H₂O umgesetzt. Die Reaktionsprodukte nimmt man mit Äther auf, filtriert (G 3) und wäscht den Rückstand mit Äther und viel Wasser. Nach dem Trocknen im Hochvakuum beträgt die Ausbeute ca. 50 Prozent.

C₄H₁₀O₃SSn (256,88)

Ber. C 18,70 H 3,92 S 12,48,
Gef. C 18,65 H 4,00 S 12,70.

2. Di-*n*-butylzinn-sulfit

Man setzt 2,3 g (6,6 mMol) (n-C₄H₉)₄Sn mit der unter 1. angegebenen Menge SO₂ und H₂O um. Das ölige Produkt wird durch Zugabe von Äther zur Kri-

stallisation gebracht. Nach dem Filtrieren (G 3) wäscht man mit Äther und H₂O aus. Der mit Alkohol ausgekochte Rückstand besteht aus reinem 2. Ausbeute ca. 15 Prozent.

C₈H₁₈O₃SSn (312,98)

Ber. C 30,70 H 5,80 S 10,24,
Gef. C 30,92 H 5,97 S 9,72.

Herrn Prof. Dr. H. BEHRENS danken wir herzlich für die Förderung dieser Arbeit. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Verband der Chemischen Industrie, Fonds der Chemischen Industrie, sind wir für die finanzielle Unterstützung sehr zu Dank verpflichtet.

Die Kristallstruktur des Na[Yb(NH₂)₄]

The crystal structure of Na[Yb(NH₂)₄]

A. STUHR und H. JACOBS

Institut für anorganische Chemie der Universität Kiel

(Z. Naturforsch. 26 b, 165—166 [1971]; eingeg. am 19. Dezember 1970)

In der Reihe ternärer Amide mit einem Alkalimetall und einem Element der Gruppe III a konnten bis jetzt zwei Verbindungsklassen dargestellt werden: M¹⁺[M³⁺(NH₂)₄] und M¹⁺[M³⁺(NH₂)₆]. Innerhalb jeder Klasse treten nur wenige Strukturtypen auf.

Über die Kristallstruktur des Na₃[Y(NH₂)₆] wurde vor kurzem berichtet¹; es ist uns jetzt gelungen, die des Na[Yb(NH₂)₄] aufzuklären.

Aus Einkristalluntersuchungen ergab sich orthorhombische Symmetrie mit den Gitterkonstanten

$$a = 14,70 \pm 0,02 \text{ \AA} \quad b = 10,02 \pm 0,01 \text{ \AA} \\ \text{und } c = 7,44 \pm 0,01 \text{ \AA}.$$

Die Elementarzelle enthält 8 Formeleinheiten

$$d_x^{25} = 3,19 \quad \rho_{\text{rö}} = 3,15 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}.$$

Für die systematischen Auslöschungen

hkl: keine Auslöschungen

0kl: *k* + *l* = 2*n* *h00*: (*h* = 2*n*)

h0l: *l* + *h* = 2*n* *0k0*: (*k* = 2*n*)

hk0: *h* = 2*n* *00l*: (*l* = 2*n*)

trifft die Raumgruppe *D*_{2h}⁸ — *P* 2₁/*n* 2₁/*n* 2/*a* (Nr. 52) zu.

Mit dem halbautomatischen Einkristalldiffraktometer (Weissenberg) der Fa. Stoe, Darmstadt, wurden — bei Drehung um [100] — mit MoK_α-Strahlung die Reflexintensitäten von *0kl* bis 16 *kl* gemessen. Für die bisher durchgeführten Berechnungen wurden die deutlich über dem Untergrund liegenden Reflexe der Schichten *0kl* bis 10 *kl* mit 780 symmetrieunabhängigen Werten verwendet.

Für Na[Yb(NH₂)₄] lag keine Analogstruktur vor. Daher wurden als erstes die Lagen der Yb³⁺-Ionen bestimmt. Der *R*_F-Wert betrug hierfür 19 Prozent. Der Vergleich der Elementarzellausschnitte mit denen des Na₃[Y(NH₂)₆] ließ für die Struktur des Na[Yb(NH₂)₄] den Schluß auf die Amidionen-Verteilung zu, wobei vorausgesetzt wurde, daß auch in der Ytterbiumverbindung die Amidionen dicht gepackt sind. Die dreidimensionale (ORFLS) Verfeinerung der Parameter bewies mit *R*_F = 7% die Richtigkeit dieses Vorschlages. Die Lagen der Na⁺-Ionen ergaben sich durch Berechnung aller nach Abstandsbetrachtungen zulässigen Möglichkeiten für die Besetzung der Lücken im Anionengitter. Die elektrostatische Valenzregel von Pauling bestätigt das erhaltene Modell.

