

VII. Anhang

VII.1. Abkürzungen

°C	Grad Celsius
Ac ₂ O	Acetanhydrid
AIBN	α,α -Azo-bis-isobutyronitril
AcCl	Acetylchlorid, Essigsäurechlorid
AcO	Acetoxy
AcOH	Essigsäure
AcOOH	Essigpersäure
An	Anisyl-; (4-Methoxyphenyl-)
ber.	berechnet
Bn	Benzyl-
Brine	gesättigte Natriumchloridlösung
BuLi	Butyllithium
Bz	Benzoyl-
Collins-Reagenz	wasserfreier Dipyridinkomplex des Chrom(VI)-oxids ^[160]
d	Dublett, Dichte
DBN	1,5-Diazabicyclo[4.3.0]-non-5-en
DBU	1,8-Diazabicyclo[5.4.0]-undec-7-en
DC	Dünnschichtchromatographie
DCC	Dicyclohexylcarbodiimid
dd	Dublett vom Dublett
ddd	Dublett vom Dublett vom Dublett
DHP	Dihydropyran
DIBAH	Diisobutylaluminiumhydrid
DMA-DMA	N,N-Dimethylacetamid-dimethylacetal
DMAP	4-(N,N-Dimethylamino)pyridin
DMF	N,N-Dimethylformamid
DMP	2,2-Dimethoxypropan
DMS	Dimethylsulfid
DMSO	Dimethylsulfoxid
dt	Dublett vom Triplett
Essigester	Essigsäureethylester

Et	Ethyl
Ether	Diethylether
Ethylacetat	Essigsäureethylester
EtOH	Ethanol
EtSH	Ethylsulfid
g	Gramm
GC	Gaschromatographie, gaschromatographisch
gef.	gefunden
ges.	gesättigt
h	Stunde(n)
HPLC	high-performance-liquid-chromatography (Hochdruckflüssigkeitschromatographie)
HMPT	Hexamethylphosphorsäuretriamid
Hz	Hertz
i. Vak.	im Vakuum
IR	Infrarotspektroskopie
iPG (s)	Isoprostan (e)
J	Kopplungskonstante
Jones-Reagenz	wäßrige, schwefelsaure Lsg. von Chrom(VI)-oxid in Aceton
LAH	Lithiumaluminiumhydrid
LDA	Lithiumdiisopropylamid
LiHMDS	Lithiumhexamethyldisilazan
Lsg.	Lösung
Lsgm.	Lösungsmittel
MCPBA	meta-Chlorperbenzoesäure
Me	Methyl
MeOH	Methanol
mg	Milligramm
min	Minute(n)
mmol	Millimol
mol	Mol
MPa	Mega-Pascal
MS	Massenspektroskopie
MsCl	Mesylchlorid, (Methylsulfonylchlorid, Methansulfonsäurechlorid)
NBS	N-Bromsuccinimid
NIS	N-Iodsuccinimid

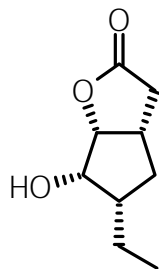
NMO	N-Methylmorpholin-N-oxid
NMR	nuclear-magnetic-resonance, Kernspinresonanzspektroskopie
NOE	Nuclear-Overhauser-Effekt
OAc	Acetyl-
OEt ₂	Diethylether
p	Druck
PCC	Pyridiniumchlorchromat
PDC	Pyridiniumdichromat
PG(s)	Prostaglandin (e)
Ph	Phenyl-
PhO	Phenoxy-, Phenyloxy-
p-PBz	para-Phenylbenzoyl
PPTS	Pyridinium-para-toluolsulfonat
p-TsCl	para-Toluolsulfonsäurechlorid
p-TsOH	para-Toluolsulfonsäure
q	Quartett
RT	Raumtemperatur
s	Singulett
SC	Säulenchromatographie
Schmp.	Schmelzpunkt
t	Triplett
TBME	tert.-Butylmethylether
TBS	tert.-Butyldimethylsilyl-
TBSCI	tert.-Butyldimethylchlorsilan
TBSOH	tert.-Butyldimethylsilanol
TES	Triethylsilyl-
TESCI	Triethylchlorsilan
THF	Tetrahydrofuran
THP	Tetrahydropyran, Tetrahydropyranyl-
TIBA	Triisobutylaluminium
TMS	Trimethylsilyl- (auch Tetramethylsilan)
TMSCI	Trimethylchlorsilan
TPS	tert.-Butyldiphenylsilyl-
TPSCI	tert.-Butyldiphenylchlorsilan
Upm	Umdrehungen pro Minute
Usui-Reagenz	Molybdat-Cer-Reagenz

VII.2. Röntgenstrukturanalysen

VII.2.1.

Röntgenstrukturdaten von (\pm) -(3 α ,5 β ,6 β ,6 α)-Hexahydro-6-hydroxy-2*H*-cyclopenta[b]furan-2-one-5-ethane

{synonym: (\pm) -(1*R**S,5*RS**,7*RS**,8*RS**)-(8-Hydroxy-2-oxabicyclo[3.3.0]octan-3-on)-7-ethan} (**506**)

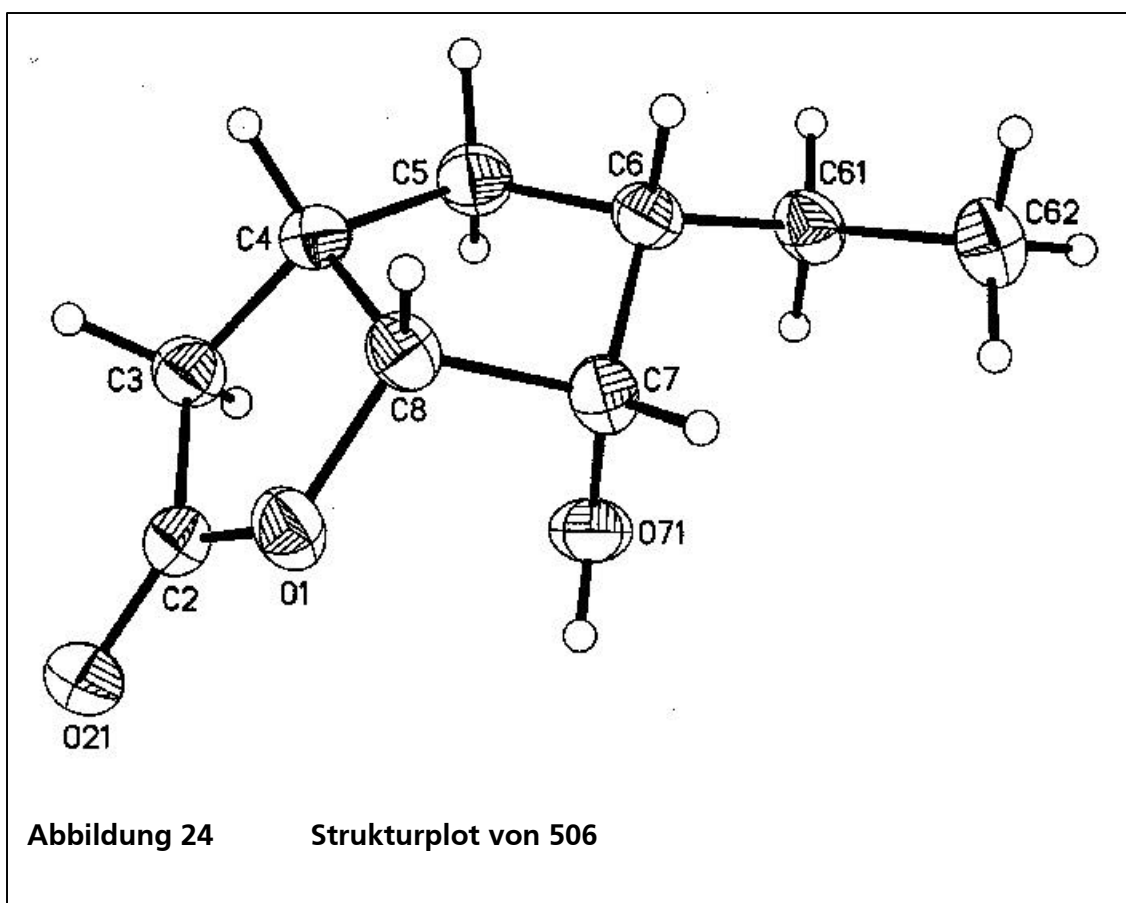


Datensammlung Siemens Smart Diffraktometer, Einzelkristallmessung bei – 100 °C

Formel	C ₉ H ₁₄ O ₃
Molekulargewicht	170.20
Kristallfarbe	farblos
Kristalldimension (mm ³)	0.46 x 0.20 x 0.10
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P-1
Dimensionen der Einzelzelle	a = 6.424 (2) Å; α = 105.270 (10) ° b = 6.641 (2) Å; β = 97.840 (10) ° c = 11.012 (3) Å; γ = 93.330 (10) °
Zellvolumen	446.8 (2) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle	2
Dichte (ber.)	1.265 g / cm ³
linearer Absorptionskoeffizient	0.94 cm ⁻¹
Röntgenstrahlung	Mo-K α (0.71073 Å)
Θ -Bereich für Datensammlung	1.94 bis 25.88 °
Index Bereich	-7 ≤ h ≤ 7, -8 ≤ k ≤ 8, -13 ≤ l ≤ 12
Anzahl der gemessenen Reflexe	3829
Anzahl der unabhängigen Reflexe	1550 [R(int) = 0.0229]
Vollständigkeit von Θ	89.4 %

Maximale / Minimale Transmission	0.9907 / 0.9581
Daten/Zurückhaltungen/Variablen	1550/0/110
Final R indices [$I > 2 \sigma(I)$]	R1 = 0.0372, wR2 = 0.0948
R indices (alle Daten)	R1 = 0.0486, wR2 = 0.1000
GOF (goodness of fit) an F^2	1.054
Restelektronendichte	- 0.230 bis + 0.151 e / Å ³

Wiederholt gemessene Reflexe blieben stabil. Absorptionskorrektur erfolgte empirisch mit SADABS-Programm (Sheldrick, 1996). Methode der Strukturverfeinerung mit Gesamtmatrix kleinster Quadrate an F^2 .



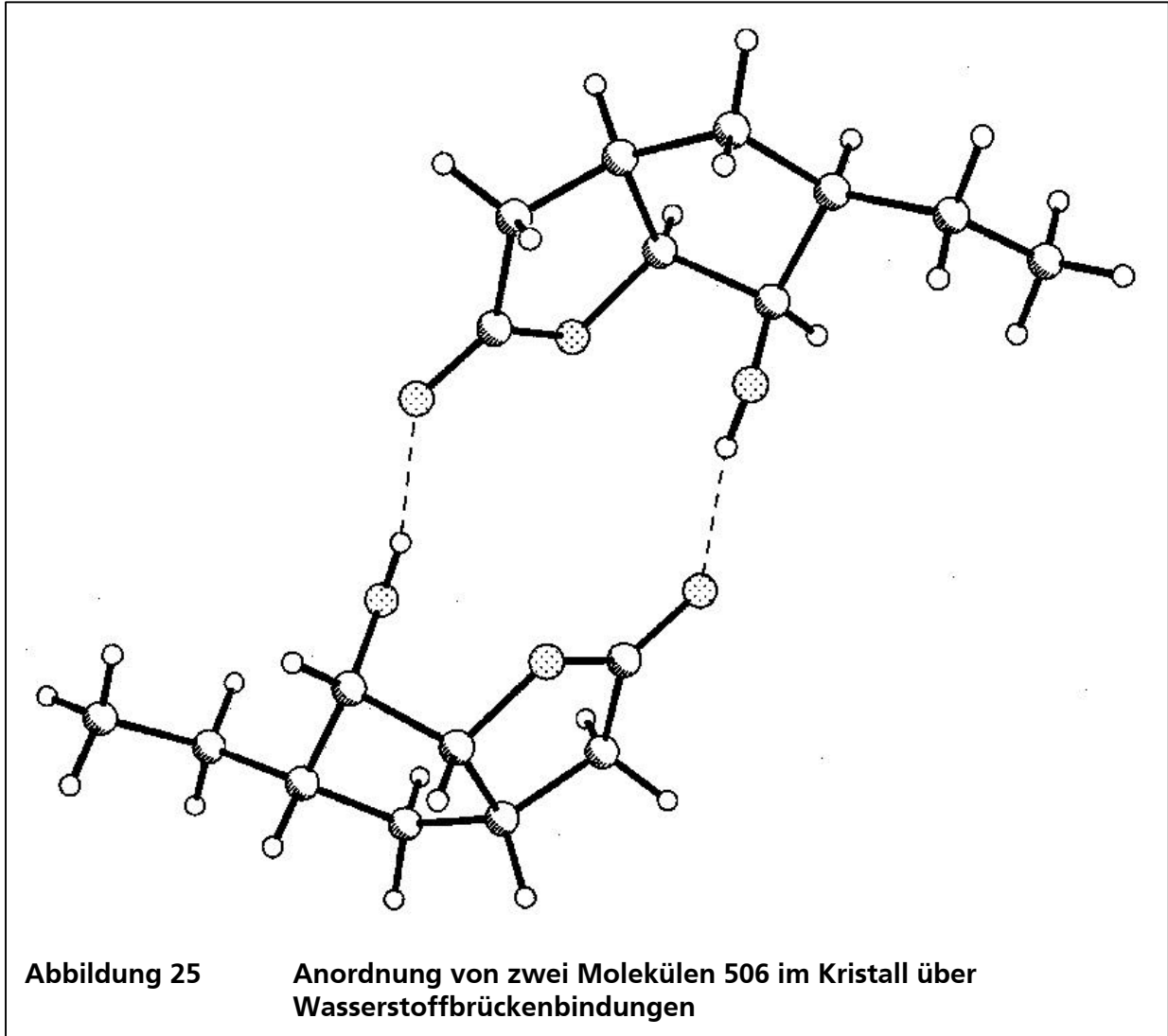


Tabelle 11 Atomkoordinaten ($\times 10^4$) und äquivalente isotropische Ersatzparameter ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer).

Atom	U (eq) ist definiert als 1/3 des orthogonalisierten Uij Tensor			U (eq)
	X	Y	Z	
O1	2684 (2)	3114 (2)	303 (1)	32 (1)
C2	2272 (2)	5069 (2)	862 (2)	29 (1)
O21	2338 (2)	6435 (2)	318 (1)	38 (1)
C3	1723 (3)	5251 (2)	2163 (2)	32 (1)
C4	1766 (2)	3058 (2)	2354 (1)	29 (1)
C5	3261 (3)	2837 (3)	3526 (2)	34 (1)
C6	4670 (2)	1131 (2)	2993 (1)	29 (1)
C61	6717 (3)	1083 (2)	3867 (1)	33 (1)
C62	7908 (3)	-796 (3)	3347 (2)	39 (1)
C7	4965 (2)	1532 (2)	1722 (1)	28 (1)
O71	6288 (2)	3437 (2)	1983 (1)	35 (1)
C8	2711 (2)	1832 (2)	1190 (1)	28 (1)
H3A	303	5739	2219	39
H3B	2765	6259	2820	39
H4	304	2434	2337	35
H5A	4125	4180	3968	41
H5B	2447	2415	4135	41
H6	3830	-261	2807	35
H61A	7640	2388	3984	39
H61B	6384	1046	4713	39
H62A	9205	-747	3941	59
H62B	8268	-754	2517	59
H62C	7017	-2095	3249	59
H7	5536	331	1151	34
H71	6621	3594	1300	42
H8	1873	445	778	34

Tabelle 12 anisotropische Ersatzparameter (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

	U11	U12	U33	U23	U13	U12
O1	37 (1)	35 (1)	26 (1)	11 (1)	5 (1)	12 (1)
C2	22 (1)	31 (1)	34 (1)	12 (1)	4 (1)	3 (1)
C21	38 (1)	40 (1)	45 (1)	23 (1)	10 (1)	6 (1)
C3	36 (1)	29 (1)	34 (1)	9 (1)	10 (1)	7 (1)
C4	27 (1)	30 (1)	34 (1)	12 (1)	9 (1)	3 (1)
C5	38 (1)	42 (1)	29 (1)	14 (1)	12 (1)	10 (1)
C6	31 (1)	26 (1)	31 (1)	11 (1)	4 (1)	1 (1)
C61	37 (1)	36 (1)	26 (1)	13 (1)	3 (1)	5 (1)
C62	41 (1)	39 (1)	38 (1)	14 (1)	1 (1)	11 (1)
C7	31 (1)	28 (1)	25 (1)	6 (1)	4 (1)	8 (1)
O71	30 (1)	46 (1)	34 (1)	19 (1)	5 (1)	-3 (1)
C8	32 (1)	23 (1)	28 (1)	7 (1)	2 (1)	2 (1)

Die anisotropischen Ersatzparameter nehmen als Exponent die Form an (a, b, c sind reziproke Gitterkonstanten):

$$\left[-2\pi^2 \times \{h^2 a^2 * U^{11} + k^2 b^2 * U^{22} + l^2 c^2 * U^{33} + 2hka * b * U^{12} + 2hla * c * U^{13} + 2klb * c * U^{23}\} \right].$$

Tabelle 13 Bindungslängen (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2	Abstand (Å)
O1—C2	1.3413 (19)
O1—C8	1.4540 (17)
C2—O21	1.2134 (18)
C2—C3	1.498 (2)
C3—C4	1.527 (1)
C4—C5	1.545 (2)
C4—C8	1.548 (2)
C5—C6	1.537 (2)
C6—C7	1.526 (2)
C6—C61	1.527 (2)
C61—C62	1.525 (2)
C7—O71	1.4221 (18)
C7—C8	1.530 (2)

