPM9C

B93: ¹³C-RMN, Ampliación



Current Data Parameters
NAME ECPM9C
EXPNO 2
PROCNO 1

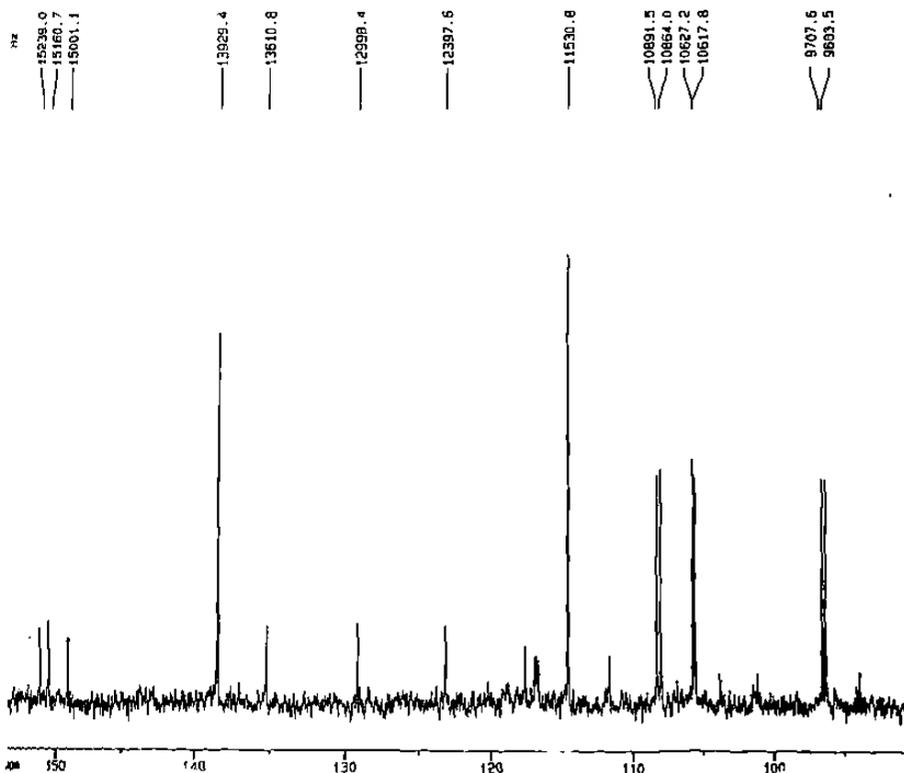
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990813
Time 9 25
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multis
PULPROG zgpg
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 32768
DS 8
SFO1 21591.725 Hz
FIDRES 0.326853 Hz
AQ 1.5204852 sec
RG 16384
OR 23.200 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
d11 0.0300000 sec
d12 0.0002000 sec
PL13 16.00 dB
D1 2.0000000 sec
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 100.00 usec
SFO2 400.1316000 MHz
NUC2 1H
PL2 -3.00 dB
PL12 16.00 dB
P1 10.25 usec
DE 8.00 usec
SFO1 100.6231398 MHz
NUC1 13C
PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6135008 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

ID non plot parameters
CX 20.00 cm
FID 150.000 ppm
F1 15995.09 Hz
F2P 90.000 ppm
F2 8055.21 Hz
CPDPR 3.25000 ppm/Hz
H2D 306.89590 Hz/Hz

ECPM9C

B94: ¹³C-RMN, Ampliación.

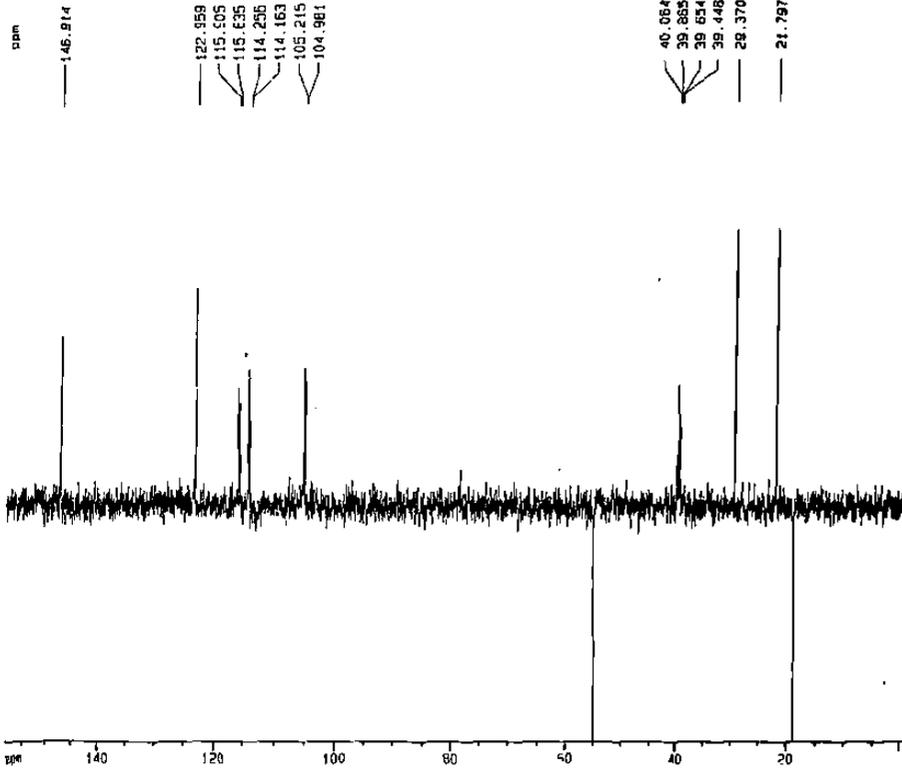


Current Data Parameters
NAME ECPM9C
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990813
Time 9 25
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multis
PULPROG zgpg
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 32768
DS 8
SFO1 21591.725 Hz
FIDRES 0.326853 Hz
AQ 1.5204852 sec
RG 16384
OR 23.200 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
d11 0.0300000 sec
d12 0.0002000 sec
PL13 16.00 dB
D1 2.0000000 sec
CPDPRG2 waltz16
PCPD2 100.00 usec
SFO2 400.1316000 MHz
NUC2 1H
PL2 -3.00 dB
PL12 16.00 dB
P1 10.25 usec
DE 8.00 usec
SFO1 100.6231398 MHz
NUC1 13C
PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 100.6135008 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40

ID non plot parameters
CX 20.00 cm
FID 150.000 ppm
F1 15995.09 Hz
F2P 90.000 ppm
F2 8055.21 Hz
CPDPR 3.25000 ppm/Hz
H2D 306.89590 Hz/Hz



Current Data Parameters

NAME EVPH9C

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 890930

Time 21.25

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Mult 1H

PULPROG zgpg30

TD 32768

SF 125.760

WDW EM

SSB 0

GB 0

PC 1.00

DM 78.000 usec

DE 8.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.50000000 sec

P1 5.00 usec

DE 8.00 usec

SFO1 400.1420001 MHz

NUC1 13C

PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters

SF 125.760

WDW EM

SSB 0

GB 0

PC 1.00

1D NMR plot parameters

CF 20.00 cm

F1P 15.010 ppm

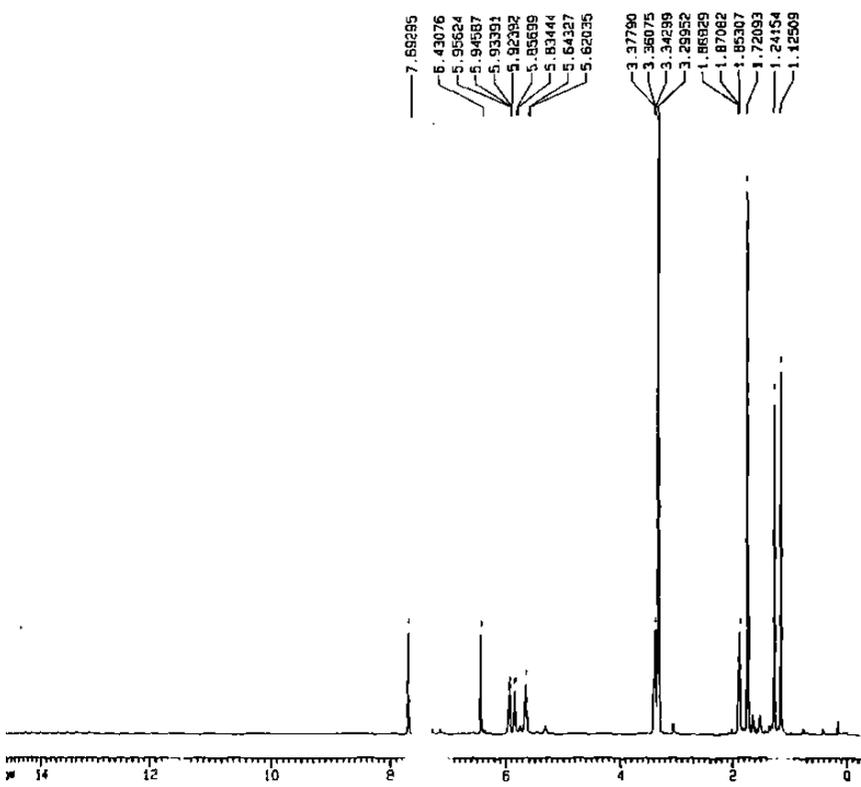
F1 6006.03 Hz

F2P -404.22 Hz

F2 60102.000000 Hz

PPM0 0.04134 ppm/cM

HYCN 379.08152 Hz/cM



Current Data Parameters

NAME EVPH9CM

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 890611

Time 9.26

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Multinu

PULPROG zgpg30

TD 32768

SF 125.760

WDW EM

SSB 0

GB 0

PC 1.00

DM 78.000 usec

DE 8.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.50000000 sec

P1 5.00 usec

DE 8.00 usec

SFO1 400.1420001 MHz

NUC1 1H

PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters

SF 125.760

WDW EM

SSB 0

GB 0

PC 1.00

1D NMR plot parameters

CF 20.00 cm

F1P 15.010 ppm

F1 6006.03 Hz

F2P -404.22 Hz

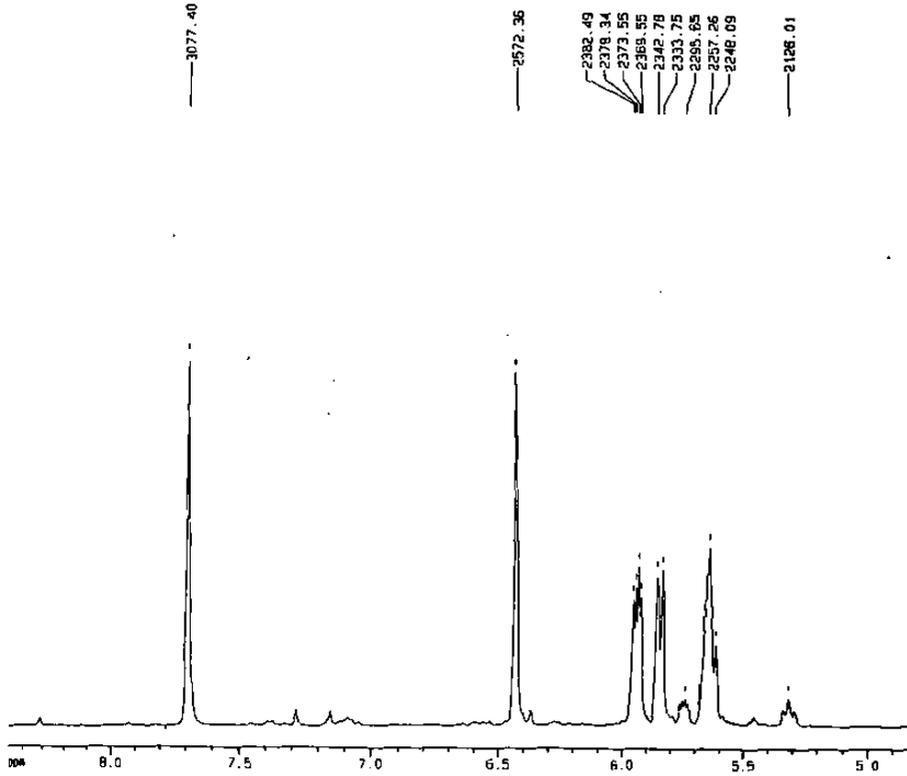
F2 60102.000000 Hz

PPM0 0.04134 ppm/cM

HYCN 379.08152 Hz/cM

EVM 9C
METANOL

B97: ¹H-RMN, Ampliación.



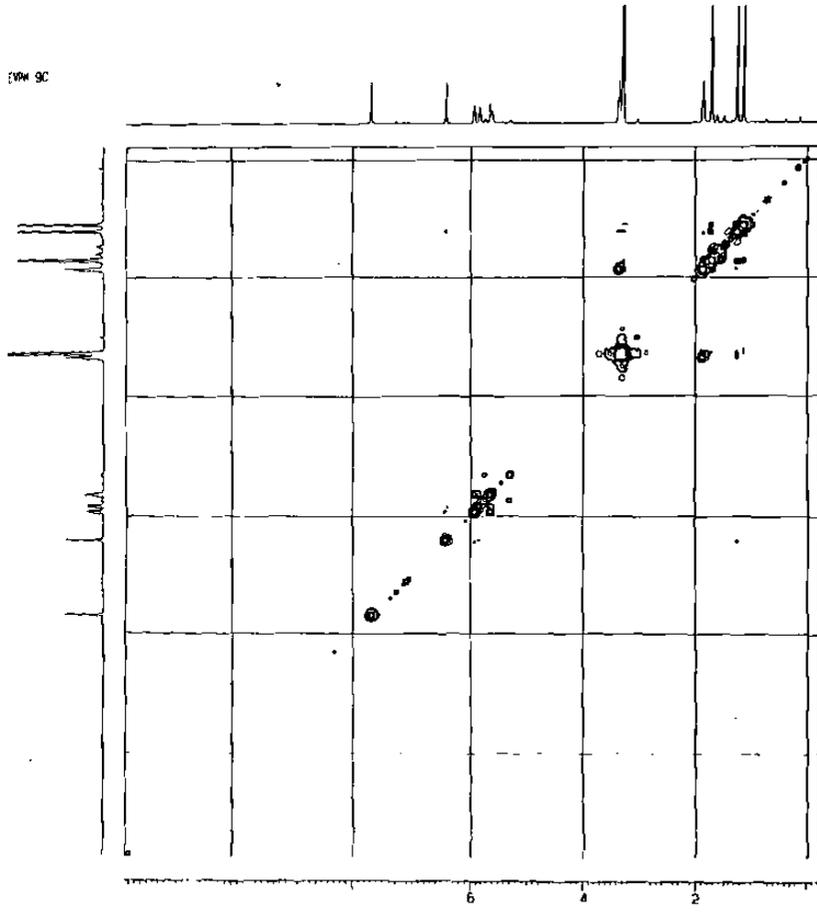
```

Current Data Parameters
NAME      Evm9c9h
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990611
Time     9 26
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG  zgpg30
TD        32768
SOLVENT  MeOH
NS        128
DS        4
SHE      6410 256 Hz
FIDRES   0.165230 Hz
AQ        2.6422219 sec
RG        456.1
DM        78.000 usec
DE        8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.50000000 sec
P1        9.00 usec
DE        8.00 usec
SFO1     400.1329881 MHz
NUC1      1H
RL1       -1.00 dB

F2 - Processing parameters
SI        6152
SF        400.1329881 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.30 Hz
GB        0
PC        1.00

1D NMR plot parameters
CX        20.00 cm
F1P       8.482 ppm
F1        339.04 Hz
F2P       4.810 ppm
F2        1924.71 Hz
PRPH1     0.18361 ppm/cm
WDC1      73.46671 Hz/cm
  
```



B98: COSY completo.

```

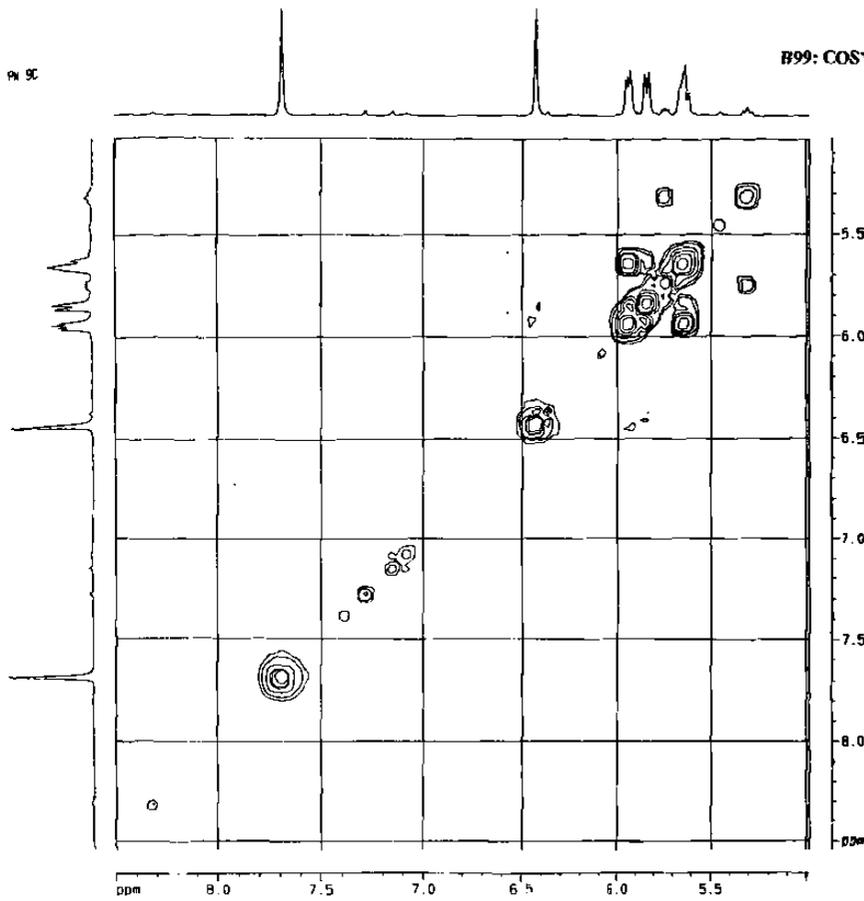
Current Data Parameters
NAME      Evm9c9h
EXPNO    2
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    990611
Time     9 27
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Multinu
PULPROG  zgpg30
TD        32768
SOLVENT  MeOH
NS        128
DS        4
SHE      6410 256 Hz
FIDRES   0.165230 Hz
AQ        2.6422219 sec
RG        456.1
DM        78.000 usec
DE        8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.50000000 sec
P1        9.00 usec
DE        8.00 usec
SFO1     400.1329881 MHz
NUC1      1H
RL1       -1.00 dB
WDW       EM

F2 - Processing parameters
SI        6152
SF        400.1329881 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.30 Hz
GB        0
PC        1.00

1D NMR plot parameters
CX        20.00 cm
F1P       8.482 ppm
F1        339.04 Hz
F2P       4.810 ppm
F2        1924.71 Hz
PRPH1     0.18361 ppm/cm
WDC1      73.46671 Hz/cm
  
```

B99: COSY, Ampliación.

