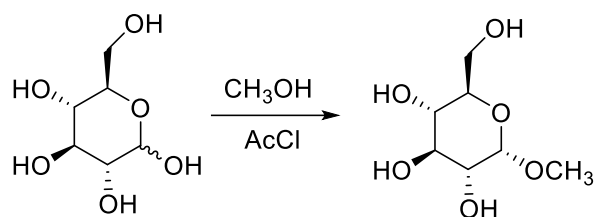


Metil α -D-glukopiranozid



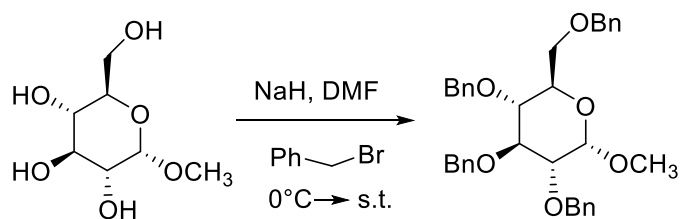
D-glukoza (0,2775 M) 50 g
Metanol 250 mL
Acilhlorid (0,3% HCl iz AcCl) 2 mL

Reakciona smesa (D-glukoze, metanola i acilhlorida) zagrevana je da ključa uz mešanje narednih 72 h, reakcija se prati TLC-om PE/EtOAc 4/6. Po završetku reakcije rastvarač se upari na 1/4 zapremine i ostatku doda kristal metil α -D-glukopiranoze, pri čemu dolazi do kristalizacije. Dobijeno je 40 g (74%) metil α -D-glukopiranoze.

Nasa Modifikacija

European Journal of Medicinal Chemistry, **2010** (45), 4827 (modifikovan eksperiment);
Org. Synth. Coll. Vol. 1, **1941**, 364; *ibid vol. 6*, **1926**, 64
Molecules **2015**, *20*, 2034

Metil2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozid **RM-KO-5**



Metil α -D-glukopiranoza (0,0103 M) 2 g
Natrijum-hidrid (60%) (0,00881 M) 3,52 g
Benzil-bromid (0,0708 M) 12,1 g = 8,41 mL
DMF 75 mL

Rastvoru glukozida u DMF na 0°C doda se uz mešanje natrijum-hidrid u porcijama (NaH se predhodno odmastiti) i mešanje se nastavi još 30 minuta, a zatim se ukapa benzil-bromid i reakciona

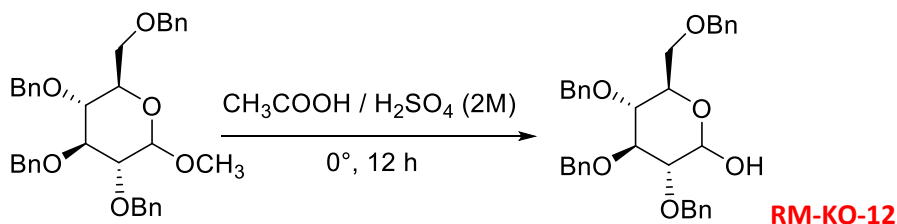
smesa se meša preko noći na sobnoj temperaturi, reakcija se prati HPLC-om PE/EtOAc 8/2. U reakcionu smesu doda se voda i proizvod ekstrahuje etil-acetatom 3 x 30 mL, spojeni organski slojevi se isperu sa zasićenim rastvorom amonijum-hlorida, suše i upare. Ostatak se prečisti dry-flash-om PE/EtOAc 8/2. Dobijeno je 4,3 g (75%) metil 2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozida.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 3.37 (s, 3H), 3.56 (dd, $J = 9.6, 3.6$ Hz, 1H), 3.60 - 3.66 (m, 2H), 3.69 - 3.77 (m, 2H), 3.98 (t, $J = 9.2$ Hz, 1H), 4.47 (d, $J = 11.6$ Hz, 2H), 4.84–4.77 (m, 3H), 4.57 - 4.69 (m, 3H), 4.97 (d, $J = 10.8$ Hz, 1H), 7.10 - 7.16 (m, 2H), 7.24 - 7.36 (m, 18H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 138.95, 138.42, 138.31, 138.08, 128.56, 128.47, 128.25, 128.08, 128.01, 127.96, 127.79, 127.69, 98.51, 82.21, 80.01, 77.83, 75.86, 75.13, 73.61, 73.50, 70.21, 68.66, 55.28

Org. Biomol. Chem., 2015, 13, 5094

Journal of Carbohydrate Chemistry, 2017, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozid **RM-KO-12**



<

Metil 2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozid (0,0077 M) 1,5 g
 Glacijalna sirćetna kiselina 30 mL
 Sumporna kiselina (2M vodeni rastvor) 15 mL

Smesa metil-glukozida, sirćetne kiseline i sumporne kiseline (2M vodeni rastvor) zagreva se na 90°C uz mešanje narednih 12 h, reakcija se prati TLC-om PE/EtOAc 75/25. Reakciona smesa se ohladi i razblaži sa ledenom vodom 35 mL i EtOAc 35 mL, organski deo se ispere dva puta sa vodom, zasićenim rastvorom NaHCO_3 i brajnom suši i upari. Sirovi proizvod se prečišćava dry-flesh-om PE/EtOAc 75/25, dobijeno je 760 mg (52%) 2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozida.

