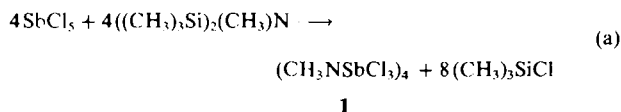


Wir setzten nun Antimonpentachlorid mit Methylbis(trimethylsilyl)amin um [Gl. (a)] und erhielten in guter Aus-



beute blaßgelbe Kristalle von 1. Es handelt sich hier um die erste Verbindung, deren cubanartige Struktur ausschließlich aus Stickstoff- und Antimonatomen aufgebaut ist (Abb. 1)^[1]. Das Molekül weist eine vierzählige Drehinversionsachse auf; die Sb-N-Abstände sind denen in Sb_2N_2 -Vierringen vergleichbar^[2,6].

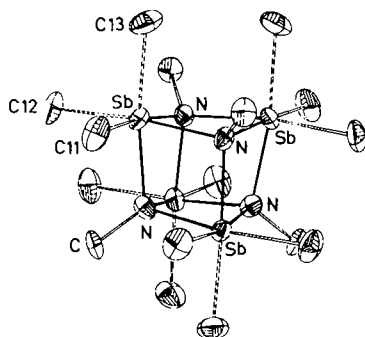


Abb. 1. Struktur von 1 im Kristall. Wichtige Bindungslängen [Å] und -winkel [°]: Sb-Cl 2.320-2.337(3), Sb-N 2.151-2.189(10), N-C 1.504(13); Sb-N-Sb 99.6-100.8(4), N-Sb-N 78.2-79.1(3).

Experimentelles

Man löst äquimolare Mengen SbCl_5 und $((\text{CH}_3)_3\text{Si})_2(\text{CH}_3)\text{N}$ in CH_2Cl_2 . Beide Lösungen sollten möglichst verdünnt sein. Die SbCl_5 -Lösung tropft man bei Raumtemperatur unter Rühren langsam zu der Silylaminlösung. Nach dem Zutropfen wird das Reaktionsgemisch noch etwa 1 h unter Rückfluß erhitzt. Anschließend wird das Lösungsmittel zusammen mit Trimethylchlorosilan abdestilliert. Der Rückstand wird mit CH_2Cl_2 extrahiert. Beim Einengen der Lösung werden gelbe Kristalle von 1 erhalten. Sie lösen sich in aromatischen und chlorierten Kohlenwasserstoffen. Gereinigt wird 1 durch Chromatographie an Kieselgel (Laufmittel: Cyclohexan/Dichlormethan 3/1), $\text{Fp} = 180^\circ\text{C}$ (Zers.); Ausbeute: ca. 55%. - IR-Spektrum (KBr-Preßling): $\tilde{\nu}$ [cm^{-1}] = 3500-3400 (w, KBr), 3250 (w, NH), 2930 (w, $\nu(\text{CH})$), 2860 (w, $\nu(\text{CH})$), 1440 (s, $\delta(\text{CH})$), 1410 (m, $\delta(\text{CH})$), 970 (s, $\nu(\text{N}-\text{CH})$), 780 (m), 635 (w), 530 (s, $\nu_{\text{as}}(\text{SbN})$), 395 (m, $\nu(\text{SbCl}_2)$), 330 (m, $\nu(\text{SbCl})$), $\nu_{\text{t}}(\text{SbN}_2)$. - ^1H -NMR-Spektrum (CDCl_3 , TMS als Standard): $\delta = 3.65$. - ^{13}C -NMR-Spektrum (CDCl_3): $\delta = 35.9$. MS: m/z 984 ($M^+ - \text{HCl}$). - Korrekte Elementaranalyse (C, H, N, Cl, Sb).

Eingegangen am 6. August,
veränderte Fassung am 7. Oktober 1987 [Z 2391]

CAS-Registry-Nummern:

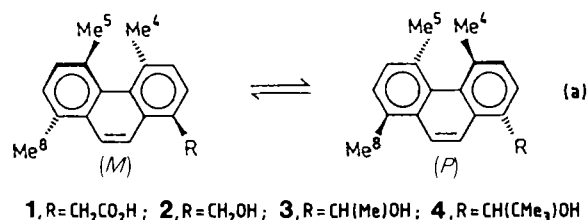
1: 112373-65-6 / SbCl_5 : 7647-18-9 / $(\text{Me}_3\text{Si})_2\text{NCH}_3$.

