

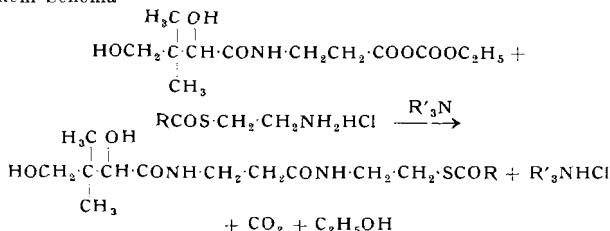
## Zur Herstellung von S-Acyl-pantetheinen

Von Dr. E. FELDER und Dr. D. PITRÉ

Forschungslaboratorien der Industria Chimica Dr. Fulvio Bracco,  
Mailand

S-Acetyl- und S-Benzoylpantethein wurden von R. Schwyzer<sup>1)</sup> durch Aufspaltung von Pantothensäure-äthylenimid mit Thioessigsäure bzw. Thiobenzoësäure hergestellt. E. Walton<sup>2)</sup> hat S-Acetyl pantethein durch Umsatz von Pantethein mit Thioessigsäure erhalten.

Durch den Umsatz von S-Acyl-mercaptopantethin-hydrochlorid mit einem gemischten Anhydrid der Pantothensäure nach dem Schema



erhielten wir mit 50–70% Ausbeute das entspr. S-Acylpantethein<sup>3)</sup>.

<sup>1)</sup> Helv. chim. Acta 35, 1903 [1952].

<sup>2)</sup> J. Amer. chem. Soc. 76, 1146 [1954].

<sup>3)</sup> Vgl. auch Th. Wieland u. E. Bockelmann, Naturwissenschaften 38, 384 [1951].

Die verwendeten S-Acyl-mercaptopantethin-hydrochloride wurden durch Erwärmen von  $\beta$ -Mercapto-äthylamin-hydrochlorid mit überschüssigem Säurechlorid nach Th. Wieland<sup>4)</sup> hergestellt. Zur Herstellung des gemischten Anhydrids der Pantothensäure wurde deren Tributylaminsalz in Äthylacetat bei  $-5^{\circ}\text{C}$  mit Chlorameisensäure-äthylester umgesetzt, ein Mol Tributylamin und dann ein Mol S-Acyl-mercaptopantethin-hydrochlorid hinzugefügt. In 3 h auf Raumtemperatur gebracht, wurde nach Zugabe von weiterem Äthylacetat mit schwach angesäuertem Wasser wiederholt ausgewaschen. Nach Trocknen über Natriumsulfat und Konzentrieren im Vakuum kristallisierten einzelne Acylpantetheine spontan, andere wurden als Öl erhalten. Man reinigt sie entweder durch Umkristallisation oder Chromatographie an saurem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Hergestellt wurden u. a.:

	Konsistenz
S-Acetyl pantethein	Öl
S-Butyryl pantethein	Öl
S-Caproyl pantethein	Öl
S-Capryloyl pantethein	Honigartig
S-Lauroyl pantethein	Honigartig
	$\text{Fp } ^{\circ}\text{C}$
S-Myristoyl pantethein	43–44
S-Palmitoyl pantethein	52–53
S-Stearoyl pantethein	58–59
S-Benzoyl pantethein	116
S-p-Brombenzoyl pantethein	114–115
S- $\alpha$ -Naphthoyl pantethein	105–108
S- $\beta$ -Naphthoyl pantethein	146–148

Ein eingegangen am 5. November 1956 [Z 405]

<sup>4)</sup> Liebigs Ann. Chem. 576, 20 [1952].

## Versammlungsberichte

### Deutsche Mineralogische Gesellschaft

17. bis 22. September 1956 in Marburg-L

#### Aus den Vorträgen:

O. BRAITSCH, Göttingen: Röntgenographische und optische Untersuchungen an faserigen  $\text{SiO}_2$ -Varietäten.

Die beiden von Correns und Nagelschmidt nachgewiesenen Typen von Chalzedon sind die einzigen bis jetzt bekannten. Der Typ mit Faserachse [1120] ist aber häufiger als der Typ mit Faserachse [1100]. Die normalen Chalzedone zeigen allerdings ein Faserdiagramm mit einzelnen, gegenüber dem idealen Diagramm verschobenen Reflexen. Dies beruht auf dem geringen Regelungsgrad, wie aus einer Reihe von Übergangstypen geschlossen und theoretisch abgeleitet werden kann. Die Häufigkeitsverteilung der Kristallit-Lagen wird aus der Intensitätsverteilung der diatropen Netzebenen ermittelt und ihre Übereinstimmung mit der sphärischen Normalverteilung festgestellt. Die mikroskopisch einheitlichen Teilstäben sind selbst Kristallithündel, die aber auch mit der c-Achse geregt sind (Überindividuen). Sehr häufig zeigen die Teilstäben eine gesetzmäßige Schraubung. An mehreren Chalzedonen wurden sprunghafte Änderungen der Doppelbrechung in parallelen Zonen festgestellt. Sie entsprechen gleichsinnigen Änderungen des Orientierungsgrades. Zwischen berechneter und beobachteter Abnahme der Doppelbrechung eines Aggregats als Funktion des Orientierungsgrades wurde eine ausreichende Übereinstimmung gefunden. Als zusätzliche Faktoren beeinflussen der Wasser- bzw. Opal-Gehalt und bei guter Orientierung die Formdoppelung die Gesamtdoppelbrechung.