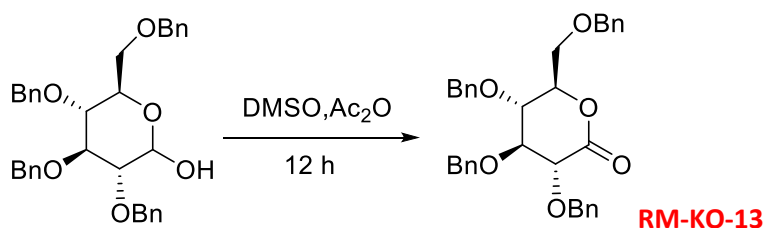
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 2.99 (s, 1H), 3.34 - 3.42 (m, 1H), 3.50 - 3.98 (m, 4H), 3.97 (t, $J = 9.3$ Hz, 1H), 4.00 - 4.06 (m, 1H), 4.44 - 4.63 (m, 3H), 4.67 - 4.76 (m, 1H), 4.77 - 4.86 (m, 2H), 4.92 - 4.97 (m, 1H), 5.22 (d, $J = 3.5$ Hz, 1H), 7.10 - 7.16 (m, 2H), 7.18 - 7.38 (m, 18H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 138.64, 138.16, 137.83, 137.81, 128.50, 128.39, 128.35, 128.15, 128.04,

127.98, 127.95, 127.91, 127.85, 127.78, 127.72, 127.69, 127.68, 127.62, 91.32, 81.72, 79.96, 77.63, 75.66, 74.99, 73.48, 73.27, 70.31, 68.52.

Org. Biomol. Chem., **2015**, *13*, 5094

Journal of Carbohydrate Chemistry, **2017**, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonolakton **RM-KO-13**



2,3,4,6-tetra-O-benzil- α -D-glukopiranozida (0,0014 M) 0,76 g

Acetanhidrid (0,0306 M) 3,13 g = 2,9 mL

DMSO (0,069 M) 5,4 g = 4,9 mL

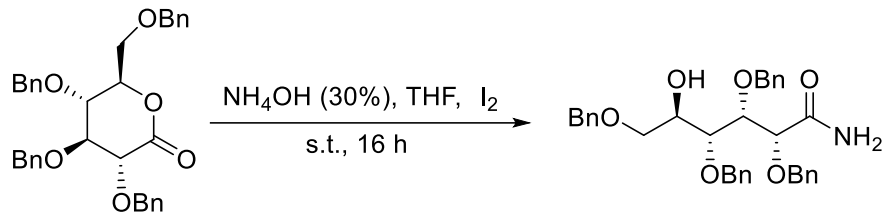
Rastvoru amida u DMSO doda se acetanhidrid i reakciona smesa se meša na sobnoj temperaturi narednih 17 h, reakcija praćena TLC-om PE/EtOAc 75/25. Reakcionoj smesi doda se dietil-etar (100 mL) i vode (30 mL) imešanje se nastavi još 20 minuta. Organski sloj se ispere sa vodom 2 x 30 mL i brajnom, suši i upari. Preostalo viskozno ulje prećisti se dry-flash-om PE/EtOAc 75/25, dobijeno je 0,65 g (86%) glukonolaktona.

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 3.66 (dd, $J = 11.0, 3.3$ Hz, 1H), 3.71 (dd, $J = 11.0, 2.4$ Hz, 1H), 3.88 - 3.98 (m, 2H), 4.12 (d, $J = 6.5$ Hz, 1H), 4.41 - 4.75 (m, 8H), 4.98 (d, $J = 11.4$ Hz, 1H), 7.09 - 7.45 (m, 20H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 169.38, 137.62, 137.55, 137.53, 136.97, 128.52, 128.48, 128.43, 128.15, 128.05, 128.03, 128.01, 127.98, 127.87, 127.86, 80.96, 78.18, 77.42, 76.07, 73.96, 73.76, 73.75, 73.57, 68.27.