Bei der endgültigen Verfeinerung (Temperaturfaktoren isotrop) betrug der *R*_F-Wert 4,4 Prozent. Es wurde mit den Atomformfaktoren für Yb³⁺², Na⁺³ und N¹⁺³ gerechnet. In der Tab. 1 sind die Lage- und Temperaturparameter aufgeführt; die in Klammern angegebenen Zahlen geben die Standardabweichungen an.

Punkt.	Atome	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i>
4c	Yb(1)	0,25	0	0,5159 (2)	0,76 (2)
4d	Yb(2)	0,3770 (1)	0,25	0,25	0,93 (2)
4d	Na(1)	0,611 (2)	0,25	0,25	0,80 (20)
4d	Na(2)	0,879 (1)	0,25	0,25	0,90 (20)
8e	NH ₂ (1)	0,366 (2)	0,016 (2)	0,285 (3)	1,81 (33)
8e	NH ₂ (2)	0,480 (2)	0,267 (2)	0,477 (3)	1,83 (37)
8e	NH ₂ (3)	0,253 (2)	0,260 (2)	0,032 (2)	1,33 (29)
8e	NH ₂ (4)	0,142 (2)	−0,001 (2)	0,736 (3)	1,62 (32)

Tab. 1. Lage- und Temperaturparameter.

Sonderdruckanforderungen an Dr. HERBERT JACOBS, Institut f. anorgan. Chemie d. Univ. Kiel, D-2300 Kiel, Olshausenstr. 40—60, Haus 22.

¹ A. STUHR, H. JACOBS u. R. JUZA, Z. Naturforsch. 25 b, 1483 [1970].

² L. H. THOMAS u. K. UMEMA, J. chem. Physics 26, 293 [1957].

³ International tables for x-ray crystallography, Vol. III, p. 202, Kynoch Press, Birmingham 1968.

Yb(1) — NH ₂ :	2 NH ₂ (1): 2,43	2 NH ₂ (3): 2,43	2 NH ₂ (4): 2,28	(3)
Yb(2) — NH ₂ :	2 NH ₂ (1): 2,37	2 NH ₂ (2): 2,28	2 NH ₂ (3): 2,44	(3)
Na(1) — NH ₂ :	2 NH ₂ (2): 2,57	2 NH ₂ (3): 2,96	2 NH ₂ (4): 2,56	(5)
Na(2) — NH ₂ :	2 NH ₂ (2): 2,52	2 NH ₂ (3): 2,80	2 NH ₂ (4): 2,52	(5)

Tab. 2. Yb- und Na—NH₂-Abstände (in Å).

Im Gitter des Na[Yb(NH₂)₄] läßt sich die Amidionenanordnung von einer kubisch dichten Packung durch starke Deformation ableiten; in Richtung [210] ergibt sich die Schichtenfolge ABC.

Die Yb- und Na—NH₂-Abstände (in Å) sind in Tab. 2 angegeben. Ytterbium befindet sich in schwach deformierten Oktaederlücken. Die Na⁺-Ionen sind in sehr stark deformierten Oktaederlücken; eine der Oktaederkanten ist so weit entfernt, daß man besser von einer stark deformierten Tetraederlücke spricht.

In den Amidionen-Ebenen senkrecht [100] liegt jeweils in $\sim n/8$ mit $n=0$ bis 8 folgende Kationenverteilung vor: leer, 1 Yb + 2 Na, 2 Yb, 1 Yb + 2 Na, leer, 1 Yb + 2 Na, 2 Yb, 1 Yb + 2 Na, leer. Die kürzesten Yb—Yb-Abstände (3,70 Å) sind zwischen den mit Ytterbium besetzten, benachbarten Schichten; über nicht

besetzte Schichten hinweg betragen sie 6,27 Å. In dem Na[Yb(NH₂)₄] erkennt man demnach einen Übergang zur Schichtung, während beim Na₃[Y(NH₂)₆] eine weitgehend gleichmäßige Verteilung der Kationen vorliegt.

