70. Darstellung von L-Histidinol

von P. Karrer und R. Saemann.

(21. II. 53.)

Vor einiger Zeit¹) wurde die Darstellung des L-Histidinols beschrieben. Die Methode ist inzwischen noch etwas verbessert worden. Wir geben im folgenden die abgeänderte Vorschrift zur Gewinnung dieser Verbindung.

Darstellung von L-Histidinol-dihydrochlorid. 7,3 g wasserfreies exo-Monobenzoyl-L-histidin²) werden in 75 cm³ Methylalkohol aufgeschlämmt, die Flüssigkeit mit Salzsäuregas gesättigt, 2 Min. unter Rückfluss gekocht und bei 25° im Vakuum zur Trockene eingedampft. Zur Entfernung der letzten Reste Salzsäure gibt man noch zweimal etwas Alkohol hinzu und dampft wieder ein. Der Rückstand wird in Wasser gelöst, die Lösung mit Ammoniak versetzt, worauf der exo-Monobenzoyl-L-histidin-methylester ausfällt. Ausbeute 6,0 g.

Zu 5 g Lithiumaluminiumhydrid, aufgeschlämmt in 100 cm³ Tetrahydro-furan, werden 5,9 g exo-Monobenzoyl-L-histidin-methylester, gelöst in 100 cm³ Tetrahydro-furan, unter Rühren bei Zimmertemperatur zutropfen gelassen. Man rührt die Reaktionsmischung weitere 2 Std. und zersetzt dann durch Zugabe von Wasser. Der entstandene Niederschlag wird abgenutscht, fünfmal mit Tetrahydro-furan ausgekocht, die Tetrahydro-furan-Lösung zur Trockene eingedampft und der Rückstand aus Wasser umkristallisiert. Ausbeute 1,1 g Monobenzoyl-L-histidinol. Smp. 207°.

1,1 g Benzoyl-histidinol werden in 80 cm³ 18-proz. Salzsäure $1\frac{1}{2}$ Std. gekocht, die Lösung im Vakuum eingeengt, der Rückstand zur Entfernung der Benzoesäure dreimal mit Äther ausgekocht und hierauf aus absolutem Alkohol umkristallisiert. Ausbeute 0.52 g L-Histidinol-dihydrochlorid. Smp. 195° .

Zürich, Chemisches Institut der Universität.

71. Neue Synthese der D-Chinovose (D-Glucomethylose)

von P. Karrer und Augusta Boettcher.

(21. II. 53.)

Kürzlich wurde eine neue Synthese der D-Fucose beschrieben³), die in der Reduktion des Diaceton-galactose-6-p-toluolsulfonsäureesters mit Lithiumaluminiumhydrid bestand. In ähnlicher Weise gelingt es, D-Chinovose in guten Ausbeuten herzustellen.

¹⁾ P. Karrer, M. Suter & P. Waser, Helv. 32, 1936 (1949).

²) Z. Physiol. Ch. 108, 53 (1919).

³⁾ H. Schmid & P. Karrer, Helv. 32, 1371 (1949).