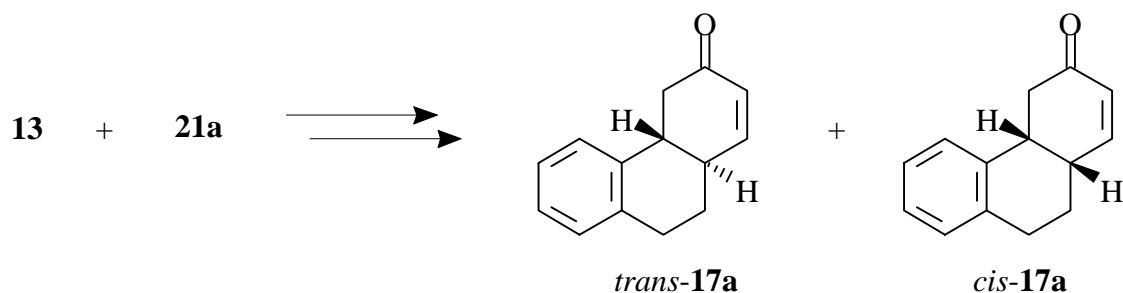


3. Sequentielle Transformationen von α,β -ungesättigten Ketonen mit substituierten 3-Buten-1-olen

Allgemeine Arbeitsvorschrift: Ein Gemisch aus 1.00 mmol Keton, 2.50 mmol Butenol, 1.0 g (8.0 mmol) Hünig-Base, 42 mg (1.0 mmol) LiCl, 11.2 mg (5.00 Mol-%) Palladiumacetat und 10 ml DMF wird unter N_2 in einem verschlossenen Reaktionsgefäß 3 d bei 80 °C umgesetzt. Nach Zugabe von 50 ml Wasser extrahiert man dreimal mit 20 ml MTBE und wäscht die vereinigten Extrakte mit 50 ml Wasser. Die Waschlösung wird mit 10 ml Essigsäureethylester rückextrahiert und die organischen Phasen über Kieselgel filtriert. Das eingeeengte Reaktionsgemisch konzentriert man 1 h bei 50 °C/0.5 mbar im Kugelrohrföfen. Zur Dehydratisierung wird der in 10 ml Chloroform gelöste Rückstand unter Zusatz von 0.1 g konz. Salzsäure 4 h bei 40 °C im Ultraschallbad behandelt. Nach Zugabe von 1 g $NaHCO_3$ zur Neutralisation wird über Kieselgel filtriert und das Produktgemisch durch Flash-Chromatographie gereinigt.

3.1. Reaktion von *E*-4-(2-Bromphenyl)-3-buten-2-on (**13**) mit 3-Buten-1-ol (**21a**)



Ein Gemisch aus 225 mg (1.00 mmol) Keton **13**, 180 mg (2.50 mmol) Butenol **21a**, 1.0 g (8.0 mmol) Hünig-Base, 42 mg (1.0 mmol) LiCl, 11.2 mg (5.00 Mol-%) Palladiumacetat und 10 ml wasserfreiem DMF wird unter N_2 in einem verschlossenen Reaktionsgefäß 3 d bei 80 °C entsprechend der Arbeitsvorschrift 3. umgesetzt und das eingeeengte Reaktionsgemisch 1 h bei 50 °C/0.5 mbar im Kugelrohrföfen konzentriert. DC (Kieselgel, Petrolether/Essigsäureethylester 2:1): $R_f = 0.87, 0.84, 0.72, 0.66, 0.21$ (**42**), 0.18, 0.00. Das Reaktionsgemisch wird auf drei unterschiedlichen Wegen weiterverarbeitet (siehe 3.1.1. bis 3.1.3.):

MS (70 eV; 125 °C); m/z (%): 216 (12) [M⁺], 199 (15), 198 (100) [M⁺-H₂O], 170 (20), 156 (51), 155 (19), 143 (12), 142 (33), 141 (61), 130 (22), 129 (42), 128 (40), 115 (31), 91 (14).

