



### Beschreibung der Versuche

*Darstellung von 3:* 50 mg **2** in 10 ccm Methanol rührte man 1 $\frac{1}{2}$  Stdn. mit 1 g MnO<sub>2</sub>. Nach Abfiltrieren des MnO<sub>2</sub> erhielt man gelbe, sehr instabile Kristalle (CHCl<sub>3</sub>/Petroläther), die sich bei ca. 80° zersetzen.

*Darstellung von 4:* 50 mg **2** in 20 ccm Methanol hydrierte man mit Palladium/BaSO<sub>4</sub> (5proz.). Die erhaltene Perhydroverbindung erwärmte man in 20 ccm Aceton unter Zusatz von 20 mg *p*-Toluolsulfonsäure 24 Stdn. zum Sieden. Das gebildete Bis-acetonid erwärmte man in 3 ccm Acetanhydrid/Pyridin (10:1) 1 Stde. auf 80° und reinigte den Eindampfrückstand durch Dünnschichtchromatographie (Äther/Petroläther 1:1), Ausb. 42% **4**, farbloses Öl.

IR: OAc 1750, 1250/cm.

MS: M<sup>+</sup> *m/e* 558.338 (19%) (ber. für C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O<sub>10</sub> 558.340), M<sup>+</sup> -  $\dot{\text{C}}\text{H}_2\text{OAc}$  485 (1%);  
AcO-[CH<sub>2</sub>]<sub>11</sub>-CH= $\overset{\oplus}{\text{O}}\text{Ac}$  285.207 (64%) (ber. für C<sub>16</sub>H<sub>29</sub>O<sub>4</sub> 285.207) (MS 9, Direkteinlaß).

[195/72]