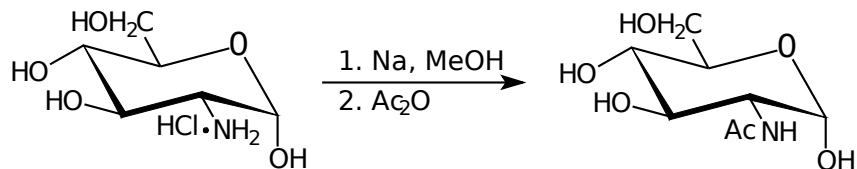


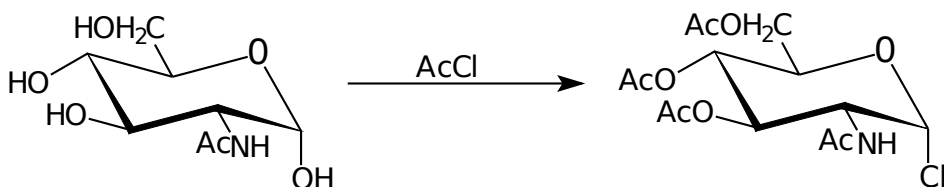
Synteza estru benzylowego *N*-(9-fluorenylometoksykarbonylo)-(2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- β -D-glukopiranozylo)-L-seryny

1. Synteza 2-acetamido-2-deoksy- α -D-glukopiranozy



Do 50 ml metanolu (świeżo przedestylowany), chłodzonego wodą z lodem i mieszanego przy użyciu mieszadła magnetycznego, dodaje się małymi porcjami 1,15 g sodu. Po rozтворzeniu całej ilości sodu roztwór doprowadza się do temperatury pokojowej. Następnie dodaje się 11g sproszkowanego chlorowodoru 2-amino-2-deoksy- α -D-glukozy – wytrąca się osad chlorku sodu. Mieszaninę reagującą miesza się jeszcze przez około 5 minut. Po tym czasie odsącza się osad na sączku karbowanym i przemywa zimnym metanolem. Do mętnego przesącza, chłodzonego wodą z lodem, dodaje się 6 ml bezwodnika octowego. Powstały klarowny roztwór pozostawia się na **24 godziny** w temperaturze pokojowej. Przebieg reakcji kontroluje się chromatograficznie (TLC) stosując układ rozwijający: chloroform-metanol (1:3). Wytrąca się biały osad, który odsącza się i przemywa 10 ml metanolu i trzykrotnie eterem etylowym (po 10 ml). Osad suszy się w eksykatorze nad P_2O_5 . Ostatecznie otrzymuje się 7,7 g 2-acetamido-2-deoksy- α -D-glukopiranozy o temperaturze topnienia 202-204 °C.

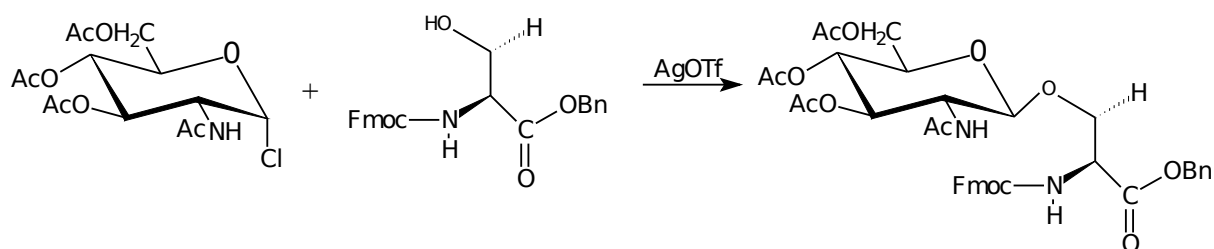
2. Synteza chlorku 2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- α -D-glukopiranozy



W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 ml umieszcza się 3 g 2-acetamido-2-deoksy- α -D-glukopiranozy i dodaje się 6 ml chlorku acetylu. Całość miesza się przy użyciu mieszadła magnetycznego pod chłodnicą zwrotną. Początkowo reakcja przebiega gwałtownie a roztwór

przybiera żółtą barwę. Postęp reakcji kontroluje się metodą chromatografii cienkowarstwowej stosując układ rozwijający: chloroform-metanol (1:3). Reakcję prowadzi się **72 godziny**. Aby przyspieszyć tworzenie się produktu całość lekko ogrzewa się. Następnie pod chłodnicą zwrotną dodaje się 30 ml chlorku metylenu i otrzymany roztwór, energicznie mieszając, wylewa się do wody z lodem. Mieszaninę przenosi się do rozdzielacza a następnie przemywa nasyconym roztworem wodorowęglanu sodu. Warstwę organiczną suszy się bezwodnym siarczanem magnezu (silnie wstrząsając około 10 minut). Po odsączeniu roztworu z nadmiaru suszącego roztwór zagęszcza się pod zmniejszonym ciśnieniem do gęstego oleju. Aby wymusić krystalizację, do otrzymanego oleju dodaje się kilka mililitrów eteru etylowego. W wyniku krystalizacji otrzymuje się 1,5 g chlorku 2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- α -D-glukopiranozyłu o temperaturze topnienia 122-124°C.

3. Reakcja sprzęgania estru benzyłowego *N*-9-fluorenylo-metoksykarbonylo-L-seryny z chlorkiem 2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- α -D-glukopiranozyłu



W 2 ml dichlorometanu rozpuszcza się 104 mg (0.25 mmol) estru benzyłowego *N*-9-fluorenylo-metoksykarbonylo-L-seryny i mieszając oziębia się do 0 °C a następnie dodaje 0.55 mmola triflanu srebra. Po 10 minutach kroplami dodaje się 181 mg (0.5 mmol) chlorku 2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- α -D-glukopiranozyłu rozpuszczonego w 2 ml dichlorometanu. Mieszaninę pozostawia się na mieszkadle magnetycznym w 0 °C przez godzinę a następnie w temp. pokojowej przez **16 godzin** kontrolując przebieg reakcji metodą TLC stosując układ rozwijający: toluen-octan etylu (1:1). Po tym czasie do roztworu dodaje się Pr_2EtN (0.1 ml), roztwór zateża się pod zmniejszonym ciśnieniem do gęstego oleju (dodając toluenu) i oczyszcza na kolumnie wypełnionej żelą krzemionkowym w układzie rozpuszczalników: octan etylu-heksan (7:3). Otrzymuje się 119 mg estru benzyłowego *N*-(9-fluorenylo-metoksykarbonylo)-(2-acetamido-3,4,6-tri-*O*-acetylo-2-deoksy- β -D-glukopiranozylo)-L-seryny.