- [1] a) B. Milewsky, W. Dietrich, H. P. Latscha, *Chem. Ztg.* 103 (1979) 401; b) U. Müller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 422 (1976) 134; c) O. Morschheuser, H. F. Latscha, *ibid.* 525 (1985) 29, siehe dort auch Zitate 1 und 2; d) N. Wiberg, K. H. Schmidt, *Chem. Ber.* 100 (1967) 741.
[2] G. Rajca, W. Schwarz, J. Weidlein, *Z. Naturforsch. B* 39 (1984) 1219.
[3] H. D. Hausen, W. Schwarz, G. Rajca, J. Weidlein, *Z. Naturforsch. B* 41 (1986) 1223.
[4] a) G. Birke, H. P. Latscha, H. Pritzkow *Z. Naturforsch. B* 31 (1976) 1285; b) W. Dietrich, H. Eisinger, H. P. Latscha, J. Pebler, K. Schmid, *ibid.* 34 (1979) 1454; c) H. Eisinger, H. P. Latscha, *ibid.* 34 (1979) 1059.
[5] 1: Raumgruppe $P4_2/c$, $a = b = 10.044(1)$, $c = 12.472(2)$ Å, $V = 1258$ Å³, $Z = 2$; $R = 0.033$ für 595 unabhängige Reflexe (Siemens-Stoe AED, ω -Scan, MoK_α -Strahlung). Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52713, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
[6] U. Müller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 388 (1972) 207.

Wie hoch ist die Aktivierungsbarriere für die Helix-Inversion von 1,4,5,8-tetrasubstituierten Phenanthrenen?***

Von Albrecht Mannschreck*, Erich Gmahl, Thomas Burgemeister, Fritz Kastner und Volker Sinnwell

1947 wurden die Synthese der (4,5,8-Trimethyl-1-phenanthryl)essigsäure 1 und die Anreicherung ihres (+)-Enantiomers mitgeteilt^[2]. Diese Erscheinung wurde als Isomerie des 4,5-Phenanthren-Typs bezeichnet^[2]. Sie wird durch das Gleichgewicht (a) beschrieben und muß als Ausgangspunkt der Helicenchemie^[3] betrachtet werden. Diese Isomerie gemäß (a) trug wesentlich zu unserer heutigen Kenntnis der Helizität^[4] von Molekülen bei. Die zu Beginn genannte Anreicherung eines Enantiomers wurde häufig zitiert; ihre Bedeutung läßt sich an ihrer Erwähnung in mehreren Lehrbüchern ablesen^[5].

