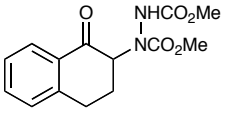
Supplementary Information

Asymmetric α-Amination Reaction of Alkenyl Trifluoroacetates Catalyzed by Chiral Phosphine-Silver Complex

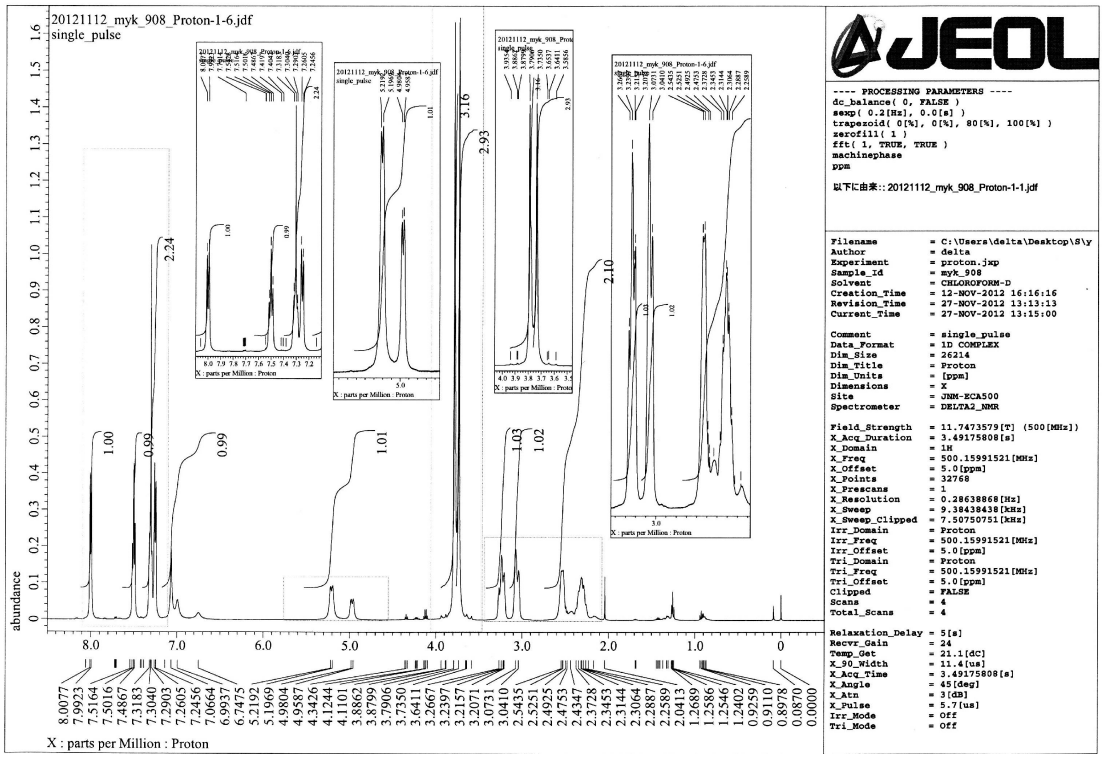
Akira Yanagisawa*, Ryoji Miyake, and Kazuhiro Yoshida
Department of Chemistry, Graduate School of Science, Chiba University, Chiba 263-8522, Japan
ayanagi@faculty.chiba-u.jp

NMR (^{1}H and ^{13}C) and HPLC Charts for Products in Tables 2 and 3

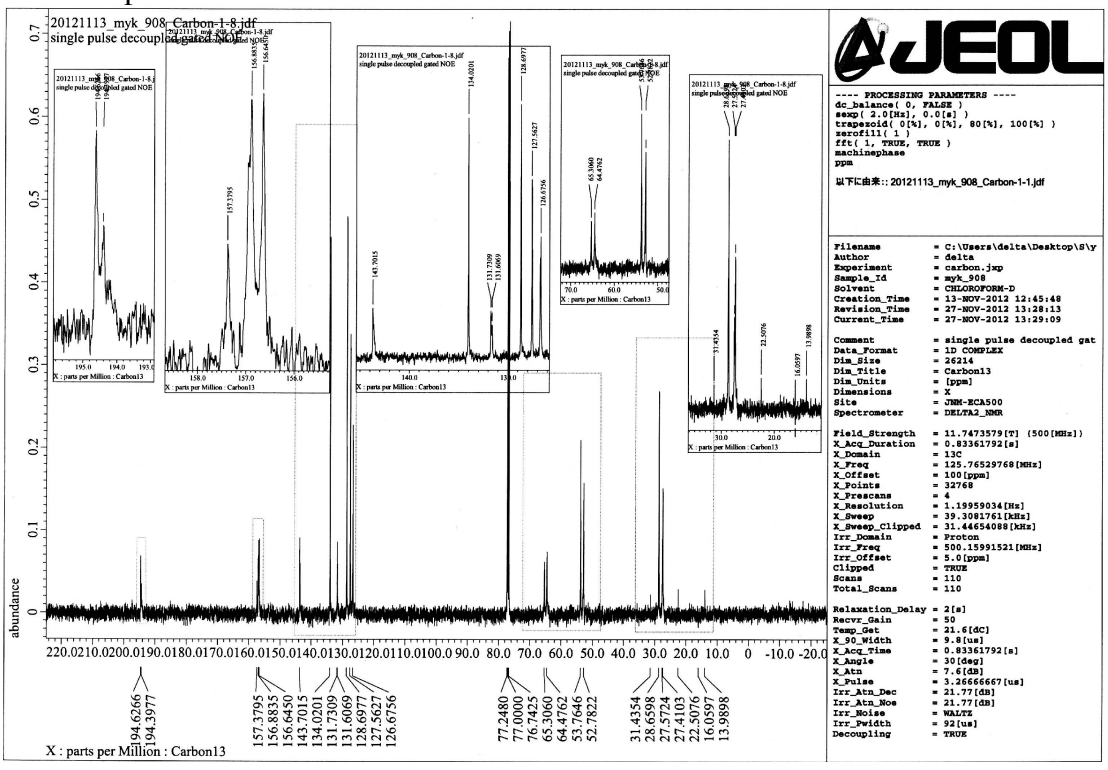


Dimethyl 1-(1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3aa, Table 2, entry 1; Table 3, entry 2).

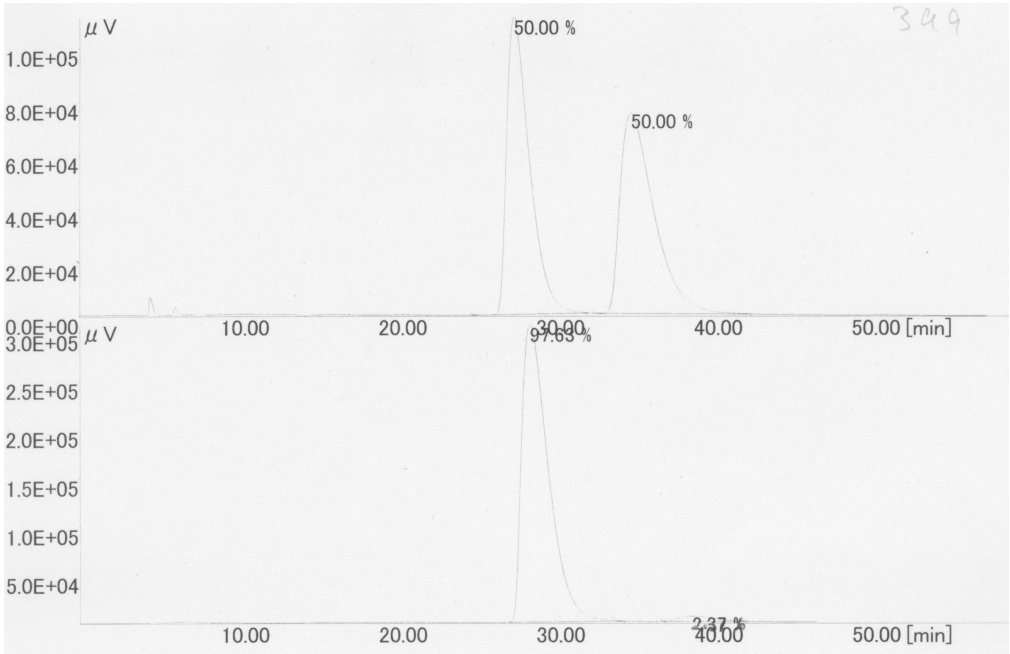
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 066079.CH1

コメント:
066
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 23-May-2011 16:17:52
現在日時: 10-Oct-2013 10:13:12
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		27.517	11055468.605	0.000
2		34.933	11055620.975	0.000

ピーク総面積= 22111089.579 [μV.Sec]

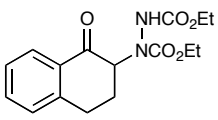
ファイル名: 385332.CH1

コメント:
385
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 15-Nov-2011 13:38:16
現在日時: 10-Oct-2013 10:13:12
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

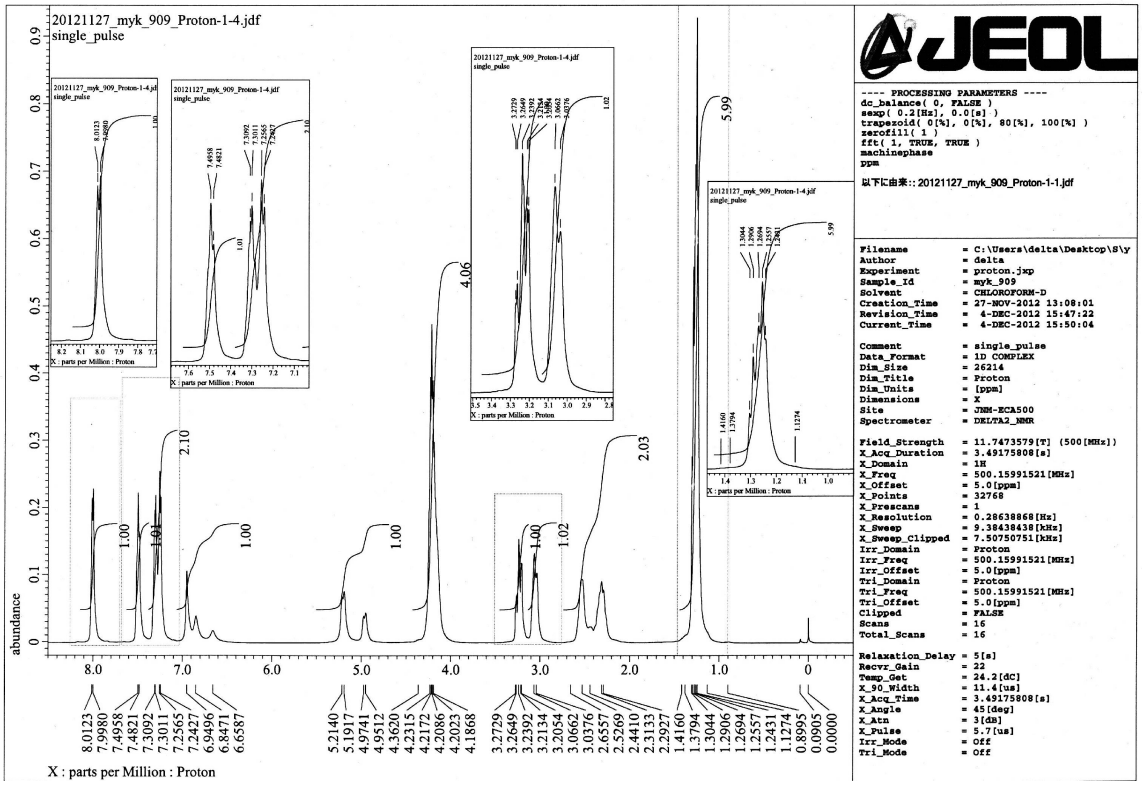
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		28.492	35613604.062	0.000
2		38.742	862707.500	0.000

ピーク総面積= 36476311.562 [μV.Sec]