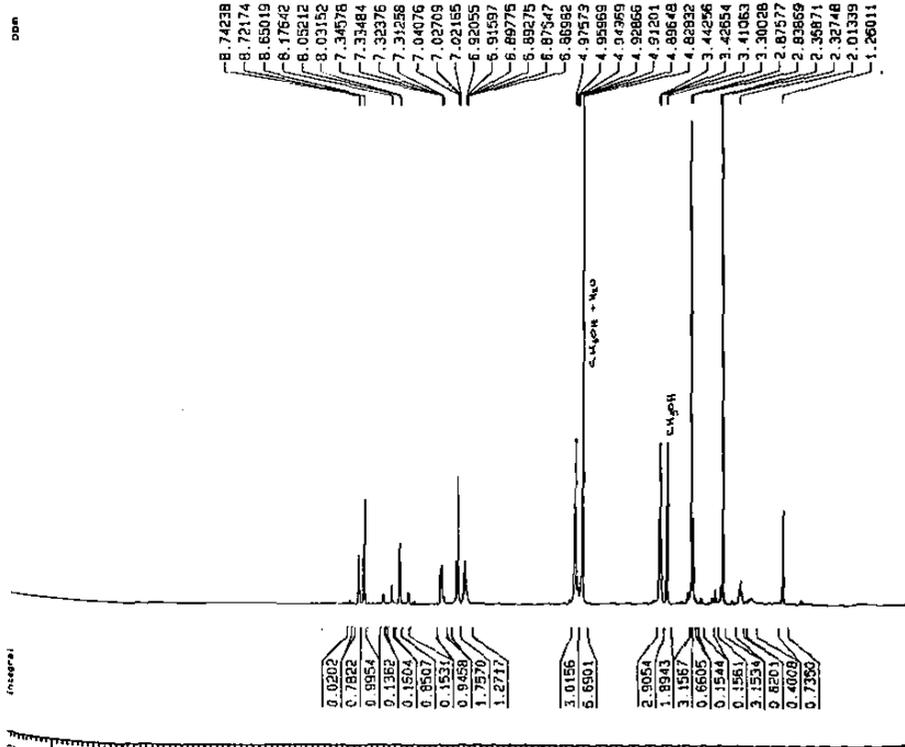


```

Current Data Parameters
NAME          EVM9825
EXPNO        1
PROCNO       1
----- F2 - Acquisition Parameters -----
Date_        981005
Time         18 07
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm Multinu
PULPROG      zgpg30
RG           640
AQ           0.000000 sec
RG           640
AQ           0.000000 sec
DE           0.00 usec
TE           300.2 K
D1           1.0000000 sec
P1           12.00 usec
DE           0.00 usec
SFO1         400.1326017 MHz
NUC1         1H
PL1          -3.00 dB
----- F1 - Acquisition Parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           32
DS           4
FIDRES       0.155625 MHz
AQ           2.9595540 sec
RG           322.5
AQ           78.000 usec
DE           0.00 usec
TE           300.2 K
D1           1.0000000 sec
P1           12.00 usec
DE           0.00 usec
SFO1         400.1326017 MHz
NUC1         1H
PL1          -3.00 dB
----- F2 - Processing parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           0
DS           0
LB           0.30 Hz
GB           0
PC           1.00
----- F1 - Processing parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           0
DS           0
LB           0.30 Hz
GB           0
PC           1.00
----- 1D 1H plot parameters -----
CX           20.00 cm
F1P          15.010 ppm
F2           8006.04 MHz
F2P          -1.019 ppm
F2          -404.22 MHz
RGW          0.80162 ppm/cb
RGW          370.51265 Hz/cb
    
```

EVM9825

B100: ¹H-RMN, Espectro completo.

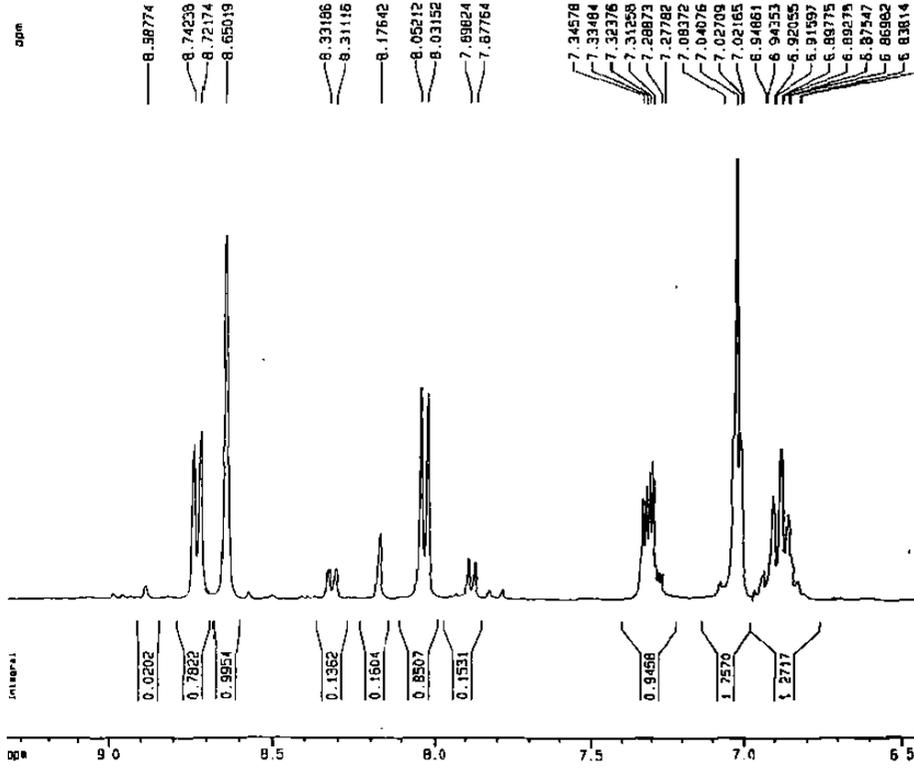


```

Current Data Parameters
NAME          EVM9825
EXPNO        1
PROCNO       1
----- F2 - Acquisition Parameters -----
Date_        981005
Time         18 07
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm Multinu
PULPROG      zgpg30
RG           640
AQ           0.000000 sec
RG           640
AQ           0.000000 sec
DE           0.00 usec
TE           300.2 K
D1           1.0000000 sec
P1           12.00 usec
DE           0.00 usec
SFO1         400.1326017 MHz
NUC1         1H
PL1          -3.00 dB
----- F1 - Acquisition Parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           32
DS           4
FIDRES       0.155625 MHz
AQ           2.9595540 sec
RG           322.5
AQ           78.000 usec
DE           0.00 usec
TE           300.2 K
D1           1.0000000 sec
P1           12.00 usec
DE           0.00 usec
SFO1         400.1326017 MHz
NUC1         1H
PL1          -3.00 dB
----- F2 - Processing parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           0
DS           0
LB           0.30 Hz
GB           0
PC           1.00
----- F1 - Processing parameters -----
SI           16384
SF           400.1326017 MHz
SOLVENT      H2O
NS           0
DS           0
LB           0.30 Hz
GB           0
PC           1.00
----- 1D 1H plot parameters -----
CX           20.00 cm
F1P          15.010 ppm
F2           8006.04 MHz
F2P          -1.019 ppm
F2          -404.22 MHz
RGW          0.80162 ppm/cb
RGW          370.51265 Hz/cb
    
```

EVPW9B25

B101: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
NAME: yvw9B25
EXPNO: 1
PROCNO: 1

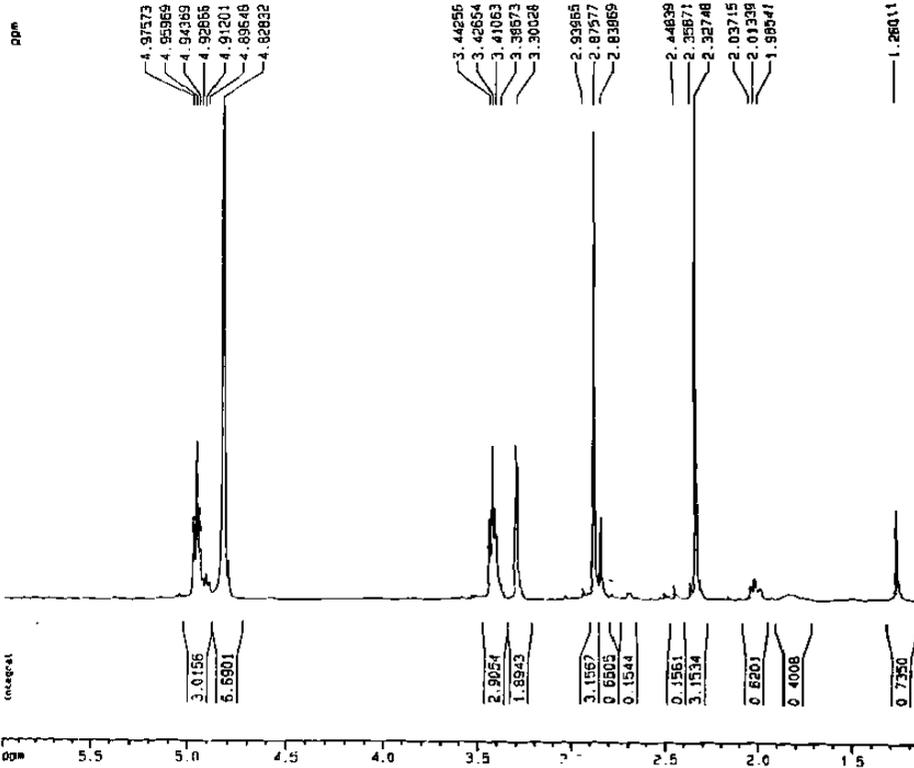
F2 - Acquisition Parameters
Date_: 981005
Time: 18.07
INSTRUM: spect
PROBHD: 5 mm Nu111nu
PULPROG: zg
TD: 32768
SOLVENT: MeOH
NS: 32
DS: 4
SWH: 6410.256 Hz
FIDRES: 0.195625 Hz
AQ: 2.9599540 sec
RG: 322.5
OR: 78.000 usec
DE: 8.00 usec
TE: 300.2 K
D1: 1.00000000 sec
PH: 12.50 usec
DE: 8.00 usec
SFO1: 400.1328017 MHz
NUC1: 1H
PL1: -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI: 16384
SF: 400.1300113 MHz
WDW: EM
SSB: 0
LB: 0.30 Hz
GB: 0
PC: 1.00

90 MHz elat parameters
CX: 20.00 cm
F1P: 8.352 ppm
F1: 3742.00 Hz
F2P: 6.422 ppm
F2: 2560.50 Hz
APCOR: 0.14051 ppm/cm
HZCN: 58.02111 Hz/cm

EVPW9B25

B102: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
NAME: yvw9B25
EXPNO: 1
PROCNO: 1

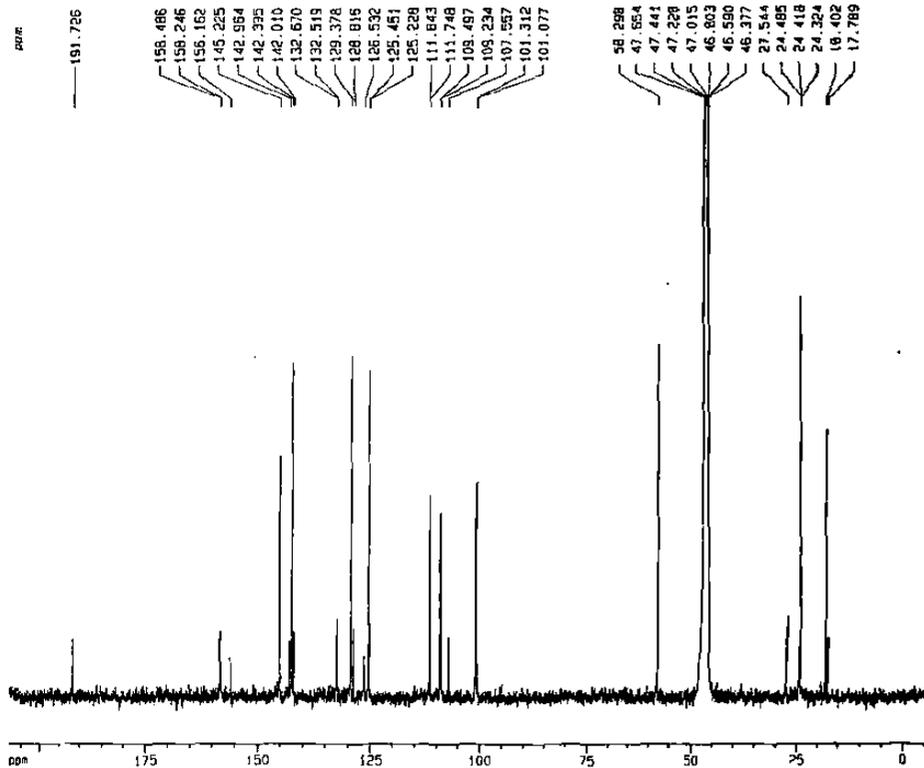
F2 - Acquisition Parameters
Date_: 981005
Time: 18.07
INSTRUM: spect
PROBHD: 5 mm Nu111nu
PULPROG: zg
TD: 32768
SOLVENT: MeOH
NS: 32
DS: 4
SWH: 6410.256 Hz
FIDRES: 0.195625 Hz
AQ: 2.9599540 sec
RG: 322.5
OR: 78.000 usec
DE: 8.00 usec
TE: 300.2 K
D1: 1.00000000 sec
PH: 12.50 usec
DE: 8.00 usec
SFO1: 400.1328017 MHz
NUC1: 1H
PL1: 3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI: 16384
SF: 400.1300113 MHz
WDW: EM
SSB: 0
LB: 0.30 Hz
GB: 0
PC: 1.00

90 MHz elat parameters
CX: 20.00 cm
F1P: 8.000 ppm
F1: 2400.78 Hz
F2P: 3.000 ppm
F2: 400.13 Hz
APCOR: 0.25000 ppm/cm
HZCN: 100.03256 Hz/cm

EVPMSB2S

B105: ¹³C-RMN, Espectro normal.



Current Data Parameters
 NAME EVPMSB2S
 EXPNO 3
 PROCNO 1

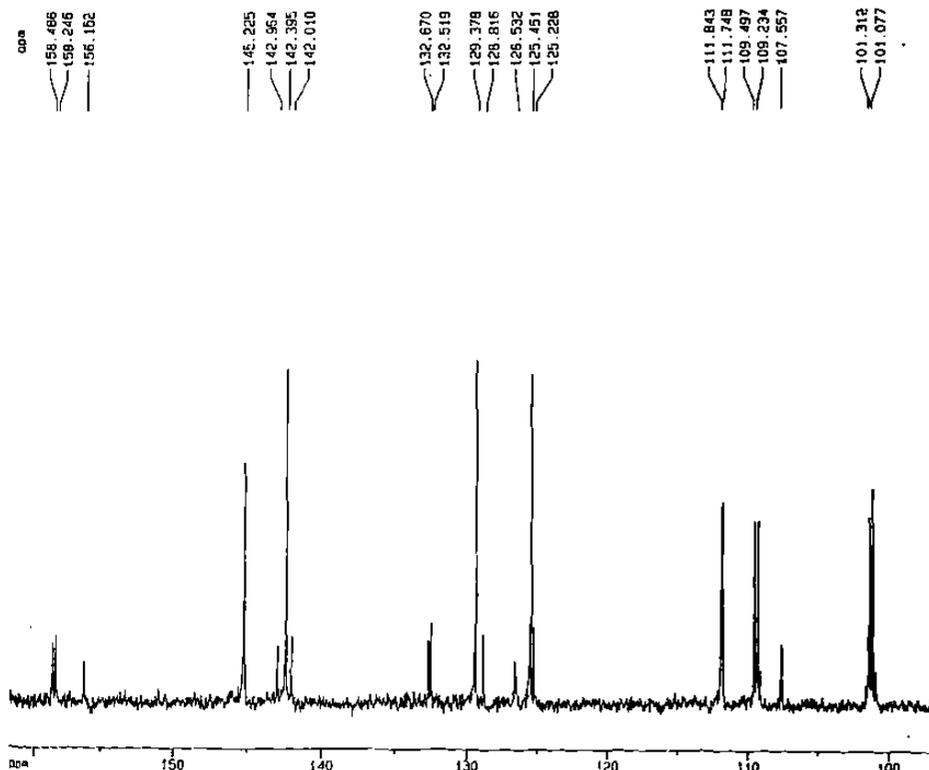
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 081005
 Time 3 57
 INSTRUM spect
 PROBO 5 mm Nucl13m
 PULPROG zgpg
 TO 85536
 SOLVENT DMSO
 NS 8152
 DS 8
 SWH 21951.725 Hz
 FIDRES 0.328853 Hz
 AQ 1.5204852 sec
 RG 16384
 DR 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D11 0.0300000 sec
 D12 0.0000000 sec
 PL13 16.00 dB
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 105.00 usec
 SF02 400.1316000 MHz
 NU2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 100.6230418 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128270 MHz
 MDV EM
 SSB 0
 LB 3.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