3.1.2. Reaktion mit konz. Salzsäure in Chloroform im Ultraschallbad

Der nach dem Konzentrieren im Kugelrohrföfen verbleibende Rückstand wird in 10 ml Chloroform gelöst und unter Zusatz von 0.1 g (1 mmol) Salzsäure gemäß der Arbeitsvorschrift 3. bei 40 °C 4 h im Ultraschallbad behandelt. DC (Kieselgel, Petrolether/MTBE 2:1): $R_f = 0.93, 0.57, 0.53$ (**17a**), 0.32, 0.07, 0.00. Durch Flash-Chromatographie (Kieselgel, Petrolether/MTBE 4:1) erhält man 111 mg (56 %) **17a** im *cis/trans*-Verhältnis 1:4. Fraktionierende Kristallisation (Petrolether/MTBE 10:1) liefert (*4aR**, *10aR**)-4a,9,10,10a-Tetrahydro-phenanthren-3(4*H*)-on (*trans*-**17a**) diastereoisomerenrein als farblosen Feststoff mit Schmp. 52 °C.

C₁₄H₁₄O (198.26 g/mol):	Ber.: C 84.81	H 7.12
	Gef.: C 84.76	H 7.12

IR (Film): $\tilde{\nu} = 3029$ cm⁻¹ (w), 2926 (m), 1675 (s, CO), 1489 (m), 1451 (w), 1390 (m), 1286 (w), 1249 (m), 1170 (m), 1141 (w), 1090 (w), 1025 (w), 860 (w), 841 (w), 817 (w), 747 (m), 717 (w).

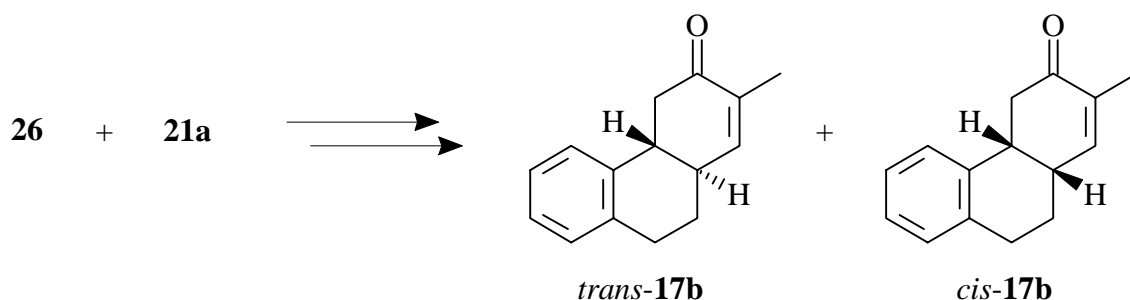
UV/Vis (Acetonitril): λ_{\max} (lg ϵ) = 221 nm (3.90), 258 (2.60, sh), 266 (2.67), 273 (2.63).

¹H-NMR (500.1 MHz, CDCl₃): $\delta = 1.72$ (m, 1H, 10-H_{ax}), 2.19 (m, 1H, 10-H_{eq}), 2.37 (dd, $J = 16.5, 13.8$ Hz, 1H, 4-H_{ax}), 2.46 (m, 1H, 10a-H), 2.99-3.13 (m, 3H, 4a-H, 9-H), 3.24 (dd, $J = 16.4, 3.9$ Hz, 1H, 4-H_{eq}), 6.10 (d, $J = 9.9$ Hz, 1H, 2-H), 6.94 (dd, $J = 9.9, 1.9$ Hz, 1H, 1-H), 7.11-7.20 (m, 4H).

¹³C-NMR (75.5 MHz, CDCl₃): $\delta = 28.32$ (t, C-10), 29.50 (t, C-9), 39.29 (d, C-10a), 41.28 (d, C-4a), 42.52 (t, C-4), 124.65 (d), 126.15 (d), 126.56 (d), 129.31 (d), 129.65 (d, C-2), 135.92 (s), 137.45 (s), 155.23 (d, C-1), 199.49 (s, C-3).