Chemical Communications, **2019**, *55*(97), 14657-14660;

Journal of Carbohydrate Chemistry, **2017**, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonamid30 **RM-KO-540**



2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonolakton (0,0093 M) 5 g

Jod (0,0121 M) 3,04 g

THF 21 mL

Amonijum-hidroksid (30%) 99 mL

Vodeni rastvor Na₂S₂O₃ (15%) 15 mL

U rastvor laktone i THF-a doda se amonijum-hidroksid i jod, reakcija se meša na sobnoj temperaturi 16 h i prati TLC-om PE/EtOAc 4/6. U reakcionu smesu doda se 15 mL (15%) vodenog rastvora Na₂S₂O₃ i proizvod ekstrahuje dietil-etrom 3 x 80 mL. Spojeni organski slojevi se isperu sa vodom i brajnom, suše i rastvarač se upari. Proizvod se prečišćava dry-flesh-om PE/EtOAc 4/6, dobijeno 4,8 g (92%) 2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonamid koji kristališe.

¹H NMR (400 MHz, DMSO) δ 3.53 (dd, *J* = 9,9, 5,5 Hz, 1H), 3.66 (dd, *J* = 10.0, 3.3 Hz, 1H), 3.70 (dd, *J* = 6.8, 4.2 Hz, 1H), 4.06 - 4.11 (m, 2H), 4.45 - 4.53 (m, 4H), 4.61 - 4.74 (m, 4H), 5.07 (d, *J* = 5.5 Hz, 1H), 7.19 - 7.22 (m, 2H), 7.24 - 7.42 (m, 18H), 7.10 - 7.16 (m, 2H), 7.24 - 7.36 (m, 18H); ¹³C NMR (100 MHz, DMSO) δ 172.55, 138.90, 138.87, 138.47, 137.85, 128.19, 128.16, 128.04, 128.03, 127.98, 127.80, 127.62, 127.35, 127.27, 127.21, 91.79, 80.36, 79.67, 73.56, 72.39, 71.72, 69.87.

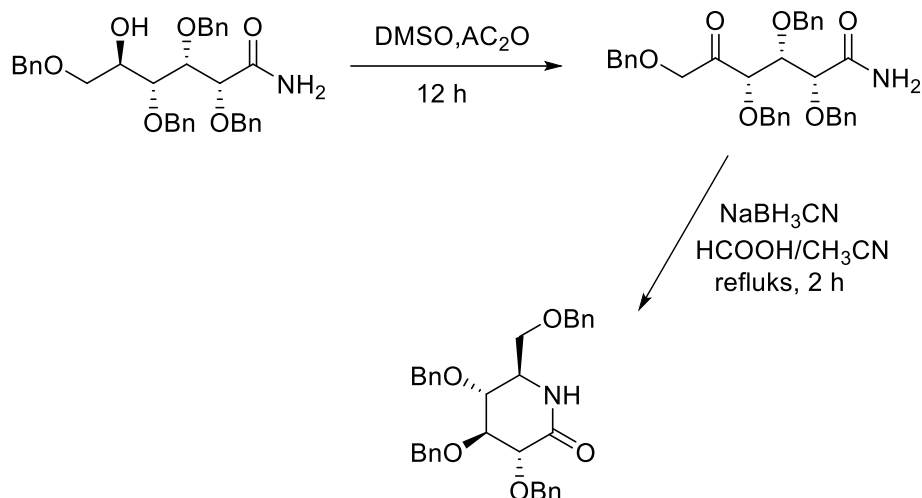
¹H NMR (400 MHz, CDCl₃) δ 2.83 (d, *J* = 4.1 Hz, 1H), 3.57 (dd, *J* = 9.8, 5.3 Hz, 1H), 3.64 (dd, *J* = 9.8, 3.0 Hz, 1H), 3.83 - 3.96 (m, 2H), 4.06 (dd, *J* = 5.5, 3.3 Hz, 1H), 4.23 (d, *J* = 3.3 Hz, 1H), 4.46 - 4.73 (m, 8H), 5.62 (s, 1H), 6.59 (s, 1H), 7.20 - 7.35 (m, 20H), 7; ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃) δ 174.05, 138.31, 138.19, 137.88, 136.89, 128.76, 128.53, 128.49, 128.47, 128.46, 128.39, 128.15, 128.00, 127.98, 127.85, 127.81, 80.72, 79.80, 79.78, 77.78, 76.38, 74.30, 73.89, 73.54, 71.44, 71.20.

Nasa Modifikacija

Angew. Chem. Int. Ed. **2010**, *49*, 5753–5756

Journal of Carbohydrate Chemistry, **2017**, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonolaktam RM-KO-8



2,3,4,6,-tetra-O-benzil-5-dehidro-5-okso-D-glukonamid

2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonamid (0,002 M) 1,1 g

Acetanhidrid (0,0455) 4,64 g = 4,3 mL

DMSO (0,0910 M) 8 g = 7,3 mL

Voda 27 mL

U atmosferi argona, rastvoru amida u DMSO-u doda se acetanhidrid i reakciona smesa meša preko noći na sobnoj temperaturi, reakcija se prati TLC-om PE/EtOAc 1/1. Smesa se ohladi na 0°C i doda 27 mL vode i nastavi se sa mešanjem u narednih 20 minuta. Reakciona smesa se ekstrahuje dietil-etrom 3 x 40 mL, spojeni organski slojevi se isperu sa vodom i brajnom, suše (MgSO₄) i etar upari. Sirovi proizvod dobijen je u obliku viskoznoeg ulja (1,15 g) i korišćen je u sledećoj reakciji bez prečišćavanja.