Tabelle 14 Bindungswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)
C2—O1—C8	110.60 (11)
O21—C2—O1	121.13 (14)
O21—C2—C3	127.51 (14)
O1—C2—C3	111.36 (12)
C2—C3—C4	106.12 (12)
C3—C4—C5	116.80 (13)
C3—C4—C8	102.83 (12)
C5—C4—C8	104.86 (12)
C6—C5—C4	105.34 (12)
C7—C6—C61	114.84 (12)
C7—C6—C5	102.35 (11)
C61—C6—C5	115.70 (12)
C62—C61—C6	112.89 (13)
O71—C7—C6	107.97 (12)
O71—C7—C8	110.05 (11)
C6—C7—C8	101.67 (12)
O1—C8—C7	111.83 (12)
O1—C8—C4	107.42 (11)
C7—C8—C4	105.38 (12)

Tabelle 15 Wasserstoffbrückenbindungen

Genutzte Symmetrietransformation um äquivalente Atome zu erzeugen: #1 -x+1, -y+1, -z
 A = Wasserstoffakzeptor; D = Wasserstoffdonator; d = Abstand [Å]; ... = Wasserstoffbrückenbindung

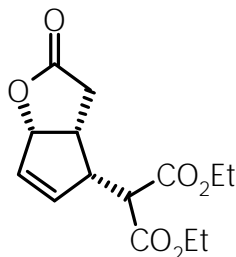
D—H...A	d (D—H)	d (H...A)	d (D...A)	< (DHA)
O71—H71...O21#1	0.84	1.98	2.8142 (16)	170.8

Tabelle 16 Torsionswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3—Atom4	Winkel (°)	
C8—O1—C2—O21	174.27	(0.13)
C8—O1—C2—C3	-6.62	(0.16)
O21—C2—C3—C4	177.09	(0.15)
O1—C2—C3—C4	-1.95	(0.16)
C2—C3—C4—C5	123.04	(0.14)
C2—C3—C4—C8	8.86	(0.15)
C3—C4—C5—C6	-125.18	(0.14)
C8—C4—C5—C6	-12.14	(0.16)
C4—C5—C6—C7	35.69	(0.15)
C4—O5—C6—C61	161.33	(0.12)
C7—C6—C61—C62	-67.75	(0.17)
C5—C6—C61—C62	173.28	(0.13)
C61—C6—C7—O71	-55.58	(0.16)
C5—C6—C7—O71	70.62	(0.14)
C61—C6—C7—C8	-171.37	(0.12)
C5—C6—C7—C8	-45.17	(0.14)
C2—O1—C8—C7	-102.75	(0.13)
C2—O1—C8—C4	12.42	(0.16)
O71—C7—C8—O1	40.13	(0.16)
C6—C7—C8—O1	154.38	(0.11)
O71—C7—C8—C4	-76.28	(0.14)
C6—C7—C8—C4	37.97	(0.13)
C3—C4—C8—O1	-12.71	(0.15)
C5—C4—C8—O1	-135.31	(0.12)
C3—C4—C8—C7	106.67	(0.13)
C5—C4—C8—C7	-15.93	(0.15)

VII.2.2.

Röntgenstrukturdaten von (+)-[(3aR-(3a α ,4 β ,6a α)]-2-(3,3a,4,6a-Tetrahydro-2H-cyclopenta[b]furan-2-one-4-yl)-malonsäurediethylester ((+)-**565**)



Datensammlung Siemens Smart Diffraktometer, Einzelkristallmessung bei -115 °C

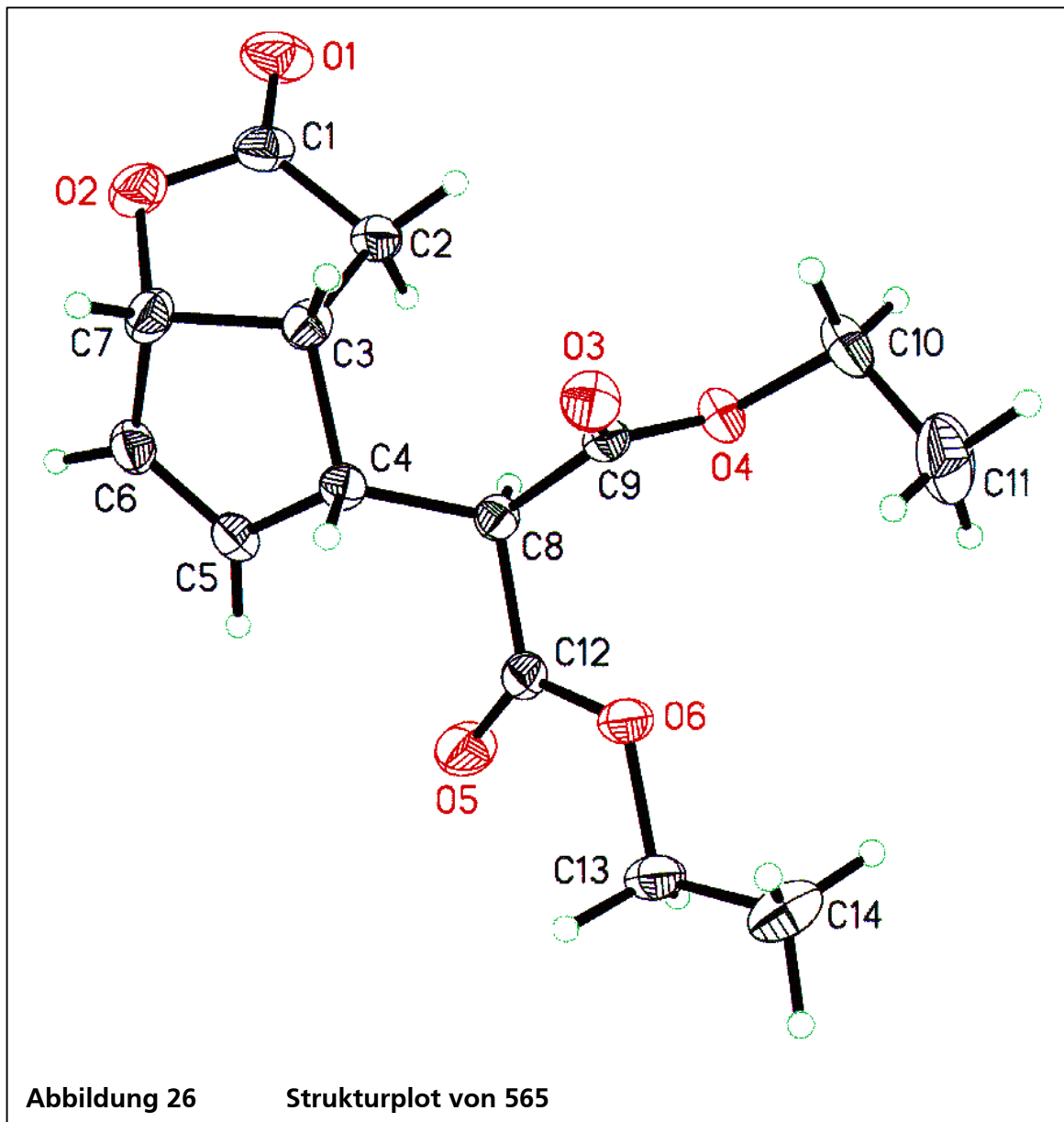
Formel	C ₁₄ H ₁₈ O ₆
Molekulargewicht	282.30
Kristallfarbe, Kristallgestalt	farblos-transparent, Block
Kristalldimension (mm ³)	0.26 x 0.50 x 0.50
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe (Raumgruppennummer)	P-212121 (Nr. 19)
Gitterkonstanten	a = 8.3656 (7) Å b = 9.452 (1) Å c = 17.608 (1) Å
Zellvolumen	1392.3 (3) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle	4
Dichte (ber.)	1.347 g / cm ³
linearer Absorptionskoeffizient	0.99 cm ⁻¹
Röntgenstrahlung	Mo-K α
(2 Θ) max.	63 °
Auflösung	0.68 Å
Anzahl der gemessenen Reflexe	17472
Anzahl der unabhängigen Reflexe	2481 [R(int) = 0.022]
Reflexe mit I > 0	2461
Anzahl der Variablen	254
Effektiver Transmissionsbereich	0.865 bis 1.000
R-Wert	0.037
R _w -Wert	0.035

GOF (goodness of fit) S	1.07
Restelektronendichte	- 0.11 bis + 0.29 e / Å ³

Wiederholt gemessene Reflexe blieben stabil. Empirische Absorptionskorrektur erfolgte mit SADABS-Programm. Strukturlösung erfolgte mittels direkter Methoden im Programm SHELXS; H-Atome wurden durch Differenz-Fourier Synthese bestimmt und mit isotropischen thermischen Parametern verfeinert. Kohlenstoff- und Sauerstoffatome wurden mit anisotropischen thermischen Parametern verfeinert. Strukturverfeinerung an F-Werten durch

$$w(F) = \frac{4 \cdot F^2}{\sigma^2 \cdot F^2 + (0.03 \cdot F^2)^2}$$

Berechnungen wurden mit SMART, SHELX und MOIEN Programmsystemen durchgeführt.



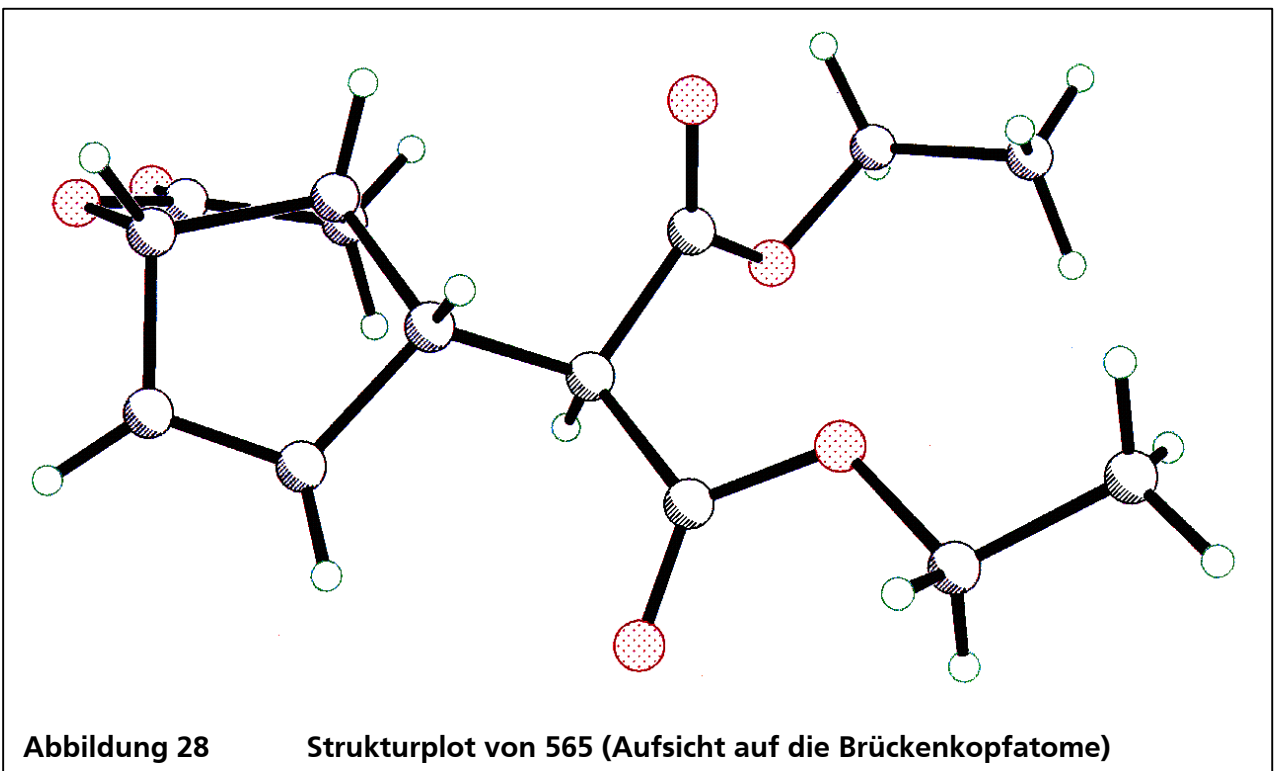
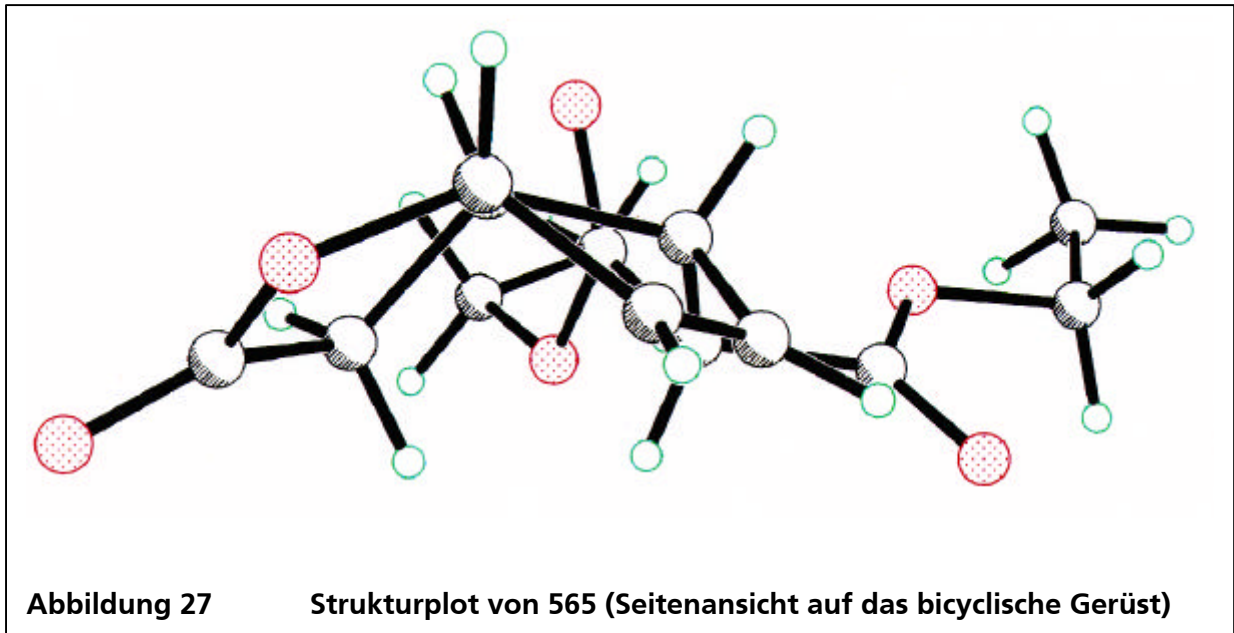


Tabelle 17 Atomkoordinaten (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom	X	Y	Z	B (A ²)
O1	0.0386 (1)	0.0618 (1)	0.60527 (6)	3.28 (2)
O2	0.2487 (1)	0.0085 (1)	0.53263 (6)	2.64 (2)
O3	0.6415 (1)	-0.03526 (9)	0.77485 (5)	2.18 (2)
O4	0.5476 (1)	0.1595 (1)	0.83407 (5)	1.98 (2)
O5	0.8108 (1)	0.3676 (1)	0.66843 (6)	2.87 (2)
O6	0.8755 (1)	0.2270 (1)	0.76603 (5)	1.99 (2)
C1	0.1807 (2)	0.0491 (2)	0.59893 (8)	2.39 (2)
C2	0.3085 (2)	0.0760 (2)	0.65765 (8)	2.14 (2)
C3	0.4613 (2)	0.0113 (1)	0.62502 (7)	1.72 (2)
C4	0.6122 (1)	0.1049 (1)	0.63149 (7)	1.53 (2)
C5	0.5998 (2)	0.1956 (1)	0.56076 (7)	1.85 (2)
C6	0.4970 (2)	0.1436 (2)	0.51076 (7)	2.14 (2)
C7	0.4228 (2)	0.0096 (1)	0.53922 (7)	2.10 (2)
C8	0.6242 (1)	0.1872 (1)	0.70704 (6)	1.49 (2)
C9	0.6079 (1)	0.0891 (1)	0.77465 (7)	1.58 (2)
C10	0.5328 (2)	0.0826 (2)	0.90559 (7)	2.67 (3)
C11	0.6868 (3)	0.0875 (2)	0.94803 (9)	4.02 (4)
C12	0.7799 (2)	0.2710 (1)	0.71073 (7)	1.75 (2)
C13	1.0308 (2)	0.2977 (1)	0.77135 (8)	2.14 (2)
C14	1.1146 (2)	0.2371 (2)	0.8389 (1)	2.92 (3)
H2B	0.277 (2)	0.039 (2)	0.7044 (8)	2.8 (3)
H2A	0.316 (2)	0.183 (2)	0.6617 (8)	2.7 (3)
H3	0.477 (2)	-0.081 (2)	0.6453 (7)	1.8 (3)
H4	0.709 (2)	0.047 (1)	0.6277 (7)	1.7 (3)
H5	0.663 (2)	0.274 (2)	0.5524 (8)	2.8 (3)
H6	0.477 (2)	0.179 (2)	0.4618 (8)	2.9 (3)
H7	0.462 (2)	-0.079 (2)	0.5130 (8)	2.1 (3)
H8	0.539 (2)	0.256 (2)	0.7088 (7)	1.9 (3)
H10B	0.498 (2)	-0.016 (2)	0.8937 (9)	4.0 (4)
H10A	0.449 (2)	0.133 (2)	0.9330 (8)	3.2 (4)
H11C	0.668 (2)	0.035 (2)	0.994 (1)	4.7 (4)
H11B	0.716 (3)	0.194 (2)	0.958 (1)	5.8 (5)
H11A	0.773 (3)	0.038 (2)	0.918 (1)	6.5 (6)
H13B	1.087 (2)	0.280 (2)	0.7236 (8)	3.3 (4)
H13A	1.013 (2)	0.398 (2)	0.7760 (7)	2.0 (3)
H14C	1.055 (2)	0.258 (2)	0.8857 (9)	4.1 (4)
H14B	1.123 (2)	0.136 (2)	0.8357 (9)	3.7 (4)
H14A	1.221 (2)	0.282 (2)	0.8389 (9)	3.1 (4)

Starre Atome wurden isotropisch verfeinert.

