

Paul Breitner et. al.

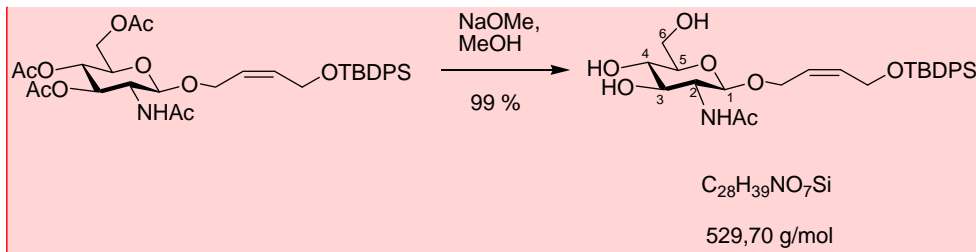
29.02.2001

(X. Korrektur)

Versuchsnr. 1.2.3.4

Darstellung von [(Z)-4-(tert-Butyldiphenylsiloxy)-but-2-en-1-yl]-2-acetamido-2-desoxy-β-D-glucopyranosid

1. Reaktionsgleichung:



Kommentar [jf1]: Gruppenmitglieder benennen. Protokollautor unterstreichen

Kommentar [jf2]: Datum der Erstellung des aktuellen (!!!) Protokolls

Kommentar [JF3]: Wenn nötig angeben

Kommentar [jf4]: Angaben wie Lösungsmittel, Säuren/Basen, andere für die Reaktion eingesetzte Stoffe nicht vergessen!
Die prozentuale Ausbeute unterhalb des Reaktionpfeils, sowie die Molekulargewicht des Produkts gehören auch hier rein.

Kommentar [jf5]: Für Reaktionsgleichungen, Apparaturen und Reaktionsmechanismen Programme benutzen, wie
- ChemDraw (CambridgeSoft)
- ChemSketch (ACDLabs)
- Isis-Draw (Reaxys)

Kommentar [jf6]: Wieder zeichnen, da möglicherweise Änderungen zum Vorprotokoll.

2. Versuchsapparatur(en):

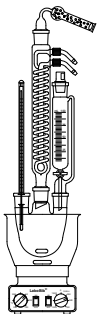


Abbildung 1:

Dreihalskolben mit
Rückflusskühler und
Tropftrichter

Kommentar [jf7]: Beschriftung der Abbildung

3. Versuchsdurchführung⁽¹⁾:

Im 100 mL-Dreihalskolben wurden 2,5 g (3,8 mmol) [(Z)-4-(tert-Butyldiphenylsiloxy)-but-2-en-1-yl]-2-acetamido-3,4,6-tri-O-acetyl-2-desoxy-β-D-glucopyranosid in 20 mL absolutiertem Methanol gelöst und 2,3 mL (12,3 mmol) einer 5,4 M-methanolischen Lösung von Natriummethanolat zugetropft (siehe Abbildung 1). Die Reaktion war bereits nach 5 min beendet.

Zur Aufarbeitung wurde die Lösung mit 20 mL absolutiertem Methanol verdünnt und mit 2 g saurem Ionentauscher Dowex 50W X8 neutralisiert. Nach dem Abfiltrieren wurde das Lösungsmittel ab Rotationsverdampfer abdestilliert und im Ölpumpenvakuum getrocknet. Es wurde ein gelber Feststoff erhalten.

Kommentar [jf8]: Literaturquellen angeben

Kommentar [jf9]: Durchführung als Erzählung der Tätigkeit, also in der Vergangenheit!!!

Kommentar [jf10]: Kommas verwenden für Zahlen (deutsche Rechtschreibung)!

Kommentar [jf11]: Liter kann klein (l) und groß (L) abgekürzt werden, aber einheitlich!