1D NMR plot parameters
 CX 20.00 cm
 FIP 205.429 ppm
 FI 20990.71 Hz
 FZP -5.576 ppm
 FZ -561.02 Hz
 PPMW 10.71023 ppm/Hz
 WCH 1077.50618 Hz/Hz

EVPMSB2S

B106: ¹³C-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME EVPMSB2S
 EXPNO 3
 PROCNO 1

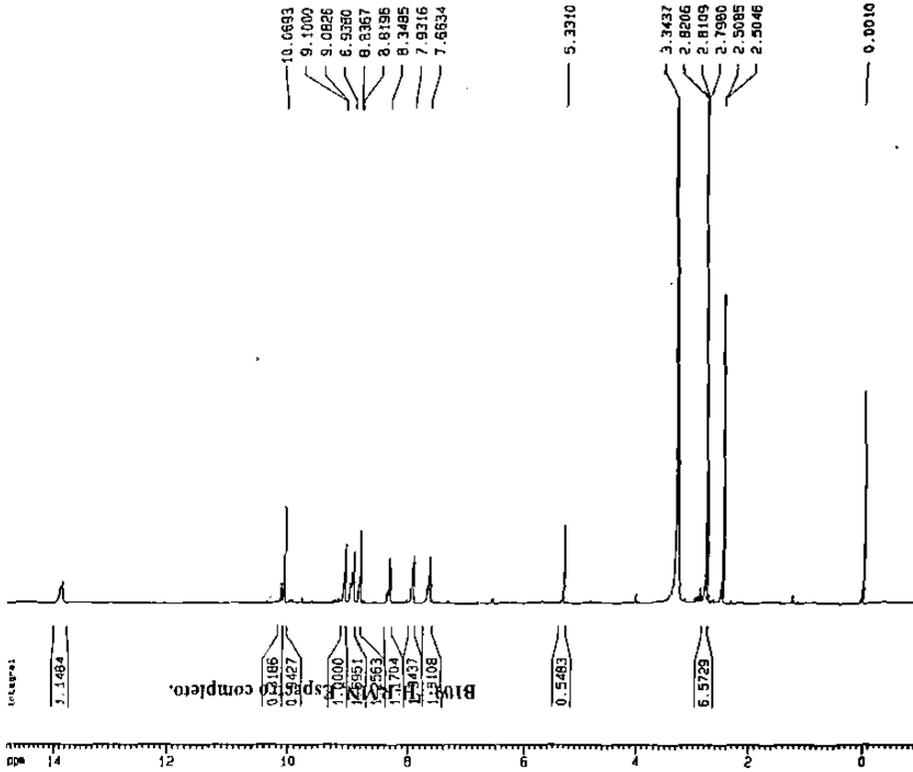
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 081005
 Time 3 57
 INSTRUM spect
 PROBO 5 mm Nucl13m
 PULPROG zgpg
 TO 85536
 SOLVENT DMSO
 NS 8152
 DS 8
 SWH 21951.725 Hz
 FIDRES 0.328853 Hz
 AQ 1.5204852 sec
 RG 16384
 DR 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 D11 0.0300000 sec
 D12 0.0000000 sec
 PL13 16.00 dB
 D1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 105.00 usec
 SF02 400.1316000 MHz
 NU2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 10.25 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 100.6230418 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128270 MHz
 MDV EM
 SSB 0
 LB 3.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

1D NMR plot parameters
 CX 20.00 cm
 FIP 162.073 ppm
 FI 16305.55 Hz
 FZP 89.053 ppm
 FZ 5728.51 Hz
 PPMW 3.26904 ppm/Hz
 WCH 304.90895 Hz/Hz

EVP13E

B109: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
NAME EVP13E
EXPNO 3
PROCNO 1

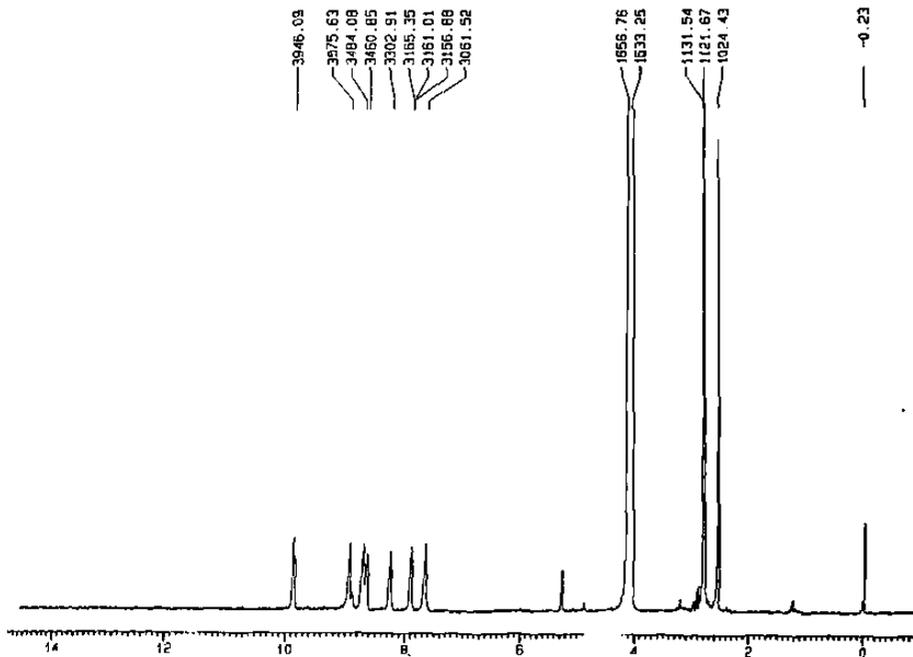
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990317
Time 8 16
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 4
SWH 6410.256 Hz
FIDRES 0.185625 Hz
AQ 2.5559540 sec
RG 812.7
DM 78.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.80000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.1328024 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1300015 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 15.000 ppm
F1 6001.35 Hz
F2P -1.000 ppm
F2 -400.13 Hz
PUNCH 0.80000 ppm/cm
WZCH 320.10000 Hz/cm

EVP13E

B110: ¹H-RMN, Intercambio con D₂O.



Current Data Parameters
NAME EVP13E
EXPNO 13
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 990325
Time 14 18
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 128
DS 4
SWH 6410.256 Hz
FIDRES 0.185625 Hz
AQ 2.5559540 sec
RG 812.7
DM 78.000 usec
DE 8.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.80000000 sec
P1 12.50 usec
DE 8.00 usec
SFO1 400.1328024 MHz
NUC1 1H
PL1 -3.00 dB

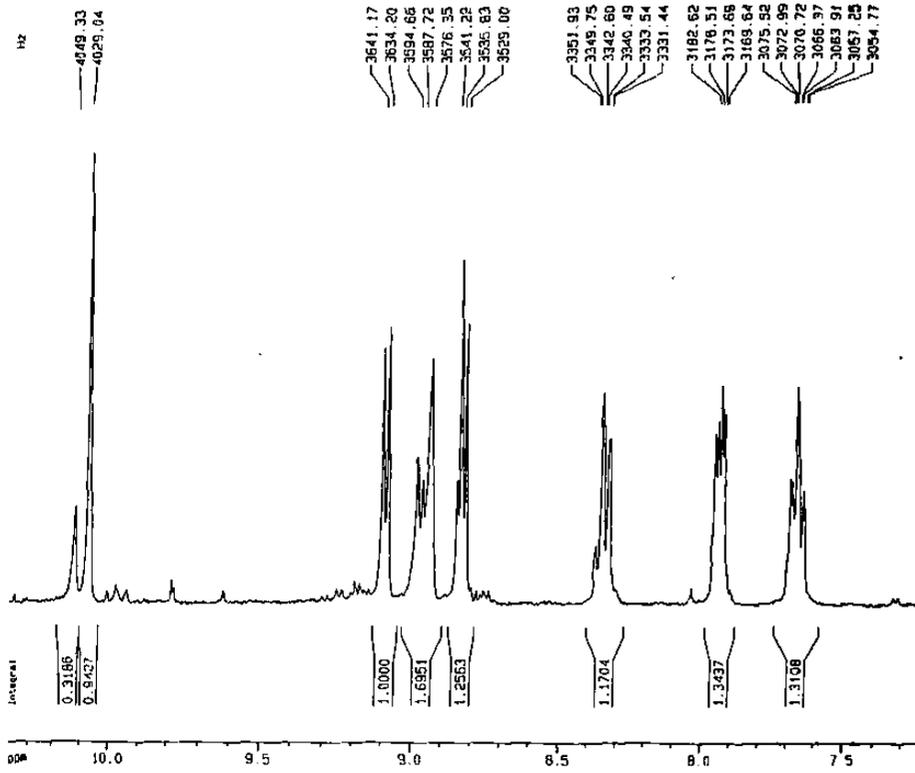
F2 - Processing parameters
SI 16384
SF 400.1299873 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

10 MHz plot parameters
CX 20.00 cm
F1P 15.010 ppm
F1 6005.03 Hz
F2P -1.010 ppm
F2 -404.22 Hz
PUNCH 0.80102 ppm/cm
WZCH 320.51282 Hz/cm

INTERCAMBIO
con D₂O

EVP13E

B111: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME: EVP13E
 EXPNO: 1
 PROCNO: 1

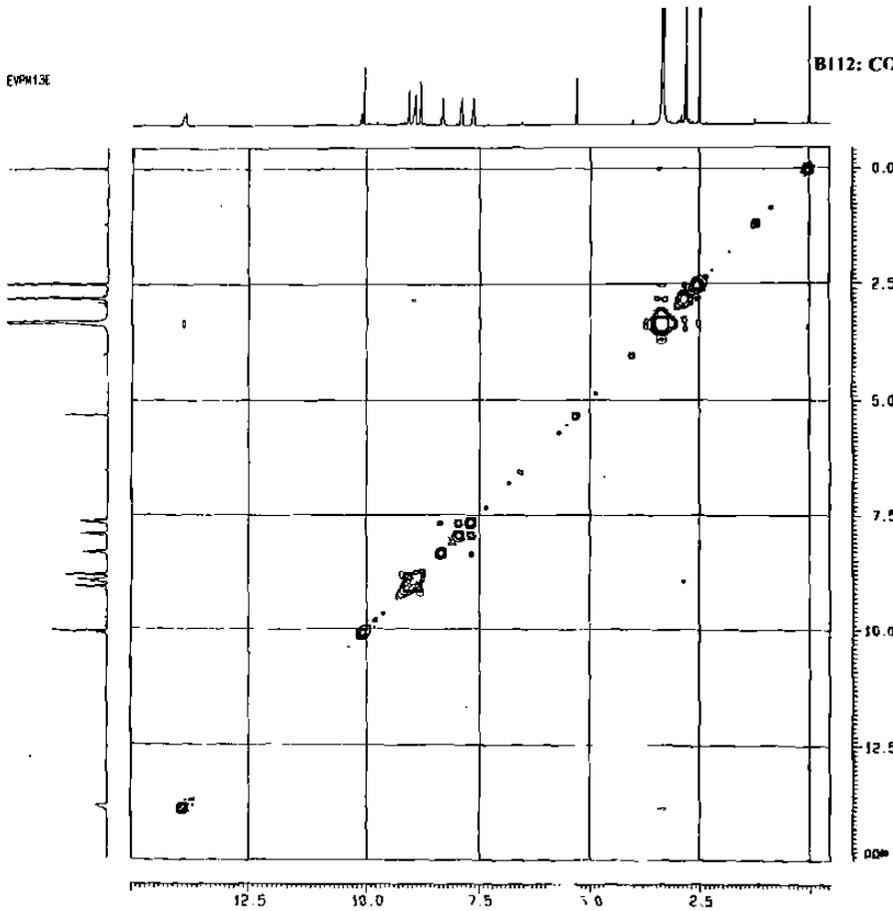
F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 990317
 Time: 8 16
 INSTRUM: spect
 PROBO: 5 mm Multis
 PULPROG: zg
 TO: 32788
 SOLVENT: DMSO
 NS: 128
 DS: 4
 SWH: 5410.256 Hz
 FIDRES: 0.135525 Hz
 AQ: 2.5255540 sec
 RG: 812.7
 DW: 78.000 usec
 DE: 8.00 usec
 TE: 300.0 K
 D1: 1.00000000 sec
 P1: 12.50 usec
 CE: 8.00 usec
 SF01: 400.1326024 MHz
 NUC1: 1H
 PL1: -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI: 16384
 SF: 400.1300015 MHz
 MH: 0
 SSB: 0
 LB: 0.30 Hz
 GB: 0
 PC: 1.00

10 MHz plot parameters
 CX: 20.00 cm
 FIP: 10.382 dBm
 F1: 4154.32 Hz
 F2: 7.226 dBm
 FZ: 2892.15 Hz
 PPMCM: 0.15772 ppm/cm
 WPCM: 83.10839 Hz/cm

EVP13E

B112: COSY completa.



Current Data Parameters
 NAME: EVP13E
 EXPNO: 1
 PROCNO: 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 990317
 Time: 8 17
 INSTRUM: spect
 PROBO: 5 mm Multis
 PULPROG: eprzg
 TO: 1024
 SOLVENT: DMSO
 NS: 64
 DS: 4
 SWH: 5410.256 Hz
 FIDRES: 0.135525 Hz
 AQ: 0.897970 sec
 RG: 426.1
 DW: 88.000 usec
 DE: 8.00 usec
 TE: 300.0 K
 D1: 0.00000000 sec
 P1: 1.00000000 sec
 CE: 8.00 usec
 SF01: 400.1326024 MHz
 NUC1: 1H
 PL1: -1.00 dB
 PL2: 0.00000000 dB

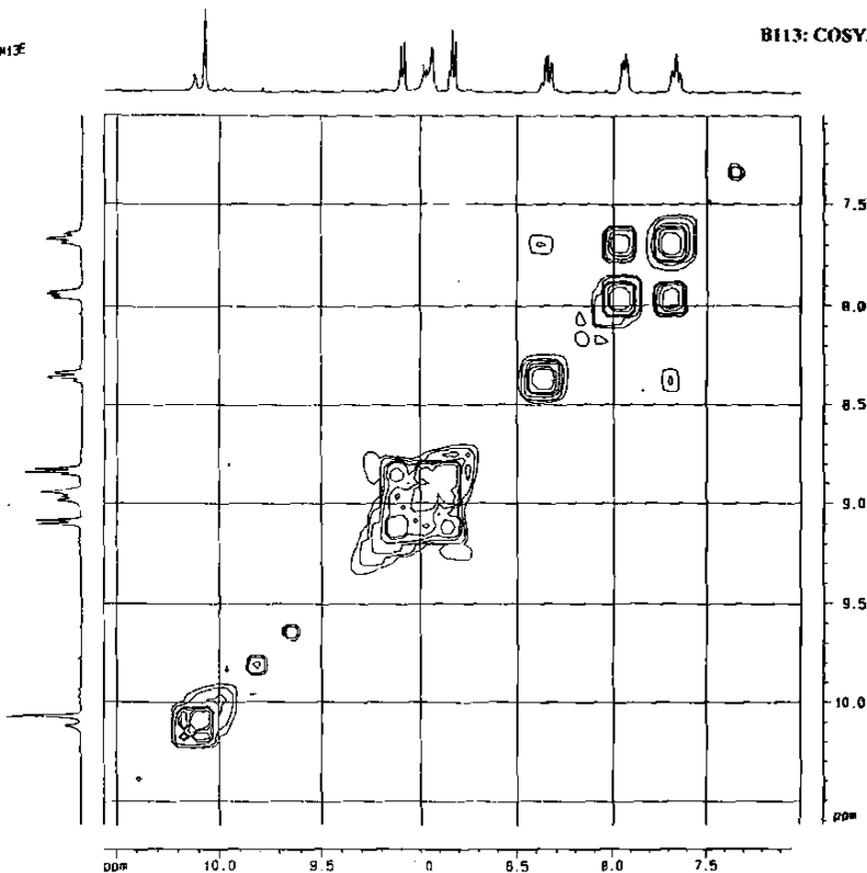
F2 - Processing parameters
 SI: 16384
 SF: 400.1300015 MHz
 MH: 0
 SSB: 0
 LB: 0.30 Hz
 GB: 0
 PC: 1.00

F1 - Processing parameters
 SI: 512
 SF: 400.1300015 MHz
 MH: 0
 SSB: 0
 LB: 0.30 Hz
 GB: 0
 PC: 1.00

20 MHz plot parameters
 CX: 20.00 cm
 FIP: 10.382 dBm
 F1: 4154.32 Hz
 F2: 7.226 dBm
 FZ: 2892.15 Hz
 PPMCM: 0.15772 ppm/cm
 WPCM: 83.10839 Hz/cm

M13E

B113: COSY, Ampliación.



