ist jedoch wesentlich stärker als die Abnahme im Stiel. Hieraus geht hervor, daß im Hut eine starke Proteinsynthese stattfindet. Bei der Abwanderung aus dem Stiel dürfte es sich wohl ausschließlich um eine Protein-Verlagerung in den Hut handeln und nicht um einen Protein-Abbau. Mit fortschreitender Protein-Abnahme geht nämlich eine „Aufhellung“ des Stieles, verursacht durch eine Abwanderung von Chloroplasten und wahrscheinlich auch von Cytoplasma einher^{7,8}. Die Proteinabwanderung zusammen mit der „Aufhellung“ läuft in kernlosen Teilen genau so ab wie in kernhaltigen. Bei kernlosen Teilen von *Acetabularia crenulata* kann hierdurch der Stiel allmählich fast farblos werden⁹. Bei kernhaltigen Zellen – und soweit bisher beobachtet, nur bei diesen – beschleunigt sich dieser Vorgang zum Schluß so stark, daß die Strömung von Cytoplasma und Chloroplasten in den Hut unter dem Mikroskop verfolgt werden kann. Auf diese Weise gelangen auch die zuvor gebildeten Sekundärkerne in den Hut^{8,10}.

Welche Vorgänge in der Zelle die Abwanderung von Zell-Proteinen verursachen, ist zum gegenwärtigen Zeitpunkt noch unbekannt. Sicher ist aber, daß der normale Ablauf der Aufhellung das Vorhandensein eines Hutes zur Voraussetzung hat, anscheinend vom Hut gesteuert wird und nicht direkt vom Vorhandensein des Kernes abhängt.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß kein Zusammenhang zwischen der Intensität der

Proteinsynthese und der Wuchsform der Zelle besteht. Insbesondere sind keine Anhaltspunkte für eine beim Einsetzen der Hutbildung verstärkte Proteinsynthese nachweisbar, damit auch keine Anhaltspunkte für eine Änderung der darauf gerichteten Kernwirkungen. Auch die in der Zelle nach Anlage des Hutes einsetzende Protein-Verlagerung aus dem Stiel in den Hut dürfte erst eine Folgerscheinung der vorausgegangenen Differenzierung sein. Ob die Proteinsynthese gegen Ende des Hutwachstums nachläßt, läßt sich gegenwärtig noch nicht sagen. Vielleicht kommt sie teils allmählich, teils plötzlich zum Stillstand je nach dem Eintritt der Sekundärkernbildung und der im Hut anschließenden Cystenbildung. Es gibt nämlich Hüte, welche bis zum Augenblick der Cystenbildung kräftig wachsen, andererseits aber Hüte, die das Wachstum schon längere Zeit davor eingestellt haben (Beobachtungen von HÄMMERLING).

Da die Versuche keine Aussage über die Art der synthetisierten Proteine zulassen, bleibt offen, ob und in welchem Umfang sich die im Hut entstehenden Proteine von den Stielproteinen unterscheiden. Wegen der Abwanderung aus dem Stiel in den Hut ist aber ein Teil auf jeden Fall identisch. Die für die Bildung von Stiel und Hut verantwortlichen spezifischen Proteine dürften sicher verschieden sein. Denn beide Vorgänge sind letztlich formtypische Membranbildungsvorgänge, die unterschiedliche Enzymgarnituren voraussetzen¹¹.

⁷ J. HÄMMERLING, Biol. Zbl. **59**, 158 [1939].

⁸ K. L. SCHULZE, Arch. Protistenkunde **92**, 179 [1939].

⁹ J. HÄMMERLING, Z. Ind. Abst. Vererbgslehre **81**, 84 [1943].

¹⁰ J. HÄMMERLING, Biol. Zbl. **51**, 633 [1931].

¹¹ J. HÄMMERLING, Ber. dtsh. bot. Ges., im Druck.

NOTIZEN

„Chrom(V)-oxytrichlorid“

VON HANS-LUDWIG KRAUSS UND GERHARD MÜNSTER

Anorganisch-chemisches Institut der Technischen Hochschule München

(Z. Naturforschg. **17 b**, 344–345 [1962]; eingeg. am 22. Februar 1962)

Das dem VOCl_3 analoge $\text{Cr}^{\text{V}}\text{OCl}_3$ konnte erstmals in Form schwarzer, im Hochvakuum leicht sublimierbarer Kristalle durch die Umsetzungen

gewonnen werden.

Als Hauptprodukt entsteht in beiden Reaktionen neben einem festen, Cr^{III} -haltigen Rückstand, CrO_2Cl_2 , von dem sich das schwerer flüchtige CrOCl_3 durch fraktionierte Kondensation abtrennen läßt; die Ausbeuten liegen, bezogen auf CrO_3 , bei ca. 1 Prozent. (Chromylchlorid reagiert mit SO_2Cl_2 bzw. SOCl_2 nur in geringem Ausmaß zu CrOCl_3 .)

In den aufgeführten Umsetzungen tritt $\text{Cl}^\ominus$ als Reduktionsmittel auf; damit wird die Analogie zu der Umsetzung von CrO_3 mit HCl -Überschuß in Eisessig deutlich, die nach

zu den Anionen der Weinlandschen Komplexe $\text{Me}_2\text{I}[\text{CrOCl}_5]$ bzw. $\text{RH}[\text{CrOCl}_4]$ (R = tert. Amin) führt^{1,2}. Dementsprechend zeigt eine Lösung von CrOCl_3 in HCl /Eisessig das für diese Anionen charakteristische Absorptionsspektrum¹.