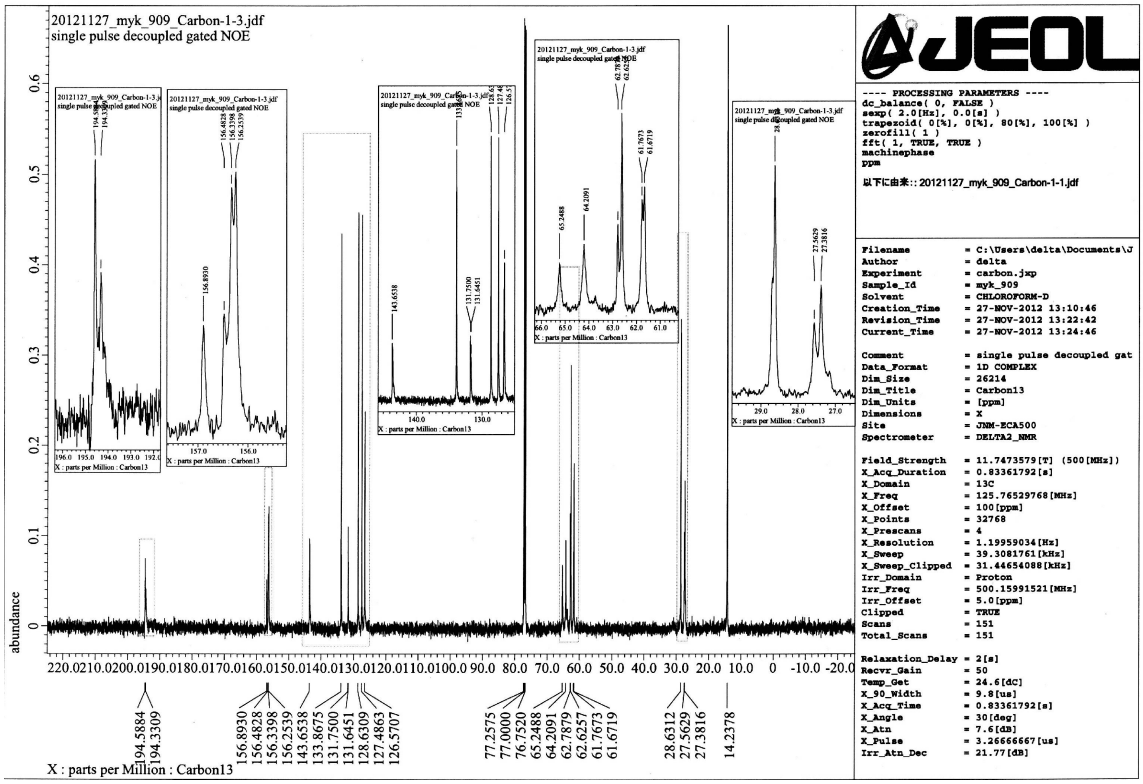


(*R*)-Diethyl 1-(1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ab, Table 2, entry 2)

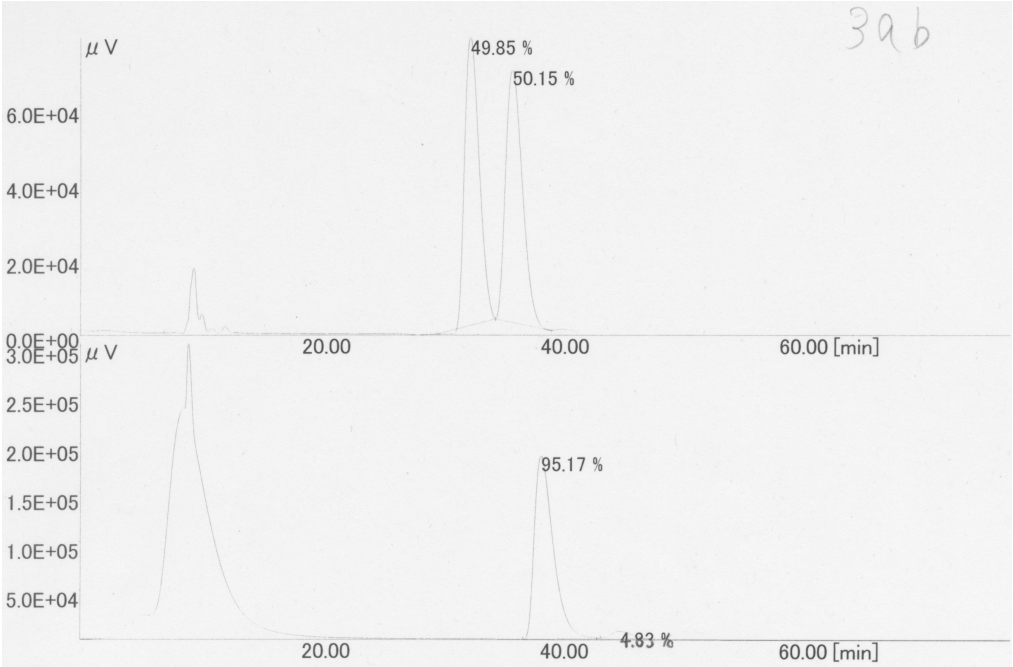
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 092091.CH1

コメント:
092
OD_H_2
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 3-Jun-2011 18:44:54
現在日時: 27-Nov-2012 12:17:02
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		32.667	6451613.210	0.000
2		36.183	6490718.000	0.000

ピーク総面積= 12942331.210 [μV.Sec]

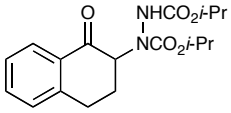
ファイル名: 423355.CH1

コメント:
423
OD_H_2
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 1-Dec-2011 12:02:30
現在日時: 27-Nov-2012 12:17:02
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

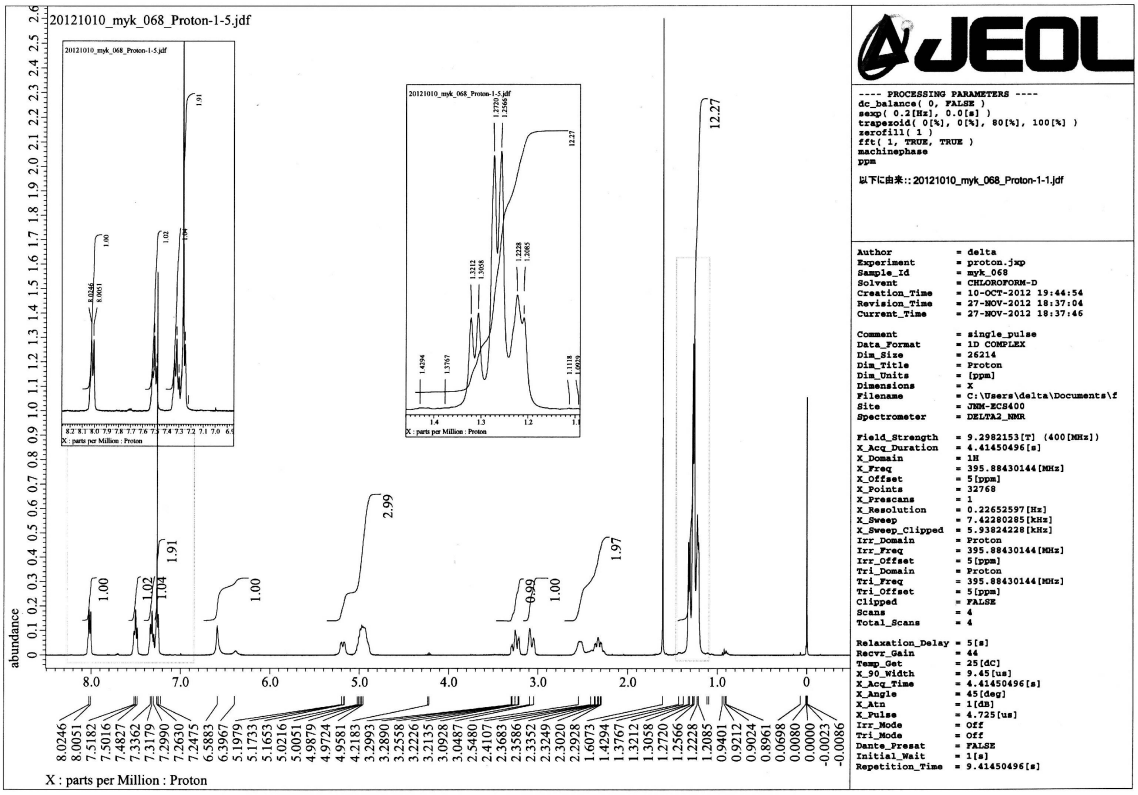
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		38.583	20439717.013	0.000
2		45.225	1037657.676	0.000

ピーク総面積= 21477374.689 [μV.Sec]

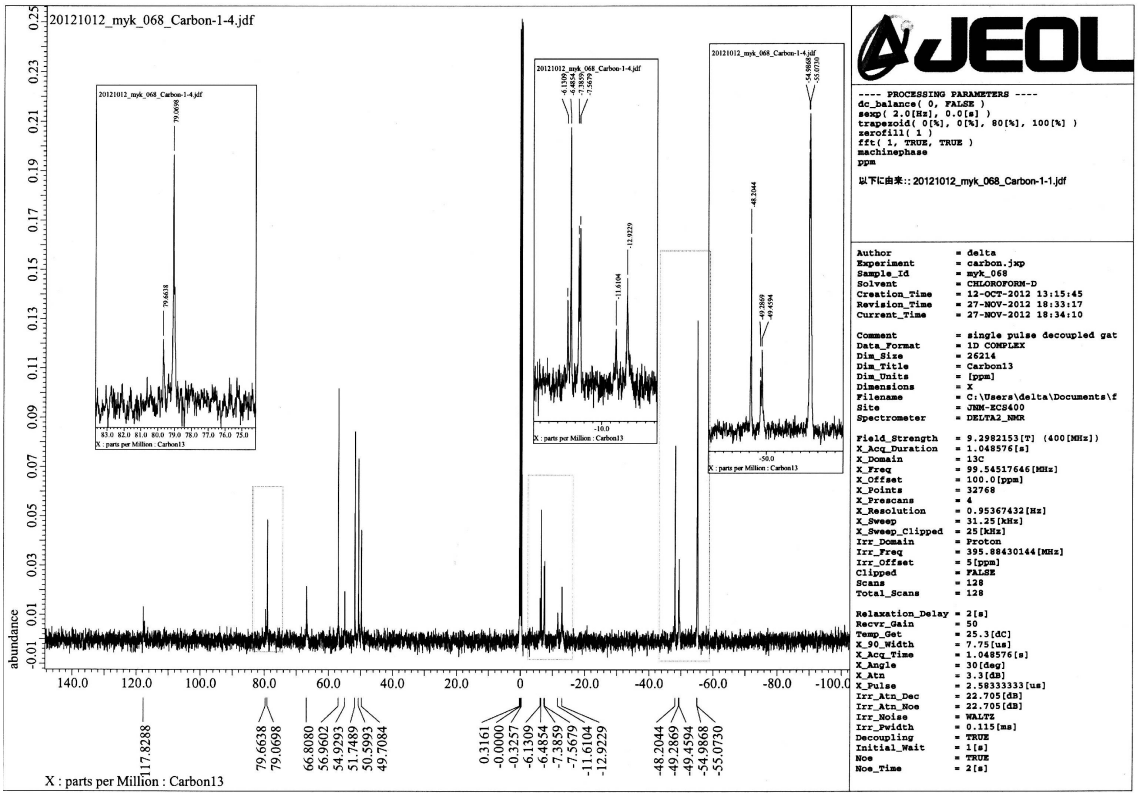


Diisopropyl 1-(1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ac, Table 2, entry 3; Table 3, entry 3)

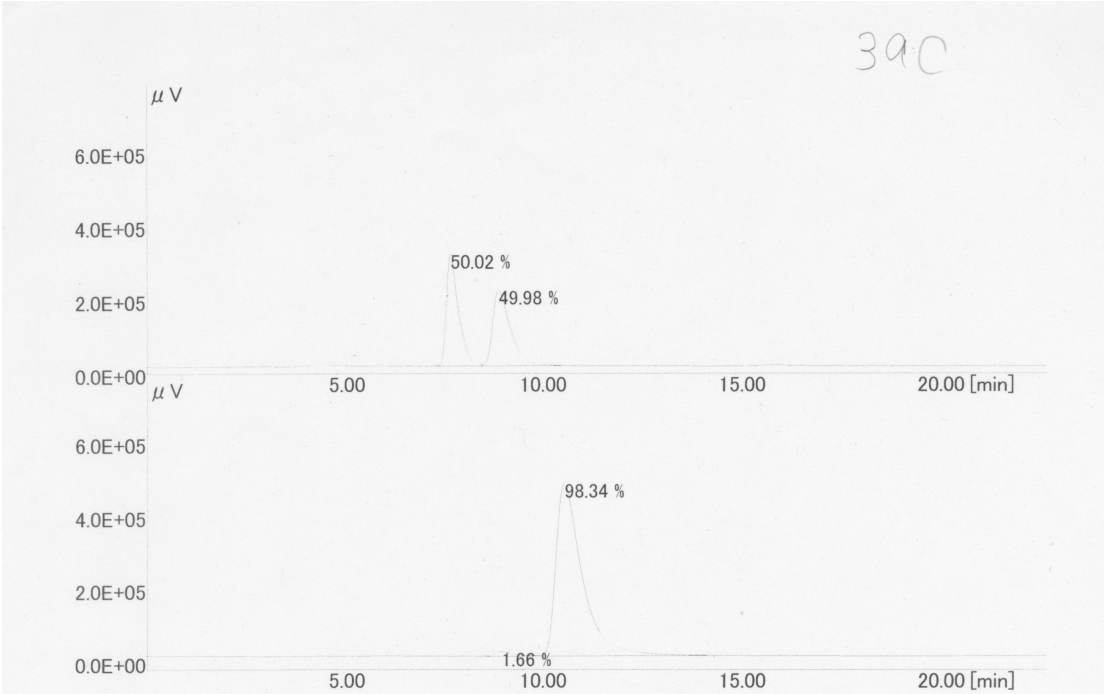
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 068081.CH1