MS (70 eV; 120 °C); *m/z* (%): 199 (18) [$M^{+}+1$], 198 (100) [M^{+}], 183 (13), 180 (11), 170 (14), 169 (10), 156 (15), 155 (19), 154 (15), 153 (11), 143 (15), 142 (26), 141 (54), 129 (27), 128 (42), 117 (15), 116 (11), 115 (34), 104 (11), 91 (15), 81 (67), 53 (20).

3.2. Reaktion von *E*-1-(2-Bromphenyl)-1-penten-3-on (**26**) mit 3-Buten-1-ol (**21a**)



Ein Gemisch aus 239 mg (1.00 mmol) Keton **26**, 180 mg (2.50 mmol) Butenol **21a**, 1.0 g (8.0 mmol) Hünig-Base, 42 mg (1.0 mmol) LiCl, 11.2 mg (5.00 Mol-%) Palladiumacetat in 10 ml wasserfreiem DMF wird gemäß der Arbeitsvorschrift 3. unter N_2 in einem verschlossenen Reaktionsgefäß 3 d bei 80 °C umgesetzt und das Produktgemisch der palladiumkatalysierten Reaktion unter Zusatz von 0.1 g (1 mmol) Salzsäure 4 h bei 40 °C im Ultraschallbad behandelt. DC (Kieselgel, Petrolether/MTBE 1:2): $R_f = 0.80, 0.72, 0.50$ (**17b**), 0.33, 0.10, 0.00. Durch Flash-Chromatographie (Kieselgel, Petrolether/MTBE 4:1) erhält man 153 mg (72 %) **17b** im *cis/trans*-Verhältnis 1:4. Fraktionierende Kristallisation (Petrolether/MTBE 10:1) liefert ($4aR^*, 10aR^*$)-4a,9,10,10a-Tetrahydro-2-methyl-phenanthren-3(4H)-on (*trans*-**17b**) diastereoisomerenrein als farblosen Feststoff mit Schmp. 68 °C.

$C_{15}H_{16}O$ (212.29 g/mol):	Ber.: C 84.87	H 7.60
	Gef.: C 84.70	H 7.54

IR (Film): $\bar{\nu} = 3017$ cm⁻¹ (w), 2923 (m), 2859 (w), 1670 (s, CO), 1490 (w), 1450 (m), 1432 (m), 1363 (w), 1260 (w), 1237 (w), 1099 (w), 1079 (w), 1042 (w), 929 (w), 886 (w), 771 (w), 749 (m), 718 (w).

UV/Vis (Acetonitril): λ_{\max} (lg ϵ) = 220 nm (3.86), 236 (3.86), 265 (2.70, sh), 273 (2.63).

$^1\text{H-NMR}$ (500.1 MHz, CDCl_3): δ = 1.71 (m, 1H, 10- H_{ax}), 1.84 (dd, J = 2.5, 1.5 Hz, 3H, CH_3), 2.15 (m, 1H, 10- H_{eq}), 2.37 (dd, J = 16.5, 13.9 Hz, 1H, 4- H_{ax}), 2.45 (m, 1H, 10a-H), 2.95-3.09 (m, 3H, 4a-H, 9-H), 3.37 (dd, J = 16.5, 3.9 Hz, 1H, 4- H_{eq}), 6.69 ("quint.", " J " = 1.6 Hz, 1H, 1-H), 7.12-7.22 (m, 4H).

$^{13}\text{C-NMR}$ (125.8 MHz, CDCl_3): δ = 15.72 (q, CH_3), 28.61 (t, C-10), 29.52 (t, C-9), 39.48 (d, C-10a), 41.63 (d, C-4a), 42.65 (t, C-4), 124.78 (d), 126.11 (d), 126.49 (d), 129.33 (d), 135.76 (s), 136.02 (s), 137.67 (s), 150.51 (d, C-1), 199.70 (s, C-3).

MS (70 eV; 75 °C); m/z (%): 213 (11) [M^++1], 212 (63) [M^+], 197 (8) [M^+-CH_3], 184 (55), 169 (100), 168 (20), 156 (21), 143 (39), 141 (30), 128 (39), 115 (29), 95 (38), 69 (31), 67 (28), 41 (26).

(4a*R**,10a*S**)-4a,9,10,10a-Tetrahydro-2-methyl-phenanthren-3(4*H*)-on (*cis*-**17b**):

$^1\text{H-NMR}$ (500.1 MHz, CDCl_3)*: Ausgewählte Signale: δ = 1.81 ("t", " J " = 1.4 Hz, 3H, CH_3), 1.91-2.01 (m, 2H, 10-H), 2.61-2.71 (m, 3H, 4-H, 10a-H), 3.45 ("dt", " J " = 12.2, 5.6 Hz, 1H, 4a-H), 6.75 (dq, J = 5.7, 1.4 Hz, 1H, 1-H).

$^{13}\text{C-NMR}$ (75.5 MHz, CDCl_3)*: δ = 15.82 (q, CH_3), 23.55 (t, C-10), 29.61 (t, C-9), 35.69 (d, C-10a), 37.55 (d, C-4a), 43.62 (t, C-4), 126.25 (d), 126.40 (d), 128.68 (d), 129.19 (d), 134.85 (s), 135.52 (s), 138.43 (s), 148.42 (d, C-1), 199.22 (s, C-3).

*^o) Messungen erfolgen im Gemisch mit *trans*-**17b**.

H_{eq}), 3.29 (dd, $J = 14.0, 4.4$ Hz, 1H, 4a-H), 5.99 (dd, $J = 9.9, 0.9$ Hz, 1H, 2-H), 6.91 (d, $J = 9.9$ Hz, 1H, 1-H), 7.11-7.20 (m, 4H).

¹³C-NMR (75.5 MHz, CDCl₃): $\delta = 17.12$ (q, CH₃), 25.74 (t, C-9), 34.56 (t, C-10), 35.27 (s, C-10a), 37.23 (t, C-4), 42.97 (d, C-4a), 124.51 (d), 126.10 (d), 126.40 (d), 127.24 (d, C-2), 128.98 (d), 135.22 (s), 136.76 (s), 160.98 (d, C-1), 199.52 (s, C-3).

MS (70 eV; 60 °C); m/z (%): 213 (16) [M⁺+1], 212 (90) [M⁺], 197 (42) [M⁺-CH₃], 184 (29), 170 (14), 169 (26), 156 (11), 155 (14), 143 (13), 142 (21), 141 (22), 129 (16), 128 (23), 117 (10), 115 (29), 95 (100), 91 (19), 69 (27), 67 (42), 41 (17), 40 (23).

(4a*R**,10a*S**)-4a,9,10,10a-Tetrahydro-10a-methyl-phenanthren-3(4*H*)-on (*cis*-**17c**):

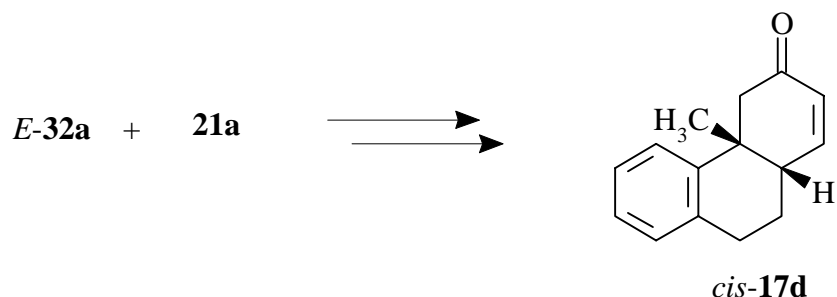
¹H-NMR (500.1 MHz, CDCl₃)*: Ausgewählte Signale: $\delta = 1.16$ (s, 3H, CH₃), 1.67 ("ddd", " $J = 13.5, 3.8, 1.3$ Hz, 1H, 10-H_{eq}), 2.54 (dd, $J = 16.9, 12.7$ Hz, 1H, 4-H_{ax}), 2.66 (ddd, $J = 16.9, 4.8, 0.8$ Hz, 1H, 4-H_{eq}), 5.96 (dd, $J = 10.1, 0.8$ Hz, 1H, 2-H), 6.73 (d, $J = 10.1$ Hz, 1H, 1-H).

¹³C-NMR (125.8 MHz, CDCl₃)*: $\delta = 24.37$ (q, CH₃), 25.79 (t, C-9), 28.58 (t, C-10), 35.04 (s, C-10a), 43.78 (d, C-4a), 44.10 (t, C-4), 126.10 (d), 126.37 (d), 127.02 (d, C-2), 129.15 (d), 129.16 (d), 134.20 (s), 137.85 (s), 159.10 (d, C-1), 199.36 (s, C-3).

*^o) Messungen erfolgen im Gemisch mit *trans*-**17c**.

3.4. Reaktionen der 4-Aryl-3-penten-2-one **32** mit 2-Buten-1-ol (**21a**)

3.4.1. Reaktion mit *E*-4-(2-Bromphenyl)-3-penten-2-on (*E*-**32a**)



Ein Gemisch aus 239 mg (1.00 mmol) Keton *E*-**32a**, 180 mg (2.50 mmol) Butenol **21a**, 1.0 g (8.0 mmol) Hünig-Base, 42 mg (1.0 mmol) LiCl, 11.2 mg (5.00 Mol-%) Palladiumacetat in 10 ml wasserfreiem DMF wird unter N₂ in einem verschlossenen Reaktionsgefäß 5 d bei 80 °C umgesetzt und gemäß der Arbeitsvorschrift 3. aufgearbeitet. Das Produktgemisch der palladiumkatalysierten Reaktion wird sauer isomerisiert: Der nach dem Konzentrieren im Kugelrohrföfen bei 50 °C/0.5 mbar verbleibende Rückstand wird in 10 ml Chloroform gelöst und unter Zusatz von 19 mg (10 Mol-%) pTsOH 2 d unter Rückfluß (Badtemperatur 80 °C) umgesetzt. Nach Zugabe von 100 mg NaHCO₃ zur Neutralisation wird über Kieselgel filtriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert. DC (Kieselgel, Petrolether/MTBE 1:2): *R*_f = 0.88, 0.81, 0.73 (*E*-**32a**, *E*-**32c**), 0.62 (*Z*-**32a**), 0.50 (*cis*-**17d**), 0.35, 0.27, 0.00. Das Produktgemisch wird durch Flash-Chromatographie (Petrolether/MTBE 15:1) aufgetrennt:

1. Fraktion: 97 mg eines Gemisches aus *E*-4-(2-Bromphenyl)-3-penten-2-on (*E*-**32a**) und *E*-4-Phenyl-3-penten-2-on (*E*-**32c**) im Verhältnis 7.5:1.0 (¹H-NMR, Ausb. 37 % bzw. 4 %). *E*-**32c** wird anhand der Absorption des olefinischen Protons bei δ = 6.52 ppm^[58] eindeutig identifiziert.

2. Fraktion: 52 mg (22 %) *Z*-4-(2-Bromphenyl)-3-penten-2-on (*Z*-**32a**), braunes Öl.

C₁₁H₁₁BrO (239.11 g/mol):	Ber.: C 55.25	H 4.64
	Gef.: C 55.05	H 4.60

IR (Film): $\tilde{\nu} = 2970 \text{ cm}^{-1}$ (w), 1688 (s), 1665 (s), 1618 (s), 1587 (w), 1467 (m), 1424 (m), 1370 (w), 1356 (m), 1260 (w), 1179 (m), 1094 (w), 1025 (s), 963 (w), 859 (w), 800 (w), 759 (s), 725 (w), 669 (m), 657 (m).

UV/Vis (Acetonitril): λ_{max} (lg ϵ) = 220 nm (4.20), 249 (3.74, sh).

$^1\text{H-NMR}$ (300.1 MHz, CDCl_3): $\delta = 1.83$ (s, 3H, 1-H), 2.14 (d, $J = 1.5$ Hz, 3H, 5-H), 6.23 ("q", " J " = 1.4 Hz, 1H, 3-H), 7.09 (dd, $J = 7.5, 1.7$ Hz, 1H), 7.18 ("t", " J " = 7.7 Hz, 1H), 7.32 (dd, $J = 7.5, 1.2$ Hz, 1H), 7.58 ("d", " J " = 8.5 Hz, 1H).

$^{13}\text{C-NMR}$ (75.5 MHz, CDCl_3): $\delta = 26.30$ (q, C-5), 29.66 (q, C-1), 120.30 (s, C-2'), 127.51 (d), 128.19 (d), 129.00 (d), 129.16 (d), 132.72 (d), 142.09 (s, C-1'), 151.90 (s, C-4), 197.81 (s, C-2).

MS (70 eV; 120 °C); m/z (%): 240/238 (2.5/2.5) [M^+], 160 (14), 159 (100) [$\text{M}^+\text{-Br}$], 144 (12), 116 (39), 115 (29), 89 (7), 58 (8), 43 (32).

3. Fraktion: 30 mg (14 %) (*4aR**, *10aR**)-4,9,10,10a-Tetrahydro-4a-methyl-phenanthren-3-on (*cis-17d*), farbloses Öl.

$\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}$ (212.29 g/mol):	Ber.:	C 84.87	H 7.60
	Gef.:	C 84.80	H 7.59

IR (Film): $\tilde{\nu} = 3020 \text{ cm}^{-1}$ (w), 2933 (m), 2874 (m), 1676 (s, CO), 1488 (m), 1445 (m), 1386 (m), 1331 (w), 1292 (w), 1250 (w), 1177 (w), 1141 (w), 1092 (w), 1076 (w), 1042 (w), 946 (w), 899 (w), 885 (w), 839 (w), 809 (w), 761 (m), 729 (m).

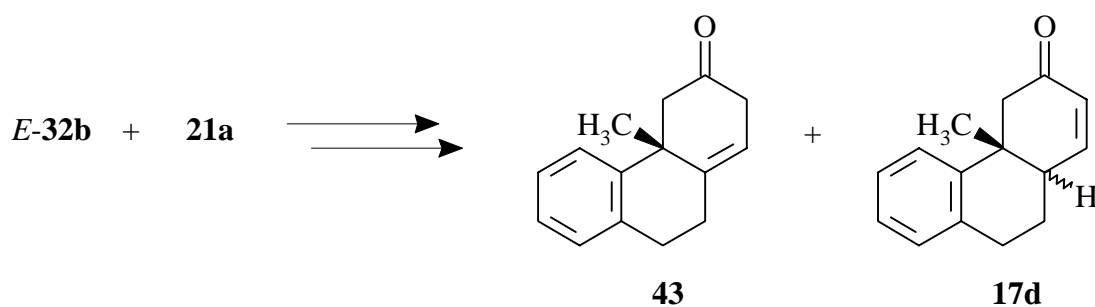
UV/Vis (Acetonitril): λ_{max} (lg ϵ) = 212 nm (4.10), 228 (3.89, sh), 264 (2.84), 272 (2.77).

$^1\text{H-NMR}$ (500.1 MHz, CDCl_3): $\delta = 1.42$ (s, 3H, CH_3), 1.88 (m, 1H, 10- H_{ax}), 2.13 (m, 1H, 10- H_{eq}), 2.57 (d, $J = 16.2$ Hz, 1H, 4- H_{A}), 2.60 (m, 1H, 10a-H), 2.85 (m, 2H, 9-H), 2.88 (d, $J = 16.2$ Hz, 1H, 4- H_{B}), 5.99 (dd, $J = 10.1, 2.0$ Hz, 1H, 2-H), 6.87 (dd, $J = 10.1, 4.0$ Hz, 1H, 1-H), 7.06 (dd, $J = 7.6, 0.9$ Hz, 1H), 7.11 ("t", " J " = 7.3, 1.3 Hz, 1H), 7.18 ("t", " J " = 7.1 Hz, 1H), 7.28 (dd, $J = 7.9, 1.1$ Hz, 1H).

