

## 1. 目 次

表 紙.....	1
1. 目 次.....	2
2. 最終報告書作成者署名.....	4
3. 試験概要.....	5
4. 試験従事者及び業務分担.....	7
5. 要 約.....	8
6. 緒 言.....	9
7. 試験方法及び材料.....	9
7.1. 被験物質.....	9
7.1.1. 被験物質 (原体).....	9
7.1.2. 被験物質の調製.....	9
7.2. 対照物質 (媒体).....	9
7.3. 試験系.....	9
7.3.1. 使用動物及び飼育条件.....	9
7.3.2. 個体識別.....	10
7.3.3. 群分け法.....	10
7.3.4. 飼料.....	10
7.3.5. 飲料水.....	10
7.4. 投与.....	10
7.4.1. 投与経路及びその選択理由.....	10
7.4.2. 投与方法及びその選択理由.....	11
7.4.3. 投与液量、投与回数、投与時刻及びその選択理由.....	11
7.5. 群構成、投与量及び動物数.....	11
7.6. 投与量設定の理由.....	11
7.7. TK 群.....	12
8. 観察及び検査項目.....	12
8.1. 観察期間.....	12
8.2. 一般状態.....	12
8.3. 体重測定.....	12
8.4. 剖検.....	12
8.5. TK 群採血.....	12
8.5.1. 採血及び脳の摘出.....	12
8.5.2. 血漿分離.....	13
8.5.3. 血漿及び凍結標本送付.....	13
9. 統計学的方法.....	13



## 最 終 報 告 書

試験名：P092・2HClのカニクイザルを用いた  
単回経口投与毒性試験

試験番号：N-O359

試験期間：2010年11月22日-2011年3月23日

### 試験施設

株式会社ボゾリサーチセンター 函南研究所  
〒419-0101 静岡県田方郡函南町桑原三本松 1308-125

### 試験委託者

岐阜大学 人獣感染防御研究センター プリオン研究部門  
〒501-1194 岐阜県岐阜市柳戸1番1

### 試験受託者

株式会社ボゾリサーチセンター  
〒151-0065 東京都渋谷区大山町36-7

本資料は原本から複写したものに相違ありません。  
株式会社 ボゾリサーチセンター

試験責任者：城口市福

日付：2011年3月23日

## 1. 目次

1.	目次	2
2.	試験実施概要	4
2.1	試験番号	4
2.2	試験表題	4
2.3	試験目的	4
2.4	試験委託者	4
2.5	試験受託者	4
2.6	試験実施施設	4
2.7	試験日程	4
2.8	試験責任者	5
2.9	試験担当者	5
2.10	予見することができなかつた試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのあ る事態及び試験計画書に従わなかつたこと	5
2.11	資料保存	5
2.12	試験責任者の署名又は記名・なつ印	5
3.	緒言	6
4.	試験材料及び方法	7
4.1	被験物質及び媒体	7
4.1.1	被験物質	7
4.1.2	媒体 1	7
4.1.3	媒体 2	7
4.2	被験液の調製	7
4.3	試験動物種の選択理由	8
4.4	試験動物	8
4.5	飼育条件	9
4.6	飼料及び飲料水中の混入物質	9
4.7	動物の識別	9
4.8	群分け（動物番号の決定）	10
4.9	投与経路、投与回数及び観察期間とそれらの選択理由	10
4.10	投与方法	10
4.11	投与量及び群構成	10
4.12	投与量の設定根拠	10
4.13	観察及び検査の方法	11
4.13.1	一般状態の観察	11
4.13.2	体重測定	11
4.13.3	体温測定	11

# 製造請負契約書

請負件名 有機化合物 (P092) の合成 500g

代金額 金 8,925,000 円也 (うち消費税額及び地方消費税額 425,000 円)  
〔消費税額は、消費税法第28条第1項及び第29条並びに地方税法第72条の82及び第72条の83の規定に基づき、代金額に105分の5を乗じて得た額である。〕

発注者 国立大学法人岐阜大学 理事 杉戸 真太 と受注者 東京化成工業株式会社 代表取締役社長 浅川 誠一郎 との間において、上記の業務について、上記代金額で製造請負契約を結ぶものとする。

- 第1条 受注者は、発注者に対し合成物を納入するものとする。  
第2条 この契約において、受注者が履行すべき内容は、仕様書及び受注者が入札に際して提出した書類で明記されたものとする。  
第3条 合成物は国立大学法人岐阜大学大学院連合創薬医療情報研究科に納入するものとする。  
第4条 合成物の納入期限は、平成24年8月10日までに10gを納入し、残り490gを平成24年10月30日までに随時納入するものとする。  
第5条 業務完了通知書は、国立大学法人岐阜大学財務部経理課契約第二係に送付するものとする。  
第6条 代金の請求書は、国立大学法人岐阜大学財務部経理課契約第二係に送付するものとする。  
第7条 代金の支払いは、適法な請求書を受領した日の翌月20日に支払うものとする。  
第8条 契約保証金は、免除する。  
第9条 発注者は、次の各号に該当する事由が生じたときは、この契約を解除することができる。  
(1) 受注者が、正当な理由なくこの契約の全部又は一部を履行しないとき。  
(2) 発注者の承諾を得ずして、受託者が第三者にこの契約の全部又は一部を行かせたとき。  
(3) この契約の履行について、受注者に不正・不当な行為があったとき。  
(4) 受注者が、この契約を履行する能力を失ったことが明らかに認められるとき。  
(5) 前各号のほか、受注者がこの契約に違反したとき。  
第10条 この契約について必要な細目は、国立大学法人岐阜大学契約実施規程によるものとする。  
第11条 この契約について、発注者・受注者間に紛争を生じたときは、双方協議の上これを解決するものとする。  
第12条 この契約に定めのない事項についてこれを定める必要がある場合は、発注者・受注者間において協議して定めるものとする。

上記契約の成立を証するため、発注者・受注者は次に記名し印を押すものとする。  
この契約書は、2通作成し、双方で各1通を所持するものとする。

平成24年6月11日

発注者

岐阜県岐阜市柳戸1-1  
国立大学法人岐阜大学  
理事 杉戸 真太



受注者

東京都中央区日本橋本町4-10-1  
東京化成工業株式会社  
代表取締役社長 浅川 誠一郎



## 入札公告

次のとおり一般競争入札に付します。

平成24年5月24日

国立大学法人岐阜大学  
理事 杉戸 真太郎



### 1 調達内容

- (1) 請負件名及び数量 有機化合物 (P092) の合成 500g
- (2) 請負業務の仕様等 仕様書による。
- (3) 納入期限 仕様書による。
- (4) 納入場所 国立大学法人岐阜大学大学院連合創薬医療情報研究科
- (5) 入札方法

落札決定に当たっては、入札書に記載された金額に当該金額の5パーセントに相当する額を加算した金額（当該金額に1円未満の端数があるときは、その端数金額を切り捨てるものとする。）をもって落札価格とするので、入札者は、消費税及び地方消費税に係る課税事業者であるか免税事業者であるかを問わず、見積もった契約金額の105分の100に相当する金額を入札書に記載すること。

### 2 競争参加資格

- (1) 国立大学法人岐阜大学契約実施規程第5条及び第6条の規定に該当しない者であること。なお、未成年者、被保佐人又は被補助人であって、契約締結のために必要な同意を得ている者は、同条中、特別の理由がある場合に該当する。
- (2) 国の競争参加資格（全省庁統一資格）において平成24年度に東海・北陸地域の「物品の製造」のA、B、C又はD等級に格付けされている者又は国立大学法人岐阜大学の競争参加資格において平成24年度に「物品の製造」のA、B、C又はD等級に格付けされている者であること。
- (3) 理事から取引停止の措置を受けている期間中の者でないこと。

