

Supplement Material

Synthesis of 33-(*R,S*)-Bromo-33-deoxyoligomycin A

Lyudmila N. Lysenkova,^{a@} Oleg Y. Saveljev,^b Alexander M. Korolev,^a Valery N. Danilenko,^c Olga B. Bekker,^c Dilara A. Mavletova,^c Aleksey A. Vatlin,^c Olga A. Omelchuk,^a Andrey E. Shchekotikhin^{a,@}

^a*Gause Institute of New Antibiotics, Moscow, 119021, Russian Federation.*

^b*Lomonosov Moscow State University, Moscow, 119991, Russian Federation.*

^c*Vavilov Institute of General Genetics, Moscow, 119333, Russian Academy of Sciences.*

[@]*Corresponding author E-mail: lyudmil-lys@yandex.ru*

[@]*Corresponding author E-mail: shchekotikhin@mail.ru*

Дополнительные материалы

Синтез 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиполигомицина А

Людмила Н. Лысенкова,^{a@} Олег Ю. Савельев,^b Александр М. Королев,^a Валерий Н. Даниленко,^c Ольга Б. Беккер,^c Дилара А. Мавлетова,^c Алексей А. Ватлин,^c Ольга А. Омельчук,^a Андрей Е. Щекотихин^{a@}.

^a*Институт по изысканию новых антибиотиков имени Г.Ф. Гаузе, Москва, 119021, Российская Федерация.*

^b*Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Москва, 119991, Российская Федерация.*

^c*Институт общей генетики Российской академии наук имени Н.И. Вавилова, Москва, 119333, Российская Федерация.*

[@]*E-mail: lyudmil-lys@yandex.ru*

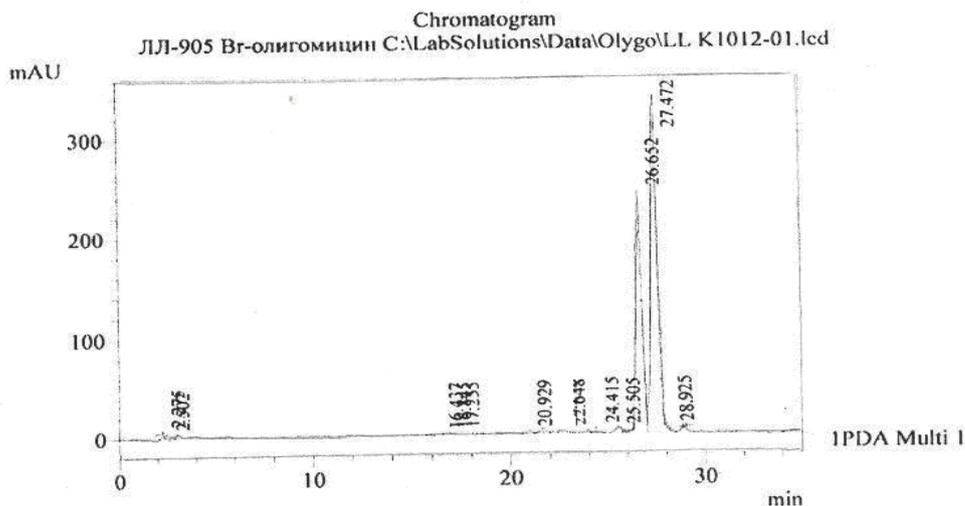
[@]*E-mail: shchekotikhin@mail.ru*

Аналитическую ВЭЖХ проводили с использованием хроматографа Shimadzu LC-20 AD (Shimadzu Corporation, Japan) на колонке Kromasil-100- C18, размером 5мкм, 4,6x250 мм. Объем петли инжектора – 20 мкл. Детектирование проводили при длине волны 230 нм. Элюирование проводили в течение 35 мин, системой MeCN-H₂O в градиентном режиме, при котором содержание MeCN изменялось от 80 до 95% за первые 10 мин, при скорости потока – 1 мл/мин.

ИК-спектр регистрировали с использованием ИК-Фурье спектрометра Nicolet-iS10 (детектор DTGS, светоделиитель KBr) с приставкой Smart Performer, оснащенный ZnSe кристаллом (Nicolet, Madison, WI, USA). Измерение проводили при разрешении 4 см⁻¹; зона спектра 4000-650 см⁻¹. Спектр обрабатывали с использованием программы OMNIC - 7.0. Оптическое вращение измеряли на поляриметре AA55 Polarimeter (Optical Activity Ltd, Великобритания).

Для бромоолигомицина А (**3**) зарегистрированы спектры ЯМР ¹H и ¹³C, а также ряд двумерных спектров (COSY, ¹³C-HSQC, ¹³C-HMBC, ROESY). Спектры ЯМР регистрировались на спектрометре Bruker Avance 600 с частотой протонного резонанса 600 МГц (Bruker Daltonics GmbH, Бремен, Германия). Вещество растворялось в дейтерохлороформе (10 мг в 550 мкл CDCl₃). Все спектры регистрировались при температуре 298К. Шкала хим. сдвигов выставлялась в спектрах ¹H и ¹³C, по сигналам TMS и дейтерохлороформа. Двумерные спектры регистрировались на инверсном датчике (TXI) с импульсным градиентом поля. Спектр COSY выполнен в варианте с фильтром двухквантовой когерентности (DQF). В спектрах HSQC использовался градиентный выбор когерентности с детектированием по методу эхо-антиэхо. Для разделения сигналов диастереомерных форм зарегистрирован спектр с большим размером данных вдоль размерности ¹³C: 3200 инкрементов, при сокращенном размере окна (1 ÷ 79 м.д.),

соответственно, с высоким физическим разрешением (3.68 Гц вдоль размерности ^{13}C). В спектре ROESY время смешивания 300 мс.



