

of chick embryos with ^{14}C -proline. Evidently most of the bound hydroxyproline of their ultrafiltrable fraction is in the 1 M NaCl soluble collagen fraction of the present study, for the content of bound hydroxyproline was 60–30 % of their ultrafiltrable hydroxyproline but it is only about 10 % of the ethanol soluble hydroxyproline in the present investigation.

The details of this and related work will be published later elsewhere. This work was supported by a grant from the *Reumaliitto*.

1. Stetten, M. R. *J. Biol. Chem.* **181** (1949) 31.
2. Chvapil, M. and Čmucharlová, B. *Nature* **186** (1960) 806.
3. Woessner, J. F., Jr. and Boucek, R. J. *Arch. Biochem. Biophys.* **93** (1961) 85.
4. Roberts, E., Karnofsky, D. A. and Frankel, S. *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.* **76** (1951) 289.
5. Chvapil, M. *Physiol. Bohemoslov.* **8** (1959) 186.
6. Decker, J. L., Levene, C. I. and Gross, J. *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.* **101** (1959) 472.
7. Mitoma, C., Smith, T. E., Friedberg, F. and Rayford, C. R. *J. Biol. Chem.* **234** (1959) 78.
8. Prockop, D. J., Peterkofsky, B. and Udenfriend, S. *J. Biol. Chem.* **237** (1962) 1581.
9. Kivirikko, K. I. *Nature.* **197** (1963) 593.
10. Prockop, D. J., Udenfriend, S. and Lindstedt, S. *J. Biol. Chem.* **236** (1961) 1395.
11. Lindstedt, S. and Prockop, D. J. *J. Biol. Chem.* **236** (1961) 1399.
12. Prockop, D. J. *Federation Proc.* **21** (1962) 169.
13. Hurych, J. and Chvapil, M. *Biochim. Biophys. Acta* **65** (1962) 170.

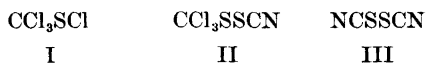
Received December 20, 1962.

Trichlormethansulfenylrhodanid

ALEXANDER SENNING

Chemisches Institut der Universität Aarhus, Aarhus, Dänemark

Trichlormethansulfenylchlorid (I) ist das weitaus stabilste aller organischen Sulfenylchloride und zeichnet sich durch ein im Vergleich zu allen anderen Vertretern der Verbindungsklasse stark herabgesetztes Reaktionsvermögen aus.



Eine Kernsubstituierung aromatischer Verbindungen lässt sich mit Trichlormethansulfenylchlorid nur in Parastellung zu einer N,N-Dialkylaminogruppe erzielen, während Sulfenylchloride im allgemeinen auch mit anderen reaktiven Aromaten reagieren.

Da das bisher unbekannte Trichlormethansulfenylrhodanid (II) strukturell mit dem hochreaktiven Dirhodan (III) nahe verwandt ist, erschien es wünschenswert, diese Verbindung darzustellen und zu untersuchen, ob sich nicht mit ihrer Hilfe Trichlormethylmerkaptogruppen besonders leicht in aromatische Verbindungen einführen lassen. Trichlormethansulfenylrhodanid wurde in siedendem Benzol aus Trichlormethansulfenylchlorid und Kaliumrhodanid dargestellt. Die Verbindung war, wie das Sulfenylchlorid, gelb gefärbt, hatte einen ähnlichen unangenehmen Geruch und zeigte keine gesteigerte Reaktionsfähigkeit gegenüber N,N-Dimethylanilin oder Phenol. Wie das Sulfenylchlorid oxydiert Trichlormethansulfenylrhodanid Kaliumjodid unter Jodausscheidung und reagiert mit Natriumazid in Azetonitril unter heftiger Gasentwicklung. Das Infrarotspektrum enthält eine charakteristische Absorption bei 2170 cm^{-1} ; es handelt sich also nicht um das isomere Trichlormethansulfenylisothiocyanat, CCl_3SNCS . Lieber und Mitarbeiter¹ fanden die charakteristische Absorption organischer Rhodanide bei 2140 cm^{-1} , die organischer Isothiocyanate bei $2060\text{--}2105\text{ cm}^{-1}$.

Versuchsbeschreibung. Käufliches Kaliumrhodanid wurde über Nacht im Trockenschrank bei 130° getrocknet. 19,4 g (0,2 Mol) des so getrockneten Kaliumrhodanids wurden mit 200 ml Benzol gerührt und langsam 37,2 g (0,2 Mol) Trichlormethansulfenylchlorid zuge tropft. Danach wurde noch 3 1/2 Stunden am Rückfluss gekocht, die erkaltete Benzollösung filtriert und im Vakuum destilliert. Zwischen 94° und 95° (10 mm) gingen 33,5 g (80 % der Theorie) Produkt über. Die analysenreine Substanz hatte Kp. $94^\circ/10\text{ mm}$ und n_D^{22} 1,5820. (Gef. Cl 50,90; N 6,89; S 30,54. Ber. für $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{NS}_2$: Cl 51,01; N 6,72; S 30,75).

Die vorliegende Arbeit wurde von *Statens Almindelige Videnskabsfond* finanziell unterstützt.

1. Lieber, E., Rao, C. N. R. und Ramachandran, J. *Spectrochim. Acta* **13** (1959) 296.

Eingegangen am 17. Dezember 1962.