コメント:
068
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 23-May-2011 18:20:56
現在日時: 10-Oct-2012 10:22:18
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		7.850	6378188.448	0.000
2		9.058	6373646.802	0.000

ピーク総面積= 12751835.250 [μV.Sec]

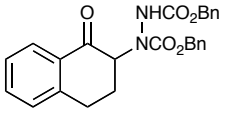
ファイル名: 435363.CH1

コメント:
435
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 12-Dec-2011 9:40:08
現在日時: 10-Oct-2012 10:22:18
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

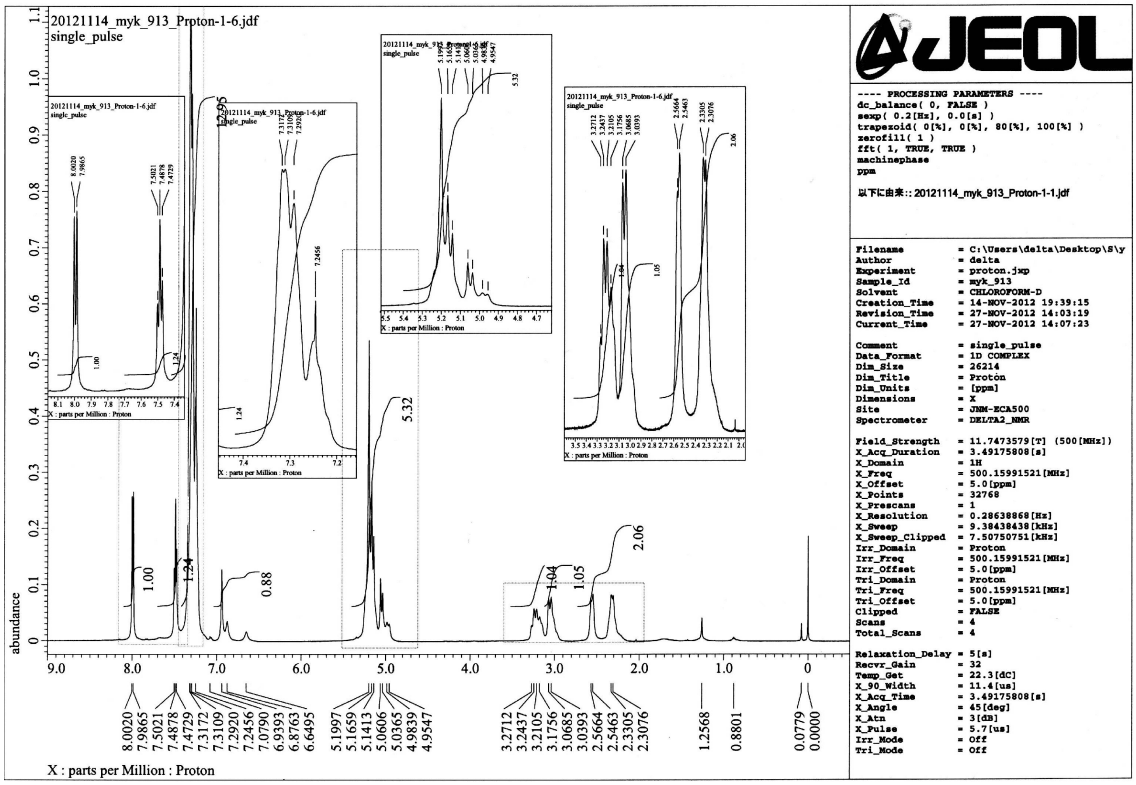
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		9.133	366690.145	0.000
2		10.708	21727346.704	0.000

ピーク総面積= 22094036.849 [μV.Sec]

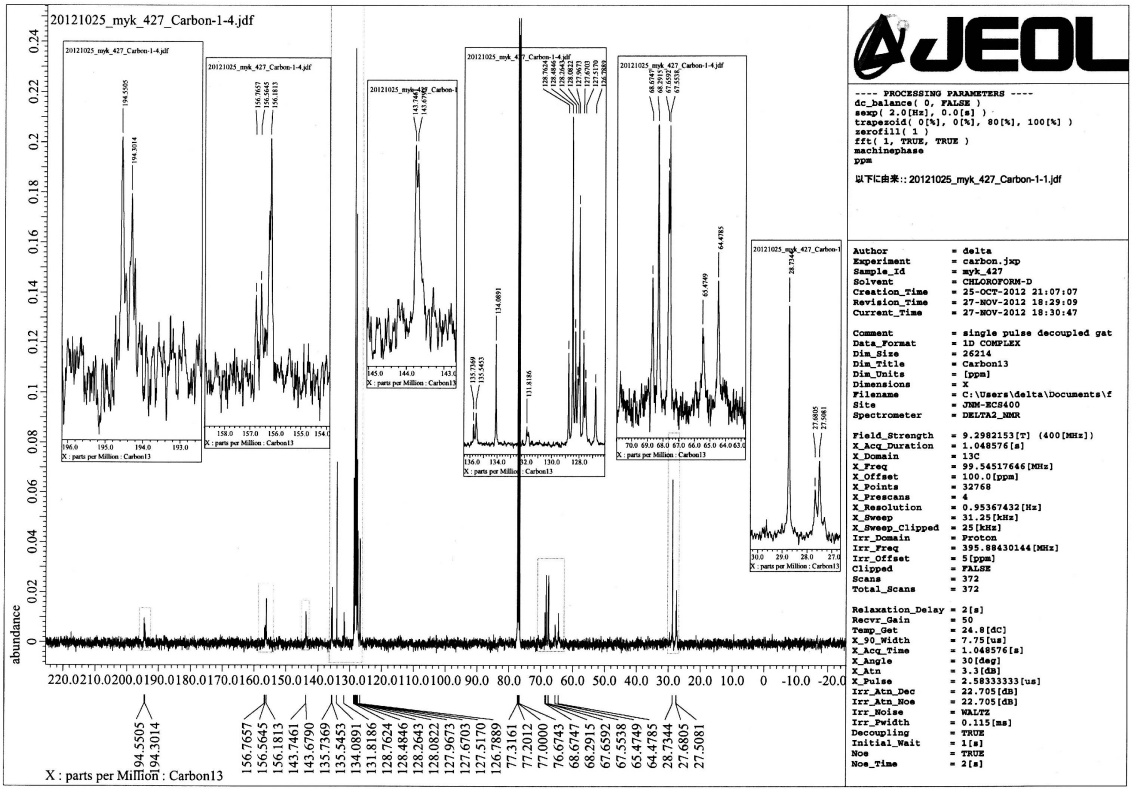


Dibenzyl 1-(1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ae, Table 2, entry 5)

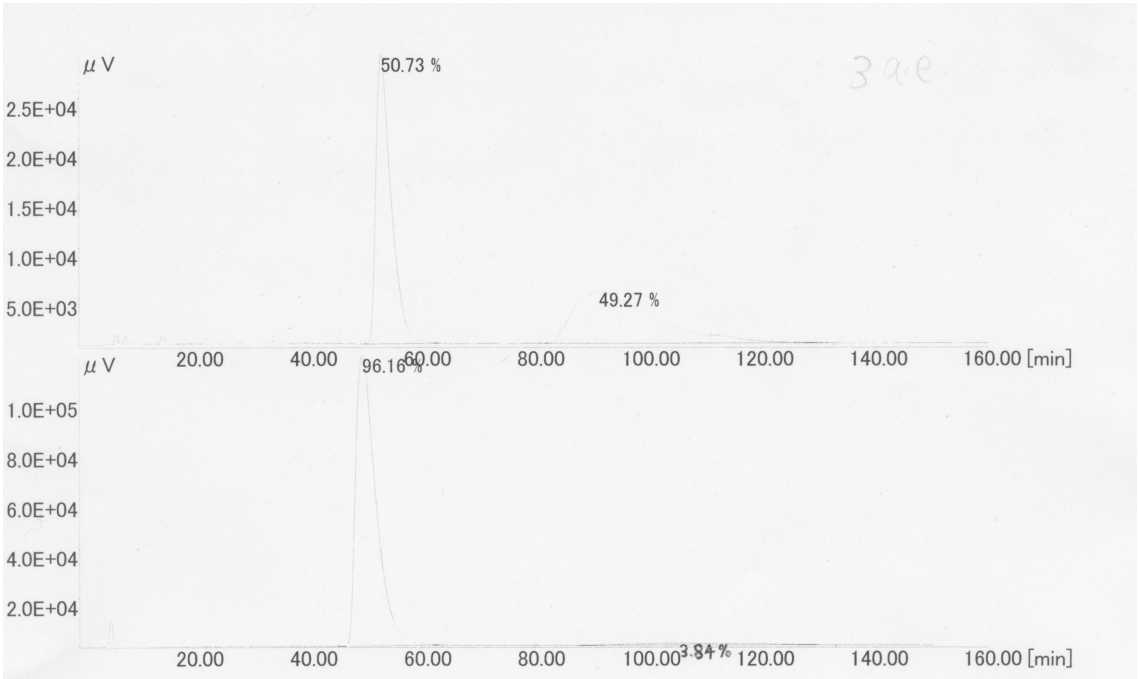
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 074751.CH1

コメント:
074
od_H
9/1
0.5 ml/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 9-Oct-2013 17:30:36
現在日時: 10-Oct-2013 9:13:42
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		53.033	5319361.500	0.000
2		91.392	5167174.009	0.000

ピーク総面積= 10486535.509 [μV.Sec]

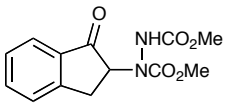
ファイル名: 431362.CH1

コメント:
431
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.5mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 2-Dec-2011 20:23:58
現在日時: 10-Oct-2013 9:13:42
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

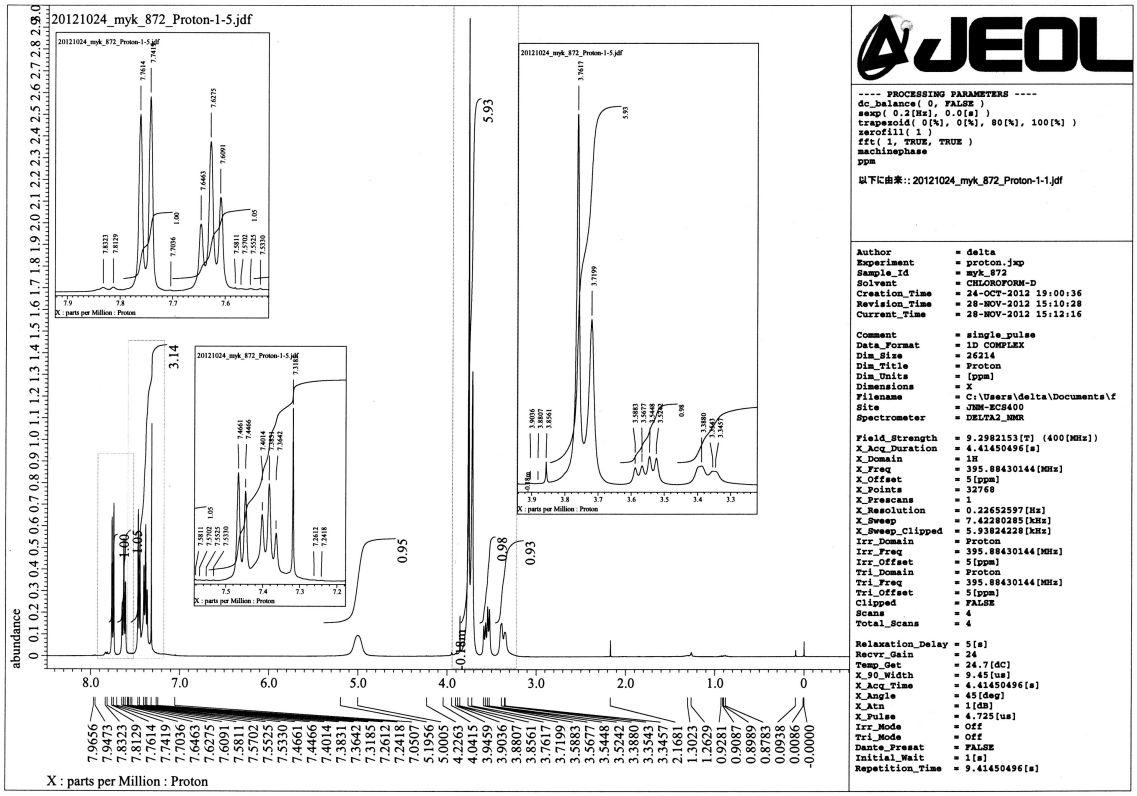
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		49.650	28621099.369	0.000
2		105.275	1142874.580	0.000

