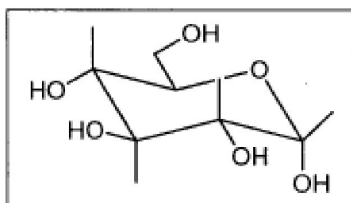


# СТРАТЕГІЇ ДОСЛІДЖЕННЯ ХІМІЧНИХ СПОЛУК З ВИКОРИСТАННЯМ СУЧАСНИХ ФІЗИЧНИХ МЕТОДІВ

Частина третя

# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (<sup>1</sup>H-КССВ, хімічні зсуви)

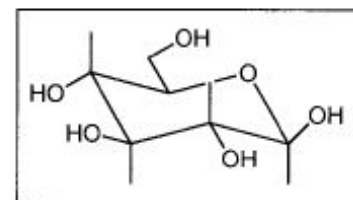
$\alpha$ -Glucose



<sup>3</sup>J couplings:

1,2 ~ 3 Hz  
2,3 ~ 9 Hz  
3,4 ~ 9 Hz

$\beta$ -Glucose



<sup>3</sup>J couplings:

1,2 ~ 9 Hz  
2,3 ~ 9 Hz  
3,4 ~ 9 Hz

**proton chemical shift (H-1)**

**carbon chemical shift (C-1)**

**scalar coupling constants (<sup>3</sup>J<sub>(H-1,H-2)</sub>)**

**<sup>1</sup>J<sub>C-1,H-1</sub> coupling constants**

**$\alpha$ -form**

4.8 - 5.8 ppm

98 - 103 ppm

1 - 4 Hz

170 Hz

**$\beta$ -form**

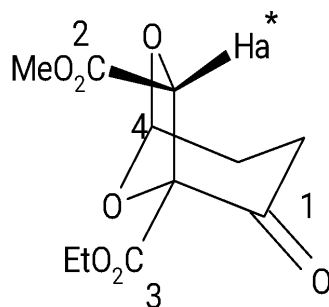
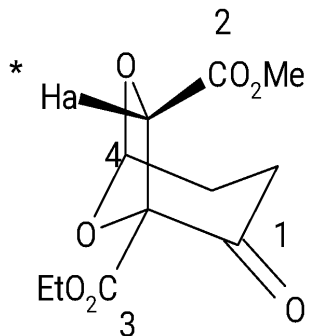
4.3 - 4.8 ppm

103 - 106 ppm

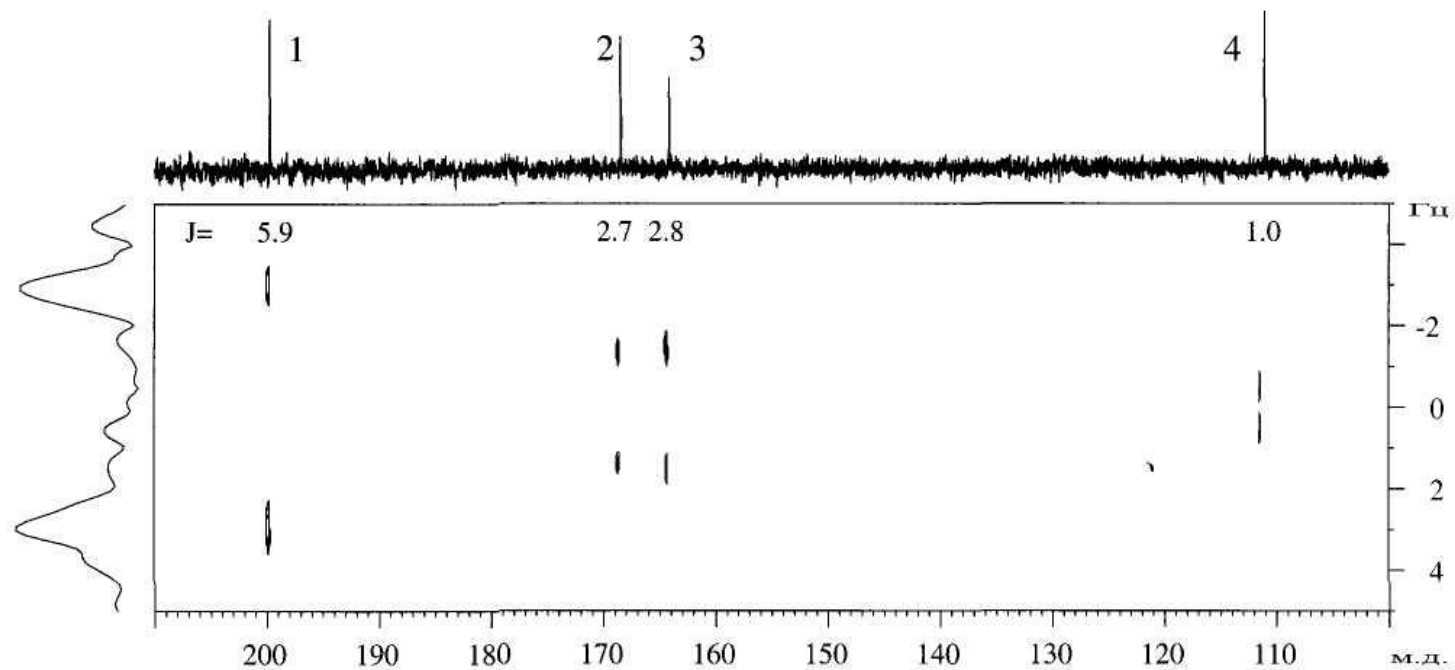
6 - 8 Hz

160 Hz

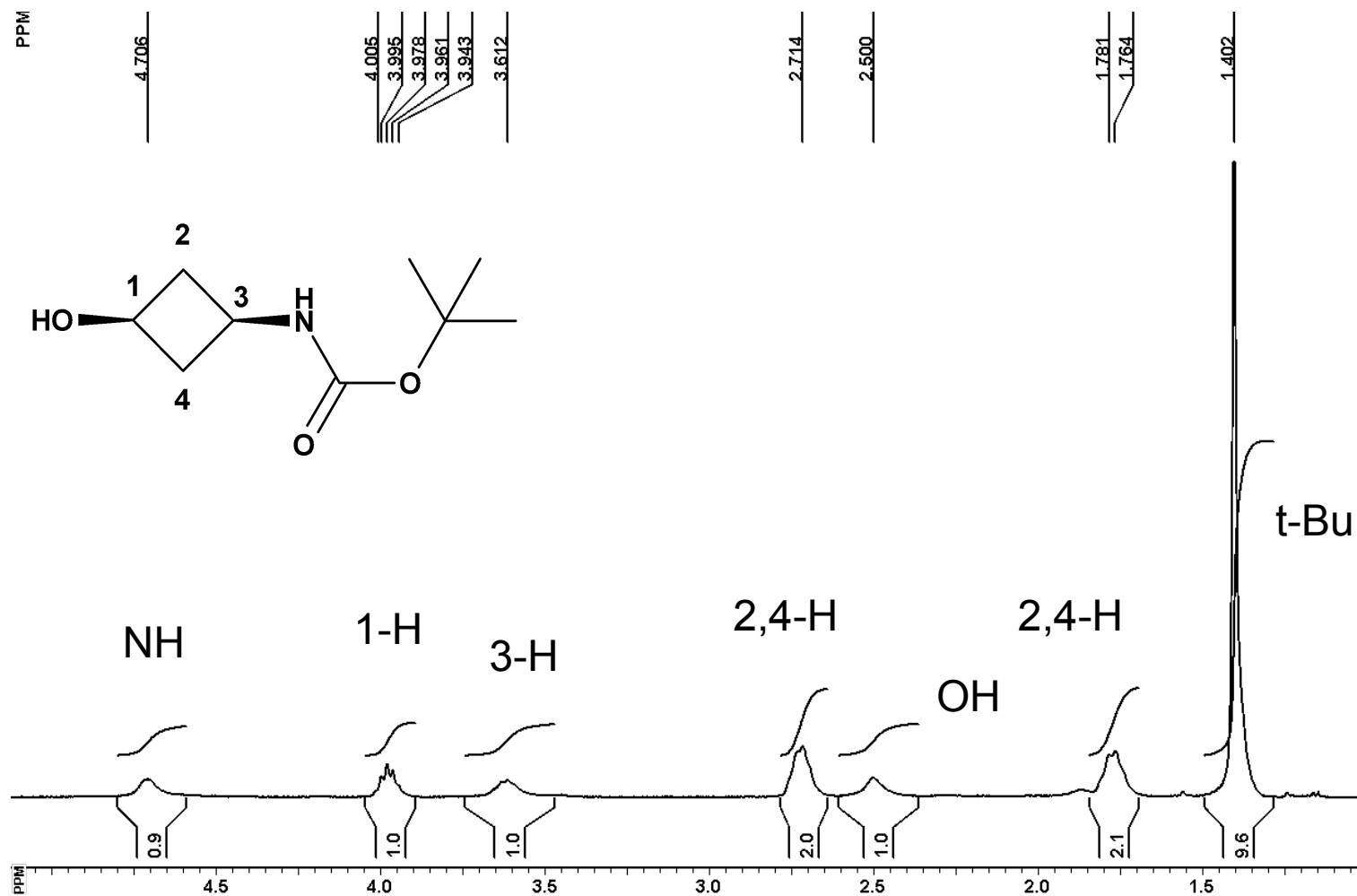
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (<sup>1</sup>H-КССВ)



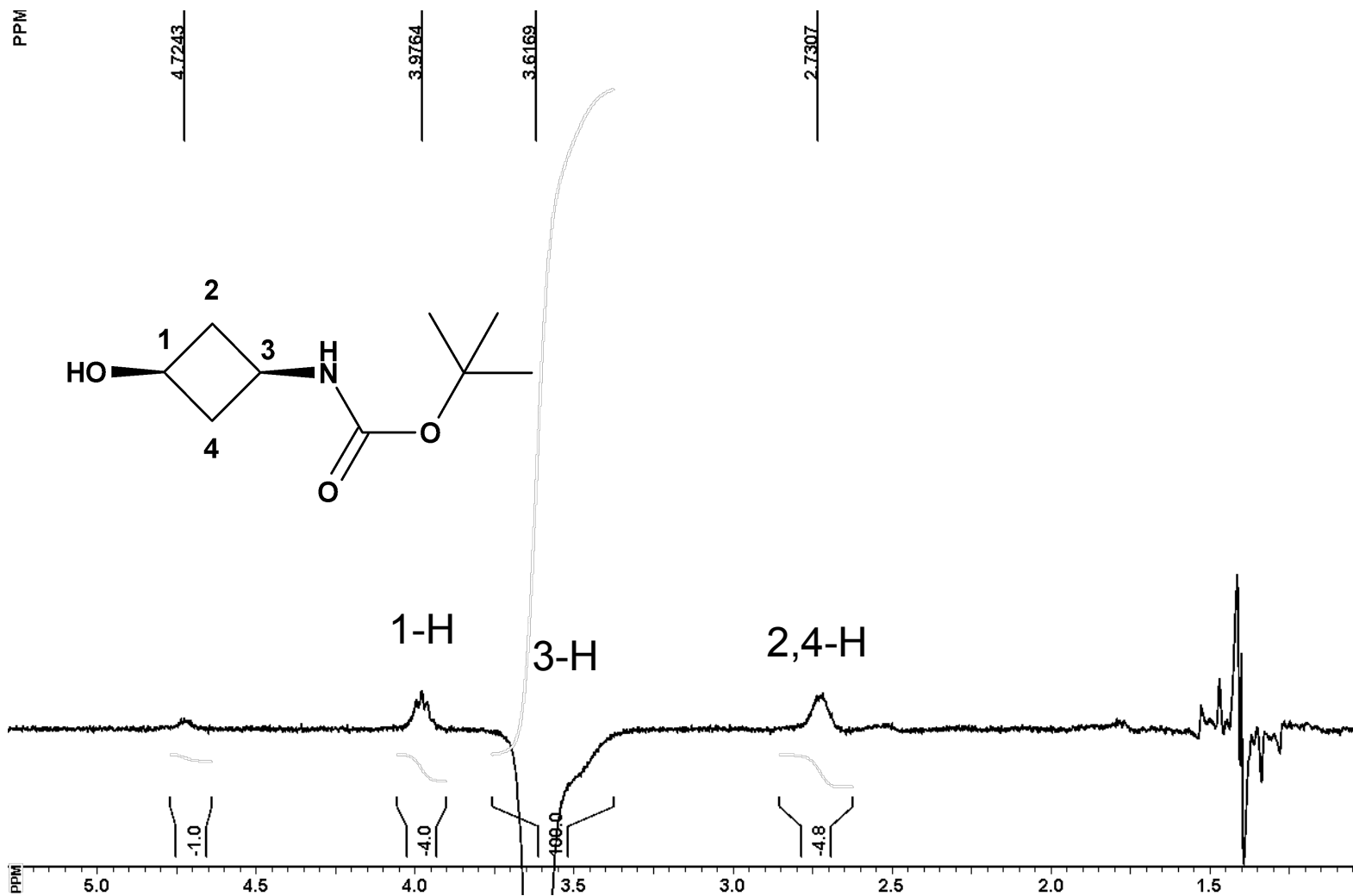
№	1	2	3	4
<b>АТОМА</b>				
<sup>n</sup> J(H,C) екзо	3, 4	1, 9	0, 5	3, 9
<sup>n</sup> J(H,C) ендо	5, 9	2, 7	2, 8	1, 0