I PDA Multi I / 230nm 4nm

PeakTable

PDA Ch I 230nm 4nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Area %
1	2.275	50094	7919	0.331
2	2.502	54141	4313	0.358
3	16.437	30579	1142	0.202
4	16.845	34938	1796	0.231
5	17.255	119989	1939	0.793
6	20.929	45338	2579	0.300
7	21.691	109702	4841	0.725
8	22.242	44427	2288	0.294
9	22.648	107751	3442	0.712
10	24.415	117119	5674	0.774
11	25.505	96495	4737	0.638
12	26.652	5477528	243157	40.201
13	27.472	8053538	337814	53.225
14	28.925	110053	4663	0.727
Total		15131045	651085	100.000

Method

<<LC Program>>

Time	Unit	Command	Value
0.10	Pumps	B.Conc	80
10.00	Pumps	B.Conc	95
40.00	Pumps	B.Conc	95
43.00	Pumps	B.Conc	80
55.00	Controller	Stop	

Method Filename : WAT Oligo.lcm

Shimadzu LC-20AD; 2-System WAT, Colon Kromasil 100-C18, size 5µm, 4,6*250mm, N 62512

Рисунок Д1. ВЖХ 33-(R,S)-Бромо-33-дезоксиполигомицина А.

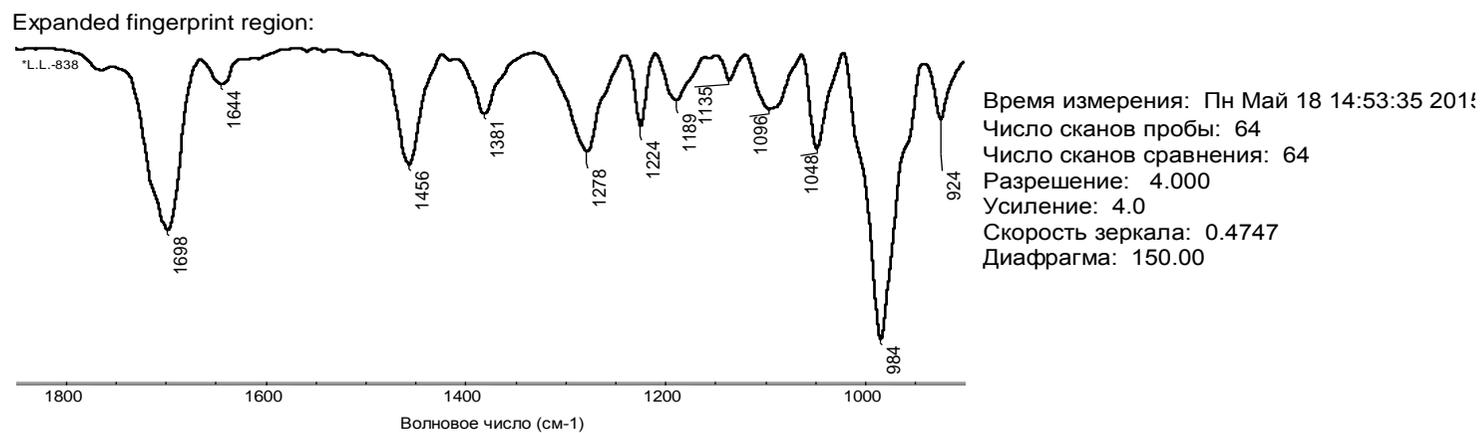
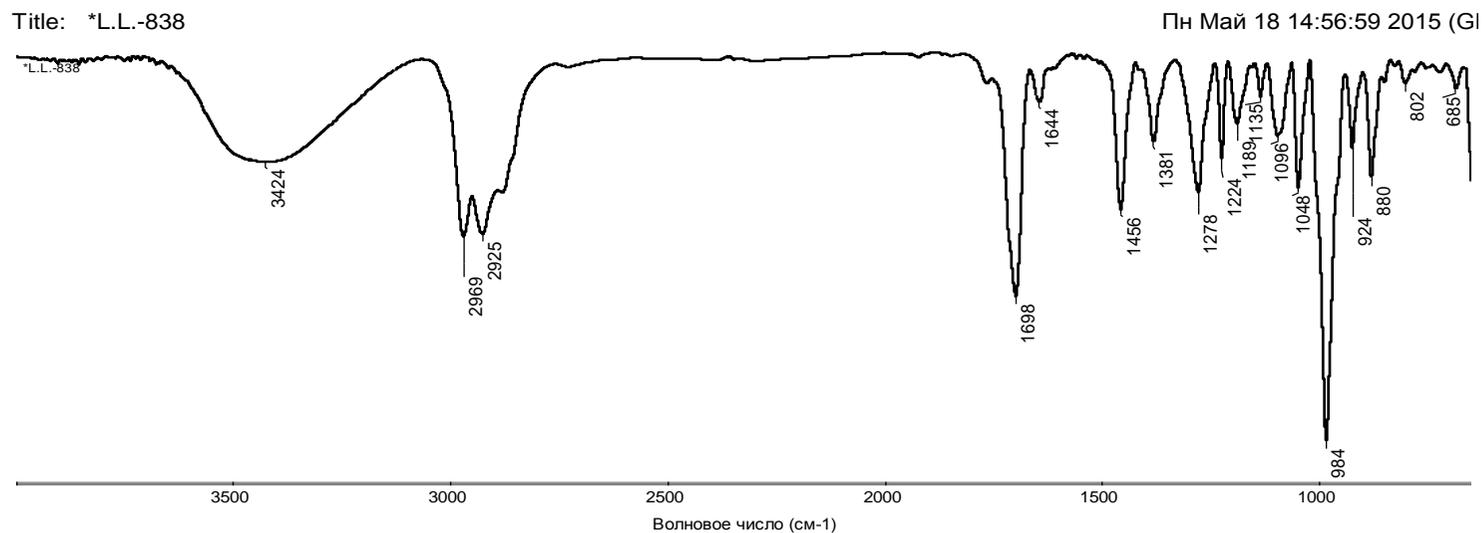