ピーク総面積= 29763973.949 [μV.Sec]

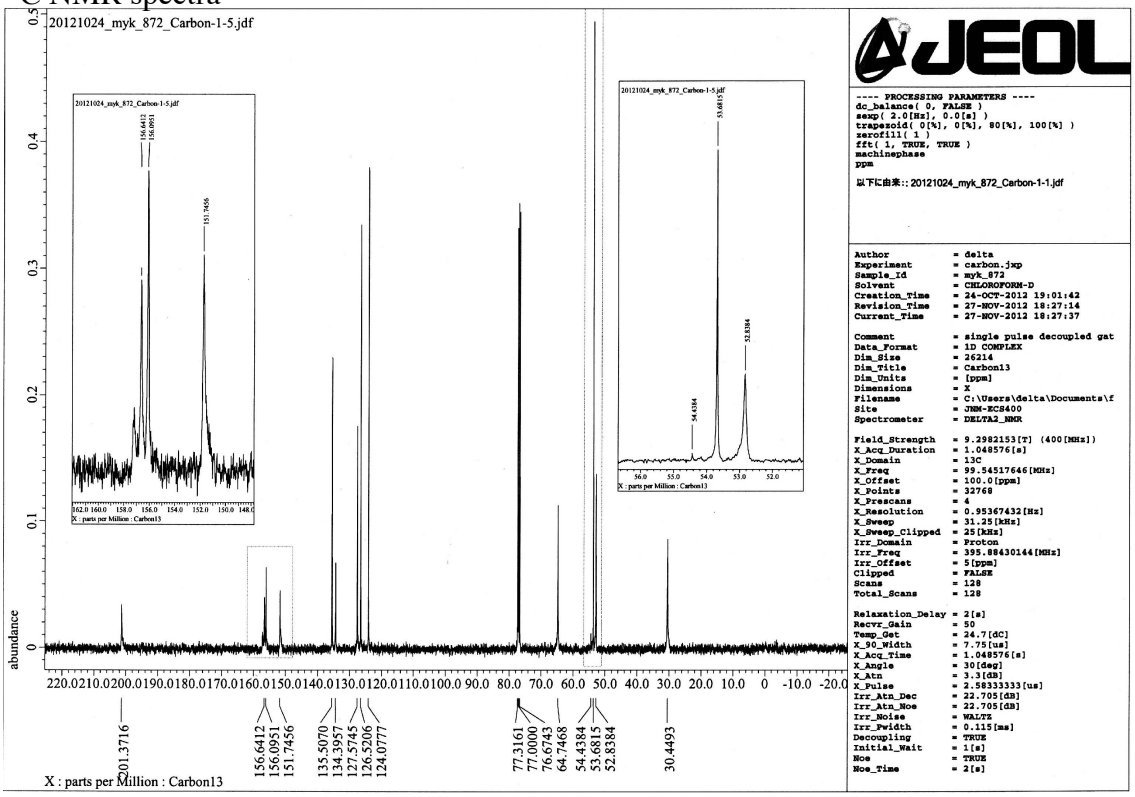


Dimethyl 1-(1-oxo-2,3-dihydro-1H-inden-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ba, Table 3, Entry 1)

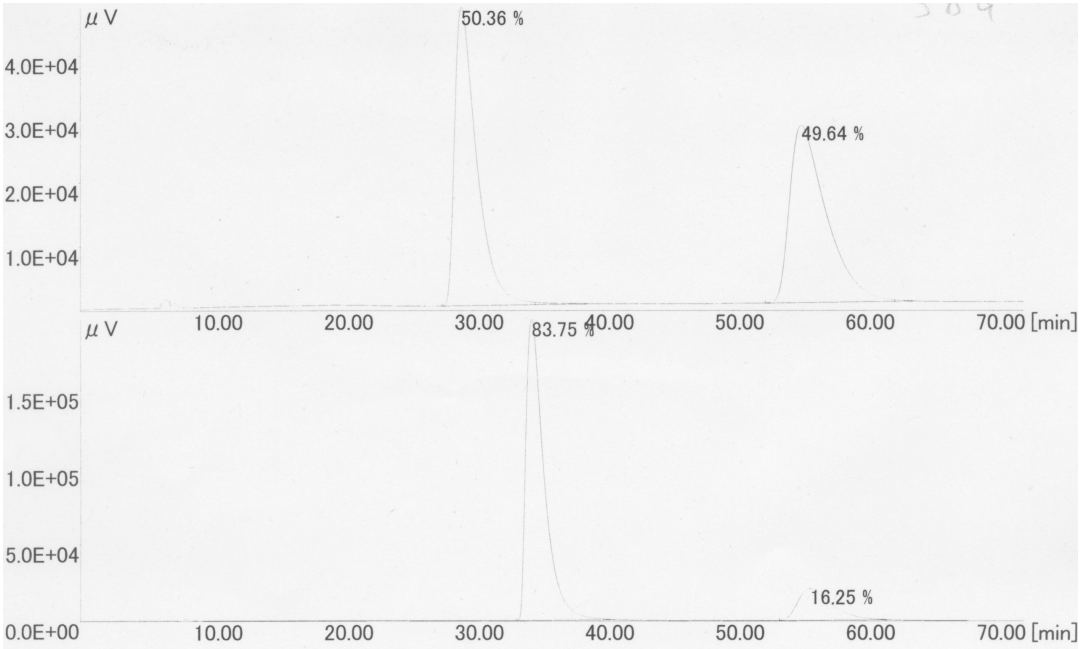
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 398750.CH1

コメント:
398
od_H
9/1
1.0 ml/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 9-Oct-2013 16:08:28
現在日時: 10-Oct-2013 10:09:34
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		29.192	5458424.021	0.000
2		55.283	5379428.912	0.000

ピーク総面積= 10837852.933 [μV.Sec]

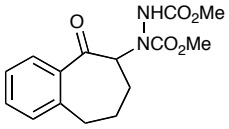
ファイル名: 444380.CH1

コメント:
445
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 13-Dec-2011 16:35:38
現在日時: 10-Oct-2013 10:09:34
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

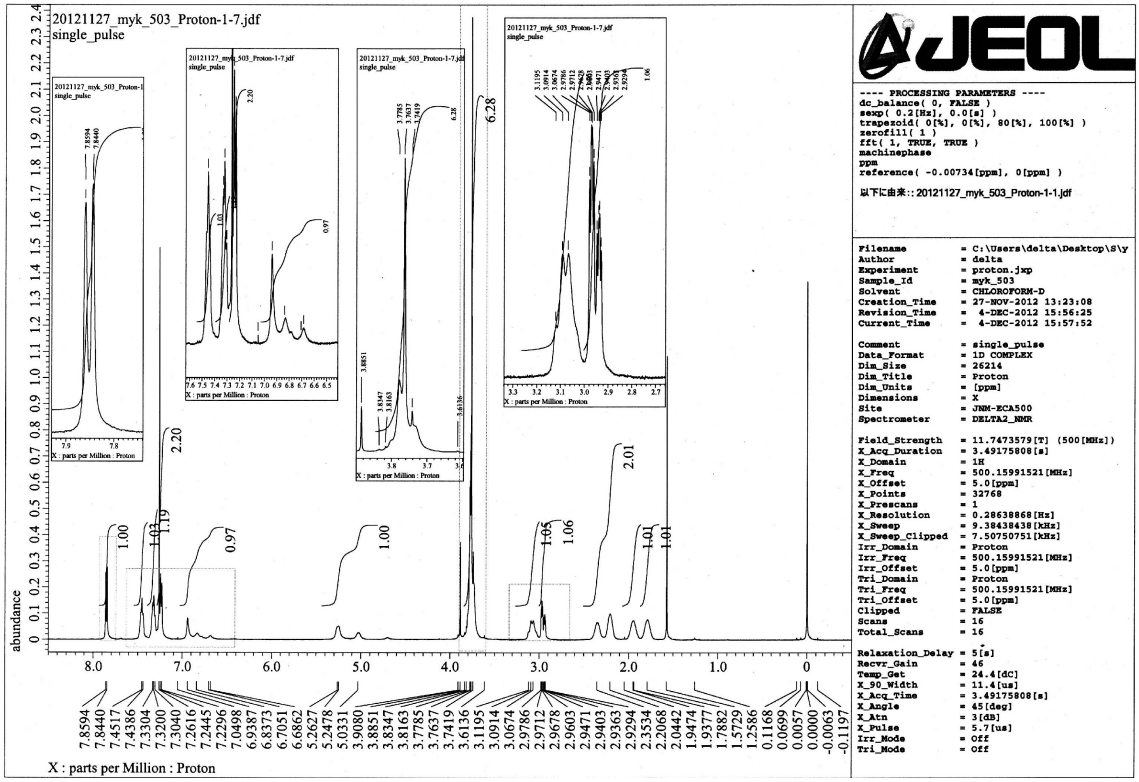
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		34.567	18837725.500	0.000
2		55.908	3654452.000	0.000

ピーク総面積= 22492177.500 [μV.Sec]

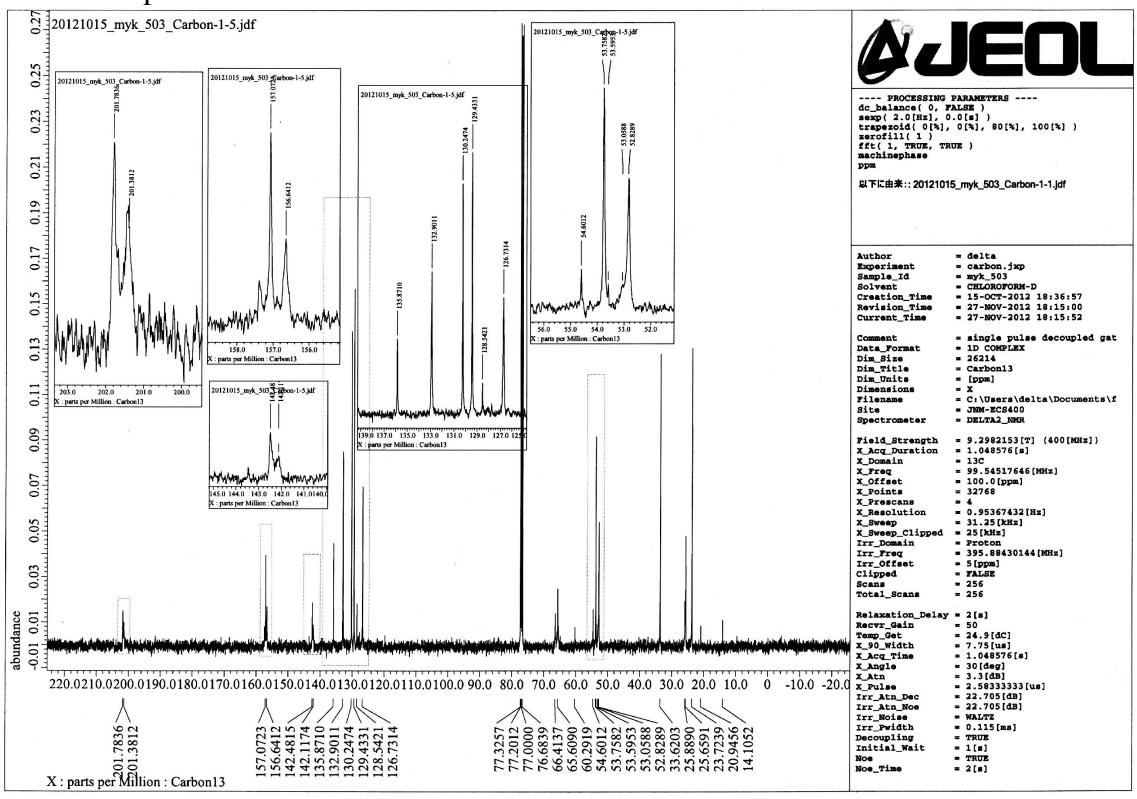


Dimethyl 1-(5-oxo-6,7,8,9-tetrahydro-5H-benzo[7]annulen-6-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ca, Table 3, entry 4)