2,3,4,6-tetra-O-benzil-5-dehidro-5-okso-D-glukonamid (sirov) (0,002 M) 1,15 g

Acetonitril 34 mL

Natrijum-cijanoborhidrid (0,0053 M) 0,33 g

Mravlja kiselina (100%) 6,2 mL

Hlorovodonična kiselina (0,1 M) 50 mL

Rastvoru keto-amida i NaCNBH₃ u acetonitrilu, pod argonom, doda se mravlja kiselina i reakciona smesa se meša i zagreva da refluktuje naredna 3 h, reakcija se prati TLC-om PA/EtOAc 1/1. Smesa se ohladi na 0°C i doda se 50 mL 0,1 M HCl, a zatim se izlije u smesu EtOAc (100 mL) i zasićenog rastvora (100 mL) NaHCO₃ uz mešanje. Vodeni sloj se ekstrahuje EtOAc 3 x 30 mL, kombinovani organski slojevi se suše i upare. Proizvod se prečišćava dry-flash-om PE/EtOAc 1/1 i 4/6, dobijeno je 0,5 g (45%, dve faze) glukonamida koji kristališe.

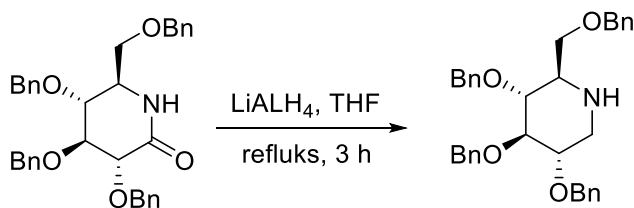
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 3.26 (td, $J = 8, 1,5$ Hz, 1H), 3.35 - 3.63 (m, 3H), 3.90 (t, $J = 8, 4$ Hz, 1H), 4.00 (d, $J = 8$ Hz, 1H), 4.40 - 4.53 (m, 3H), 4.74 (dd, $J = 21.7, 11.2$ Hz, 2H), 4.84 (dd, $J = 11.2$ Hz, 2H), 5.17 (d, $J = 11.2$ Hz, 1H), 5.98 (s, 1H), 7.16 - 7.21 (m, 2H), 7.24 - 7.38 (m, 16 H), 7.39 - 7.45 (m, 2H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 172.70, 138.26, 138.08, 137.81, 137.51, 128.78, 128.70, 128.64, 128.60, 128.36, 128.24, 128.11, 128.03, 82.56, 79.01, 77.36, 75.95, 74.84, 73.57, 70.26, 54.02.

Angew. Chem. Int. Ed. **2010**, *49*, 5753–5756

Journal of Carbohydrate Chemistry, **2017**, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6-tetra-O-benzil-1,5-imino-D-glucitol **RM-KO-10**

(2,3,4,6-Tetra-O-benzyl-1-deoxynojirimycin),



2,3,4,6-tetra-O-benzil-D-glukonolaktam (0,0020 M) 1,06 g

Litijum-aluminijumhidrid (0,0059) 0,225 g

THF 28 mL

U suspenziju LiAlH_4 i THF (12 mL) ukapa se rastvor laktama i THF (16 mL) i reakciona smesa se zagreva da ključa uz mešanje narednih 3 h, reakcija se prati TLC-om PE/EtOAc 1/1. Smesa se ohladi i doda se voda i Et_2O , vodeni sloj se ekstrahuje etrom i spojeni organski delovi isperu brajnom, suše i upare. Sirovi proizvod prečišćen dry-flash-om PE/EtOAc 1/1 1/2, dobijeno je 730 mg (71%).

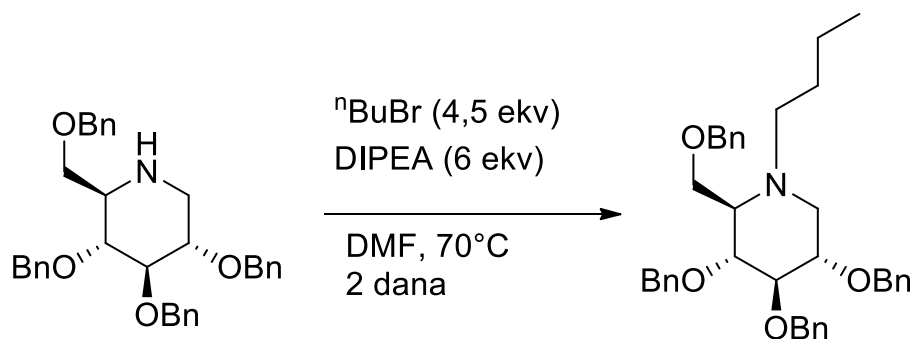
^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 2.49 (dd, $J = 12.3, 10.2$ Hz, 1H), 2.71 (ddd, $J = 9.8, 5.9, 2.6$ Hz, 1H), 3.24 (dd, $J = 12.3, 4.9$ Hz, 1H), 3.4 (dd, $J = 9.8, 8.6$ Hz, 1H), 3.45 - 3.75 (m, 3H), 3.66 (dd, $J = 9.0, 2.6$ Hz, 1H), 4.40 - 4.49 (m, 3H), 4.66 (dd, $J = 16.0, 11.5$ Hz, 2H), 4.84 (t, $J = 10.2$ Hz,

