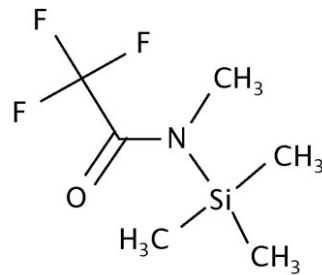


Derivatisierung

Ziel von Derivatisierungen in der GC ist es meist, polare, schlecht flüchtige Verbindungen in unpolare, besser flüchtige Verbindungen umzuwandeln.

Häufig angewandte Derivatisierungsmethoden

Trimethylsilylierung mit MSTFA (N-Methyl-N-trimethylsilyltrifluoracetamid)

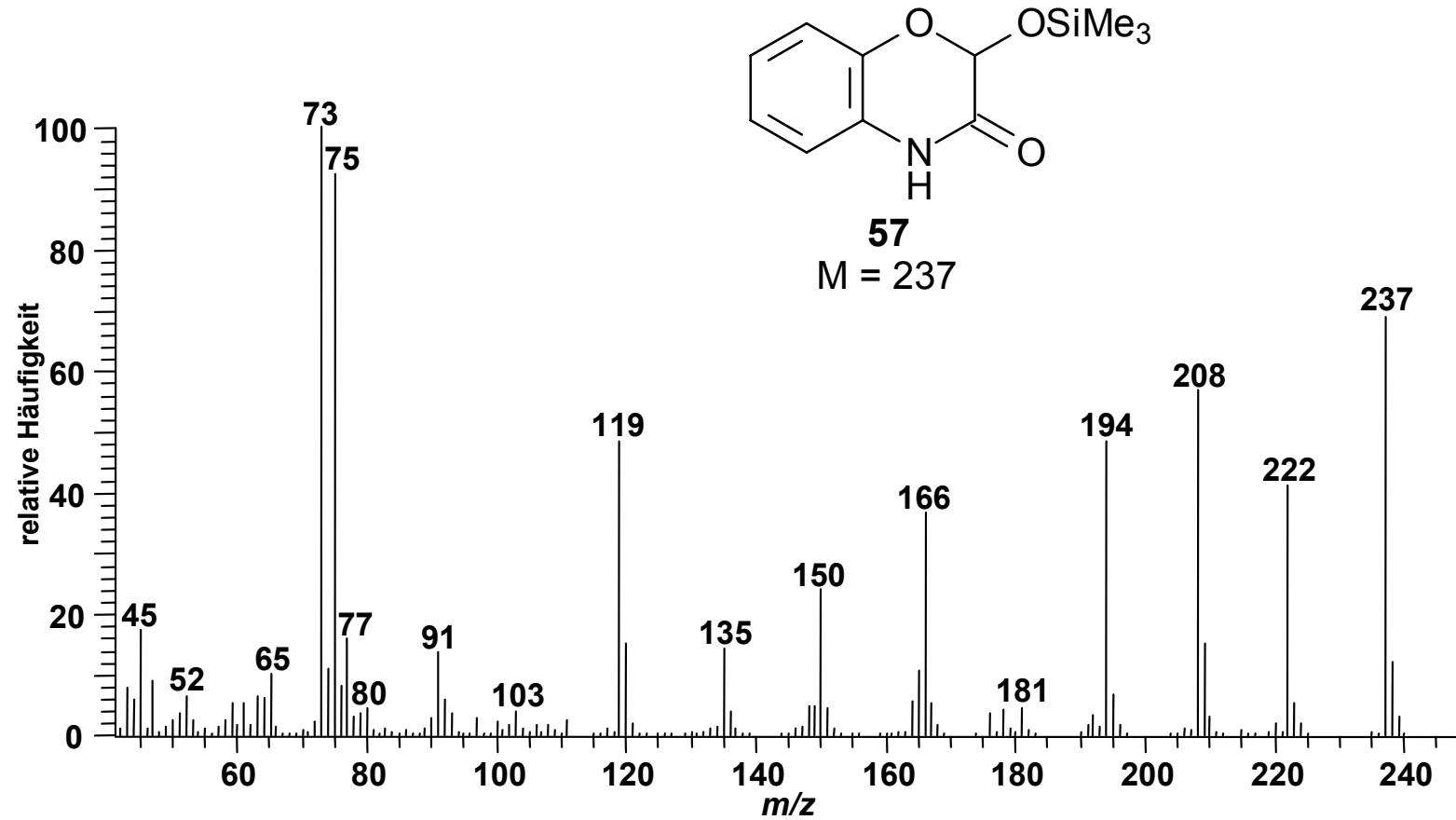


Methylierung mit Diazomethan (CH_2N_2)

