

Kristall-Szintillationszähler bestimmt. Vorher wurde geprüft, daß das Filterpapier keine Radioaktivität aus der aktiven Lösung aufnimmt.

Die *Austauschversuche am HgNH₂Cl* wurden nach dem gleichen Arbeitsgang aber mit nur 10 mg und mit einer Lösung von nur 2 g Ammoniumacetat/100 ccm ausgeführt.

Zur *Umsetzung des Hg(NH₃)₂Cl₂ zu HgNH₂Cl* wurden die Präparate wie bei den Austauschversuchen am Hg(NH₃)₂Cl₂ vorbereitet, mit der aktiven Lösung überschichtet und sofort durch Verdünnen auf eine Konzentration von 2 g Ammoniumacetat/100 ccm eingestellt. Die anderen Arbeitsgänge waren die gleichen wie bei den Austauschversuchen.

WALTER HÜCKEL und WOLFGANG KRAUS¹⁾

Isomere Decalindiole-(1.4)

Aus dem Pharmazeutisch-Chemischen Institut der Universität Tübingen

(Eingegangen am 17. Januar 1959)

Von den sechs möglichen Isomeren des Decalindiols-(1.4) wurden zwei der Reihe des *cis*-Decalins und zwei der Reihe des *trans*-Decalins angehörende Diole durch Reduktion von *cis*- und *trans*-Decalindion-(1.4) sowie durch katalyt. Hydrierung von Naphthohydrochinon-(1.4) und *ar*-Tetralindiol-(5.8) mit Raney-Nickel im Autoklaven erhalten, eindeutig der *cis*- und *trans*-Reihe zugeordnet und durch Derivate charakterisiert.

Die Decalindiole-(1.4) interessierten uns als Ausgangsstoffe für die Darstellung isomerer Hexahydronaphthaline. Obwohl unsere Untersuchungen noch nicht abgeschlossen sind, berichten wir schon jetzt über Teilergebnisse, weil kürzlich P. BAUMANN und V. PRELOG²⁾ bei der mikrobiologischen Reduktion von *cis*- und *trans*-Decalindion-(1.4) optisch aktive Decalindiole-(1.4) und eine *meso*-Form erhalten und beschrieben haben. Unsere Bemühungen waren von vornherein nur auf die Gewinnung inaktiver Diole gerichtet.

Von diesen muß es sechs Isomere geben, drei der *cis*- und drei der *trans*-Decalinreihe. Von den *cis*-Decalindiolen-(1.4) sind zwei unspaltbare *meso*-Formen; im übrigen handelt es sich um Racemate bzw. racemische Gemische, deren Schmelzpunkte nicht mit denen der optischen Antipoden zusammenzufallen brauchen. Im folgenden werden vier Isomere beschrieben, von denen je zwei eindeutig in die *cis*- und die *trans*-Decalinreihe eingeordnet werden können.

Diese Zuordnung ergibt sich eindeutig aus ihren Bildungsweisen aus den beiden isomeren Decalindionen-(1.4), deren Konfiguration feststeht³⁾. Diese wurden katalyt. hydriert, das *trans*-Dion außerdem mit Lithiumaluminiumhydrid sowie mit Natrium und Alkohol reduziert. Diese im Zusammenhang mit anderen Arbeiten über die Stereospezifität von Reaktionen stehenden Untersuchungen sind noch nicht ab-

¹⁾ Diplomarbeit Univ. Tübingen 1958.

²⁾ Helv. chim. Acta **41**, 2362 [1958].

³⁾ a) K. ALDER und G. STEIN, Angew. Chem. **50**, 518 links unten [1937]; b) K. ALDER und G. STEIN, Liebigs Ann. Chem. **501**, 278 [1933].

geschlossen. Ferner wurden die bei katalyt. Hydrierung von Naphthohydrochinon-(1.4) und von *ar*-Tetralindiol-(5.8) entstehenden Decalindiole-(1.4) untersucht, von denen mehrere nebeneinander entstehen; aus dem Isomerengemisch wurden bisher mit Sicherheit nur die gleichen Diole erhalten, die auf den genannten Wegen aus den Decalindionen gebildet werden.