2H), 4.97 (d, $J = 10.9$, Hz, 1H), 7.18 - 7.20 (m, 2H), 7.25 - 7.35 (m, 18H); ^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 139.19, 138.77, 138.67, 138.24, 128.66, 128.63, 128.36, 128.27, 128.20, 128.11, 128.03, 127.92, 127.77, 127.66, 87.61, 80.94, 80.38, 75.92, 75.43, 73.65, 73.03, 70.57, 60.01, 48.41.

Angew. Chem. Int. Ed. **2010**, *49*, 5753–5756

Journal of Carbohydrate Chemistry, **2017**, 445-454 (DOI: 10.1080/07328303.2017.1330415);

2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- butil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol RM-RSP-48



RM-RSP-48

99,5mg (0,19mmol) 2,3,4,6- tetra- O- benzil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol

93 μL (117,9mg; 0,86mmol; 4,5 ekv) n- brombutan

0,2mL (148,4mg; 1,15mmol; 6 ekv) DIPEA

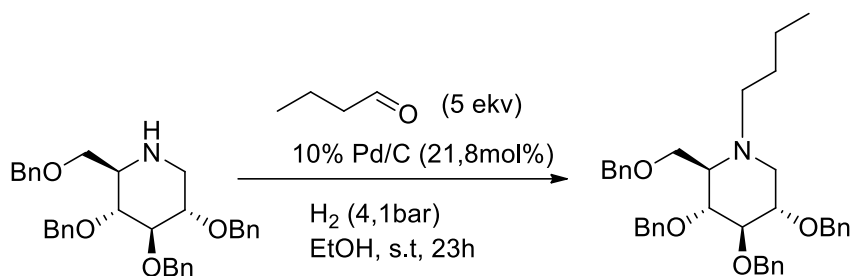
1mL DMF

U rastvor supstrata u DMF-u su dodani 62 μL n- brombutana i DIPEA i smeša je, uz praćenje TLC-om (PE/ EtOAc 1/1), mešana preko noći na 70°C; nakon 28h, u smešu je dodan još 31 μL n- brombutana i reakcija je nastavljena još 16h. Reakciona smeša je potom razblažena sa 60mL Et_2O i isprana 4 puta sa po 15mL vode, a zatim i brajnom. Etarski rastvor je osušen nad anh. MgSO_4 i koncentrovan pod vakuumom, a sirov proizvod je prečišćen *dry- flash* hromatografijom (PE/ EtOAc 8/2); dobijeno je 75,7mg (69%) proizvoda, u obliku bele kristalne supstance.

^1H NMR(400MHz, CDCl_3): δ 7.39 – 7.21 (m, 18H), 7.16 – 7.10 (m, 2H), 4.95 (d, $J = 11.1$ Hz, 1H), 4.84 (dd, $J = 25.7, 11.0$ Hz, 2H), 4.71 – 4.62 (m, 2H), 4.51 – 4.38 (m, 3H), 3.70 – 3.50 (m, 4H), 3.45 (t, $J = 9.1$ Hz, 1H), 3.09 (dd, $J = 11.2, 4.8$ Hz, 1H), 2.73 – 2.50 (m, 2H), 2.33 – 2.15 (m, 2H), 1.46 – 1.10 (m, 4H), 0.86 (t, $J = 7.3$ Hz, 3H).