Current Data Parameters

```

NAME      EVOH80
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    901006
Time     20 36
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Huj11mm
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        2048
DS        2
SWH       6410.256 Hz
FIDRES    0.195625 Hz
AQ        2.3229540 SEC
RG         756
DN         78.000 usec
DE         8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.0000000 sec
P1        12.50 usec
DE        8.00 usec
SFO1      400.1328024 MHz
NUC1       1H
PC        -3.00 dB

F1 - Relaxation parameters
SI         0
SF         400.1328024 MHz
SFO2       40.0000000 MHz
SFO3       15.0000000 MHz
LB         0.00 Hz
GB         0
PC         1.00

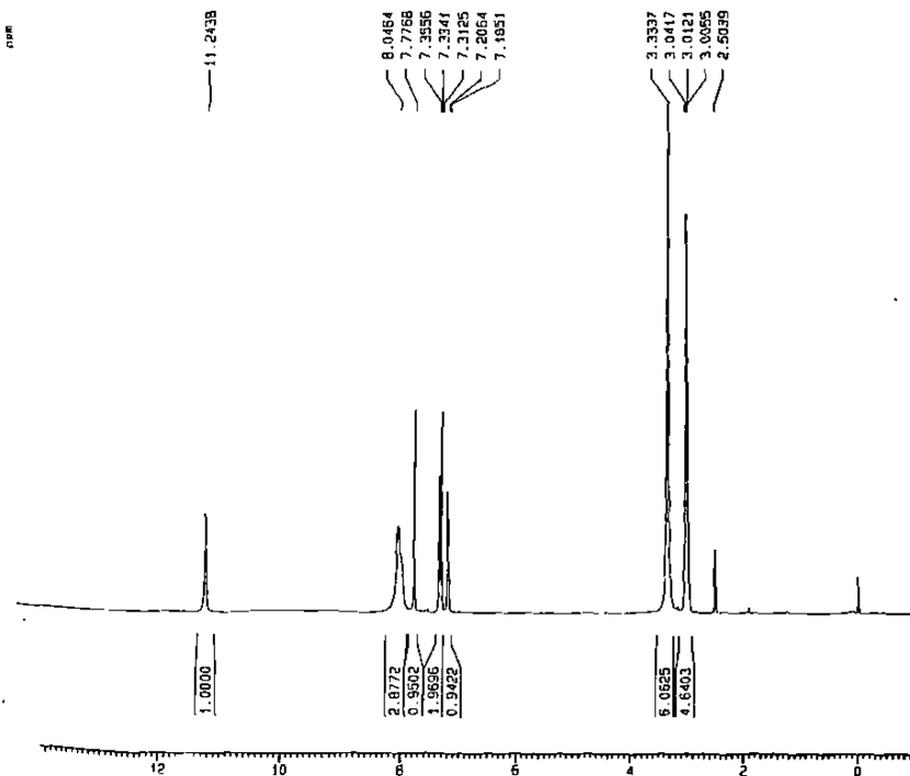
F2 - Processing parameters
SI         32768
SF         400.1328024 MHz
SFO2       40.0000000 MHz
SFO3       15.0000000 MHz
LB         0.30 Hz
GB         0
PC         1.00

ID - MRB plot parameters
CX         20.00 cm
F1P        15.010 ppm
F1         6005.04 Hz
F2P        -1.010 ppm
F2         -404.22 Hz
PPHCH      0.80102 ppm/cm
KQCH       320.51285 Hz/cm

```

EVOH80

B114: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters

```

NAME      EVOH80
EXPNO    1
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    901006
Time     20 36
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm Huj11mm
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        2048
DS        2
SWH       6410.256 Hz
FIDRES    0.195625 Hz
AQ        2.3229540 SEC
RG         756
DN         78.000 usec
DE         8.00 usec
TE        300.0 K
D1        1.0000000 sec
P1        12.50 usec
DE        8.00 usec
SFO1      400.1328024 MHz
NUC1       1H
PC        -3.00 dB

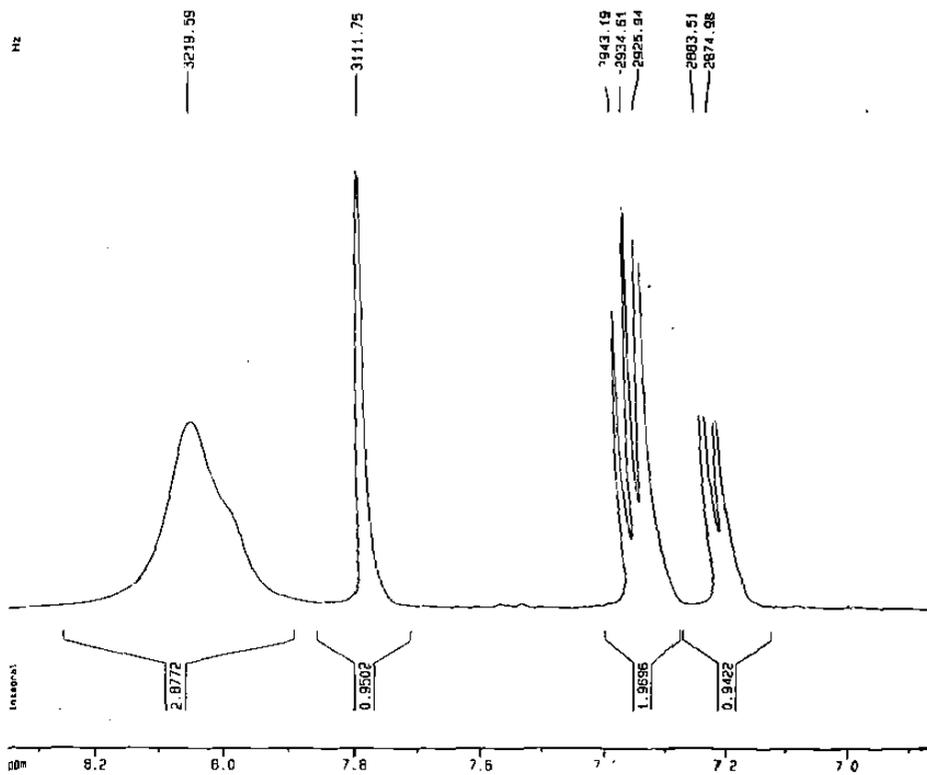
F1 - Relaxation parameters
SI         0
SF         400.1328024 MHz
SFO2       40.0000000 MHz
SFO3       15.0000000 MHz
LB         0.30 Hz
GB         0
PC         1.00

ID - MRB plot parameters
CX         20.00 cm
F1P        15.010 ppm
F1         6005.04 Hz
F2P        -1.010 ppm
F2         -404.22 Hz
PPHCH      0.80102 ppm/cm
KQCH       320.51285 Hz/cm

```

EVPN80

BIT5: ¹H-RMN, Ampliaci6n.



Current Data Parameters
 NAME EVPN80
 EXPNO 1
 PROCNO 1

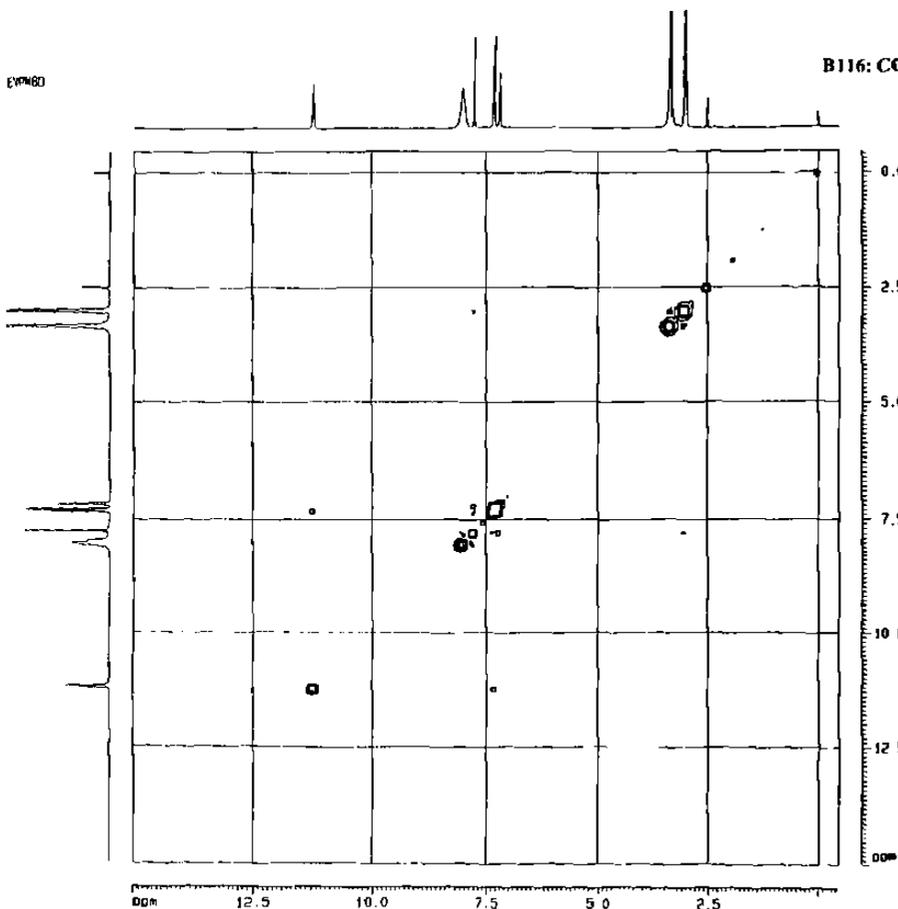
F2 - Acquisition Parameters
 QBLA 981000
 TIME 20.36
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 on Multisw
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 32
 DS 2
 SFO1 6410.256 Hz
 FIDRES 0.155625 Hz
 AQ 2.3559540 sec
 RG 256
 SN 76 600-uses
 SE 0.00 uSAC
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 uSAC
 DE 0.00 uSAC
 SFO1 400.1328024 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300515 MHz
 MDN 54
 SSB 0
 LB 0.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CA 20.00 cm
 F1P 0.302 dB
 F1 3345.97 Hz
 F2P 5.001 dB
 F2 2745.32 Hz
 PPMCH 0.07505 dB/cm
 NDCN 30.03251 kg/cm

EVPN80

B116: COSY completo.



Current Data Parameters
 NAME EVPN80
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 QBLA 981000
 TIME 20.36
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 on Multisw
 PULPROG zg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 32
 DS 2
 SFO1 6410.256 Hz
 FIDRES 0.155625 Hz
 AQ 2.3559540 sec
 RG 256
 SN 76 600-uses
 SE 0.00 uSAC
 TE 300.0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 uSAC
 DE 0.00 uSAC
 SFO1 400.1328024 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

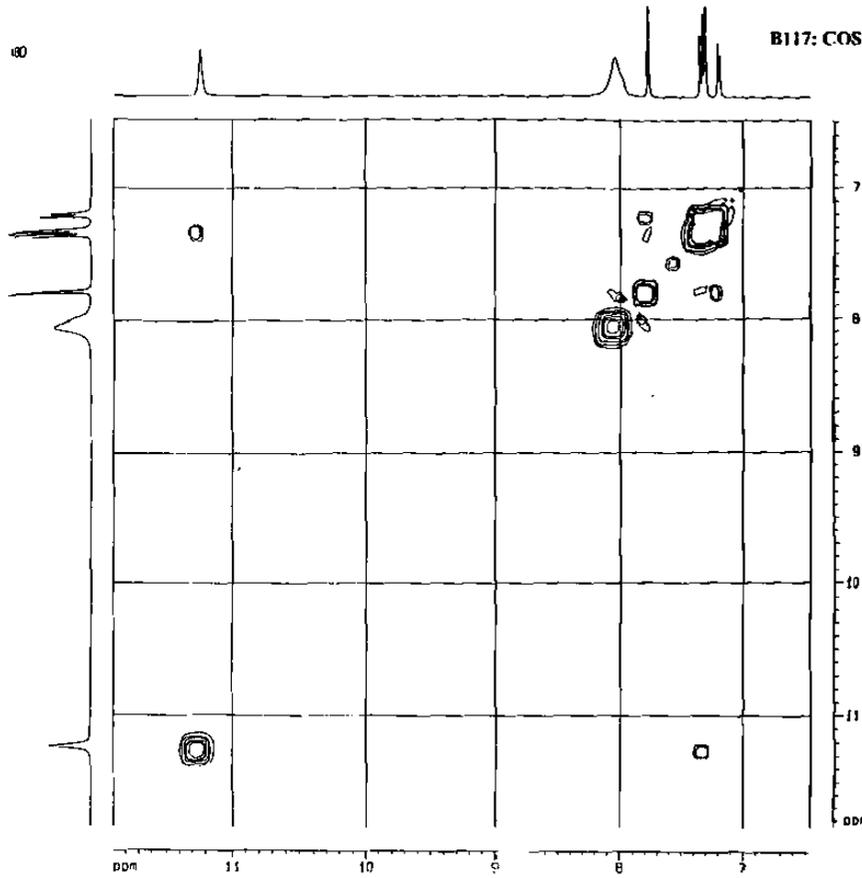
F1 - Acquisition parameters
 SI 16384
 SF 400.1300515 MHz
 MDN 54
 SSB 0
 LB 0.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

F1 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.1300515 MHz
 MDN 54
 SSB 0
 LB 0.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

10 MHz plot parameters
 CA 20.00 cm
 F1P 0.302 dB
 F1 3345.97 Hz
 F2P 5.001 dB
 F2 2745.32 Hz
 PPMCH 0.07505 dB/cm
 NDCN 30.03251 kg/cm

80

B117: COSY, Ampliación.



```

Current Data Parameters
NAME      EYV800
EXPNO    7
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    200809
Time     20 30
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HNP1MG
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        64
DS        4
SWH       6000.170 Hz
F2DR5    0.000000 Hz
AQ        0.000000 sec
RG        512
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

F1 - Acquisition Parameters
Date_    200809
Time     20 30
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HNP1MG
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        64
DS        4
SWH       6000.170 Hz
F2DR5    0.000000 Hz
AQ        0.000000 sec
RG        512
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

F2 - Processing parameters
SI        327
SF        600.136000 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

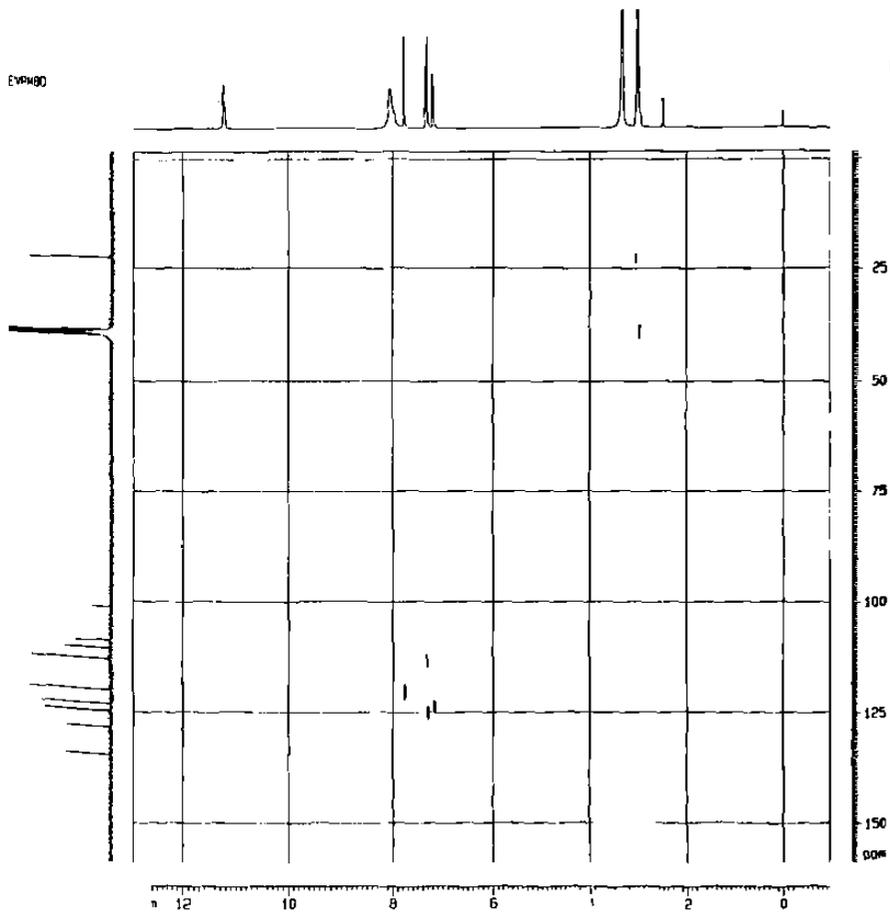
F1 - Processing parameters
SI        512
SF        600.136000 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

2D NMR parameters
SI        15.00 cm
CF1       15.00 cm
F2PL0     17.000 MHz
F2L0      17.000 MHz
F2PL1     0.000 MHz
F2L1      0.000 MHz
F2PL2     788.478 MHz
F2L2      788.478 MHz
F2PL3     11.000 MHz
F2L3      11.000 MHz
F2PL4     474.017 MHz
F2L4      474.017 MHz
F2PL5     0.000 MHz
F2L5      0.000 MHz
F2PL6     2390.10 Hz
F2L6      0.000 MHz
F2PL7     0.000 MHz
F2L7      0.000 MHz
F2PL8     0.000 MHz
F2L8      0.000 MHz

```

EYV800

B121: HMQC.



```

Current Data Parameters
NAME      EYV800
EXPNO    5
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    200809
Time     20 34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HNP1MG
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        64
DS        4
SWH       6000.170 Hz
F2DR5    0.000000 Hz
AQ        0.000000 sec
RG        512
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

F1 - Acquisition Parameters
Date_    200809
Time     20 34
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm HNP1MG
PULPROG  zgpg30
TD        65536
SOLVENT  DMSO
NS        64
DS        4
SWH       6000.170 Hz
F2DR5    0.000000 Hz
AQ        0.000000 sec
RG        512
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

F2 - Processing parameters
SI        327
SF        600.136000 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

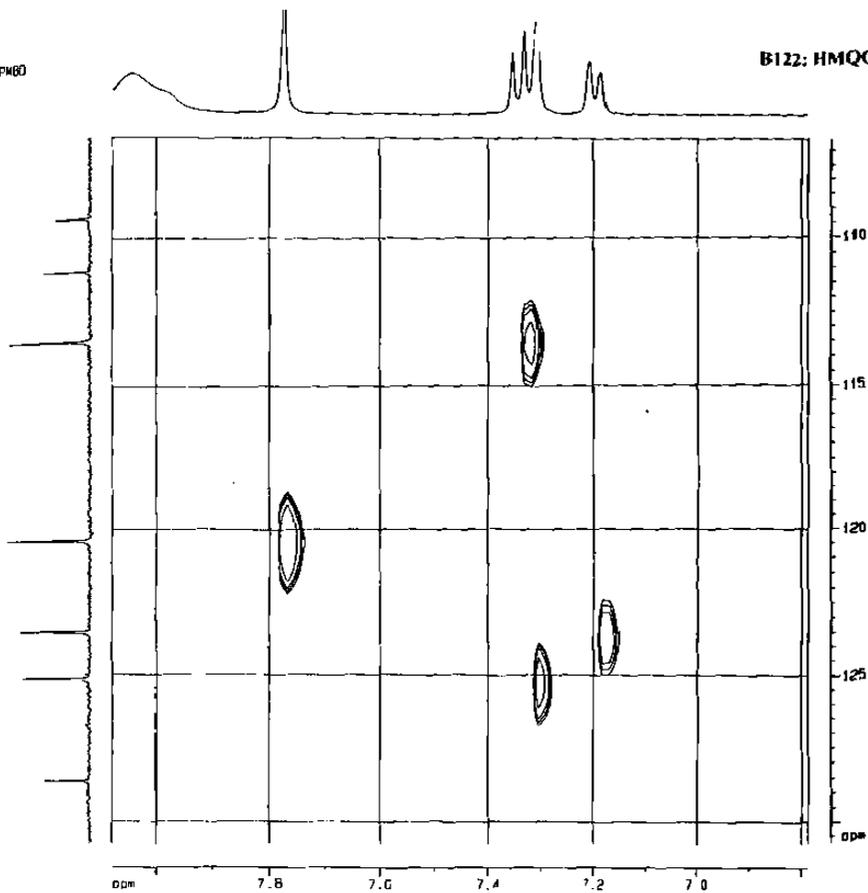
F1 - Processing parameters
SI        512
SF        600.136000 MHz
WDW       EM
SSB       0
LB        0.00 Hz
GB        0
PC        1.00

2D NMR parameters
SI        15.00 cm
CF1       15.00 cm
F2PL0     17.000 MHz
F2L0      17.000 MHz
F2PL1     0.000 MHz
F2L1      0.000 MHz
F2PL2     788.478 MHz
F2L2      788.478 MHz
F2PL3     11.000 MHz
F2L3      11.000 MHz
F2PL4     474.017 MHz
F2L4      474.017 MHz
F2PL5     0.000 MHz
F2L5      0.000 MHz
F2PL6     2390.10 Hz
F2L6      0.000 MHz
F2PL7     0.000 MHz
F2L7      0.000 MHz
F2PL8     0.000 MHz
F2L8      0.000 MHz

```

EYPM80

B122: HMQC, Ampliación.



