

EINE NEUE CHEMISCHE SYNTHESE DER α,α -TREHALOSE

von Fritz Micheel u. Ernst-Dieter Pick

Organisch-Chemisches Institut der Universität Münster (W.)

(Received in Germany 24 March 1969; received in UK for publication 2 April 1969)

Die soeben erschienene Mitteilung¹⁾ von G.I.F. Chittenden über eine neue chemische Synthese der α,α -Trehalose aus 1 Mol. 2.3.4.6-Tetra-O-benzyl-D-glucopyranose und 2 Mol. 2.3.4.6-Tetra-O-benzyl-glycopyranosyl-chlorid, die zu einer Ausbeute von 18 % d.Th. führt, veranlaßt uns, eine mit höherer Ausbeute und einfacher verlaufende Synthese zu beschreiben²⁾.

Ausgangsstoff ist die 2.3.4.6-Tetra-O-benzyl- α -D-glucose $\langle 1.5 \rangle$. Als Katalysator diente nach A. Klemer u. R. Kutz³⁾ Überchlorsäure, wobei überwiegend α -verknüpfte Disaccharide erhalten werden⁴⁾. Wir verwandten eine benzolische Lösung von 2.3.4.6-Tetra-O-benzyl- α -D-glucose $\langle 1.5 \rangle$ und wäßrige Überchlorsäure in heterogener Phase (starkes Rühren in der Siedehitze). Dabei entsteht ganz überwiegend das α,α -Disaccharid und wenig α,β -Form. Die α,β -Form ist kaum vorhanden. Die Trehalose-Derivate werden durch Aufnahmen in Benzin (Sp. 60-90°) von unverändertem Ausgangsmaterial (20 % d.Th.) getrennt. Die Trennung der isomeren Octa-O-benzyläther geschieht im Fraktomaten über Kieselgel. Der erhaltene reine Octa-O-benzyläther der α,α -Trehalose wird durch Hydrogenolyse (H_2 und Pd-Katalysator) in das freie Disaccharid übergeführt. α,β -Trehalose konnte nicht isoliert werden.

α,α -Trehalose: Ausbeute 24 % d.Th.; bei Berücksichtigung der zurückgewonnenen kristallinen 2.3.4.6-Tetra-O-benzyl-D-glucose (20 %) ist die Ausbeute 30 % d.Th.

Schmp. 135°; $[\alpha]_D^{20} = + 197,0^\circ$ (W.)

Octa-O-acetyl- α,α -trehalose: Schmp. 100 - 101° (Mischschmp. ebenso). $[\alpha]_D^{20} = + 163^\circ$ (Chlfm.); Lit. + 163° (Chlfm.)

Die Octa-O-benzyl- β,β -trehalose wurde kristallin in einer Ausbeute von 20 % d.Th. (bzw. 25 %) erhalten.

Schmp. 121° (Mischschmp. mit einem aus authentischer β,β -Trehalose gewonnenem Präparat ebenso). $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = + 14,5^{\circ}$ (Chlfm.); authentisches Präparat = $+ 13,6^{\circ}$ (Chlfm.).

- 1) Carbohydrate Res. 9, 323 (1969)
- 2) Diplom-Arbeit Ernst-Dieter Pick, Universität Münster 1969
- 3) Veröffentlichung im Druck
- 4) Wir danken Frau Professor Dr. Klemer für die Möglichkeit, das Verfahren vor der Veröffentlichung durch sie anwenden zu dürfen.

Dem Landesamt für Forschung des Landes NRW und dem Fonds der Chemie danken wir für die Unterstützung der Arbeiten.