^{13}C NMR(100MHz, CDCl_3): δ 139.07, 138.62, 137.83, 128.39, 128.33, 128.32, 128.27, 128.26, 127.82, 127.78, 127.57, 127.46, 127.36, 87.39, 78.64, 78.59, 75.24, 75.12, 73.43, 72.70, 65.38, 63.78, 54.47, 52.09, 25.76, 20.64, 13.96

2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- butil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol RM-RSP-29



:

70,0mg (0,13mmol) 2,3,4,6- tetra- O- benzil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol

48,3mg (60,25 μ L; 0,67mmol; 5 ekv) butanal

31,0mg (0,03mmol; 21,8mol%) 10% Pd/C

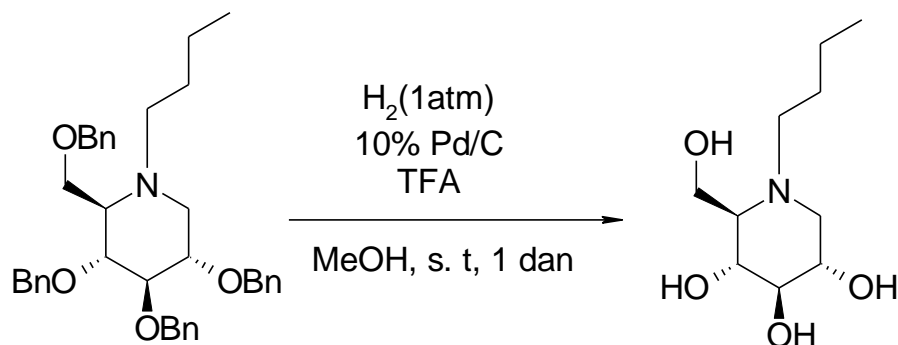
3,8mL EtOH

U viali sa magnetom je napravljen rastvor supstrata i butanala u apsolutnom EtOH i dodat mu je Pd/C; viala je stavljena u Parovu bocu, atmosfera u njoj izmenjena argonom, i povezana je na aparaturu za hidrogenizaciju pod pritiskom. Reakciona smeša se meša na s.t. pod 4,1bar vodonika, uz praćenje TLC-om (PE/ EtOAc 1/1); nakon 23h, sav supstrat je izreagovao. Reakciona smeša je proceđena na Hiršovom levku (kvantitativni filter- papir), i zaostali Pd/C je ispran metilenhloridom. Filtrat je koncentrovan, a sirov proizvod prečišćen vakuum- hromatografijom (PE/ EtOAc 8/2); dobijeno je 55,9mg proizvoda (72%), u obliku bezbojnih kristala.

¹H NMR(400MHz, CDCl₃): δ 7.39 – 7.21 (m, 18H), 7.16 – 7.10 (m, 2H), 4.95 (d, J = 11.1 Hz, 1H), 4.84 (dd, J = 25.7, 11.0 Hz, 2H), 4.71 – 4.62 (m, 2H), 4.51 – 4.38 (m, 3H), 3.70 – 3.50 (m, 4H), 3.45 (t, J = 9.1 Hz, 1H), 3.09 (dd, J = 11.2, 4.8 Hz, 1H), 2.73 – 2.50 (m, 2H), 2.33 – 2.15 (m, 2H), 1.46 – 1.10 (m, 4H), 0.86 (t, J = 7.3 Hz, 3H).

¹³C NMR(100MHz, CDCl₃): δ 139.07, 138.62, 137.83, 128.39, 128.33, 128.32, 128.27, 128.26, 127.82, 127.78, 127.57, 127.46, 127.36, 87.39, 78.64, 78.59, 75.24, 75.12, 73.43, 72.70, 65.38, 63.78, 54.47, 52.09, 25.76, 20.64, 13.96

N- butil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol RM-RSP-34 A



125,6 mg (0,22mmol) 2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- butil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol

D-

44μL (0,57mmol; 2,65 ekv) trifluorsirćetna kiselina / TFA

216,8mg (0,20mmol; 94mol%) 10% Pd/ C

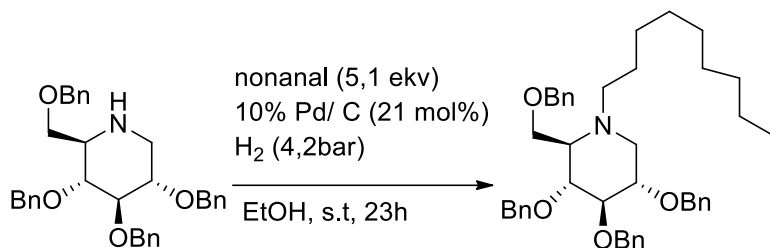
3,3mL MeOH

Smješa supstrata, TFA i 10% Pd/C u metanolu je dezaerisana provođenjem struje argona; zatim je kroz septum balona proboden uvodnik povezan na gumeni balon sa vodonikom, i atmosfera u sudu je izmijenjena vodonikom. Nakon toga, reakciona smješa je miješana u atmosferi vodonika na sobnoj temperaturi, uz praćenje TLC- om (EtOAc/ MeOH 7/3+ 3%NH₄OH). Nakon 25,5h, reakciona smješa je razblažena sa 6mL metanola i procijeđena na Hiršovom lijevku, uz ispiranje sa 55mL metanola. Zaostali Pd/ C je prebačen u čašu sa 35mL metanola i miješan 20min pomoću magneta, a suspenzija je potom procijeđena na Hiršovom lijevku, uz ispiranje sa još malo metanola. Metanolni filtrati su spojeni i upareni, a sirov proizvod je prečišćen gravitacionom hromatografijom (EtOAc/ MeOH 7/3+ 3%NH₄OH); dobijena su 39,2mg (82%) proizvoda, u obliku bezbojne kristalne supstance.