Vom *cis*-Decalindion-(1.4) aus gelangt man durch katalyt. Hydrierung mit Platindioxyd in Äthanol ganz überwiegend zu einem Diol vom Schmp. 83–83.5°; daneben entsteht ein wenig Diol vom Schmp. 155.5–156°. In Spuren findet man noch das eine Diol der *trans*-Decalinreihe vom Schmp. 165–165.5° (s. u.); bei der Leichtigkeit, mit der sich das *cis*- in das *trans*-Dion umlagert, überrascht dessen Bildung nicht.

Vom *trans*-Decalindion-(1.4) aus führen alle bisher durchgeführten Reduktionsverfahren zu Gemischen von zwei Diolen vom Schmp. 156.6–157.2° und 165–165.5°. Die Hydrierung mit Platindioxyd in Äthanol, die viel rascher verläuft als die des *cis*-Dions, und die Reduktion mit Lithiumaluminiumhydrid (MERCK) gaben in vorzüglicher Gesamtausbeute dasselbe Isomerengemisch im ungefähren Verhältnis 2 (Schmp. 156.6–157.2°) : 1 (Schmp. 165–165.5°); die Reduktion mit Natrium und Äthanol lieferte sie in ungefähr gleichen Mengen neben viel nicht kristallisierenden Nebenprodukten.

Eine katalyt. Hydrierung von Naphthochinon-(1.4) haben schon A. SKITA und W. ROHRMANN⁴⁾ mit kolloidalem Platin in Essigsäure bei 50° und 3 at Wasserstoffdruck durchgeführt. Sie gelangten dabei nur zum *ar*-Tetralindiol-(5.8), das der Hydrierung des hydroxylierten Kerns hartnäckigen Widerstand entgegensetzte. Die gleiche Erfahrung machten wir bei der Hydrierung mit Platinmohr und Eisessig bei 20°, die allerdings viel langsamer verlief, und bei der rascher und mit guter Ausbeute verlaufenden Hydrierung mit Platindioxyd in Eisessig. Das isolierte und gereinigte *ar*-Tetralindiol-(5.8) wird von beiden Katalysatoren nicht weiter angegriffen; sein Diacetat lieferte mit Platindioxyd in Eisessig lediglich etwas Decalin. Diol wie Diacetat werden selbst bei 100° und 150 at Wasserstoffdruck mit Raney-Nickel als Katalysator in alkoholischer Lösung nicht hydriert; für das Tetralindiol-(5.8) sind 150° und 200 at erforderlich. Dabei entsteht ein schwer trennbares Gemisch von Decalindiolen-(1.4), aus dem verhältnismäßig leicht lediglich das Diol vom Schmp. 155.5°–156° der *cis*-Decalinreihe herausgearbeitet werden konnte; doch ließ sich nachweisen, daß auch erhebliche Mengen der Diole, Schmp. 156.6–157.2° und 165–165.5°, aus der *trans*-Decalinreihe entstanden sein müssen. Vielleicht ist eine bei der chromatographischen Trennung erhaltene Fraktion vom Schmp. 124° mit der von BAUMANN und PRELOG²⁾ auf biochemischem Wege erhaltenen *meso*-Form der *cis*-Reihe vom Schmp. 123° identisch, doch konnte diese noch nicht auf Einheitlichkeit untersucht werden. Naphthohydrochinon-(1.4), unter den gleichen Bedingungen hydriert wie Tetralindiol-(5.8), gibt ein ganz ähnliches Gemisch, in welchem die Diole vom Schmp. 155.5–156°, 156.6–157.2° und 165–165.5° nachgewiesen werden konnten. Die vollständige Untersuchung der durch Hydrierung im Autoklaven erhaltenen Produkte steht noch aus.

⁴⁾ Ber. dtsh. chem. Ges. 63, 1479 [1920].

Die Trennung der Diole wurde teils durch Kristallisation, teils durch Chromatographie erreicht, teils über ihre Diacetate und Dibenzoate. Durch Veresterung und Rückverseifung der Ester wurden die Ergebnisse gesichert. Über die Diole und ihre Derivate gibt folgende Übersicht Auskunft.