Anisotropisch verfeinerte Atome sind angegeben in der Form der isotropisch äquivalenten Ersatzparameter, die definiert sind als:

$$\frac{4}{3} \left[a^2 \times B(1,1) + b^2 \times B(2,2) + c^2 \times B(3,3) + ab(\cos \gamma) \times B(1,2) + ac(\cos \beta) \times B(1,3) + bc(\cos \alpha) \times B(2,3) \right]$$

Tabelle 18 allgemeine Ersatzparameter (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ¹²	U ¹³	U ²³
O1	0.0241 (5)	0.0526 (6)	0.0480 (6)	-0.0075 (5)	-0.0042 (5)	0.0146 (6)
O2	0.0310 (4)	0.0406 (5)	0.0288 (4)	-0.0082 (4)	-0.0103 (4)	0.0028 (5)
O3	0.0345 (5)	0.0189 (4)	0.0294 (4)	0.0008 (4)	-0.0006 (4)	0.0032 (4)
O4	0.0303 (4)	0.0246 (4)	0.0203 (4)	-0.0000 (4)	0.0039 (4)	0.0025 (4)
O5	0.0439 (5)	0.0303 (4)	0.0347 (5)	-0.0156 (5)	-0.0075 (5)	0.0107 (4)
O6	0.0206 (4)	0.0266 (4)	0.0283 (4)	-0.0048 (4)	-0.0021 (4)	0.0034 (4)
C1	0.0278 (6)	0.0295 (6)	0.0337 (6)	-0.0074 (6)	-0.0051 (6)	0.0129 (6)
C2	0.0231 (5)	0.0332 (6)	0.0248 (5)	-0.0060 (6)	-0.0001 (5)	0.0042 (6)
C3	0.0258 (6)	0.0172 (5)	0.0224 (5)	-0.0020 (5)	-0.0044 (5)	0.0025 (5)
C4	0.0191 (5)	0.0187 (5)	0.0203 (5)	0.0025 (5)	-0.0002 (5)	-0.0005 (4)
C5	0.0246 (5)	0.0245 (6)	0.0210 (5)	-0.0005 (5)	0.0041 (5)	0.0025 (5)
C6	0.0281 (6)	0.0340 (7)	0.0193 (5)	-0.0003 (6)	0.0017 (5)	0.0028 (6)
C7	0.0271 (6)	0.0287 (6)	0.0293 (5)	-0.0018 (6)	-0.0056 (5)	-0.0033 (5)
C8	0.0209 (5)	0.0166 (5)	0.0190 (5)	0.0004 (5)	-0.0002 (5)	0.0005 (4)
C9	0.0176 (5)	0.0213 (5)	0.0211 (5)	-0.0028 (5)	-0.0020 (5)	0.0019 (5)
C10	0.0423 (8)	0.0370 (7)	0.0221 (6)	-0.0013 (7)	0.0081 (6)	0.0077 (6)
C11	0.057 (1)	0.066 (1)	0.0294 (7)	0.014 (1)	-0.0047 (8)	0.0127 (8)
C12	0.0259 (6)	0.0194 (5)	0.0213 (5)	-0.0030 (5)	0.0008 (5)	-0.0031 (5)
C13	0.0199 (5)	0.0262 (6)	0.0352 (6)	-0.0040 (5)	0.0005 (6)	-0.0037 (6)
C14	0.0292 (6)	0.0320 (7)	0.0497 (8)	-0.0021 (7)	-0.0121 (7)	0.0004 (7)

Die anisotropischen Ersatzparameter nehmen als Exponent die Form an (a, b, c sind reziproke Gitterkonstanten):

$$\left[-2\pi^2 \times \{h^2 a^2 * U^{11} + k^2 b^2 * U^{22} + l^2 c^2 * U^{33} + 2hka * b * U^{12} + 2hla * c * U^{13} + 2klb * c * U^{23}\} \right]$$

Tabelle 19 Bindungslängen (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2	Abstand (Å)	Atom1—Atom2	Abstand (Å)
O1—C1	1.200 (2)	C3—C4	1.546 (2)
O2—C1	1.354 (2)	C3—C7	1.545 (2)
O2—C7	1.461 (2)	C4—C5	1.516 (2)
O3—C9	1.209 (2)	C4—C8	1.545 (2)
O4—C9	1.339 (1)	C5—C6	1.325 (2)
O4—C10	1.460 (2)	C6—C7	1.497 (2)
O5—C12	1.205 (2)	C8—C9	1.515 (2)
O6—C12	1.327 (2)	C8—C12	1.526 (2)
O6—C13	1.464 (2)	C10—C11	1.490 (3)
C1—C2	1.509 (2)	C13—C14	1.496 (2)
C2—C3	1.529 (2)		

Tabelle 20 Bindungswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

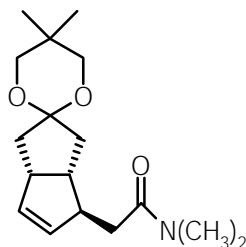
Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)	Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)
C1—O2—C7	110.4 (1)	O2—C7—C3	106.6 (1)
C9—O4—C10	117.3 (1)	O2—C7—C6	113.1 (1)
C12—O6—C13	116.0 (1)	C3—C7—C6	103.4 (1)
O1—C1—O2	121.6 (1)	C4—C8—C9	111.3 (1)
O1—C1—C2	128.4 (1)	C4—C8—C12	110.7 (1)
O2—C1—C2	109.9 (1)	C9—C8—C12	111.1 (1)
C1—C2—C3	105.5 (1)	O3—C9—O4	124.7 (1)
C2—C3—C4	115.2 (1)	O3—C9—C8	125.2 (1)
C2—C3—C7	101.4 (1)	O4—C9—C8	110.1 (1)
C4—C3—C7	104.4 (1)	O4—C9—C11	110.1 (1)
C3—C4—C5	102.0 (1)	O5—C12—O6	124.4 (1)
C3—C4—C8	113.9 (1)	O5—C12—C8	123.1 (1)
C5—C4—C8	115.3 (1)	O6—C12—C8	112.5 (1)
C4—C5—C6	112.4 (1)	O6—C13—C14	107.0 (1)
C5—C6—C7	111.1 (1)		

Tabelle 21 Torsionswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3—Atom4	Winkel (°)	
C7—O2—C1—O1	176.68	(0.13)
C7—O2—C1—C2	-2.20	(0.15)
C1—O2—C7—C3	17.25	(0.14)
C1—O2—C7—C6	-95.72	(0.13)
C10—O4—C9—O3	4.76	(0.18)
C10—O4—C9—C8	-176.52	(0.11)
C9—O4—C10—C11	84.76	(0.15)
C13—O6—C12—O5	-3.62	(0.18)
C13—O6—C12—C8	177.37	(0.10)
C12—O6—C13—C14	177.35	(0.11)
O1—C1—C2—C3	167.42	(0.15)
O2—C1—C2—C3	-13.81	(0.15)
C1—C2—C3—C4	134.57	(0.11)
C1—C2—C3—C7	22.54	(0.13)
C2—C3—C4—C5	-85.92	(0.12)
C2—C3—C4—C8	38.89	(0.14)
C7—C3—C4—C5	24.36	(0.12)
C7—C3—C4—C8	149.18	(0.10)
C2—C3—C7—O2	-24.19	(0.13)
C2—C3—C7—C6	95.29	(0.12)
C4—C3—C7—O2	-144.24	(0.10)
C4—C3—C7—C6	-24.76	(0.13)
C3—C4—C5—C6	-15.91	(0.14)
C8—C4—C5—C6	-139.77	(0.12)
C3—C4—C8—C9	53.09	(0.13)
C3—C4—C8—C12	177.19	(0.10)
C5—C4—C8—C9	170.43	(0.10)
C5—C4—C8—C12	-65.46	(0.13)
C4—C5—C6—C7	0.03	(0.22)
C5—C6—C7—O2	130.82	(0.12)
C5—C6—C7—C3	15.95	(0.15)
C4—C8—C9—O3	26.43	(0.17)
C4—C8—C9—O4	-152.29	(0.10)
C12—C8—C9—O3	-97.42	(0.14)
C12—C8—C9—O4	83.86	(0.12)
C4—C8—C12—O5	65.09	(0.15)
C4—C8—C12—O6	-115.88	(0.11)
C9—C8—C12—O5	-170.75	(0.12)
C9—C8—C12—O6	8.28	(0.14)

VII.2.3.

Röntgenstrukturdaten von (\pm) -(3' α ,4' α ,6' α)-3',3'a,4',6'a-Tetrahydro-5,5,N,N-tetramethyl-spiro[1,3-dioxane-2,2'(1'H)-pentalene]-4'-acetamide (**612**)



Datensammlung Siemens Smart Diffraktometer, Einzelkristallmessung bei $-138\text{ }^{\circ}\text{C}$

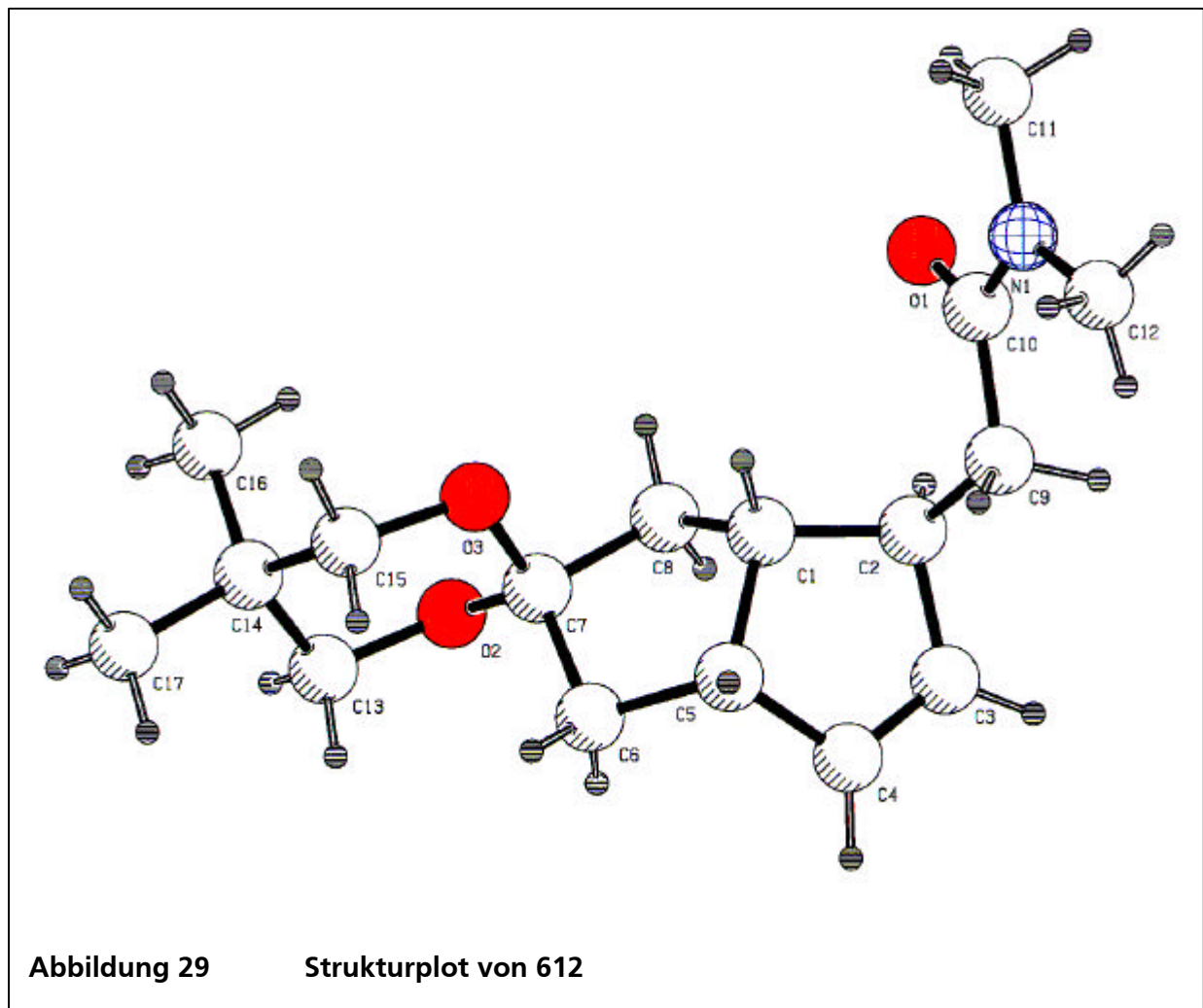
Formel	$\text{C}_{17}\text{H}_{27}\text{NO}_3$
Molekulargewicht	293.41
Kristallfarbe, Kristallgestalt	schwach gelblich, Block
Kristalldimension (mm^3)	0.24 x 0.52 x 1.02
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe (Raumgruppennummer)	P-1 (Nr. 2)
Dimensionen der Einzelzelle	$a = 9.485 (1) \text{ \AA}$; $\alpha = 104.89 (1) ^{\circ}$ $b = 11.769 (2) \text{ \AA}$; $\beta = 96.66 (1) ^{\circ}$ $c = 14.596 (2) \text{ \AA}$; $\gamma = 90.451 (1) ^{\circ}$
Zellvolumen	$1562.8 (4) \text{ \AA}^3$
Formeleinheiten pro Zelle	4 (zwei unabhängige Moleküle)
Dichte (ber.)	1.247 g / cm^3
linearer Absorptionskoeffizient	0.79 cm^{-1}
Röntgenstrahlung	Mo- K_{α} (0.71073 \AA)
Θ -Bereich für Datensammlung	sphärisch
h	-11 > 13
k	-15 > 15
l	-18 > 20
(2 Θ) max.	$60 ^{\circ}$
Auflösung	0.68 \AA
Anzahl der gemessenen Reflexe	24913
Anzahl der unabhängigen Reflexe	7688 [R(int) = 0.051]
Genutzte Reflexe mit $I > 0$	7473
Anzahl der Variablen	595

Maximale / Minimale Transmission	0.930 / 0.981
R-Wert	0.056
R _w -Wert	0.052
GOF (goodness of fit) S	1.07
Restelektronendichte	- 0.10 bis + 0.43 e / Å ³

Wiederholt gemessene Reflexe blieben stabil. Eine numerische Absorptionskorrektur erfolgte durch Nutzung von 6 indextierten Kristallflächen. Methode der Strukturbestimmung mit direkten Methoden unter Benutzung von SHELEXS. Die H-Atome wurden durch Differenz-Fourier Synthese erzeugt und mit isotropischen thermischen Parametern verfeinert. Die nicht-H-Atome wurden verfeinert an F-Werten unter Gewichtung nach:

$$w(F) = \frac{4 \cdot F^2}{\sigma^2 \cdot F^2 + (0.03 \cdot F^2)^2}$$

Die Ergebnisse dieser Strukturanalyse wurden veröffentlicht ^[597].