Methylierung mit TMSCl/MeOH

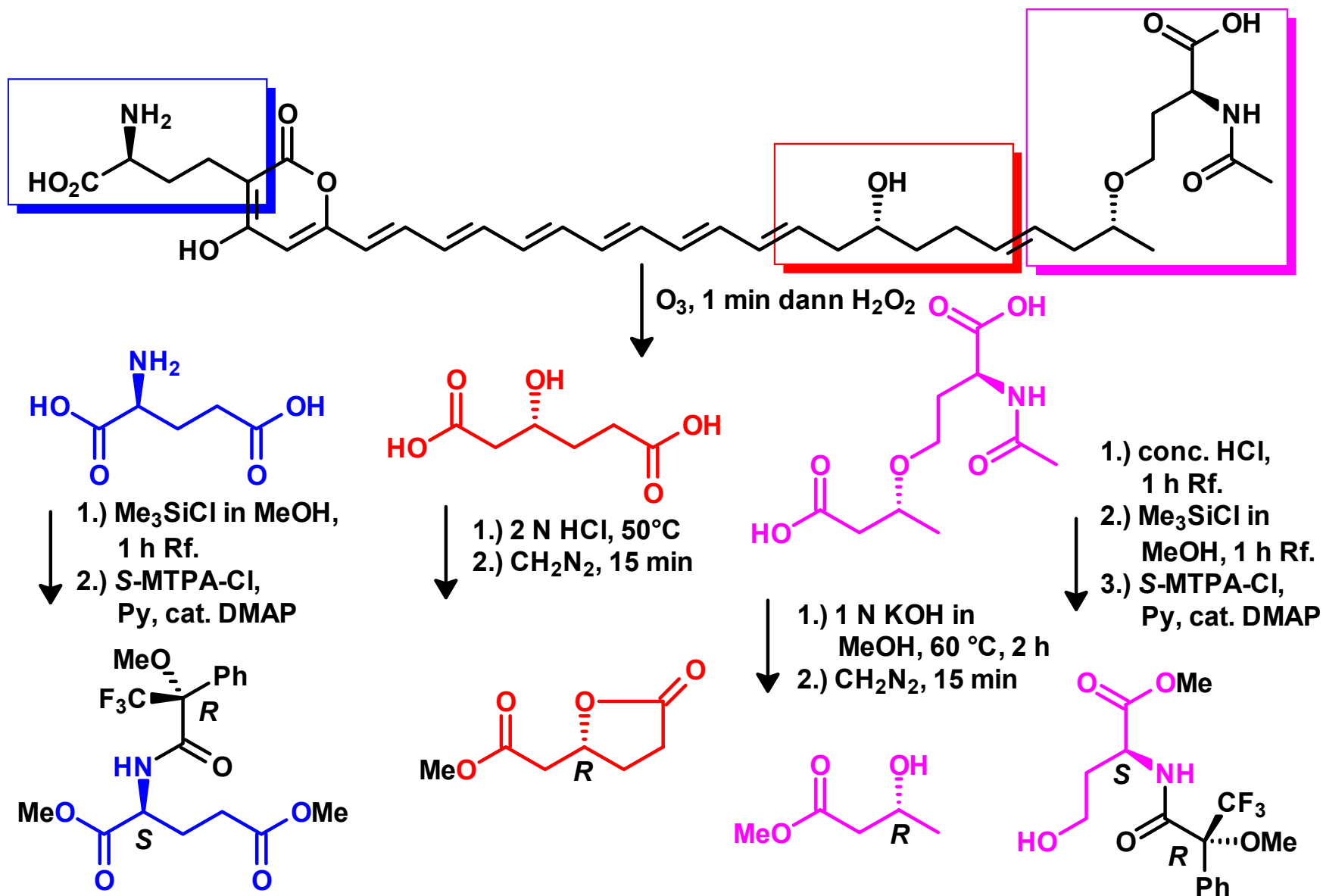
Derivatisierung

EI-MS einer trimethylsilylierten Verbindung



Konfigurationsaufklärung der Stereozentren

➔ Abbau des Mycenaaurins mittels Ozonolyse und anschließende Derivatisierung

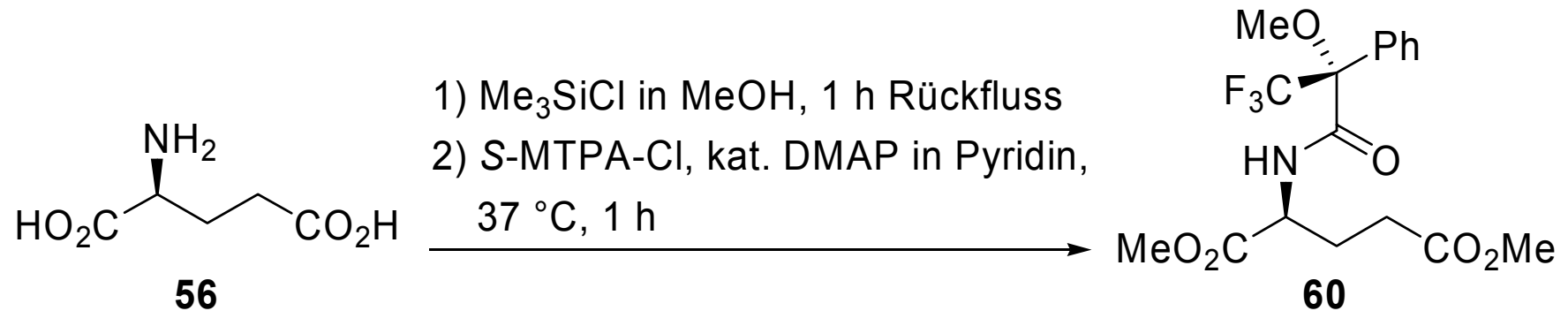