¹H (400 MHz, D₂O): δ 4.00 (qd, *J* = 12.9, 2.6 Hz, 2H), 3.68 (ddd, *J* = 10.8, 9.3, 4.9 Hz, 1H), 3.52 (t, *J* = 9.5 Hz, 1H), 3.39 (t, *J* = 9.2 Hz, 1H), 3.20 (dd, *J* = 11.6, 5.0 Hz, 1H), 2.93 (dt, *J* = 16.6, 6.9 Hz, 1H), 2.78 (td, *J* = 13.6, 11.8, 5.8 Hz, 1H), 2.49 (t, *J* = 11.9 Hz, 2H), 1.60 (tdt, *J* = 17.6, 12.1, 6.1 Hz, 2H), 1.40 (h, *J* = 7.3 Hz, 2H), 1.01 (t, *J* = 7.4 Hz, 3H).

¹³C NMR (101 MHz, D₂O) δ 77.98, 69.67, 68.45, 65.05, 54.88, 51.84, 24.93, 19.96, 13.06

2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- nonil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol RM-RSP-51



RM-RSP-51

70,0mg (0,13mmol) 2,3,4,6- tetra- O- benzil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol

108,7mg (0,69mmol; 5,14 ekv) nonanal (90% čistoće)

29,9mg (0,03mmol; 21mol%) 10% Pd/C

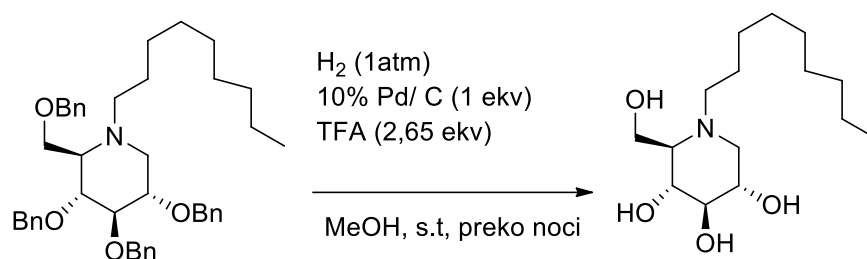
3,8mL EtOH

U viali sa magnetom je napravljen rastvor supstrata i nonanala u apsolutnom EtOH i dodat mu je Pd/C; viala je stavljena u Parovu bocu, atmosfera je izmenjena argonom, i boca je povezana na aparaturu za hidrogenizaciju pod pritiskom. Smeša je mešana preko noći na s. t, pod 4,2bar vodonika. TLC (PE/EtOAc 4/6) nakon 23h pokazuje da je sav supstrat izreagovao; smeša je razblažena metilen- hloridom i procedena na Hiršovom levku (kvantitativni filter- papir), zaostali Pd/C je ispran metilen- hloridom, i filtrat je koncentrovan pod vakuumom; sirov proizvod je prvo grubo prečišćen *dry- flash* hromatografijom (PE/ EtOAc 8/2), a zatim gravitacionom hromatografijom (PE/ EtOAc 85/15), nakon čega je dobijeno 60,4mg (70%) proizvoda u obliku čvrste bele supstance.

¹H NMR(400MHz, CDCl₃): δ 7.37 – 7.22 (m, 20H), 7.16 – 7.11 (m, 2H), 4.95 (d, *J* = 11.1 Hz, 1H), 4.84 (dd, *J* = 26.3, 11.0 Hz, 2H), 4.71 – 4.61 (m, 2H), 4.51 – 4.39 (m, 3H), 3.71 – 3.51 (m, 4H), 3.45 (t, *J* = 9.1 Hz, 1H), 3.10 (dd, *J* = 11.1, 4.9 Hz, 1H), 2.71 – 2.52 (m, 2H), 2.36 – 2.28 (m, 2H), 2.23 (t, *J* = 10.8 Hz, 1H), 1.63 (p, *J* = 7.5 Hz, 1H), 1.47 – 1.06 (m, 20H), 0.93 – 0.84 (m, 5H)

¹³C NMR(100MHz, CDCl₃): δ 139.04, 138.58, 138.56, 137.81, 128.40, 128.33, 128.32, 128.28, 128.26, 127.83, 127.80, 127.79, 127.58, 127.47, 127.38, 87.37, 78.60, 78.55, 75.26, 75.14, 73.42, 72.70, 65.27, 63.67, 54.44, 52.38, 31.87, 29.56, 29.50, 29.23, 27.47, 23.49, 22.66, 14.10