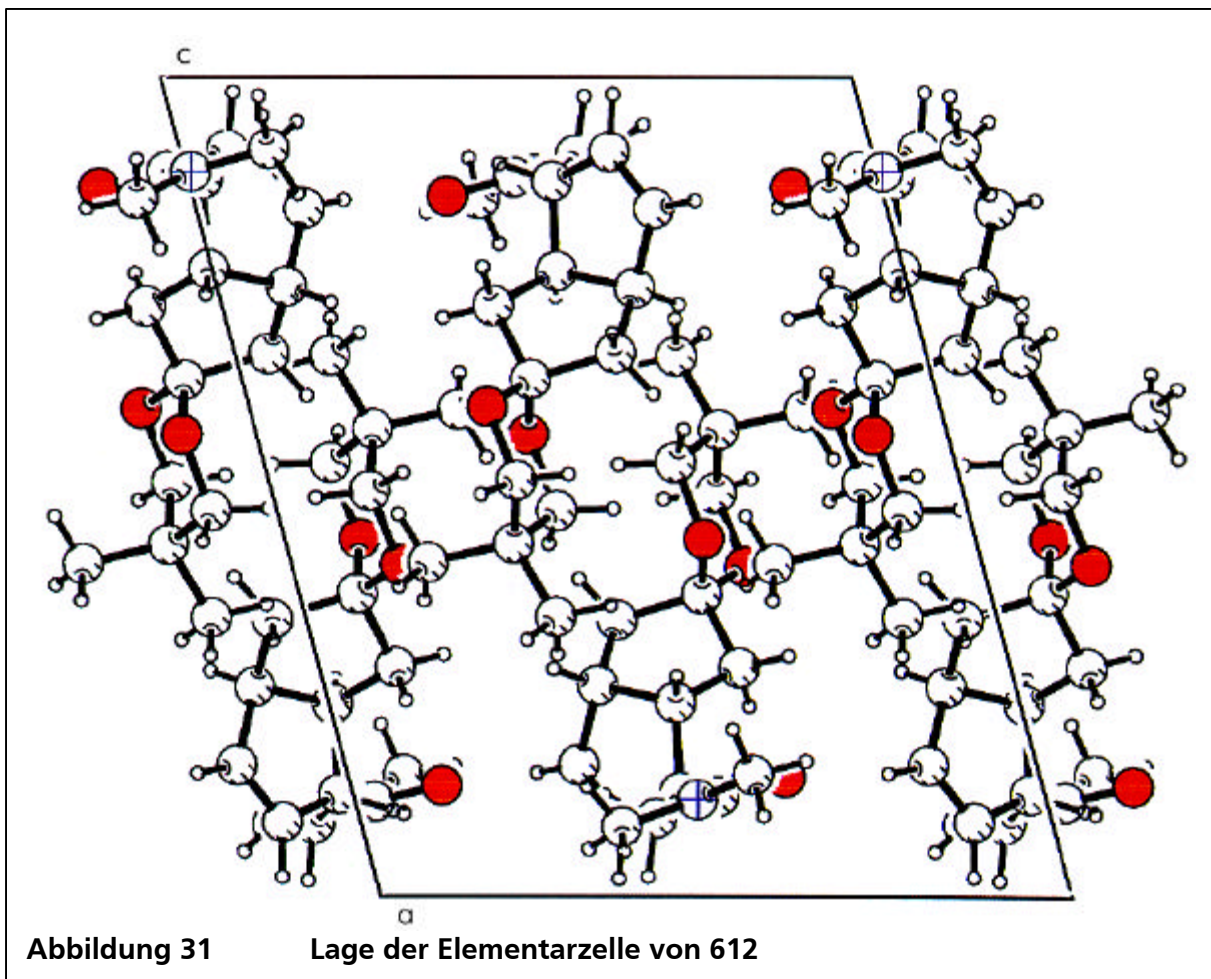
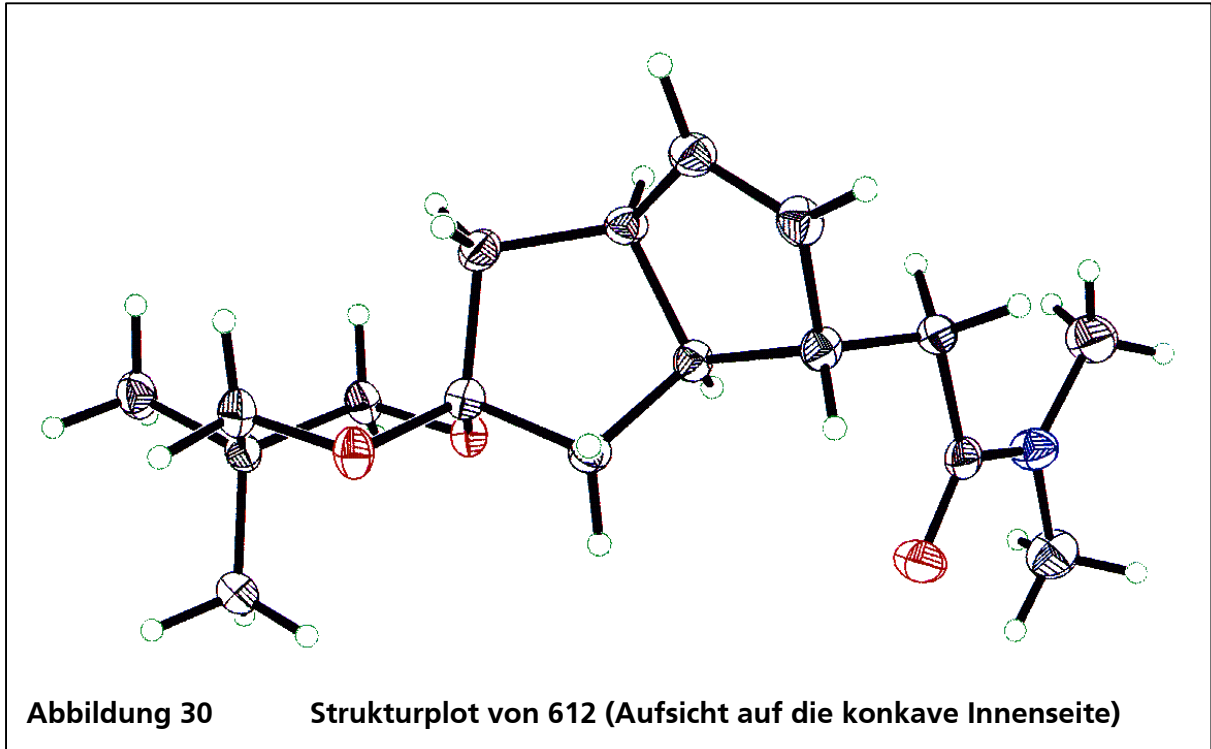


Tabelle 22 Atomkoordinaten (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom	X	Y	Z	B (A2)
O1	0.6220 (1)	0.63154 (7)	0.14576 (6)	2.15 (2)
C2	0.15605 (9)	0.65547 (7)	0.40230 (6)	1.66 (2)
O3	0.39072 (9)	0.60652 (7)	0.43645 (5)	1.38 (2)
O4	0.2441 (1)	-0.13153 (7)	0.86481 (7)	2.34 (2)
O5	-0.08589 (9)	-0.10808 (7)	0.56359 (5)	1.34 (2)
O6	-0.31129 (9)	-0.15653 (7)	0.59550 (6)	1.64 (2)
N1	0.7898 (1)	0.49607 (9)	0.11917 (8)	1.95 (2)
N2	0.4180 (1)	0.00753 (9)	0.88436 (8)	1.94 (2)
C1	0.3969 (1)	0.5023 (1)	0.23706 (8)	1.36 (2)
C2	0.3959 (1)	0.4739 (1)	0.1270 (8)	1.48 (2)
C3	0.2787 (1)	0.3800 (1)	0.09175 (8)	1.76 (2)
C4	0.2376 (1)	0.3377 (1)	0.16082 (8)	1.71 (2)
C5	0.3173 (1)	0.3964 (1)	0.25763 (8)	1.50 (2)
C6	0.2235 (1)	0.4494 (1)	0.33695 (8)	1.74 (2)
C7	0.2662 (1)	0.5821 (1)	0.36878 (8)	1.34 (2)
C8	0.3099 (1)	0.6074 (1)	0.27904 (8)	1.45 (2)
C9	0.5379 (1)	0.4293 (1)	0.09585 (8)	1.54 (2)
C10	0.6533 (1)	0.5277 (1)	0.12282 (8)	1.53 (2)
C11	0.9038 (2)	0.5862 (1)	0.1491 (1)	2.49 (3)
C12	0.8334 (2)	0.3756 (1)	0.0859 (1)	2.74 (3)
C13	0.1210 (1)	0.6418 (1)	0.49228 (8)	1.75 (2)
C14	0.2485 (1)	0.6702 (1)	0.56924 (8)	1.46 (2)
C15	0.3691 (1)	0.5951 (1)	0.52928 (8)	1.48 (2)
C16	0.2900 (2)	0.8013 (1)	0.59231 (9)	1.99 (2)
C17	0.2122 (2)	0.6378 (1)	0.65882 (9)	2.08 (3)
C18	-0.0112 (1)	-0.0053 (1)	0.76509 (8)	1.31 (2)
C19	0.0214 (1)	0.0211 (1)	0.87502 (8)	1.50 (2)
C20	-0.084 (1)	0.1129 (1)	0.90901 (8)	1.75 (2)
C21	-0.1446 (1)	0.1567 (1)	0.83952 (8)	1.69 (2)
C22	-0.0949 (1)	0.1010 (1)	0.74420 (8)	1.45 (2)
C23	-0.2148 (1)	0.0491 (1)	0.66230 (8)	1.68 (2)
C24	-0.1873 (1)	-0.08339 (9)	0.63045 (8)	1.29 (2)
C25	-0.1148 (1)	-0.1102 (1)	0.72049 (8)	1.41 (2)
C26	0.1743 (1)	0.0678 (1)	0.91099 (8)	1.66 (2)
C27	0.2815 (1)	0.0272 (1)	0.88455 (8)	1.56 (2)
C28	0.5210 (2)	-0.0801 (1)	0.8514 (1)	2.46 (3)
C29	0.4732 (2)	0.1289 (1)	0.9124 (1)	2.59 (3)
C30	-0.1389 (1)	-0.0955 (1)	0.47079 (8)	1.50 (2)
C31	-0.2748 (1)	-0.1703 (1)	0.42961 (8)	1.41 (2)
C32	-0.3762 (1)	-0.1419 (1)	0.50526 (8)	1.67 (2)
C33	-0.2447 (2)	-0.3015 (1)	0.40602 (9)	1.93 (2)
C34	-0.3407 (2)	-0.1368 (1)	0.34000 (9)	2.03 (2)
H1	0.493 (1)	0.512 (1)	0.2688 (9)	1.7 (3) *
H2	0.374 (2)	0.543 (1)	0.1051 (9)	2.0 (3) *
H3	0.240 (2)	0.352 (1)	0.0231 (9)	2.4 (3) *
H4	0.162 (2)	0.274 (1)	0.1520 (9)	2.2 (3) *
H5	0.384 (1)	0.339 (1)	0.2779 (8)	1.3 (3) *
H6A	0.123 (2)	0.445 (1)	0.3136 (9)	2.4 (3) *
H6B	0.240 (2)	0.410 (1)	0.3879 (9)	1.9 (3) *
H8A	0.222 (2)	0.610 (1)	0.2328 (9)	2.3 (3) *
H8B	0.360 (2)	0.685 (1)	0.2946 (9)	2.0 (3) *
H9A	0.526 (2)	0.395 (1)	0.0259 (9)	1.8 (3) *
H9B	0.565 (2)	0.361 (1)	0.1247 (9)	1.9 (3) *

Fortsetzung Tabelle 22 Atomkoordinaten (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

H11A	0.961 (2)	0.586 (2)	0.099 (1)	6.0 (5) *
H11B	0.865 (2)	0.669 (2)	0.166 (1)	6.1 (5) *
H11C	0.964 (2)	0.572 (1)	0.205 (1)	4.6 (4) *
H12A	0.910 (2)	0.368 (2)	0.135 (1)	6.1 (6) *
H12B	0.871 (3)	0.341 (2)	0.047 (1)	7.8 (5) *
H12C	0.758 (2)	0.319 (2)	0.054 (1)	6.5 (5) *
H13A	0.043 (2)	0.696 (1)	0.5089 (9)	1.9 (3) *
H13B	0.082 (2)	0.563 (1)	0.4843 (9)	2.4 (3) *
H15A	0.458 (2)	0.621 (1)	0.5695 (9)	2.0 (3) *
H15B	0.352 (1)	0.512 (1)	0.5275 (9)	1.7 (3) *
H16A	0.376 (2)	0.820 (1)	0.639 (1)	3.2 (4) *
H16B	0.213 (2)	0.851 (1)	0.622 (1)	3.9 (4) *
H16C	0.308 (2)	0.827 (1)	0.531 (1)	3.0 (3) *
H17A	0.298 (2)	0.651 (1)	0.704 (1)	4.2 (4) *
H17B	0.181 (2)	0.554 (1)	0.643 (1)	3.2 (4) *
H17C	0.132 (2)	0.689 (1)	0.687 (1)	3.0 (3) *
H18	0.077 (1)	-0.019 (1)	0.7359 (8)	1.4 (3) *
H19	0.006 (2)	-0.051 (1)	0.8961 (9)	1.9 (3) *
H20	-0.104 (2)	0.136 (1)	0.9763 (9)	2.5 (3) *
H21	-0.214 (2)	0.216 (1)	0.8471 (9)	2.0 (3) *
H22	-0.034 (1)	0.159 (1)	0.7244 (8)	1.2 (3) *
H23A	-0.309 (2)	0.054 (1)	0.688 (1)	2.7 (3) *
H23B	-0.217 (2)	0.088 (1)	0.6096 (9)	2.0 (3) *
H25A	-0.189 (2)	-0.111 (1)	0.7622 (9)	1.7 (3) *
H25B	-0.071 (1)	-0.188 (1)	0.7069 (9)	1.8 (3) *
H26A	0.188 (2)	0.098 (1)	0.982 (1)	2.3 (3) *
H26B	0.129 (2)	0.135 (1)	0.8847 (9)	2.2 (3) *
H28A	0.549 (2)	-0.067 (1)	0.793 (1)	4.1 (4) *
H28B	0.481 (2)	-0.157 (2)	0.842 (1)	5.7 (5) *
H28C	0.606 (2)	-0.068 (2)	0.900 (1)	6.1 (5) *
H29A	0.407 (2)	0.178 (2)	0.949 (1)	6.0 (5) *
H29B	0.488 (2)	0.156 (2)	0.856 (1)	5.7 (5) *
H29C	0.564 (2)	0.132 (1)	0.954 (1)	3.7 (4) *
H30A	-0.061 (2)	-0.119 (1)	0.4340 (9)	1.9 (3) *
H30B	-0.156 (1)	-0.011 (1)	0.4747 (9)	1.5 (3) *
H32A	-0.463 (2)	-0.196 (1)	0.4836 (9)	2.2 (3) *
H32B	-0.407 (2)	-0.059 (1)	0.5128 (9)	2.4 (3) *
H33A	-0.204 (2)	-0.324 (1)	0.4662 (9)	2.4 (3) *
H33B	-0.175 (2)	-0.320 (1)	0.359 (1)	3.9 (4) *
H33C	-0.332 (2)	-0.347 (1)	0.380 (1)	2.9 (3) *
H34A	-0.270 (2)	-0.151 (1)	0.293 (1)	4.1 (4) *
H34B	-0.364 (2)	-0.052 (1)	0.3550 (9)	2.3 (3) *
H34C	-0.429 (2)	-0.186 (1)	0.312 (1)	3.0 (3) *

Starre Atome wurden isotropisch verfeinert.

Anisotropisch verfeinerte Atome sind angegeben in der Form der isotropisch äquivalenten Ersatzparameter, die definiert sind als:

$$\frac{4}{3} \left[a^2 \times B(1,1) + b^2 \times B(2,2) + c^2 \times B(3,3) + ab(\cos \gamma) \times B(1,2) + ac(\cos \beta) \times B(1,3) + bc(\cos \alpha) \times B(2,3) \right]$$

Tabelle 23 anisotropische Ersatzparameter (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ¹²	U ¹³	U ²³
O1	0.0292 (5)	0.0194 (4)	0.0311 (4)	0.0001 (4)	0.0038 (4)	0.0030 (3)
O2	0.0167 (4)	0.0283 (4)	0.0196 (4)	0.0059 (3)	0.0030 (3)	0.0084 (3)
O3	0.0143 (4)	0.0223 (4)	0.0155 (3)	0.0012 (3)	0.0010 (3)	0.0047 (3)
O4	0.0277 (5)	0.0202 (4)	0.0386 (5)	0.0023 (4)	0.0024 (4)	0.0041 (4)
O5	0.0146 (4)	0.0216 (4)	0.0143 (3)	-0.0007 (3)	0.0017 (3)	0.0042 (3)
O6	0.0166 (4)	0.0269 (4)	0.0193 (4)	-0.0044 (3)	0.0004 (3)	0.0076 (3)
N1	0.0225 (5)	0.0207 (4)	0.0308 (5)	0.0000 (4)	0.0033 (4)	0.0068 (4)
N2	0.0226 (5)	0.0223 (4)	0.0286 (5)	0.0036 (4)	0.0022 (4)	0.0065 (4)
C1	0.0173 (5)	0.0197 (5)	0.0142 (5)	-0.0012 (4)	0.0002 (4)	0.0040 (4)
C2	0.0206 (6)	0.0213 (5)	0.0141 (5)	-0.0009 (4)	0.0005 (4)	0.0051 (4)
C3	0.0222 (6)	0.0256 (5)	0.0165 (5)	-0.0014 (5)	-0.0013 (5)	0.0028 (4)
C4	0.0231 (6)	0.0207 (5)	0.0191 (5)	-0.0025 (5)	-0.0006 (5)	0.0025 (4)
C5	0.0239 (6)	0.0169 (5)	0.0159 (5)	-0.0022 (4)	0.0012 (4)	0.0046 (4)
C6	0.0259 (6)	0.0217 (5)	0.0183 (5)	-0.0056 (5)	0.0041 (5)	0.0043 (4)
C7	0.0145 (5)	0.0190 (5)	0.0169 (5)	0.0010 (4)	0.0003 (4)	0.0047 (4)
C8	0.0208 (6)	0.0175 (5)	0.0178 (5)	-0.0004 (4)	0.0019 (4)	0.0067 (4)
C9	0.0234 (6)	0.0184 (5)	0.0160 (5)	-0.0020 (5)	0.0029 (5)	0.0033 (4)
C10	0.0238 (6)	0.0211 (5)	0.0134 (5)	-0.0010 (5)	0.0019 (4)	0.0053 (4)
C11	0.0233 (7)	0.0356 (6)	0.0343 (6)	-0.0063 (6)	-0.0006 (6)	0.0090 (5)
C12	0.0305 (7)	0.0265 (6)	0.0493 (8)	0.0082 (5)	0.0163 (6)	0.0088 (5)
C13	0.0182 (6)	0.0269 (5)	0.0224 (5)	0.0032 (5)	0.0063 (5)	0.0068 (4)
C14	0.0197 (6)	0.0181 (5)	0.0182 (5)	0.0040 (4)	0.0048 (4)	0.0044 (4)
C15	0.0199 (6)	0.0226 (5)	0.0141 (5)	0.0060 (4)	0.0026 (4)	0.0052 (4)
C16	0.0286 (6)	0.0205 (5)	0.0252 (6)	0.0023 (5)	0.0075 (5)	0.0020 (5)
C17	0.0337 (7)	0.0257 (6)	0.0225 (5)	0.0072 (5)	0.0115 (5)	0.0076 (4)
C18	0.0172 (5)	0.0188 (5)	0.0139 (5)	0.0030 (4)	0.0031 (4)	0.0038 (4)
C19	0.0221 (6)	0.0203 (5)	0.0147 (5)	0.0022 (5)	0.0009 (4)	0.0050 (4)
C20	0.0256 (6)	0.0238 (5)	0.0159 (5)	0.0041 (5)	0.0050 (5)	0.0019 (4)
C21	0.0238 (6)	0.0202 (5)	0.0194 (5)	0.0049 (5)	0.0041 (5)	0.0030 (4)
C22	0.0241 (6)	0.0169 (5)	0.0149 (5)	0.0024 (4)	0.0030 (4)	0.0051 (4)
C23	0.0248 (6)	0.0208 (5)	0.0176 (5)	0.0051 (5)	0.0002 (5)	0.0047 (4)
C24	0.0144 (5)	0.0180 (5)	0.0164 (5)	-0.0002 (4)	0.0017 (4)	0.0045 (4)
C25	0.0207 (6)	0.0173 (5)	0.0165 (5)	0.0020 (4)	0.0012 (4)	0.0061 (4)
C26	0.0227 (6)	0.0197 (5)	0.0177 (5)	0.0019 (5)	-0.0019 (5)	0.0016 (4)
C27	0.0225 (6)	0.0212 (5)	0.0149 (5)	0.0021 (5)	-0.0016 (5)	0.0050 (4)
C28	0.0236 (7)	0.0350 (7)	0.0342 (7)	0.0074 (6)	0.0053 (6)	0.0068 (5)
C29	0.0273 (7)	0.0273 (7)	0.0425 (7)	-0.0041 (5)	-0.0045 (6)	0.0106 (5)
C30	0.0198 (6)	0.0221 (5)	0.0147 (5)	-0.0053 (4)	0.0002 (4)	0.0051 (4)
C31	0.0181 (5)	0.0168 (5)	0.0177 (5)	-0.0023 (4)	-0.0017 (4)	0.0044 (4)
C32	0.0150 (5)	0.0262 (5)	0.0211 (5)	-0.0014 (5)	-0.0019 (5)	0.0061 (4)
C33	0.0269 (6)	0.0192 (5)	0.0241 (6)	-0.0019 (5)	-0.0036 (5)	0.0028 (4)
C34	0.0292 (7)	0.0242 (5)	0.0222 (5)	-0.0045 (5)	-0.0055 (5)	0.0076 (4)