Reihe des	Diol	Schmpp. von Diacetat	Dibenzoat
<i>cis</i> -Decalins	155.5–156°	68.6–69.4°	117.5–118°
	83–83.5°	72.6–73.6°	151.2–151.6°
<i>trans</i> -Decalins	156.6–157.2°	116–117°	197.2–197.6°
	165–165.5°	92–93°	101.8–102.6°

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die *Decalindione*-(1.4) wurden nach dem Verfahren von K. ALDER und G. STEIN^{3b)} durch Diensynthese aus *p*-Benzochinon und *Butadien* gewonnen: Das zunächst in Benzollösung in einer Ausb. von etwa 90 % d. Th. gebildete Δ^2, Δ^6 -Tetrahydro-naphthochinon, Schmp. 56 bis 57°, wurde mit Zinkstaub und Essigsäure nach ALDER und STEIN^{3b)} in das Δ^6 -Hexahydro-naphthochinon, Schmp. 106–107°, übergeführt (Ausb. 22 % d. Th.) und dieses katalyt. hydriert. Bequemer ist es, nach P. A. ROBINS und J. WALKER⁵⁾ die Diensynthese in Eisessig vorzunehmen und das gebildete Δ^2, Δ^6 -Tetrahydro-naphthochinon gar nicht erst zu isolieren, vielmehr sofort mit Zinkstaub zu reduzieren; die Ausb. an reinem Produkt aus 37.5 g Chinon beträgt dann allerdings nur 20 g (35 % d. Th.). Zur Reinigung genügt bei den hier angegebenen Mengen zweimaliges Umkristallisieren aus etwas Benzol enthaltendem Petroläther; das von den Autoren angegebene umständliche Reinigungsverfahren dürfte sich nur bei wesentlich größeren Mengen empfehlen. Bei der Hydrierung ist ein Palladium/Calciumcarbonat-Katalysator⁶⁾ geeigneter als das von ALDER und STEIN verwendete kolloide Palladium; mit 0.6 g Pd enthaltendem Katalysator wurden 80 g Δ^6 -Hexahydro-naphthochinon in 45 Min. zum *cis*-Decalindion-(1.4) hydriert (Aufnahme 11.0 l H₂). Das gelbliche Rohprodukt wurde aus niedrig siedendem Petroläther mit etwas Benzol umkristallisiert. 70 g (87 % d. Th.) farblose Blättchen vom Schmp. 52.5–53°.

trans-Decalindion-(1.4) wird aus dem *cis*-Isomeren durch 3 stdg. Erhitzen mit Acetanhydrid unter Rückfluß und Umkristallisieren des Reaktionsproduktes aus Petroläther (Sdp. 50–70°) mit etwas Benzol erhalten, 30 g (43 % d. Th.) *trans*-Verbindung vom Schmp. 121° aus 70 g *cis*-Verbindung. Durch Aufarbeitung der Mutterlauge erhöhte sich die Ausb. etwas, doch konnte die von ALDER und STEIN angegebene quantitat. Ausb. niemals erreicht werden.

Decalindiole aus cis- und trans-Decalindion-(1.4)

Hydrierung von cis-Decalindion-(1.4) mit Platindioxyd: 10 g *cis*-Decalindion-(1.4) in 100 ccm Äthanol nahmen mit 0.91 g Platindioxyd nach ADAMS in 16 Std. 3.1 l Wasserstoff (ber. 2.7 l) auf. Das nach Abfiltrieren des Katalysators und Abdestillieren des Lösungsmittels als zähes Öl in theoret. Ausb. hinterbleibende Reaktionsprodukt war mit den verschiedensten Lösungsmitteln zunächst nicht zum Kristallisieren zu bringen, wurde aber nach mehrmonatigem Stehenlassen unter einem Gemisch von Essigester und Petroläther (1:1) bei –40° kristallin. Aus dem gleichen Gemisch unter Verwendung von Impfkristallen umkri-

⁵⁾ J. chem. Soc. [London] 1958, 415.

⁶⁾ M. BUSCH und H. STÖVE, Ber. dtsh. chem. Ges. 49, 1064 [1916].

stallisiert, schmolz das Diol bei 83–85°; aus den Mutterlaugen kamen Kristalle vom Schmp. 75–80° und ein zähes Öl heraus. Dessen Chromatographie über Aluminiumoxyd (MERCK, standardisiert nach BROCKMANN) mit Essigester/Petroläther (Sdp. 50–70°) (1:2.5) lieferte nacheinander viel Diol vom Schmp. 83–85°, wenig vom Schmp. 155.5–156° und Spuren vom Schmp. 162–163.5° (Diol Schmp. 165–165.5° der *trans*-Reihe; Misch-Schmp. 163 bis 165°).