Рисунок Д2. ИК-спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

Bruker Topspin 2.1 on AV600
LL828 1 1
zg
15.05.2015

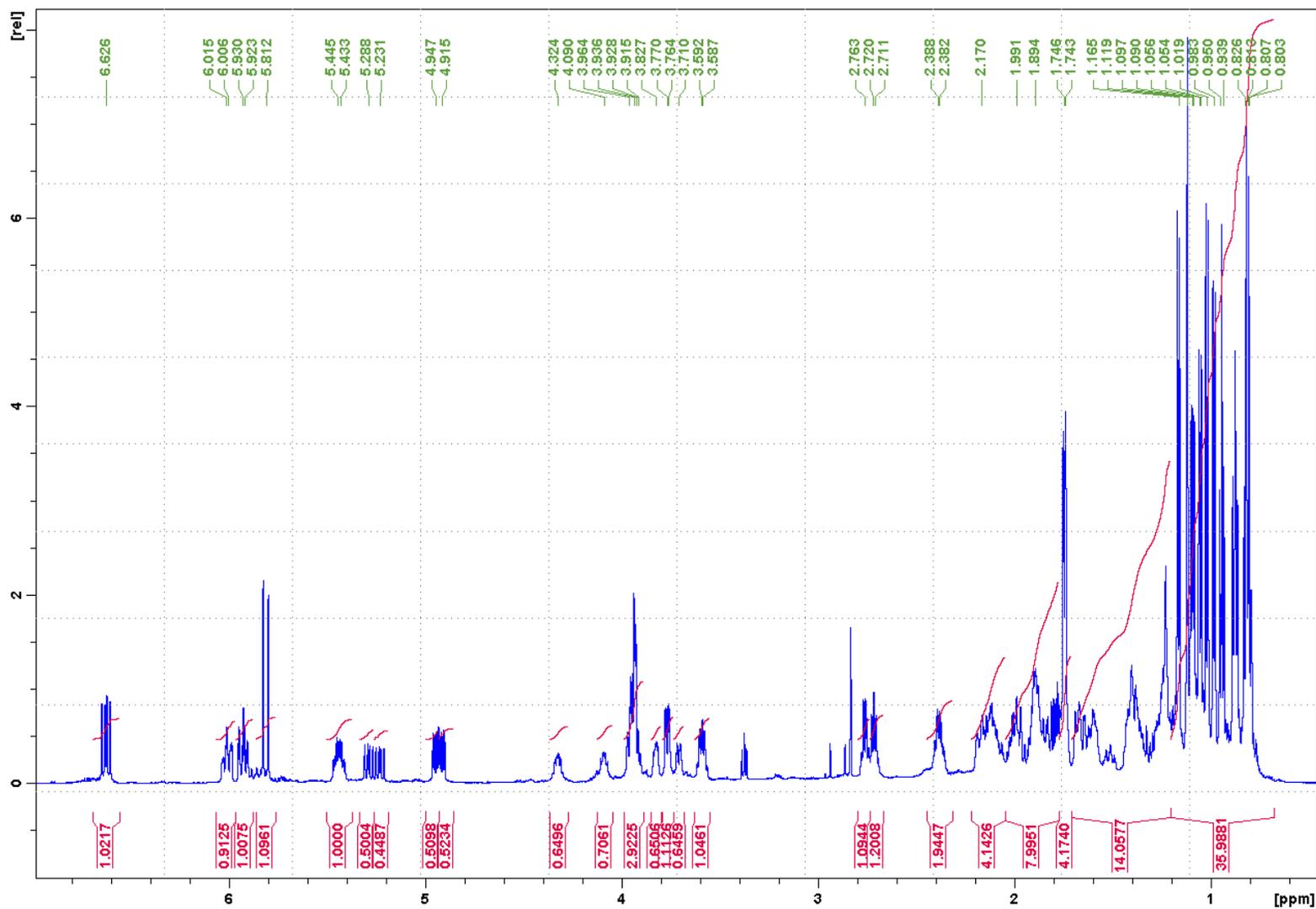


Рисунок Д3. ^1H ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