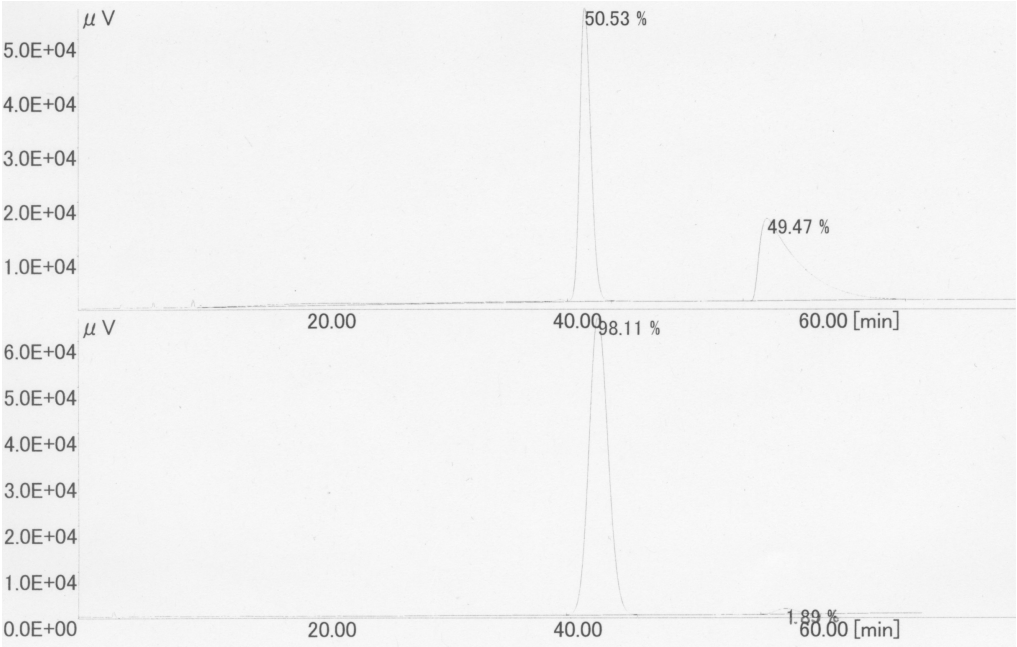
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 399748.CH1

コメント:
399
ad_3
9/1
1.0 ml/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 8-Oct-2013 16:59:00
現在日時: 10-Oct-2013 10:11:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		41.200	3363251.668	0.000
2		56.017	3292143.245	0.000

ピーク総面積= 6655394.913 [μV.Sec]

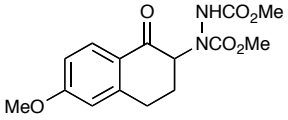
ファイル名: 503404.CH1

コメント:
503
AD_3
H/iPr = 9/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 12-Jan-2012 16:55:44
現在日時: 10-Oct-2013 10:11:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

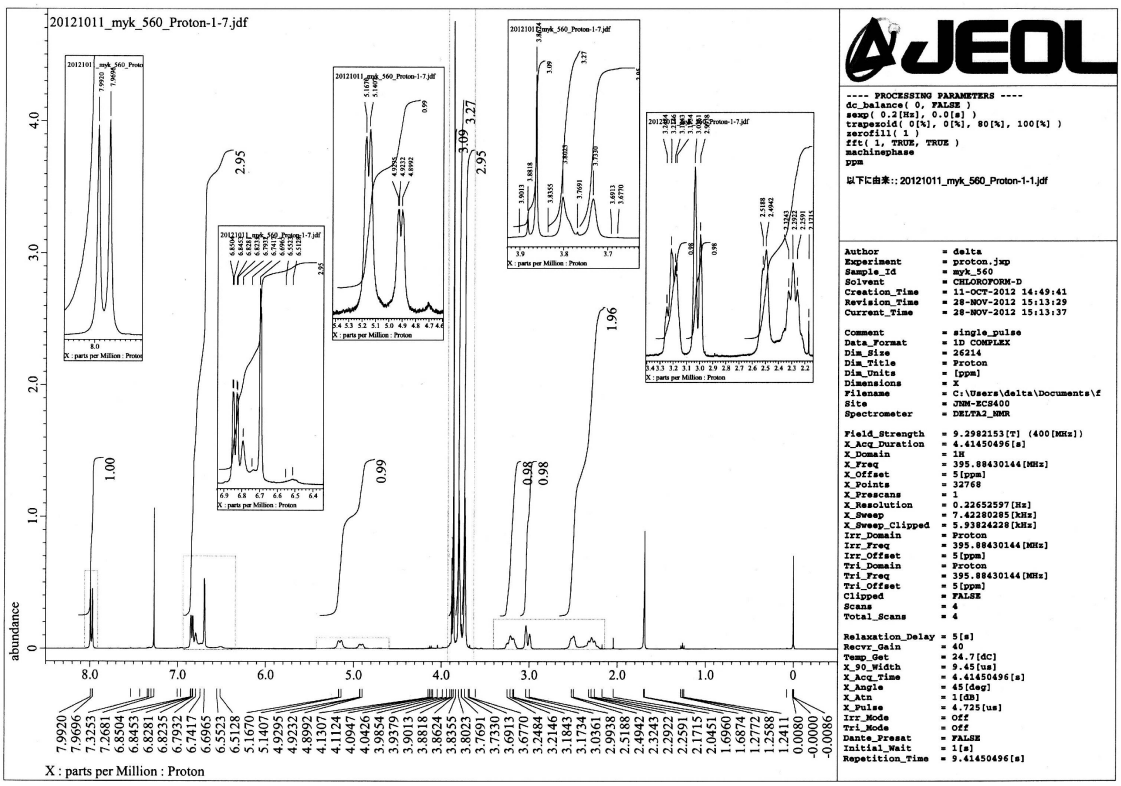
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		42.233	6975958.000	0.000
2		57.475	134044.500	0.000

ピーク総面積= 7110002.500 [μV.Sec]

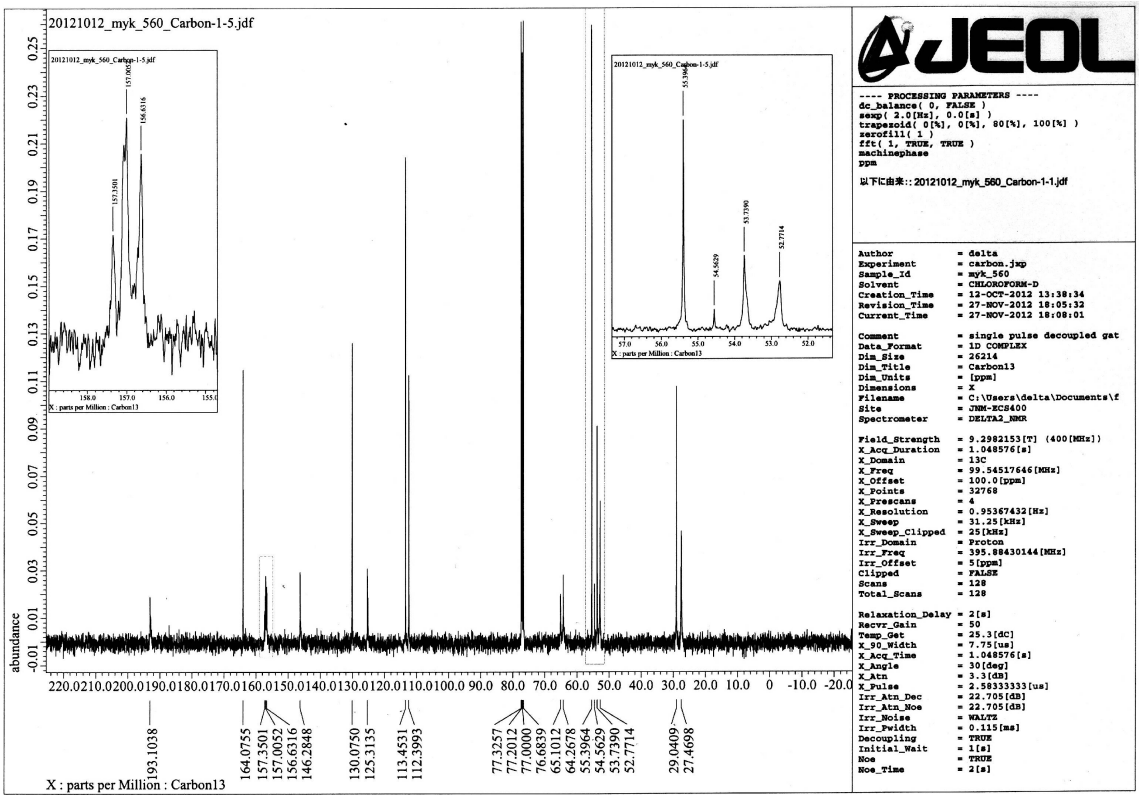


Dimethyl 1-(6-methoxy-1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl) hydrazine-1,2-dicarboxylate (3da, Table 3, entry 5)

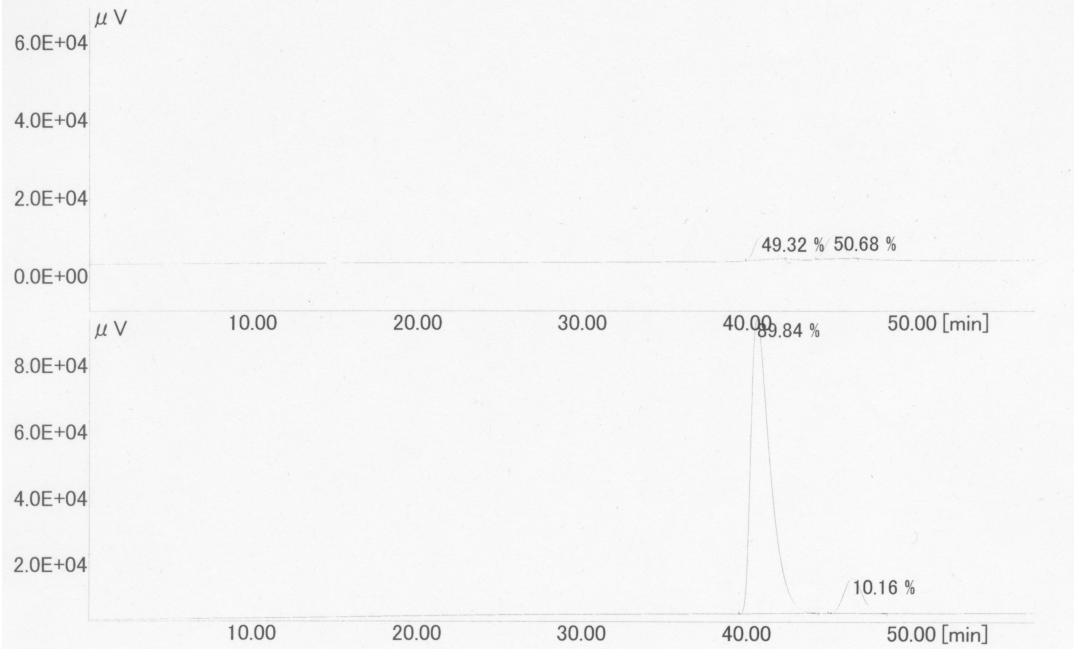
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 396596.CH1

コメント:
396
ad_3_ad_h
H/iPr = 3/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 21-Nov-2012 11:13:34
現在日時: 27-Nov-2012 10:33:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		41.283	406338.250	0.000
2		45.650	417473.500	0.000

ピーク総面積= 823811.750 [μV.Sec]

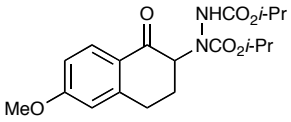
ファイル名: 916595.CH1

コメント:
916
ad_3_ad_h
H/iPr = 3/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 21-Nov-2012 10:12:42
現在日時: 27-Nov-2012 10:33:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

