$Pd(PF_3)_4$ ist thermisch weniger stabil. Die ebenfalls farblose und leicht bewegliche Flüssigkeit erstarrt bei −41 °C und zersetzt sich bereits ab −20 °C unter Abscheidung eines Palladiumspiegels. Rasche Zersetzung unter förmlichem Absieden des PF_3 findet bei Raumtemperatur statt. Das IR-Spektrum der Palladiumverbindung wurde daher bei −25 °C zwischen KCl-Blättchen aufgenommen [4]; es enthält die für eine tetraedische Struktur zu erwartenden zwei P–F-Valenzfrequenzen bei 910 (sst,b) und 860 (s) cm^{-1}.

Eingegangen am 5. April 1965 [Z 956]

[1] IX. Mitteilung über Metalltrifluorphosphin-Komplexe. – VIII. Mitteilung: *Th. Kruck* u. *K. Baur*, Chem. Ber. *98* (1965), im Druck.

[2] *Th. Kruck, W. Lang* u. *A. Engelmann*, Angew. Chem. *77*, 132 (1965); Angew. Chem. internat. Edit. *4*, 148 (1965) und dort zitierte Literatur.

[3] Die IR-Spektren wurden mit dem Perkin-Elmer Spektrophotometer, Modell 21, mit NaCl-Optik aufgenommen. – s = stark, sst = sehr stark, b = breit.

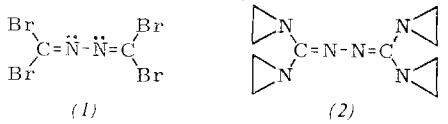
[4] Gasaufnahmen bei Raumtemperatur zeigen lediglich die ν_{P-F}-Schwingungen des freigesetzten PF_3 bei 892 und 853 cm^{-1} sowie eine intensive, breite Bande bei 865 cm^{-1}, die auf ein noch unbekanntes Zersetzungsprodukt zurückgeführt wird.

Synthese von Tetra-(1-aziridinyl)-2.3-diazabutadien

Von Doz. Dr. R. Neidlein und W. Haussmann

Institut für Pharmazeutische Chemie und Lebensmittelchemie der Universität Marburg

Wir haben aus Diisocyan-tetrabromid *(1)* [1, 2], das als Derivat des noch unbekannten Diisocyans betrachtet werden kann, verschiedene Tetraamino-Derivate dargestellt. Zur Synthese



(1) *(2)*

von Tetra-(1-aziridinyl)-2.3-diazabutadien *(2)* löst man 3,71 g (0,01 Mol) Diisocyan-tetrabromid *(1)* in 20 ml wasserfreiem Tetrahydrofuran und fügt 1,6 g (0,04 Mol) fein gepulvertes Natriumhydroxyd hinzu. Unter Eiskühlung und intensivem Rühren werden 3,44 g (0,08 Mol) Äthylenimin zugetropft; anschließend wird die Lösung 2 Std. bei Raumtemperatur gerührt. Nach dem Abfiltrieren des NaBr und dem Abdestillieren des Tetrahydrofurans hinterbleibt ein farbloses Öl, das bei mehrtägigem Stehen im Kühlschrank kristallisiert. Fp = 134–135 °C; Ausbeute: 1,5 g (= 68 %).

Analog läßt sich das Tetrapiperidino-Derivat gewinnen. Fp = 148,5–149,5 °C; Ausbeute: 2,9 g (= 76 %).

Die Verbindung *(2)* ist gegenüber Säuren außerordentlich empfindlich, und selbst Spuren von Protonen verursachen eine explosionsartig ablaufende Polymerisation

Eingegangen am 7. April 1965 [Z 959]

[1] *J. Thiele*, Liebigs Ann. Chem. *303*, 57 (1898).

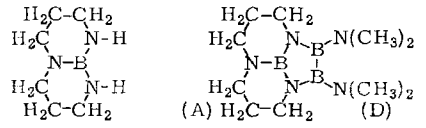
[2] *J. Diekmann*, J. org. Chemistry *28*, 2933 (1963).