Die anisotropischen Ersatzparameter nehmen als Exponent die Form an (a, b, c sind reziproke Gitterkonstanten):

$$\left[-2\pi^2 \times \{h^2 a^2 * U^{11} + k^2 b^2 * U^{22} + l^2 c^2 * U^{33} + 2hka * b * U^{12} + 2hla * c * U^{13} + 2klb * c * U^{23}\} \right]$$

Tabelle 24 Bindungslängen (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2	Abstand (Å)	Atom1—Atom2	Abstand (Å)
O1—C10	1.230 (1)	C5—C6	1.548 (2)
O2—C7	1.412 (1)	C6—C7	1.547 (2)
O2—C13	1.439 (2)	C7—C8	1.517 (2)
O3—C7	1.425 (1)	C9—C10	1.529 (2)
O3—C15	1.433 (1)	C13—C14	1.524 (2)
O4—C27	1.226 (1)	C14—C15	1.528 (2)
O5—C24	1.428 (1)	C14—C16	1.530 (2)
O5—C30	1.434 (1)	C14—C17	1.528 (2)
O6—C24	1.415 (1)	C18—C19	1.547 (2)
O6—C32	1.440 (2)	C18—C22	1.563 (2)
N1—C10	1.353 (2)	C18—C25	1.527 (2)
N1—C11	1.456 (2)	C19—C20	1.512 (2)
N1—C12	1.456 (2)	C19—C26	1.530 (2)
N2—C27	1.355 (2)	C20—C21	1.326 (2)
N2—C28	1.457 (2)	C21—C22	1.509 (2)
N2—C29	1.457 (2)	C22—C23	1.547 (2)
C1—C2	1.545 (2)	C23—C24	1.542 (2)
C1—C5	1.563 (2)	C24—C25	1.519 (2)
C1—C8	1.527 (2)	C26—C27	1.523 (2)
C2—C3	1.510 (2)	C30—C31	1.526 (2)
C2—C9	1.528 (2)	C31—C32	1.522 (2)
C3—C4	1.327 (2)	C31—C33	1.530 (2)
C4—C5	1.513 (2)	C31—C34	1.528 (2)

Tabelle 25 Bindungswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)	Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)
C7—O2—C13	111.94 (9)	C13—C14—C17	109.8 (1)
C7—O3—C15	114.02 (9)	C15—C14—C16	110.8 (1)
C24—O5—C30	113.69 (9)	C15—C14—C17	109.4 (1)
C24—O6—C32	111.91 (9)	C16—C14—C17	110.29 (9)
C10—N1—C11	119.5 (1)	O3—C15—C14	111.8 (1)
C10—N1—C12	124.5 (1)	C19—C18—C22	106.33 (9)
C11—N1—C12	116.0 (1)	C19—C18—C25	114.0 (1)
C27—N2—C28	119.6 (1)	C22—C18—C25	103.22 (1)
C27—N2—C29	125.4 (1)	C18—C19—C20	102.4 (1)
C28—N2—C29	115.0 (1)	C18—C19—C26	112.4 (1)
C2—C1—C5	106.44 (8)	C20—C19—C26	111.67 (9)
C2—C1—C8	114.5 (1)	C19—C20—C21	112.4 (1)
C5—C—C8	103.4 (1)	C20—C21—C22	112.9 (1)
C1—C2—C3	102.6 (1)	C18—C22—C21	102.1 (1)
C1—C2—C9	112.4 (1)	C18—C22—C23	106.75 (8)
C3—C2—C9	111.60 (9)	C21—C22—C23	115.0 (1)
C2—C3—C4	112.7 (1)	C22—C23—C24	105.1 (1)
C3—C4—C5	112.5 (1)	O5—C24—O6	110.56 (8)
C1—C5—C4	102.2 (1)	O5—C24—C23	112.0 (1)
C1—C5—C6	106.61 (8)	O5—C24—C25	105.38 (9)
C4—C5—C6	115.5 (1)	O6—C24—C23	114.5 (1)
C5—C6—C7	104.9 (1)	O6—C24—C25	110.0 (1)
O2—C7—O3	110.69 (1)	C23—C24—C25	103.72 (8)
O2—C7—C6	114.3 (1)	C18—C25—C24	104.3 (1)
O2—C7—C8	110.4 (1)	C19—C26—C27	112.04 (9)
O3—C7—C6	112.1 (1)	O4—C27—N2	121.7 (1)
O3—C7—C8	105.3 (1)	O4—C27—C26	120.3 (1)
C6—C7—C8	103.50 (8)	N2—C27—C26	117.9 (1)
C1—C8—C7	104.1 (1)	O5—C30—C31	111.9 (1)
C2—C9—C10	111.76 (9)	C30—C31—C32	106.98 (8)
O1—C10—N1	121.7 (1)	C30—C31—C33	111.0 (1)
O1—C10—C9	120.7 (1)	C30—C31—C34	109.3 (1)
N1—C10—C9	117.6 (1)	C32—C31—C33	109.8 (1)
O2—C13—C14	111.8 (1)	C32—C31—C34	109.4 (1)
C13—C14—C15	106.88 (9)	C33—C31—C34	110.28 (9)
C13—C14—C16	109.6 (1)	O6—C32—C31	111.6 (1)

Tabelle 26 Torsionswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

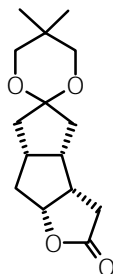
Atom1—Atom2—Atom3—Atom4	Winkel (°)	
C13—O2—C7—O3	-58.35	(0.12)
C13—O2—C7—C6	69.35	(0.12)
C13—O2—C7—C8	-174.51	(0.09)
C7—O2—C13—C14	59.02	(0.12)
C15—O3—C7—O2	56.87	(0.12)
C15—O3—C7—C6	-71.99	(0.12)
C15—O3—C7—C8	176.16	(0.09)
C7—O3—C15—C14	-54.57	(0.12)
C30—O5—C24—O6	57.14	(0.12)
C30—O5—C24—C23	-71.88	(0.12)
C30—O5—C24—C25	175.99	(0.09)
C24—O5—C30—C31	-55.05	(0.12)
C32—O6—C24—O5	-58.57	(0.12)
C32—O6—C24—C23	69.10	(0.12)
C32—O6—C24—C25	-174.55	(0.09)
C24—O6—C32—C31	59.13	(0.12)
C11—N1—C10—O1	4.19	(0.17)
C11—N1—C10—C9	-176.71	(0.10)
C12—N1—C10—O1	-175.19	(0.12)
C12—N1—C10—C9	3.91	(0.17)
C28—N2—C27—O4	5.85	(0.17)
C26—N2—C27—C26	-174.61	(0.10)
C29—N2—C27—O4	-176.08	(0.12)
C29—N2—C27—C26	3.46	(0.17)
C5—C1—C2—C3	18.25	(0.12)
C5—C1—C2—C9	-101.76	(0.11)
C8—C1—C2—C3	-95.29	(0.12)
C8—C1—C2—C9	144.71	(0.10)
C2—C1—C5—C4	-17.68	(0.12)
C2—C1—C5—C6	-139.29	(0.10)
C8—C1—C5—C4	103.29	(0.10)
C8—C1—C5—C6	-18.32	(0.11)
C2—C1—C8—C7	152.78	(0.10)
C5—C1—C8—C7	37.44	(0.11)
C1—C2—C3—C4	-12.44	(0.14)
C9—C2—C3—C4	108.13	(0.12)
C1—C2—C9—C10	-71.44	(0.12)
C3—C2—C9—C10	173.92	(0.09)
C2—C3—C4—C5	1.08	(0.16)
C3—C4—C5—C1	10.64	(0.14)
C3—C4—C5—C6	125.93	(0.12)
C1—C5—C6—C7	-7.08	(0.12)
C4—C5—C6—C7	-119.83	(0.11)
C5—C6—C7—O2	150.16	(0.09)
C5—C6—C7—O3	-82.87	(0.11)
C5—C6—C7—C8	30.10	(0.12)
O2—C7—C8—C1	-165.06	(0.09)
O3—C7—C8—C1	75.45	(0.11)
C6—C7—C8—C1	-42.39	(0.12)
C2—C9—C10—O1	-15.83	(0.15)
C2—C9—C10—N1	165.05	(0.10)

Fortsetzung Tabelle 26 (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

O2—C13—C14—C15	-53.41	(0.13)
O2—C13—C14—C16	66.76	(0.13)
O2—C13—C14—C17	-171.97	(0.10)
C13—C14—C15—O3	50.85	(0.12)
C16—C14—C15—O3	-68.51	(0.12)
C17—C14—C15—O3	169.65	(0.10)
C22—C18—C19—C20	18.96	(0.12)
C22—C18—C19—C26	-101.02	(0.11)
C25—C18—C19—C20	-94.06	(0.11)
C25—C18—C19—C26	145.96	(0.10)
C19—C18—C22—C21	-17.94	(0.12)
C19—C18—C22—C23	-139.01	(0.10)
C25—C18—C22—C21	102.30	(0.10)
C25—C18—C22—C23	-18.77	(0.11)
C19—C18—C25—C24	152.00	(0.10)
C22—C18—C25—C24	37.14	(0.11)
C18—C19—C20—C21	-13.43	(0.14)
C26—C19—C20—C21	107.02	(0.12)
C18—C19—C26—C27	-70.59	(0.12)
C20—C19—C26—C27	174.95	(0.09)
C19—C20—C21—C22	1.96	(0.16)
C20—C21—C22—C18	10.30	(0.14)
C20—C21—C22—C23	125.48	(0.12)
C18—C22—C23—C24	-6.15	(0.12)
C21—C22—C23—C24	-118.63	(0.11)
C22—C23—C24—O5	-84.15	(0.11)
C22—C23—C24—O6	148.93	(0.09)
C22—C23—C24—C25	29.00	(0.12)
O5—C24—C25—C18	76.28	(0.10)
O6—C24—C25—C18	-164.52	(0.09)
C23—C24—C25—C18	-41.59	(0.12)
C19—C26—C27—O4	-20.83	(0.15)
C19—C26—C27—N2	159.63	(0.10)
O5—C30—C31—C32	51.49	(0.12)
O5—C30—C31—C33	-68.33	(0.12)
O5—C30—C31—C34	169.82	(0.09)
C30—C31—C32—O6	-53.74	(0.12)
C33—C31—C32—O6	66.81	(0.13)
C34—C31—C32—O6	-172.03	(0.10)

VII.2.4.

Röntgenstrukturdaten von (\pm) -(3' α ,3' β ,6' α ,7' α)-Octahydro-5,5-dimethylspiro[1,3-dioxane-2,5'(2'*H*)-pentaleno[2,1-b]furan]-2'-one (**77**)



Datensammlung Siemens Smart Diffraktometer, Einzelkristallmessung bei $-139\text{ }^{\circ}\text{C}$

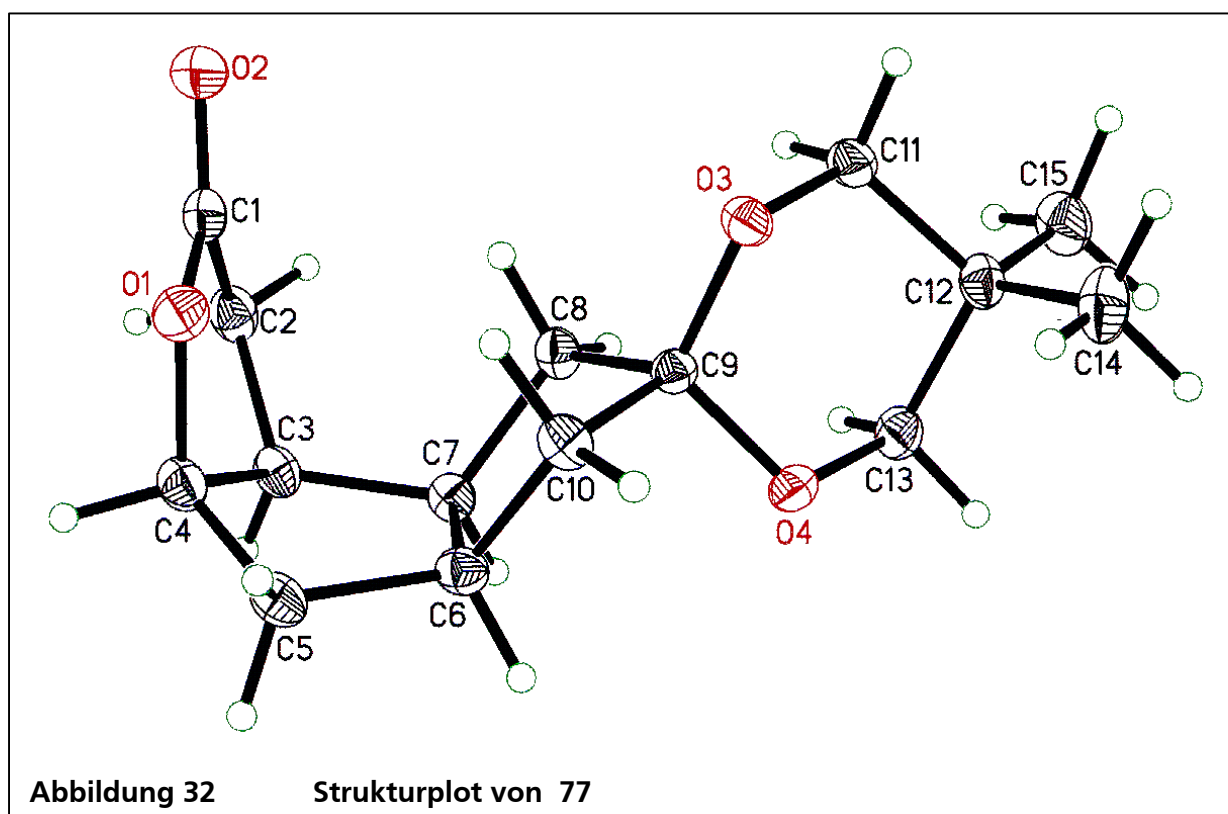
Formel	$\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_4$
Molekulargewicht	266.34
Kristallfarbe (Kristallgestalt)	gelblich, transparent (Prisma)
Kristalldimension (mm^3)	0.34 x 0.36 x 0.85
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe (Raumgruppennummer)	P-1 (Nr. 2)
Dimensionen der Einzelzelle	$a = 5.678 (1) \text{ \AA}$; $\alpha = 88.37 (1) ^{\circ}$ $b = 6.302 (1) \text{ \AA}$; $\beta = 86.483 (7) ^{\circ}$ $c = 20.480 (3) \text{ \AA}$; $\gamma = 70.16 (1) ^{\circ}$
Zellvolumen	$688.0 (2) \text{ \AA}^3$
Formeleinheiten pro Zelle	2
Dichte (ber.)	1.286 g / cm^3
linearer Absorptionskoeffizient	0.86 cm^{-1}
Röntgenstrahlung	Mo- K_{α} (0.71073 \AA)
Θ -Bereich für Datensammlung	sphärisch
(2 Θ) max.	$63.9 ^{\circ}$
Auflösung	0.67 \AA
Anzahl der gemessenen Reflexe	11957
Anzahl der unabhängigen Reflexe	4038 [R(int) = 0.040]
Genutzte Reflexe mit $I > 0$	3982
Anzahl der Variablen	261
R-Wert	0.044
R_w -Wert	0.052

GOF (goodness of fit) S	1.49
Restelektronendichte	- 0.23 bis + 0.44 e / Å ³

Wiederholt gemessene Reflexe blieben stabil. Es wurde keine Absorptionskorrektur vorgenommen. Strukturlösung erfolgte mittels direkter Methoden im Programm SHELXS; H-Atome wurden durch Differenz-Fourier Synthese bestimmt und mit isotropischen thermischen Parametern verfeinert. Kohlenstoff- und Sauerstoffatome wurden mit anisotropischen thermischen Parametern verfeinert. Die Struktur wurde verfeinert an F-Werten unter Gewichtung nach:

$$w(F) = \frac{4 \cdot F^2}{\sigma^2 \cdot F^2 + (0.03 \cdot F^2)^2}$$

Berechnungen wurden mit SMART, SHELX und MOLEN Programmsystemen durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Strukturanalyse wurden veröffentlicht ^[611].