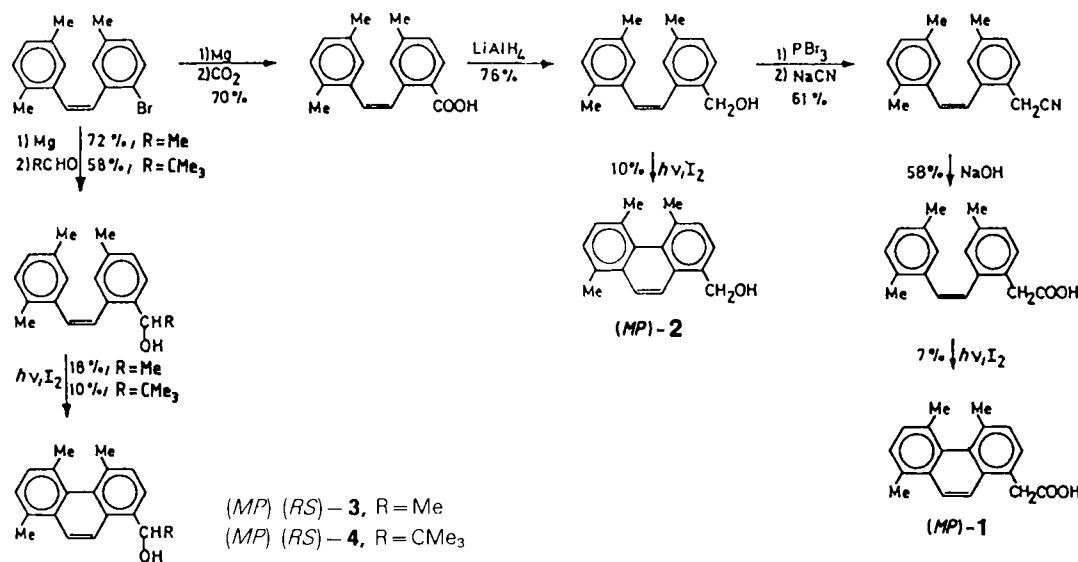


Über die Geschwindigkeit der Racemisierung von (+)-1 werden keine Angaben gemacht, doch werden einige Drehwerte zwischen $+0.11 \pm 0.02$ und 0.00° erwähnt, die in CHCl_3 in Abhängigkeit von der Zeit gemessen wurden^[2]. Da bis heute keine anderen Daten über die Enantio-merisierung von 1,4,5,8-tetrasubstituierten Phenanthrenen bekannt sind, wurden die genannten Drehwerte von mehreren Arbeitsgruppen dazu verwendet, die Halbwertszeit $t_{0.5}$ bei Raumtemperatur und/oder ΔG^\ddagger für die Inversion abzuschätzen. Die erhaltenen Werte^[6-10] stimmen in der Größenordnung überein ($t_{0.5} \approx 4$ h, $\Delta G^\ddagger \approx 99$ kJ mol⁻¹) und ähneln denen von 4,5-Dimethyl-9,10-dihydrophenanthren (2.8 h, 98.4 kJ mol⁻¹, bei 24.8°C in Benzol)^[6,11]. Dieses Ergebnis war unerwartet^[6], weil ein anderes Phenanthrenderivat unter analogen Bedingungen eine beträchtlich *niedrigere* Aktivierungsbarriere als das vergleichbare 9,10-Dihydrophenanthren aufwies^[12]. Auch die ΔG^\ddagger -Werte von 4,5-Bis(acetoxymethyl)phenanthren (75.7 kJ mol⁻¹ bei 24.8°C)^[7] und 4,5-Dimethylphenanthren (67 kJ mol⁻¹ bei 25°C)^[10] sind beträchtlich *niedriger* als der Wert für 1 von ca. 99 kJ mol⁻¹. Verschiedentlich wurde darauf hingewiesen^[7,8,10], daß diese Unstimmigkeiten nicht geklärt sind. Die hier berichtete Bestimmung der Aktivierungsbarrieren für die Helix-Inversion ($M \rightleftharpoons P$) der Phenanthrene 1-4 soll zur Klärung beitragen.

Unsere Synthese von 1 war auf die Cyclodehydrierung als letzten Schritt ausgerichtet (Schema 1). Diese Reaktion war zur Zeit der beschriebenen^[2] zwanzigstufigen Synthese

[*] Prof. Dr. A. Mannschreck, Dipl.-Chem. E. Gmahl, Dr. T. Burgemeister, F. Kastner
Institut für Organische Chemie der Universität
Universitätsstraße 31, D-8400 Regensburg
Dr. V. Sinnwell
Institut für Organische Chemie und Biochemie der Universität
Martin-Luther-King-Platz 6, D-2000 Hamburg

[**] Helicale Phenanthrene, 2. Mitteilung. Diese Arbeit wurde vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert. Wir danken den Herren Dr. W. Fischer und Dr. H. Scherübl für nützliche Diskussionen und Fr. N. Pustel für experimentelle Zusammenarbeit. - 1. Mitteilung: [1].



Schema 1. Synthese der 1,4,5,8-tetrasubstituierten Phenanthrene 1–4. Die substituierten Stilbene waren in den meisten Fällen (*E*)/(*Z*)-Mischungen.

unbekannt. Der primäre Alkohol **2** sowie die sekundären Alkohole **3** und **4** wurden ebenfalls hergestellt (Schema 1), weil ihre ΔG^\ddagger -Werte dem Wert für **1** ähneln sollten. Anders als bei (*MP*)-**1** und (*MP*)-**2** sind für **3** und **4** je vier Stereoisomere ((*MP*)(*RS*)-**3** bzw. (*MP*)(*RS*)-**4**) möglich.