### 3 入札書の提出場所等

- (1) 入札書の提出場所、契約条項を示す場所、入札説明書の交付場所及び問合せ先  
〒501-1193 岐阜市柳戸1番1  
国立大学法人岐阜大学財務部経理課契約第二係 電話058-293-2488
- (2) 入札説明会の日時及び場所  
平成24年5月31日(木)14時00分 国立大学法人岐阜大学本部棟1階小会議室
- (3) 入札書の受領期限  
平成24年6月8日(金)17時00分
- (4) 開札の日時及び場所  
平成24年6月11日(月)14時00分 国立大学法人岐阜大学本部棟1階小会議室

### 4 その他

- (1) 契約手続において使用する言語及び通貨 日本語及び日本国通貨。
- (2) 入札保証金及び契約保証金 免除。
- (3) 入札者に要求される事項 この一般競争に参加を希望する者は、封印した入札書に本公告に示した役務を履行できることを証明する書類を添付して入札書の受領期限までに提出しなければならない。入札者は、開札日の前日までの間において、理事から当該書類に関し説明を求められた場合は、それに応じなければならない。
- (4) 入札の無効 本公告に示した競争参加資格のない者の提出した入札書、入札者に求められる義務を履行しなかった者の提出した入札書、その他入札説明書による。
- (5) 契約書作成の要否 要。
- (6) 落札者の決定方法 本公告に示した役務を履行できると理事が判断した入札者であって、国立大学法人岐阜大学契約実施規程第14条の規定に基づいて作成された予定価格の制限の範囲内で最低価格をもって有効な入札を行った入札者を落札者とする。
- (7) 郵便、電報、ファクシミリ、電話その他の方法による入札は認めない。
- (8) その他 詳細は、入札説明書による。

有機化合物(P092)の合成 500g

仕 様 書

平成24年 5 月

国立大学法人岐阜大学

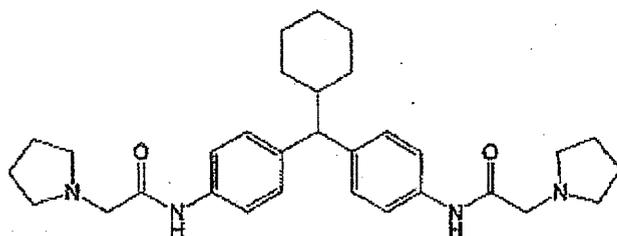
## 1. 概要

プリオン病は、我が国において、非定型例も含め、確実に増加しつつあるが、信頼できる治療法がないことは、社会にとって大きな脅威である。岐阜大学では、プリオン病の治療薬開発を推進して来た。本調達の目的は、医師主導治験への移行を目的とし、岐阜大学において最適化された抗プリオン物質であるP092の非臨床安全性試験(GLP)を行うための試験物(P092)の合成を委託することにある。有機合成は非GMPでよいが、将来臨床試験に移行する可能性を考え、治験薬GMPもしくはGMPに対応する施設・設備を用いてこれを行う必要がある。

## 2. 化学名(P092)

N, N' - [(Cyclohexylmethylene) di-4, 1-phenylene] bis [2-(1-Pyrrolidiny1) acetamide]

## 3. 構造式(P092)



## 4. 合成条件

治験薬GMPもしくはGMPに対応する施設においてP092の合成を行うこと。

## 5. 合成物の規格

合成したP092をNMR(核磁気共鳴)にて分析し、プロトンスペクトル・カーボンスペクトルを測定し、標準スペクトルと同等のものとする。

## 6. 合成物の納入数量 500g

## 7. 合成物の納入時期

平成24年8月10日までに10g納入し、残り490gを平成24年10月30日までに随時納入するものとする。

## 8. 合成物の納入方法

(1)納入場所は岐阜大学大学院連合創薬医療情報研究科とする。

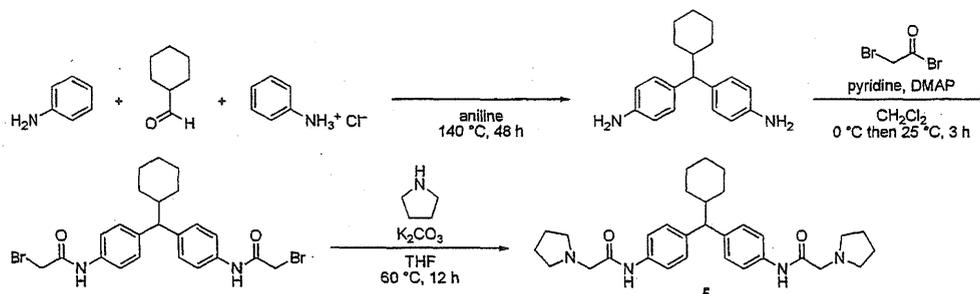
(2)納入はガラス瓶にて行い、ラベル表示をするものとする。ラベル表示事項は次のとおりとする。

・合成物名、社名、住所、正味重量、危険内容、法的表示事項、取扱上の注意事項

(3)納入時に製造記録、P092の分析データ、MSDSを添付するものとする。

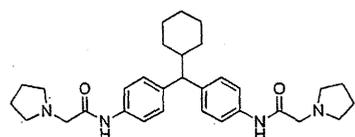
## 9. 合成方法

### A Representative Procedure for the Synthesis of *N,N*-[(Cyclohexylmethylene)di-4,1-phenylene]bis[2-(1-pyrrolidiny)acetamide].



Cyclohexanecarboxaldehyde (561 mg, 5.00 mmol) was added to a solution of aniline hydrochloride (648 mg, 5.00 mmol) in aniline (1.397 g, 15.00 mmol) at 25 °C, and the mixture was stirred at 140 °C for 48 h. The reaction mixture was poured into an aqueous solution of NaOH (approximately 5 mol/L, 10 mL) and extracted with CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (10 mL). The organic layer was washed with water (10 mL), dried over Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, filtered, and concentrated under reduced pressure. The residue was purified by MPLC on silica gel using hexane/AcOEt as the eluent to yield 4,4'-(cyclohexylmethylene)bisaniline (556 mg, 1.98 mmol, 40%) as a pale yellow solid. Bromoacetyl bromide (111 mg, 0.550 mmol) was added to a solution of 4,4'-(cyclohexylmethylene)bisaniline (70 mg, 0.25 mmol), pyridine (47 mg, 0.60 mmol), and 4-(dimethylamino)pyridine (1 mg) in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (10 mL) at 0 °C, and the mixture was stirred at 25 °C for 3 h. The resulting precipitates were collected by filtration and washed with CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (5 mL × 3) to give crude *N,N*'-[(cyclohexylmethylene)di-4,1-phenylene]bis(2-bromoacetamide) (91 mg) as a colorless solid. Pyrrolidine (54 mg, 0.76 mmol) was added to a suspension of *N,N*'-[(cyclohexylmethylene)di-4,1-phenylene]bis(2-bromoacetamide) (91 mg) and K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (138 mg, 0.998 mmol) in THF (2.5 mL) at 25 °C, and the mixture was stirred at 60 °C for 12 h. The reaction mixture was poured into water (5 mL) and extracted with CHCl<sub>3</sub> (5 mL). The organic layer was dried over Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, filtered, and concentrated under reduced pressure. The residue was purified by MPLC on silica gel using CHCl<sub>3</sub>/MeOH as the eluent and GPC using CHCl<sub>3</sub> as the eluent to give compound **5** (75 mg, 0.15 mmol, 60%) as a colorless solid.