Default Data Parameters
 NAME: EYPM80
 EXPNO: 5
 PROCNO: 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 200808
 Time: 20:34
 INSTRUM: spect
 PROCNO: 5 in 443144
 PULPROG: zgpg30
 F2: 400
 SFO1: 400
 NS: 64
 DS: 4
 SWH: 5000.250 Hz
 FIDRES: 0.49567 Hz
 AQ: 0.0510000 sec
 RG: 64
 DQ: 64 0000000
 DE: 0.00 0000000
 TE: 300.2 K

F1 - Acquisition parameters
 NS: 2
 SFO1: 100.6267 MHz
 F1RES: 176.415835 Hz
 SFO2: 100.614 MHz

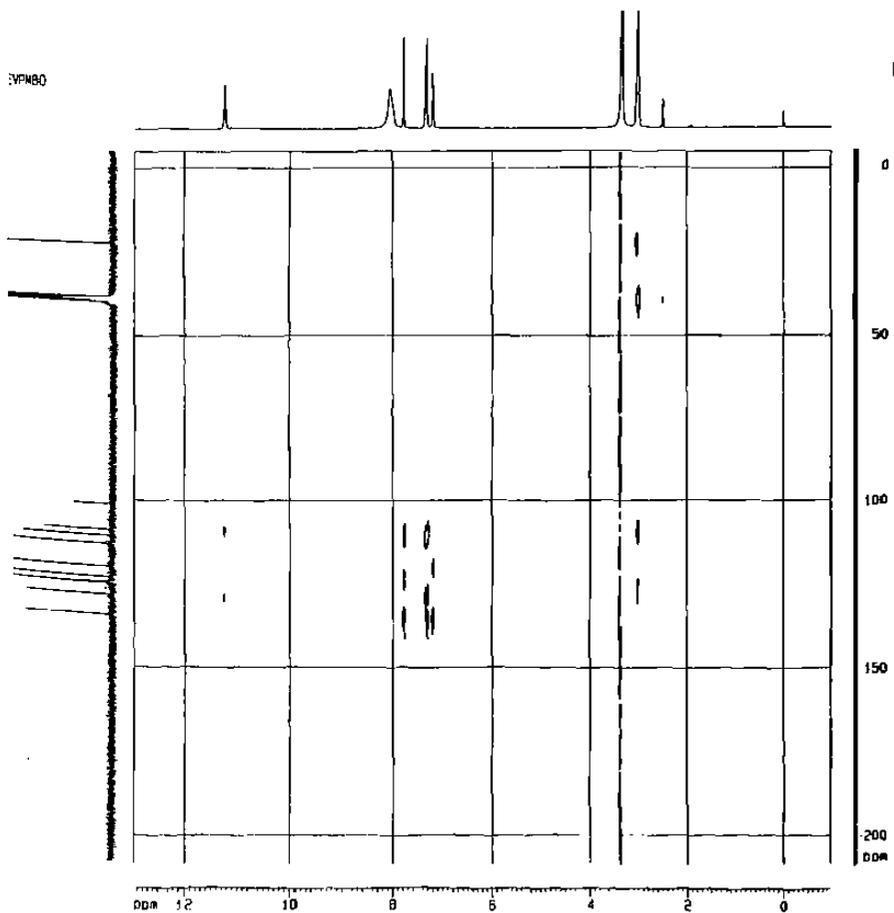
F2 - Processing parameters
 SI: 4096
 SF: 400.1499986 MHz
 DS: 4
 SWH: 5000.250 Hz
 LB: 0.00 Hz
 GB: 0
 PC: 1.00

F1 - Processing parameters
 SI: 512
 SF: 100.614 MHz
 DS: 2
 SWH: 0.00 Hz
 GB: 0

90 MHz offset parameters
 CX2: 15.00 cm
 CX1: 15.00 cm
 F2L0: 0.000 MHz
 F2L1: 22.15 MHz
 F2H1: 0.700 MHz
 F2H2: 22.15 MHz
 F1L0: 130.000 MHz
 F1L1: 231.00 MHz
 F1H1: 100.000 MHz
 F1H2: 107.75 MHz
 CPMPCP: 0.00000000
 F2DPR1: 34.51361 MHz/cm
 F2DPR2: 1.51148 MHz/cm
 F1DPR: 102.23394 MHz/cm

EYPM80

B123: HMBC.



Default Data Parameters
 NAME: EYPM80
 EXPNO: 5
 PROCNO: 1

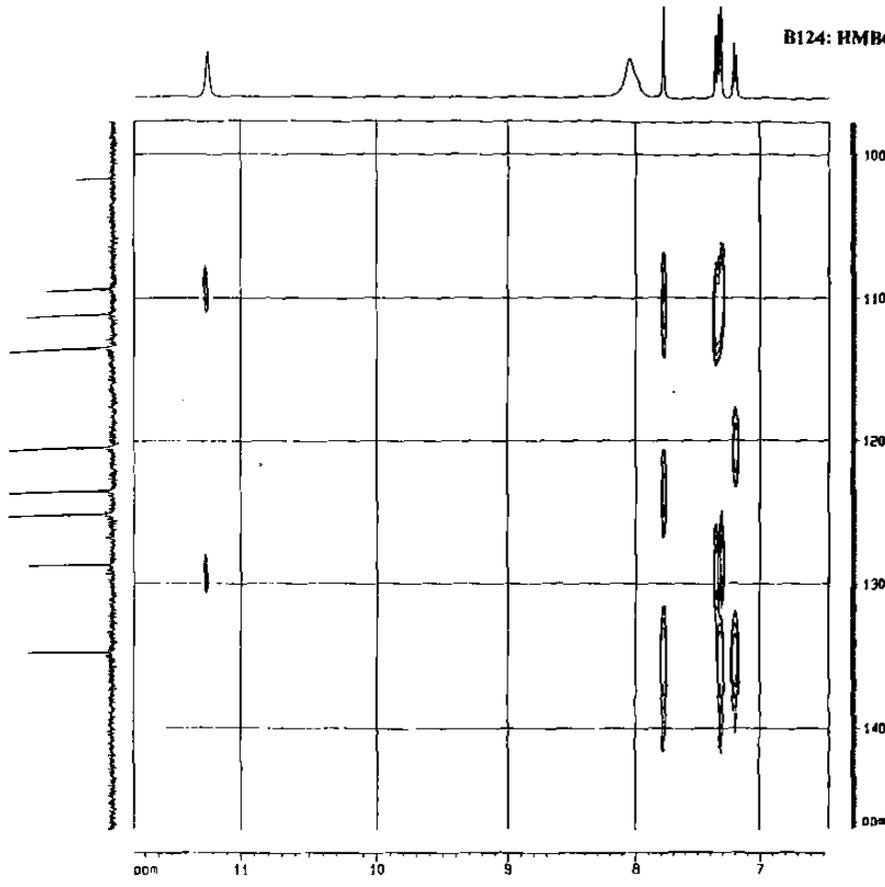
F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 200808
 Time: 1:42
 INSTRUM: spect
 PROCNO: 5 in 443144
 PULPROG: zgpg30
 F2: 400
 SFO1: 400
 NS: 64
 DS: 4
 SWH: 5000.250 Hz
 FIDRES: 0.49567 Hz
 AQ: 0.0510000 sec
 RG: 64
 DQ: 64 0000000
 DE: 0.00 0000000
 TE: 300.2 K

F1 - Acquisition parameters
 NS: 2
 SFO1: 100.6267 MHz
 F1RES: 176.415835 Hz
 SFO2: 100.614 MHz

F2 - Processing parameters
 SI: 4096
 SF: 400.1499986 MHz
 DS: 4
 SWH: 5000.250 Hz
 LB: 0.00 Hz
 GB: 0
 PC: 1.00

F1 - Processing parameters
 SI: 512
 SF: 100.614 MHz
 DS: 2
 SWH: 0.00 Hz
 GB: 0

90 MHz offset parameters
 CX2: 15.00 cm
 CX1: 15.00 cm
 F2L0: 0.000 MHz
 F2L1: 22.15 MHz
 F2H1: 0.700 MHz
 F2H2: 22.15 MHz
 F1L0: 130.000 MHz
 F1L1: 231.00 MHz
 F1H1: 100.000 MHz
 F1H2: 107.75 MHz
 CPMPCP: 0.00000000
 F2DPR1: 34.51361 MHz/cm
 F2DPR2: 1.51148 MHz/cm
 F1DPR: 102.23394 MHz/cm



B124: HMBC, Ampliación.

Current Data Parameters
 NAME: EVM108
 EXPNO: 1
 PROCNO: 1

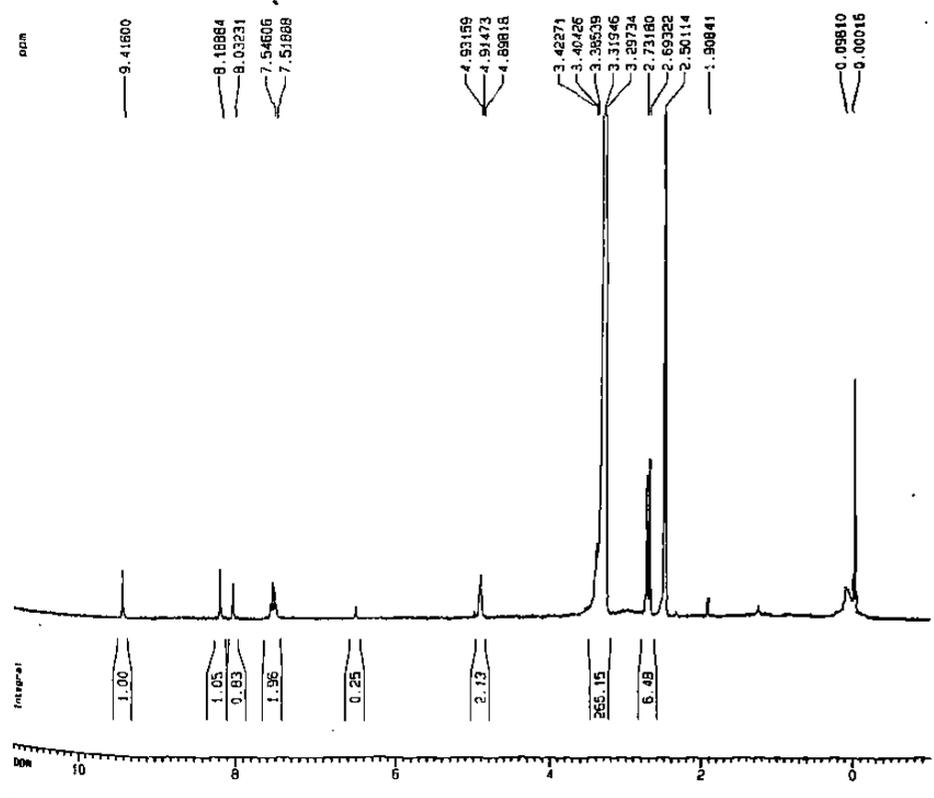
F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 981207
 Time: 17:15
 INSTRUM: spect
 PRODPG: 5 us Multinu
 PULPROG: zgpg30
 TD: 32768
 SOLVENT: DMSO
 NS: 32
 DS: 4
 SWH: 4807.600 Hz
 FIDRES: 0.145710 Hz
 AQ: 3.407520 sec
 RG: 574.7
 DN: 104.000 usec
 DE: 8.00 usec
 TE: 300.0 K
 O1: 1.8000000 sec
 A1: 12.50 usec
 OE: 8.00 usec
 SFO1: 400.132021 MHz
 NUC1: 1H
 PL1: -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI: 16384
 SF: 400.1300026 MHz
 MDW: 0
 SSB: 0
 LB: 0.20 Hz
 BR: 0
 PC: 1.00

1D 1H NMR parameters
 CL: 20.00 usec
 F1P: 11.000 ppm
 F1: 440.143 MHz
 F2P: -1.000 ppm
 F2: -400.13 MHz
 PWDW: 0.50000 ppm/cyc
 HYCN: 240.07800 MHz/cyc

EVM108

B125: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
 NAME: EVM108
 EXPNO: 1
 PROCNO: 1

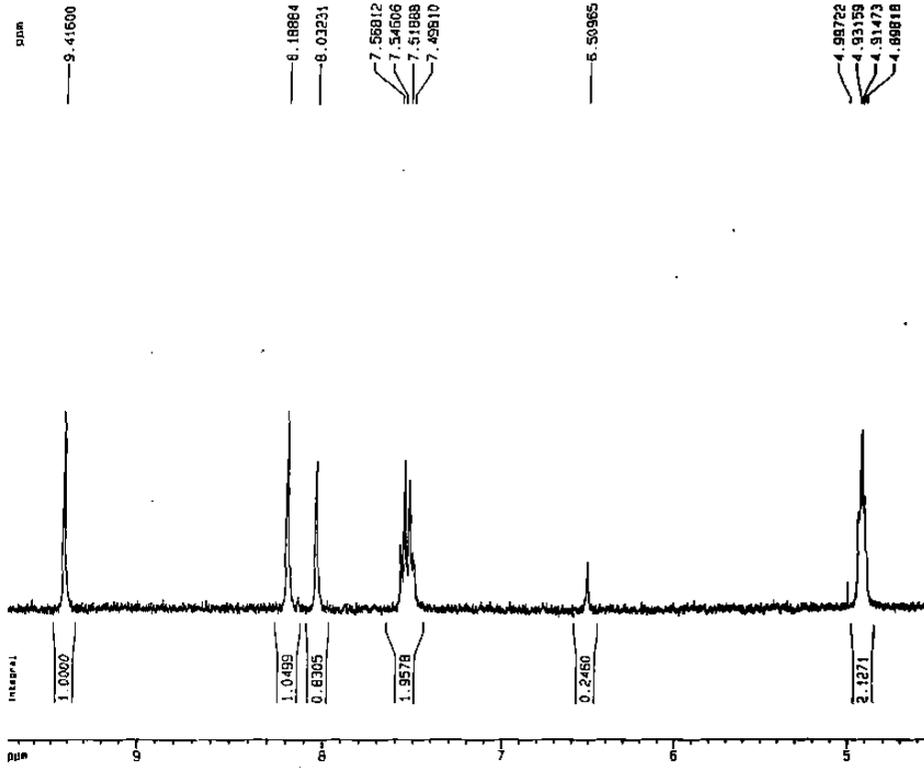
F2 - Acquisition Parameters
 Date_: 981207
 Time: 17:15
 INSTRUM: spect
 PRODPG: 5 us Multinu
 PULPROG: zgpg30
 TD: 32768
 SOLVENT: DMSO
 NS: 32
 DS: 4
 SWH: 4807.600 Hz
 FIDRES: 0.145710 Hz
 AQ: 3.407520 sec
 RG: 574.7
 DN: 104.000 usec
 DE: 8.00 usec
 TE: 300.0 K
 O1: 1.8000000 sec
 A1: 12.50 usec
 OE: 8.00 usec
 SFO1: 400.132021 MHz
 NUC1: 1H
 PL1: -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI: 16384
 SF: 400.1300026 MHz
 MDW: 0
 SSB: 0
 LB: 0.20 Hz
 BR: 0
 PC: 1.00

1D 1H NMR parameters
 CL: 20.00 usec
 F1P: 11.000 ppm
 F1: 440.143 MHz
 F2P: -1.000 ppm
 F2: -400.13 MHz
 PWDW: 0.50000 ppm/cyc
 HYCN: 240.07800 MHz/cyc

EVPH108

B126: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters

NAME (EVPH108)