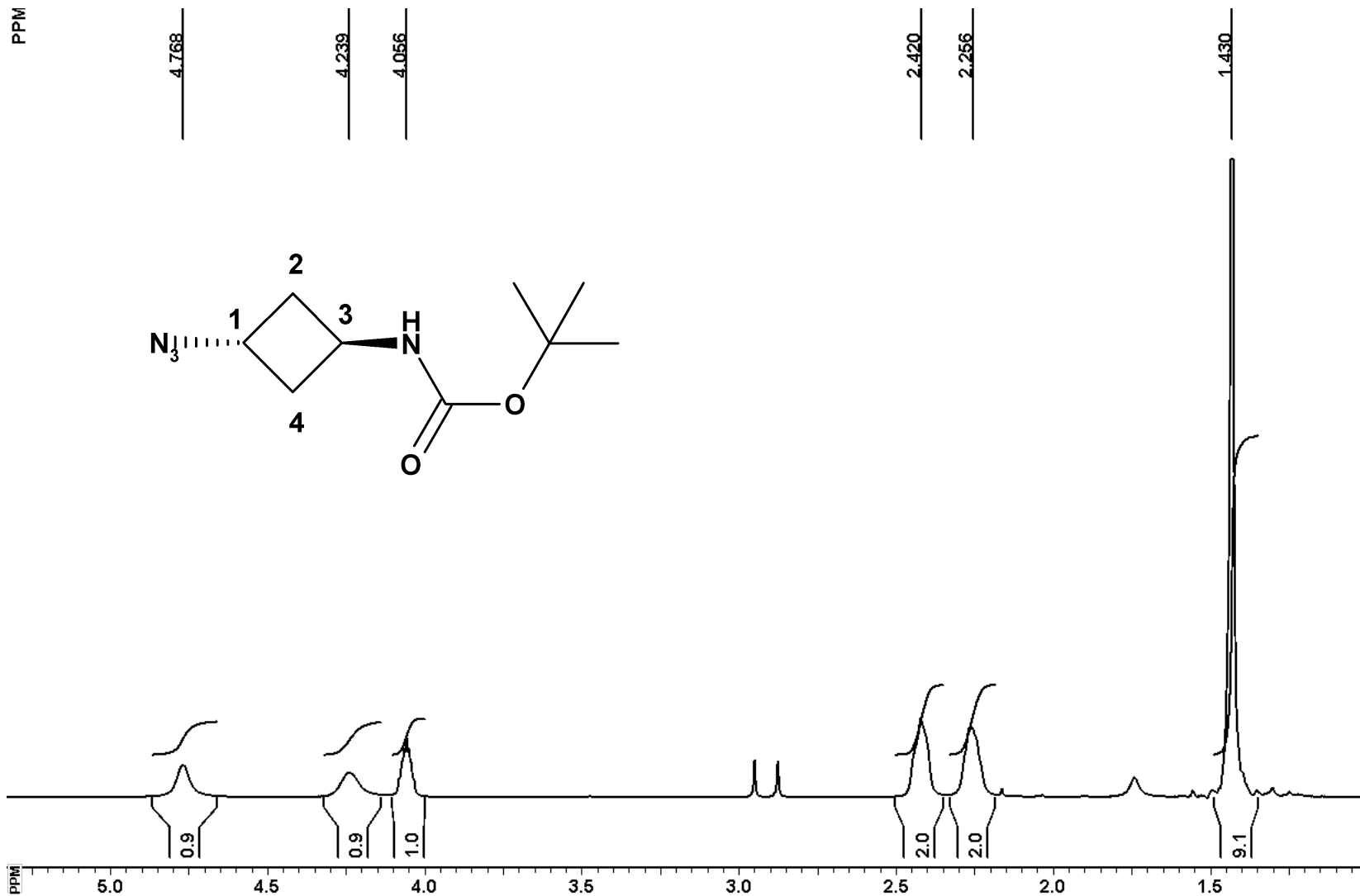
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (ЯЕО)



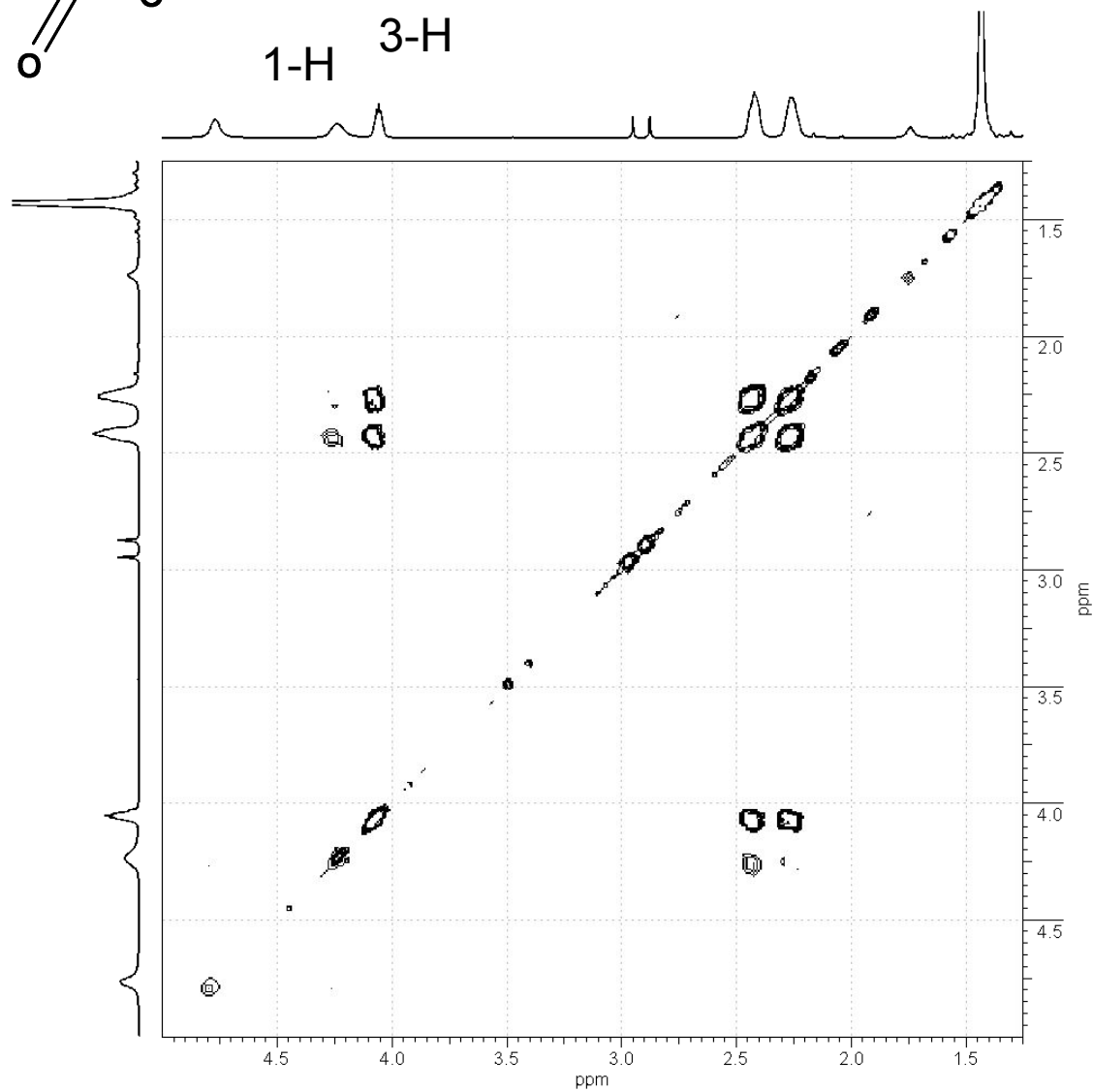
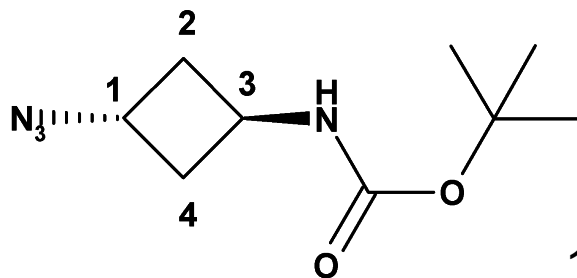
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (ЯЕО)



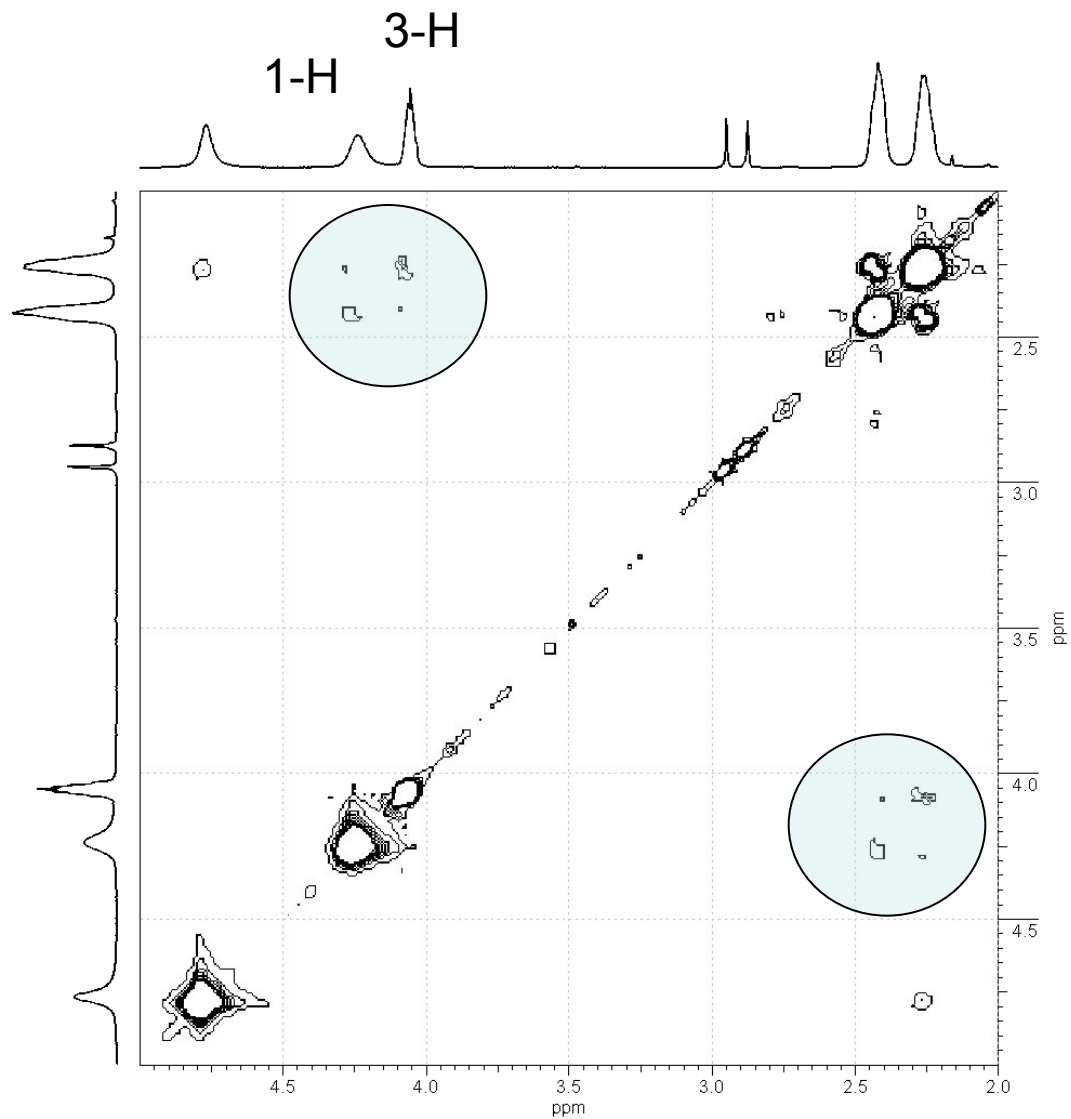
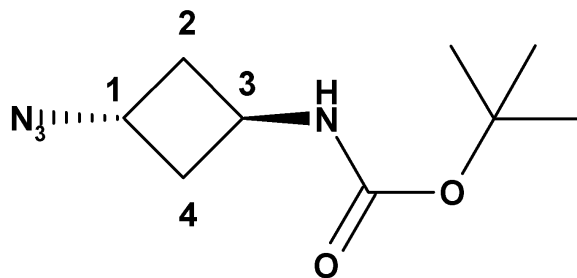
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (COSY, ЯЕО)



# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (COSY, ЯЕО)



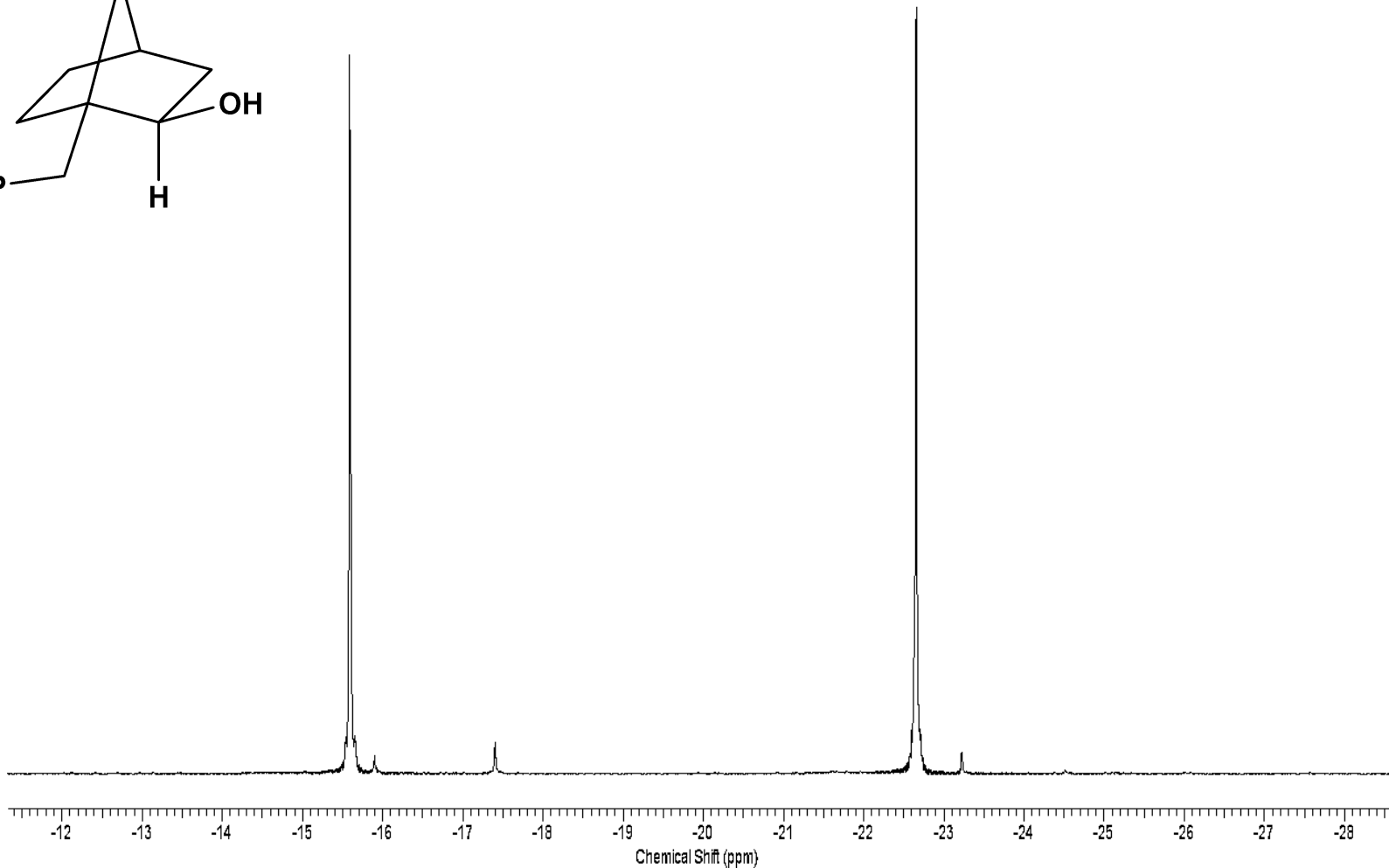
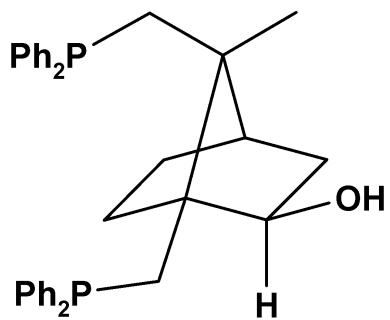
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (COSY, ЯЕО)





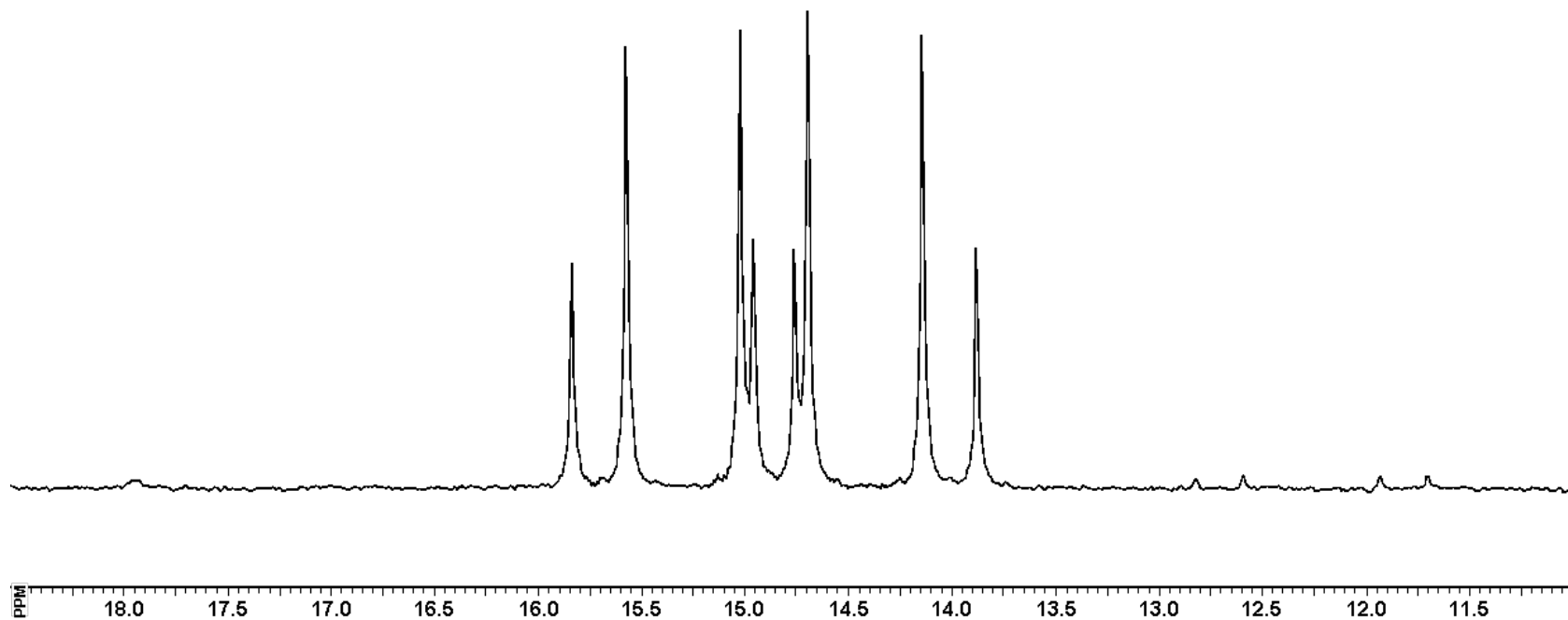
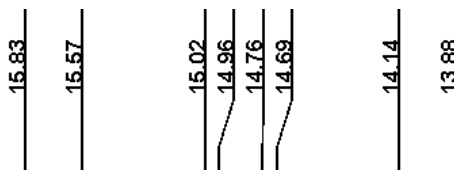
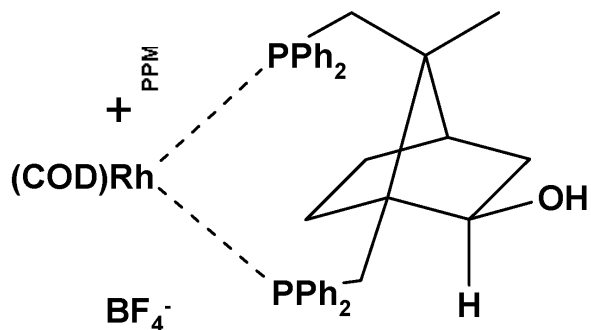
# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (ЯМР гетероядер)

$^{31}\text{P}$ -ЯМР спектр:

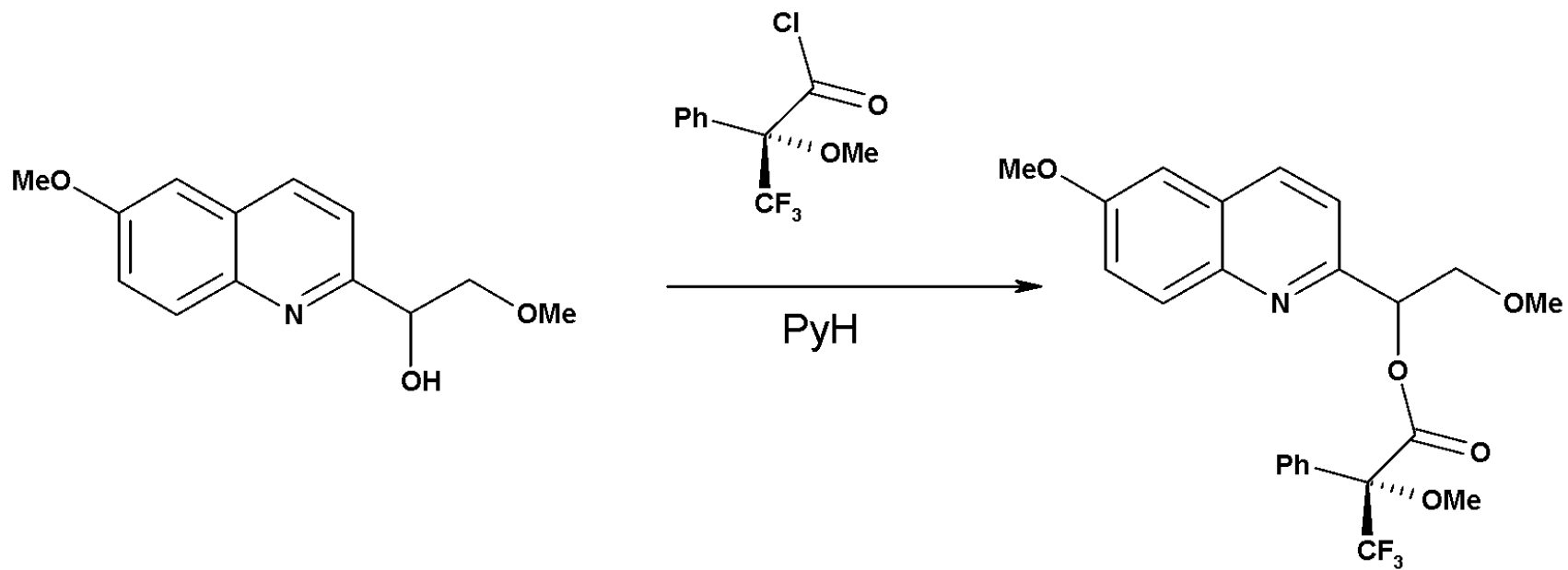


# ВСТАНОВЛЕННЯ ПРОСТОРОВОЇ БУДОВИ, ВІДНОСНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ (ЯМР гетероядер)

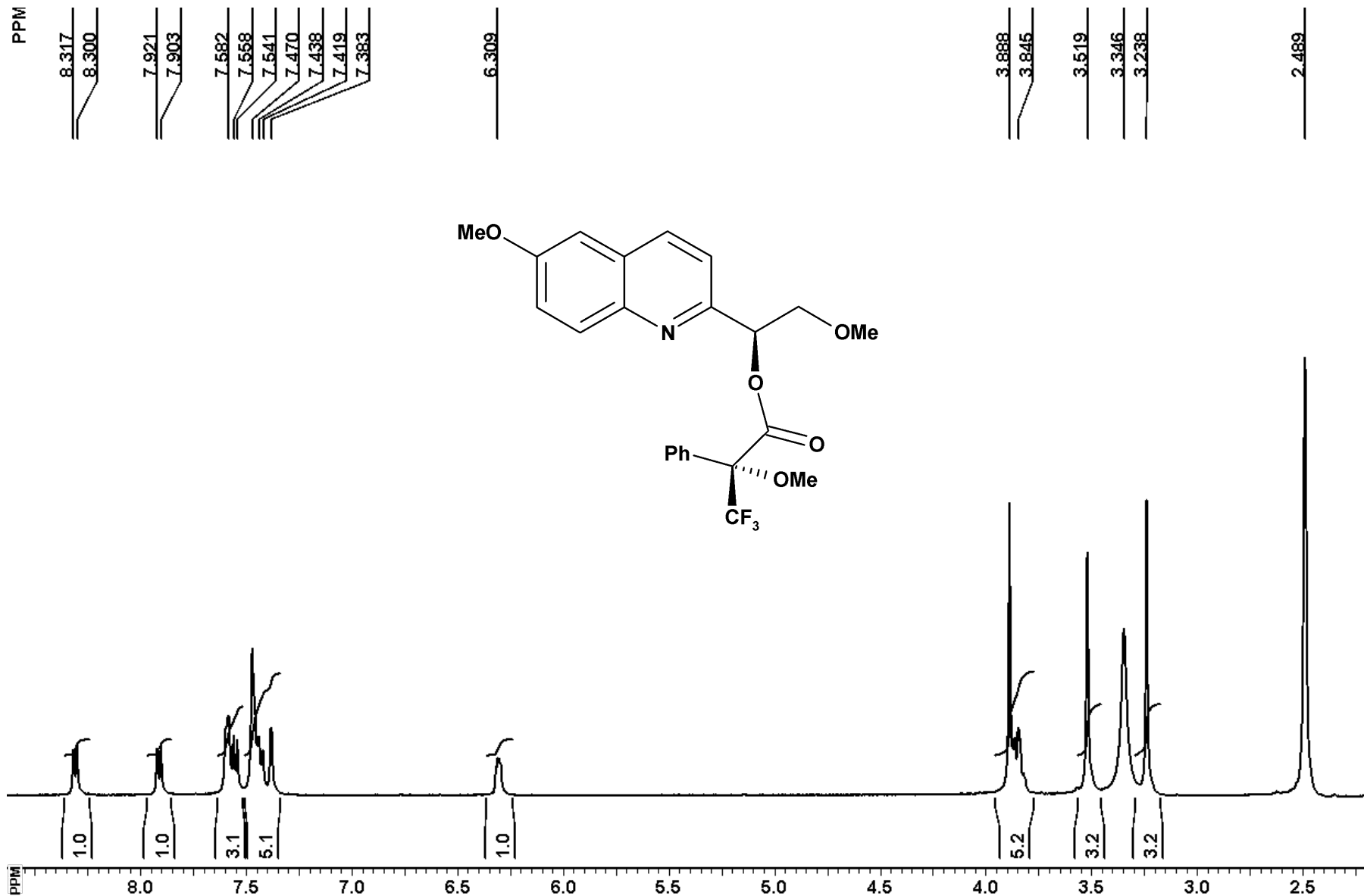
$^{31}\text{P}$ -ЯМР спектр:



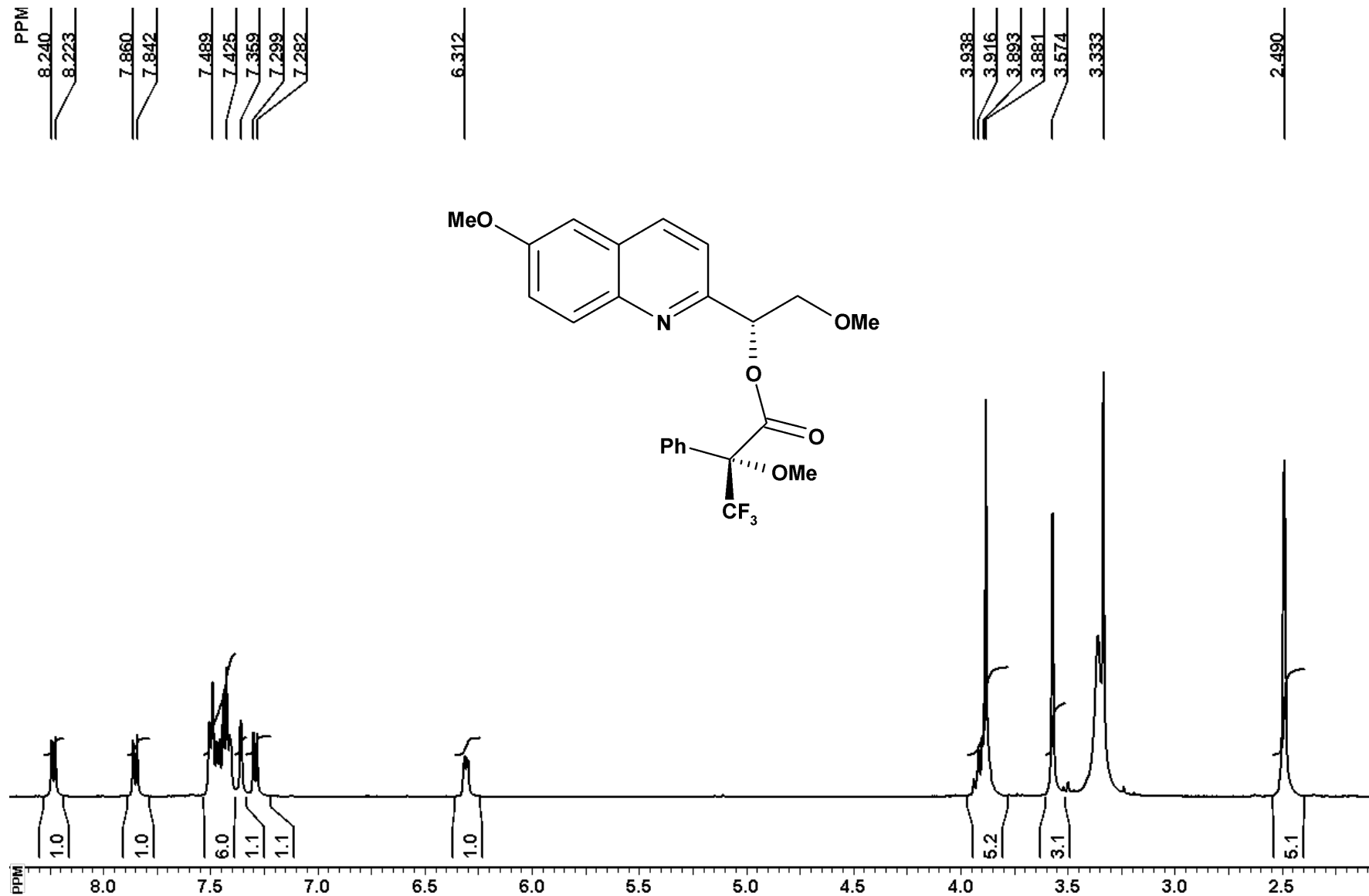
# АНАЛІЗ ОПТИЧНОЇ ЧИСТОТИ (<sup>1</sup>H-ЯМР діастереомерних похідних)



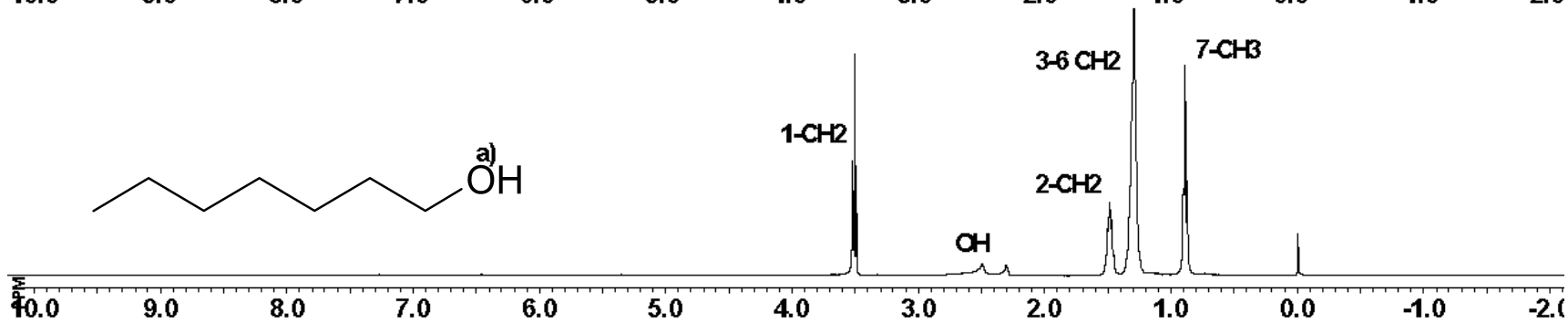
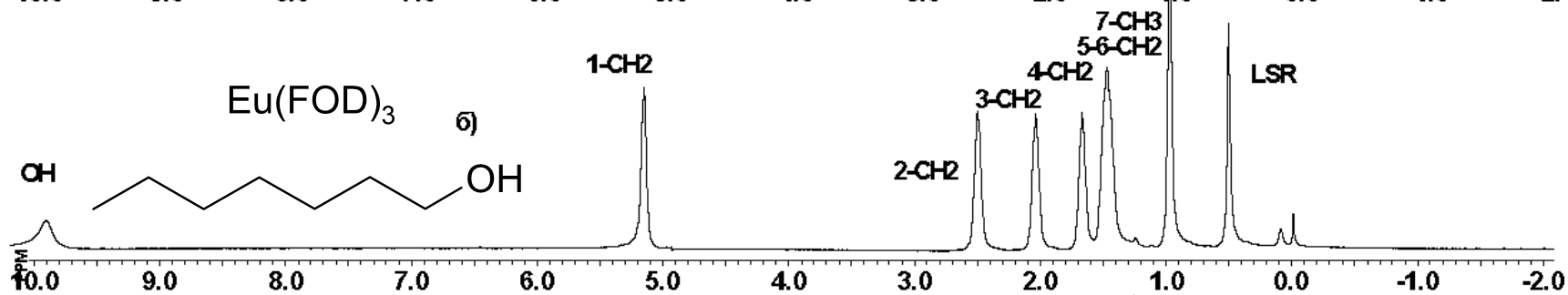
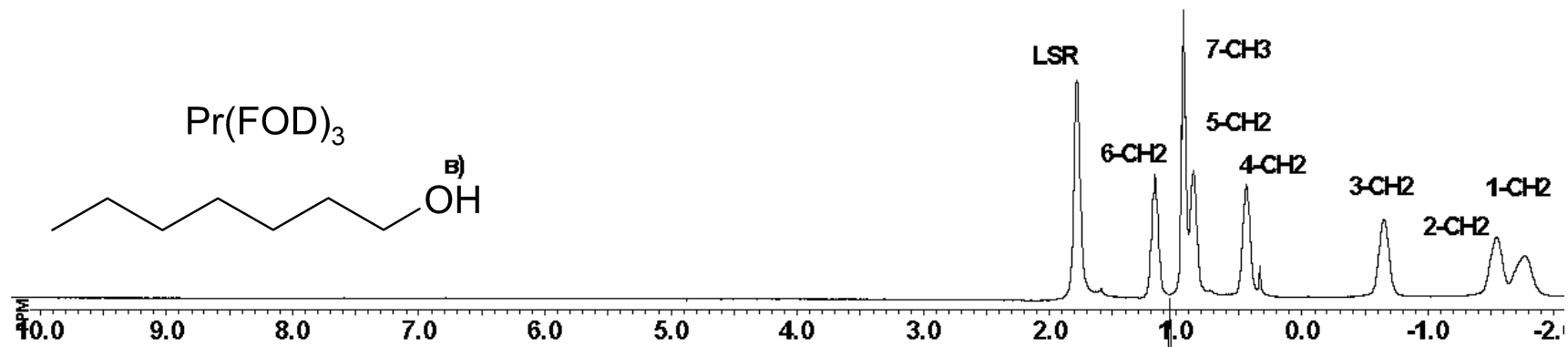
# АНАЛІЗ ОПТИЧНОЇ ЧИСТОТИ (<sup>1</sup>H-ЯМР діастереомерних похідних)