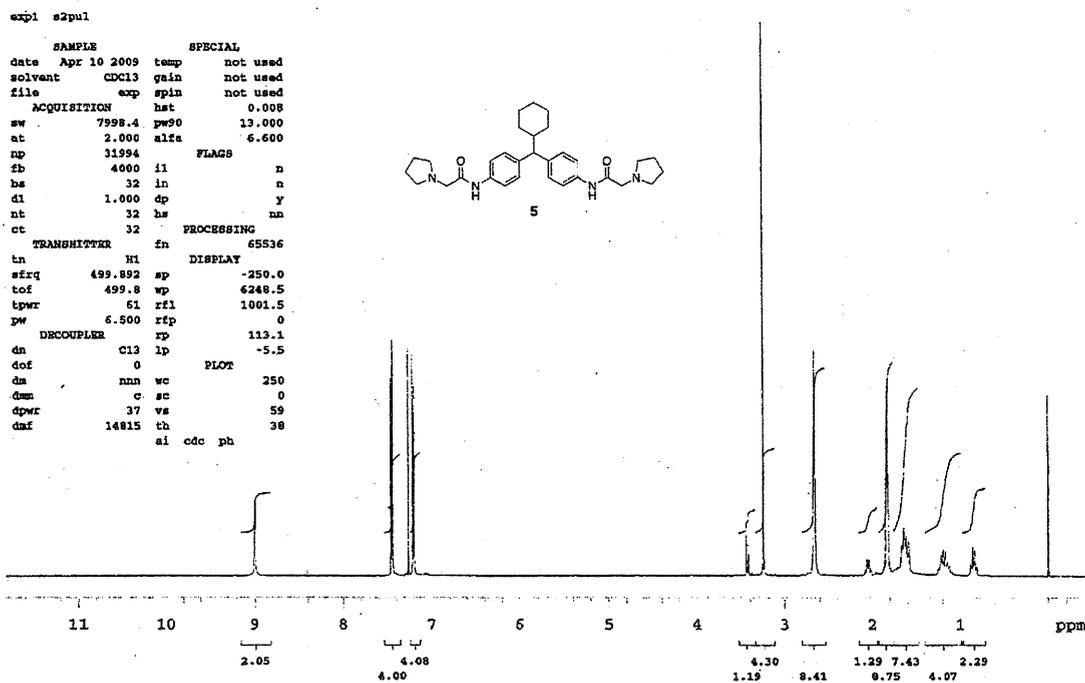
#### *N,N*'-[(Cyclohexylmethylene)di-4,1-phenylene]bis[2-(1-pyrrolidiny)acetamide] (**5**).



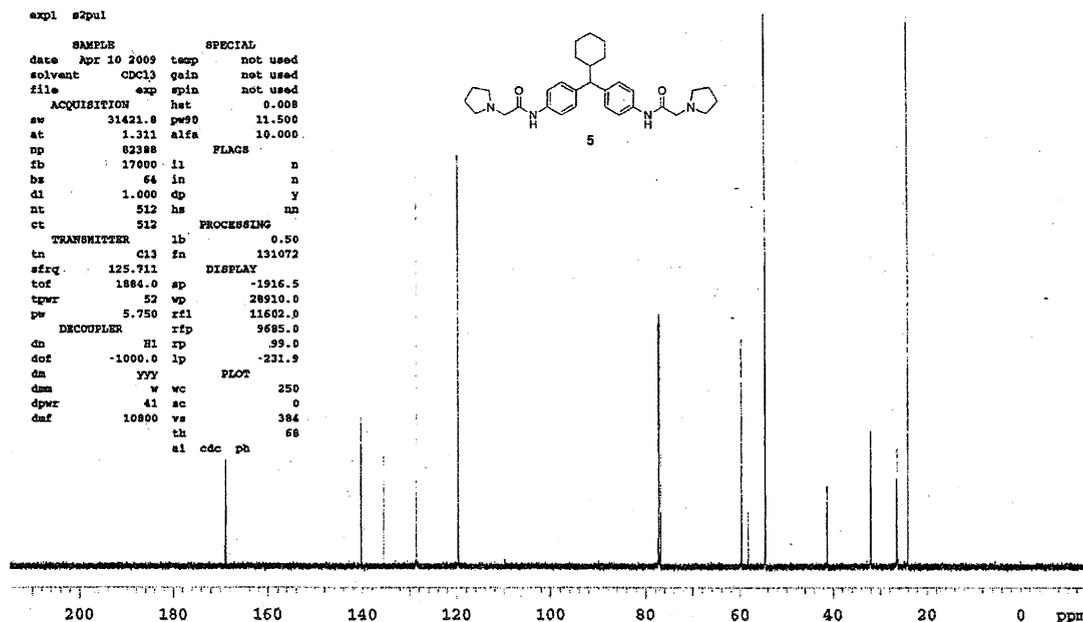
A colourless solid; m.p.: 76–78 °C; TLC (CHCl<sub>3</sub>:MeOH, 90:10 v/v): *R<sub>f</sub>* = 0.5; <sup>1</sup>H-NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 9.00 p.p.m. (s, 2H), 7.45 (d, *J* = 8.5 Hz, 4H), 7.21 (d, *J* = 8.5 Hz, 4H), 3.43 (d, *J* = 11.0 Hz, 1H), 3.25 (s, 4H), 2.66 (br, 8H), 2.04 (tq, *J* = 2.9, 11.0 Hz, 1H), 1.83 (br, 8H), 1.67–1.59 (m, 5H), 1.24–1.09 (m, 3H), 0.88–0.80 (m, 2H); <sup>13</sup>C-NMR (125 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 169.0, 140.3, 135.5, 128.5, 119.7, 59.7, 58.3, 54.5, 41.2, 32.0, 26.5, 26.3, 24.0; IR (ATR): 1,682 cm<sup>-1</sup>; HRMS (*m/z*): [*M*]<sup>+</sup> calcd for C<sub>31</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>, 502.3308; found, 502.3309; analysis [% calcd, % found for C<sub>31</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>·0.5(H<sub>2</sub>O)]: C (72.76, 73.13), H (8.47, 8.37), N (10.95, 10.64).

10. 標準スペクトル

(i)  $^1\text{H}$  NMR of compound 5.



(j)  $^{13}\text{C}$  NMR of compound 5.



