

Menge Molybdäntrijodid (gef. J 79,1; 79,2; 80,1; Mo 20,4; 19,9; Cl höchstens in Spuren. ber. J 79,9; Mo 20,1).

Im Vakuum spaltet MoJ_3 bei etwa 100°C ein weiteres Grammatom Jod ab. Der zurückbleibende Rest hat dann die Zusammensetzung des Molybdändijodids (gef. J 73,1; 72,8 Mo 27,0; 27,5. ber. J 72,6; Mo 27,4).

Die pyknometrische Dichte dieses Molybdändijodids betrug unter $d_4^{20} = 6,43$.

LEWIS und Mitarb.² haben gezeigt, daß man MoJ_2 im Gemisch mit MoJ_3 auch durch Synthese aus den Ele-

menten bei 300°C erhält. Wir haben diese Reaktion bei 400° und 500°C durchgeführt, nach der Absublimation des überschüssigen Jods aber im Rückstand ausschließlich das Molybdändijodid analytisch nachweisen können. Alle Versuche, MoJ_3 bzw. MoJ_2 in einem der zugänglichen Lösungsmittel in Lösung zu bringen, verliefen ergebnislos. Dieser Befund steht im Gegensatz zu einer Angabe in einer neueren französischen Arbeit⁶, wonach man MoJ_2 mit Äthyljodid extrahieren kann.

⁶ M. CHAIGNEAU, Bull. Soc. chim. France, Mém. 1957, 886.

Darstellung des Tris-1.10-phenanthrolin-Chrom(O) [CrPhen_3]

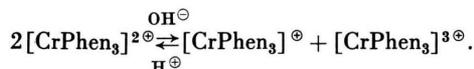
Von S. HERZOG und H. AUL

Institut für Anorganische Chemie der Ernst-Moritz-Arndt-Universität, Greifswald

(Z. Naturforschg. 15 b, 617 [1960]; eingegangen am 30. Mai 1960)

Versuche, das Ion $[\text{CrPhen}_3]^{2\oplus}$ in Analogie zum entsprechenden Komplex des 2.2'-Dipyridyls $[\text{CrDipy}_3]^n$ durch Einwirkung geeigneter erscheinender Reduktionsmittel stufenweise zu entladen¹, führten meist zu einer Zerstörung des Komplexes.

Der Chrom(I)-Komplex $[\text{CrPhen}_3]^\oplus$ konnte jedoch unter Ausnutzung einer Disproportionierungs-Reaktion des Tris-1.10-phenanthrolin-Chrom(II)-ions hergestellt werden²:

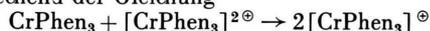


Es gelang jetzt, auch die mit RENNER aufgefundene, bei Gegenwart von Dipyridyl verlaufende Disproportionierungs-Reaktion des Chrom(II)-acetates³ auf Phenanthrolin zu übertragen. Dabei entsteht direkt in guter Ausbeute das gesuchte, bisher unbekanntes Tris-phenanthrolin-chrom(0) in Form schwarzer Kriställchen (Analyse: Cr ber. 8,77%, gef. 8,64; 8,85; N ber. 14,18%, gef. 14,22; 13,90; 14,20). Die Verbindung ist mit rotvioletter Farbe etwas löslich in Benzol, daraus auch um-

kristallisierbar; weiter in Pyridin, Dimethylformamid, Tetrahydrofuran, unlöslich in Wasser und Alkohol. An der Luft oxydieren sich die Lösungen wie auch die feste Substanz augenblicklich, letztere u. U. unter Aufglühen.

Eine orientierende magnetische Messung lieferte den Wert $\mu_{\text{eff.}} = 0,98 \pm 0,09$ Bohr'sche Magnetonen, der angesichts möglicher paramagnetischer Verunreinigungen (Oxydationsprodukte) auf das Nichtvorhandensein ungepaarter Elektronen, d. h. auf Krypton-Konfiguration deutet. Auch strukturell verwandte Chrom(II)-salze anderer Fettsäuren können u. U. disproportionieren, z. B. das Propionat und das Butyrat sowie die rote Form des Formiats.

Die Substanz vermag mit dem Chrom(II)-komplex entsprechend der Gleichung



zum Chrom(I)-komplex zu komproportionieren.

