

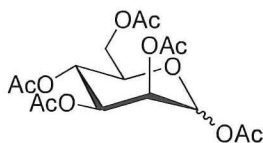
Mannoseperlaacetat

Experimenteller Teil

$^{13}\text{C-NMR}$ (126 MHz, CDCl_3 , 300 K, TMS): $\delta = 157.0$ (NHCOO), 79.9 ($\underline{\text{C}}(\text{CH}_3)_3$), 62.8 (CH_2OH), 43.4 (CH_2NH), 28.5 ($\text{C}(\underline{\text{C}}\text{H}_3)_3$) ppm;

IR (ATR-IR): $\tilde{\nu} = 3335$ (νOH), 2977, 2934 (νCH), 1683 ($\nu\text{C}=\text{O}$), 1517 (νNHCO), 1365 (δCH_3), 1276, 1250, 1165 (νCOC), 1063 (νOH) cm^{-1} .

1,2,3,4,6-Penta-O-acetyl- α,β -D-mannopyranosid (28)^[46]



Eine Lösung von Natriumacetat (4.55 g, 55.5 mmol) in Essigsäureanhydrid (50 mL) wurde unter Rückfluss auf 120 °C erhitzt. Nach Entfernen des Heizbades wurde portionsweise D-Mannose (10.0 g, 55.5 mmol) hinzugegeben und anschließend 30 min unter Rückfluss erhitzt. Das Reaktionsgemisch wurde auf Eis (200 mL) gegeben und weitere 30 min bei Raumtemp. gerührt. Die wässrige Phase wurde mit Dichlormethan (3 x 150 mL) extrahiert. Die vereinigten org. Phasen wurden über Magnesiumsulfat getrocknet, filtriert und das Lösungsmittel i. Vak. entfernt. Um entstandene Essigsäure aus dem Reaktionsgemisch zu entfernen, wurde mit Toluol (3 x 50 mL) kodestilliert. Es wurde ein leicht bräunlicher Sirup erhalten.

Ausbeute: 19.2 g (49.2 mmol, 89 %); Lit.^[46]: 97 %;

DC: $R_f = 0.12$ (Cyclohexan / Ethylacetat 3:1);

Drehwert: $[\alpha]_D^{20} = +30.2$ ($c = 0.52$, CH_2Cl_2);

(Lit.^[46]: $[\alpha]_D^{23} = +36.9$ ($c = 2.9$, CHCl_3));

$^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, CDCl_3 , 300 K, TMS): $\delta = 6.08$ (d, $^3J_{1,2} = 1.7$ Hz, 1H, $\text{H}_{\alpha-1}$), 5.86 (d, $^3J_{1,2} = 1.1$ Hz, 1H, $\text{H}_{\beta-1}$), 5.48 (dd, $^3J_{1,2} = 1.1$ Hz, $^3J_{2,3} = 3.3$ Hz, 1H, $\text{H}_{\beta-2}$), 5.36 – 5.28 (m, 3H, $\text{H}_{\alpha-3}$, $\text{H}_{\alpha-4}$, $\text{H}_{\beta-4}$), 5.27 – 5.24 (m, 1H, $\text{H}_{\alpha-2}$), 5.13 (dd, $^3J_{2,3} = 3.3$ Hz,