

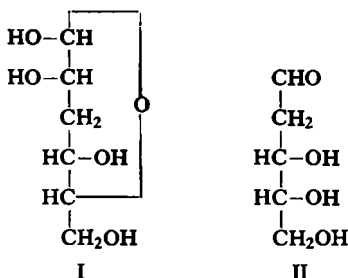
## GERHARD REMBARZ

## Notiz über den Abbau von 3-Desoxy-D-hexosen zu 2-Desoxy-D-pentosen mit Bleitetraacetat

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität Rostock

(Eingegangen am 20. Januar 1962)

3-Desoxy-D-mannose (I) verbraucht rasch 1 Mol. Bleitetraacetat<sup>1)</sup>. Die Reaktion ist zur präparativen Gewinnung der 2-Desoxy-D-ribose (II) geeignet. Man löst I in Methanol und behandelt mit etwas mehr als 1 Mol. Bleitetraacetat. Nach der Aufarbeitung, wie unten beschrieben, erhält man II in 60-proz. Ausbeute als Sirup, der chromatographisch einheitlich ist und mit Hilfe des Anilids<sup>2)</sup> identifiziert wird. Die primär entstehende 4-Formyl-2-desoxy-D-ribose ist bei der Aufarbeitung verseift worden.



3-Desoxy-D-galaktose<sup>3)</sup> liefert nach dem gleichen Verfahren 2-Desoxy-D-xylose, die als  $\alpha$ -Benzyl-phenylhydrazon<sup>3)</sup> isoliert wird.

*2-Desoxy-D-ribose-anilid*: 1.6 g (0.01 Mol) 3-Desoxy-D-mannose werden in 25 ccm absol. Methanol gelöst und unter Rühren mit 2.3 g Bleitetraacetat in kleinen Portionen versetzt. Man rührt 30 Min., fügt dann eine Lösung von 1.26 g Oxalsäure-dihydrat in 10 ccm Methanol hinzu und filtriert nach weiteren 30 Min. vom Unlöslichen ab. Das Filtrat wird mit Wofatit L 150 neutralisiert und i. Vak. eingedampft. Der zurückbleibende Sirup (1.0 g) wird in 5 ccm absol. Methanol aufgenommen, mit 0.8 g Anilin versetzt und zur Kristallisation 2 Tage bei  $-15^\circ$  aufbewahrt. Ausb. 1.25 g (60% d. Th.), Schmp.  $174^\circ$  (Lit.<sup>2)</sup>:  $174-175^\circ$ .

*2-Desoxy-D-xylose-[ $\alpha$ -benzyl-phenylhydrazon]*: 1.6 g (0.01 Mol) 3-Desoxy-D-galaktose werden wie oben behandelt. Der anfallende Sirup (0.9 g) wird in 3 ccm Isopropylalkohol aufgenommen, mit 1.5 ccm  $\alpha$ -Benzyl-phenylhydrazin versetzt und zur Kristallisation 2 Tage bei  $0^\circ$  aufbewahrt. Die ausgeschiedenen Kristalle werden aus Isopropylalkohol umkristallisiert. Ausb. 1.5 g (48% d. Th.), Schmp.  $115-117^\circ$ ,  $[\alpha]_D^{20}$ :  $+13.1^\circ$  ( $c = 1.10$ , in Pyridin) (Lit.<sup>3)</sup>: Schmp.  $115^\circ$ ,  $[\alpha]_D^{20}$ :  $+13.56^\circ$ ,  $c = 1.81$ , in Pyridin).

<sup>1)</sup> G. REMBARZ, Chem. Ber. **93**, 622 [1960].

<sup>2)</sup> W. G. OVEREND, M. STACEY und L. F. WIGGINS, J. chem. Soc. [London] **1949**, 1358.

<sup>3)</sup> F. WEYGAND und W. HOLZ, Chem. Ber. **85**, 256 [1952].