Die anaerobe Jodierung führt nach einem Verbrauch von 1,47 Molen Jod zur Chrom(III)-stufe.

Damit ist die Elektronenbeladung des $[\text{CrPhen}_3]^n$ -Systems wie beim entsprechenden Dipyridyl-Komplex $[\text{CrDipy}_3]^n$ bis zur Kryptonbesetzung gelungen ($n = 3, 2, 1, 0$).

Das Problem wird nach verschiedenen Richtungen weiter bearbeitet.

Herrn Dr. PERTHEL danken wir für die magnetischen Messungen.

¹ Vgl. z. B. S. HERZOG u. W. SCHÖN, Z. anorg. allg. Chem. 297, 323 [1958].

² S. HERZOG, Chem. Techn. 8, Heft 9, 544 [1956].

³ S. HERZOG u. K.-CHR. RENNER, Chem. Ber. 92, 872 [1959].

Vergleichsmessungen mit Intensitätsstandards für energiereiche Bremsstrahlung

Von J. S. PRUITT und W. POHLIT

National Bureau of Standards, Washington, und Max-Planck-Institut für Biophysik, Frankfurt/Main

(Z. Naturforschg. 15 b, 617—619 [1960]; eingegangen am 27. Juni 1960)

Die Intensität energiereicher Bremsstrahlung kann mit Kalorimeter-Anordnungen bestimmt werden, wenn sichergestellt ist, daß die gesamte durch die Meßblende gegangene Strahlungsenergie im Absorber des Kalorimeters stecken bleibt und dort in Wärme umgewandelt wird. Als Absorber muß man also möglichst anorganische feste Substanzen benutzen, in denen bei Bestrah-

lung keine chemischen Reaktionen ablaufen, und seine Abmessungen so groß wählen, daß der nicht absorbierte Anteil der Strahlungsenergie in der Größenordnung der Meßfehler bleibt (in der Regel etwa 1%). Bei einem Betatron sind dann in 1 m Targetabstand Temperaturerhöhungen von etwa $10^{-3}^\circ\text{C}/\text{min}$ zu erwarten, die auf etwa 1% genau gemessen werden sollen. Solche Kalorimeter-Anordnungen können als Meßgeräte für absolute Intensitätsmessungen angesehen werden. Sie sind aber relativ kompliziert, so daß für praktische Intensitätsmessungen Ionisationskammern benutzt werden, deren Eichfaktor nur wenig von der Maximalenergie der Bremsstrahlung abhängt.

Eine solche Ionisationskammer (Aluminium-Ionisationskammer, Abb. 1) wurde im NBS in Washington

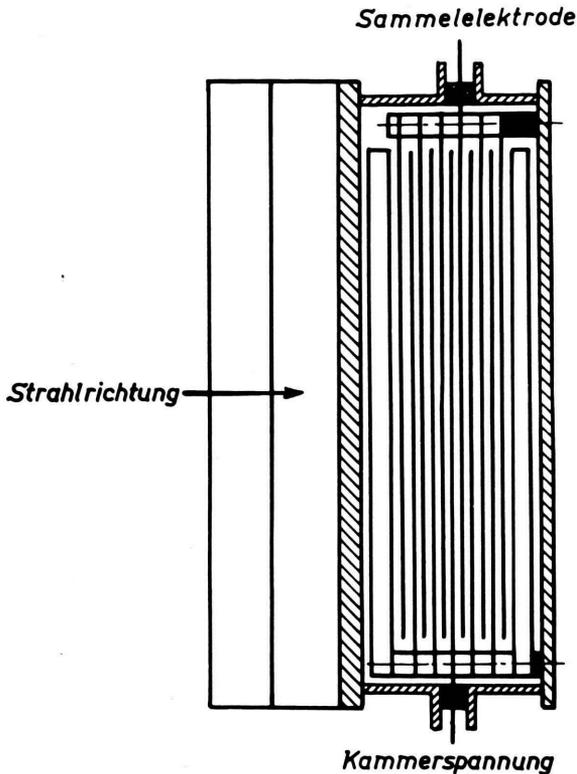


Abb. 1. Ionisationskammer für Intensitätsmessungen energiereicher Bremsstrahlung.

entwickelt¹ (P2-4) und mit einem Kalorimeter und einem Kristallspektrometer im Bereich von 6–170 MeV kalibriert¹⁻⁵. Für einen Felddurchmesser von 4 cm und einer Filtrierung der Strahlung von 1 g/cm² Al ergeben sich die in Tab. 1 für den Bereich von 20 bis 40 MeV zusammengestellten Werte.