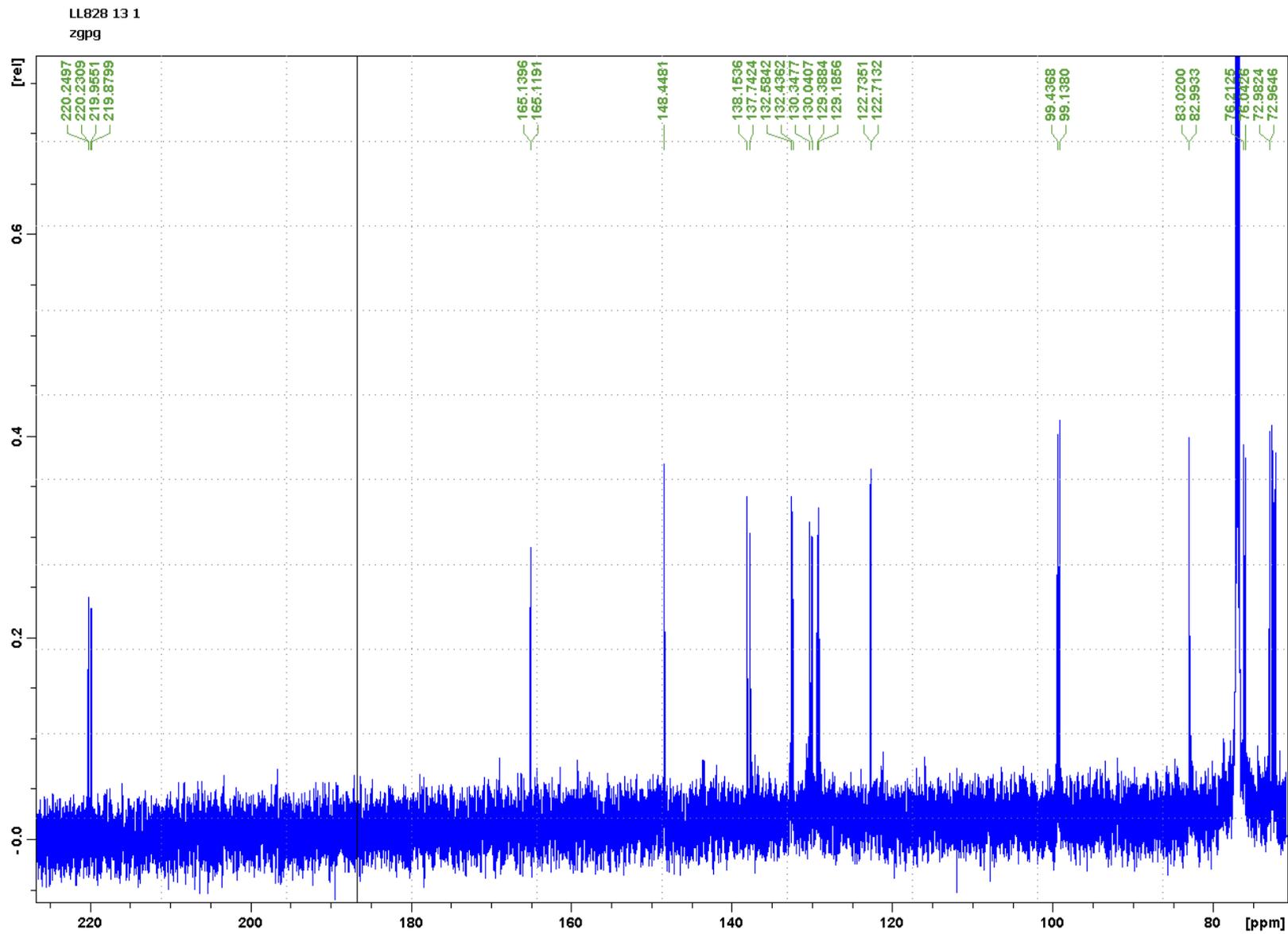


Рисунок Д4. ^{13}C ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

LL828 13 1
zpgg

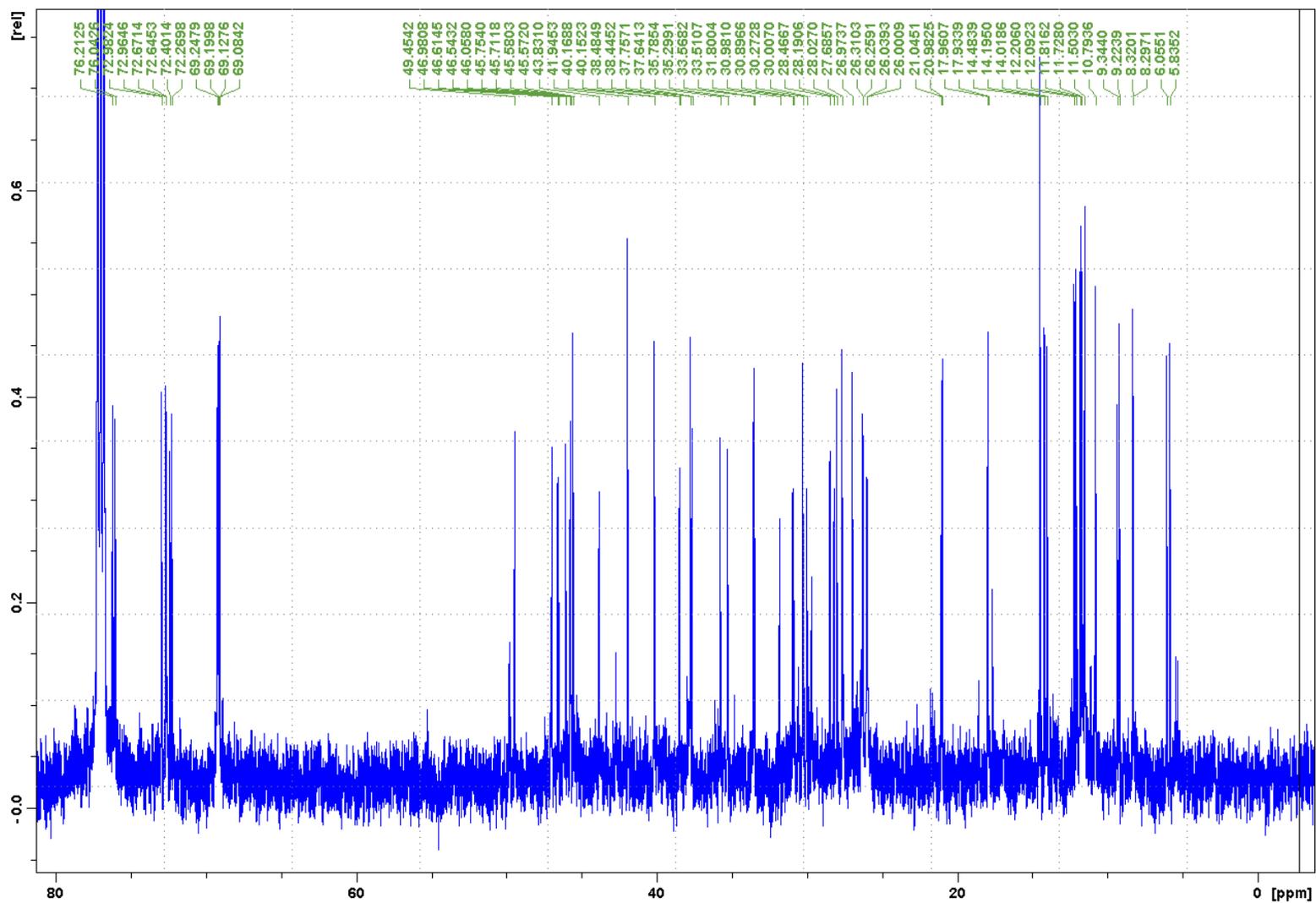


Рисунок Д5. ^{13}C ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиполигомицина А