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 981207

Time 17 11

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Multinu

PULPROG zg

TD 32768

SOLVENT DMSO

NS 32

DS 4

SWH 400.7692 Hz

FIDRES 0.146718 Hz

AQ 3.4079220 sec

RG 574.7

DN 104.000 usec

DE 8.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

P1 12.50 usec

DE 8.00 usec

SFO1 400.1320021 MHz

NUC1 1H

PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters

SF 400.1300026 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00

ID parameters

CF 20.00 cm

F1P 9.778 ppm

F1 3212.38 Hz

F2P 4.528 ppm

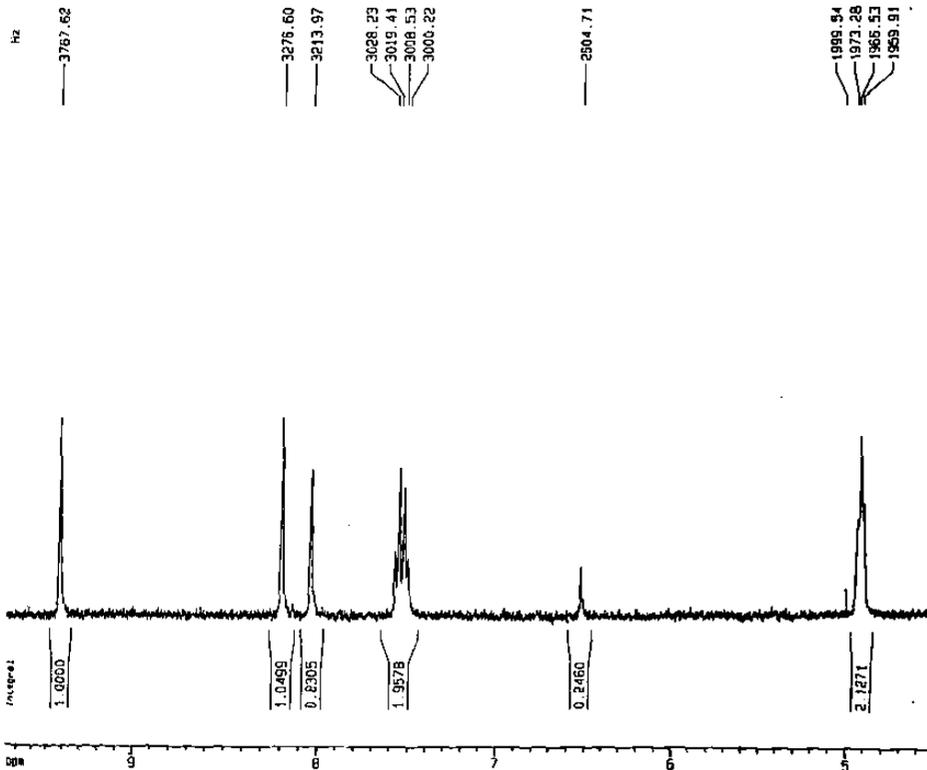
F2 1811.70 Hz

DPH1 0.26250 ppm/cm

HZCM 105.03413 Hz/cm

EVPH108

B127: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters

NAME (EVPH108)

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 981207

Time 17 11

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Multinu

PULPROG zg

TD 32768

SOLVENT DMSO

NS 32

DS 4

SWH 400.7692 Hz

FIDRES 0.146718 Hz

AQ 3.4079220 sec

RG 574.7

DN 104.000 usec

DE 8.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

P1 12.50 usec

DE 8.00 usec

SFO1 400.1320021 MHz

NUC1 1H

PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters

SF 400.1300026 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00

ID parameters

CF 20.00 cm

F1P 9.778 ppm

F1 3212.38 Hz

F2P 4.528 ppm

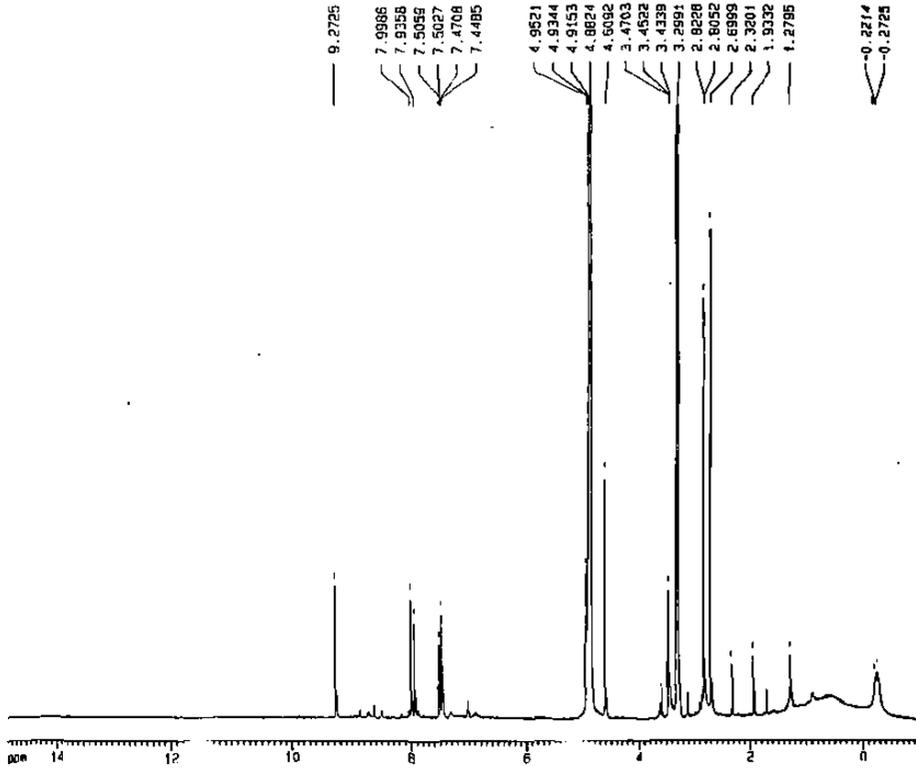
F2 1811.70 Hz

DPH1 0.26250 ppm/cm

HZCM 105.03413 Hz/cm

EYPM 10C

B128: ¹H-RMN, Espectro completo.



Current Data Parameters
 NAME EYPM10C
 EYPM 1
 PROCNO 1

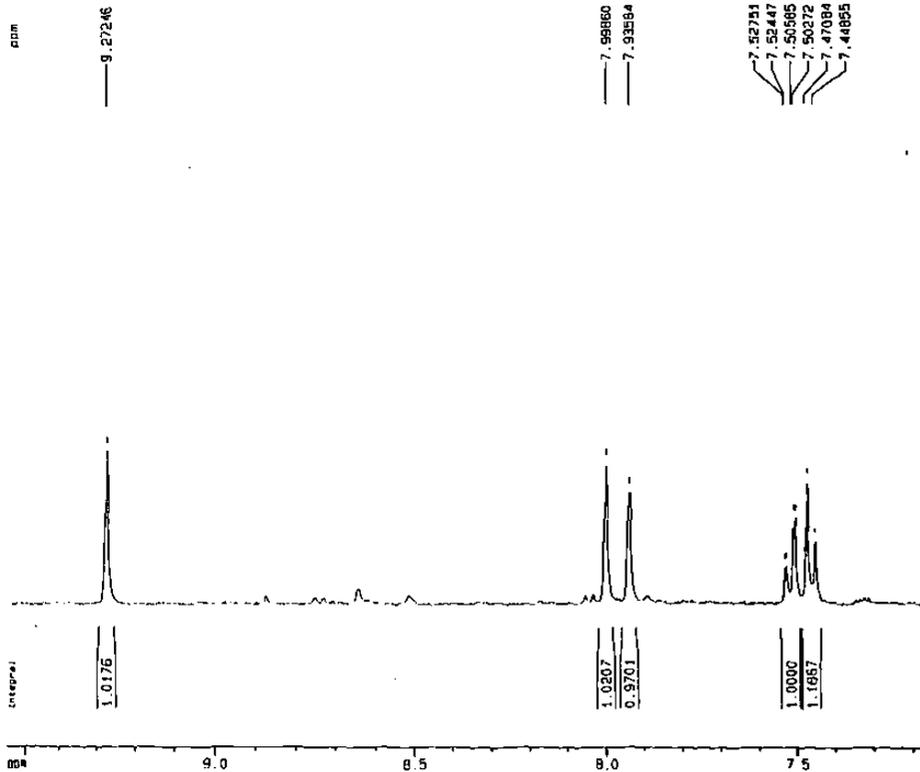
F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 890612
 TIME 11 18
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm Nujit1m
 PULPROG zg
 TD 3274
 SOLVENT MeOH
 NS 256
 DS 4
 SM 6410.256 Hz
 FIDRES 0.189238 Hz
 AQ 2.6422219 sec
 RG 456 1
 DM 78 000 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 D1 1.5000000 sec
 P1 9 00 usec
 DE 8 00 usec
 SF01 400 130061 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 8192
 SF 400 1300118 MHz
 MEM 64
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR plot parameters
 CR 20 00 cm
 F1P 15 010 ppm
 F1 6006 04 Hz
 F2P -1 010 ppm
 F2 -404 22 Hz
 PRND 0 80102 ppm/cm
 MFD 320 51262 Hz/cm

EYPM 10C

B129: ¹H-RMN, Ampliación.



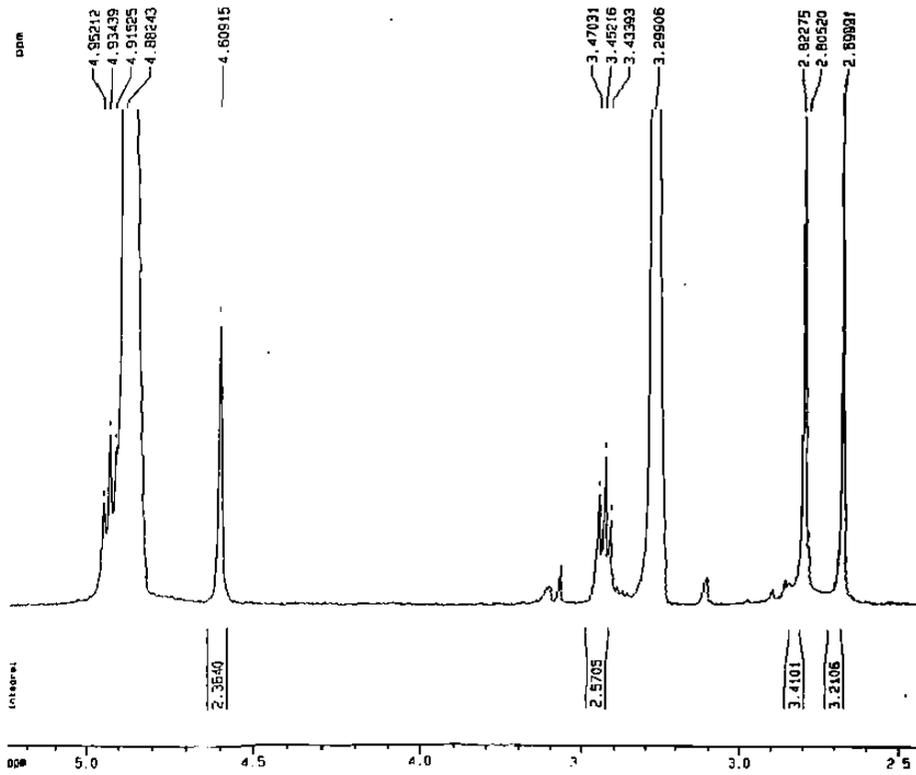
Current Data Parameters
 NAME EYPM10C
 EYPM 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 890612
 TIME 11 18
 INSTRUM spect
 PROBHD 5 mm Nujit1m
 PULPROG zg
 TD 3274
 SOLVENT MeOH
 NS 256
 DS 4
 SM 6410.256 Hz
 FIDRES 0.189238 Hz
 AQ 2.6422219 sec
 RG 456 1
 DM 78 000 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 D1 1.5000000 sec
 P1 9 00 usec
 DE 8 00 usec
 SF01 400 130061 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 8192
 SF 400 1300118 MHz
 MEM 64
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 0.10

1D NMR plot parameters
 CR 20 00 cm
 F1P 15 010 ppm
 F1 6006 04 Hz
 F2P -1 010 ppm
 F2 -404 22 Hz
 PRND 0 11957 ppm/cm
 MFD 47 58272 Hz/cm

B130: 1H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters

NAME EVM10C

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

DATE_ 2005/2

TIME 11 18

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Multis

PULPROG zgpg30

TD 32768

SOLVENT H2O

NS 756

DS 4

SWH 8410.236 Hz

FIDRES 0.105234 Hz

RG 2 6422219 sec

RE 455 1

OR 70.000 msec

DE 300.000

TE 300.2 K

D1 1.5000000 sec

P1 1.00 msec

DE 1.00 msec

SFO1 400.132001 MHz

NUC1 1H

PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters

SF 400.132018 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 0.10

1D and 2D parameters

EX 20.00 cm

F1P 3.276 ppm

F1 2111.05 Hz

F2P 2.422 ppm

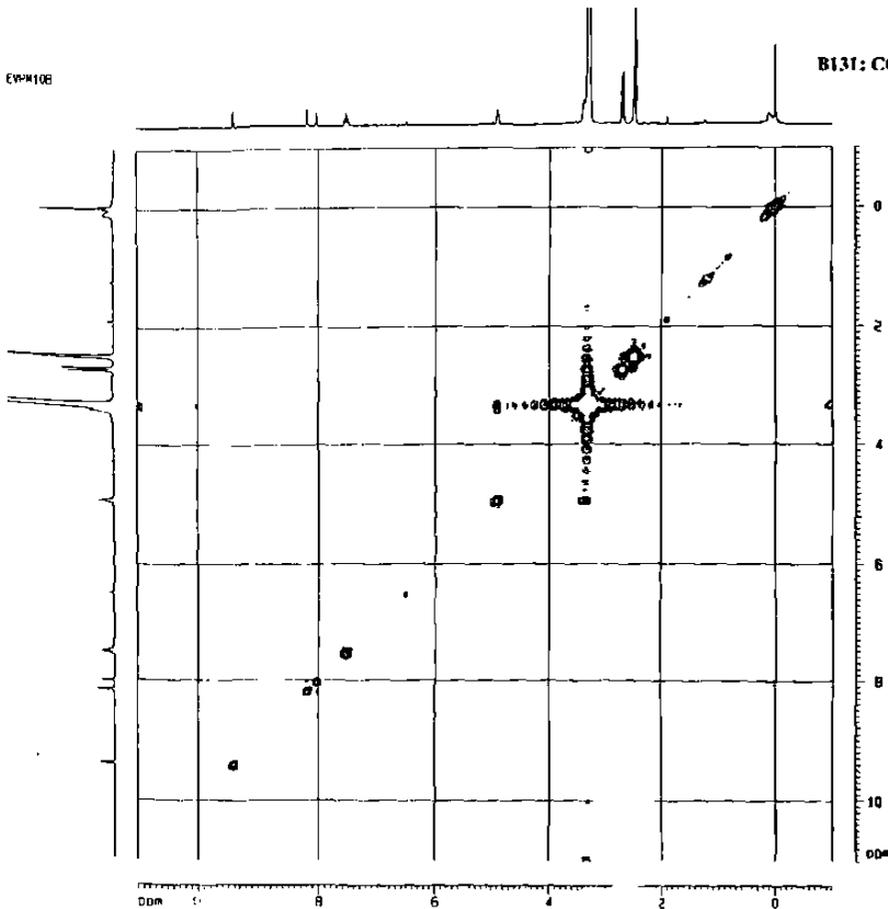
F2 969.08 Hz

PPH2 0.14270 ppm/cm

WCH 57.09849 Hz/cm

EVM10B

B131: COSY completo.



Current Data Parameters

NAME EVM10B

EXPNO 2

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

DATE_ 2005/2

TIME 17 17

INSTRUM spect

PROBHD 5 mm Multis

PULPROG zgpg30

TD 32768

SOLVENT H2O

NS 756

DS 4

SWH 8410.236 Hz

FIDRES 0.105234 Hz

RG 2 6422219 sec

RE 455 1

OR 70.000 msec

DE 300.000

TE 300.2 K

D1 1.5000000 sec

P1 1.00 msec

DE 1.00 msec

SFO1 400.132001 MHz

NUC1 1H

PL1 -1.00 dB

F1 - Acquisition Parameters

SF 400.132018 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 0.10

F2 - Processing parameters

SF 400.132018 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 0.10

1D and 2D parameters

EX 20.00 cm

F1P 3.276 ppm

F1 2111.05 Hz

F2P 2.422 ppm

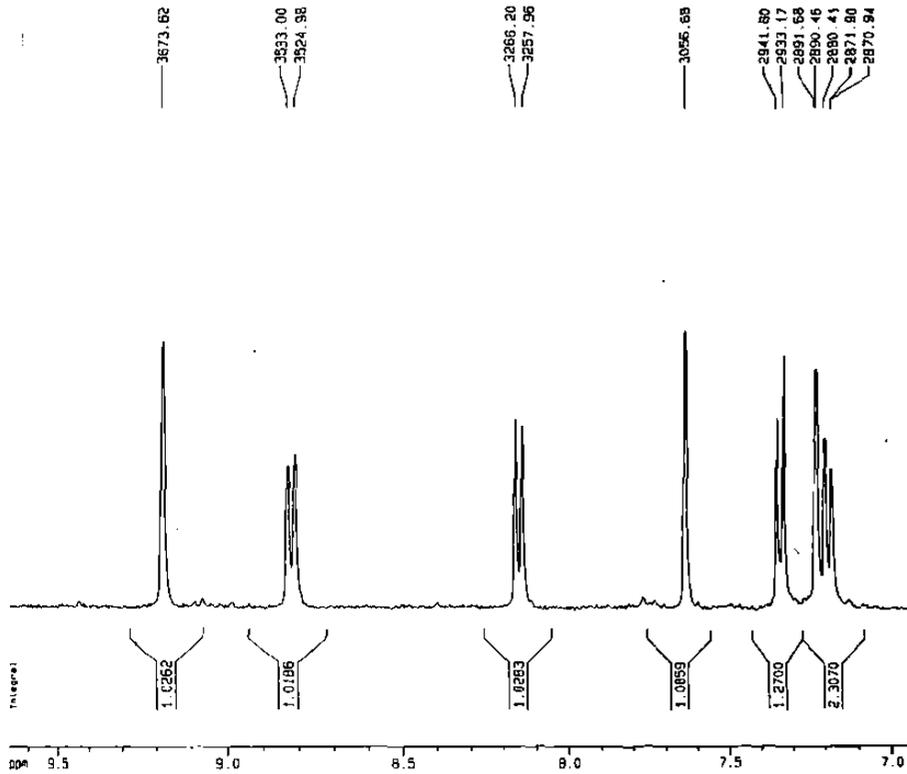
F2 969.08 Hz

PPH2 0.14270 ppm/cm

WCH 57.09849 Hz/cm

EVPN10C2

B134: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
 NAME EVPN10C2
 EXPNO 1
 PROCNO 1

