

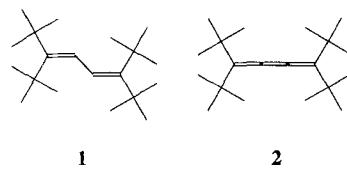
- [16] D. H. R. Barton, S. W. McCombie, *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1975*, 1574–1585.
- [17] Die Retentionszeiten für (2S)-13 und (2R)-13 betragen 29.3 bzw. 31.7 min (Jasco PU-980, CHIRALCEL-OD (Daicel), 0.46 cm Ø × 25 cm, Hexan/2-Propanol (60/1)), Durchflußgeschwindigkeit: 1 mL min⁻¹.
- [18] W. Skuballa, E. Schillinger, C.-S. Stürzebecher, H. Vorbrüggen, *J. Med. Chem.* **1986**, 29, 313–315.
- [19] Die biologische Aktivität wurde bei der Teijin Co. untersucht.
- [20] In diesem Zusammenhang wurde ein Subtyp des PGI₂-Rezeptors vorgeschlagen, der im ZNS vorkommt: H. Takechi, K. Matsumura, Yu. Watanabe, K. Kato, R. Noyori, M. Suzuki, Y. Watanabe, *J. Biol. Chem.*, eingereicht.
- [21] Die Einführung des Tritiums wurde bei der Amersham International plc in England ausgeführt.
- [22] Yu. Watanabe, H. Takechi, K. Matsumura, K. Kato, R. Noyori, M. Suzuki, Y. Watanabe, unveröffentlicht.

Berichtigung zu „1,1-Di-, 1,2,3-Tri- und 1,1,4,4-Tetra-*tert*-butyl-1,3-butadien“**

Henning Hopf*, Ralf Hänel, Peter G. Jones und Peter Bubenitschek

Vor kurzem berichteten wir über die Darstellung und die Kristallstruktur von 1,1,4,4-Tetra-*tert*-butyl-1,3-butadien **1** (Verbindung 8 in der Originalveröffentlichung)^[1]. Ungewöhnliche Befunde der inversionssymmetrischen Struktur waren ein sehr weiter Bindungswinkel C1-C2-C2' von 142.2(2)° sowie gleich lange Bindungen im Molekülrückgrat (C1-C2 134.6(2), C2-C2' 135.3(4) pm). Ein Gutachter bat uns daher, die Strukturanalyse zu überprüfen, wobei sich allerdings keine eindeutigen Hinweise auf grobe prinzipielle Fehler ergaben; Tieftemperaturmessungen führten zu einem konventionellen *R*-Wert von 0.061, es gab

keine signifikante Restelektronendichte (max. 267 enm⁻³) und keine ungewöhnlich großen Auslenkungsparameter (z. B. $U_{eq} = 456 \text{ pm}^2$ für C2; siehe Fußnote [4] in Lit. [1]).



[*] Prof. Dr. H. Hopf, Dipl.-Chem. R. Hänel, Dipl.-Chem. P. Bubenitschek
Institut für Organische Chemie der Technischen Universität
Hagenring 30, D-38106 Braunschweig
Telefax: Int. + 531/391-5388

Prof. Dr. P. G. Jones
Institut für Anorganische und Analytische Chemie der
Technischen Universität Braunschweig

[**] Wir danken Frau Ina Dix für die neue Datensammlung.

Nach der Veröffentlichung unseres Artikels fragten uns erneut einige Kollegen, ob die Strukturanalyse nicht fehlerhaft sei. Im Nachhinein schien uns nun die ausgeglichenen Bindungslängen doch suspekt. Wir entschieden uns deshalb, die Strukturanalyse mit einer neuen Probe von **1** zu wiederholen^[2].

Die neue Struktur (Abb. 1) weist normale alternierende Bindungslängen im Rückgrat auf (C1-C2 134.9(2), C2-C2' 145.8(3) pm), und der Winkel C1-C2-C2' ist mit 131.1(2)° nicht so stark aufgeweitet. Die ursprüngliche Strukturbestimmung ist demzufolge falsch. Wahrscheinliche Ursache ist eine Kontaminierung des ersten Kristalls (der leider nicht aufgehoben wurde und daher nicht mehr kontrolliert werden konnte) mit einem signifikanten Anteil des Cumulens **2** (Verbindung 9 in Lit. [1]), das in allen Synthesen zusammen mit **1** anfiel; der neue Kristall wurde einer Probe entnommen, die auf Reinheit äußerst sorgfältig kontrolliert worden war; NMR-spektroskopisch und gas-chromatographisch konnten keine Verunreinigungen nachgewiesen werden.

Dieser Fall zeigt, daß ungeahnte Unordnungsphänomene selbst bei einer scheinbar guten Strukturanalyse zu völlig falschen Ergebnissen führen können.

Eingegangen am 18. Dezember 1995

- [1] H. Hopf, R. Hänel, P. G. Jones, P. Bubenitschek, *Angew. Chem.* **1994**, *106*, 1444–1445; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1994**, *33*, 1369–1370.
- [2] Kristalldaten für **1**: C₂₀H₃₈, triklin, *P*1, *a* = 608.93(12), *b* = 825.4(2), *c* = 1022.4(2) pm, α = 76.496(12), β = 85.998(14), γ = 70.587(14)°, *T* = –100 °C, *Z* = 1. Die Gitterkonstanten zeigen signifikante Unterschiede zu den in Lit. [1] angegebenen. Verfeinerung auf *F*² [3] ergab *wR*₂ = 0.149, *R*₁ = 0.053, $\Delta\varphi_{\max}$ 196 enm⁻³, *S* = 0.94 für 2129 Reflexe und 97 Parameter. Die Auslenkungsparameter, besonders die von C2 ($U_{eq} = 261 \text{ pm}^2$), waren wesentlich kleiner als die in Lit. [1] angegebenen. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturermittlung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen, unter der Hinterlegungsnummer CSD-400686 angefordert werden.
- [3] SHELXL-93, A Program for Refining Crystal Structures: G. M. Sheldrick, Universität Göttingen, 1993.