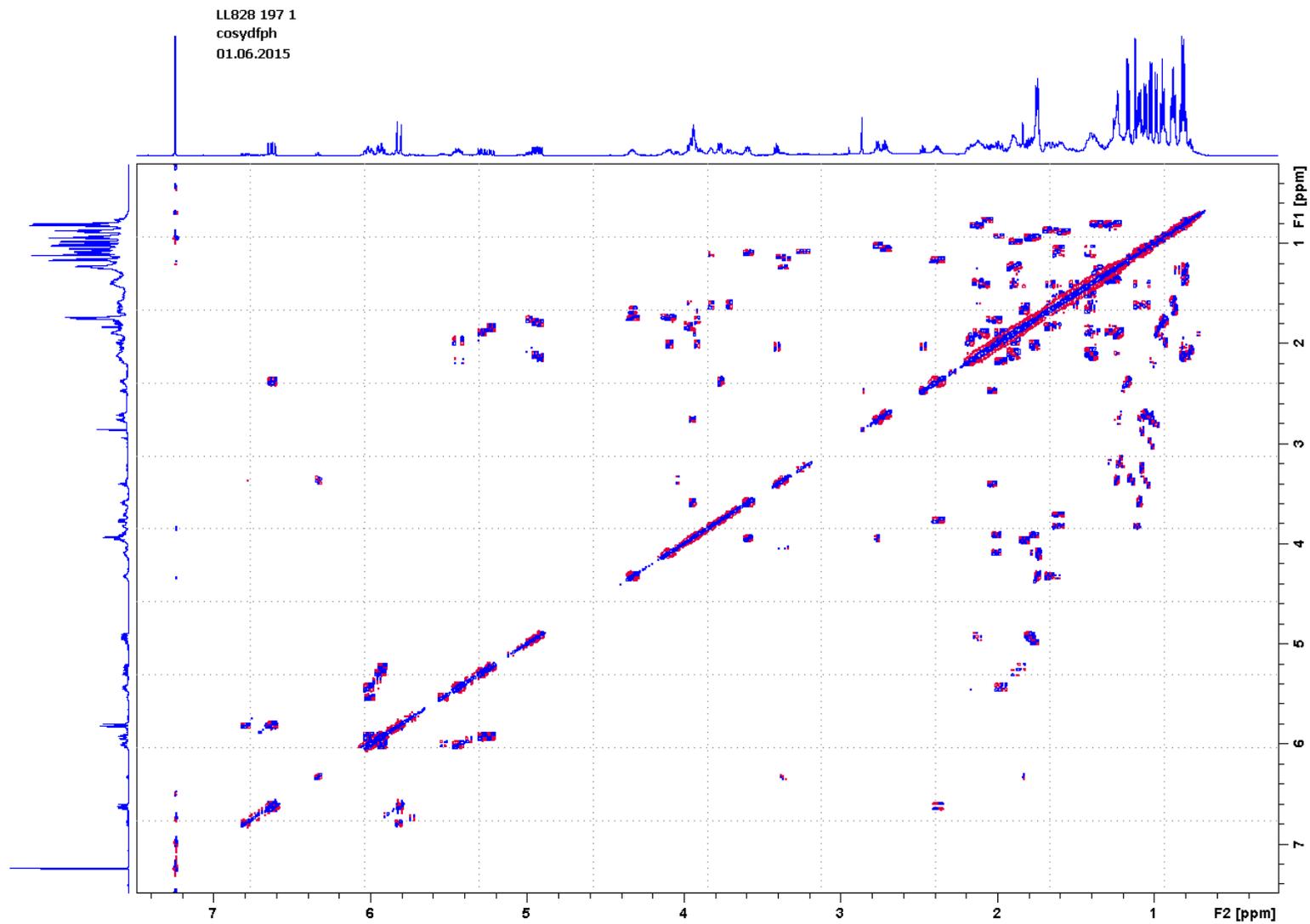


Рисунок Д6. DQF COSY ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

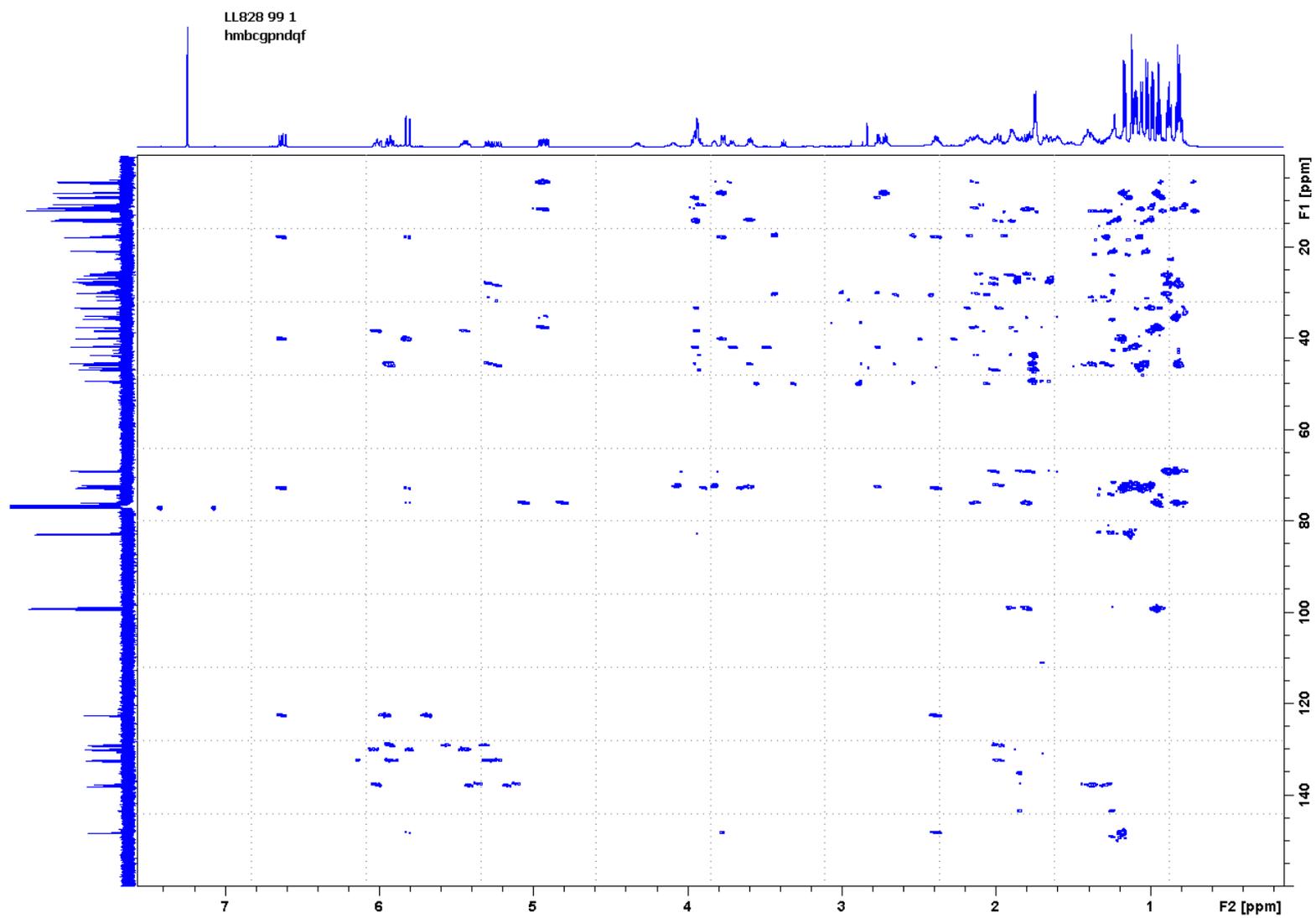


Рисунок Д7. ^1H - ^{13}C НМВС ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