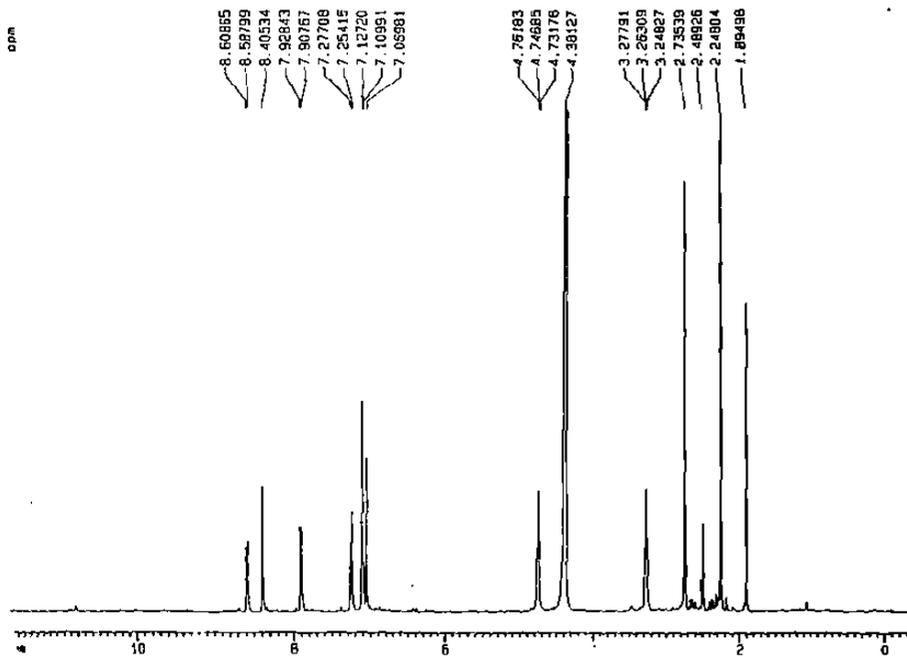
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 981218
 Time 20 00
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 en Multinu
 PULPROG zg
 TO 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 8
 DS 2
 SFO1 8410.256 Hz
 FIDRES 0.155625 Hz
 AQ 2.5559240 sec
 RG 256
 DM 78 000 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 D1 1.0000000 sec
 P1 12.50 usec
 DE 8 00 usec
 SFO1 400.132624 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 16384
 SF 400.130085 MHz
 MDW EN
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR stat parameters
 CX 20.00 cm
 FIP 9.673 ppm
 F1 3870.61 Hz
 F2 5.529 ppm
 F3 2772.85 Hz
 FWHM 0.13720 ppm/cm
 MICH 54.88804 Hz/cm

EVPN10C2a
 Intercambio con D

B135: ¹H-RMN, Intercambio con D₂O.



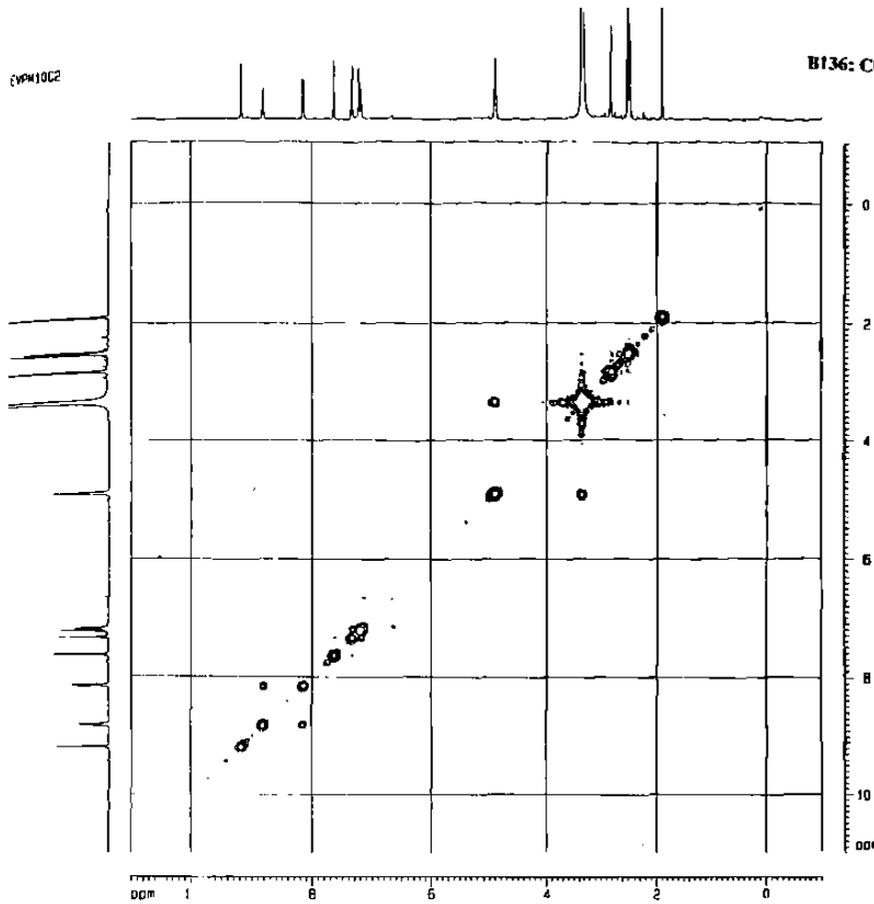
Current Data Parameters
 NAME EVPN10C2a
 EXPNO 16
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980728
 Time 15 03
 INSTRUM spect
 PROCNO 5 en Multinu
 PULPROG zgpg30
 TO 16384
 SOLVENT DMSO
 NS 8
 DS 4
 SFO1 8410.256 Hz
 FIDRES 0.382754 Hz
 AQ 1.6515571 sec
 RG 128
 DM 100 800 usec
 DE 8 00 usec
 TE 300 0 K
 D11 0.0200000 sec
 D12 0.0000700 sec
 PL14 70 00 dB
 D1 0.0300000 sec
 FDEL1ST none
 L4 50
 SFO2 8.0500000 MHz
 SFO3 400.132625 MHz
 NUC2 1H
 PL2 -1.00 dB
 P1 12.50 usec
 DE 8 00 usec
 SFO1 400.132623 MHz
 NUC1 1H
 PL1 -3.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 6144
 SF 400.130085 MHz
 MDW EN
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

1D NMR stat parameters
 CX 20.00 cm
 FIP 11.500 ppm
 F1 4784.25 Hz
 F2 -0.485 ppm
 F3 -193.94 Hz
 FWHM 0.61923 ppm/cm
 MICH 247.77674 Hz/cm

EPM10C2



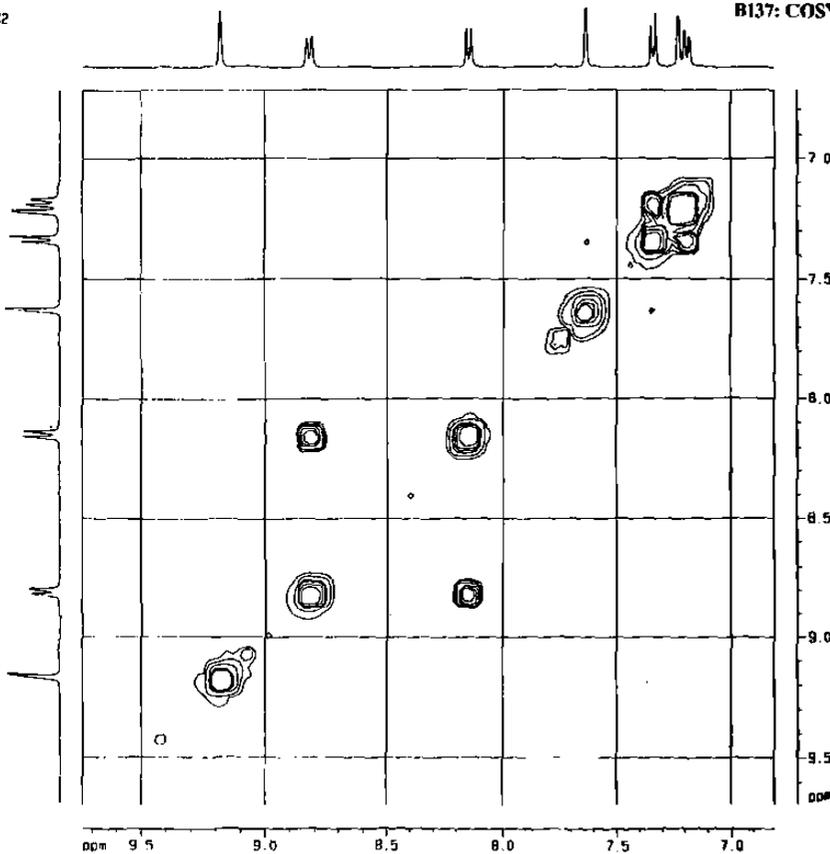
B136: COSY complete.

```

Current Data Parameters
NAME          EPM10C2
EXPNO        7
PROCNO       1
----- F2 Acquisition Parameters
Date_         201708
Time          20 52
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm HLLHNP
PULPROG      zgpg30
TD           65536
SOLVENT      DMSO
AQ           0.800
RG           512
AQ           0.80000000 Hz
FIDRES       0.00000000 Hz
AQ           0.00000000 Hz
SFO          400.1464000 MHz
NUC1         13C
NUC2         1H
PC           1.00
----- F1 Acquisition Parameters
NAME          EPM10C2
EXPNO        7
PROCNO       1
----- F2 Processing parameters
SI           327
SF           400.1464000 MHz
WDW          EM
SSB          0
GB           0
PC           1.00
----- F1 Processing parameters
SI           327
SF           400.1464000 MHz
WDW          EM
SSB          0
GB           0
----- 2D NMR Data Parameters
CQ1          15.00 MHz
CQ2          15.00 MHz
F2A0         11.000 MHz
F2A1         444.50 MHz
F2A2         -1.000 MHz
F2A3         -40.00 MHz
F2A4         11.000 MHz
F2A5         444.50 MHz
F2A6         -1.000 MHz
F2A7         -40.00 MHz
F2A8         0.00000000 MHz/Hz
F2A9         0.00000000 MHz/Hz
F2A10        0.00000000 MHz/Hz
F2A11        0.00000000 MHz/Hz
F2A12        0.00000000 MHz/Hz

```

EPM10C2



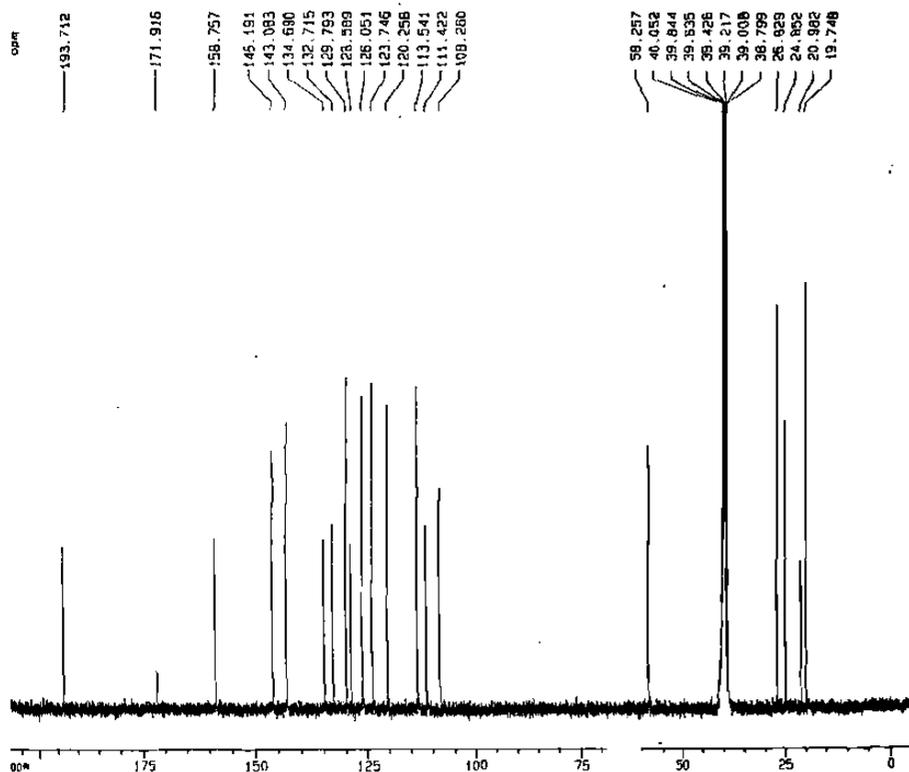
B137: COSY, Ampliación.

```

Current Data Parameters
NAME          EPM10C2
EXPNO        7
PROCNO       1
----- F2 Acquisition Parameters
Date_         201708
Time          20 52
INSTRUM      spect
PROBHD       5 mm HLLHNP
PULPROG      zgpg30
TD           65536
SOLVENT      DMSO
AQ           0.800
RG           512
AQ           0.80000000 Hz
FIDRES       0.00000000 Hz
AQ           0.00000000 Hz
SFO          400.1464000 MHz
NUC1         13C
NUC2         1H
PC           1.00
----- F1 Acquisition Parameters
NAME          EPM10C2
EXPNO        7
PROCNO       1
----- F2 Processing parameters
SI           327
SF           400.1464000 MHz
WDW          EM
SSB          0
GB           0
PC           1.00
----- F1 Processing parameters
SI           327
SF           400.1464000 MHz
WDW          EM
SSB          0
GB           0
----- 2D NMR Data Parameters
CQ1          15.00 MHz
CQ2          15.00 MHz
F2A0         11.000 MHz
F2A1         444.50 MHz
F2A2         -1.000 MHz
F2A3         -40.00 MHz
F2A4         11.000 MHz
F2A5         444.50 MHz
F2A6         -1.000 MHz
F2A7         -40.00 MHz
F2A8         0.00000000 MHz/Hz
F2A9         0.00000000 MHz/Hz
F2A10        0.00000000 MHz/Hz
F2A11        0.00000000 MHz/Hz
F2A12        0.00000000 MHz/Hz

```

EVPN10C2

B138: ¹³C-RMN, Espectro normal.

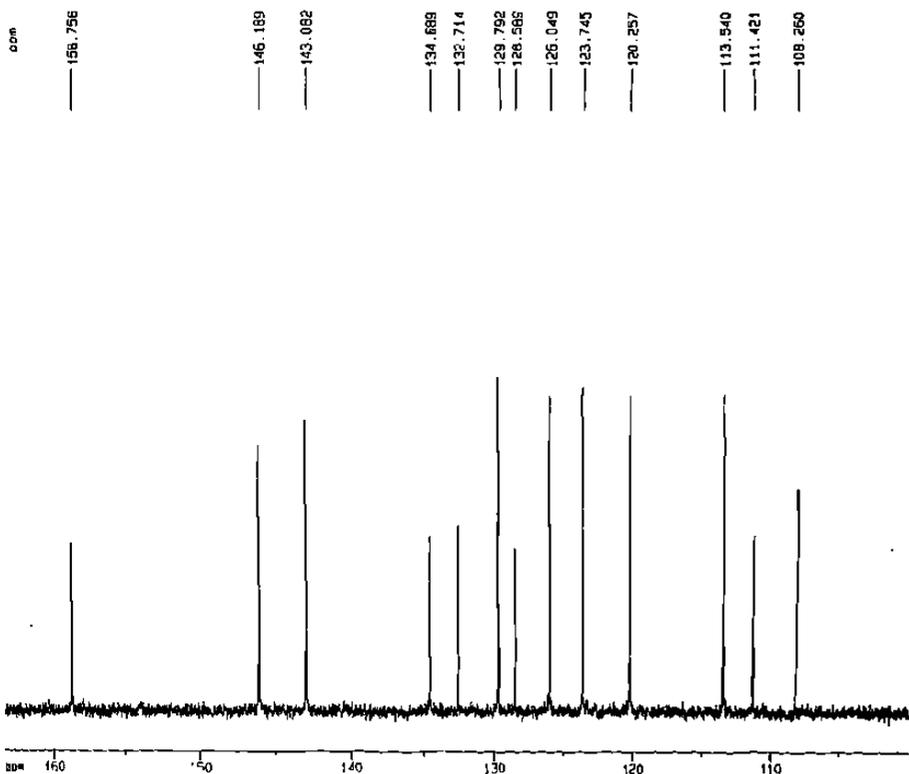
Current Data Parameters
 NAME EVPN10C2
 EXPNO 3
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 991211
 TIME 5.49
 INSTRUM spect
 PROBNM 5 mm Multima
 PULPROG zgpg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 10240
 DS 8
 SWH 21251.725 Hz
 FIDRES 0.657706 Hz
 AQ 0.7602676 sec
 RG 16384
 DB 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 d11 0.0300000 sec
 d12 0.0002000 sec
 PL13 16.00 dB
 G1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 PCDP2 100.00 usec
 SF02 400.1316005 MHz
 NUC2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 19.25 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 100.6230418 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128042 MHz
 NDM 0
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 164.000 MHz
 F1 71120.00 Hz
 F20 -5.000 MHz
 F2 503.06 Hz
 FWHM 10.75000 MHz/cm
 WYCH 1001.58795 MHz/cm

EVPN10C2

B139: ¹³C-RMN, Amplificación.