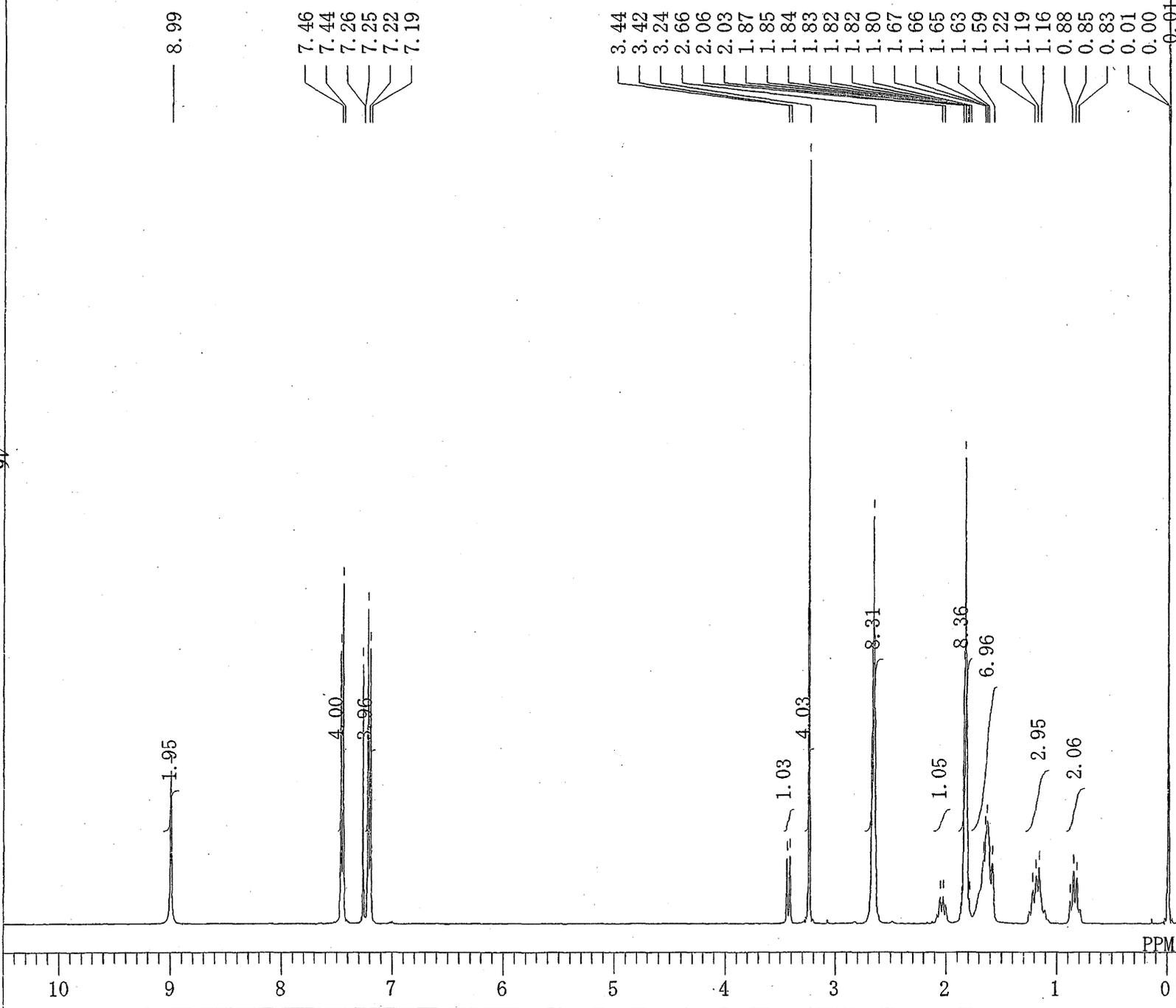
## 11. 機密保持

受注者は業務上及び技術上の機密を第三者に開示しないこととする。

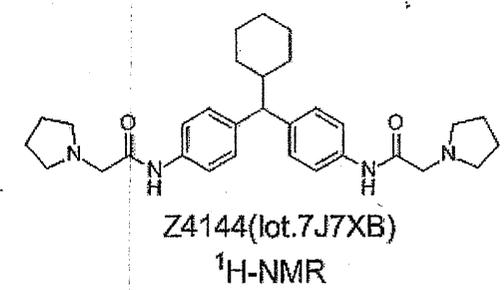
---

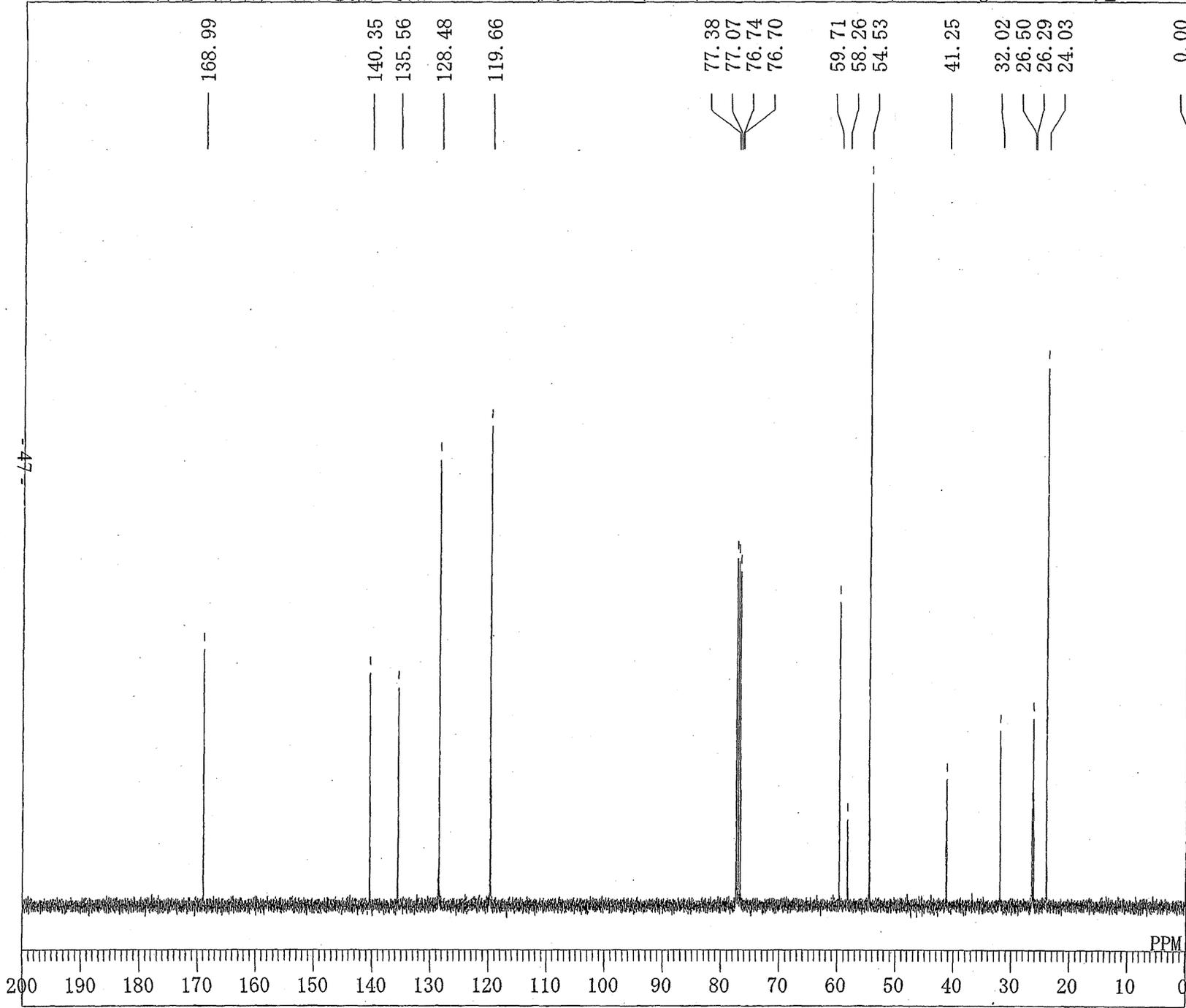
## 12. その他

本仕様書に定めのない事項等についてこれを定める必要がある場合は、発注者・受注者間において協議して定めるものとする。

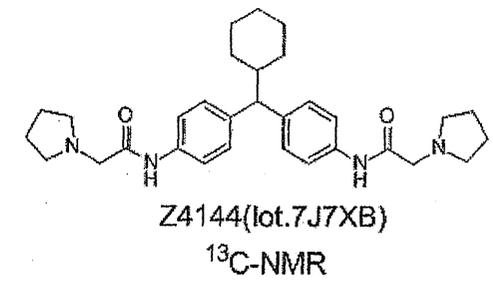


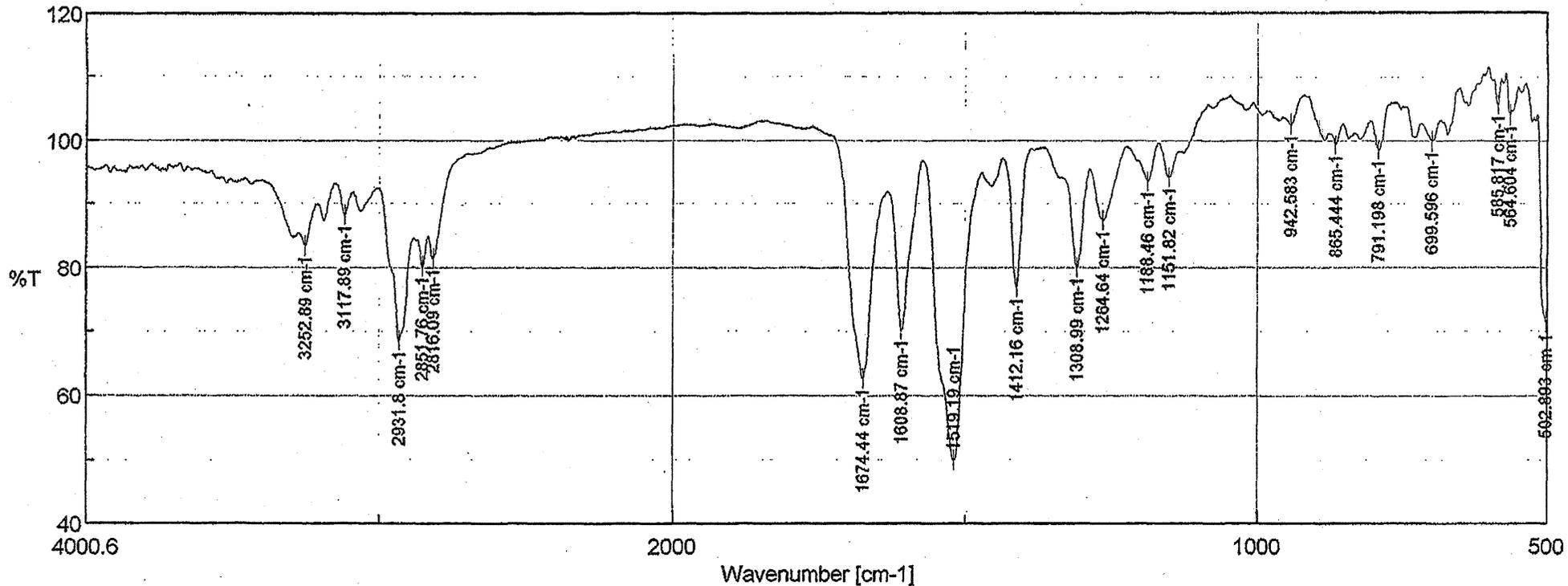
DFILE GI6HK120816 (Z4144-50g-shikenmae)  
 COMNT  
 DATIM 16-08-2012 08:29:40  
 OBNUC 1H  
 EXMOD single\_pulse.ex2  
 OBFRQ 399.78 MHz  
 OBSET 4.19 KHz  
 OBFIN 7.29 Hz  
 POINT 16384  
 FREQU 7503.00 Hz  
 SCANS 8  
 ACQTM 2.1837 sec  
 PD 5.0000 sec  
 PW1 5.28 usec  
 IRNUC 1H  
 CTEMP 20.7 c  
 SLVNT CDCL3  
 EXREF 0.00 ppm  
 BF 0.23 Hz  
 RGAIN 42





DFILE GI6HK120816 (Z4144-50g-shikenmae)  
 COMNT  
 DATIM 16-08-2012 13:11:37  
 OBNUC <sup>13</sup>C  
 EXMOD single\_pulse\_dec  
 OBFRQ 100.53 MHz  