Das noch nicht ganz einheitliche Diol vom Schmp. 83–85° wurde durch 4stdg. Kochen mit der doppelten Menge Acetanhydrid acetyliert. Die übliche Aufarbeitung ergab ein *Diacetat* vom Schmp. 72.6–73.6° (aus Äthanol) neben öligen Anteilen, genau so wie die Acetylierung des öligen Rohproduktes, aber in besserer Ausb. Die Verseifung mit wäßrig-methanol. Lauge lieferte ein reines Diol vom Schmp. 83–83.5°.

Das *Diacetat* des Diols vom Schmp. 155.5–156°, ebenso bereitet, schmilzt bei 68.6 bis 69.4° und gibt mit dem bei 72.6–73.6° schmelzenden *Diacetat* eine Depression auf etwa 55°.

Das in einem zweiten Versuch aus 10 g *cis*-Decalindion-(1.4) durch Hydrierung erhaltene zähflüssige Rohprodukt wurde sofort mit 20 g Benzoylchlorid in 105 g Pyridin benzoiliert. Das Reaktionsprodukt wurde aus Petroläther (Sdp. 50–70°) umkristallisiert; dabei wurde leicht eine bei 151.2–151.6° schmelzende Dibenzoylverbindung schmelzpunktrein erhalten. Oftmaliges Umkristallisieren der aus den Mutterlaugen herauskommenden Kristalle aus Äthanol lieferte eine zweite Dibenzoylverbindung vom Schmp. 117.5–118°. Sie entsteht sofort rein bei der Benzoilierung des Diols vom Schmp. 155.5–156°. Damit ist erwiesen, daß auch dieses Diol der *cis*-Decalinreihe angehört.

Versuche, durch Veresterung mit Phthalsäureanhydrid die Isomeren zu trennen, blieben erfolglos.

Reduktion von trans-Decalindion-(1.4)

a) *Hydrierung mit Platindioxyd*: 10 g *trans-Decalindion-(1.4)* in 100 ccm Äthanol nahmen mit 0.78 g Platindioxyd schon in 2 Stdn. die ber. Menge Wasserstoff von 2.7 l auf. Das in theoret. Ausb. erhaltene Reaktionsprodukt schmolz bei 126–132°, einmal aus Essigester umkristallisiert bei 130–145°. Durch fraktionierte Kristallisation aus Essigester wurden 2 in Nadeln kristallisierende *Diole* rein erhalten: 2.5 g vom Schmp. 156.6–157.2°, mit Diol der *cis*-Reihe Schmp. 155.5–156° Depression auf 145–150°, und 1.3 g vom Schmp. 165 bis 165.5°, 0.5 g eines Gemisch von beiden, Schmp. 132–146°, und 0.5 g vom Schmp. 116–122°.

In der üblichen Weise acetyliert bzw. benzoiliert, gibt das Diol vom Schmp. 156.6–157.2° ein *Diacetat* vom Schmp. 116–117° und ein *Dibenzoat* vom Schmp. 197.2–197.6°, das Diol vom Schmp. 165–165.5° ein *Diacetat* vom Schmp. 92–93°, das viel leichter in Alkohol löslich ist als das *Diacetat* vom Schmp. 116–117°, und ein ebenfalls viel leichter als sein Isomeres lösliches *Dibenzoat* vom Schmp. 101.8–102.6°.

b) *Reduktion mit Lithiumaluminiumhydrid*: 5 g *Dion* wurden mit 3 g $LiAlH_4$ (MERCK) in insgesamt 100 ccm schwach siedendem Äther während 3 Stdn. reduziert. Im erhaltenen Rohprodukt, 4 g vom Schmp. 125–135°, ließen sich Stäbchen vom Schmp. 152–156° und Nadelpolster vom Schmp. 126–130° erkennen. Fraktionierte Kristallisation aus Essigester gab die *Diole* vom Schmp. 156.6–157.2° und 165–165.5° sowie geringe Mengen vom Schmp. 110–120°.

c) *Reduktion mit Natrium in Äthanol*: Die Reduktion von 4 g *Dion* in insgesamt 120 ccm Äthanol wurde mit 5 g Natrium in 2 Stdn. durchgeführt. Die Aufarbeitung der braun gewordenen Lösung ergab ein zähes, braunes Reaktionsprodukt, das nicht zum Kristallisieren zu bringen war. Die Chromatographie des mit Äther aufgebracht und mit Äther eluierten Produktes über Aluminiumoxyd (MERCK) lieferte in ungefähr gleichen Mengen 2 kleine

Fraktionen, von denen die erste nach dem Umkristallisieren aus Essigester bei 157° und die zweite bei 165° schmolz.