Maximalenergie der Bremsstrahlung [MeV]	Kalibrierungsfaktor [Coulomb/Joule b. 22°C und 760 mm Hg] [$\cdot 10^{-6}$]
20	2,45
25	2,45
30	2,45 $\pm 1\%$
35	2,46
40	2,48

Tab. 1. Kalibrierung der Aluminium-Ionisationskammer (P2-4).

Im MPI für Biphysik wurde ebenfalls ein total-absorbierendes Kalorimeter aufgebaut und damit eine nach den Zeichnungen des NBS identisch nachgebaute Aluminium-Ionisationskammer (P2-6) kalibriert. Als Ka-

librierungsfaktor ergab sich bei 34,5 MeV Maximalenergie $2,45 \cdot 10^{-6}$ Coulomb/Joule $\pm 1,5$ Prozent. Die gute Übereinstimmung mit den in Tab. 1 angegebenen Werten konnte allerdings auch nur zufällig sein, indem Fehler des Kalorimeters durch solche der Aluminiumkammer kompensiert wurden. Bei Vergleichsmessungen der beiden Ionisationskammern (P2-4 und P2-6), die im Oktober 1959 in Frankfurt durchgeführt wurden, ergab sich aber eine Identität der beiden Standards innerhalb von 0,2%, wie der Auszug aus dem Protokoll zeigt.

Auszug aus dem Meßprotokoll: 5. 10. 59 E=20 MeV

Zeit	Temp.	P2-4 Monitor	Zeit	Temp.	P2-6 Monitor	Zeit	Temp.	P2-4 Monitor
14 ²⁵	18,8	0,7310	15 ⁰⁵	18,3	0,7330	15 ⁴⁰	18,8	0,7308
		0,7307			0,7318			0,7315
		0,7309			0,7320			0,7325
		0,7316			0,7322			0,7315
		0,7306			0,7311			0,7320
		0,7310			0,7330			0,7317
		0,7311			0,7321			0,7329
		0,7301			0,7313			0,7309
		0,7306			0,7317			0,7313
		0,7310			0,7323			0,7314
		0,7330			0,7303	16 ¹⁰	19,1	0,7319
		0,7301			0,7335			
		0,7308			0,7314			
		0,7309			0,7331			
		0,7335	15 ³⁵	18,7	0,7330			
		0,7307						
		0,7320						
M.W.	18,8	0,7311		18,5	0,7321		18,95	0,7317
Korr.	18,8	0,7311		18,8	0,7314		18,8	0,7320

$$\frac{P2-6}{P2-4} = \frac{0,7314}{0,7311} = 1,0004 \quad \frac{P2-6}{P2-4} = \frac{0,7314}{0,7320} = 0,9992$$

Die Mittelwerte aus allen Meßreihen ergaben:

$$34,5 \text{ MeV: } \frac{P2-4}{P2-6} = 1,001 \pm 0,002,$$

$$20,0 \text{ MeV: } \frac{P2-6}{P2-4} = 0,999 \pm 0,002.$$

Der Vergleich wurde bei den beiden angegebenen Maximalenergien (20 und 34,5 MeV) und bei verschiedenen Blendendurchmessern (4 cm und 10 cm) durchgeführt; außerdem wurde die Empfindlichkeit der Kammern in den äußeren Bereichen durch seitliches Verschieben gegen den Zentralstrahl getestet. In keinem Fall konnten Unterschiede größer als 0,2% festgestellt werden.

Zu den Messungen wurden zwei identische Kompensations-Schaltungen für die Aluminium-Kammern und die Monitorkammer benutzt mit Gleichspannungs-Verstärkern als Nullinstrumente (s. Abb. 3). Der Fehler von 0,2% bei den angegebenen Quotienten ist durch die Ablesegenauigkeit der Präzisions-Voltmeter bedingt.