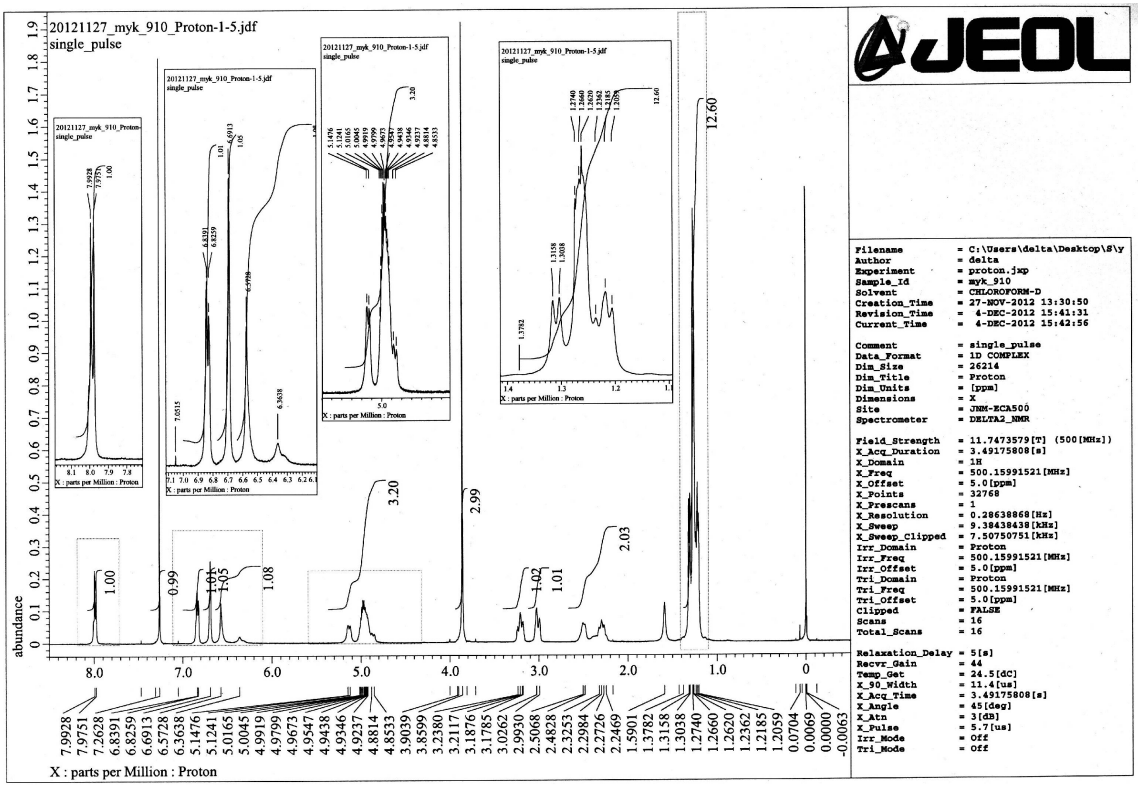
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		41.025	7043375.000	0.000
2		46.842	796658.250	0.000

ピーク総面積= 7840033.250 [μV.Sec]

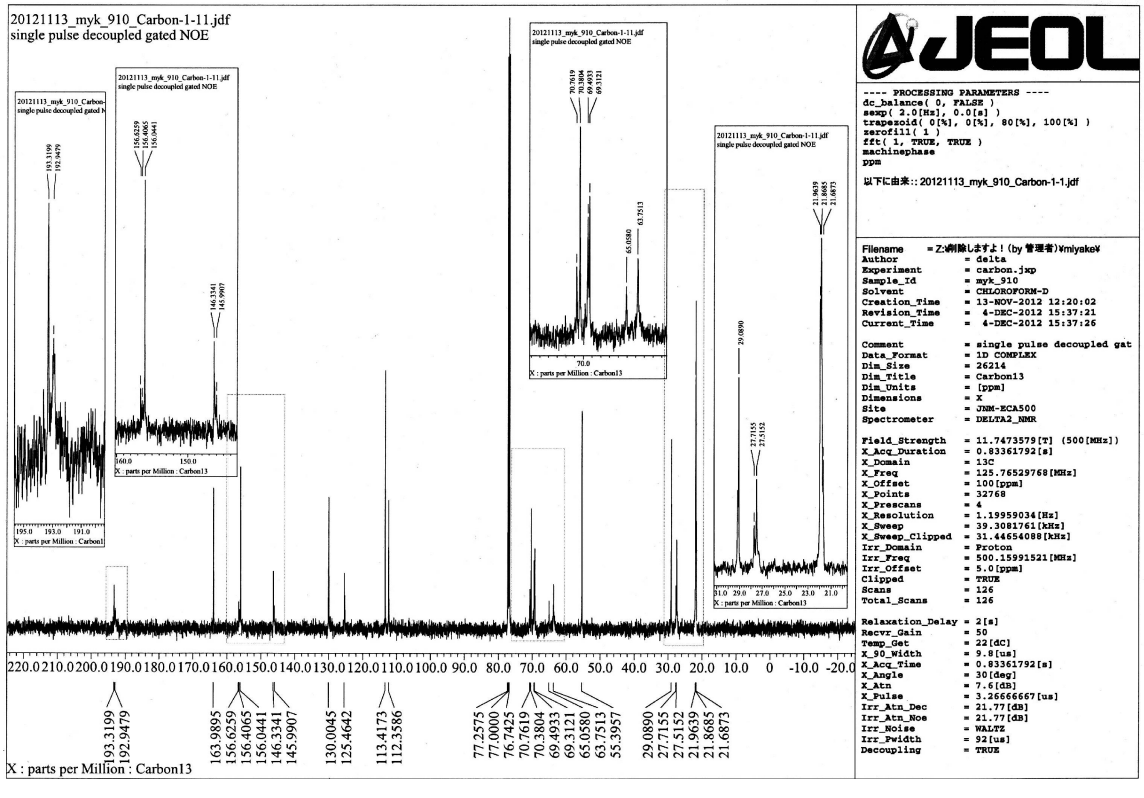


Diisopropyl 1-(6-methoxy-1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl) hydrazine-1,2-dicarboxylate (3dc, Table 3, entry 6)

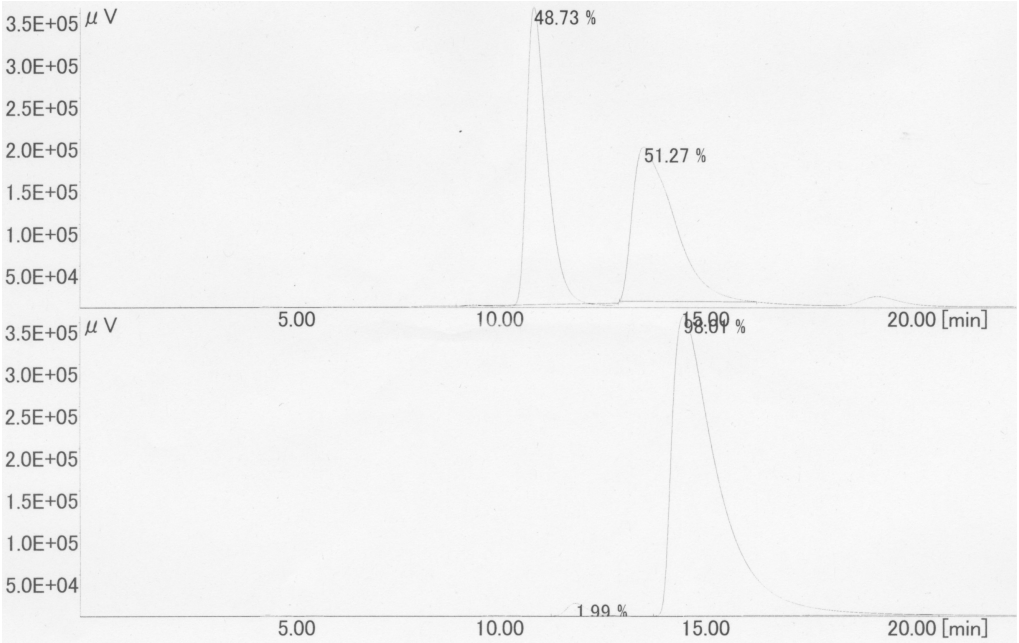
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 236387.CH1

コメント:
236
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 5-Jan-2012 12:40:36
現在日時: 10-Oct-2013 10:37:04
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		11.017	12177013.311	0.000
2		13.683	12813421.500	0.000

ピーク総面積= 24990434.811 [μV.Sec]

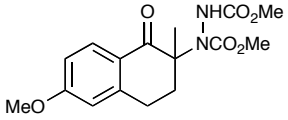
ファイル名: 502411.CH1

コメント:
502
OD_H
H/iPr = 9/1
Flow 0.7mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 13-Jan-2012 3:05:36
現在日時: 10-Oct-2013 10:37:04
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

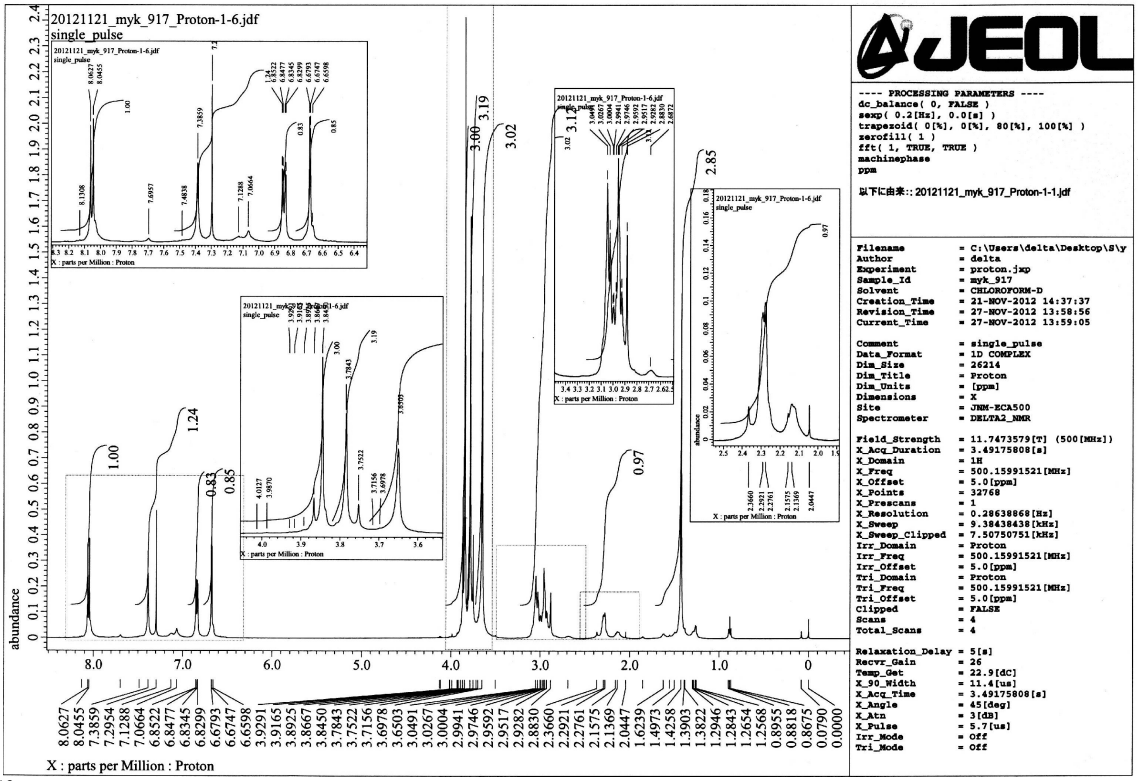
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		12.025	563343.000	0.000
2		14.650	27728015.872	0.000

ピーク総面積= 28291358.872 [μV.Sec]

