

Verb.	R	R'	Ausb. n. (2) %	Kp °C 0.1 Torr	Fp °C	¹ H-NMR-Spektr. (in CDCl ₃ , TMS int.) (Varian A 60, 60 mc)		
						C ₆ H ₅	CH ₃ in ppm;	J ³¹ P-CH ₃ in Hz
II	CH ₃	H	77	110	72-74	-6.9	-1.85	17.8
II	C ₆ H ₅	H	74		111	-7.0		
II	CH ₃	Cl	85		118-120	-7.0	-2.05	17.8
II	C ₆ H ₅	Cl	78		136	-7.0		

Arbeitsvorschrift

Nach Gleichung (1) für R = C₆H₅

0.2 Mol Brenzcatechin und 0.44 Mol Triäthylamin löst man in 1000 ml Äther und kühlt diese Lösung im Eisbad. In trockener N₂ Atmosphäre werden dann 0.2 Mol Phenyldichlorphosphin, gelöst in 250 ml Äther, innerhalb von 2 Stdn. unter Rühren zugetropft. Dann kocht man 1 Std. am Rückfluß, fultriert von NEt₃·HCl ab, zieht das Lösungsmittel ab und destilliert den öli- gen Rückstand Kp/0.1 Torr = 91 °C (Ausb. 35 g = 82 %). Der dann verbleibende Rückstand wird aus Benzol umkristallisiert Fp. = 111 °C (Ausb. 5.5 g).

Nach Gleichung (2)

0.05 Mol des Phosphols (I) werden in 30 ml trockenem Äther gelöst und dazu unter Rühren in N₂-Atm. 0.05 Mol o-Chinon, gelöst in 50 ml Äther, getropft. Die Zutropfgeschwindigkeit wird so eingestellt, daß die freiwerdende Reaktionswärme den Äther gerade am Sieden erhält. Nach 2-stündigem Nachrühren bei Zimmertemperatur wird das Lösungsmittel abge- zogen und der Rückstand destilliert bzw. aus Benzol umkristallisiert.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die großzügige finanzielle Unterstützung der Arbeit.

-
- 1) M. Wieber u. J. Otto, Chem. Ber. **100**, 974 (1967)
 - 2) K. D. Berlin u. M. Nagabhushanam, J. org. Chemistry **29**, 2056 (1964)
 - 3) vgl. F. Ramirez et al. Pure appl. Chem., **9**, 337 (1964); Tetrahedron Lett. 2151 u. 3053 (1966); Tetrahedron **24**, 1785 (1968); R.S. Edmundson Chem. and Ind., 1809, (1967); M. Sanchez et al. Bull. Soc. Chim. France, 773 (1968)
 - 4) C. 5239 (1963); DAS 1126852