Beim Quarzin sind die aufbauenden Einzelkristallite der Fasern deutlich größer als in allen bisher untersuchten Chalzedonen. Lussatit ist eindimensional fehlgeordneter Tief-Cristobalit, die Faserachse ist aber nicht die Fehlordnungsrichtung, sondern steht auf ihr senkrecht.

K. DORNBERGER-SCHIFF, Berlin: Neuere Erkenntnisse über Strukturen mit eindimensionaler Lagefehlordnung.

Bei eindimensional fehlgeordneten Strukturen, bei denen die Fehlordnung nicht auf einer leichten Verschiebarkeit der Schichten gegeneinander beruht, lässt sie sich folgendermaßen erklären:

Es gibt Symmetriebeziehungen derart, daß 2 oder mehr Lagen benachbarter Schichten zueinander möglich sind, wobei alle diese möglichen Lagen zu gleichen oder spiegelbildlich gleichen Schichtpaaren führen. Auf derartige Strukturen –OD-Strukturen 1. Art– sind Begriffe wie Raumgruppe, „Elementarzelle“ usw. nicht mehr anwendbar; es werden adäquate Begriffe zur Beschreibung derartiger Strukturen eingeführt.

Die Verteilung von „diffusen Stäben“ und „scharfen Punkten“ im reziproken Raum gibt Aufschluß über die Translationsvektoren

der Einzelschicht und mögliche „Packungsvektoren“, die die Übereinanderlagerung der Schichten beschreiben. Systematische Ausschüttungen geben über Symmetriebeziehungen innerhalb der Struktur Aufschluß, die sich als „Raumgruppoid“ zusammenfassen lassen.

K. DORNBERGER-SCHIFF, Berlin: Bestimmung des Raumgruppoids an den Beispielen des Kurrolschen Salzes ( $\text{NaPO}_3$ )<sub>x</sub> und des Purpurogallins ( $\text{C}_{11}\text{H}_8\text{O}_5$ ).

Es wurden für die  $\alpha$ -Form des Kurrolschen Salzes und für kristallisiertes Purpurogallin die Translationen der Einzelschicht, die möglichen Packungsvektoren und die möglichen Raumgruppoids bestimmt.

Für das Kurrolsche Salz ergibt sich eine OD-Struktur Typus A mit Packungsvektoren  $\mathbf{n} \pm \frac{1}{2}$ ; die Raumgruppoid-Diskussion ergibt 3 mögliche Raumgruppoids, von denen sich eines ausschließen ließe, wenn fehlgeordnete Kristalle zur Verfügung ständen. Eines der Raumgruppoids kann auf Grund stereochemischer Überlegungen als unwahrscheinlich ausgeschaltet werden.

Für das Purpurogallin hat die Raumgruppoid-Diskussion ein eindeutiges Ergebnis, das sich in einer der internationalen Nomenklatur für Raumgruppen analogen Bezeichnung folgendermaßen angeben lässt:

$$\left\{ \begin{array}{c} 2 \pm \frac{1}{2} \\ \mathbf{P} \frac{2 \pm \frac{1}{2}}{\mathbf{b}} \end{array} \right\} \left( \left\{ \begin{array}{c} 2_1 \\ \mathbf{n}_1 \pm \frac{1}{2} \end{array} \right\} \right) < 2_1 > \frac{1}{a}$$

J. R. GOLDSMITH, Chicago und F. LAVES, Zürich: Über die Mischkristallreihe Mikroklin-Albit.

Bekanntlich bilden die bezüglich Al/Si ungeordneten Hochtemperaturmodifikationen des K- und Na-Feldspates (Sanidin und Barbitier) eine lückenlose (mkl.) Mischkristallreihe. Während sich Beispiele dieser vollständigen Reihe in der Natur gebildet haben, kennt man in natürlichen Vorkommen keine nennenswerte gegenseitige Mischbarkeit der bezgl. Al/Si geordneten Tieftemperaturmodifikationen (Mikroklin und Albit). Im Hinblick auf die Kenntnis der Phasenbeziehungen der Feldspäte erschien eine kristallographische Untersuchung der Mikroklin-Albit-Beziehungen wünschenswert. Die auf Grund struktureller Überlegungen vermutete prinzipielle Realisierbarkeit einer vollständigen Mikroklin-Albit-Mischkristallreihe wurde experimentell bestätigt durch die Darstellung von Mischkristallen mit Zusammensetzungen von etwa 10, 20, 25, 50, 60, 80 Mol-% Albit in Mikroklin (bzw. 90, 80, 75, 50, 40, 20 Mol-% Mikroklin in Albit). Der röntgenographisch ermittelte Verlauf der Gitterkonstanten als Funktion der Zu-