CrOCl_3 ist bei tiefen Temperaturen und Lichtabschluß unverändert haltbar; über 0° tritt allmähliche Disproportionierung in CrO_2Cl_2 und feste Chrom(III)-Verbindungen ein.

¹ Diplomarbeit MANFRED LEDER, Techn. Hochschule München, 1960.

² R. F. WEINLAND u. W. FRIDRICH, Chem. Ber. **38**, 3784

Die magnetische Messung ergab ein Moment von 1,80 B.M., entsprechend dem theoretischen Wert für ein ungepaartes Elektron (1,73 B.M.).

Herrn Prof. Dr. Dr. h. c. W. HIEBER danken wir für sein reges Interesse und die großzügige Förderung mit Institutsmitteln; der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie sind wir für Sachbeihilfen und die Gewährung eines Stipendiums verpflichtet.

[1905]; R. F. WEINLAND u. M. FIEDERER, **39**, 4042 [1906]; **40**, 2090 [1907]; R. J. MEYER u. H. BEST, Z. anorg. allg. Chem. **22**, 192 [1899].

Chromylverbindungen IV * Die Isolierung von Chromylazid

Von HANS-LUDWIG KRAUSS und KURT STARK

Anorg.-chem. Institut der Technischen Hochschule München
(Z. Naturforschg. **17 b**, 345–346 [1962]; eingegangen am 14. März 1962)

Über die Existenz eines Chromyl-Azids $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$ in CCl_4 -Lösung ist kürzlich berichtet worden^{1,2}. Während das $\text{Cr}^{6+}:\text{N}_3^-$ -Verhältnis, das Molgewicht und die Oxidationszahl des Chroms bereits an der gelösten Substanz bestimmt werden konnten^{1,2}, ist zur Absolut-Bestimmung des Chrom-Gehalts eine Isolierung und Wägung des $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$ notwendig.

Die Reindarstellung der Substanz gelingt durch fraktionierte Destillation einer $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$ -Lösung in CF_2Cl_2 im Hochvakuum bei -100°C . Chromylazid bildet tiefviolette, licht- und feuchtigkeitsempfindliche Kristalle, die bei Temperaturen über -60°C mit großer Brisanz explodieren können; es muß daher bei tiefer Temperatur gewogen werden. Für diese Wägung wurde ein allgemein anwendbares Verfahren ausgearbeitet, über das im folgenden berichtet wird. $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$ ist unterhalb -100° unzersetzt haltbar, leicht löslich in inerten Lösungsmitteln, jedoch im gefahrlos anwendbaren Temperaturbereich verhältnismäßig schwer flüchtig. — Die Darstellung von $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$ erfolgt aus HN_3 und $\text{CrO}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ in CF_2Cl_2 als Lösungsmittel. HN_3 wird aus NaN_3 und Stearinsäure bei 160°C entwickelt³ und durch einen Stickstoffstrom in eine auf -78°C gekühlte Falle (F, Abb. 1) gebracht, die mit einer Aufschlammung von $\text{CrO}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ (1 : 1) in CF_2Cl_2 beschickt ist. Man steigert nun die Temperatur unter kräftigem Umschütteln auf ca. -50°C ; nach etwa zwei Std. ist die Umsetzung beendet. Man läßt das restliche $\text{CrO}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ absitzen und drückt mit Stickstoff die wieder auf -78°C gekühlte, tiefviolette Lösung in das Wägegefäß W im Mantel M, das seinerseits schon

vorher auf -100°C gebracht wurde. (Die Leitungsrohre sind durch Übergießen mit fl. Stickstoff zu kühlen.)

Man entleert Falle F, evakuiert und kondensiert bei -100° das leichtflüchtige Freon und ggf. nicht umgesetztes HN_3 nach F zurück.

Abb. 1. Apparatur zur Darstellung von $\text{CrO}_2(\text{N}_3)_2$. (Durchgangshähne mit Teflon-Küken, alle Schliffe mit Teflon-Fett geschmiert!)

Reines Chromylazid bleibt als schwarzvioletter Beschlag in W zurück. Bei der genannten Bad-Temperatur werden nur geringe Mengen Substanz vom Lösungsmitteldampf mitgeführt. Sobald die Destillation beendet ist, wird W mit fl. Stickstoff gekühlt und die Apparatur mit Stickstoff belüftet. Man wartet, bis sich das Schutzgas in W auf die tiefe Temperatur abgekühlt hat, öffnet im Stickstoffstrom den Schliff S und entfernt F. W kann nun etwas angehoben und über einen Draht an einer Waagschale aufgehängt werden; es ist darauf zu achten, daß Höhe von W, Stand der N_2 -Außenkühlung und Stickstoffstrom auf reproduzierbare Werte eingestellt werden. Die Wägung ist auf zeitliche Gewichtskonstanz zu prüfen (nach etwa 10 Min. er-

* III. Mitt.: Z. Naturforschg. **17 b**, 1 [1962].

¹ H. L. KRAUSS u. F. SCHWARZBACH, Chem. Ber. **94**, 1205 [1961].

² F. SCHWARZBACH, Diplomarbeit, Techn. Hochschule München 1961.

³ In Abwandlung eines von P. GÜNTHER, R. MEYER, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **41**, 541 [1935] angegebenen Verfahrens.