Analysen der Decalindiole und ihrer Derivate

Diol: C₁₀H₁₈O₂ (170.2) Ber. C 70.54 H 10.66

Schmp.	83—83.5°	155.5—156°	156.6—157.2°	165—165.5°
Gef. C	70.67	70.45	70.68	70.78
Gef. H	10.68	10.58	10.52	10.68

Dioldiacetat: C₁₄H₂₂O₄ (254.3) Ber. C 66.11 H 8.72

Schmp.	72.6—73.6°	68.6—69.4°	116—117°	92—93°
Gef. C	66.58	65.93	66.36	66.21
Gef. H	8.64	8.67	8.70	8.71

Dioldibenzoat: C₂₄H₂₆O₄ (378.4) Ber. C 76.16 H 6.93

Schmp.	151.2—151.6°	117.5—118°	197.2—197.6°	101.8—102.6°
Gef. C	76.26	76.17	76.40	76.00
Gef. H	6.89	7.00	6.90	6.70

Decalindiole aus Naphthochinon-(1.4)

Naphthochinon-(1.4) wird am vorteilhaftesten aus α -Naphthol über das 4-Amino-naphthol-(1) gewonnen⁷⁾; dabei werden Ausbeuten von 50 % erreicht. *Naphthohydrochinon*, Schmp. 173°, wird daraus in fast quantitat. Ausb. durch Reduktion mit Zinn(II)-chlorid in stark salzsaurer Suspension erhalten⁸⁾.

ar-Tetralindiol-(5.8) aus Naphthochinon-(1.4)

a) 15 g *Naphthochinon-(1.4)* in 200 ccm Eisessig nahmen mit 1.2 g *Platindioxyd* nach ADAMS je nach dessen Beschaffenheit die berechneten 6.9 l *Wasserstoff* in 7 bis 13 Stdn. auf. Der nach dem Abfiltrieren des Katalysators und der Destillation mit Wasserdampf, der etwas Öl, wohl Decalin, mitführt, hinterbleibende Rückstand wurde unter Zusatz von Tierkohle aus Wasser umkristallisiert und lieferte bei verschiedenen Versuchen zwischen 12 und 14.5 g *Tetralindiol-(5.8)* vom Schmp. 178—180° (80—90 % d. Th.).

b) 10 g *Naphthochinon-(1.4)* in 250 ccm Eisessig nahmen mit 1 g *Platinmohr* 4.6 l *Wasserstoff* erst sehr rasch, dann aber sehr langsam auf, in verschiedenen Versuchen während 90 bis 240 Stdn. Der mit Wasserdampf überdestillierende Eisessig enthielt etwas wasserunlösliches Öl⁹⁾, aus dem ein wenig *cis-cis- α -Decalol* vom Schmp. 90—91° (statt 93°) auskristallisierte. Aus dem Rückstand der Wasserdampfdestillation konnten 2 bis 4 g reines *Tetralindiol-(5.8)* isoliert werden. Sein Diacetat schmilzt bei 188—189° und gibt bei der Verseifung ganz reines Diol vom Schmp. 179.5—180° (Lit.¹⁰⁾: 185°).

Hydrierung von Naphthohydrochinon-(1.4) mit Raney-Nickel: 38 g *Naphthohydrochinon-(1.4)* wurden in 500 ccm Äthanol gelöst und im Rührautoklaven mit 4 Teelöffeln Raney-Nickel bei 150° unter 200 at Wasserstoffdruck hydriert. Die ber. Wasserstoffmenge war in 20 Stdn. aufgenommen. Nach Abfiltrieren des Katalysators und Abdestillieren des Äthanol wurde der braune Rückstand mit Essigester digeriert. Es blieben Kristalle vom Schmp. 142—146° zurück, die nach zweimaligem Umkristallisieren aus Essigester den Schmp. 155.5

⁷⁾ Org. Syntheses Coll. Vol. I, 383; II, 39.

