

Beschreibung der Versuche

Darstellung von 3: 50 mg **2** in 10 ccm Methanol rührte man 1 $\frac{1}{2}$ Stdn. mit 1 g MnO₂. Nach Abfiltrieren des MnO₂ erhielt man gelbe, sehr instabile Kristalle (CHCl₃/Petroläther), die sich bei ca. 80° zersetzen.

Darstellung von 4: 50 mg **2** in 20 ccm Methanol hydrierte man mit Palladium/BaSO₄ (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⁺ *m/e* 558.338 (19%) (ber. für C₂₉H₅₀O₁₀ 558.340), M⁺ - $\dot{\text{C}}\text{H}_2\text{OAc}$ 485 (1%);
AcO-[CH₂]₁₁-CH= $\overset{\oplus}{\text{O}}\text{Ac}$ 285.207 (64%) (ber. für C₁₆H₂₉O₄ 285.207) (MS 9, Direkteinlaß).

[195/72]