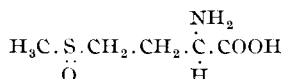


89. Fritz Micheel und Heinrich Schmitz: Notiz über das *d,l*-Methionin-sulfoxyd.

Aus d. Organ. Abteil. d. Chem. Inst. d. Universität Münster in Westf.]
(Eingegangen am 9. Februar 1939.)

In einer kurzen Mitteilung, die uns soeben zugänglich wurde¹⁾, beschreibt G. Toennies ein *d,l*-Methionin-sulfoxyd als mikrokrystallinen Stoff vom Schmp. 220—230°. Wir haben kürzlich zu anderen Zwecken nach einem abweichenden Verfahren das *d,l*-Methionin-sulfoxyd gewonnen. Unser Präparat krystallisiert in schönen, länglichen sechsseitigen Täfelchen und schmilzt bei 241—242°. Da das *d,l*-Methionin-sulfoxyd wegen der Asymmetrie der S:O-Gruppe zwei isomere Racemate zu bilden vermag, wäre es möglich, daß unser Racemat ein Diastereomeres desjenigen von G. Toennies ist²⁾.



Beschreibung der Versuche.

Die Aceto-persäure wurde nach der Vorschrift von W. C. Smit³⁾ aus Acetanhydrid und Perhydrol hergestellt. Der Gehalt an Persäure wurde jodometrisch bestimmt.

d,l-Methionin-sulfoxyd.

231 mg *d,l*-Methionin wurden in 5 ccm Eisessig in der Wärme gelöst und nach dem Abkühlen in Eis (ein Teil des Materials krystallisierte aus) mit einer Aceto-persäure-Lösung (6% Überschuß an aktivem Sauerstoff) versetzt, die 0.45% Schwefelsäure enthielt. Unter häufigem Umschwenken wurde mehrere Stunden bei 0° gehalten und sodann noch einen Tag bei Zimmertemperatur aufbewahrt. Noch nicht gelöstes *d,l*-Methionin war dabei in Lösung gegangen. Sodann wurde die der Schwefelsäure entsprechende Menge Bariumacetat zugegeben und im Vak. zur Trockne gedampft. Der Rückstand wurde in 1 ccm Wasser gelöst und vom Bariumsulfat abzentrifugiert. Diese Lösung wurde erhitzt und heiß mit 8 ccm absol. Alkohol versetzt. Das auskrystallisierte, schon ziemlich reine *d,l*-Methionin-sulfoxyd konnte durch nochmaliges Umkrystallisieren aus heißem Wasser mit absol. Alkohol völlig rein erhalten werden. Ausb. über 90% d. Th.; Schmp. 241—242° (unkorr.) unter Zersetzung.

4.615 mg Sbst.: 6.140 mg CO₂, 2.780 mg H₂O. — 2.671 mg Sbst.: 0.194 ccm N₂ (22°, 752 mm). — 9.211 mg Sbst.: 13.000 mg BaSO₄.

C₅H₁₁O₃NS (165.15). Ber. C 36.33, H 6.71, N 8.48, S 19.41.
Gef. „ 36.29, „ 6.74, „ 8.32, „ 19.39.

¹⁾ Science 88, 546 [Dezember 1938].

²⁾ Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und der Fa. C. F. Boehringer u. Soehne sind wir für die Unterstützung unserer Arbeiten zu großem Dank verpflichtet.

³⁾ Rec. trav. chim. Pays-Bas 49, 691 [1930].