Konfigurationsaufklärung der Stereozentren

Aufklärung der Konfiguration an C-2' des Mycenaaurins

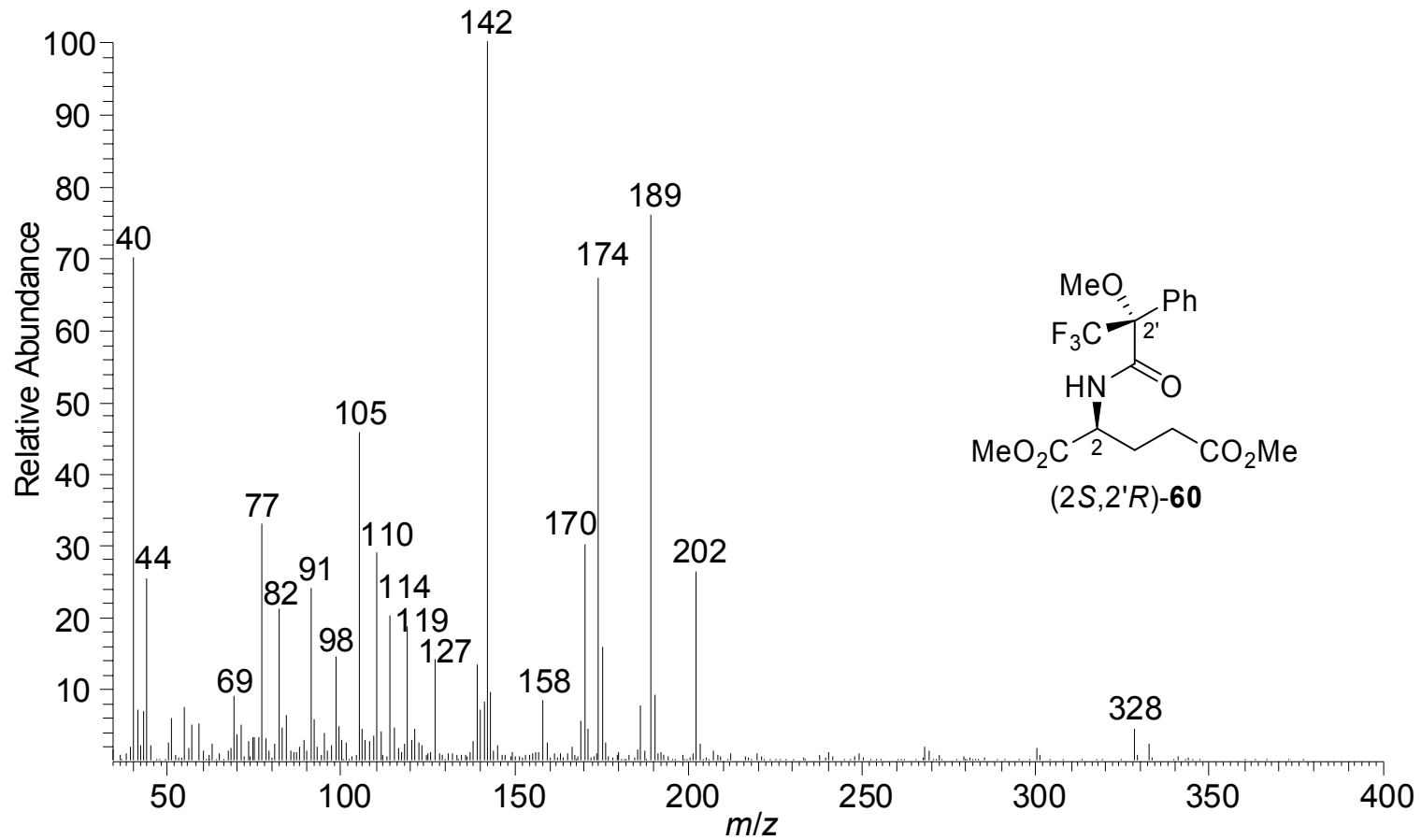
Überführung in Diastereomere → keine chirale Säule notwendig

Derivatisierung der Glutaminsäure (Abbauprodukt aus dem Naturstoff)