An der Struktur des Na[Yb(NH₂)₄] werden noch weitere Rechnungen durchgeführt. Insgesamt liegen über 4000 Meßdaten vor. Hiermit soll versucht werden, die Temperaturfaktoren anisotrop zu verfeinern und eventuell den Wasserstoff am Amidion zu lokalisieren.

Die Strukturberechnungen wurden im Rechenzentrum der Universität Kiel durchgeführt. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die großzügige Förderung dieser Untersuchung.

Effect of Adenosine-(3',5')-monophosphate on the Inhibition of Dark Repair by Caffeine

A. WACKER, H. FELLER, P. CHANDRA,
and T. K. R. REDDY

Institut für Therapeutische Biochemie der Universität
Frankfurt/M.

(Z. Naturforsch. **26 b**, 166—167 [1971]; eingegangen am 10. Oktober 1970,
revidiert am 7. Dezember 1970)

Photochemical lesions in DNA, produced on irradiation of bacterial cells with u.v. light¹, can be repaired by two processes, photoreactivation and dark reactivation. The dark reactivation includes excision repair and recombination repair. The excision repair part of the dark reactivation is known to be inhibited by caffeine²⁻⁴.

The dark reactivation enables one to explain the molecular basis of the so-called excision repair systems^{5,6}, by which the pyrimidine dimers as such and also the neighbouring nucleotides in the DNA are enzymatically removed. The points of attack here are the phosphodiester bonds in the DNA. It is known that in the mammalian system caffeine inhibits phosphodiesterase⁷, which hydrolyses adenosine-(3',5')-monophosphate (cAMP) to AMP. This tempted us to

examine the role of cAMP in the inhibition by caffeine of the dark-recovery phenomenon of u.v.-irradiated *E. coli* 15T⁻.

Experimental

Adenosine-(3',5')-monophosphate was purchased from Boehringer Mannheim GmbH. Other chemicals used in this work were of reagent grade and were obtained from Merck, or from Difco Laboratories, Detroit (Michigan), USA. *E. coli* 15T⁻, from the collection of this institute, was maintained on Bacto-agar (2.5%) containing 0.5% NaCl and 1.5% nutrient broth, as well as on glucose-salts synthetic medium supplemented with thymine for smooth colony growth.

E. coli 15T⁻ was grown at 37 °C for 20 hrs in steam sterilised glucose-salts medium containing 2 µg/ml of thymine. At appropriate times cells were spun down at 4 °C and suspended in 0.14% saline at 10⁷ cells/ml. 5 ml of this suspension were irradiated with a Hanau UV lamp (Quarzlampen Gesellschaft, Hanau, Type NN 30/89, main output at 253.7 nm). After irradiation suitable aliquots were diluted with saline after each u.v. dose and plated on Bacto-agar. Caffeine (100 µg/ml) was incorporated in Bacto agar (2.0%) containing 0.5% NaCl and 0.8% nutrient broth, and 100 µg/ml of cAMP was instilled just before plating the irradiated

Reprints request to Prof. Dr. A. WACKER, Institut f. Therap. Biochemie d. Univ., D-6000 Frankfurt a. M., Ludwig-Rehn-Str. 14.

¹ A. WACKER, Progr. in nucleic acid research **1**, 369 [1963].

² E. M. WITKIN, X. Int. Cong. Genetics **1**, 280 [1958].

³ E. M. WITKIN and E. L. FARQUHARSON, Mutation as a cellular process, P. 36, J. & A. Churchill Ltd., London 1969.

⁴ M. LIEB, Z. Vererbungslehre **92**, 416 [1961].

⁵ R. B. SETLOW and W. L. CARRIER, Proc. nat. Acad. Sci. USA **51**, 226 [1964].

⁶ R. P. BOYCE and P. HOWARD-FLANDERS, Proc. nat. Acad. Sci. USA **51**, 293 [1964].

⁷ G. A. ROBINSON, R. W. BUTCHER, and E. W. SUTHERLAND, Ann. Rev. Biochemistry **37**, 149 [1968].