Die Massenspektren von **1–4** sind mit den vorgeschlagenen Konstitutionen in Einklang. Die ^1H -NMR-Signale aller aliphatischen (Tabelle 1) und aromatischen Protonen von **1**, **2** und **4** wurden anhand von Kern-Overhauser-Differenzspektren zugeordnet. Die Enantiomere von **1** und **2** ergaben bei der HPL-Chromatographie an einem optisch aktiven Sorbens bei -40°C getrennte Signale, die bei 15°C wegen Enantiomerisierung^[13,14] während der Chromatographie zu einem gemittelten Signal koaleszierten (Tabelle 1). Der Literatur-Schmelzpunkt ($142.8\text{--}143.6^\circ\text{C}$,

kor.)^[2] liegt nahe dem unserer Säure **1** ($137.5\text{--}138.5^\circ\text{C}$, kor.). Ihr UV-Spektrum in CHCl_3 ähnelt dem früher^[2] abgebildeten Spektrum (Lösungsmittel nicht angegeben).

ΔG^\ddagger für die Helix-Inversion (Tabelle 2) wurde durch dynamische ^1H -NMR-Spektroskopie und/oder Verfolgung der thermischen Racemisierung erhalten. Bei den letztgenannten Messungen wurde der Fluß während der Chromatographie an einem optisch aktiven Sorbens unterbrochen (stopped flow), sobald die Küvette des polarimetrischen Detektors ein Enantiomer angereichert enthielt. Anschließend wurde die Küvette auf eine Temperatur thermostati-

Tabelle 1. ^1H -NMR- und HPLC-Daten der Phenanthrene 1–4.

	$\delta(^1\text{H})$ [a]			k [c]	\bar{k} [c]
	Aryl- CH_3 [b]	Aryl- CH_2	Aryl-CH $\geq\text{CCH}_3$		
1	2.52 (5)			0.7 (–)	
	2.55 (4)	4.08 (s) [d]		1.1 (+)	0.7
	2.68 (8)				
2	2.53 (5)	5.07 [e]		0.6 (–)	
	2.56 (4)	5.16 [e]		1.2 (+)	0.5
	2.70 (8)				
3	2.52 (5)		5.65 [f]	1.65 [f]	
	2.55 (4)	–	5.67 [f]	1.71 [f]	–
	2.70 (8)				
4	2.53 (5)		5.32 [h]	0.93 [i]	
	[g] (4)	–	5.41 [i]	1.06 [h]	–
	2.69 (8)				

[a] 250 MHz; 24°C ; $\text{Cl}_2\text{CDCDCl}_2$. [b] Die Position der CH_3 -Gruppe (4, 5 oder 8) ist in Klammern angegeben. [c] HPLC-Kapazitätsfaktor k ($v - v_0$)/ v_0 bei -40°C für jedes Enantiomer (v = Retentionsvolumen) und gemittelter Kapazitätsfaktor $\bar{k} = (v - v_0)/v_0$ bei 15°C für beide Enantiomere (v = Retentionsvolumen) nach Koaleszenz [13, 14] ihrer Signale. v_0 = Retentionsvolumen von Wasser, das nicht retiniert wird [15]. Sorbens: (+)-Poly(tritylmethacrylat) [15] auf Kieselgel aufgezogen. Eluens: CH_3OH . Doppelte Detektion durch Photometrie (350 nm) und Polarimetrie (365 nm). Bei 15°C wurde polarimetrisch kein Signal erhalten. [d] In $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ (400 MHz; 22°C): $\delta(^1\text{H}) = 4.38$ und 4.41 , $^2J(\text{AB}) = 15.4$ Hz. [e] $^2J(\text{AB}) = 12.3$ Hz. [f] $^3J = 6.5$ Hz. Diastereomerenverhältnis bei **3** = 1 : 1. [g] $\delta = 2.54$ und 2.56 für die Diastereomere von **4** (Verhältnis 2.2 : 1). [h] Nebendiastereomer von **4**. [i] Hauptdiastereomer von **4**.

Tabelle 2. ΔG^\ddagger für die Helix-Inversion gemäß (a).