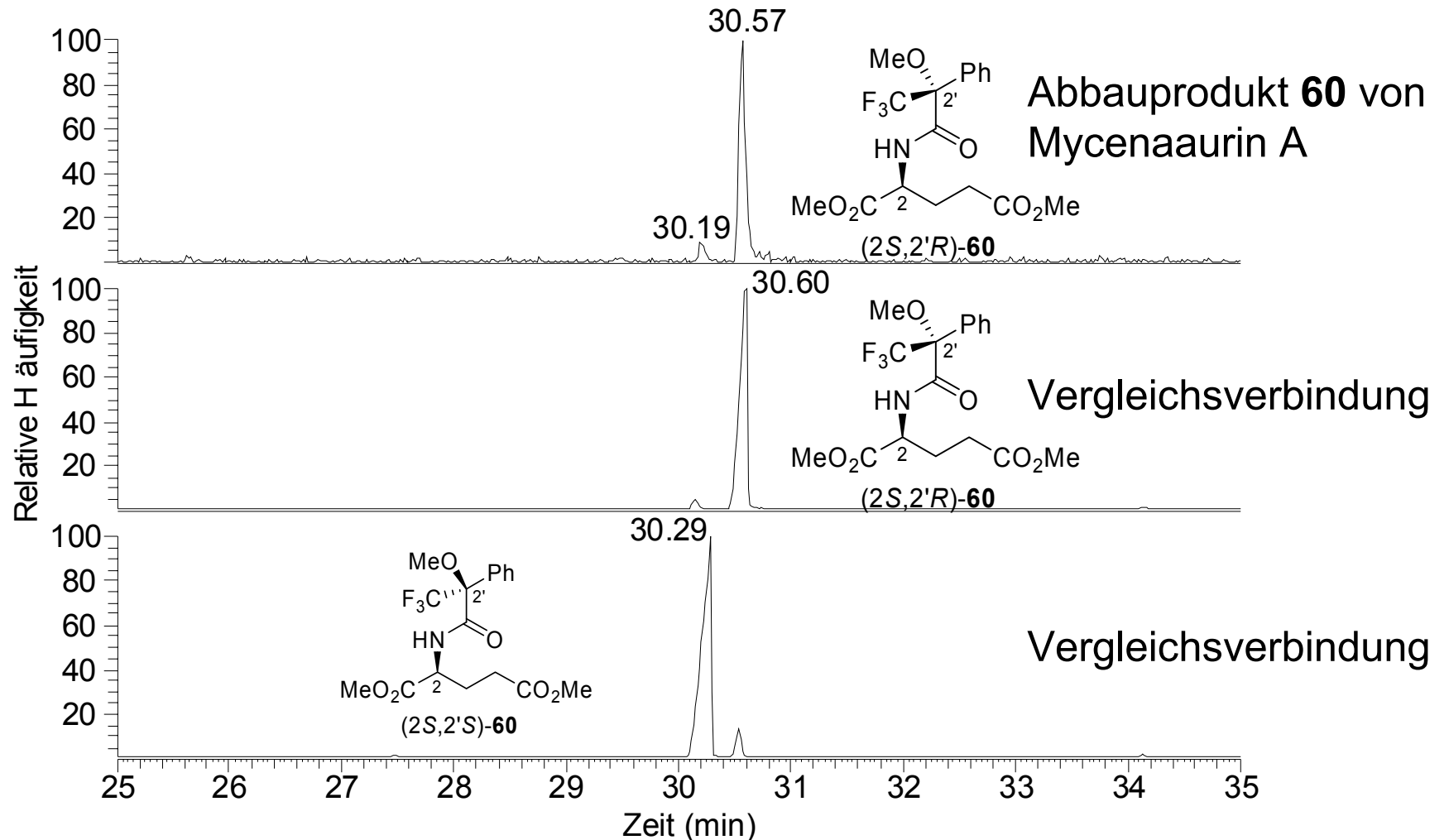
Konfigurationsaufklärung der Stereozentren

EI-MS des Glutaminsäurederivates **60**



Nichtchirale GC der verschiedenen Diastereomeren von 60

Säule: DB-5 (nichtchirale Säule)

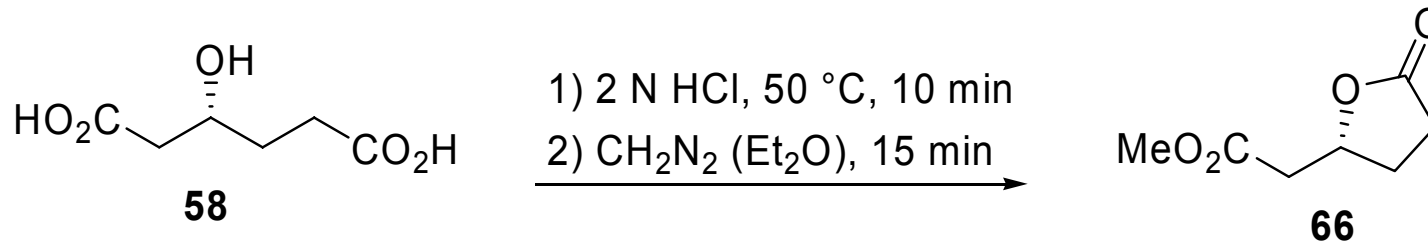


Mycenaaurin ist an C-2' S-konfiguriert.