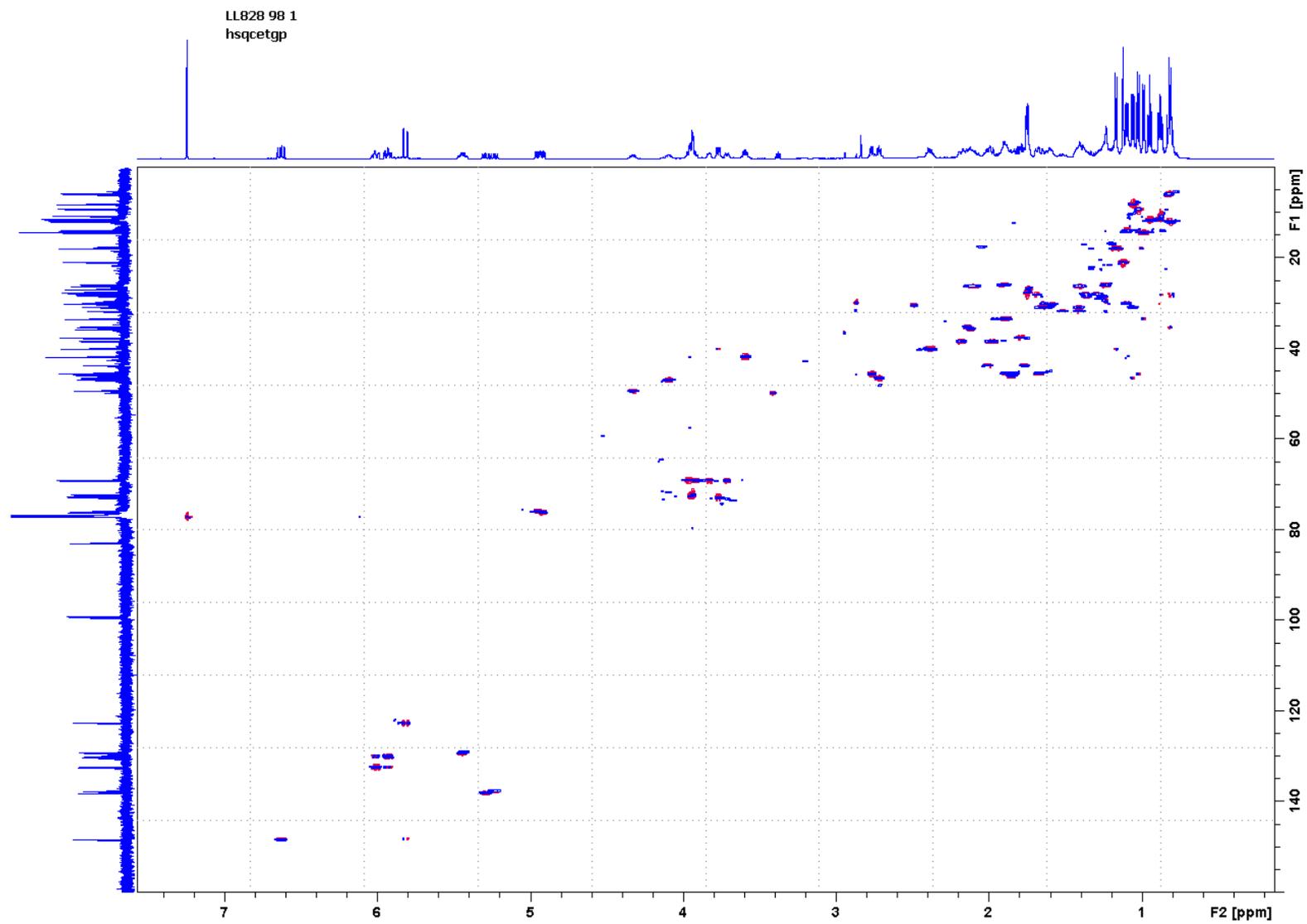


Рисунок Д8. ^1H - ^{13}C HSQC ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