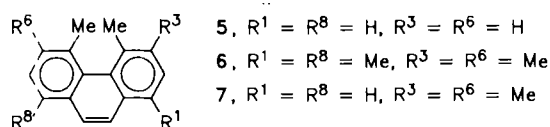
	ΔG^\ddagger [kJ mol $^{-1}$]	<i>T</i> [$^\circ\text{C}$]	Lösungs- mittel	Methode
1	78.3 ± 0.7	–11	CH_3OH	[a]
	77.9 ± 0.4	78	$\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$	[b]
2	78.0 ± 0.6	–10	CH_3OH	[a]
	79.4 ± 0.4	96	$\text{Cl}_2\text{CDCDCl}_2$	[c]
3	80 ± 1	90	$\text{Cl}_2\text{CDCDCl}_2$	[d]
	84 ± 1 (I)	108	$\text{Cl}_2\text{CDCDCl}_2$	[d]
4	81 ± 1 (II)			
5	67 ± 6 [10]	25	$n\text{-C}_6\text{H}_{14}$	[e]
6	105.1 ± 0.4 [16]	49	CHCl_3	[f]
7	95.8 ± 0.2 [1]	30	CHCl_3	[f]

[a] Polarimetrisch verfolgte Racemisierung (on line) nach Anreicherung eines Enantiomers in Lösung durch HPLC an auf Kieselgel aufgezogenem (+)-Poly(tritylmethacrylat) [15]; vgl. Text und [14, 17, 18]. [b] Koaleszenz (400 MHz) der ^1H -NMR-Signale der CH_2 -Gruppe: $^2J(\text{AB}) = 15.4$ Hz, $\delta_A - \delta_B = 0.016$ ppm extrapoliert auf 78°C ; vgl. Tabelle 1. [c] Koaleszenz (250 MHz) der ^1H -NMR-Signale der CH_2 -Gruppe bei Entkopplung des OH-Protons bei $\delta = 1.83$ (verbreitert). $^2J(\text{AB}) = 12.3$ Hz, $\delta_A - \delta_B = 0.065$ ppm extrapoliert auf 96°C ; vgl. Tabelle 1. [d] Koaleszenz (250 MHz) der ^1H -NMR-Signale, die auf die an $\text{sp}^3\text{-C}$ -Atome gebundenen Methylgruppen der beiden Diastereomere I und II zurückzuführen sind; vgl. [19]. Das Spektrum von **4** weist für diese Methylgruppen bereits Singulets auf, das von **3** muß dazu unter Entkopplung des Methinprotons aufgenommen werden. $|\delta_I - \delta_{II}| = 0.045$ (**3**) und 0.021 ppm (**4**) extrapoliert auf die Koaleszenztemperaturen. Die Gleichgewichtsverhältnisse [I] : [II] = 1 : 1 (**3**) und 2.2 : 1 (**4**) hingen nicht nennenswert von der Temperatur ab; vgl. Tabelle 1. [e] Über die Messung des Circular dichroismus verfolgte Racemisierung (off line) nach Anreicherung eines Enantiomers in Lösung; vgl. [10]. [f] Polarimetrisch verfolgte Racemisierung (off line) nach präparativer Anreicherung eines Enantiomers; vgl. [1].

siert, die sich für das Beobachten der Racemisierung ohne präparative Anreicherung eines Enantiomers (on-line racemization)^[14, 17, 18] eignete.

Da die bekannten Aktivierungsentropien etwa den Wert Null haben^[7, 10], ist es in den meisten Fällen zulässig, ΔG^\ddagger -Werte, die bei unterschiedlichen Temperaturen bestimmt wurden, zu vergleichen. Der ΔG^\ddagger -Wert unserer Säure **1** (78 kJ mol⁻¹, Tabelle 2) entspricht einer Halbwertszeit der Enantiomerisierung von nur 3 s bei 24,8°C; dies ist mit den früher abgeschätzten Werten von ca. 99 kJ mol⁻¹ und ca. 4 h nicht vereinbar. Unser Ergebnis klärt nun alle Unstimmigkeiten, die festgestellt worden waren^[6-8, 10]. Bisher konnten wir keine Kristallisation diastereomerer Salze^[2] unserer Säure **1** erproben, da wegen der niedrigen Ausbeuten der Cyclodehydrierung (Schema 1) zu wenig Substanz zur Verfügung stand.