Chirale Gaschromatographie

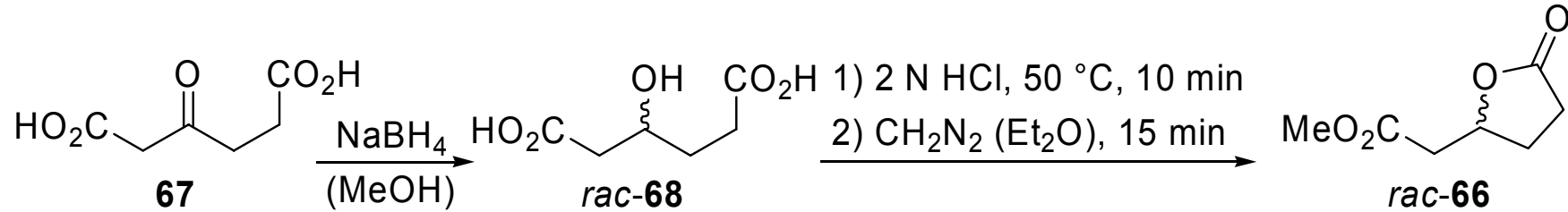
Aufklärung der Konfiguration an C-19 des Mycenaaurins

Derivatisierung der 3-Hydroxyhexandisäure **66** (Naturstoffabbauprodukt)