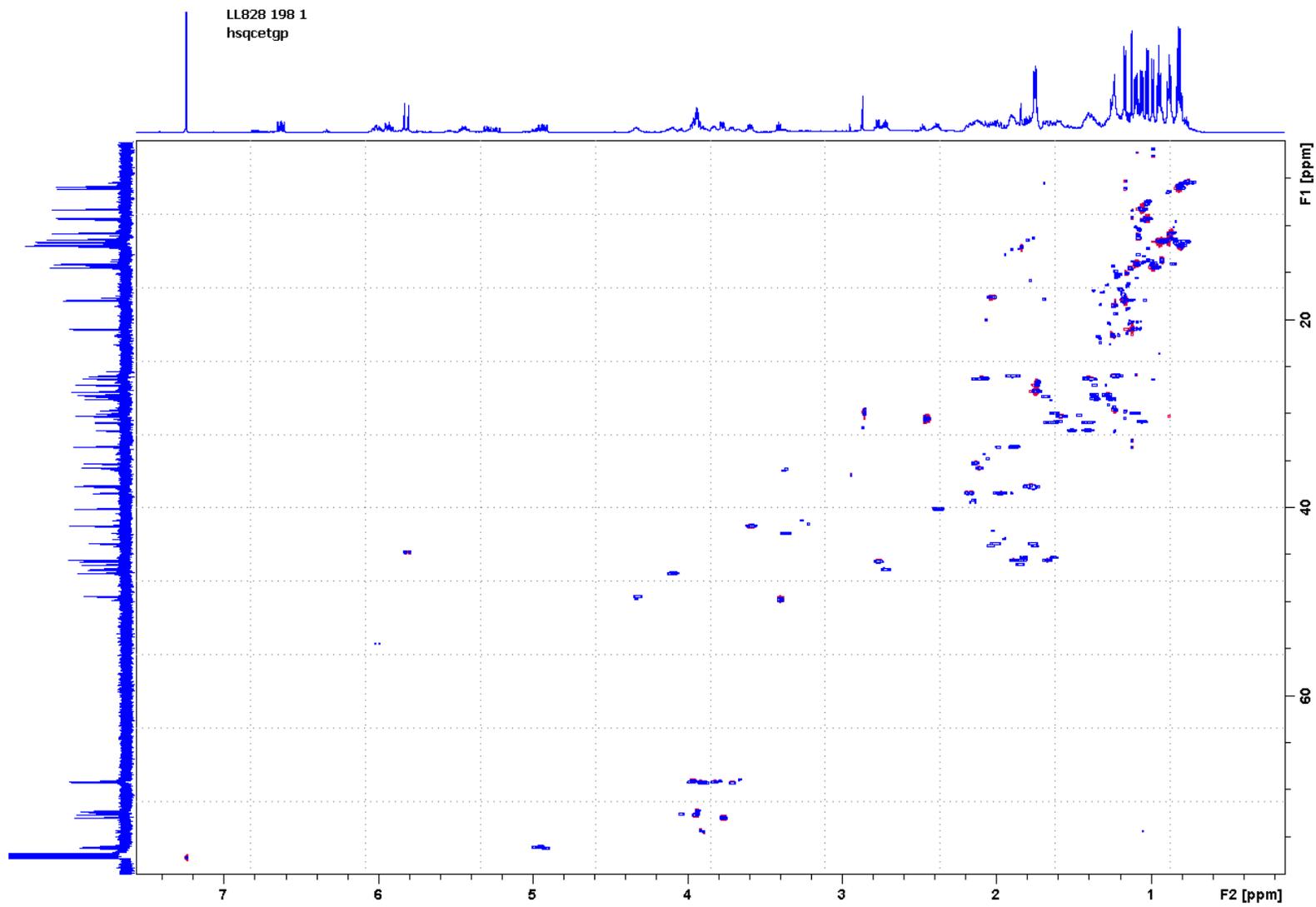


Рисунок Д9. ^1H - ^{13}C HSQC HIGH ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиолигомицина А