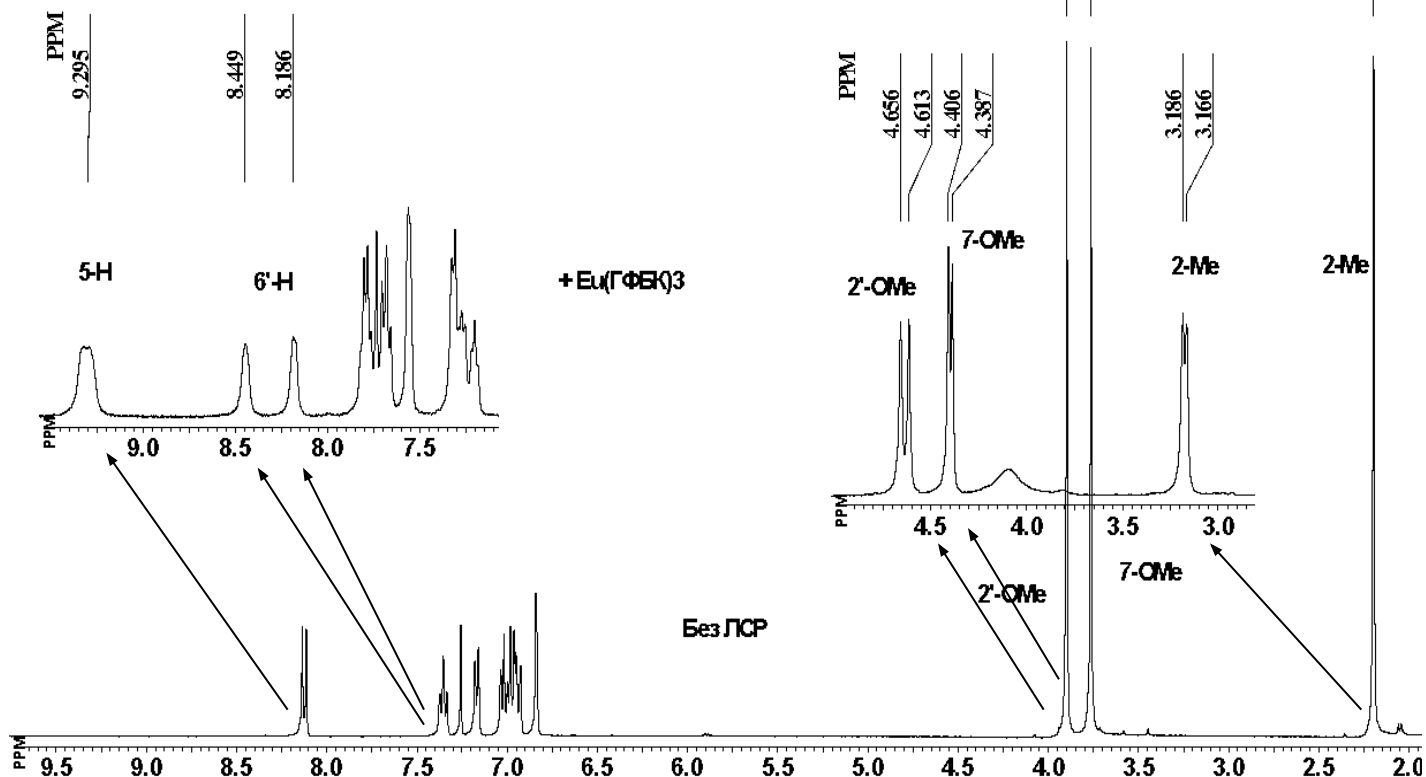
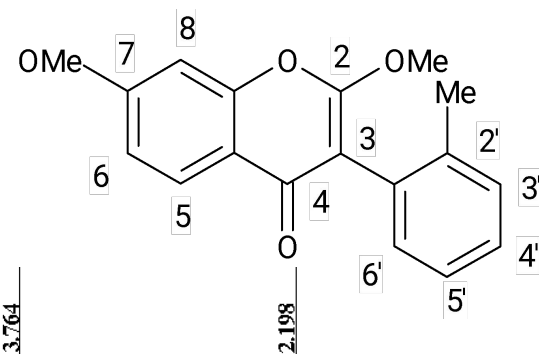
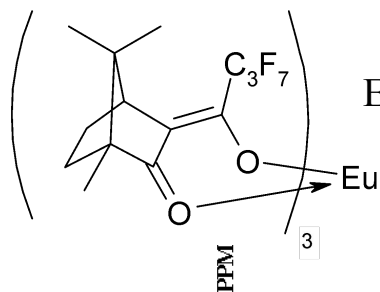
# АНАЛІЗ ОПТИЧНОЇ ЧИСТОТИ ТА ВСТАНОВЛЕННЯ АБСОЛЮТНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ, ПРИКЛАД 2 (<sup>1</sup>H-ЯМР діастереомерних похідних)



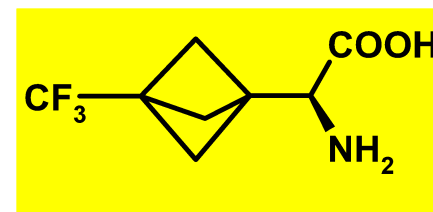
# ЛАНТАНОЇДНІ ЗМІЩУЮЧІ РЕАГЕНТИ



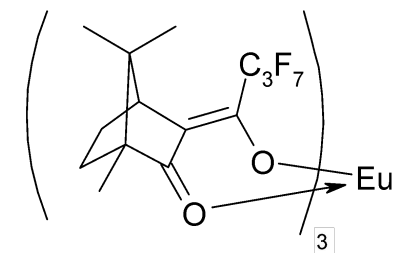
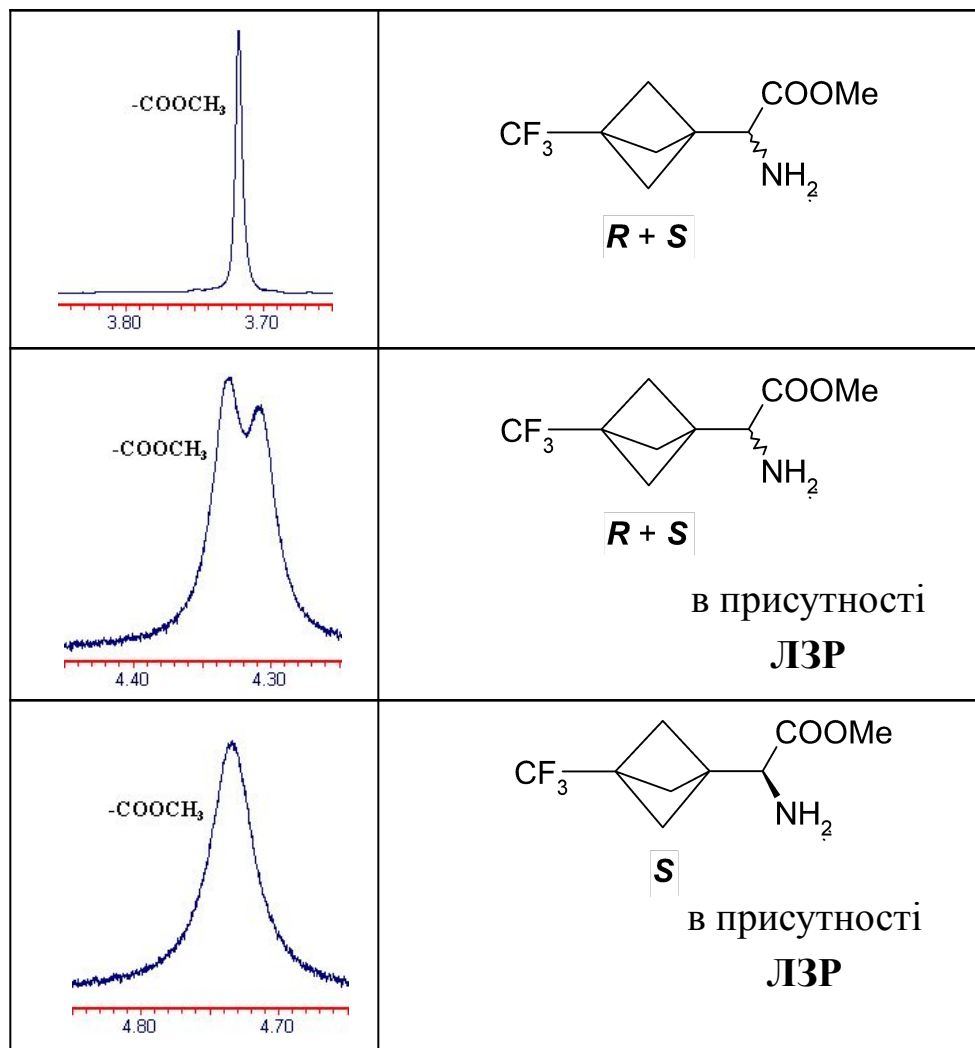
# АНАЛІЗ ОПТИЧНОЇ ЧИСТОТИ. ПРИКЛАД (<sup>1</sup>H-ЯМР в присутності ЛЗР)



# АНАЛІЗ ОПТИЧНОЇ ЧИСТОТИ. ПРИКЛАД (<sup>1</sup>H-ЯМР в присутності ЛЗР)



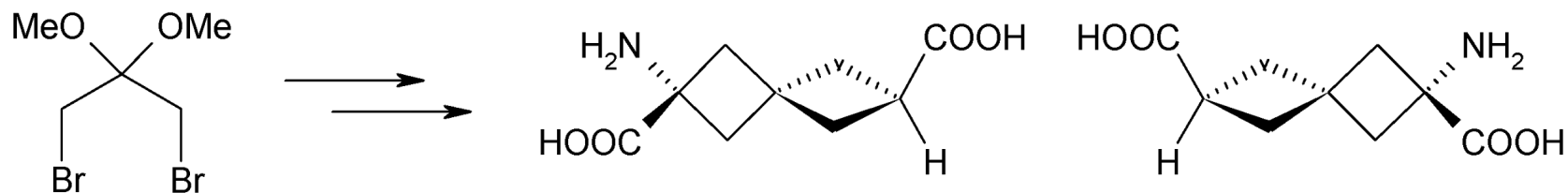
<sup>1</sup>H-ЯМР



Лантаноїдний зсуваючий  
реагент (ЛЗР)

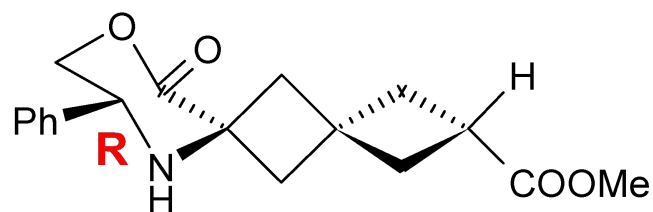
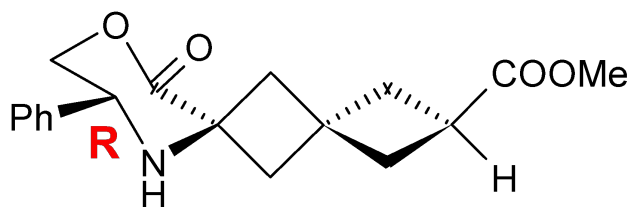


## ВСТАНОВЛЕННЯ АБСОЛЮТНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ, ПРИКЛАД 1 ( $^1\text{H}$ -, $^{13}\text{C}$ -ЯМР, HSQC, COSY, NOESY)