Synthese eines 2.5-Diaza-1.3.4-triborolidins

Von Doz. Dr. H. Nöth und Dipl.-Chem. G. Abeler

Institut für Anorganische Chemie der Universität München

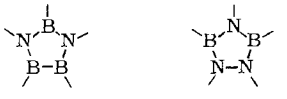
N-Metallierung des Triazaboradekalins *(1)* [1] mit Methyllithium in Äther und anschließende Umsetzung mit symmetrischem Bis-(dimethylamino)-dibordichlorid führt in ca. 30 % Ausbeute zum 1.2-Bis-(dimethylamino)-perhydro-2a.5a.8a-triaza-1.2.8b-triboracenaphthylen *(2)*, Kp = 105 °C/Hochvakuum. Diese Verbindung ist ein Derivat eines neuen B–N-Ringsystems, des 2.5-Diaza-1.3.4-triborolidins *(3)*. Die Struktur von *(2)* ist durch Analyse, Molekulargewicht, IR- und



(1) *(2)*

NMR-Spektrum gesichert. Das ^1H-NMR-Spektrum der Substanz in Benzol weist ein Triplett bei 3,85 ppm, ein durch ein Singulett überlagertes Triplett bei 4,35 ppm sowie ein Quintuplett bei 5,57 ppm im Flächenverhältnis 1:4:1 auf. Diese Signale entsprechen den Protonen C, A+D und B. Das ^{11}B-Signal der B–B-Gruppe findet sich bei −35 ppm, das des B-Atoms der BN_3-Gruppe bei −28,4 ppm [2].

Die Verbindung wird in Hinblick auf die Frage untersucht, ob das System *(3)* stabiler als das 2.3.5-Triaza-1.4-diborolidin *(4)* [3] ist. Berechnungen nach der LCAO–MO-Methode



(3) *(4)*

begünstigen den Heterocyclus *(3)* [4], sind jedoch nicht frei von Widerspruch [5].

Eingegangen am 7. April 1965 [Z 960]

[1] *K. Niedenzu, P. Fritz* u. *J. W. Dawson*, Inorg. Chem. *3*, 1077 (1964).

[2] Signale, die bei höherer Feldstärke liegen als das des Standards (Benzol intern oder $BF_3 \cdot O(C_2H_5)_2$ extern), sind positiv, bei niedrigerer Feldstärke liegende Signale negativ gezählt.

[3] *H. Nöth* u. *W. Regnet*, Z. Naturforsch. *18b*, 1139 (1963); *K. Niedenzu, P. Fritz* u. *H. Jenne*, Angew. Chem. *76*, 535 (1964); Angew. Chem. internat. Edit. *3*, 506 (1964).

[4] *T. Balaban* u. *A. Simon*, Rev. roum. Chim. *9*, 99 (1964).

[5] *D. A. Bochvar* u. *A. A. Bagaturyants*, Nachr. Akad. Wiss. USSR, Abt. chem. Wiss. *1963*, 785.

Isomerenbildung bei der Monochlorierung von n-Heptan mit Phosphorpentachlorid und Phosphortrichlorid/Chlor

Von Dr. B. Fell

Institut für Technische Chemie der Technischen Hochschule Aachen

n-Heptan wurde mit elementarem Chlor oder Phosphorpentachlorid (98 °C; 2 Mol n-Heptan, 0,2 Mol Chlorierungsmittel, 0,1 Mol Dibenzoylperoxyd) oder mit PCl_3/Cl_2 98 °C; (2 Mol n-Heptan, 0,2 Mol PCl_3, 0,1 Mol Dibenzoylperoxyd, 0,2 Mol Cl_2 im Verlauf von 30 min eingeleitet) radikalisch chloriert. Die Isomerenverteilung in der Monochlor-n-heptan-Fraktion wurde gaschromatographisch bestimmt:

	x-Chlor-n-heptan [Gew.-%]			
	1-	2-	3-	4-
Cl_2	15,1	34,6	33,8	16,5
PCl_5	2,5	36,4	41,5	19,5
PCl_3/Cl_2	Spuren	24,0	52,0	24,0

Die Werte zeigen, daß die Wasserstoffatome der Methylgruppe mit PCl_5 wesentlich langsamer reagieren als mit gasförmigem Chlor. Besonders überraschend ist, daß die erste Methylengruppe mit PCl_5 langsamer reagiert als die weiter innen