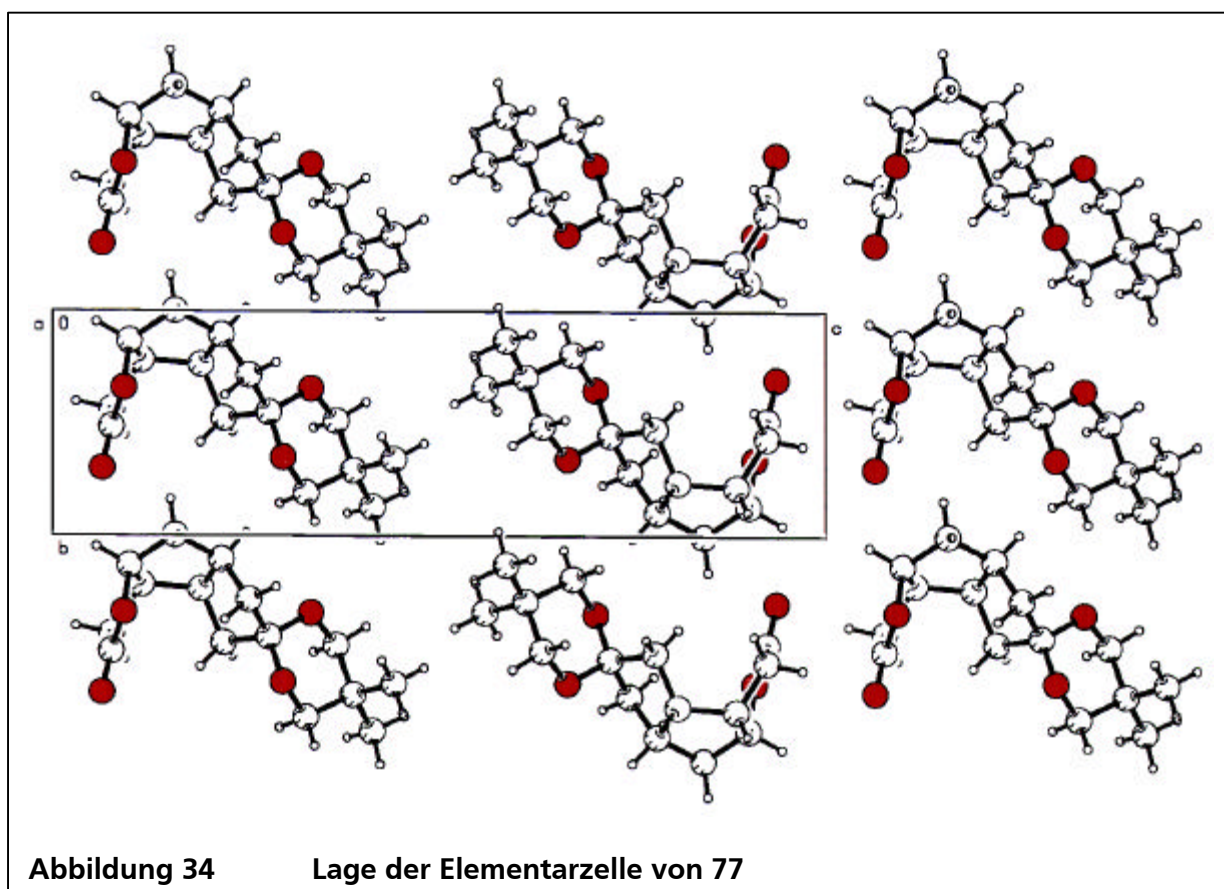
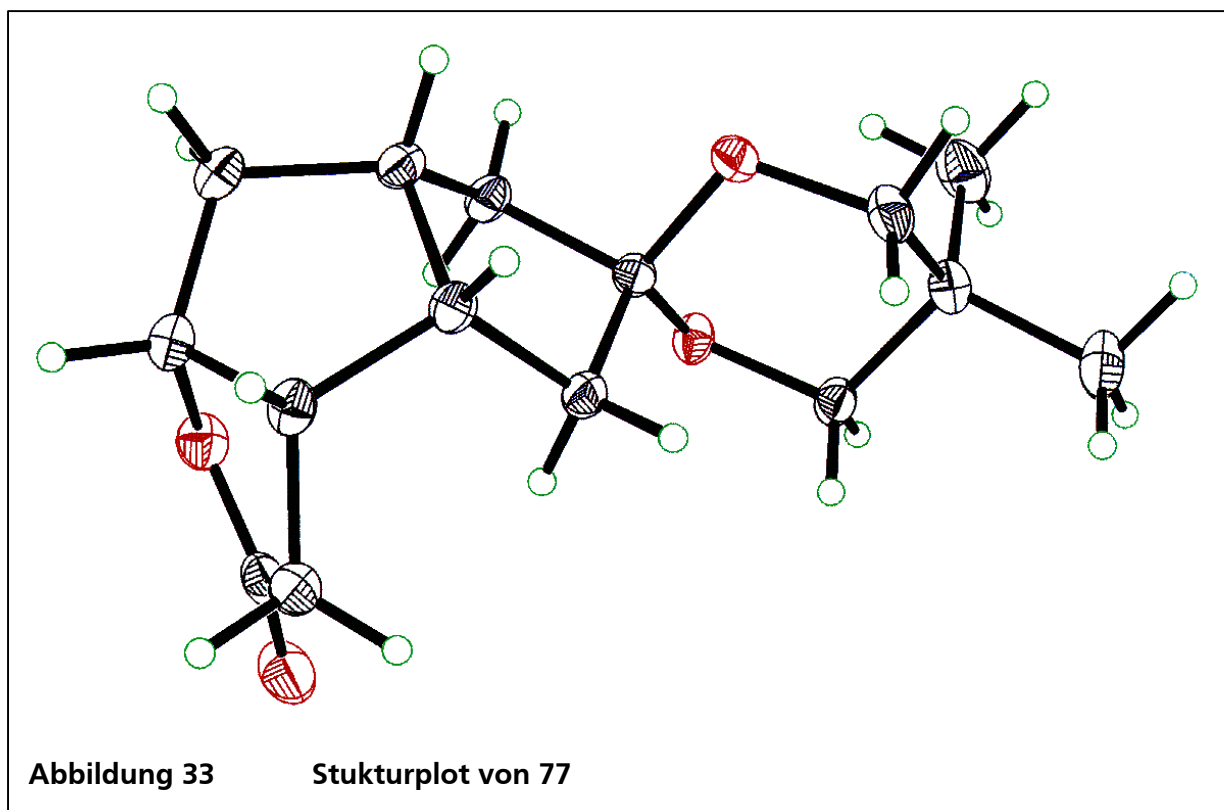


Tabelle 27 Atomkoordinaten (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom	X	Y	Z	B (A ²)
O1	0.3578 (1)	0.6606 (1)	0.90791 (3)	1.76 (1)
O2	0.5524 (2)	0.3019 (1)	0.93614 (4)	2.62 (1)
O3	0.6135 (1)	0.34961 (9)	0.70214 (3)	1.42 (1)
O4	0.7324 (1)	0.6563 (1)	0.66614 (3)	1.56 (1)
C1	0.5640 (2)	0.4861 (2)	0.92406 (4)	1.79 (2)
C2	0.7874 (2)	0.5649 (2)	0.92377 (4)	1.76 (2)
C3	0.7039 (1)	0.7841 (1)	0.88445 (4)	1.42 (1)
C4	0.4195 (1)	0.8684 (1)	0.90053 (4)	1.51 (1)
C5	0.2987 (2)	1.0030 (1)	0.84191 (4)	1.60 (1)
C6	0.4692 (1)	0.8954 (1)	0.78178 (4)	1.38 (1)
C7	0.7342 (1)	0.7642 (1)	0.80842 (4)	1.31 (1)
C8	0.8142 (1)	0.5246 (1)	0.77921 (4)	1.37 (1)
C9	0.6478 (1)	0.5515 (1)	0.72088 (4)	1.20 (1)
C10	0.3981 (1)	0.7162 (1)	0.74623 (4)	1.43 (1)
C11	0.8373 (2)	0.1913 (1)	0.67245 (4)	1.52 (1)
C12	0.9301 (2)	0.2928 (1)	0.61165 (4)	1.54 (1)
C13	0.9595 (2)	0.5121 (2)	0.63349 (4)	1.70 (1)
C14	0.7387 (2)	0.3414 (2)	0.55886 (5)	2.35 (2)
C15	1.1840 (2)	0.1288 (2)	0.58658 (5)	2.33 (2)
H2B	0.815 (2)	0.597 (2)	0.9709 (6)	2.9 (3) *
H2A	0.939 (2)	0.448 (2)	0.9063 (6)	2.6 (3) *
H3	0.775 (2)	0.894 (2)	0.8981 (6)	2.1 (2) *
H4	0.369 (2)	0.949 (2)	0.9423 (5)	1.6 (2) *
H5B	0.118 (2)	1.008 (2)	0.8387 (6)	2.3 (2) *
H5A	0.296 (2)	1.160 (2)	0.8486 (6)	2.5 (3) *
H6	0.476 (2)	1.011 (2)	0.7498 (5)	1.4 (2) *
H7	0.853 (2)	0.841 (2)	0.7908 (5)	1.4 (2) *
H8A	0.999 (2)	0.465 (2)	0.7673 (6)	2.1 (2) *
H8B	0.772 (2)	0.414 (2)	0.8089 (5)	1.8 (2) *
H10A	0.281 (2)	0.774 (2)	0.7103 (6)	2.7 (3) *
H10B	0.326 (2)	0.630 (2)	0.7782 (6)	2.0 (2) *
H11B	0.977 (2)	0.148 (2)	0.7066 (6)	2.3 (2) *
H11A	0.792 (2)	0.059 (2)	0.6613 (6)	1.8 (2) *
H13B	1.101 (2)	0.482 (2)	0.6630 (6)	2.1 (2) *
H13A	0.990 (2)	0.597 (2)	0.5943 (6)	2.2 (2) *
H14C	0.578 (2)	0.441 (2)	0.5734 (6)	2.8 (3) *
H14B	0.713 (2)	0.205 (2)	0.5464 (6)	3.2 (3) *
H14A	0.796 (3)	0.411 (2)	0.5191 (8)	4.7 (4) *
H15A	1.236 (2)	0.195 (2)	0.5466 (7)	3.3 (3) *
H15C	1.320 (2)	0.104 (2)	0.6189 (7)	3.2 (3) *
H15B	1.164 (3)	-0.021 (2)	0.5769 (7)	4.4 (3) *

Starre Atome wurden isotropisch verfeinert.

Anisotropisch verfeinerte Atome sind angegeben in der Form der isotropisch äquivalenten Ersatzparameter, die definiert sind als:

$$\frac{4}{3} \left[\frac{a^2 \times B(1,1) + b^2 \times B(2,2) + c^2 \times B(3,3) + ab(\cos \gamma) \times B(1,2) + ac(\cos \beta) \times B(1,3) + bc(\cos \alpha) \times B(2,3)}{a^2 + b^2 + c^2} \right]$$

Tabelle 28 anisotropische Ersatzparameter (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{12}	U^{13}	U^{23}
O1	0.0227 (2)	0.0227 (3)	0.0230 (3)	-0.0104 (2)	0.0020 (2)	-0.0009 (2)
O2	0.0557 (4)	0.0222 (3)	0.0232 (3)	-0.0162 (3)	0.0029 (3)	-0.0005 (3)
O3	0.0175 (2)	0.0166 (2)	0.0206 (3)	-0.0075 (2)	0.0033 (2)	-0.0032 (2)
O4	0.0240 (2)	0.0171 (2)	0.0174 (3)	-0.0070 (2)	0.0025 (2)	0.0020 (2)
C1	0.0322 (4)	0.0212 (3)	0.0138 (3)	-0.0081 (3)	0.0010 (3)	-0.0020 (3)
C2	0.0236 (3)	0.0221 (4)	0.0178 (3)	-0.0028 (3)	-0.0033 (3)	-0.0016 (3)
C3	0.0162 (3)	0.0186 (3)	0.0192 (3)	-0.0056 (2)	-0.0008 (3)	-0.0035 (3)
C4	0.0177 (3)	0.0186 (3)	0.0206 (3)	-0.0057 (2)	0.0020 (3)	-0.0038 (3)
C5	0.0163 (3)	0.0170 (3)	0.0243 (4)	-0.0014 (2)	0.0002 (3)	0.0028 (3)
C6	0.0153 (3)	0.0151 (3)	0.0203 (3)	-0.0029 (2)	-0.0007 (3)	-0.0006 (3)
C7	0.0135 (3)	0.0176 (3)	0.0185 (3)	-0.0050 (2)	0.0001 (2)	-0.0016 (3)
C8	0.0149 (3)	0.0183 (3)	0.0163 (3)	-0.0020 (2)	-0.0012 (2)	0.0016 (3)
C9	0.0154 (3)	0.0147 (3)	0.0158 (3)	-0.0056 (2)	-0.0002 (2)	-0.0002 (3)
C10	0.0136 (3)	0.0180 (3)	0.0212 (3)	-0.0028 (2)	-0.0018 (3)	-0.0020 (3)
C11	0.0201 (3)	0.0159 (3)	0.0204 (3)	-0.0050 (2)	0.0034 (3)	-0.0024 (3)
C12	0.0197 (3)	0.0229 (3)	0.0164 (3)	-0.0082 (2)	0.0019 (3)	-0.0031 (3)
C13	0.0233 (3)	0.0245 (3)	0.0191 (3)	-0.0119 (2)	0.0050 (3)	-0.0019 (3)
C14	0.0308 (4)	0.0422 (5)	0.0182 (4)	-0.0145 (3)	-0.0029 (3)	-0.0028 (4)
C15	0.0259 (4)	0.0310 (4)	0.0295 (4)	-0.0081 (3)	0.0096 (3)	-0.0072 (4)

Die anisotropischen Ersatzparameter nehmen als Exponent die Form an (a, b, c sind reziproke Gitterkonstanten):

$$\left[-2\pi^2 \times \{h^2 a^2 * U^{11} + k^2 b^2 * U^{22} + l^2 c^2 * U^{33} + 2hka * b * U^{12} + 2hla * c * U^{13} + 2klb * c * U^{23}\} \right]$$

Tabelle 29 Bindungslängen (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2	Abstand (Å)	Atom1—Atom2	Abstand (Å)
O1—C1	1.357 (1)	C4—C5	1.510 (1)
O1—C4	1.468 (1)	C5—C6	1.539 (1)
O2—C1	1.203 (2)	C6—C7	1.574 (1)
O3—C9	1.417 (1)	C6—C10	1.535 (1)
O3—C11	1.4349 (9)	C7—C8	1.548 (1)
O4—C9	1.425 (1)	C8—C9	1.538 (1)
O4—C13	1.4383 (9)	C9—C10	1.5168 (9)
C1—C2	1.511 (2)	C11—C12	1.530 (1)
C2—C3	1.523 (1)	C12—C13	1.529 (1)
C3—C4	1.536 (1)	C12—C14	1.531 (1)
C3—C7	1.560 (1)	C12—C15	1.529 (1)

Tabelle 30 Bindungswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

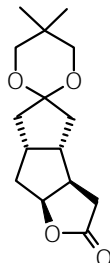
Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)	Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)
C1—O1—C4	109.87 (7)	C3—C7—C8	117.38 (7)
C9—O3—C11	112.64 (6)	C6—C7—C8	105.66 (7)
C9—O4—C13	113.50 (6)	C7—C8—C9	104.33 (6)
O1—C1—O2	121.1 (1)	O3—C9—O4	110.87 (6)
O1—C1—C2	109.70 (8)	O3—C9—C8	114.43 (6)
O2—C1—C2	129.24 (8)	O3—C9—C10	109.11 (7)
C1—C2—C3	103.30 (7)	O4—C9—C8	111.82 (7)
C2—C3—C4	101.41 (7)	O4—C9—C10	107.17 (6)
C2—C3—C7	117.00 (7)	C8—C9—C10	102.87 (6)
C4—C3—C7	105.11 (6)	C6—C10—C9	104.04 (7)
O1—C4—C3	103.90 (6)	O3—C11—C12	111.19 (6)
O1—C4—C5	110.59 (8)	C11—C12—C13	106.38 (7)
C3—C4—C5	106.78 (7)	C11—C12—C14	110.11 (8)
C4—C5—C6	106.24 (6)	C11—C12—C15	109.13 (7)
C5—C6—C7	105.92 (7)	C13—C12—C14	110.33 (7)
C5—C6—C10	115.90 (7)	C13—C12—C15	109.99 (8)
C7—C6—C10	104.73 (6)	C14—C12—C15	110.79 (7)
C3—C7—C6	106.64 (6)	O4—C13—C12	111.22 (7)

Tabelle 31 Torsionswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3—Atom4	Winkel (°)	
C4—O1—C1—O2	175.76	(0.08)
C4—O1—C1—C2	-4.14	(0.09)
C1—O1—C4—C3	24.18	(0.08)
C1—O1—C4—C5	138.42	(0.07)
C11—O3—C9—O4	57.39	(0.08)
C11—O3—C9—C8	-70.20	(0.08)
C11—O3—C9—C10	175.20	(0.06)
C9—O3—C11—C12	-58.68	(0.09)
C13—O4—C9—O3	-56.42	(0.09)
C13—O4—C9—C8	72.58	(0.08)
C13—O4—C9—C10	-175.40	(0.07)
C9—O4—C13—C12	56.25	(0.09)
O1—C1—C2—O3	-17.71	(0.09)
O2—C1—C2—C3	162.40	(0.09)
C1—C2—C3—C4	30.66	(0.08)
C1—C2—C3—C7	-83.00	(0.09)
C2—C3—C4—O1	-33.44	(0.08)
C2—C3—C4—C5	-150.37	(0.07)
C7—C3—C4—O1	88.85	(0.07)
C7—C3—C4—C5	-28.08	(0.08)
C2—C3—C7—C6	125.72	(0.08)
C2—C3—C7—C8	7.56	(0.11)
C4—C3—C7—C6	14.15	(0.08)
C4—C3—C7—C8	-104.01	(0.08)
O1—C4—C5—C6	-81.11	(0.08)
C3—C4—C5—C6	31.31	(0.09)
C4—C5—C6—C7	-21.72	(0.08)
C4—C5—C6—C10	93.90	(0.08)
C5—C6—C7—C3	4.38	(0.08)
C5—C6—C7—C8	129.98	(0.07)
C10—C6—C7—C3	-118.62	(0.07)
C10—C6—C7—C8	6.98	(0.08)
C5—C6—C10—C9	-147.15	(0.07)
C7—C6—C10—C9	-30.85	(0.08)
C3—C7—C8—C9	137.72	(0.07)
C6—C7—C8—C9	19.04	(0.08)
C7—C8—C9—O3	-156.54	(0.06)
C7—C8—C9—O4	76.36	(0.08)
C7—C8—C9—C10	-38.34	(0.08)
O3—C9—C10—C6	165.00	(0.06)
O4—C9—C10—C6	-74.89	(0.08)
C8—C9—C10—C6	43.12	(0.08)
O3—C11—C12—C13	54.81	(0.09)
O3—C11—C12—C14	-64.75	(0.09)
O3—C11—C12—C15	173.43	(0.07)
C11—C12—C13—O4	-53.42	(0.09)
C14—C12—C13—O4	65.99	(0.09)
C15—C12—C13—O4	-171.48	(0.07)

VII.2.5.