Unser ΔG^\ddagger -Wert für **1** wird durch die Ergebnisse für die Analoga **2–4** gestützt. Der Vergleich von **1** mit 4,5-Dimethylphenanthren **5** und von **2** mit **5** ergibt, daß ΔG^\ddagger ungefähr 10 kJ mol⁻¹ geringer ist (Tabelle 2), wenn die



Substituenten in 1- und 8-Position fehlen. Eine ähnliche Abnahme von ΔG^\ddagger wird beim Übergang von 1,3,4,5,6,8-Hexamethylphenanthren **6** zu 3,4,5,6-Tetramethylphenanthren **7** gefunden. Diese Beobachtungen zeigen, daß die Wechselwirkung der 1- und 8-Substituenten mit dem 10-bzw. 9-Wasserstoffatom erheblich zur Helizität 1,4,5,8-tetrasubstituierter Phenanthrene beiträgt.

Eingegangen am 10. August 1987 [Z 2394]

CAS-Registry-Nummern:

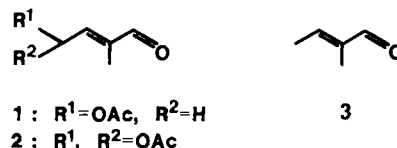
1: 112297-21-9 / **2**: 112297-22-0 / **3**: 112297-23-1 / **4**: 112297-24-2.

- [1] H. Scherübl, U. Fritzsche, A. Mannschreck, *Chem. Ber.* **117** (1984) 336.
- [2] M. S. Newman, A. S. Hussey, *J. Am. Chem. Soc.* **69** (1947) 978, 3023.
- [3] M. S. Newman, D. Lednicer, *J. Am. Chem. Soc.* **78** (1956) 4765; W. H. Laarhoven, W. J. C. Prinsen, *Top. Curr. Chem.* **125** (1984) 63.
- [4] Vgl. G. Krow, *Top. Stereochem.* **5** (1970) 31.
- [5] Siehe beispielsweise E. L. Eliel: *Stereochemie der Kohlenstoffverbindungen*, Verlag Chemie, Weinheim 1966, S. 206; H. A. Staab: *Einführung in die theoretische organische Chemie*, 4. Aufl., Verlag Chemie, Weinheim 1966, S. 555; W. J. Le Noble: *Highlights of Organic Chemistry*, Dekker, New York 1974, S. 154; H. Kagan: *Organische Stereochemie*, Thieme, Stuttgart 1977, S. 105; S. Hauptmann: *Organische Chemie*, H. Deutsch, Frankfurt/Main 1985, S. 100.
- [6] K. Mislow, H. B. Hopps, *J. Am. Chem. Soc.* **84** (1962) 3018.
- [7] R. Munday, I. O. Sutherland, *J. Chem. Soc. B* **1968**, 80.
- [8] R. E. Carter, P. Bernisson, *Acta Chem. Scand.* **22** (1968) 1047.
- [9] W. H. Laarhoven, W. H. M. Peters, A. H. A. Tinnemans, *Tetrahedron* **34** (1978) 769.
- [10] R. N. Armstrong, H. L. Ammon, J. N. Darnow, *J. Am. Chem. Soc.* **109** (1987) 2077.
- [11] Vgl. O. Yamamoto, H. Nakanishi, *Tetrahedron* **29** (1973) 781.
- [12] D. M. Hall, E. E. Turner, *J. Chem. Soc.* **1955**, 1242.
- [13] A. Eiglsperger, F. Kastner, A. Mannschreck, *J. Mol. Struct.* **126** (1985) 421.
- [14] A. Mannschreck, D. Andert, A. Eiglsperger, E. Gmahl, H. Buchner, *Chromatographia* **23** (1988), im Druck.
- [15] Y. Okamoto, K. Hatada, *J. Liq. Chromatogr.* **9** (1986) 369.
- [16] A. Mannschreck, E. Hartmann, H. Buchner, D. Andert, *Tetrahedron Lett.* **28** (1987) 3479.
- [17] M. Mintas, Z. Orhanović, K. Jakopčić, H. Koller, G. Stühler, A. Mannschreck, *Tetrahedron* **41** (1985) 229.
- [18] Vgl. C. Roussel, A. Djafri, *Nouveau J. Chim.* **10** (1986) 399.
- [19] A. Jaeschke, H. Münsch, H. G. Schmid, H. Friebolin, A. Mannschreck, *J. Mol. Spectrosc.* **31** (1969) 14.

