

**363. Richard Kuhn, Hans Helmut Baer und Adeline Gauhe:
Kristallisierte Fucosido-lactose**

[Aus dem Max-Planck-Institut für Medizinische Forschung, Institut für Chemie,
Heidelberg]

(Eingegangen am 30. Juli 1956)

Fucosido-lactose kristallisiert aus Methanol/Äthanol in der α -Form.

Von der aus Frauenmilch isolierten Fucosido-lactose, über deren Konstitutionsermittlung bereits berichtet wurde¹), hatten wir das Phenylsazone und das Tosylhydrazone kristallisiert gewinnen können. Der Zucker selbst blieb auch nach wiederholter Chromatographie und nach Reinigung über das Tosylhydrazone ein Sirup bzw. nach Behandeln mit Alkohol ein amorphes weißes Pulver. Nach längeren Aufbewahren von 2.1 g eines mit Wasser abgedampften Sirups bei $\sim 20^\circ$ schieden sich am oberen Teil der Kolbenwand einige weiße Kristallchen ab, mit deren Hilfe sich der gesamte Sirup über Nacht in ein lockeres Kristallpulver verwandeln ließ. Ein anderer Ansatz, in dem nach mehrwöchigen Aufbewahren bei $+4^\circ$ spontan Kristallisation eintrat, war durch Lösen von amorphem Trisaccharid in wasserhaltigem Methanol und Zugabe des gleichen Volumens *n*-Butanol sowie einiger Tropfen *n*-Hexylalkohol bereitet. Die Röntgenogramme beider Kristallisate waren identisch.

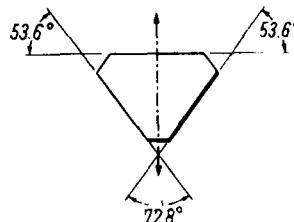
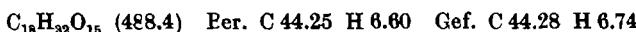


Abbildung. Kristall der Fucosido-lactose

Besitzt man Impfkristalle, so lässt sich die Fucosido-lactose (1 g) durch Lösen in heißem 75-proz. Methanol (20 ccm) und allmähliche Zugabe von absol. Äthanol (60–80 ccm) leicht in schönen dreieckigen Plättchen (Abbildung) vom Schmp. 230–231° (Zers.) erhalten. Das kristallisierte Trisaccharid enthält kein Kristallwasser und ist nicht hygroskopisch.



Es handelt sich um die abwärts mutarotierende α -Form. 60 mg Substanz in 3 ccm Wasser (1-dm-Rohr) zeigten folgende Mutarotation:

| Min. | 3 | 30 | 150 | 720 | 3 Tage |
|-------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| $[\alpha]_D^{20}$ | -53.5° | -54.5° | -56.5° | -57.5° | -57.5° |

Der Endwert stimmt mit der für den amorphen Zucker angegebenen Drehung ($[\alpha]_D^{20}$: -57°) überein. Dasselbe gilt für den R_F -Wert. In den beim Umkristallisieren erhaltenen Mutterlaugen konnten wir papierchromatographisch keinen anderen Zucker nachweisen.

¹) R. Kuhn, H. H. Baer u. A. Gauhe, Chem. Ber. 88, 1135 [1955].