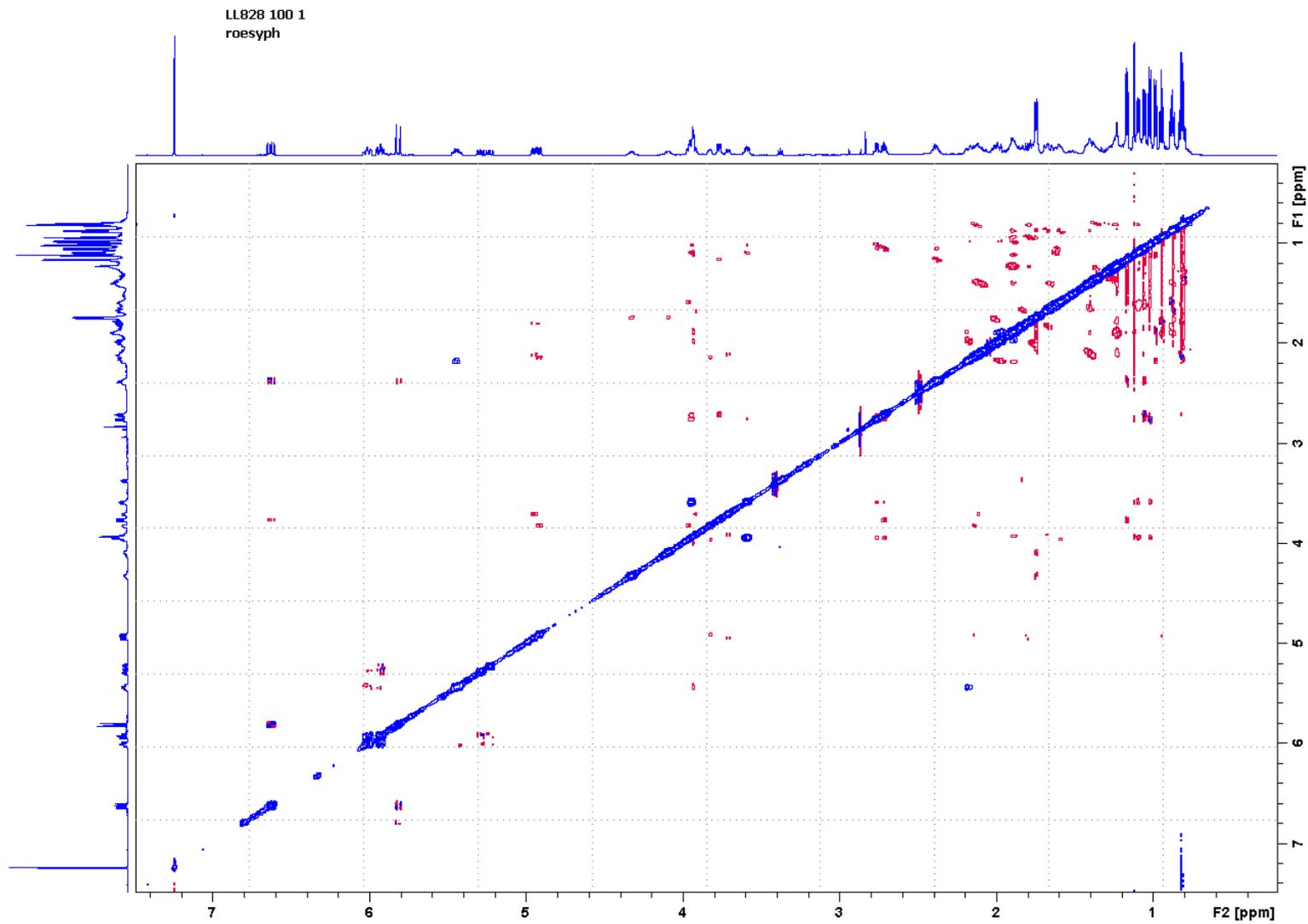


Рисунок Д10. ^1H - ^1H ROESY ЯМР спектр 33-(*R,S*)-Бромо-33-дезоксиполигомицина А