

Анализ молекулярного строения фунгицида методами 1D и 2D ЯМР-
спектроскопии

Е.С. Бабичева¹, Н.С. Шубина¹, А.М. Перепухов¹, А.В. Максимычев¹, С.В. Попков²

¹Московский физико-технический институт (государственный университет)

²Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева

Разработка новых химических средств защиты растений важна для развития агрохимической промышленности. При синтезе новых препаратов перед химиками встаёт проблема установления и подтверждения структуры полученных продуктов. В том числе, исключительно важна пространственная конфигурация соединений, от которой напрямую зависит эффективность биологически активных веществ. Конфигурация молекулы влияет на эффективность связывания с нужным сайтом белка.

Данная работа посвящена анализу строения фунгицида азольного ряда [1], синтезированного на кафедре химии и технологии органического синтеза РХТУ им. Д.И. Менделеева. Структура соединения приведена на рис. 1. Оно содержит в себе два хиральных центра (помечены знаком «*»), а также двойную связь. В сочетании эти факторы предполагают наличие восьми возможных геометрических изомеров.

При помощи методов одномерной ¹H и ¹³C ЯМР – спектроскопии, а также экспериментов протон-протонной корреляции COSY и спектров гетероядерной протон-углеродной корреляции HSQC и HMBC, было произведено однозначное отнесение сигналов всех протонов и углеродов. Регистрация спектров производилась на приборе Varian Unity Inova 500 WB с резонансной частотой на ядрах ¹H 500 МГц. Пространственная конфигурация определена с помощью 1D и 2D NOE-экспериментов, которые позволяют увидеть межпространственные взаимодействия протонов. Заключение о структуре молекулы позволяют сделать кросс-пики следующих протонов:

- ОН группы (4,07 м.д.) и протона при двойной связи (6,13 м.д.);
- ОН группы (4,07 м.д.) и протонов СН3 группы (1,23 м.д.)
- протона СН2 группы (4,31 м.д.) и протонов СН3 группы (1,23 м.д.)
- другого протона СН2 группы (4,75 м.д.) и протонов циклогексанового скелета (2,19 и 1,77 м.д.)

На основании полученных данных было сделано однозначное заключение о пространственной конфигурации вещества, представляющего собой (1R, 2S, 6E) – изомер.

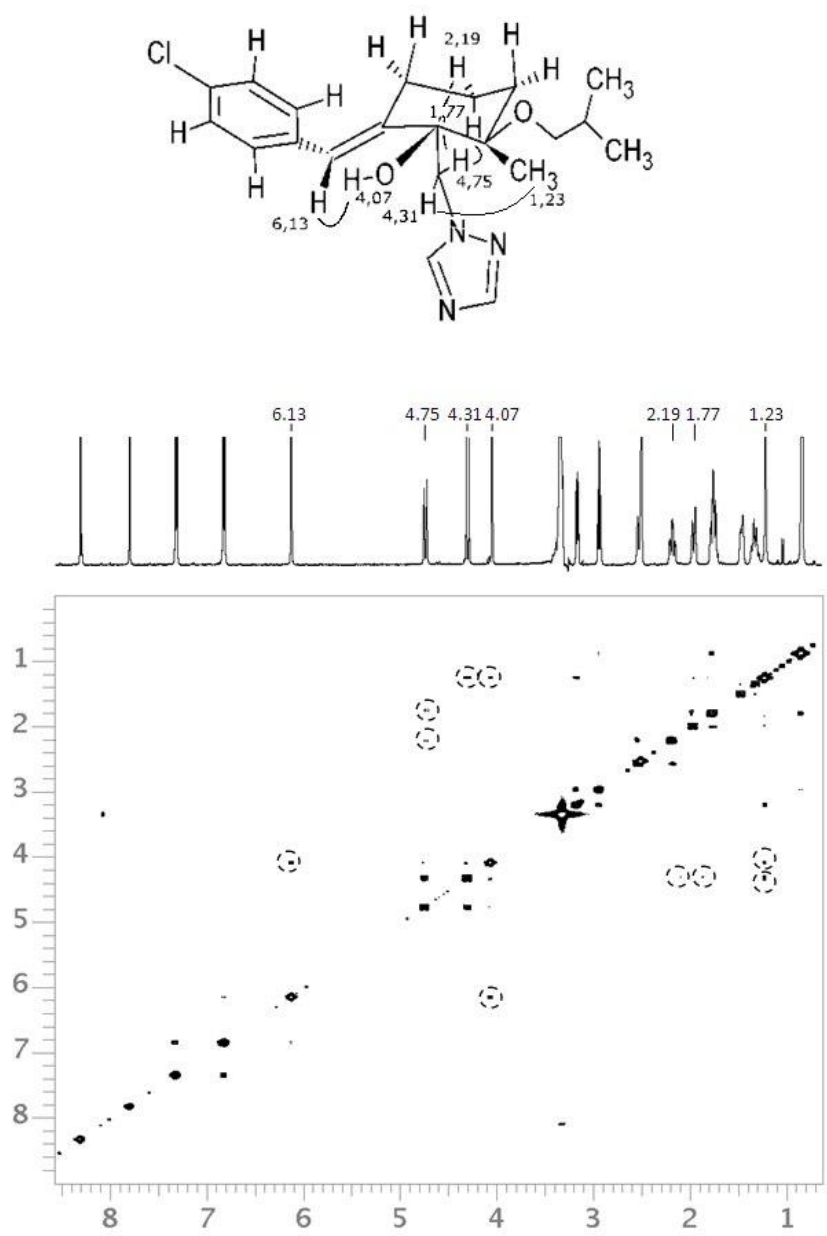


Рис. 1. Структура исследуемого соединения и фрагмент NOESY спектра вещества. Пунктиром в спектре обведены кросс-пики взаимодействующих через пространство протонов, значения химических сдвигов которых указаны на схеме

Литература

1. *Popkov S.V. [et al.]. The Synthesis and Fungicidal Activity of 2-Substituted 1-Azol-1-ylmethyl-6-arylidencyclohexanols. – Pestic. Sci. – 1997. – V. 49. – P. 125-129.*
2. *Дероум Э. – Современные методы ЯМР для химических исследований. – М.: Мир, 1992, 401 с.*