Röntgenstrukturdaten von (\pm) -(3' α ,3' β ,6' α ,7' α)-Octahydro-5,5-dimethylspiro[1,3-dioxane-2,5'(2'*H*)-pentaleno[2,1-b]furan]-2'-one (**630**)



Datensammlung Siemens Smart Diffraktometer, Einzelkristallmessung bei – 138 °C

Formel	$C_{15}H_{22}O_4$
Molekulargewicht	266.34
Kristallfarbe (Kristallgestalt)	farblos, transparent (Platte)
Kristalldimension (mm ³)	0.08 x 0.40 x 0.85
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe (Raumgruppennummer)	P-21/c (Nr. 14)
Dimensionen der Einzelzelle	a = 6.623 (2) Å b = 21.651 (3) Å c = 9.574 (1) Å $\beta = 100.11 (1)^\circ$
Zellvolumen	1351.5 (5) Å ³
Formeleinheiten pro Zelle	4
Dichte (ber.)	1.309 g / cm ³
linearer Absorptionskoeffizient	0.88 cm ⁻¹
Röntgenstrahlung	Mo-K α (0.71073 Å)
Θ -Bereich für Datensammlung	sphärisch
(2 Θ) max.	61.9 °
Auflösung	0.69 Å
Anzahl der gemessenen Reflexe	23210
Anzahl der unabhängigen Reflexe	3959 [R(int) = 0.052]
Genutzte Reflexe mit I > 0	3854
Anzahl der Variablen	260
R-Wert	0.075

R _w -Wert	0.050
GOF (goodness of fit) S	0.92
Restelektronendichte	- 0.24 bis + 0.41 e / Å ³

Wiederholt gemessene Reflexe blieben stabil. Es wurde keine Absorptionskorrektur vorgenommen. Strukturlösung erfolgte mittels direkter Methoden im Programm SHELXS; H-Atome wurden durch Differenz-Fourier Synthese bestimmt und mit isotropischen thermischen Parametern verfeinert. Kohlenstoff- und Sauerstoffatome wurden mit anisotropischen thermischen Parametern verfeinert. Die Struktur wurde verfeinert an F-Werten unter Gewichtung nach:

$$w(F) = \frac{4 \cdot F^2}{\sigma^2 \cdot F^2 + (0.03 \cdot F^2)^2}$$

Berechnungen wurden mit SMART, SHELX und MoIEN Programmsystemen durchgeführt.

Die Ergebnisse dieser Strukturanalyse wurden veröffentlicht ^[611].

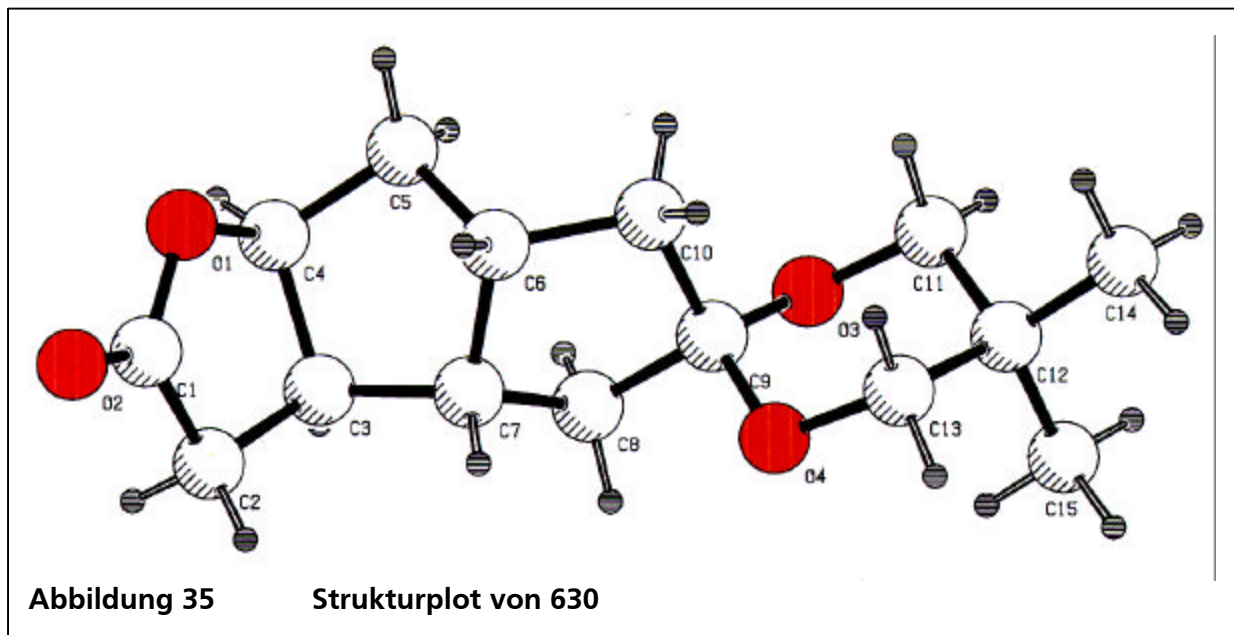


Tabelle 32 Atomkoordinaten (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom	X	Y	Z	B (A ²)
O1	1.1492 (1)	0.34872 (4)	0.62482 (9)	1.87 (2)
O2	0.9706 (2)	0.28271 (5)	0.4732 (1)	2.83 (2)
O3	0.7897 (2)	0.58278 (4)	0.9008 (1)	1.88 (2)
O4	0.5416 (1)	0.54720 (4)	0.71525 (9)	1.65 (2)
C1	0.9857 (2)	0.31217 (6)	0.5816 (1)	1.83 (3)
C2	0.8415 (2)	0.31442 (6)	0.6866 (1)	1.82 (3)
C3	0.9096 (2)	0.37018 (6)	0.7806 (1)	1.47 (2)
C4	1.1328 (2)	0.38044 (6)	0.7584 (1)	1.70 (2)
C5	1.1581 (2)	0.44863 (6)	0.7369 (2)	1.97 (3)
C6	0.9472 (2)	0.47050 (6)	0.6625 (1)	1.69 (2)
C7	0.7965 (2)	0.43138 (6)	0.7334 (1)	1.36 (2)
C8	0.7533 (2)	0.47395 (6)	0.8534 (1)	1.50 (2)
C9	0.7450 (2)	0.53867 (6)	0.7902 (1)	1.45 (2)
C10	0.9029 (2)	0.53859 (6)	0.6887 (2)	2.44 (3)
C11	0.7720 (2)	0.64496 (6)	0.8464 (2)	1.84 (3)
C12	0.5559 (2)	0.65828 (6)	0.7679 (1)	1.49 (2)
C13	0.5048 (2)	0.60796 (6)	0.6558 (1)	1.84 (3)
C14	0.5557 (2)	0.72111 (6)	0.6956 (2)	1.94 (3)
C15	0.4023 (2)	0.65675 (7)	0.8701 (2)	2.39 (3)
H2B	0.860 (2)	0.2760 (6)	0.741 (1)	2.4 (3) *
H2A	0.699 (2)	0.3162 (7)	0.639 (1)	2.2 (3) *
H3	0.904 (2)	0.3607 (6)	0.880 (1)	2.1 (3) *
H4	1.242 (2)	0.3616 (6)	0.832 (1)	2.0 (3) *
H5A	1.269 (2)	0.4581 (7)	0.686 (2)	2.7 (3) *
H5B	1.196 (2)	0.4689 (7)	0.830 (2)	2.9 (3) *
H6	0.925 (2)	0.4600 (6)	0.556 (1)	1.5 (3) *
H7	0.668 (2)	0.4233 (6)	0.670 (1)	1.4 (3) *
H8B	0.625 (2)	0.4646 (6)	0.888 (1)	1.6 (3) *
H8A	0.871 (2)	0.4716 (6)	0.937 (1)	2.1 (3) *
H10A	0.844 (3)	0.5607 (7)	0.600 (2)	3.6 (4) *
H10B	1.028 (3)	0.5595 (8)	0.733 (2)	4.7 (4) *
H11B	0.877 (2)	0.6524 (6)	0.783 (1)	1.9 (3) *
H11A	0.813 (2)	0.6712 (7)	0.930 (1)	2.2 (3) *
H13B	0.589 (2)	0.6145 (7)	0.577 (1)	2.4 (3) *
H13A	0.356 (2)	0.6085 (7)	0.614 (1)	2.5 (3) *
H14A	0.417 (3)	0.7309 (7)	0.639 (2)	3.6 (4) *
H14B	0.595 (2)	0.7543 (6)	0.766 (1)	2.4 (3) *
H14C	0.663 (2)	0.7214 (6)	0.635 (1)	2.3 (3) *
H15A	0.259 (2)	0.6665 (7)	0.818 (2)	3.3 (4) *
H15C	0.439 (3)	0.6897 (8)	0.948 (2)	3.8 (4) *
H15B	0.401 (2)	0.6157 (7)	0.913 (1)	2.4 (3) *

Starre Atome wurden isotropisch verfeinert.

Anisotropisch verfeinerte Atome sind angegeben in der Form der isotropisch äquivalenten Ersatzparameter, die definiert sind als:

$$\frac{4}{3} \left[a^2 \times B(1,1) + b^2 \times B(2,2) + c^2 \times B(3,3) + ab(\cos \gamma) \times B(1,2) + ac(\cos \beta) \times B(1,3) + bc(\cos \alpha) \times B(2,3) \right]$$

Tabelle 33 anisotropische Ersatzparameter (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ¹²	U ¹³	U ²³
O1	0.0248 (5)	0.0221 (4)	0.0258 (4)	0.0018 (4)	0.0093 (4)	-0.0019 (4)
O2	0.0411 (6)	0.0361 (6)	0.0301 (5)	0.0020 (5)	0.0059 (5)	-0.0128 (5)
O3	0.0298 (5)	0.0150 (4)	0.0235 (5)	0.0019 (4)	-0.0040 (4)	-0.0023 (4)
O4	0.0236 (4)	0.0158 (4)	0.0216 (4)	-0.0026 (4)	-0.0011 (4)	0.0009 (4)
C1	0.0276 (7)	0.0160 (6)	0.0251 (6)	0.0038 (5)	0.0022 (6)	0.0005 (5)
C2	0.0281 (7)	0.0160 (6)	0.0251 (6)	-0.0018 (5)	0.0053 (5)	0.0002 (5)
C3	0.0230 (6)	0.0158 (5)	0.0170 (6)	-0.0002 (5)	0.0034 (5)	0.0015 (5)
C4	0.0197 (6)	0.0221 (6)	0.0222 (6)	0.0017 (5)	0.0017 (5)	-0.0020 (5)
C5	0.0220 (6)	0.0218 (6)	0.0322 (7)	-0.0041 (6)	0.0081 (5)	-0.0034 (6)
C6	0.0240 (6)	0.0170 (6)	0.0257 (6)	0.0004 (5)	0.0115 (5)	0.0014 (5)
C7	0.0200 (6)	0.0148 (5)	0.0171 (6)	-0.0005 (5)	0.0036 (5)	0.0010 (5)
C8	0.0210 (6)	0.0164 (6)	0.0200 (6)	-0.0005 (5)	0.0051 (5)	0.0003 (5)
C9	0.0199 (6)	0.0165 (6)	0.0189 (6)	-0.0009 (5)	0.0038 (5)	-0.0013 (5)
C10	0.0354 (7)	0.0169 (6)	0.0465 (8)	0.0013 (6)	0.0247 (6)	0.0037 (6)
C11	0.0247 (7)	0.0157 (6)	0.0277 (7)	-0.0003 (5)	-0.0005 (6)	-0.0026 (5)
C12	0.0194 (6)	0.0166 (6)	0.0208 (6)	0.0008 (5)	0.0037 (5)	0.0009 (5)
C13	0.0269 (7)	0.0188 (6)	0.0222 (6)	-0.0001 (6)	-0.0012 (6)	0.0030 (5)
C14	0.0254 (7)	0.0182 (6)	0.0305 (7)	-0.0001 (5)	0.0061 (6)	0.0027 (6)
C15	0.0348 (7)	0.0240 (7)	0.0364 (7)	0.0060 (6)	0.0178 (6)	0.0052 (6)

Die anisotropischen Ersatzparameter nehmen als Exponent die Form an (a, b, c sind reziproke Gitterkonstanten):

$$\left[-2\pi^2 \times \{h^2 a^2 * U^{11} + k^2 b^2 * U^{22} + l^2 c^2 * U^{33} + 2hka * b * U^{12} + 2hla * c * U^{13} + 2klb * c * U^{23}\} \right].$$

Tabelle 34 Bindungslängen (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2	Abstand (Å)	Atom1—Atom2	Abstand (Å)
O1—C1	1.346 (2)	C4—C5	1.504 (2)
O1—C4	1.472 (2)	C5—C6	1.527 (2)
O2—C1	1.207 (2)	C6—C7	1.553 (2)
O3—C9	1.418 (2)	C6—C10	1.532 (2)
O3—C11	1.441 (2)	C7—C8	1.538 (2)
O4—C9	1.423 (1)	C8—C9	1.524 (2)
O4—C13	1.437 (2)	C9—C10	1.547 (2)
C1—C2	1.504 (2)	C11—C12	1.523 (2)
C2—C3	1.526 (2)	C12—C13	1.525 (2)
C3—C4	1.546 (2)	C12—C14	1.526 (2)
C3—C7	1.550 (2)	C12—C15	1.531 (2)

Tabelle 35 Bindungswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

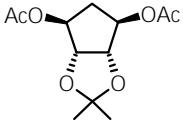
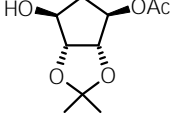
Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)	Atom1—Atom2—Atom3	Winkel (°)
C1—O1—C4	111.3 (1)	C3—C7—C8	116.0 (1)
C9—O3—C11	111.48 (9)	C6—C7—C8	102.6 (1)
C9—O4—C13	113.4 (1)	C7—C8—C9	104.6 (1)
O1—C1—O2	121.0 (1)	O3—C9—O4	110.1 (1)
O1—C1—C2	110.3 (1)	O3—C9—C8	109.5 (1)
O2—C1—C2	128.7 (1)	O3—C9—C10	113.2 (1)
C1—C2—C3	105.2 (1)	O4—C9—C8	106.5 (1)
C2—C3—C4	102.9 (1)	O4—C9—C10	111.6 (1)
C2—C3—C7	115.3 (1)	C8—C9—C10	105.5 (1)
C4—C3—C7	105.2 (1)	C6—C10—C9	105.9 (1)
O1—C4—C3	105.7 (1)	O3—C11—C12	111.4 (1)
O1—C4—C5	108.2 (1)	C11—C12—C13	106.6 (1)
C3—C4—C5	107.0 (1)	C11—C12—C14	108.6 (1)
C4—C5—C6	104.7 (1)	C11—C12—C15	110.6 (1)
C5—C6—C7	103.4 (1)	C13—C12—C14	109.6 (1)
C5—C6—C10	114.1 (1)	C13—C12—C15	110.1 (1)
C7—C6—C10	107.3 (1)	C14—C12—C15	111.2 (1)
C3—C7—C6	106.2 (1)	O4—C13—C12	112.0 (1)

Tabelle 36 Torsionswinkel (Standardabweichung der letzten Stelle in Klammer)

Atom1—Atom2—Atom3—Atom4	Winkel (°)	
C4—O1—C1—O2	179.34	(0.12)
C4—O1—C1—C2	-1.49	(0.14)
C1—O1—C4—C3	-12.04	(0.13)
C1—O1—C4—C5	-126.33	(0.12)
C11—O3—C9—O4	-59.83	(0.13)
C11—O3—C9—C8	-176.65	(0.11)
C11—O3—C9—C10	65.89	(0.14)
C9—O3—C11—C12	60.26	(0.14)
C13—O4—C9—O3	57.80	(0.13)
C13—O4—C9—C8	176.49	(0.10)
C13—O4—C9—C10	-68.83	(0.13)
C9—O4—C13—C12	-55.29	(0.14)
O1—C1—C2—O3	14.54	(0.14)
O2—C1—C2—C3	-166.36	(0.14)
C1—C2—C3—C4	-20.51	(0.13)
C1—C2—C3—C7	93.41	(0.13)
C2—C3—C4—O1	19.87	(0.12)
C2—C3—C4—C5	135.01	(0.11)
C7—C3—C4—O1	-101.18	(0.11)
C7—C3—C4—C5	13.95	(0.13)
C2—C3—C7—C6	-103.39	(0.12)
C2—C3—C7—C8	143.42	(0.12)
C4—C3—C7—C6	9.21	(0.13)
C4—C3—C7—C8	-103.981	(0.12)
O1—C4—C5—C6	81.29	(0.12)
C3—C4—C5—C6	-32.15	(0.13)
C4—C5—C6—C7	37.20	(0.13)
C4—C5—C6—C10	153.35	(0.12)
C5—C6—C7—C3	-28.44	(0.12)
C5—C6—C7—C8	93.73	(0.11)
C10—C6—C7—C3	-149.30	(0.11)
C10—C6—C7—C8	-27.13	(0.13)
C5—C6—C10—C9	-107.17	(0.13)
C7—C6—C10—C9	6.72	(0.14)
C3—C7—C8—C9	152.73	(0.11)
C6—C7—C8—C9	37.48	(0.12)
C7—C8—C9—O3	-156.28	(0.10)
C7—C8—C9—O4	84.64	(0.12)
C7—C8—C9—C10	-34.10	(0.13)
O3—C9—C10—C6	136.52	(0.11)
O4—C9—C10—C6	-98.56	(0.12)
C8—C9—C10—C6	16.74	(0.14)
O3—C11—C12—C13	-54.07	(0.14)
O3—C11—C12—C14	-172.07	(0.10)
O3—C11—C12—C15	65.65	(0.14)
C11—C12—C13—O4	51.38	(0.14)
C14—C12—C13—O4	168.69	(0.11)
C15—C12—C13—O4	-68.68	(0.14)

VII.3.