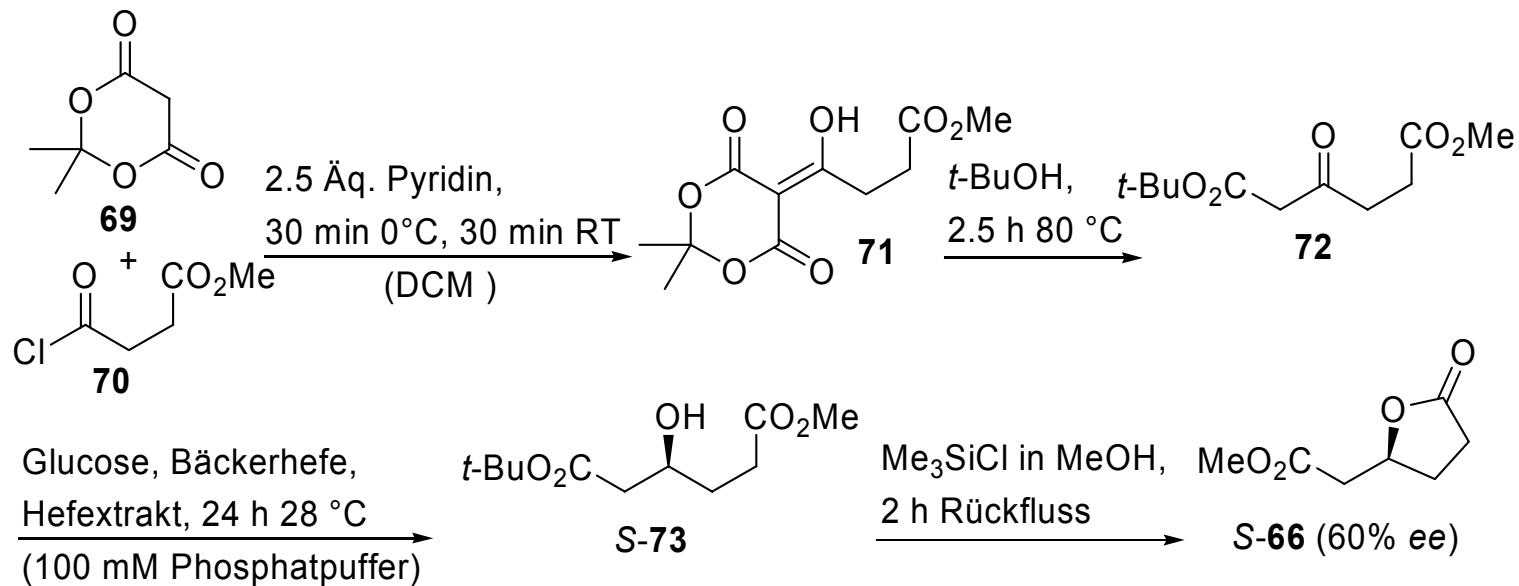


Chirale Gaschromatographie

Synthese des racemischen Lactons **66** als