N- nonil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol RM-RSP-63



A) Napravljen je rastvor 39,9mg 2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- nonil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitola (0,06mmol) u 0,86mL MeOH i dezaerisan je barbotiranjem argona; rastvoru je zatim dodato 66,2mg 10% Pd/ C (0,06mmol, 1 ekv) i 12,5 μ L TFA (0,16mmol, 2,67 ekv), pa je na kroz septum probodena igla povezana sa gumenim balonom napunjenim vodonikom; reakciona smeša se meša u atmosferi vodonika 12,5h, nakon čega TLC (EtOAc/ MeOH 7/ 3 + 3% NH₄OH) pokazuje da je reakcija završena. Smeša je procedena na Hiršovom levku (kvantitativni filter- papir) i zaostali Pd/ C je ispran metanolom (70mL), a filtrat koncentrovan pod vakuumom.

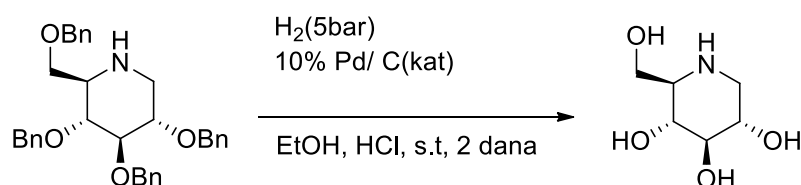
B) Napravljen je rastvor 47,3mg 2,3,4,6- tetra- O- benzil- N- nonil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitola (0,07mmol) u 1mL MeOH i dezaerisan barbotiranjem argona; dodano mu je 77,6mg 10% Pd/ C (0,07mol, 1 ekv) i 14,75 μ L TFA (0,19mmol, 2,7 ekv) i reakcija je izvedena i obrađena na identičan način.

Spojeni sirovi proizvodi (44mg) su prečišćeni gravitacionom hromatografijom (EtOAc/ MeOH 7/ 3+ 3% NH₄OH), nakon čega je dobijeno 27,3mg proizvoda (70%) u obliku bezbojne čvrste supstance.

¹H NMR(400MHz, CDCl₃): δ 0.88(t, J = 6.3 Hz, 1H), 1.20 -1.37 (m, 12H), 2.37-2.51 (m, 2H), 2.70 – 2.83 (m, 1H), 2.91 – 3.02 (m, 1H), 3.13 (dd, J = 11.5, 4.9 Hz, 1H), 3.19 (t, J = 9.1 Hz, 4H), 3.28 – 3.29 (m, 1H), 3.42 (t, J = 9.4 Hz, 1H), 3.53 (ddd, J = 10.9, 9.1, 4.9 Hz, 1H), 3.88 (qd, J = 12.1, 2.7 Hz, 2H).

¹³C NMR(100MHz, CDCl₃): δ 78.2, 69.5, 66.0, 56.5, 55.2, 52.5, 31.6, 29.2, 29.1, 29.0, 28,9, 26.8, 23.5, 22.3, 13.0

1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol **RM-RSP-64**



2,3,4,6- tetra- O- benzil- 1,5- dideoksi- 1,5- imino- D- glucitol: 60mg(0,11mmol)

10% Pd/ C: katalitička količina

EtOH: 3,6mL

U viali sa magnetom je napravljen rastvor supstrata u EtOH (zakišeljnom pomoću 1,5M HCl do pH~3) i dezaerisan je provođenjem struje argona, pa je dodata mala količina 10%Pd/ C. Viala je stavljena u Parovu bocu u kojoj je atmosfera izmenjena argonom i boca je povezana sa aparaturom za hidrogenizaciju pod pritiskom. Smeša se meša dva dana na sobnoj temperaturi pod 5bar vodonika, uz praćenje TLC- om(EtOAc/MeOH 7/3+ 3%NH₄OH). Po završetku reakcije, smeša je razblažena metanolom i proceđena kroz kvantitativni filter- papir. Filtrat je uparen, a sirov proizvod prečišćen gravitacionom hromatografijom (EtOAc/ MeOH 1/1+ 3%NH₄OH), nakon čega je dobijeno 15,1mg (81%) proizvoda u obliku čvrste bezbojne supstance.

¹H NMR(400MHz, CDCl₃): δ 2.27-2.37 (m, 1H), 2.38 – 2.46 (m, 1H), 2.99 (dd, *J* = 12.3, 5.2 Hz, 1H), 3.06 -3.14 (m, 1H), 3.15 – 3.22 (m, 1H), 3.36 (ddd, *J* = 10.7, 9.0, 5.1 Hz, 1H), 3.50 (dd, *J* = 11.7 Hz, 1H), 3.70 (dd, *J* = 11.7, 3.0 Hz, 1H).

¹³C NMR(100MHz, CDCl₃): δ 78.3, 71.4, 70.8, 61.3, 60.4, 48.6.