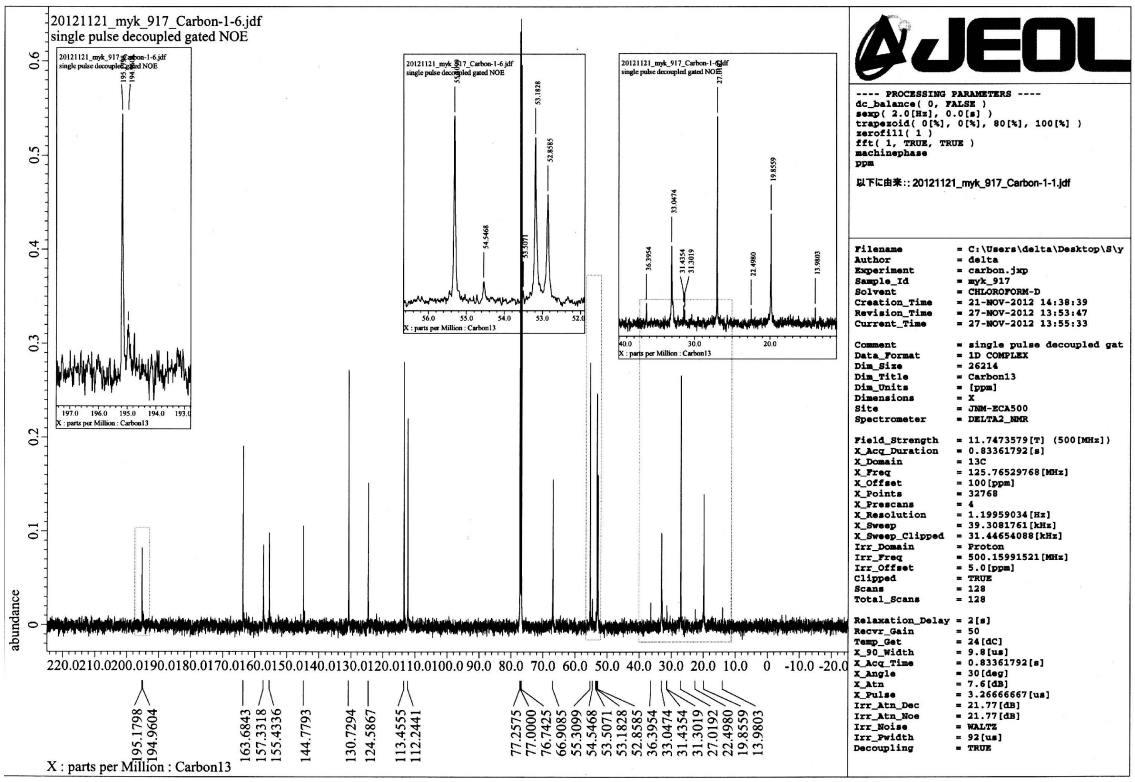


Dimethyl 1-(6-methoxy-2-methyl-1-oxo-1,2,3,4-tetrahydronaphthalen-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ea, Table 3, entry 7)

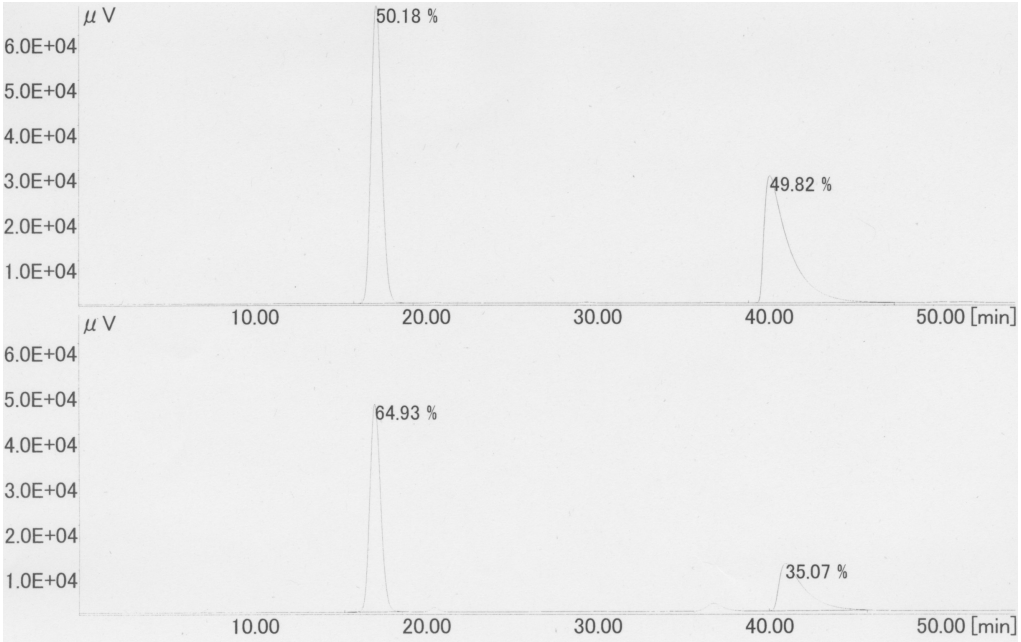
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 514599.CH1

コメント:
514
ad_3
H/iPr = 9/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 21-Nov-2012 15:31:26
現在日時: 10-Oct-2013 10:29:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		17.475	2791584.819	0.000
2		40.450	2771554.749	0.000

ピーク総面積= 5563139.568 [μV.Sec]

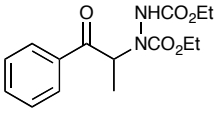
ファイル名: 917597.CH1

コメント:
917
ad_3
H/iPr = 9/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 21-Nov-2012 12:32:34
現在日時: 10-Oct-2013 10:29:00
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

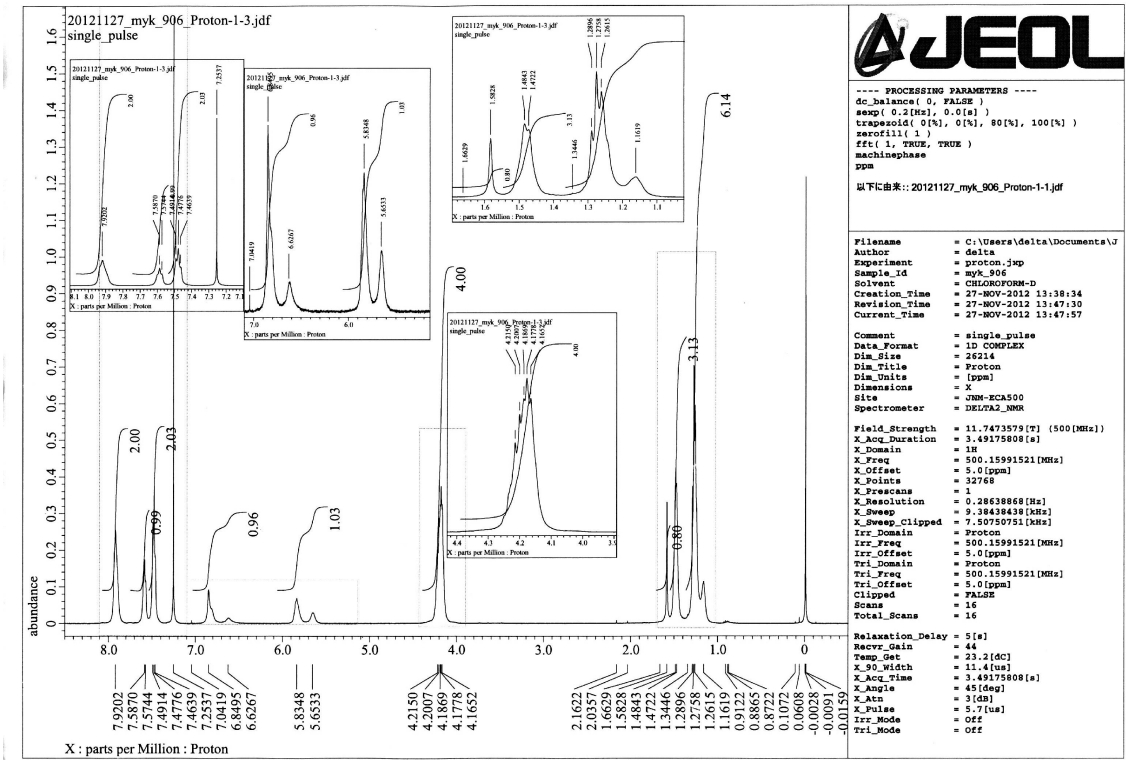
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		17.383	1973125.293	0.000
2		41.333	1065874.483	0.000

ピーク総面積= 3038999.776 [μV.Sec]

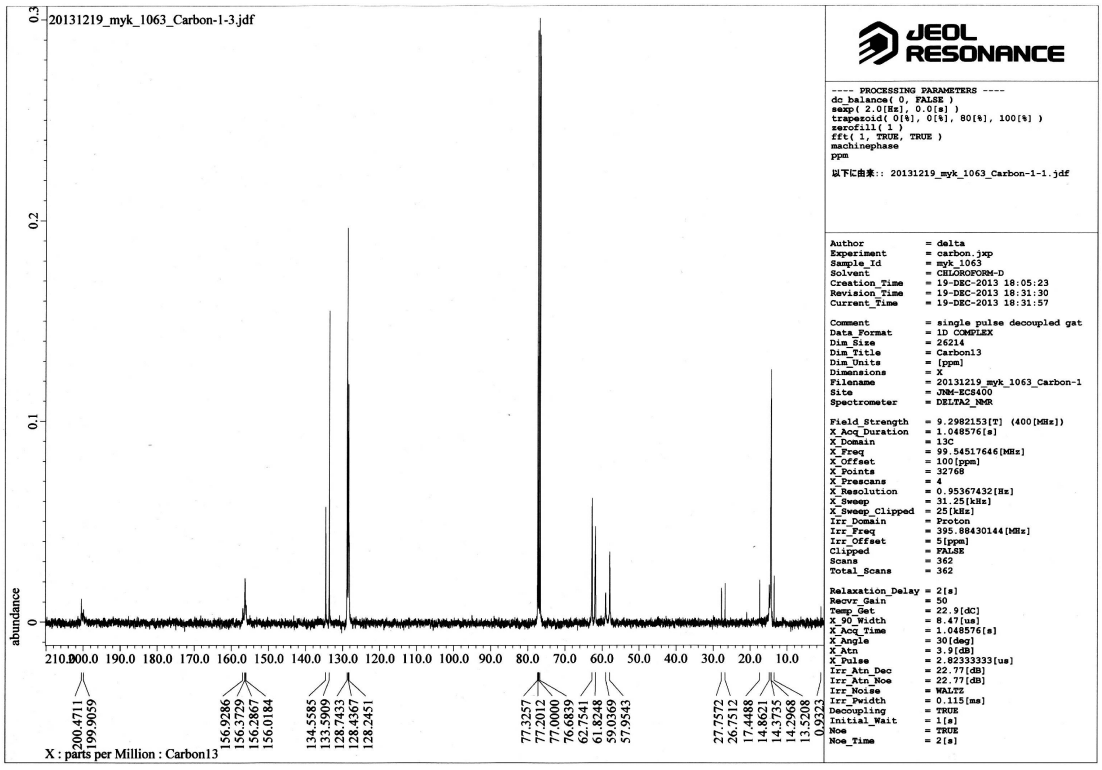


(*S*)-Diethyl 1-(1-oxo-1-phenylpropan-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3fb, Table 3, entry 8)

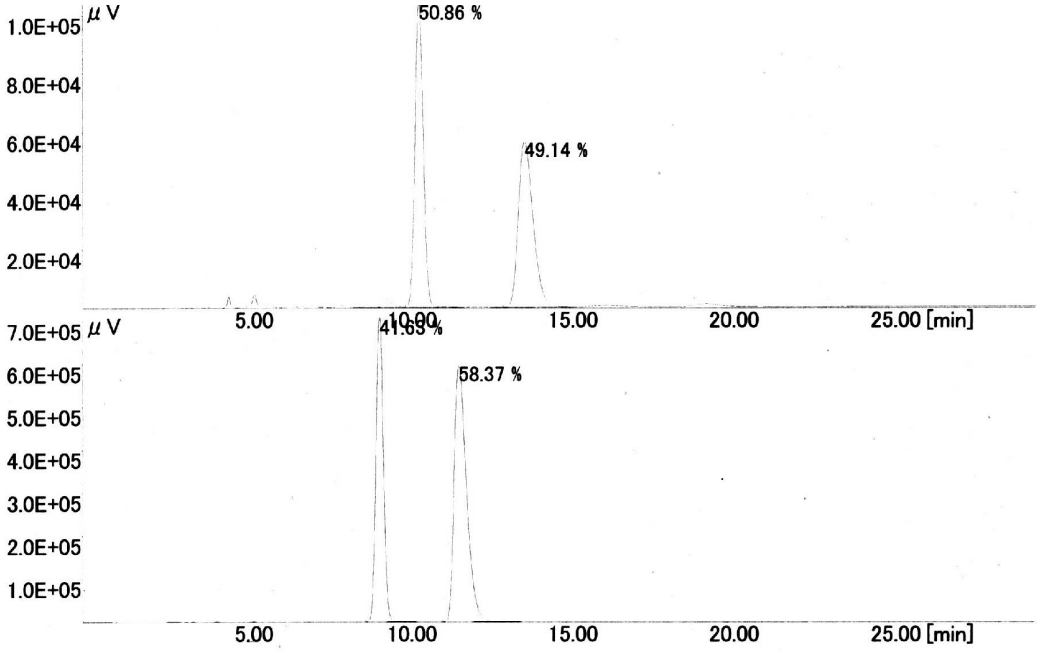
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra



HPLC Chart



ファイル名: 030_1777.CH1

コメント:
030
ad_3
3/1
1.0 ml/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 17-Dec-2013 19:03:26
現在日時: 27-Dec-2013 14:09:08
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		10.442	1832765.168	0.000
2		13.717	1770756.000	0.000

ピーク総面積= 3603521.168 [μV.Sec]

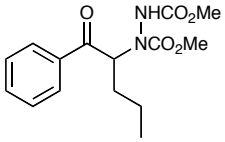
ファイル名: 918594.CH1

コメント:
918
ad_3
H/iPr = 3/1
Flow 1.0mL/min

Vial # = 1 Rack # = 1
注入日 : 16-Nov-2012 16:14:04
現在日時: 27-Dec-2013 14:09:08
ユーザー : MIYAKE
グループ : MIYAKE
システムプログラム:

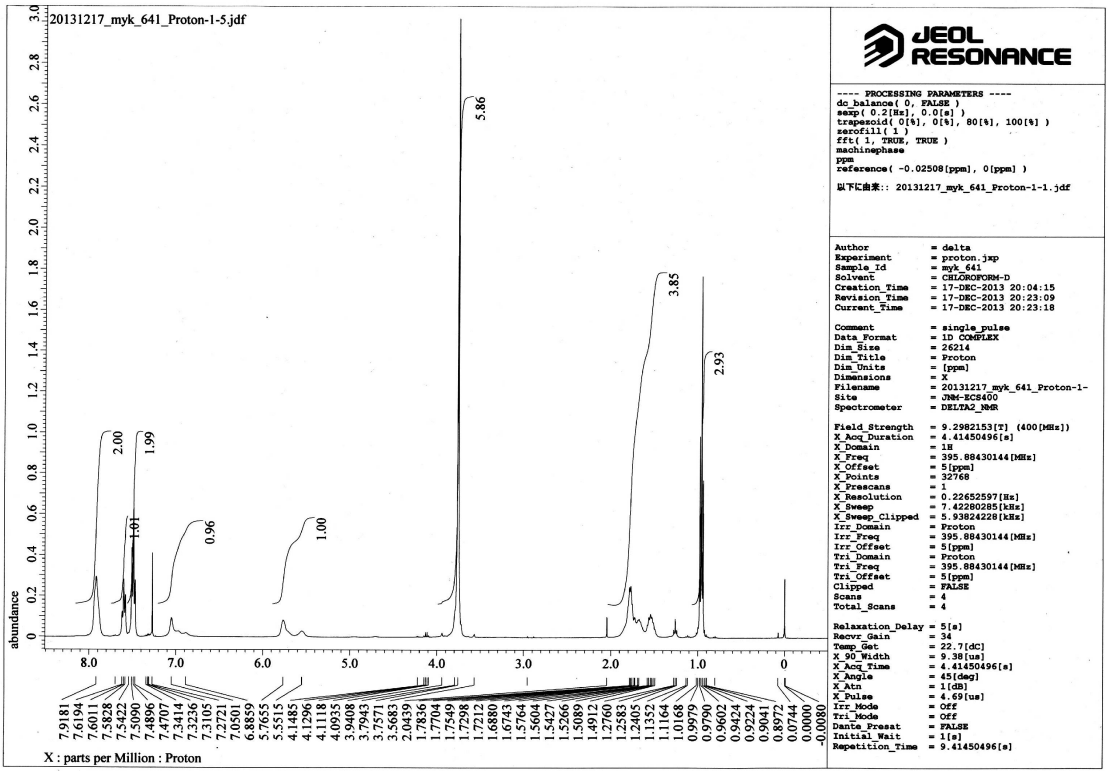
#	ピーク名	Rt	面積[μV.Sec]	定量値
1		9.217	11070282.750	0.000
2		11.675	15522125.500	0.000

ピーク総面積= 26592408.250 [μV.Sec]

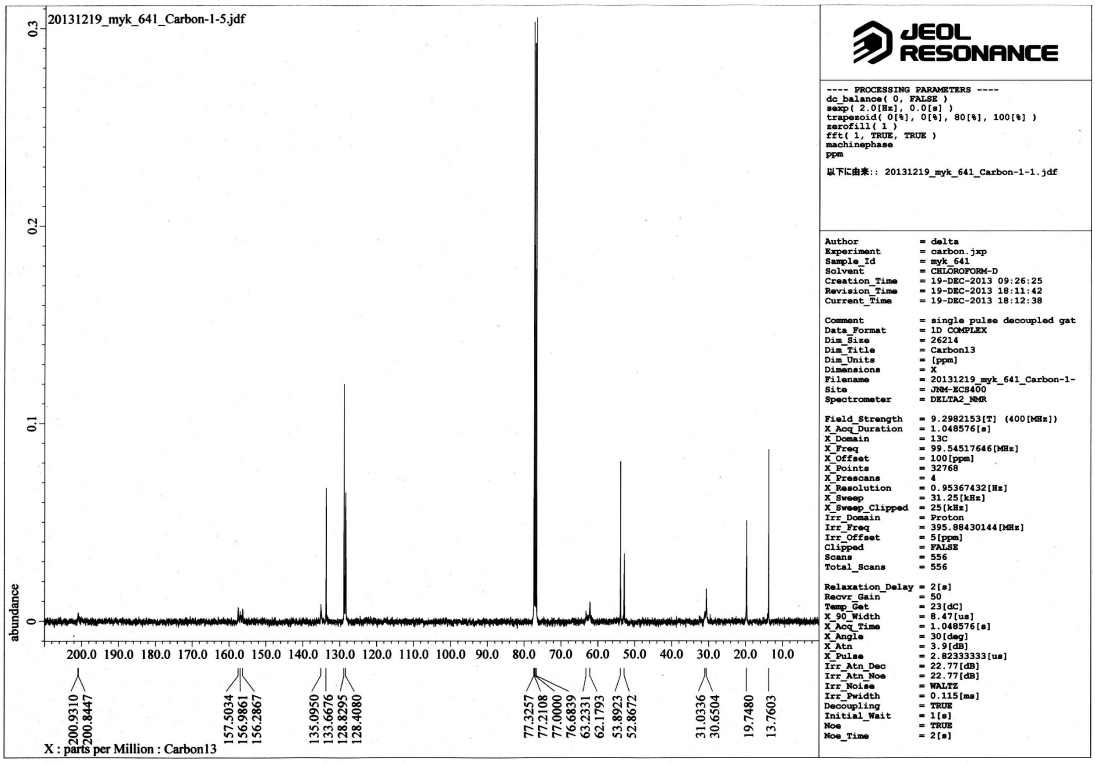


Dimethyl 1-(1-oxo-1-phenylpentan-2-yl)hydrazine-1,2-dicarboxylate (3ga, Table 3, entry 9)

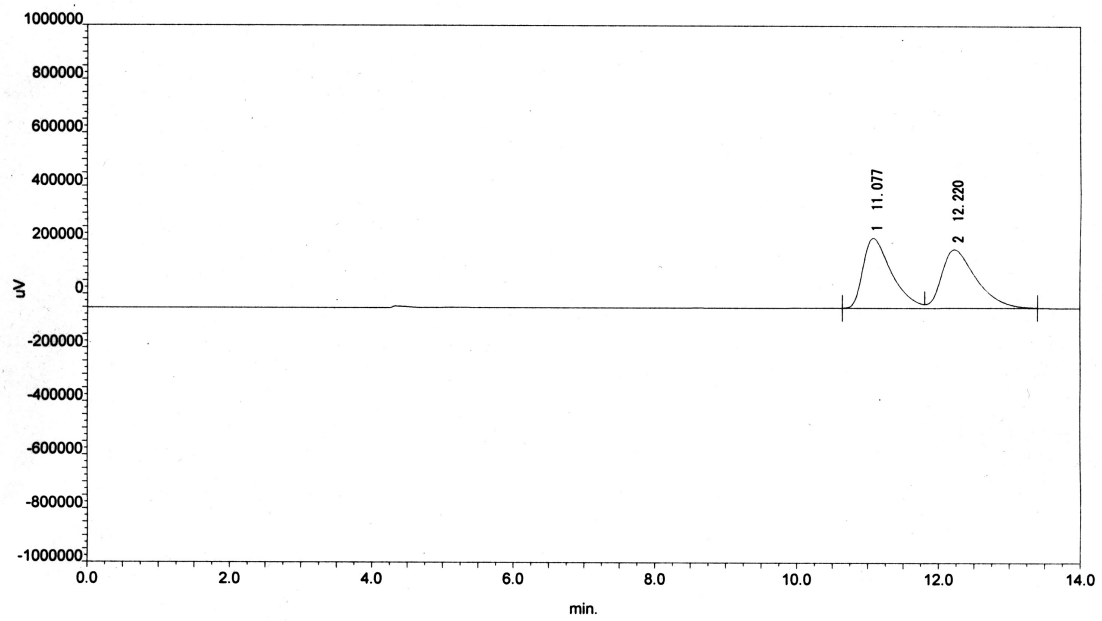
^{1}H NMR spectra



^{13}C NMR spectra

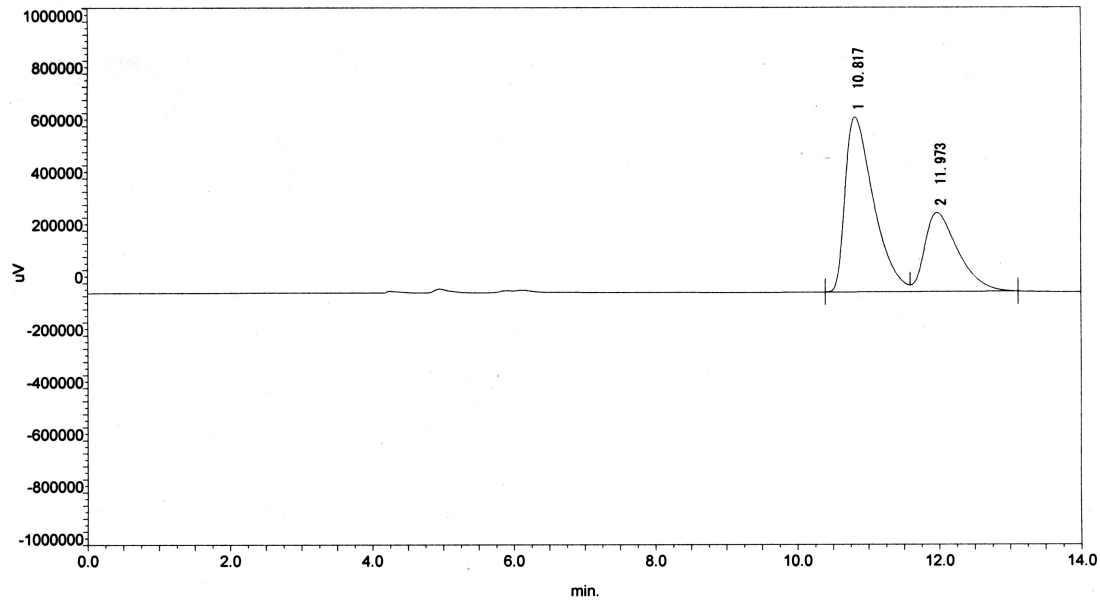


HPLC Chart



解析結果

No.	Rt(min)	ピーク名	面積	面積(%)	高さ	NTP	対称性	分離度
1	11.08		7269428.818	49.5760	259943	3548.6	-------	1.388
2	12.22		7393762.182	50.4240	217568	2924.7	-------	-------
			14663191.000	100.0000	477511			



解析結果

No.	Rt(min)	ピーク名	面積	面積(%)	高さ	NTP	対称性	分離度
1	10.82		18612502.949	65.4289	667640	3405.2	1.788	1.438
2	11.97		9834424.051	34.5711	301411	3046.0	-------	-------
			28446927.000	100.0000	969051			