Vergleichsverbindung

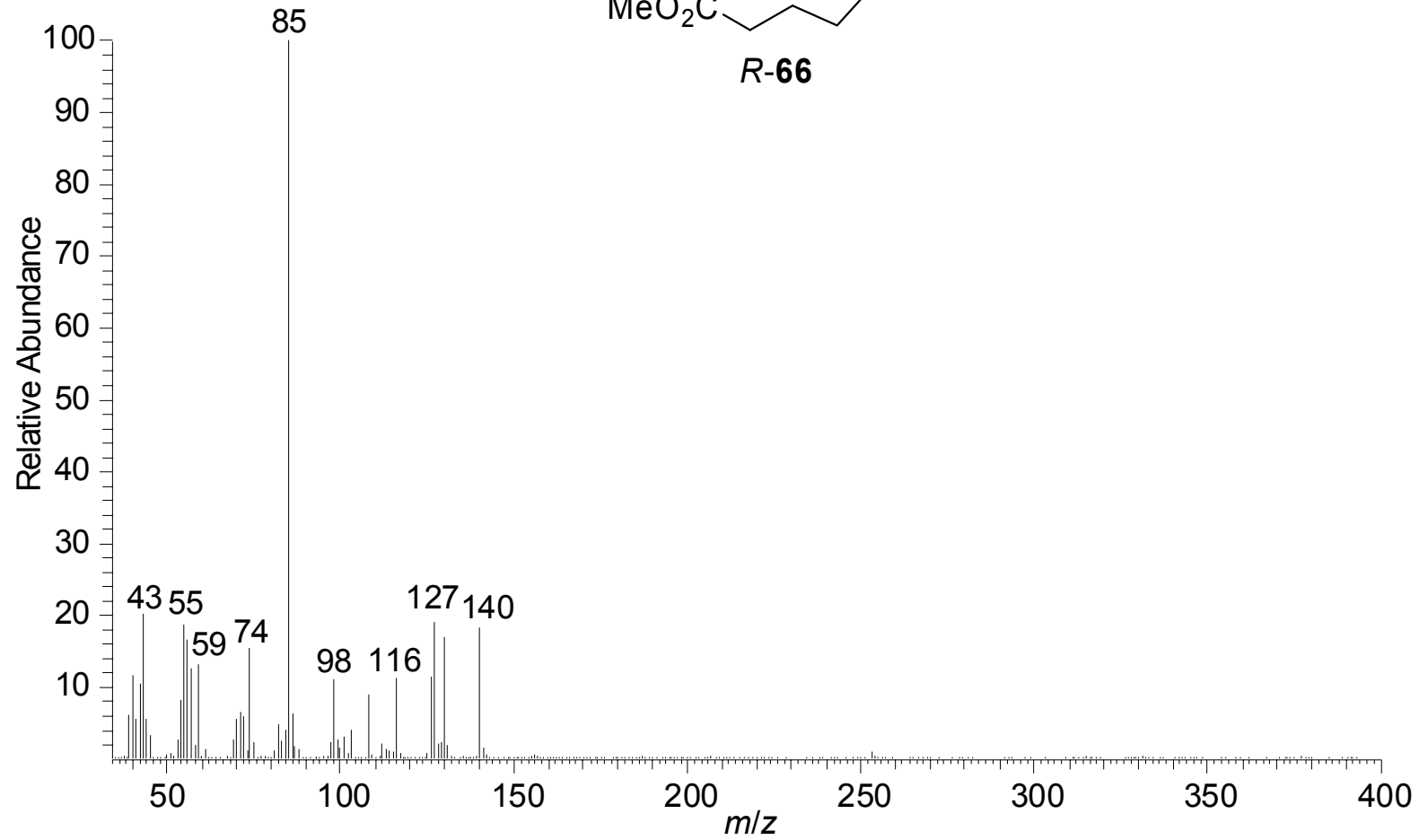
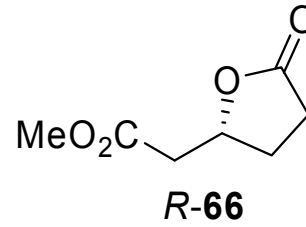