Current Data Parameters
 NAME EVPN10C2
 EXPNO 3
 PROCNO 1

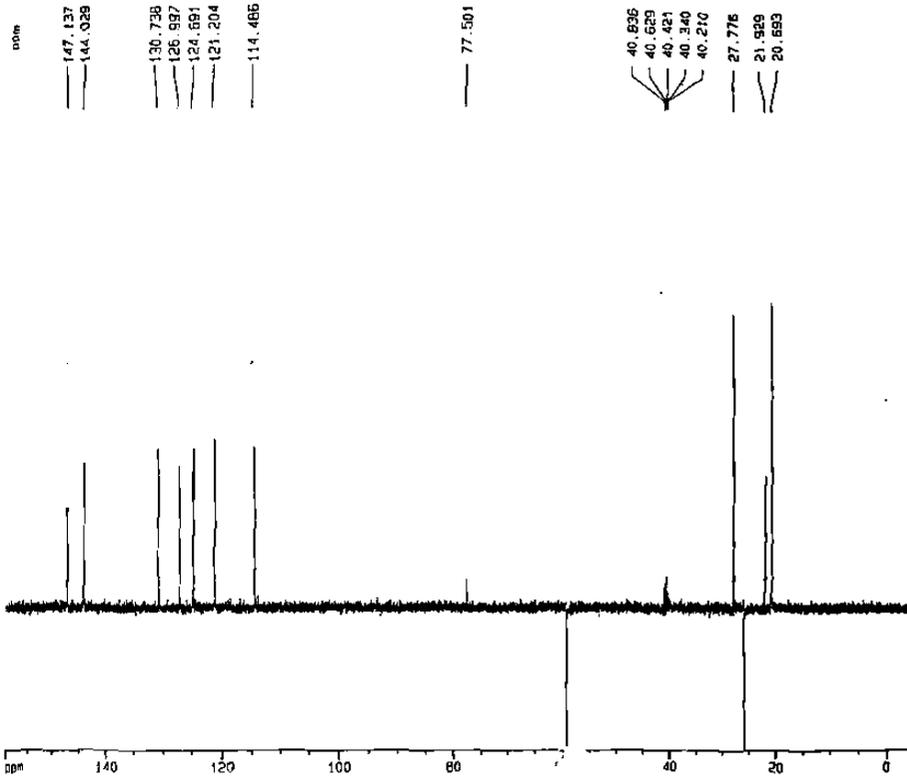
F2 - Acquisition Parameters
 DATE_ 991211
 TIME 5.49
 INSTRUM spect
 PROBNM 5 mm Multima
 PULPROG zgpg
 TD 32768
 SOLVENT DMSO
 NS 10240
 DS 8
 SWH 21251.725 Hz
 FIDRES 0.657706 Hz
 AQ 0.7602676 sec
 RG 16384
 DB 23.200 usec
 DE 8.00 usec
 TE 300.0 K
 d11 0.0300000 sec
 d12 0.0002000 sec
 PL13 16.00 dB
 G1 2.0000000 sec
 CPDPRG2 waltz16
 PCDP2 100.00 usec
 SF02 400.1316005 MHz
 NUC2 1H
 PL2 -3.00 dB
 PL12 16.00 dB
 P1 19.25 usec
 DE 8.00 usec
 SF01 100.6230418 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -1.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 100.6128042 MHz
 NDM 0
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

10 MHz plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1P 164.000 MHz
 F1 71120.00 Hz
 F20 -5.000 MHz
 F2 503.06 Hz
 FWHM 10.75000 MHz/cm
 WYCH 1001.58795 MHz/cm

EVP410C2

B140: ¹³C-RMN, DEPT-135.



Current Data Parameters
NAME: EVP410C2
EXPNO: 1
PROCNO: 1

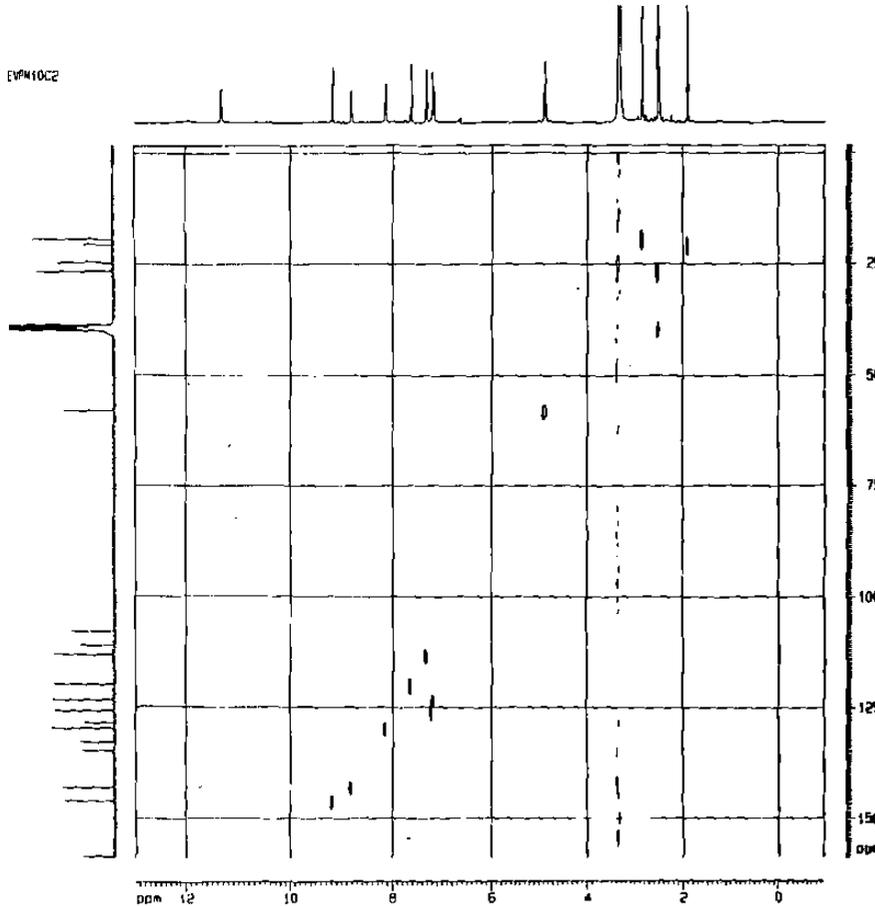
F2 - Acquisition Parameters
Date_ : 08/21/11
Time : 12:28
INSTRUM : spect
PROBHD : 5 mm HLL1H1
PULPROG : zgpg30
TD : 32768
SOLVENT : DMSO
DS : 4
SS : 0
AQ : 0.00000000
RG : 655.50000000
SI : 1
SF : 100.626150 MHz
FIDRES : 0.508226 Hz
AQ : 0.983000 sec
RG : 16.384
SR : 30.800 MHz
XC : 0.00 MHz
TE : 300.2 K
TA : 10.75 MHz
NUC1 : 13C
NUC2 : 1H
PC1 : 2.00 MHz
PC2 : 2.00 MHz
PC3 : 12.50 MHz
PC4 : 25.00 MHz
CHET2 : 145.000000
AQ : 0.0034853 sec
AQ : 0.0000706 sec
AQ : 0.0007131 sec
AQ : 0.0000000 sec
PC : -3.00 MHz
SF02 : 408.1210000 MHz
AQ : 1H
PC1 : 100.626150 MHz
NUC1 : 13C
PC1 : -1.00 MHz
PC12 : 16.00 MHz
PC : 8.00 MHz
CPDPRG2 : MGL216
PCPD : 105.00 MHz

F2 - Processing parameters
SI : 32768
SF : 100.6177200 MHz
RG : 655
SS : 0
DS : 1.00 MHz
AQ : 0
PC : 1.00

3D NMR list parameters
CA : 20.00 cm
T1R : 150.000 sec
T1 : 15000.00 Hz
T2R : -5.000 sec
T2 : -903.00 Hz
RWDW : 0.25000 MHz/cm
TDC : 0.000000 MHz/cm

EVP410C2

B141: HMQC.



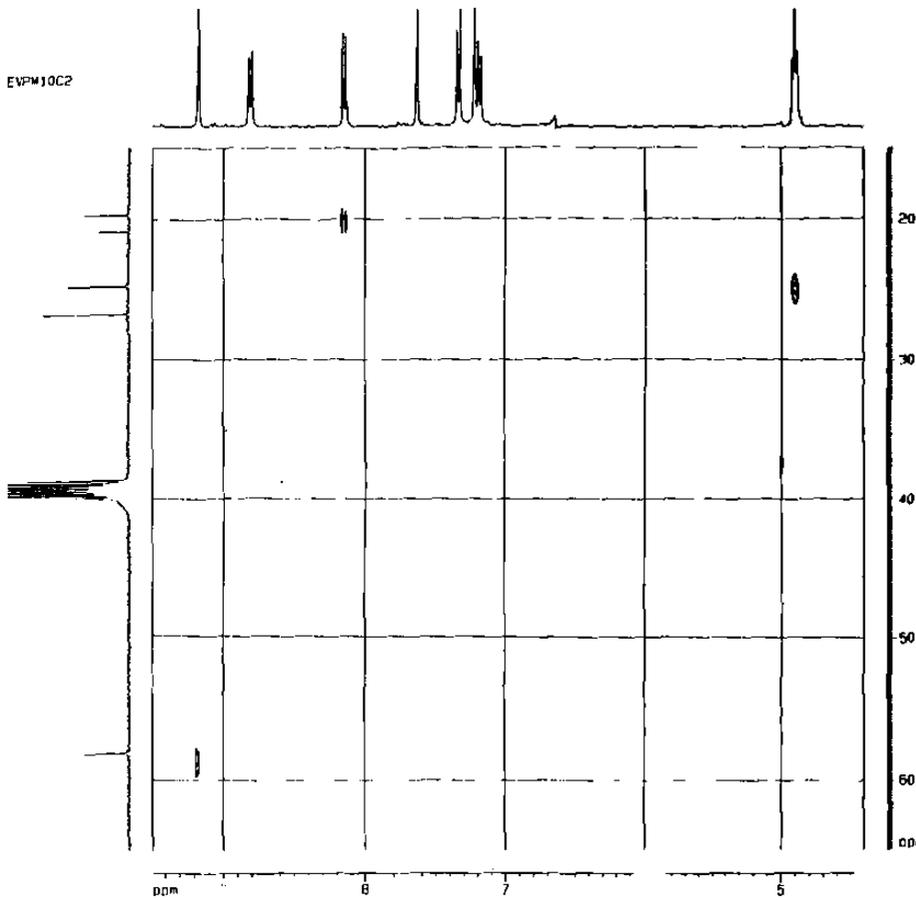
Current Data Parameters
NAME: B141
EXPNO: 1
PROCNO: 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ : 08/21/11
Time : 12:28
INSTRUM : spect
PROBHD : 5 mm HLL1H1
PULPROG : zgpg30
TD : 32768
SOLVENT : DMSO
DS : 4
SS : 0
AQ : 0.00000000
RG : 655.50000000
SI : 1
SF : 100.626150 MHz
FIDRES : 0.508226 Hz
AQ : 0.983000 sec
RG : 16.384
SR : 30.800 MHz
XC : 0.00 MHz
TE : 300.2 K
TA : 10.75 MHz
NUC1 : 13C
NUC2 : 1H
PC1 : 2.00 MHz
PC2 : 2.00 MHz
PC3 : 12.50 MHz
PC4 : 25.00 MHz
CHET2 : 145.000000
AQ : 0.0034853 sec
AQ : 0.0000706 sec
AQ : 0.0007131 sec
AQ : 0.0000000 sec
PC : -3.00 MHz
SF02 : 408.1210000 MHz
AQ : 1H
PC1 : 100.626150 MHz
NUC1 : 13C
PC1 : -1.00 MHz
PC12 : 16.00 MHz
PC : 8.00 MHz
CPDPRG2 : MGL216
PCPD : 105.00 MHz

F2 - Processing parameters
SI : 32768
SF : 100.6177200 MHz
RG : 655
SS : 0
DS : 1.00 MHz
AQ : 0
PC : 1.00

3D NMR list parameters
CA : 20.00 cm
T1R : 150.000 sec
T1 : 15000.00 Hz
T2R : -5.000 sec
T2 : -903.00 Hz
RWDW : 0.25000 MHz/cm
TDC : 0.000000 MHz/cm

EVP10C2



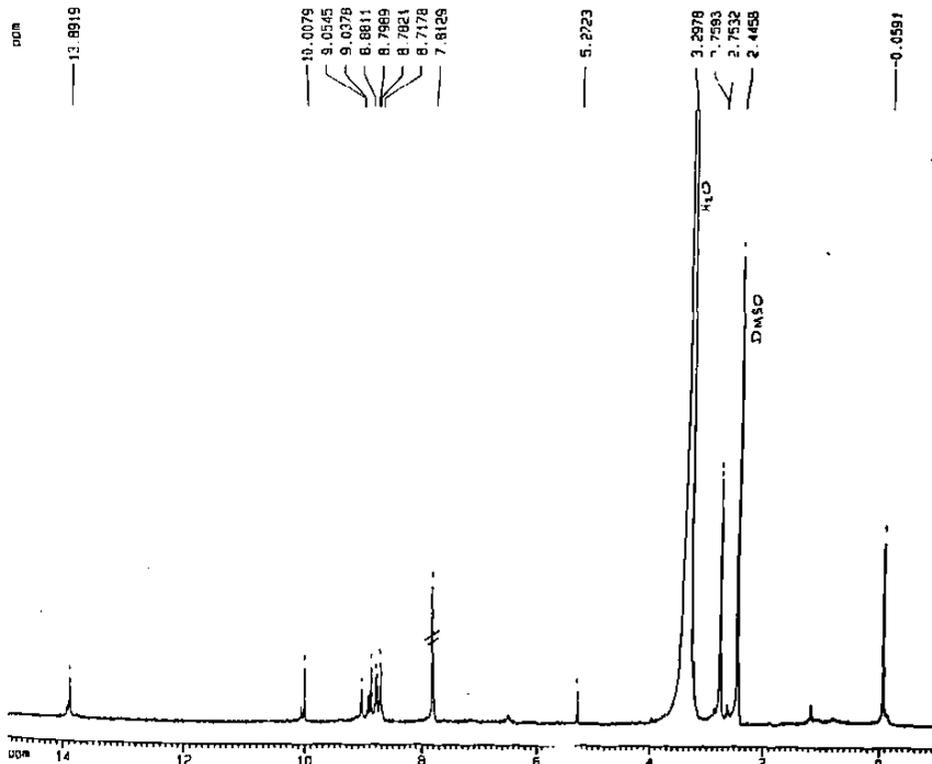
```

Current Data Parameters
NAME
EXPNO
PROCNO
F2 - Acquisition Parameters
Date_
Time
INSTRUM
PROBHD
PULPROG
TO
SOLVENT
NS
DS
SFR
FIDRES
AQ
RG
OR
DE
TE
D1
P1
P2
P3
SFO1
NUC1
PC
F2 - Processing parameters
SI
SF
WDW
SSB
LB
GB
PC
ID parameters
CX
F1P
F1
F2P
F2
P1P1P
NUC1

```

EVP14KR

B144: ¹H-RMN. Espectro normal.



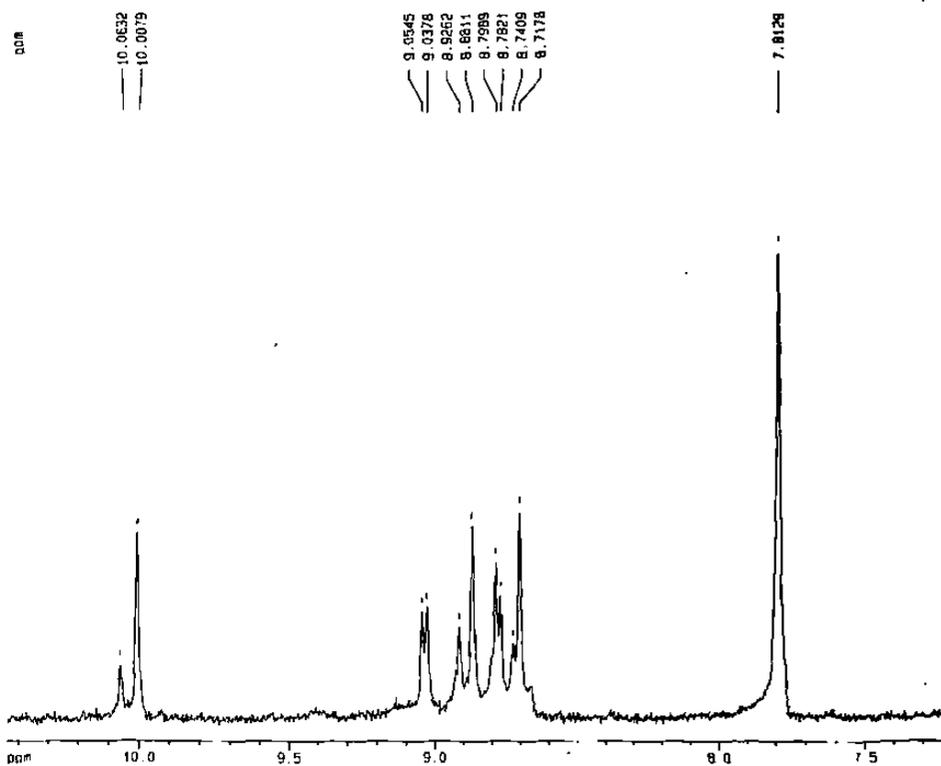
```

Current Data Parameters
NAME
EXPNO
PROCNO
F2 - Acquisition Parameters
Date_
Time
INSTRUM
PROBHD
PULPROG
TO
SOLVENT
NS
DS
SFR
FIDRES
AQ
RG
OR
DE
TE
D1
P1
P2
P3
SFO1
NUC1
PC
F2 - Processing parameters
SI
SF
WDW
SSB
LB
GB
PC
ID parameters
CX
F1P
F1
F2P
F2
P1P1P
NUC1

```

EVM 14K

B145: ¹H-RMN, Ampliación.



Current Data Parameters
NAME vcm1408
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 200508
Time 11 45
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Multinu
PULPROG zg
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 8
DS 4
SFO1 640 256 Hz
FIDRES 0.189239 Hz
AQ 2.6422219 sec
RG 456 1
DS 70 000 usec
DE 8 00 usec
FE 300 0 K
D1 1.3000000 sec
P1 9 00 usec
DE 8 00 usec
SFO1 400 1326061 Hz
NUC1 1H
PL1 -1 00 dB

F2 - Processing parameters
SI 8192
SF 400 1326061 Hz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

10 ref list parameters
CX 20 00 cm
FIP 10 439 ppm
F1 4175 91 Hz
F2 7 223 ppm
F3 2690 29 Hz
F4 16078 ppm/cm
WCH 64 330ppm Hz/cm

