

Reaktionen des Trichlormethylisocyaniddichlorids

Von Kurt Findeisen^[*]

Trichlormethylisocyaniddichlorid wird durch Chlorierung von Dimethylcarbamidsäurechlorid synthetisiert. Reaktionen, bei denen die Hydroxyfunktion, ein Carbonyl- oder ein Anhydrid-Sauerstoffatom gegen Halogen auszutauschen sind, lassen sich häufig mit Trichlormethylisocyaniddichlorid besser als mit Thionylchlorid, Phosphorpentachlorid usw. ausführen. Die Verbindung kann oft anstelle der üblichen wasserabspaltenden Mittel Verwendung finden.

Trichlormethylisocyaniddichlorid ist ein interessanter Baustein für Heterocyclus-Synthesen; das Strukturelement $\text{Cl}-\text{C}=\text{N}=\text{C}-\text{Cl}$ bleibt bei der Bildung von s-Triazinen, 1,2,4-Triazolen, 2,4,6-Trichlorpyrimidinen, 2,4-Dichlorchinazolen und 1,2,4-Oxadiazolen erhalten.

[*] Dr. K. Findeisen
Farbenfabriken Bayer AG
Wissenschaftliches Hauptlaboratorium
509 Leverkusen

Über die Existenz von 3-Brom-L-tyrosin im Blutserum

Von Günter Firnau (Vortr.) und Klaus Fritze^[*]

Der analytische Nachweis von Brom in den Serumproteinen des Blutes^[1-3] warf die Frage auf, in welcher Form Brom gebunden ist. Wir zeigten mit ^{82}Br als Tracer, daß Brom in vivo an die Serumproteine gebunden wird. ^{82}Br wurde als KBr (7.5 mg, 40 mCi) in Kaninchen injiziert. Nach 24 Std. wurde das Blutserum gewonnen. Zu dieser Zeit waren ca. 0.5% der applizierten Brommenge an die Serumproteine gebunden. Die Anwendung mehrerer Trennverfahren (Elektrophorese, Bromidaustausch und Denaturierung mit anschließender Entsalzung durch Gelfiltration) zeigte, daß ein Drittel des Serumproteinbroms „locker“ als Bromid gebunden ist, dagegen zwei Drittel „fest“ gebunden sind. Zur Aufklärung des Bindungscharakters dieses „fest“ gebundenen Broms wurden die Serumproteine völlig hydrolysiert^[4] und die erhaltenen Aminosäuren an einer Dowex-50-X-8-Säule getrennt^[5]. Die isolierte „radioaktive Aminosäure“ hatte die gleichen chromatographischen Eigenschaften wie 3-Brom-L-tyrosin. Es ließ sich kein Brom im Thyroxin nachweisen.

[*] Dr. G. Firnau und Prof. Dr. K. Fritze
McMaster University
Hamilton, Ont. (Canada)

[1] H. Doering, *Biochem. Z.* 296, 53 (1938).

[2] H. Sklavenitis u. D. Comar, IAEA Symposium on Nuclear Activation Techniques in Life Science, paper SM 91/45, 1967.

[3] K. Fritze u. R. Robertson, *J. Radioanalyt. Chem. I*, 463 (1968).

[4] R. L. Hill u. W. R. Schmidt, *J. Biol. Chem.* 237, 389 (1961).

[5] S. Moore u. W. H. Stein, *J. Biol. Chem.* 192, 663 (1951).

Neutronenspektren beim Zerfall einiger Spaltprodukte

Von H. Franz (Vortr.), J.-V. Kratz und G. Herrmann^[*]

Die Spektren der verzögerten Neutronen bei der thermischen Spaltung von ^{235}U wurden mit einem ^3He -Spekto-

[*] Dipl.-Phys. H. Franz, Dipl.-Chem. J.-V. Kratz und Prof. Dr. G. Herrmann
Institut für Anorganische Chemie und Kernchemie der Universität
65 Mainz, Postfach 3980

meter im Bereich bis etwa 1.5 MeV gemessen. Bereits im ungetrennten Spaltproduktgemisch wurden eine Anzahl von Linien beobachtet, vornehmlich die des 24-s- ^{137}J , 16-s- ^{88}Br und 55-s- ^{87}Br . Wegen ihrer langen Abfallzeit lassen sich einige dieser Linien direkt dem 55-s- ^{87}Br zuordnen.

