

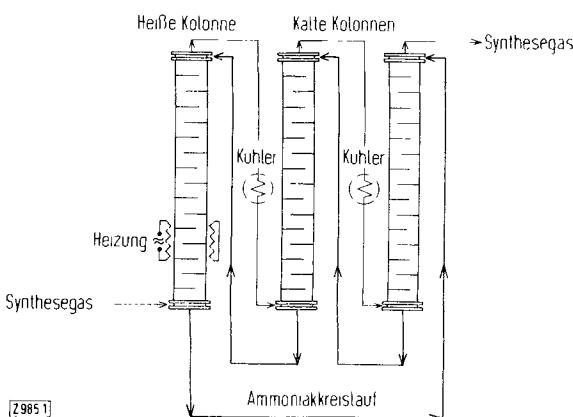
spektren zeigen infolge Wechselwirkung der Radikalelektronen keine Hyperfeinstruktur. Das gleiche Verhalten wurde beim 1.3.5-Tris-(1.5-diphenylverdazyl-3-yl)-benzol beobachtet [1].

Leo [2] versuchte bereits 1937 vergeblich, das 1.3.5-Tris-(diphenylmethyl)-benzol-Triradikal (4) darzustellen. Wir haben erneut Versuche zur Synthese von (4) unternommen: 1.3.5-Tris-(diphenylchloromethyl)-benzol (5) [2] wurde mit Natrium in flüssigem Ammoniak zu 1.3.5-Tris-(natrium-diphenylmethyl)-benzol umgesetzt und die bordeauxrote Lösung anschließend mit der äquivalenten Menge (5) in Toluol versetzt. Unter Abspaltung von Natriumchlorid entsteht ein gelbes Produkt, das sich aus der Toluolphase isolieren lässt. Es ist röntgenamorph, hat keinen definierten Schmelzpunkt, besteht nach Elementaranalyse, Molekulargewichtsbestimmung, IR- und ESR-Spektren aus polymeren Molekülen der (4) entsprechenden Zusammensetzung und enthält wechselnde Mengen Toluol. Sein ESR-Spektrum in Benzol zeigt im Gegensatz zum ESR-Spektrum von (1) Hyperfeinstruktur.

Eingegangen am 10. Mai 1965 [Z 980]

[1] R. Kuhn, F. A. Neugebauer u. H. Trischmann, Angew. Chem. 77, 43 (1965); Angew. Chem. internat. Edit. 4, 72 (1965).

[2] M. Leo, Ber. dtsch. chem. Ges. 70, 1691 (1937).



gereicherten Wasserstoff oder Ammoniak und im Ausgangswasserstoff: (n_D/n_H) Produkt : (n_D/n_H) Ausgangswasserstoff; n_D und n_H = Molenbruch des HD bzw. H_2 , oder NH_2D bzw. NH_3 .

Die gemessene Anreicherung stimmt innerhalb der Fehlergrenze mit der auf Grund von Laboratoriumsversuchen mit einzelnen Siebböden berechneten überein.

Eingegangen am 19. Mai 1965 [Z 985]

[1] W. P. Bebbington u. V. R. Thayer, Chem. Engng. Progr. 55, Nr. 9, 70 (1959). W. P. Bebbington, J. F. Proctor, W. C. Scotton u. V. R. Thayer, 3. Internat. Konferenz friedl. Nutzung d. Atomenergie, Genf 1964, Nr. 290.

[*] Temperaturabhängigkeit der idealen Trennfaktoren $\alpha = (n_D : n_H)_H / (n_D : n_H)_{gas}$. Die Molenbrüche beziehen sich auf die Reaktion $HD + NH_3 \rightleftharpoons H_2 + NH_2D$ bzw. $HDS + H_2O \rightleftharpoons H_2S + HDO$.

T [°C]	α Wasserstoff/Ammoniak	α Schwefelwasserstoff/Wasser
-25	5,1	
0	4,25	2,6
50	3,1	2,15
100	2,4	1,9
150		1,75

[2] Vgl. z.B. E. W. Becker: Heavy Water Production. Internat. Atomic Energy Agency Rev. Ser. Nr. 21, Wien 1962.

[3] R. Hau, H. Ihle u. H. Schierholz, Chem.-Ing.-Techn. 33, 713 (1961); B. Lefrançois, J. M. Lerat u. E. Roth, 3. Internat. Konferenz friedl. Nutzung d. Atomenergie, Genf 1964, Nr. 91.

Neue Synthese von α -verzweigten β -Ketoestern

Von Prof. Dr. H. J. Bestmann, Dipl.-Chem. G. Graf und Dr. H. Hartung

Institut für Organische Chemie der Technischen Hochschule München und der Universität Erlangen-Nürnberg

Während Säurechloride (1) mit Phosphinalkylenen (2) im Molverhältnis 1:2 bei 65 °C in THF zu Allencarbonsäure-estern reagieren [1], erhält man bei der Umsetzung im Molverhältnis 1:1 zwischen 0 und 20 °C in Benzol die Phos-