Stereoselektive Synthese des Lactons **66** als Vergleichsverbindung



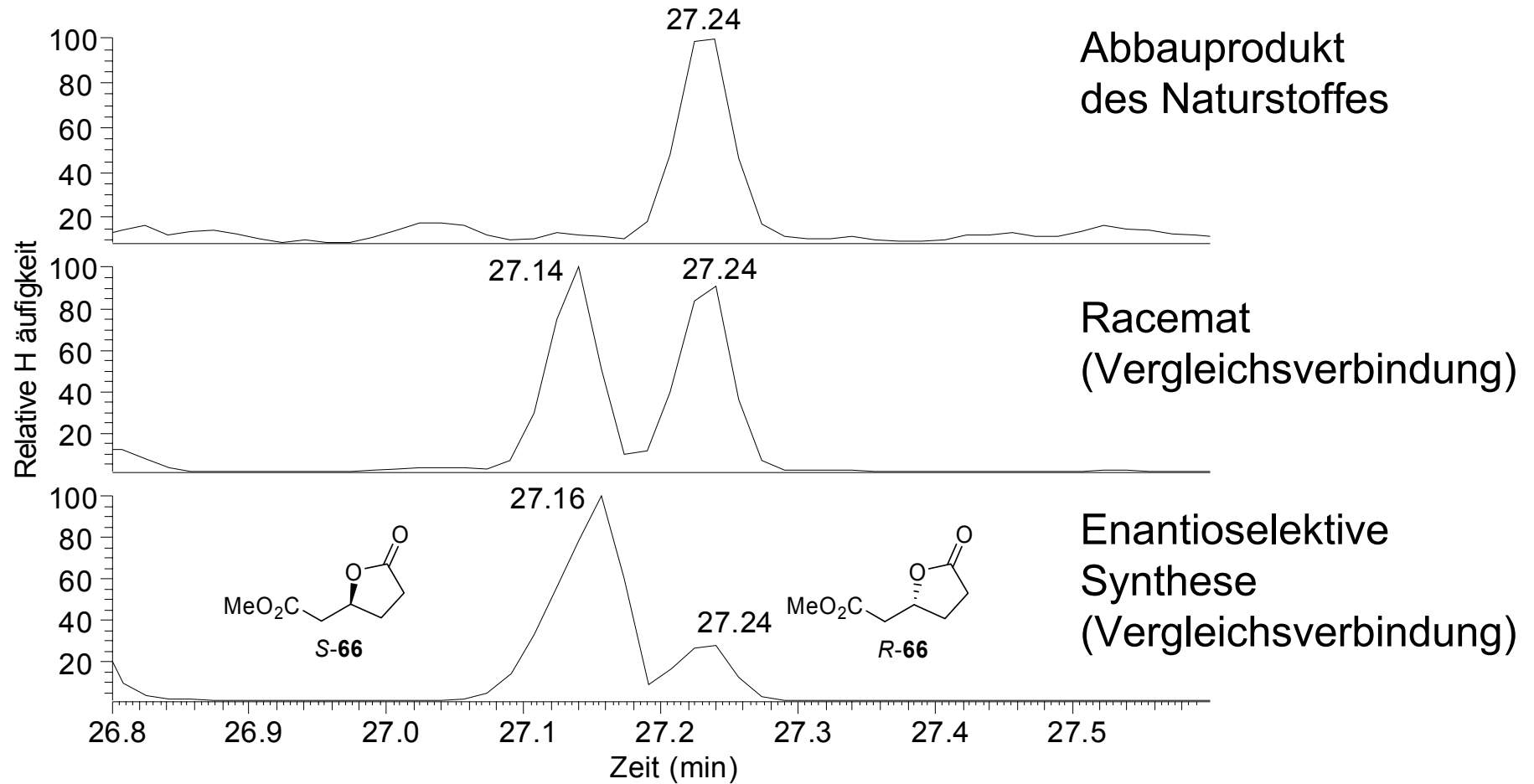
Chirale Gaschromatographie

EI-MS des Lactons **66**



Chirale Gaschromatographie

Säule: Betadex 120



Mycenaaurin ist an C-19 *R*-konfiguriert.