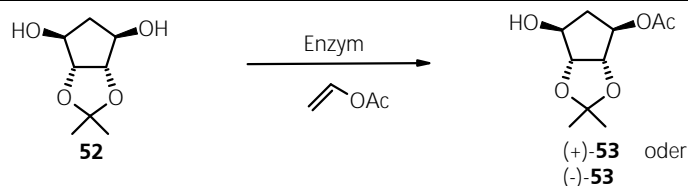
Ergebnisse der enzymatischen und mikrobiologischen Asymmetrisierungen an 54 bzw. 52

Tabelle 37 Stereoselektive enzymatische Verseifung von 54					
<div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>54</p> </div> <div style="margin: 0 20px;"> <p>Enzym →</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(+)-53 oder (-)-53</p> </div> </div>					
Nr.	Enzym	Lieferant		ee	Bemerkungen (Ausbeute)
	EEACE (Electric eel acetyl cholinesterase, E.C. 3.1.1.7.)	Sigma	(+)	98	Literatur [266a,266b] (79 %)
1	PLE (pig liver esterase)	Boehringer Mannheim			physiologische Kochsalzlösung 50 µl kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h).
2	Lipase, Sclerotina	Nagase Biochemicals		n. b.*	etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) etwas Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
3	Lipase, Saiken	Nagase Biochemicals			kaum Umsatz zu Monoacetat (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
4	Lipase, Weizenkeimlingen	Fluka			Umsatz zu Monoacetat und Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
5	Subtilisin, Bacillus licheniformis	Calbiochem.			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
6	Lipase, 2B 4S	Nagase Biochemicals			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
7	Lipase, 2A 100	Nagase Biochemicals			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
8	Lipase, PL	Meito Sangyo			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
9	α-Chymotrypsin USP XX, Rinderpankreas	Ch. Pharm. Co.			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
11	α-Chymotrypsin A4, Rinderpankreas	Boehringer-Mannheim			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
12	α-Chymotrypsin	Seppim			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
13	Acyclase 1b, Schweineniere	Sigma			etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
14	Urease	Sigma			etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
15	Uricase, Schweineleber	Sigma			etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) etwas Umsatz zu Monoacetat (72 h)
16	Lipase	Roehm			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
17	Lipase, Porcine pankreas, Typ II	Sigma			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)

Fortsetzung Tabelle 37					
18	Cholesterinesterase, Schweinepankreas	Fluka			Umsatz zu Monoacetat und Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
19	Lipase, Pseudomonas fluorescens	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
20	Pronase E, Streptomyces griseus	Merck			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
21	Cholesterinesterase, Schweinepankreas	Biozyme			Umsatz zu wenig Monoacetat und viel Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
22	Cholesterinesterase, mikrobiologisch	Serva			Umsatz zu Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
23	Lipase, Porcine Pancreatic	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
24	Lipase, Pseudomonas fluorescens	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
25	Lipase, Rhizopus sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
26	Lipase, Rhizopus delemar.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
27	Lipase, Rhizopus sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
28	Lipase, Rhizopus sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
29	Lipase, Candida cyclindracea	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
30	Lipase, Candida sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
31	Lipase, Mucor sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
32	Lipase, Mucor sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
33	Lipase, Aspergillus sp.	Enzymatix			hoher Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
34	Lipase, Aspergillus usami.	Enzymatix			wenig Umsatz zu Monoacetat (24 h) deutlich Umsatz zu Monoacetat (72 h)
35	Lipase, Penicillium sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
36	Lipase, Penicillium sp.	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
37	Lipase, Humicola lanuginose	Enzymatix			kaum Umsatz zu Monoacetat (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
38	Lipase, Geotrichum candidum	Enzymatix			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
39	Lipase, Aspergillus oryzae	Serva			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
40	Lipase, AP 6	Amano			Umsatz zu Monoacetat und wenig Diol (24 h) Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
41	Lipase, PS (Pseudomonas cepacia)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
42	Cholesterinesterase	Diagnostic Ch.			Umsatz zu Monoacetat und Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)

Fortsetzung Tabelle 37					
43	Lipase, <i>Candida cylindracea</i>	Biocatalysts			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
44	Lipase, <i>Pseudomonas fluorescens</i> (immob. Eupergit)	Roehm			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
45	Lipase, Schweinepankreas	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
46	Cholesterinesterase (immob. KG)	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
47	Lipase (immob. Eupergit)	Roehm			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
48	SP 524 <i>Mucor miehei</i> (Lipozyme IM 60)	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
49	SP 435 <i>Candida antarctica</i> B LCC 0013-2	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
50	SP 435 <i>Candida antarctica</i> (immob.) LCC 0013-1	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
51	SP 535 <i>Termomyces</i> PPW 3942	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
52	SP 524 PPW 3976	Novo			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
53	SP 525 Lipase, <i>Candida antarctica</i> B	Novo			kaum Umsatz zu Monoacetat (24 h) kaum Umsatz zu Monoacetat (72 h)
54	SP 526 Lipase, <i>Candida antarctica</i> A	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
55	SP 539 PPA 4080	Novo			kaum Umsatz zu Monoacetat (24 h) etwas Umsatz zu Monoacetat (72 h)
56	Lipase, <i>Candida cylindracea</i>	Fluka		n. b.*	etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat und etwas Diol (72 h)
57	Lipase, <i>Rhizopus arrhizus</i>	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
58	Lipase Acetone Powder, Horse	Sigma			Umsatz zu Monoacetat und Diol (24 h) Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
59	Lipase Acetone Powder, Porcine	Sigma			etwas Umsatz zu Monoacetat und Diol (24 h) Umsatz zu Monoacetat und Diol (72 h)
60	Lipase, <i>Aspergillus niger</i>	Fluka	(+)	17.6	Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat (72 h)
61	Lipase, <i>Candida lipolytica</i>	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
62	Lipase, <i>Mucor javanicus</i>	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
63	Lipase, <i>Penicillium roqueforti</i>	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
64	Lipase, <i>Rhizopus niveus</i>	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
65	Lipase A, ("Amano 6")	Amano			Umsatz zu Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
66	Lipase F - AP 15	Amano			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Diol(72 h)
67	Lipase AY, ("Amano 30")	Amano			kaum Umsatz zu Diol (24 h) etwas Umsatz zu Diol (72 h)
68	Lipase, <i>Candida cylindracea</i>	Sigma			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)

Fortsetzung Tabelle 37					
69	L-1	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
70	L-2	Boehringer Mannheim			kaum Umsatz zu Diol (24 h) etwas Umsatz zu Diol (72 h)
71	L-3	Boehringer Mannheim			etwas Umsatz zu Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
72	L-5	Boehringer Mannheim			
72	L-6	Boehringer Mannheim			kaum Umsatz zu Diol (24 h) kaum Umsatz zu Diol (72 h)
74	L-7	Boehringer Mannheim			kaum Umsatz zu Diol (24 h) kaum Umsatz zu Diol (72 h)
75	L-8	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
76	E-1	Boehringer Mannheim			
77	Lipase, M10, Mucor javanicus	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
78	Lipase, N, Rizopus niveus	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
79	Lipase, G50, Penicillium camemberti	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
80	Lipase, R, Penicillium roqueforti	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
81	Lipase AK, Pseudomonas fluorescens	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
82	Lipase, PGE, Kalb (pre-gestric esterase)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
83	Lipase, PS (immob. diatomite)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
84	Lipase, PS (immob. Toyonite-200-P)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
85	Pancreatin, PPL	Amano			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
86	Lipase - QI, Alcaligenes sp.	Meito Sangyo			kaum Umsatz (24 h) kaum Umsatz (72 h)
87	Schweineleberesterase (immob. Eupergit)	Dr. Hummel, Schering AG			kein Umsatz (24 h) kaum Umsatz zu Diol (72 h)
88	Schweineleberesterase	Sigma			Umsatz zu Diol (24 h) Umsatz zu Diol (72 h)
* n. b. = ee nicht bestimmt					

Tabelle 38 Stereospezifische enzymatische Acetylübertragung an 52 mit Vinylacetat

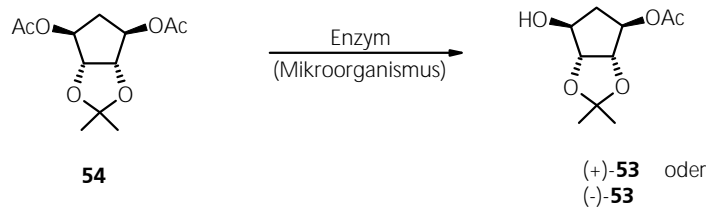
Nr.	Enzym	Lieferant		ee	Bemerkungen
1	PLE (pig liver esterase)	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
2	Subtilisin, Bacillus licheniformis	Calbiochem.			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
3	Lipase, Porcine pankreas, Typ II	Sigma			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
4	Cholesterinesterase, Schweinepankreas	Biozyme			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
5	Lipase, AP 6	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
6	Lipase, PS (Pseudomonas cepacia)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
7	Lipase, Candida cylindracea	Biocatalysts			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
8	Cholesterinesterase (immob. KG)	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
9	Lipase (immob. Eupergit)	Roehm			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
10	SP 524 Mucor miehei (Lipozyme IM 60)	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
11	SP 435 Candida antarctica B, LCC 0013-2	Novo		n. b.*	ca. 50 % Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat (72 h)
12	SP 435 Candida antarctica (immob.), LCC 0013-1	Novo		n. b.*	kaum Umsatz zu Monoacetat (24 h) deutl. Umsatz zu Monoacetat (72 h)
13	SP 535 Termomyces PPW 3942	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
14	SP 524 PPW 3976	Novo			kein Umsatz (24 h) etwas Umsatz zu Diacetat (72 h)
15	SP 525 Lipase, Candida antarctica B	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
16	SP 526 Lipase, Candida antarctica A	Novo			Umsatz zu wenig Monoacetat und viel Diacetat (24 h)
17	SP 539 PPA 4080	Novo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
18	Lipase, Candida cylindracea	Fluka		n. b.*	kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
19	Lipase, Rhizopus arrhizus	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
20	Lipase Acetone Powder, Horse	Sigma			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)

Fortsetzung Tabelle 38					
21	Lipase Acetone Powder, Porcine	Sigma			kein Umsatz (24 h) etwas Umsatz zu Monoacetat (72 h)
22	Lipase, Aspergillus niger	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
23	Lipase, Candida lipolytica	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
24	Lipase, Mucor javanicus	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
25	Lipase, Penicillium roqueforti	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
26	Lipase, Rhizopus niveus	Fluka			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
27	Lipase A, ("Amano 6")	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
28	Lipase F - AP 15	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
29	Lipase AY, ("Amano 30")	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
30	Lipase, Candida cylindracea	Sigma			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
31	L-1	Boehringer Mannheim	(-)	92.6	etwas Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat (72 h)
32	L-2	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
33	L-3	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
34	L-4	Boehringer Mannheim		n. b.*	deutl. Umsatz zu Monoacetat (24 h) Umsatz zu Monoacetat (72 h)
35	L-5	Boehringer Mannheim		n. b.*	Umsatz zu Monoacetat (24 h)
36	L-6	Boehringer Mannheim		n. b.*	Umsatz zu Monoacetat (24 h)
37	L-7	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
38	L-8	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
39	E-1	Boehringer Mannheim			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
40	Lipase, M10, Mucor javanicus	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
41	Lipase, N, Rhizopus niveus	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
42	Lipase, G50, Penicillium camemberti	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
43	Lipase, R, Penicillium roqueforti	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
44	Lipase AK, Pseudomonas fluorescens	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
45	Lipase, PGE, Kalb (pre-gastric esterase)	Amano			etwas Umsatz zu Diacetat (24 h) etwas Umsatz zu Diacetat (72 h)

Fortsetzung Tabelle 38

46	Lipase, PS (immob. diatomite)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
47	Lipase, PS (immob. Toyonite-200-P)	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
48	Pancreatin, PPL	Amano			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
49	Lipase - OI, Alcaligenes sp.	Meito Sangyo			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
50	Schweineleberesterase (immob. Eupergit)	Dr. Hummel, Schering AG			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)
51	Schweineleberesterase	Sigma			kein Umsatz (24 h) kein Umsatz (72 h)

* n. b. = ee nicht bestimmt

Tabelle 39 Mikrobiologische Verseifung von 54 mit Lipase-produzierenden Stämmen

Nr.	Mikroorganismus	Sammlungsnummer (Schering AG)	ee	Bemerkungen
1	Fusarium culmorum	4722		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
2	Fusarium culmorum	4723		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
3	Aspergillus flavus	4724		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
4	Aspergillus foetidus	4725		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
5	Aspergillus oryzae	4726		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
6	Beauveria bassina	4727		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
7	Beauveria bassina	4728		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
8	Beauveria nivea	4729		kein Monoacetat (24 h und 72 h)
9	Basidiobolus meristosporus	4730		kein Monoacetat (24 h und 72 h)

Tabelle 40 Mikrobiologische Verseifung von 54 mit verschiedenen Stämmen					
<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>54</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>Mikroorganismus</p> <p>→</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>(+)-53 oder (-)-53</p> </div> </div>					
Nr.	Mikroorganismus	Stamm- nummer		ee	Bemerkungen
1	<i>Trichoderma coningii</i>	ATCC 62388			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
2	<i>Botryodiplodia excelsa</i>	CSB 10364			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
3	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 16457			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
4	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 22064			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
5	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 26282			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
6	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 42646			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
7	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 46343			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
8	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 46344			Umsatz (Diol) (48 h) Umsatz (Diol) (96 h)
9	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 46345			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
10	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 46346			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
11	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 46417			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
12	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 62622			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
13	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 62623			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
14	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 62624			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
15	<i>Rhizomucor miehei</i>	ATCC 26912			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
16	<i>Rhizomucor miehei</i> , var. <i>minor</i>	ATCC 36018			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
17	<i>Mortierella isabelli</i>	ATCC 42613			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
18	<i>Penicillium aurantiogriseum</i>	ATCC 34613			Umsatz (etwas Diol) (48 h) Umsatz (etwas Diol) (96 h)
19	<i>Penicillium caseicolum</i>	ATCC 24936			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
20	<i>Rhizopus oligosporus</i>	ATCC 22959			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
21	<i>Rhizopus oryzae</i>	ATCC 34612			etwas Umsatz (Monoacetat) (48 h) Umsatz (wenig Monoacetat) (96 h)
22	<i>Geotrichum candidum</i>	ATCC 34614			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)

Fortsetzung Tabelle 40

23	Geotrichum candidum	ATCC 66592			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
24	Geotrichum klebahnii	ATCC 20001			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
25	Metarrhizium anisopliae	ATCC 26852			Umsatz (Diol) (48 h) Umsatz (Diol) (96 h)
26	Verticillium lecanii	ATCC 26854			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
27	Pseudomonas fragi	ATCC 4973			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
28	Pseudomonas fragi	ATCC 27362			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)
29	Pseudomonas fragi	ATCC 27363			kein Umsatz (kein Monoacetat) (48 h) kein Umsatz (kein Monoacetat) (96 h)

Der Hinweis "kein Umsatz (kein Monoacetat)" bedeutet, daß im DC Substrat nachweisbar war, aber weder Monoacetat noch Diol gebildet wurden.

Der Hinweis "Umsatz (Diol)" bedeutet, daß im DC kein Substrat, dafür aber nur das Diol erkennbar war.

Der Hinweis "Umsatz (Monoacetat)" bedeutet, daß im DC kein Substrat, aber etwas Monoacetat erkennbar war.