Durch schnelle chemische Abtrennung wurde Arsen als flüchtiges Hydrid aus dem Spaltproduktgemisch isoliert. Dabei wurden das Neutronenspektrum des verzögerten Neutronenstrahlers 2.05-s- ^{85}As und zusätzlich die γ -Spektren der benachbarten Arsen-Isotope mit einer Ge(Li)-Diode aufgenommen. Im Neutronenspektrum des ^{85}As können im wesentlichen vier deutliche Linien beobachtet werden. Eine im Zerfall der 1455-keV- γ -Linie des Nachbarnuklids 5.4-s- ^{84}As auftretende 2-s-Komponente beweist, daß durch die verzögerte Neutronenemission des ^{85}As auch angeregte Niveaus des ^{84}Se gespeist werden.

Darstellung, spektroskopische und magnetische Untersuchungen bei anorganischen komplexen Aziden

Von Harald P. Fritzer (Vortr.), Karl Torkar und Fritz Lunzer^[*]

Aus Kaliumazid, Cäsiumazid und Übergangsmetallhydriden sowie -carbonaten von Zink, Nickel und Kobalt wurden komplexe Azide in kristalliner Form dargestellt. Analytische Untersuchungen ergaben die Bruttoformeln $\text{K}_2\text{Zn}(\text{N}_3)_4$, $\text{Cs}_2\text{Zn}(\text{N}_3)_4$, $\text{K}_4\text{Ni}(\text{N}_3)_6$ und $\text{KCo}(\text{N}_3)_3$. Die Co-Verbindung ist hochexplosiv und muß mit äußerster Vorsicht gehandhabt werden! Die Verbindungen verpuffen lebhaft in der Flamme und sind teilweise schlagempfindlich.

Die elektronischen diffusen Reflexionsspektren und die magnetischen Suszeptibilitäten wurden mit dem Modell der erweiterten Kristallfeldtheorie analysiert. Das Ziel dieser Untersuchungen, die auch auf andere komplexe Azide ausgedehnt werden, ist die Festlegung der Mikrosymmetrie des Übergangsmetall-Ions im jeweiligen Azidgitter, die Bestimmung von optischen und magnetischen Parametern und unter Heranziehung des Eigenspektrums des N_3^- eine (zunächst qualitative) Charakterisierung kovalenter Anteile der Metallion-Azid-Bindung.

[*] Dr. H. P. Fritzer, Prof. Dr. K. Torkar und F. Lunzer
Institut für Physikalische und Theoretische Chemie der Technischen Hochschule
A-8010 Graz (Österreich), Rechbauerstraße 12

Mößbauer-Effekt-Messungen an Neptuniumverbindungen

Von Klaus Fröhlich (Vortr.), Philipp Gütlich und Cornelius Keller^[*]

Mit dem Mößbauer-Effekt wurde die Oxidationsstufe +7 des Neptuniums in folgenden Verbindungen nachgewiesen: Li_5NpO_6 , $[\text{Co}(\text{en})_3]\text{NpO}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ba}_3(\text{NpO}_5)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ und $\text{Ca}_3(\text{NpO}_5)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

[*] Dr. K. Fröhlich und Prof. Dr. P. Gütlich
Eduard-Zintl-Institut der Technischen Hochschule
61 Darmstadt, Hochschulstraße 4
Prof. Dr. C. Keller
Institut für Radiochemie des Kernforschungszentrums
75 Karlsruhe, Postfach 3640