C₅-Bausteine für Terpensynthesen: γ-Acetoxylierung von (E)-2-Methyl-2-butenalen

Von Rolf H. Fischer*, Heinz Krapf und Joachim Paust
Professor Helmut Dörfel zum 60. Geburtstag gewidmet

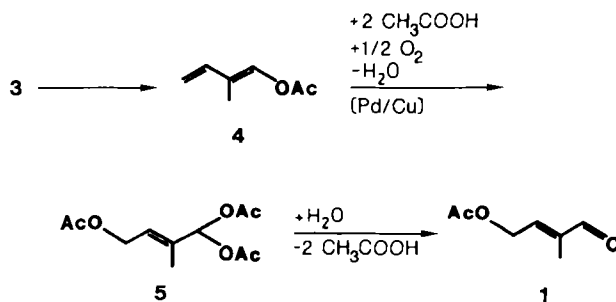
Die Acetoxygruppen enthaltenden (E)-2-Methyl-2-butenale **1** und **2** sind wichtige C₅-Bausteine für die Synthese von Terpenen durch Wittig-Reaktion. So hat (E)-3-Formyl-2-butenylacetat **1** industrielle Bedeutung für die Herstellung von Vitamin A^[1]. In einseitig geschützten Dialdehyden wie (E)-3-Formyl-2-butenylidendiacetat **2** kann zunächst die freie, dann – nach Hydrolyse der Schutzgruppe – die verkappte Aldehydgruppe mit zwei verschiedenen Yliden umgesetzt werden^[2].



1 läßt sich entweder ausgehend von C₁- bis C₃-Verbindungen wie Acetylen und Aceton, wie Acetylen, Formaldehyd und Kohlenmonoxid^[1] oder durch Funktionalisierung des schon im Isopren vorgegebenen C₅-Gerüsts herstellen^[3]. Als Synthese von **2** war bisher allein die Oxidation von 3-Methyl-2-butenylidendiacetat („4,4-Diacetoxy-2-methyl-2-buten“) mit Selenoxid bekannt^[2a].

Eine attraktive Ausgangsverbindung für die Herstellung von **1** und **2** ist (E)-2-Methyl-2-butenal (Tiglinaledehyd) **3**, das mit Ausnahme der Acetoxygruppe schon alle Strukturelemente von **1** enthält und z. B. aus Isoprenepoxid^[3a] oder 2-Methyl-2-butenylidendiacetat („1,4-Diacetoxy-2-methyl-2-buten“) leicht zugänglich ist.

Versuche, **3** einstufig durch Acetoxylierung in **1** zu überführen, waren bislang wenig erfolgreich^[5]. Wandelt man dagegen **3** zunächst mit Isopropenylacetat^[6] in 2-Methyl-1,3-butadienylacetat **4** um, dann läßt sich eine für die 1,4-Bisacetoxylierung von Butadien beschriebene Methode erfolgreich für die Synthese von **1** nutzen^[7].



Nach Umsetzung von **4** mit Eisessig und Sauerstoff bei 95°C in Gegenwart von suspendierten Pd/Cu-Trägerkatalysatoren (5% Pd, 9% Cu auf Aktivkohle)^[8] isolierten wir **1** (98% (E)-, 2% (Z)-Anteil) in 28% und (E)- + (Z)-2-Methyl-2-buten-1,1,4-triyltriacetat **5** in 37% Ausbeute. Zur Gewinnung von reinem **1** wurden die Reaktionsausträge nach dem Abfiltrieren des Katalysators hydrolysierend aufgearbeitet. Obwohl **5** als (E)/(Z)-Gemisch (53% E, 47% Z) vorliegt, isoliert man **1** (Ausb. 66%) nach Hydrolyse von **5** mit einem (E)-Gehalt von 98%.

[*] Dr. R. H. Fischer, Dr. H. Krapf
Ammoniaklaboratorium
Dr. J. Paust
Hauptlaboratorium
BASF Aktiengesellschaft, D-6700 Ludwigshafen