 OBSET 5.35 KHz  
 OBFIN 5.86 Hz  
 POINT 32768  
 FREQU 31407.03 Hz  
 SCANS 256  
 ACQTM 1.0433 sec  
 PD 2.0000 sec  
 PW1 2.83 usec  
 IRNUC <sup>1</sup>H  
 CTEMP 20.8 c  
 SLVNT CDCL3  
 EXREF 0.00 ppm  
 BF 0.23 Hz  
 RGAIN 60





[コメント情報]

試料名  
コメント  
測定者  
所属  
会社

東京化成工業(株)

[データ情報]

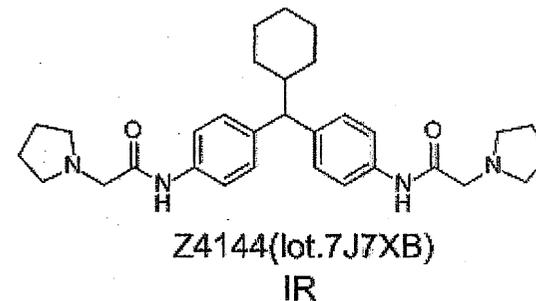
作成日時  
データタイプ  
横軸  
縦軸  
スタート  
エンド  
データ間隔  
データ数

2012/08/16 11:24  
等間隔 データ  
Wavenumber [cm-1]  
%T  
500 cm-1  
4000.6 cm-1  
0.964233 cm-1  
3631

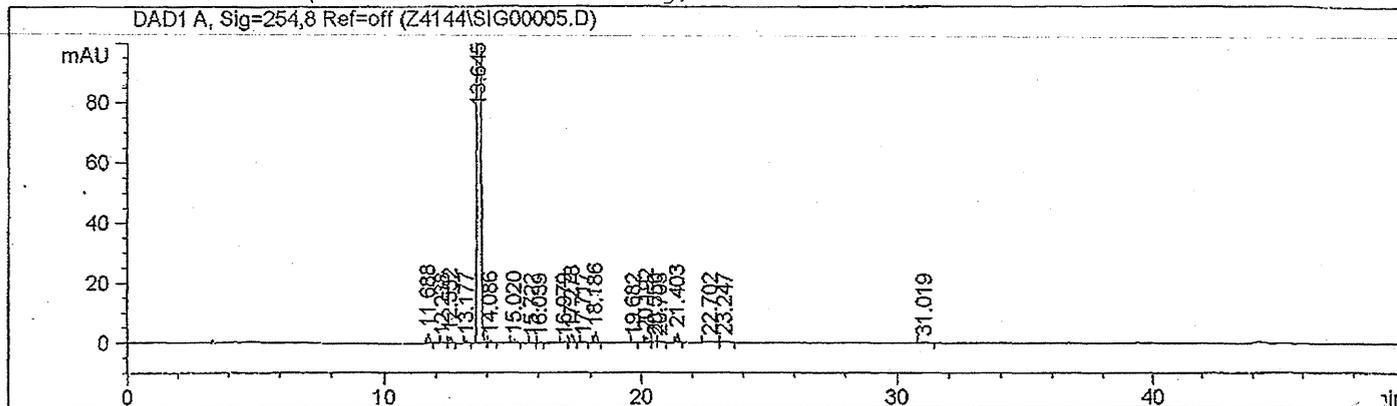
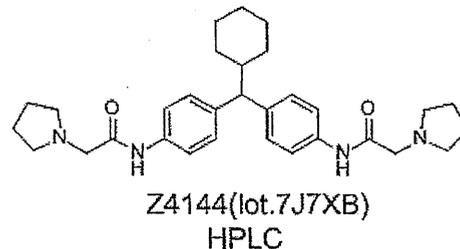
[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA  
シリアル番号 A002261016  
光源 第1光源  
検出器 第1検出器  
積算回数 16  
分解 4 cm-1  
ゼロファイリング On  
アポダイゼーション Cosine  
ゲイン Auto (16)  
アパーチャ Auto (7.1 mm)  
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)  
フィルタ Auto (30000 Hz)

Z4144



=====  
 Injection Date : 8/22/2012 4:19:07 PM  
 Sample Name : 7J7XB  
 Acq. Operator :  
 Acq. Instrument : Instrument 1  
 Acq. Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\Z4144.M  
 Last changed : 8/22/2012 3:36:06 PM  
 (modified after loading)  
 Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\Z4144.M  
 Last changed : 8/23/2012 8:26:51 AM  
 (modified after loading)  
 =====



=====  
 Area Percent Report  
 =====

Sorted By : Signal  
 Multiplier : 1.0000  
 Dilution : 1.0000  
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: DAD1 A, Sig=254,8 Ref=off

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	11.688	BB	0.0918	18.92809	3.25864	0.3438
2	12.238	BB	0.1055	3.02195	4.32838e-1	0.0549
3	12.552	BB	0.0906	11.80827	2.00675	0.2145
4	13.177	PB	0.0938	5.58644	9.07660e-1	0.1015
5	13.645	PV	0.0965	5353.73389	862.08795	97.2317
6	14.086	VP	0.1190	6.34780	7.79258e-1	0.1153
7	15.020	BE	0.1368	7.96996	9.04189e-1	0.1447
8	15.722	BB	0.0964	1.39097	2.24052e-1	0.0253
9	16.039	BP	0.0951	1.87349	3.07620e-1	0.0340
10	16.979	PV	0.1375	2.49096	2.86381e-1	0.0452
11	17.278	VB	0.1033	18.26683	2.75567	0.3318
12	17.717	BB	0.1171	4.03727	5.17267e-1	0.0733
13	18.186	BB	0.1009	23.75036	3.60097	0.4313
14	19.682	PP	0.0968	1.31598	2.16877e-1	0.0239
15	20.192	PP	0.1009	10.26489	1.59808	0.1864
16	20.550	BV	0.1010	1.35367	2.05039e-1	0.0246
17	20.705	VP	0.1197	2.90869	3.61997e-1	0.0528
18	21.403	BB	0.1021	19.77071	3.02969	0.3591
19	22.702	BB	0.2104	3.06009	2.02427e-1	0.0556
20	23.247	BB	0.2111	3.34616	2.13171e-1	0.0608
21	31.019	BB	0.2381	4.93478	2.68915e-1	0.0896

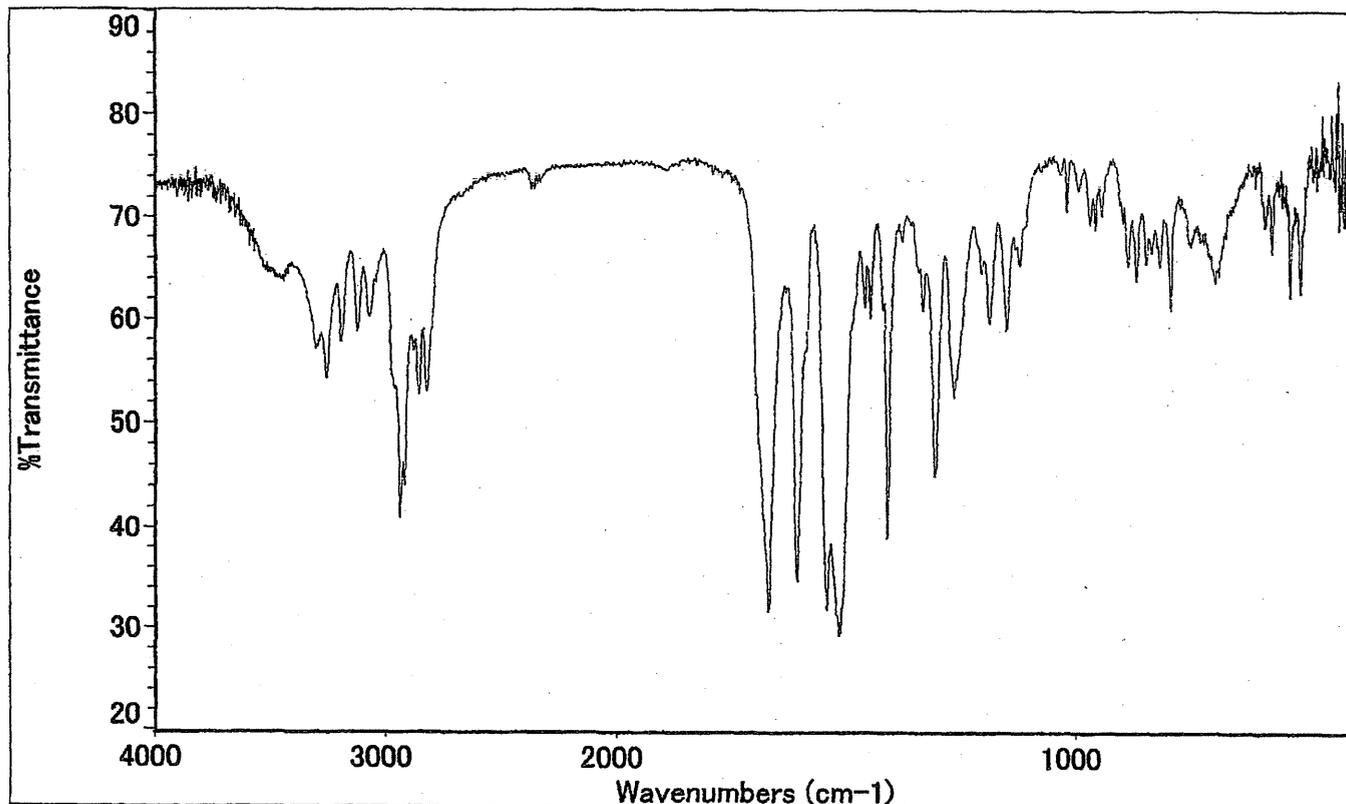
Totals : 5506.16124 884.16544

Results obtained with enhanced integrator!

=====  
 \*\*\* End of Report \*\*\*

P120567\_1回目

測定日時: Mon Sep 24 10:54:00 2012 (GMT+09:00)



Mon Sep 24 10:56:59 2012 (GMT+09:00)

ピーク検出:

スペクトル: P120567\_1回目

領域: 4000.00 ~ 400.00

しきい値: 55.420

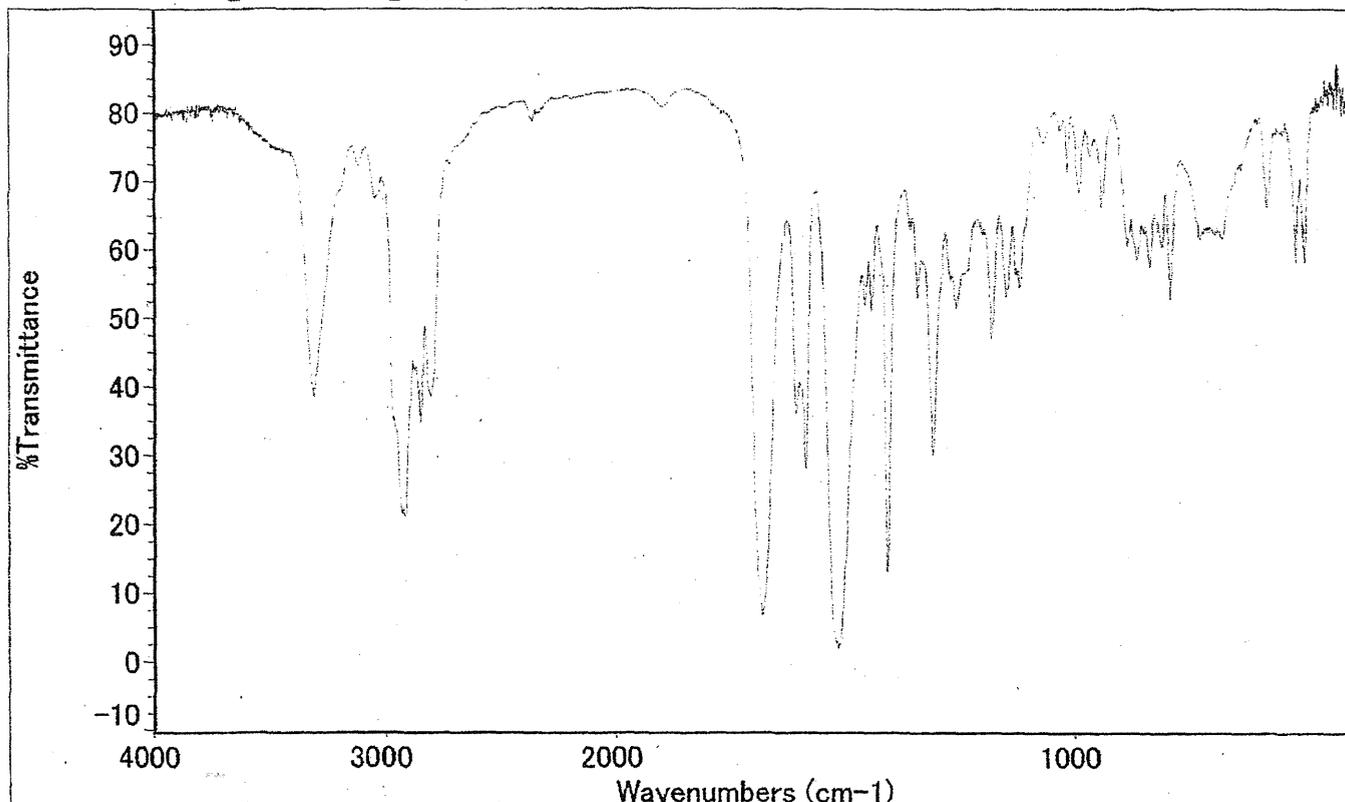
感度: 50

ピークリスト:

位置: 1267.16	強度: 52.297
位置: 1309.95	強度: 44.775
位置: 1413.27	強度: 38.691
位置: 1520.08	強度: 29.112
位置: 1544.61	強度: 31.619
位置: 1608.70	強度: 34.473
位置: 1673.19	強度: 31.488
位置: 2818.18	強度: 52.824
位置: 2854.99	強度: 52.564
位置: 2914.93	強度: 43.810
位置: 2935.95	強度: 40.812
位置: 3250.69	強度: 54.104

<b>測定装置</b>	
Thermo Nicolet AVATAR 360 FT-IR	
<b>FT-IR測定条件</b>	
サンプルスキャン回数: 32	
バックグラウンドスキャン回数: 32	
分解能: 2.000	
サンプルゲイン: 1.0	
ミラー速度: 0.6329	
アパーチャ: 100.00	
検出器: DTGS KBr	
ビームスプリッタ: KBr	
光源: IR	
<b>コメント</b>	
試験番号: P120567	
被験物質: P092	
ロット番号: 7J7XB-FS	
<b>測定方法</b>	
<input checked="" type="checkbox"/> KBr Disk	
日液膜 (日KBr, 日ZnSe)	
日溶液 ( )	
日その他:	
測定日	測定者
2012.9.24	原
確認日	試験責任者

セルワーク: 2012.9.24 原

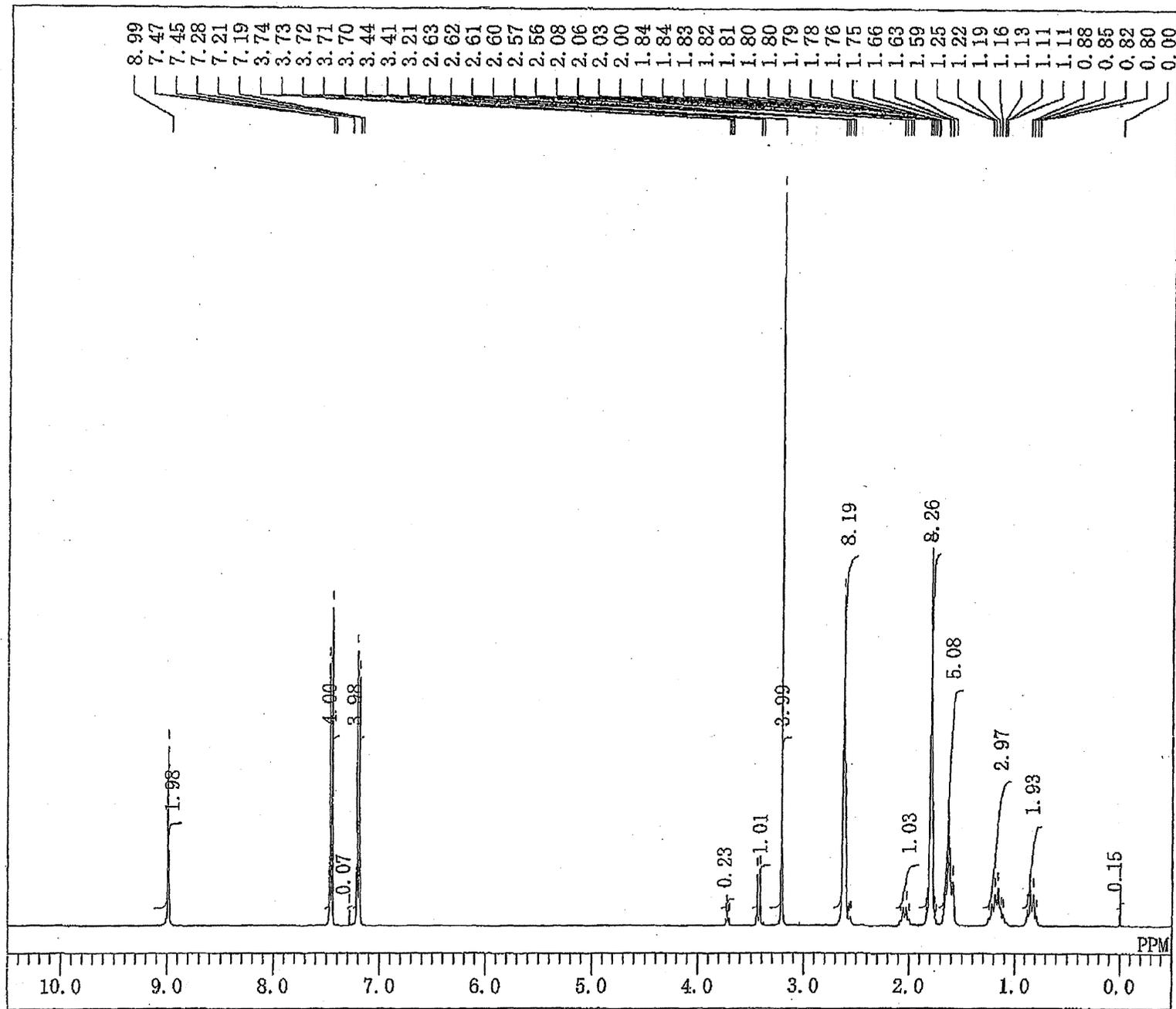


Tue Nov 06 13:38:39 2012 (GMT+09:00)