Der Vergleich hat gezeigt, daß es möglich ist, die Intensität energiereicher Bremsstrahlung mit einem mitt-

¹ J. S. PRUITT u. S. R. DOMEN, NBS-Report 1958, 6218.

² J. E. LEISS, J. S. PRUITT u. R. A. SCHRACK, NBS-Report 1958, 6149.

³ J. S. PRUITT u. S. R. DOMEN, NBS-Report 1958, 5923.

⁴ E. G. FULLER u. E. HAYWARD, priv. Mitteilung, 1959.

⁵ J. S. PRUITT u. S. R. DOMEN, priv. Mitteilung, 1959.

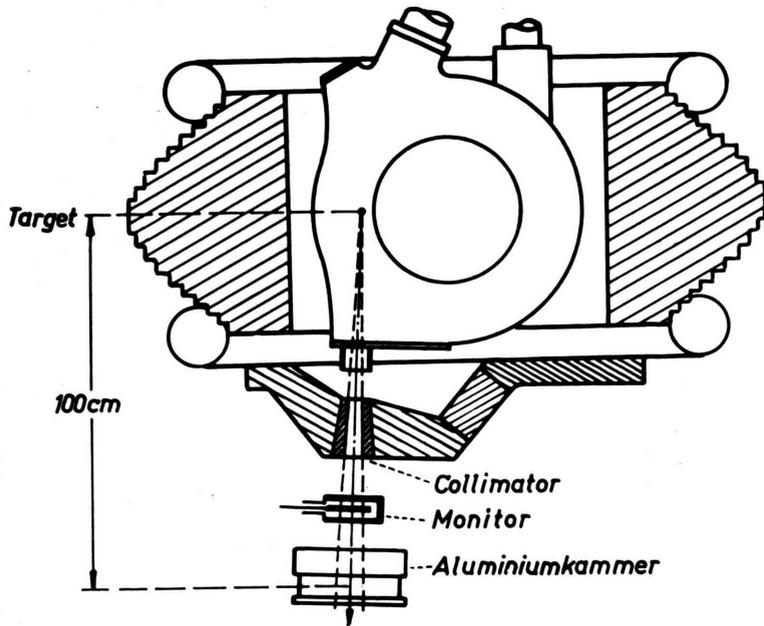


Abb. 2.
Meßanordnung beim Vergleich der
Al-Ionisationskammern.

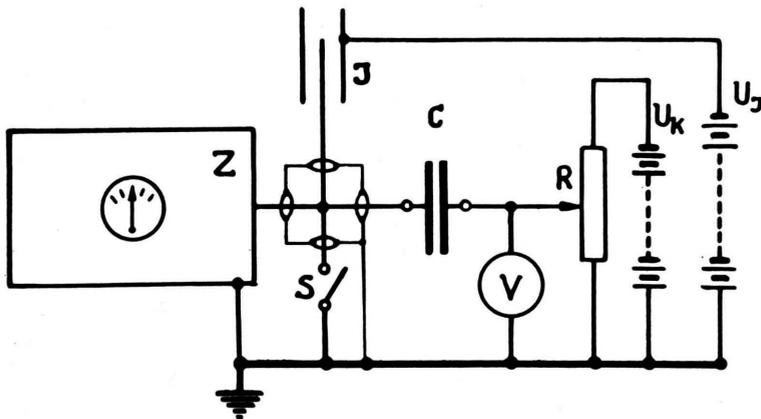


Abb. 3. Kompensations-Schaltung für
Ionisationsmessungen. J Ionisations-
kammer, S Erdungsschalter, V Präzi-
sions-Voltmeter, U_K Kompensations-
Spannung, Z Nullinstrument, C Nor-
malkondensator, R Heliopot-Potentio-
meter, U_J Kammer-spannung.

leren Fehler von etwa 1% absolut anzugeben und daß Messungen mit entsprechenden Ionisationskammern bei geringem Aufwand schnell durchgeführt werden können. Anschlußmessungen weiterer identischer Ionisationskam-

mern anderer europäischer Institute an die Frankfurter Kammer sind geplant.

Allen Mitarbeitern der Frankfurter Betatrongruppe sei für ihre Hilfe bei diesen Messungen gedankt.