Kommentar [jf12]: Signifikante Stellen berücksichtigen – nur sichere Nachkommastellen angeben

Kommentar [jf13]: Verweis auf Abbildungen hilft beim Nachvollziehen

Kommentar [jf14]: Formatierung: Blocksatz, Zeilenabstand

4. Ergebnisse und Analytik:

Ausbeute: 1,99 g (99 % der theoretischen Ausbeute von 2,01 g)
(Graph der Wasserabscheidung)

DC: $R_F = 0,18$ (Methylenchlorid/Methanol 9:1)

Smp: 164 – 165 °C (164.5 °C⁽²⁾)

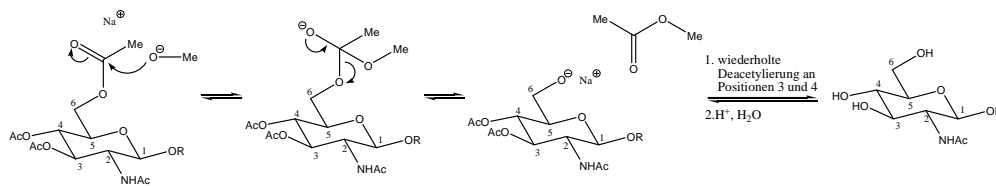
¹H-NMR⁽³⁾: δ [ppm] (250 MHz, CDCl₃)
7,69 – 7,62 (m, 4H, Phenyl-H, meta)
7,46 – 7,32 (m, 6H, Phenyl-H, ortho, para)
6,55 (1H, NH-Acetyl)
5,78 – 5,66 (m, 1H, olefin. H an Position 9)
5,56 – 5,44 (m, 1H, olefin. H an Position 8)
4,32 (d, 1H, J = 7 Hz, CH an Position 1)
4,26 – 4,14 (m, 3H, CH an Position 3 und CH₂ an Position 10)
4,02 (dd, 1H, J = 7 Hz, 13 Hz, CH an Position 2)
3,84 – 3,64 (m, 2H, CH₂ an Position 7)
3,62 – 3,44 (m, 3H, CH an Position 5 und CH₂ an Position 6)
3,28 – 3,16 (m, 1H, an Position 4)
1,93 (s, 3H, N-Acetyl-CH₃)
1,03 (s, 9H, 3 CH₃ der *tert*-Butylgruppe)

IR-Banden: XXXX cm⁻¹ (C–H Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (=C–H Valenzschw.)
 XXXX cm⁻¹ (O–H Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (C=O Valenzschw.)
 XXXX cm⁻¹ (C=C Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (=C–H Deformationsschw.)

5. Antworten zu den Fragen in der Versuchsvorschrift:

- 1) ...
- 2) ...

6. Reaktionsmechanismus:



Schema 1: Es handelt sich hierbei um eine Verseifung der acetylichen Schutzgruppen. Durch Methanolat werden die Acetylgruppen entfernt.

7. Literaturangaben:

- (1) A. Author, B. Coauthor, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2006**, *45*, 1-5.
- (2) J. W. Grate, G. C. Frye, in *Sensors Update*, Vol. 2 (Eds: H. Baltés, W. Göpel, J. Hesse), WILEY-VCH, Weinheim, **1996**, pp. 10-20.
- (3) N. Magnet, S. Peak, *J. Biomol. NMR* **1999**, *17*, 100-105.

Kommentar [jf15]: Bei Verwendung eines Wasserabscheiders und zur Bestimmung der theoretischen Ausbeute

Kommentar [jf16]: Für aromatische Produkte verpflichtend! Zur Kontrolle des Reaktionsverlaufs erwünscht.

Kommentar [jf17]: Literaturwert und -quelle(n) angeben!

Kommentar [jf18]: Schreibweise der NMR-Daten prüfen!!! Ausgewertetes NMR beilegen. Höchstens 2 Nachkommastellen. Wenn auswertbar die Kopplungskonstanten angeben

Kommentar [jf19]: Mit höchster Wellenzahl anfangen.

Kommentar [jf20]: Mit gebogenen Pfeilen den Elektronenfluss zeichnen

Kommentar [jf21]: Zeichnungen von Molekülen und Mechanismen sind als Schema anzugeben

Kommentar [jf22]: Nennung des Reaktionstypes und kurze Beschreibung der Reaktion

Kommentar [jf23]: Format aus *Angew. Chem. Int. Ed.*

Kommentar [JF24]: Keine Weblinks! Primärliteratur!