⁸⁾ F. RUSSIG, J. prakt. Chem. [2] 62, 32 [1900].

⁹⁾ Vgl. A. SKITA und W. ROHRMANN⁴⁾ bei der Hydrierung mit kolloidem Platin.

¹⁰⁾ O. DIELS und K. ALDER, Ber. dtsch. chem. Ges. 62, 2363 [1929].

bis 156° zeigten: 3 g reines *Diol der cis-Reihe*, Diacetat Schmp. 68.6–69.4°; weitere Mengen davon sind in den Mutterlaugen enthalten.

Hydrierung von Tetralindiol-(5.8) mit Raney-Nickel: 62 g Tetralindiol-(5.8) wurden in 1 l Äthanol gelöst und im Rührautoklaven mit 12 Teelöffeln Raney-Nickel bei 150° unter 200 at Wasserstoffdruck hydriert. Die ber. Wasserstoffmenge war in 20 Stdn. aufgenommen. Sowohl ein Destillat des braunen Rohproduktes, Sdp.₁₄ 180–190° nach geringem Vorlauf, erst glasig, dann Schmp. 80–120°, wie das direkte Anreiben mit Essigester lieferten nach dem Umkristallisieren insgesamt 5 g reines *Diol* vom Schmp. 155.5–156°.

Die Mutterlaugen, welche im Eisschrank Kristalle vom Schmp. 123–135° ausschieden, wurden einer chromatographischen Analyse unterworfen. 1 g der Kristalle wurde in einem Gemisch von 100 ccm Essigester und 250 ccm Petroläther (Sdp. 50–70°) gelöst und auf eine mit Aluminiumoxyd (MERCK, standardisiert nach BROCKMANN) beschickte 40-cm-Säule von 2 cm Durchmesser aufgebracht. Zur Elution dienten der Reihe nach Gemische aus Essigester und Petroläther 1:1; 1.5:1; 2:1 und schließlich reiner Essigester. Neben Übergangsfractionen wurden der Reihe nach fast rein erhalten: Schmp. 154.5–155.5° (*Diol der cis-Reihe*); Schmp. 164.5–166.5° (*Diol der trans-Reihe*), Schmp. 88.5–90° (sehr wenig); Schmp. 124–126° (wenig; Einheitlichkeit fraglich, vielleicht das *meso*-Diol der *cis*-Reihe von BAUMANN und PRELOG²⁾).

Mit Chloroform als Lösungs- und Elutionsmittel war die Trennung nicht so gut. Sie lieferte zwar auch die beiden Diole vom Schmp. 155.5–156° und 165–165.5°, die Hauptmenge, 0.7 g vom Schmp. 130–140°, wurde aber nicht weiter chromatographiert, sondern in 8 g Pyridin mit 1.5 g Benzoylchlorid umgesetzt und gab ein unscharf zwischen 120 und 165° schmelzendes Dibenzoat. Aus diesem konnten durch Umkristallisieren aus Petroläther (Sdp. 50–70°) zwei Isomere rein erhalten werden: eines mit Schmp. 197.2–197.6°, Dibenzoat des Diols vom Schmp. 156.6–157.2°, und eines mit Schmp. 117.5–118°, Dibenzoat des Diols vom Schmp. 155.5–156°. Damit sind zwei Diole der *trans*-Reihe und ein Diol der *cis*-Reihe mit Sicherheit nachgewiesen; die Anwesenheit eines zweiten Diols der *cis*-Reihe ist wahrscheinlich gemacht. Die weitere Untersuchung der Hydrierungsprodukte von Naphthohydrochinon und Tetralindiol-(5.8) ist noch im Gange.

Erfolgreiche Hydrierungsversuche

Naphthochinon-(1.4) mit Raney-Nickel in Äthanol unter Atmosphärendruck wie bei 200 at und nur 80°; Tetralindiol-(5.8) mit Platindioxyd in Eisessig unter Atmosphärendruck und mit Raney-Nickel unter 195 at bei nur 100°; Tetralindioldiacetat unter verschiedenen Bedingungen, das allenfalls etwas Decalin lieferte; mit Raney-Nickel in Äthanol bei 100° und 150 at blieb es größtenteils unverändert, geringe Mengen einer bei 132.5–133° schmelzenden Substanz sind nach der Elementaranalyse Tetralindiol-(5.8)-monoacetat:

