

Die Röntgenstrukturanalyse von 2-(*m*-Brombenzyl)-4,7,8,9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuraminsäure *

X-Ray-Structure-Analysis of 2-(*m*-Br-benzyl)-4,7,8,9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuraminic Acid *

H. Wawra

Institut für Molekularbiologie der Österreichischen Akademie der Wissenschaften,
Physikalische Abteilung, Graz

(Z. Naturforsch. **29** c, 317–322 [1974]; eingegangen am 21. Dezember 1973)

Neuraminic Acid, X-Ray-Structure

The structure of 2-(*m*-Br-benzyl)-4,7,8,9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuramine acid was solved by heavy-atom methods using three-dimensional X-ray data. Known biochemical properties of the molecule allow to determine the absolute configuration.

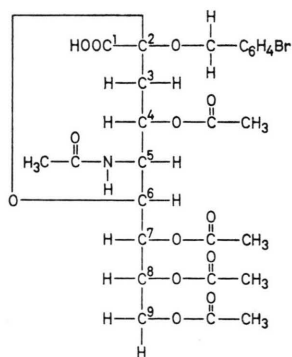
Einleitung

N-Acetyl-D-neuraminsäure kann zwei Reihen von Ketosiden, I_α und I_β , bilden. Bei gleicher Summenformel unterscheiden sich diese nur in ihrer Konfiguration am C-Atom 2 des Neuraminsäuremoleküls. Diese Anomerie der beiden Neuraminsäureketoside bewirkt einen signifikanten Unterschied in der spezifischen optischen Drehung. Betrachtet man einen Zucker der D-Reihe, welcher auch N-Acetyl-D-Neuraminsäure zuzuordnen ist, so wird nach der Regel von Hudson dem stärker rechtsdrehenden der beiden Anomeren die α -Konfiguration zugeschrieben. Für diese Konfiguration wird übereinkommensgemäß in der Projektionsformel nach E. Fischer der ketosidisch gebundene Rest, das Aglycon, nach rechts geschrieben. Diese Zuordnung erfolgt will-

kürlich, ohne Kenntnis der tatsächlich am C-Atom 2 vorliegenden räumlichen Verhältnisse. Es ergibt sich daher die Frage nach der räumlichen Struktur des N-Acetyl-D-Neuraminsäuremoleküls, speziell aber nach der Absolutkonfiguration am C-Atom 2 ^{1, 3–5}.

Experimentelles

P. Meindl von der Arzneimittelges.m.b.H. Wien hat für die Untersuchung Kristalle mit einem Durchmesser von etwa 0,3 mm zur Verfügung gestellt. Die Kristalle wurden für die Röntgenaufnahmen in geeigneten Glaskapillaren befestigt und an einer Buerger-Precession-Kamera justiert und orientiert. Die Messung der Intensitäten von etwa 2000 Röntgenbeugungsreflexen erfolgte mittels 4-Kreisdiffraktometer und Szintillationszähler der Fa. Siemens (Offline-Version), System Prof. Hoppe ⁷. Für diese Messungen wurde die Röntgenstrahlung der verwendeten Cu-Röhre mit Ni-Filter sowie entsprechender Einstellung des Einkanal Diskriminators der Zählkette ausreichend monochromatisiert. Nach jeweils 20 Reflexen erfolgte die Registrierung eines Referenzreflexes, wobei allfällige Intensitätsänderungen zu Korrekturen herangezogen wurden. Auf eine Absorptionskorrektur konnte verzichtet werden, da für die Lösung des Strukturproblems die Ermittlung der verhältnismäßig zahlreichen Wasserstoffatome nicht notwendig war.



Sonderdruckerfordernungen an Dr. H. Wawra, Institut für Molekularbiologie der Österreichischen Akademie der Wissenschaften, Abteilung Physik, Heinrichstr. 28/5, A-8010 Graz.

* Diese Arbeit ist während eines Studienaufenthaltes an der Abteilung für Röntgenstrukturforschung am Max-Planck-Institut für Eiweiß- und Lederforschung, München, durchgeführt worden.



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition “no derivative works”). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

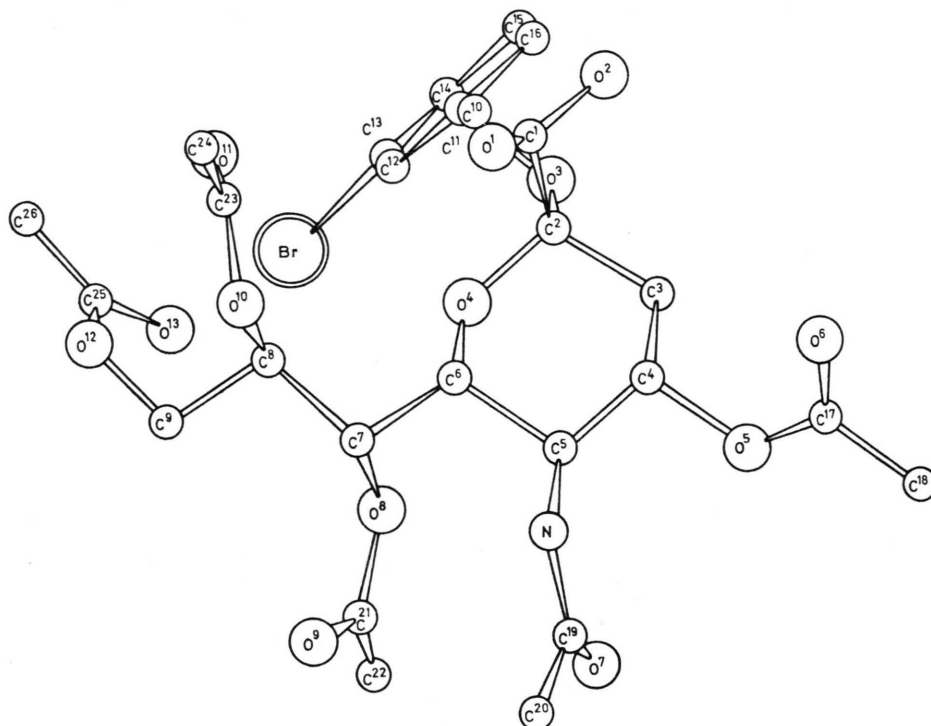


Abb. 1. Ermittelte Struktur des 2-(*m*-Brombenzyl)-4,7,8,9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuraminsäuremoleküls.

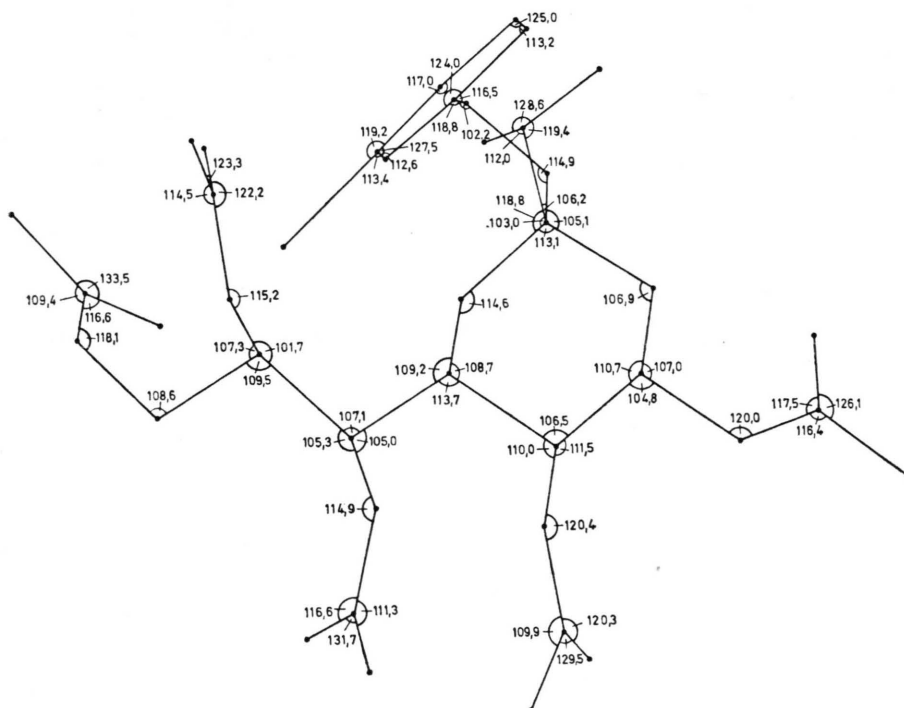


Abb. 2. Bindungswinkel an einem 2-(*m*-Brombenzyl)-4.7.8.9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuraminsäuremolekül.

Kristallografische Daten

Die Kristalle besitzen gut ausgebildete Flächen und sind durchsichtig. Aus den röntgenografischen Aufnahmen mit einer Buerger-Precession-Kamera berechnet man eine orthorhombische Elementarzelle mit den Gitterkonstanten $a = 9,51 \text{ \AA}$, $b = 9,78 \text{ \AA}$, $c = 32,17 \text{ \AA}$.

Die Beugungsaufnahmen zeigen Auslöschungen $h00$ für $h = 2n + 1$, $0k0$ für $k = 2n + 1$, $00l$ für $l = 2n + 1$.

Es handelt sich daher um die Raumgruppe $P2_12_12_1$. Schließlich errechnet man aus der mit der Schwebemethode ermittelten Dichte² der Substanz $D^{20} = 1,41 \text{ g/cm}^3$, daß in der Elementarzelle vier Moleküle enthalten sein müssen.

Ermittlung der Struktur

Die gesamte Rechenarbeit zur Strukturbestimmung wurde unter Benützung des X-Ray 70-Systems an der IBM 360/91 des MPI für Plasmaphysik durchgeführt. Die Schweratom-Koordinaten (Br) konnten aus einer 3-dimensionalen Patterson-Synthese bestimmt werden. Anschließend wurden mit den Phasen der bereits bekannten Atome dreidimensionale Fourier-Synthesen gerechnet und so alle 41 Nicht-Wasserstoff-Atome in üblicher Weise sukzessive identifiziert. Durch isotrope und anschließend anisotrope Parameterverfeinerung konnte ein R-Faktor von 9,5% erreicht werden.

Diskussion

Wie bekannt, gehört die N-Acetyl-Neuraminsäure der D-Reihe an: N-Acetyl-Neuraminsäure ist als D-Mannosamin synthetisch zu erhalten und kann durch eine Aldolase in Pyruvat und N-Acetyl-D-Mannosamin gespalten werden. Damit war evident, daß die Röntgenstrukturanalyse die enantiomorphe Form geliefert hat, ein Mangel, welcher durch Umkehren der Z-Achsenrichtung behoben wurde. Die in Tab. I angegebenen relativen Koordinaten der Atome eines Moleküls beziehen sich daher auf ein linkshändiges Koordinatensystem.

Die Röntgenstrukturanalyse liefert somit den Beweis der 1 C-Konformation des Pyranoseringes^{6, 8}. 2-(*m*-Brombenzyl)-4.7.8.9-tetra-O-acetyl-N-acetyl- α -D-neuraminsäure liegt als α -Ketosid vor, d. h., die -COOH-Gruppe befindet sich relativ zum Pyranosering in achsialer Stellung, während das Agly-

con äquatorial liegt. Ebenfalls äquatorial liegen N-Acetyl-Gruppe und die an C⁴ gebundene O-Acetylgruppe sowie die Kette mit den drei O-Acetylgruppen an C⁷, C⁸ und C⁹.

Tab. I. Relative Atomkoordinaten eines der vier Neuraminsäuremoleküle in der Elementarzelle.

Atom	No.	X	Y	Z
Br		0,212	0,721	0,824
N		0,360	0,520	0,544
O	1	0,288	0,999	0,585
O	2	0,501	1,084	0,600
O	3	0,469	0,901	0,666
O	4	0,318	0,771	0,632
O	5	0,638	0,617	0,558
O	6	0,715	0,782	0,515
O	7	0,436	0,326	0,574
O	8	0,192	0,499	0,634
O	9	0,063	0,357	0,591
O	10	-0,013	0,795	0,602
O	11	0,011	0,966	0,649
O	12	-0,172	0,703	0,673
O	13	-0,026	0,690	0,727
C	1	0,408	0,997	0,601
C	2	0,433	0,862	0,626
C	3	0,566	0,791	0,609
C	4	0,518	0,705	0,569
C	5	0,403	0,607	0,581
C	6	0,276	0,695	0,595
C	7	0,143	0,611	0,606
C	8	0,046	0,703	0,633
C	9	-0,080	0,615	0,650
C	10	0,365	0,991	0,687
C	11	0,392	0,958	0,736
C	12	0,302	0,868	0,756
C	13	0,330	0,856	0,796
C	14	0,431	0,923	0,818
C	15	0,515	1,015	0,796
C	16	0,500	1,046	0,758
C	17	0,734	0,663	0,531
C	18	0,851	0,577	0,523
C	19	0,379	0,378	0,545
C	20	0,300	0,310	0,506
C	21	0,146	0,367	0,623
C	22	0,189	0,269	0,653
C	23	-0,022	0,927	0,613
C	24	-0,074	1,020	0,581
C	25	-0,134	0,741	0,714
C	26	-0,224	0,843	0,728

Tab. II. Gemessene und berechnete Strukturfaktoren $\times 10$.

H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	
1	0	0	0	125	104	7	0	1	155	178	4	2	3	1085	1170	3	3	5	565	575	4	4	7	462	398	3	0	0	334	293
1	0	0	0	670	764	1	6	5	172	134	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	484	553	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	37	45	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	222	266	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	265	279	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	267	276	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	220	185	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	429	431	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	50	34	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	496	476	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	1593	1519	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	764	821	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	716	708	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	45	143	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	63	29	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	154	154	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	307	333	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	215	224	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	278	258	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	206	222	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	176	184	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	432	519	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	772	766	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	726	726	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	738	759	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	820	799	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	636	663	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	811	818	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	116	129	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	215	207	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	516	507	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	141	191	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	62	91	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	156	142	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	205	198	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	318	318	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	449	449	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	189	245	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	567	604	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	163	169	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	101	112	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	649	656	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	104	104	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	206	206	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	297	297	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	234	228	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	237	237	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	258	264	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	280	280	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	812	812	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	385	408	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	398	397	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	133	135	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	284	284	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2	4	3	207	204	3	4	7	624	636	4	0	0	167	125
1	0	0	0	193	184	1	6	5	150	144	2	3	2	1025	1125	2														

Noch Tab. II

H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC	H	K	L	PO	PC
0	9	12	311	302	0	7	14	148	145	5	2	16	204	219	2	5	18	491	479	0	3	21	292	292	0	3	24	224	233
1	2	12	166	162	1	7	14	254	240	5	2	16	205	219	1	5	18	158	171	1	3	21	351	351	1	3	24	48	34
2	5	12	160	161	2	7	14	146	143	6	2	16	204	219	2	5	18	170	162	2	3	21	292	292	2	3	24	116	113
3	8	12	176	161	3	7	14	150	143	7	2	16	205	219	3	5	18	170	162	3	3	21	292	292	3	3	24	204	206
4	11	12	192	161	4	7	14	157	165	8	2	16	205	219	4	5	18	170	162	4	3	21	292	292	4	3	24	145	145
5	14	12	210	161	5	7	14	163	165	9	2	16	205	219	5	5	18	170	162	5	3	21	292	292	5	3	24	105	79
6	17	12	226	161	6	7	14	170	165	10	2	16	205	219	6	5	18	170	162	6	3	21	292	292	6	3	24	89	26
7	20	12	242	161	7	7	14	177	165	11	2	16	205	219	7	5	18	170	162	7	3	21	292	292	7	3	24	95	115
8	23	12	258	161	8	7	14	184	165	12	2	16	205	219	8	5	18	170	162	8	3	21	292	292	8	3	24	126	139
9	26	12	274	161	9	7	14	191	165	13	2	16	205	219	9	5	18	170	162	9	3	21	292	292	9	3	24	125	159
10	29	12	290	161	10	7	14	198	165	14	2	16	205	219	10	5	18	170	162	10	3	21	292	292	10	3	24	185	202
11	32	12	306	161	11	7	14	205	165	15	2	16	205	219	11	5	18	170	162	11	3	21	292	292	11	3	24	120	116
12	35	12	322	161	12	7	14	212	165	16	2	16	205	219	12	5	18	170	162	12	3	21	292	292	12	3	24	72	124
13	38	12	338	161	13	7	14	219	165	17	2	16	205	219	13	5	18	170	162	13	3	21	292	292	13	3	24	92	92
14	41	12	354	161	14	7	14	226	165	18	2	16	205	219	14	5	18	170	162	14	3	21	292	292	14	3	24	120	124
15	44	12	370	161	15	7	14	233	165	19	2	16	205	219	15	5	18	170	162	15	3	21	292	292	15	3	24	139	139
16	47	12	386	161	16	7	14	240	165	20	2	16	205	219	16	5	18	170	162	16	3	21	292	292	16	3	24	158	158
17	50	12	402	161	17	7	14	247	165	21	2	16	205	219	17	5	18	170	162	17	3	21	292	292	17	3	24	169	169
18	53	12	418	161	18	7	14	254	165	22	2	16	205	219	18	5	18	170	162	18	3	21	292	292	18	3	24	188	188
19	56	12	434	161	19	7	14	261	165	23	2	16	205	219	19	5	18	170	162	19	3	21	292	292	19	3	24	207	207
20	59	12	450	161	20	7	14	268	165	24	2	16	205	219	20	5	18	170	162	20	3	21	292	292	20	3	24	226	226
21	62	12	466	161	21	7	14	275	165	25	2	16	205	219	21	5	18	170	162	21	3	21	292	292	21	3	24	245	245
22	65	12	482	161	22	7	14	282	165	26	2	16	205	219	22	5	18	170	162	22	3	21	292	292	22	3	24	264	264
23	68	12	498	161	23	7	14	289	165	27	2	16	205	219	23	5	18	170	162	23	3	21	292	292	23	3	24	283	283
24	71	12	514	161	24	7	14	296	165	28	2	16	205	219	24	5	18	170	162	24	3	21	292	292	24	3	24	302	302
25	74	12	530	161	25	7	14	303	165	29	2	16	205	219	25	5	18	170	162	25	3	21	292	292	25	3	24	321	321
26	77	12	546	161	26	7	14	310	165	30	2	16	205	219	26	5	18	170	162	26	3	21	292	292	26	3	24	340	340
27	80	12	562	161	27	7	14	317	165	31	2	16	205	219	27	5	18	170	162	27	3	21	292	292	27	3	24	359	359
28	83	12	578	161	28	7	14	324	165	32	2	16	205	219	28	5	18	170	162	28	3	21	292	292	28	3	24	378	378
29	86	12	594	161	29	7	14	331	165	33	2	16	205	219	29	5	18	170	162	29	3	21	292	292	29	3	24	397	397
30	89	12	610	161	30	7	14	338	165	34	2	16	205	219	30	5	18	170	162	30	3	21	292	292	30	3	24	416	416
31	92	12	626	161	31	7	14	345	165	35	2	16	205	219	31	5	18	170	162	31	3	21	292	292	31	3	24	435	435
32	95	12	642	161	32	7	14	352	165	36	2	16	205	219	32	5	18	170	162	32	3	21	292	292	32	3	24	454	454
33	98	12	658	161	33	7	14	359	165	37	2	16	205	219	33	5	18	170	162	33	3	21	292	292	33	3	24	473	473
34	101	12	674	161	34	7	14	366	165	38	2	16	205	219	34	5	18	170	162	34	3	21	292	292	34	3	24	492	492
35	104	12	690	161	35	7	14	373	165	39	2	16	205	219	35	5	18	170	162	35	3	21	292	292	35	3	24	511	511
36	107	12	706	161	36	7	14	380	165	40	2	16	205	219	36	5	18	170	162	36	3	21	292	292	36	3	24	530	530
37	110	12	722	161	37	7	14	387	165	41	2	16	205	219	37	5	18	170	162	37	3	21	292	292	37	3	24	549	549
38	113	12	738	161	38	7	14	394	165	42	2	16	205	219	38	5	18	170	162	38	3	21	292	292	38	3	24	568	568
39	116	12	754	161	39	7	14	401	165	43	2	16	205	219	39	5	18	170	162	39	3	21	292	292	39	3	24	587	587
40	119	12	770	161	40	7	14	408	165	44	2	16	205	219	40	5	18	170	162	40	3	21	292	292	40	3	24	606	606
41	122	12	786	161	41	7	14	415	165	45	2	16	205	219	41	5	18	170	162	41	3	21	292	292	41	3	24	625	625
42	125	12	802	161	42	7	14	422	165	46	2	16	205	219	42	5	18	170	162	42	3	21	292	292	42	3	24	644	644
43	128	12	818	161	43	7	14	429	165	47	2	16	205	219	43	5	18	170	162	43	3	21	292	292	43	3	24	663	663
44	131	12	834	161	44	7	14	436	165	48	2	16	205	219	44	5	18	170	162	44	3	21	292	292	44	3	24	682	682
45	134	12	850	161	45	7	14	443	165	49	2	16	205	219	45	5	18	170	162	45	3	21	292	292	45	3	24	701	701
46	137	12	866	161	46	7	14	450	165	50	2	16	205	219	46	5	18	170	162	46	3	21	292	292	46	3	24	720	720
47	140	12	882	161	47	7	14	457	165	51	2	16	205	219	47	5	18	170	162	47	3	21	292	292	47	3	24	739	739
48	143	12	898	161	48	7	14	464	165	52	2	16	205	219	48	5	18	170	162	48	3	21	292	292	48	3	24	758	758
49	146	12	914	161	49	7	14	471	165	53	2	16	205	219	49	5	18	170	162	49	3	21	292	292	49	3	24	777	777
50	149	12	930	161	50	7	14	478	165	54	2	16	205	219	50	5	18	170	162	50	3	21	292	292	50	3	24	796	796
51	152	12	946	161	51	7	14	485	165	55	2	16	205	219	51	5	18	170	162	51	3	21	292	292	51	3	24	815	815
52	155	12	962	161	52	7	14	492	165	56	2	16	205	219	52	5	18	170	162	52	3	21	292	292	52	3	24	834	834
53	158	12	978	161	53	7	14	499	165	57	2	16	205	219	53	5	18	170	162	53	3	21	292	292	53	3	24	853	853
54	161	12	994	161	54	7	14	506	165	58	2	16	205	219	54	5													

- ¹ P. Meindl u. H. Tuppy, Mh. Chem. **96**, 802 [1965].
- ² P. Meindl, persönliche Mitteilung.
- ³ R. Kuhn, P. Lutz u. D. L. MacDonald, Chem. Ber. **99**, 611 [1966].
- ⁴ P. Lutz, W. Lochinger u. G. Taigel, Chem. Ber. **101**, 1089 [1968].
- ⁵ S. J. Angyal, Angew. Chem. **81**, 172 [1969].
- ⁶ R. K. Yu u. R. Ledeen, J. Biol. Chem. **244**, 1303 [1969].
- ⁷ W. Hoppe, Angew. Chem. **77**, 484 [1965].
- ⁸ A. Gottschalk, Glycoproteins, Elsevier, II. Auflage.