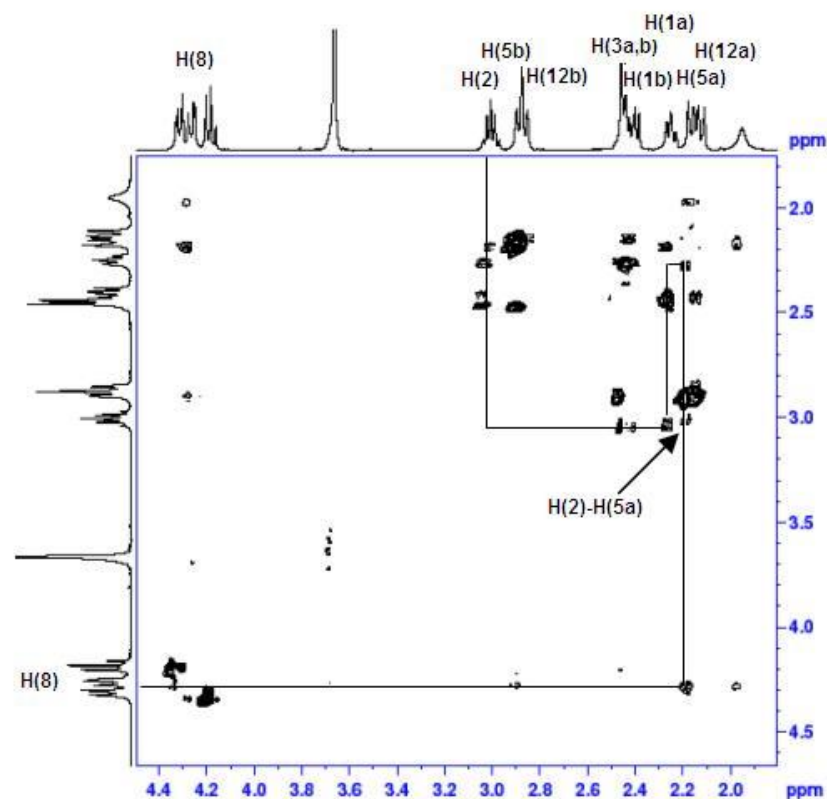
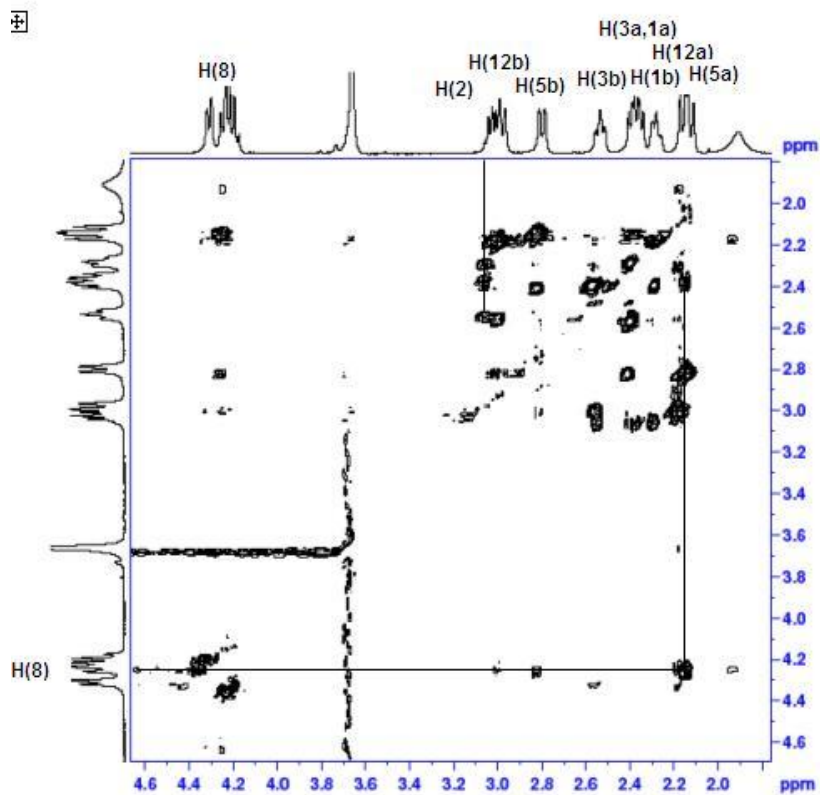
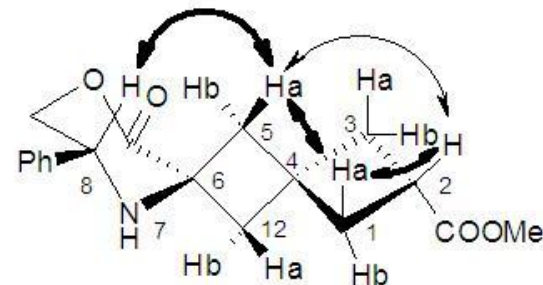
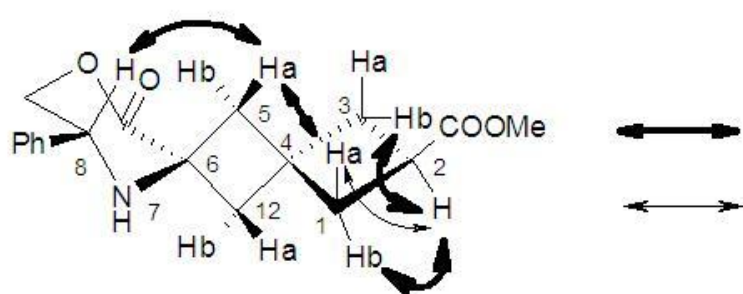


Всі спектральні дані (окрім даних хіроптичних методів) - ідентичні

Абсолютна конфігурація кожного з продуктів синтезу була встановлена за допомогою експериментів ЯМР з діастереомерними похідними:



# ВСТАНОВЛЕННЯ АБСОЛЮТНОЇ КОНФІГУРАЦІЇ, ПРИКЛАД 1 (<sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C-ЯМР, HSQC, COSY, NOESY)



## ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ

revised prior to publication, a replacement file should be sent to CCDC.

*Characterization of new compounds:* All new compounds should be fully characterized with relevant spectroscopic data. Microanalyses should be included whenever possible. Under appropriate circumstances high resolution mass spectra may serve in lieu of microanalyses, if accompanied by suitable NMR criteria for sample homogeneity.

*Supplementary material:* Concise supplementary material may be

# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ

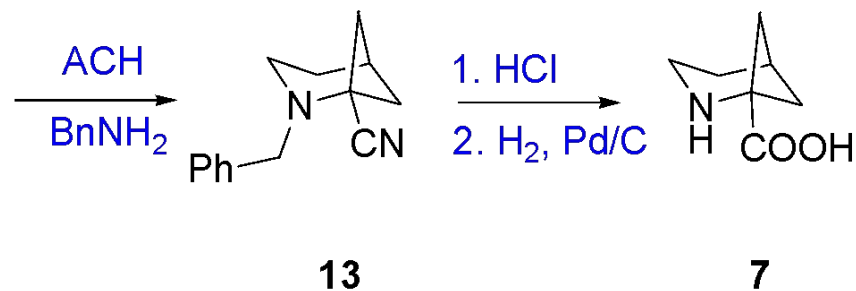
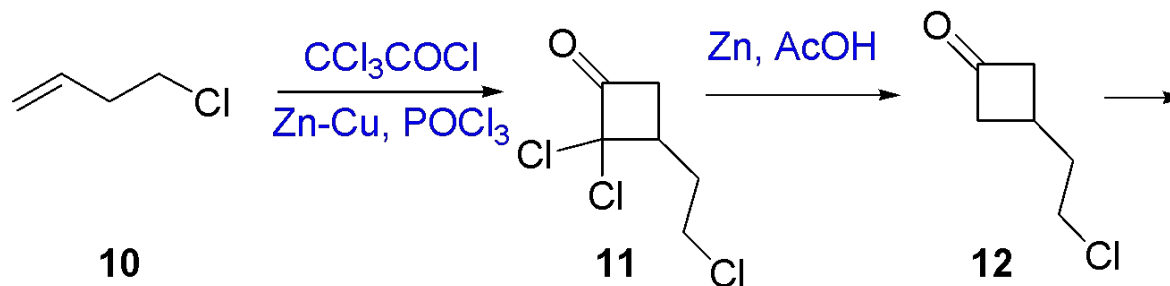
## Conformationally restricted non-chiral pipercolic acid analogues

Dmytro S. Radchenko,<sup>†,‡</sup> Nataliya Kopylova,<sup>†</sup>

Oleksandr O. Grygorenko<sup>†,‡,\*</sup> and Igor V. Komarov<sup>†,‡</sup>

*Department of Chemistry, Kyiv National Taras Shevchenko University,  
Volodymyrska Street 64, Kyiv 01033, Ukraine*

*Enamine Ltd., Alexandra Matrosova Street 23, Kyiv 01103, Ukraine*



# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ

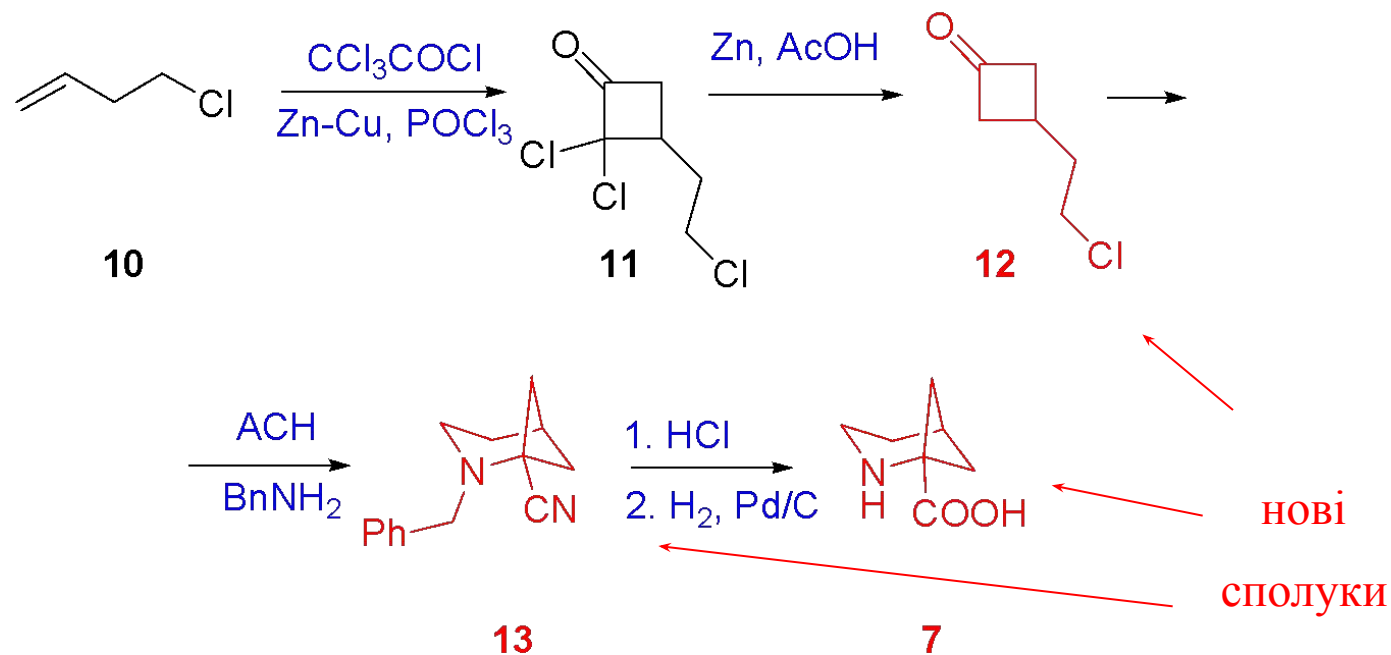
## Conformationally restricted non-chiral pipercolic acid analogues

Dmytro S. Radchenko,<sup>†,‡</sup> Nataliya Kopylova,<sup>†</sup>

Oleksandr O. Grygorenko<sup>†,‡,\*</sup> and Igor V. Komarov<sup>†,‡</sup>

*Department of Chemistry, Kyiv National Taras Shevchenko University,  
Volodymyrska Street 64, Kyiv 01033, Ukraine*

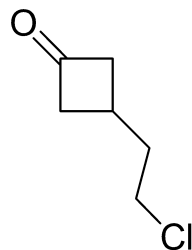
*Enamine Ltd., Alexandra Matrosova Street 23, Kyiv 01103, Ukraine*



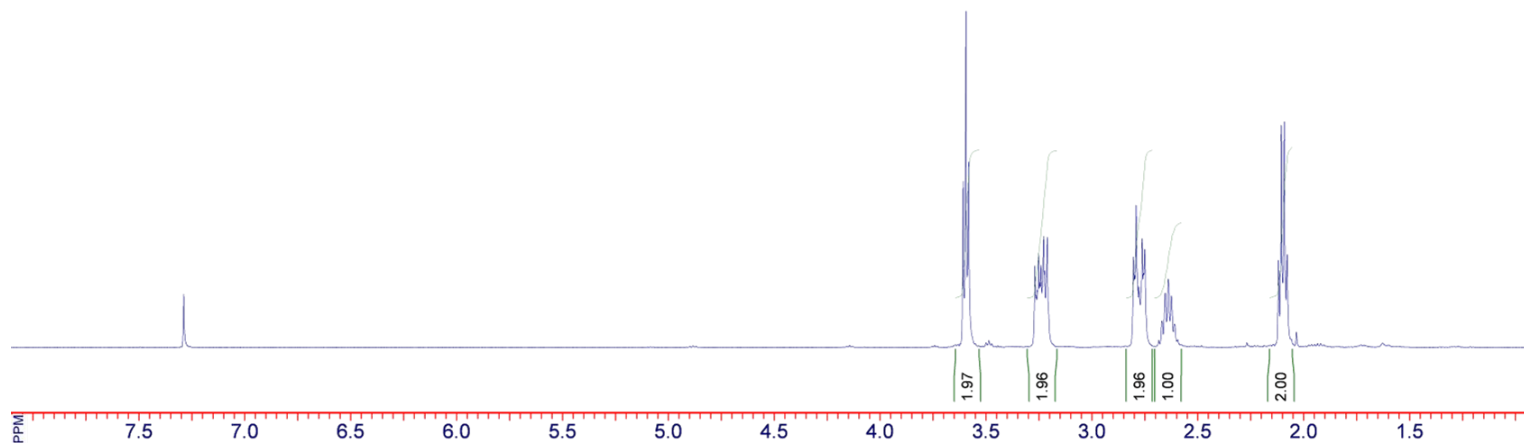
# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ

PPM

H1



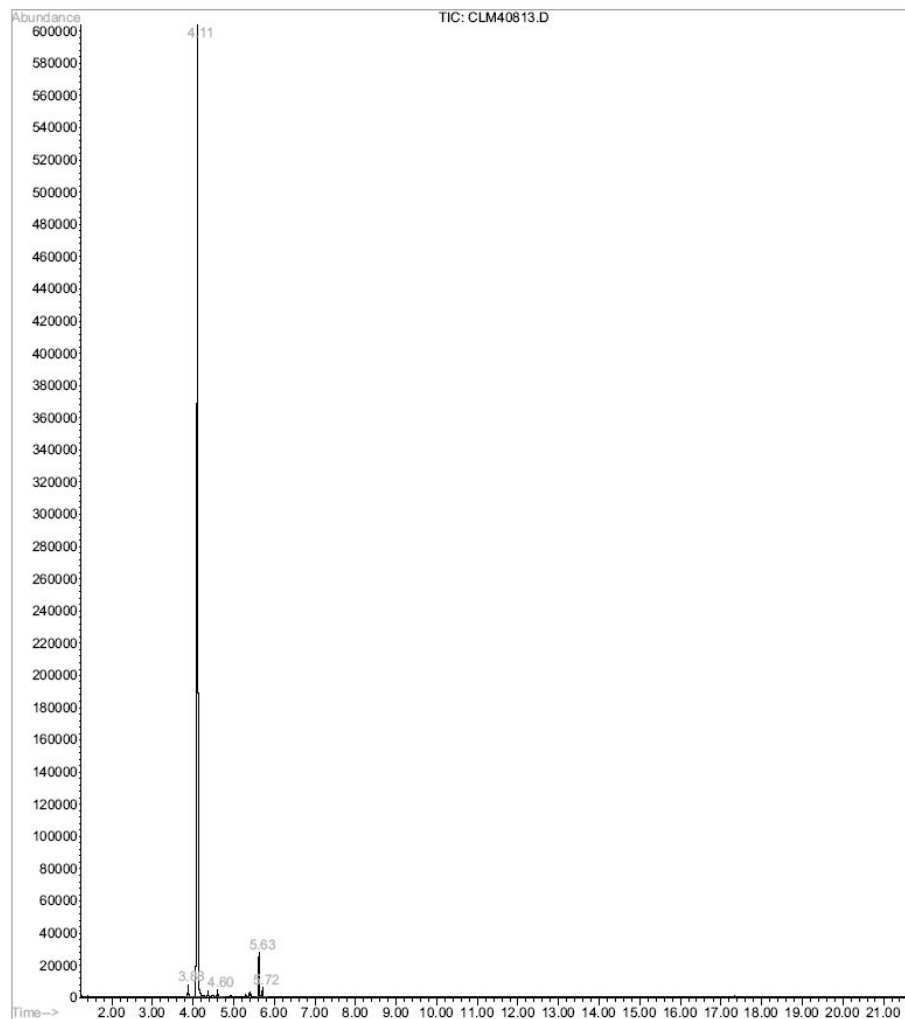
3.595  
3.252  
2.763  
2.637  
2.092



File name: H1	Operator: root	SF: 500.1300 MHz	NSC: 1	PW: 0.00 usec, RG: 40	SI: 32768
Date: 01-Apr-2009	Solvent: CDCl3	SW: 8013 Hz	TE: 682 K	AQ: 2.04 sec, RD: 0.00 sec	Parameter file, XWIN-NMR Version 3.5

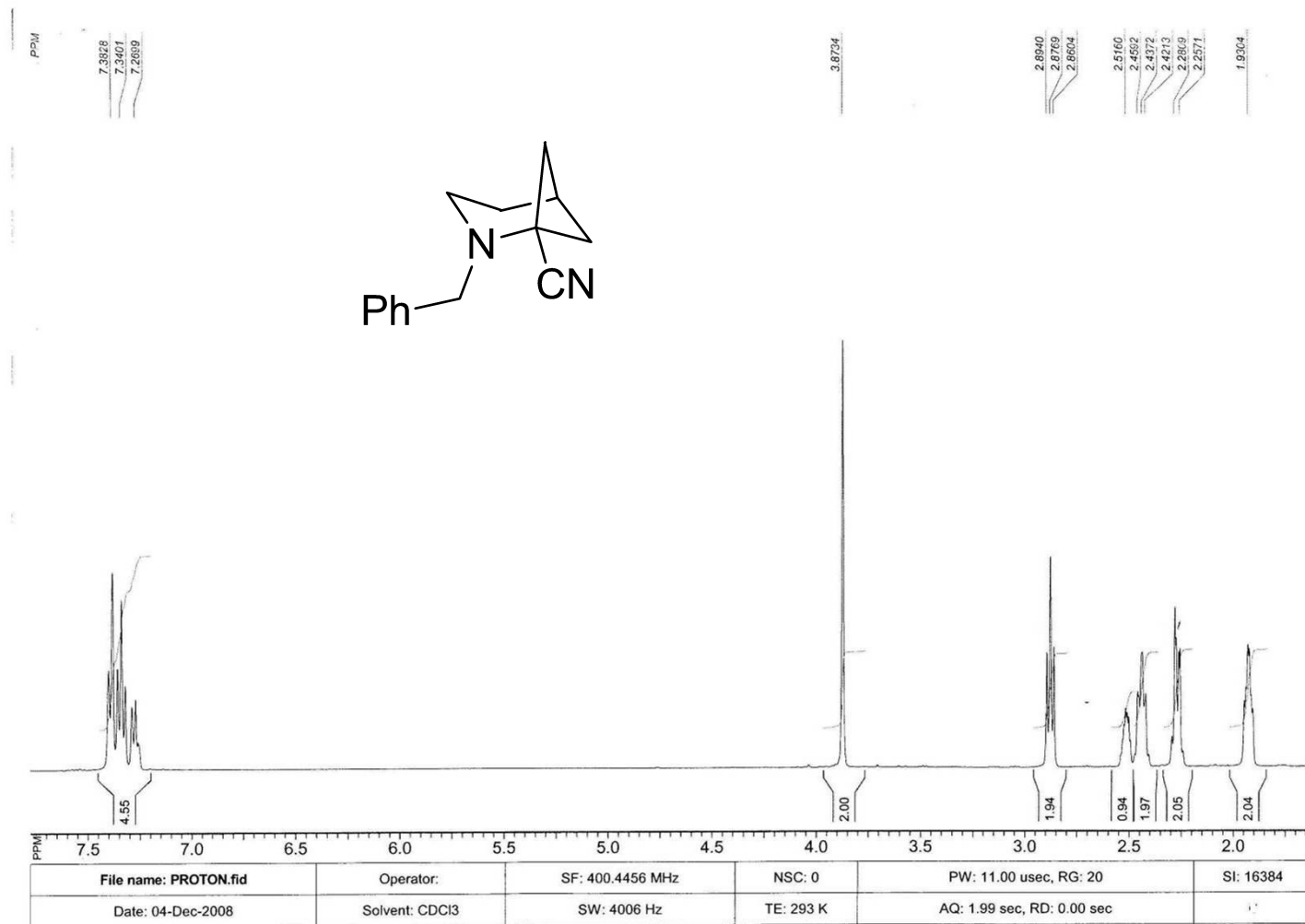
<sup>1</sup>H-NMR

# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



LC-MS; Peak Number: 2 at 4.11 min. Area: 11831730. Area %: 95.77

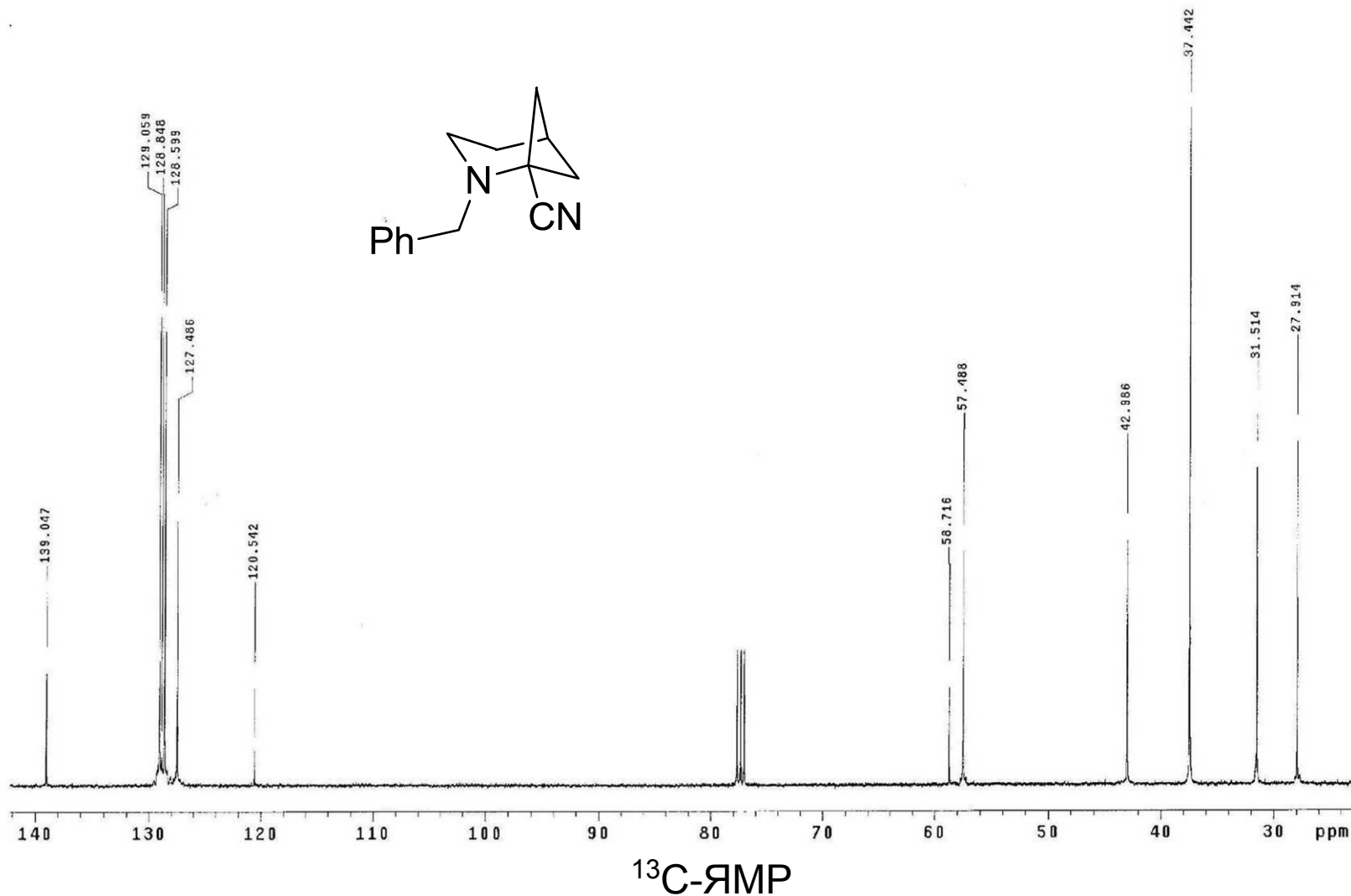
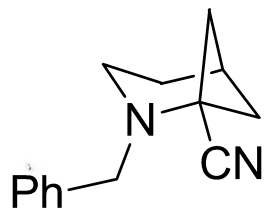
# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