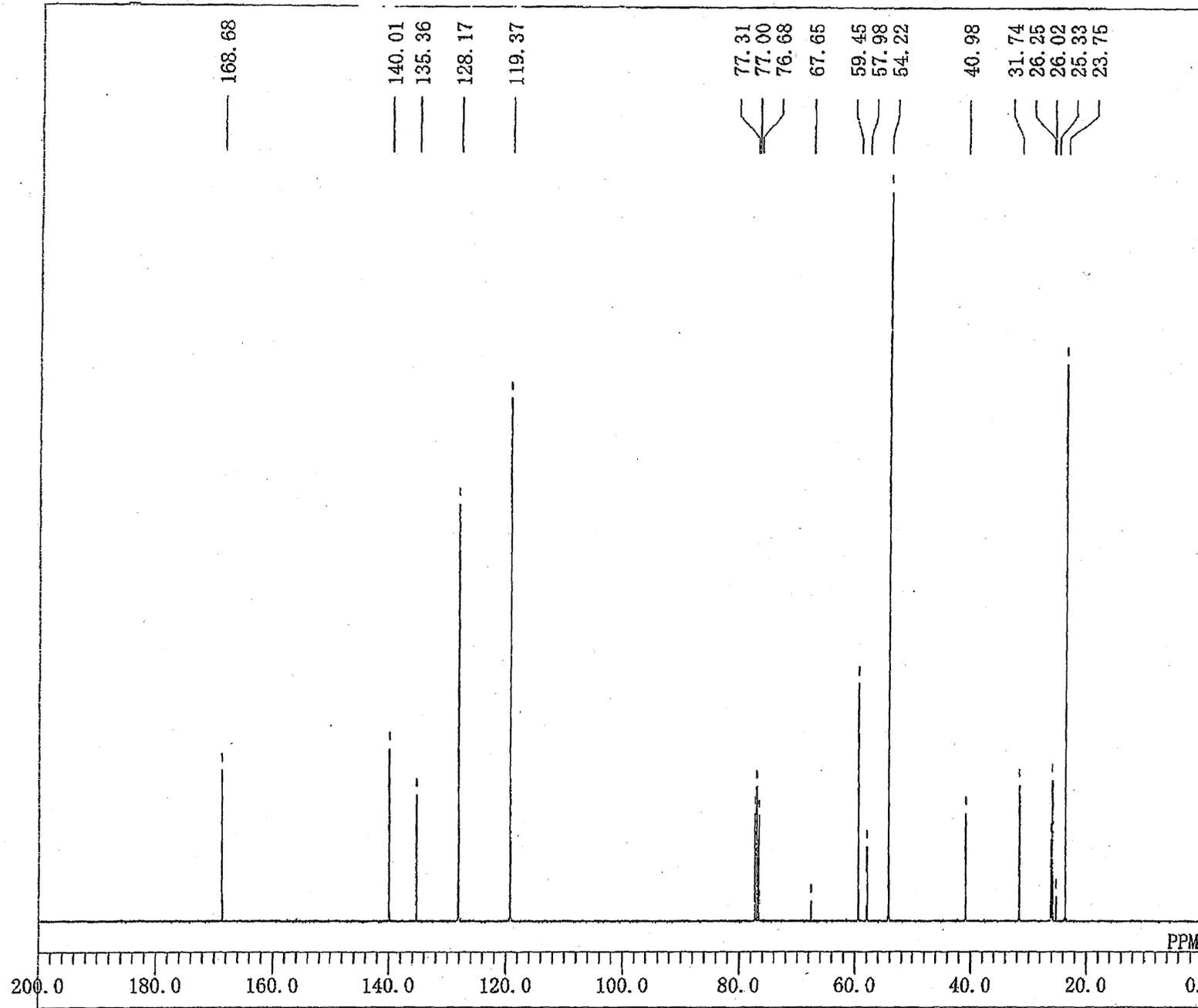
ピーク検出:  
 スペクトル: P120567\_E5Z6KRA\_1回目  
 領域: 4000.00 400.00  
 しきい値: 44.483  
 感度: 50  
 ピークリスト:  
 位置: 1310.92 強度: 29.969  
 位置: 1411.94 強度: 12.805  
 位置: 1519.97 強度: 1.812  
 位置: 1589.63 強度: 27.817  
 位置: 1610.00 強度: 35.868  
 位置: 1682.68 強度: 6.584  
 位置: 2803.27 強度: 38.456  
 位置: 2849.03 強度: 34.657  
 位置: 2915.23 強度: 20.855  
 位置: 3307.00 強度: 38.254

<b>測定装置</b>	
Thermo Nicolet AVATAR 360 FT-IR	
<b>FT-IR測定条件</b>	
サンプルスキャン回数: 32 バックグラウンドスキャン回数: 32 分解能: 2.000 サンプルゲイン: 1.0 ミラー速度: 0.6329 アパーチャ: 100.00	
検出器: DTGS KBr ビームスプリッター: KBr 光源: IR	
<b>コメント</b>	
試験番号: P120567 被験物質: P092 ロット番号: E5Z6KRA	
<b>測定方法</b>	
<input checked="" type="checkbox"/> KBr Disk 日液膜(日KBr, 日ZnSe) 日溶液( ) 日その他: 一	
測定日	測定者
2012.11.6	原
確認日	試験責任者





DFILE  
 COMNT  
 DATIM  
 OBNUC 1H  
 EXMOD single\_pulse.ex2  
 OBFRQ 399.78 MHz  
 OBSET 4.19 KHz  
 OBFIN 7.29 Hz  
 POINT 16384  
 FREQU 7503.00 Hz  
 SCANS 8  
 ACQTM 2.1837 sec  
 PD 5.0000 sec  
 PW1 5.40 usec  
 IRNUC 1H  
 CTEMP 23.1 c  
 SLVNT CDCL3  
 EXREF 0.00 ppm  
 BF 0.12 Hz  
 RGAIN 18



DFILE  
 COMNT  
 DATIM  
 OBNUC 13C  
 EXMOD single\_pulse\_dec  
 OBFRQ 100.53 MHz  
 OBSET 5.35 KHz  
 OBFIN 5.86 Hz  
 POINT 32768  
 FREQU 31407.03 Hz  
 SCANS 256  
 ACQTM 1.0433 sec  
 PD 2.0000 sec  
 PW1 3.00 usec  
 IRNUC 1H  
 CTEMP 22.6 c  
 SLVNT CDCL3  
 EXREF 77.00 ppm  
 BF 0.12 Hz  
 RGAIN 60