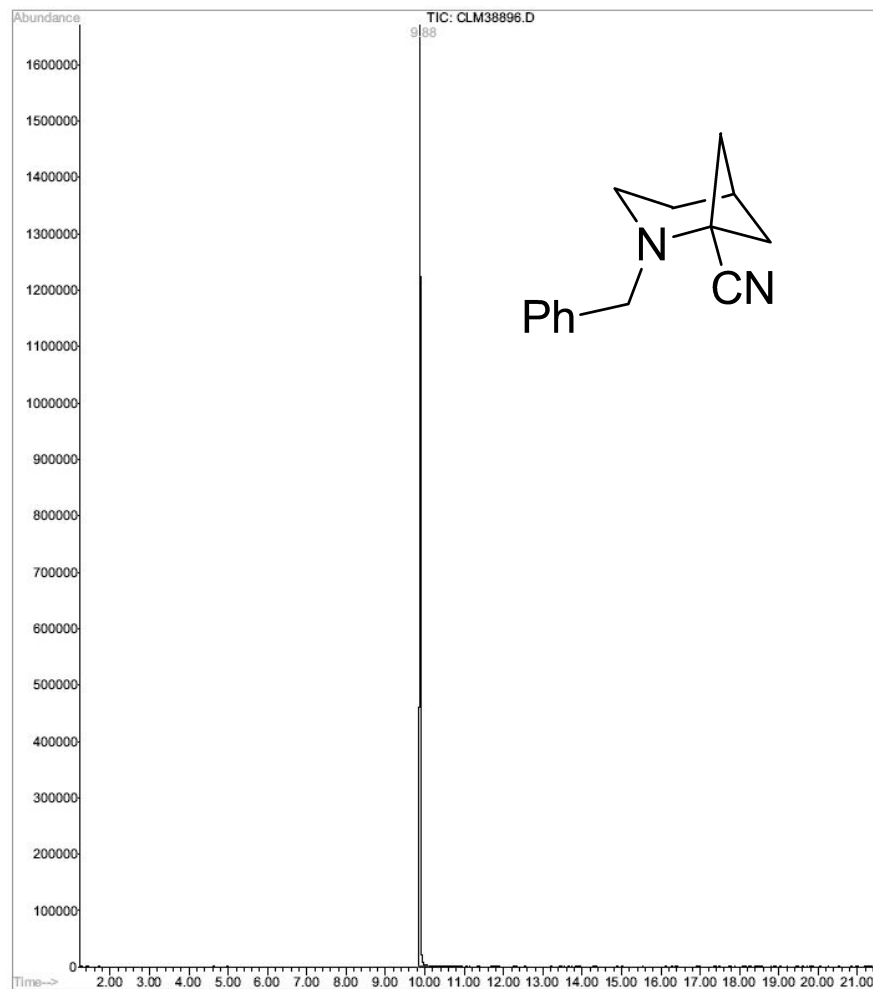
<sup>1</sup>H-NMR



# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ

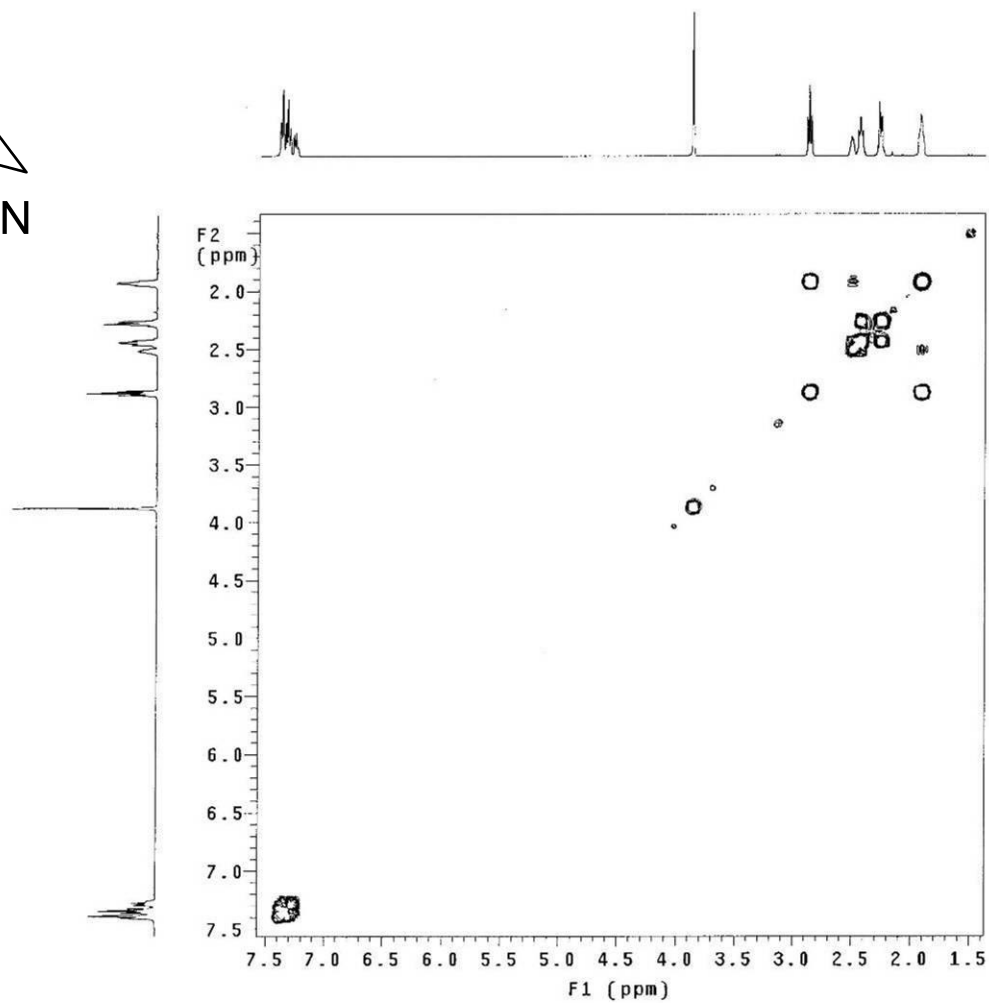
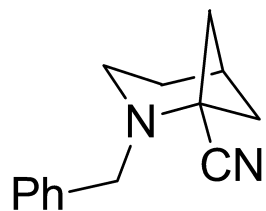


# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



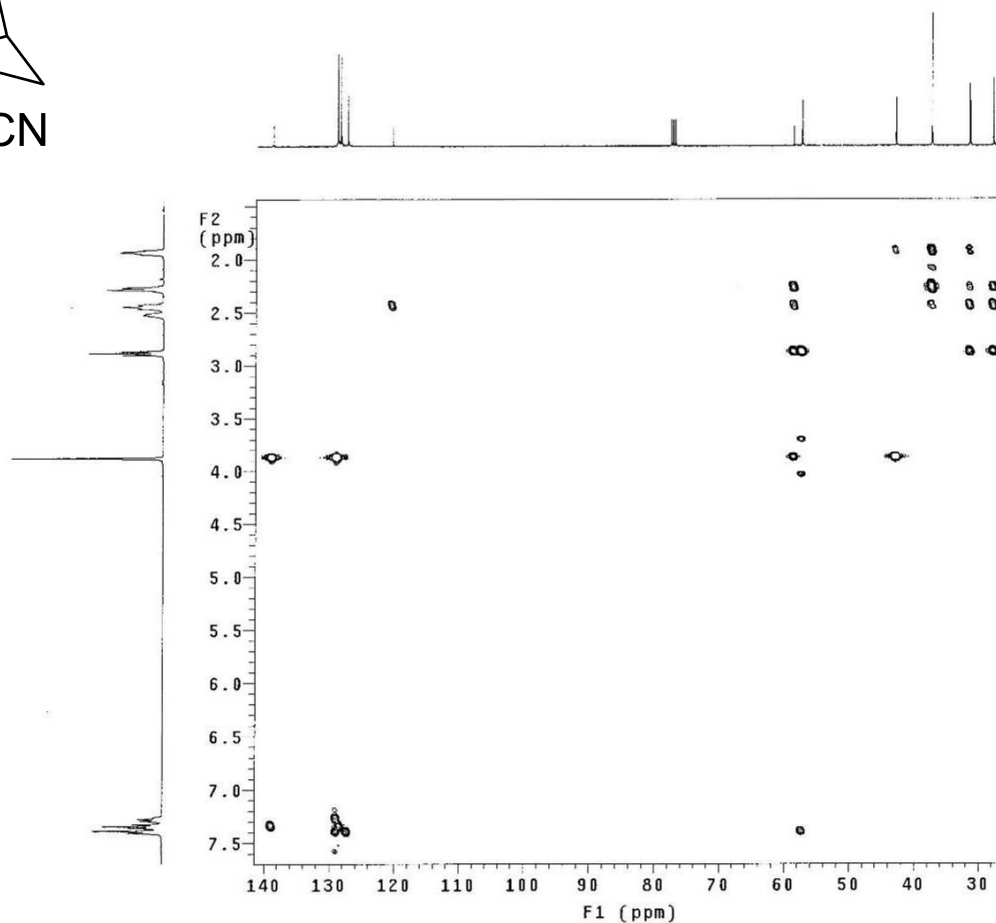
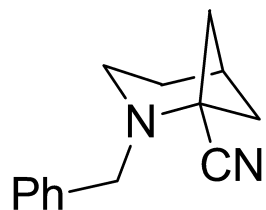
LC-MS; Peak Number: 1 at 9.89 min. Area: 29024744 Area %: 100.00.

# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



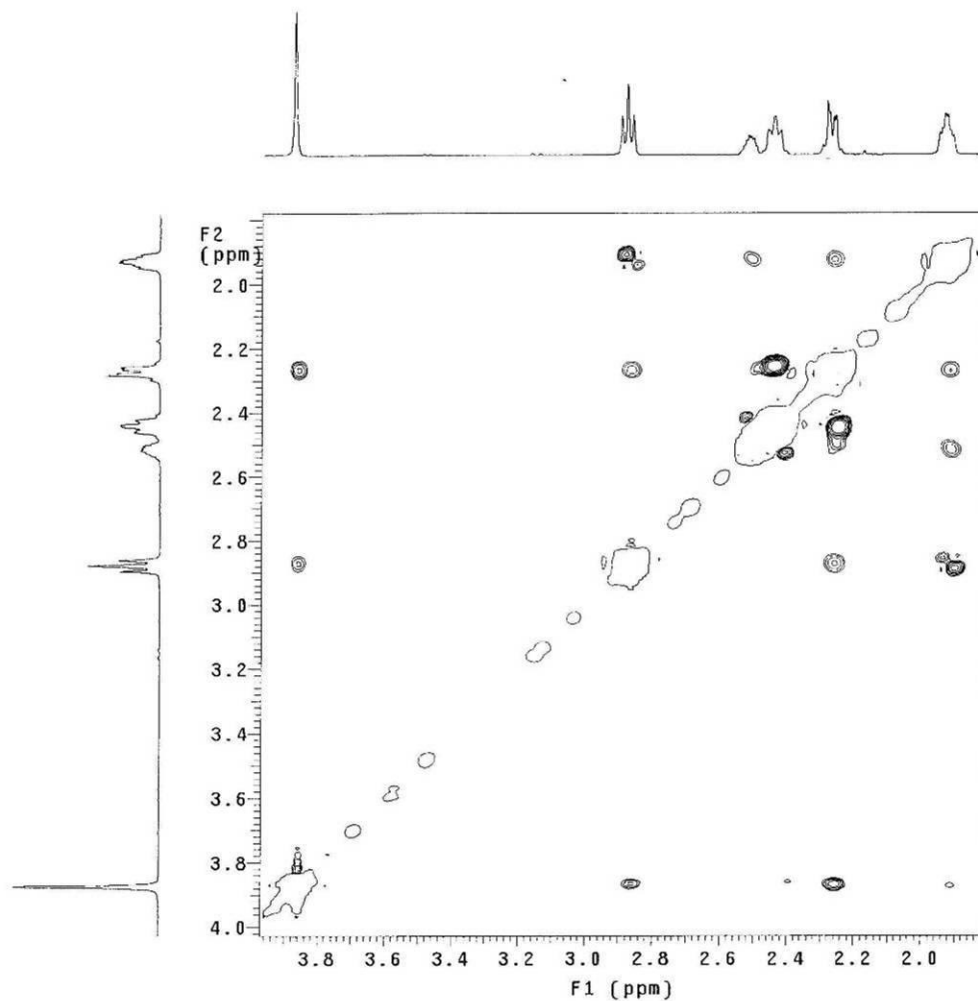
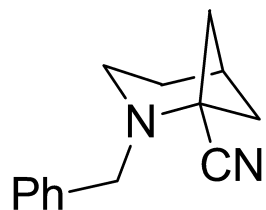
$^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ -COSY

# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



HMBC

# ІДЕНТИФІКАЦІЯ НОВИХ СПОЛУК – ВИМОГИ ДЛЯ ПУБЛІКАЦІЇ В СУЧАСНІЙ ХІМІЧНІЙ ЛІТЕРАТУРІ



NOESY