$^{13}\text{C-NMR}$ (125.8 MHz, CDCl_3): $\delta = 24.34$ (t, C-10), 28.81 (t, C-9), 29.45 (q, CH_3), 39.38 (s, C-4a), 43.43 (d, C-10a), 50.05 (t, C-4), 126.13 (d), 126.56 (d), 126.68 (d), 128.99 (d, C-2), 129.17 (d), 134.76 (s), 141.87 (s), 152.36 (d, C-1), 198.89 (s, C-3).

MS (70 eV; 130 °C); *m/z* (%): 213 (14) [$\text{M}^+ + 1$], 212 (86) [M^+], 198 (16), 197 (100) [$\text{M}^+ - \text{CH}_3$], 179 (22), 169 (23), 155 (15), 153 (10), 142 (13), 141 (24), 129 (21), 128 (21), 115 (21), 91 (13), 81 (16).

3.4.2. Reaktion mit *E*-4-(2-Iodphenyl)-3-penten-2-on (*E*-32b)



Ein Gemisch aus 286 mg (1.00 mmol) Keton *E*-32b, 180 mg (2.50 mmol) Butenol 21a, 1.0 g (8.0 mmol) Hünig-Base, 42 mg (1.0 mmol) LiCl, 11.2 mg (5.00 Mol-%) Palladiumacetat in 10 ml wasserfreiem DMF wird gemäß der Arbeitsvorschrift 3. unter N_2 in einem verschlossenen Reaktionsgefäß 3 d bei 80 °C umgesetzt und unter Zusatz von 0.1 g (1 mmol) Salzsäure 4 h bei 40 °C im Ultraschallbad behandelt. DC (Petrolether/MTBE 2:1): $R_f = 0.81$, 0.66 (**43**), 0.57 (*trans*-17d), 0.48 (*cis*-17d), 0.19, 0.00. Das Produktgemisch wird durch Flash-Chromatographie (Petrolether/MTBE 10:1) aufgetrennt:

1. Fraktion: 44 mg (21 %) 2,4,9,10-Tetrahydro-4a-methylphenanthren-3-on (**43**), gelbliches Öl.

$\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}$ (212.29 g/mol): Ber.: 212.1201152
Gef.: 212.120177

IR (Film): $\tilde{\nu}$ = 3055 cm⁻¹ (w), 3018 (m), 2960 (s), 2930 (s), 2843 (m), 1715 (s, CO), 1600 (w), 1487 (w), 1444 (w), 1398 (m), 1377 (m), 1350 (m), 1307 (m), 1242 (m), 1179 (w), 1151 (w), 1076 (w), 1039 (m), 1005 (m), 969 (w), 937 (w), 867 (w), 837 (w), 766 (s), 737 (m), 704 (m), 669 (m).

¹H-NMR (500.1 MHz, CDCl₃): δ = 1.36 (d, J = 0.8 Hz, 3H, CH₃), 2.50 (m, 2H, 10-H), 2.59 ("dd", " J " = 13.8, 0.8 Hz, 1H, 4-H_{ax}), 2.82-3.02 (m, 5H, 2-H, 4-H_{eq}, 9-H), 5.55 (m, 1H, 1-H), 7.10-7.15 (m, 2H), 7.20-7.25 (m, 2H).

¹H-NMR (500.1 MHz, C₆D₆): δ = 1.17 (d, J = 0.8 Hz, 3H, CH₃), 2.07 ("ddd", J = 13.1, 4.8, 2.8 Hz, 1H, 10-H_{eq}), 2.16 (m, 1H, 10-H_{ax}), 2.22 (dd, J = 13.5, 0.8 Hz, 1H, 4-H_{ax}), 2.52 ("ddd", " J " = 21.9, 3.9, 2.2 Hz, 1H, 2-H_A), 2.56-2.65 (m, 3H, 2-H_B, 9-H), 2.78 (d, J = 13.5 Hz, 1H, 4-H_{eq}), 5.04 (m, 1H, 1-H), 6.90-6.92 (m, 2H, 5-H, 8-H), 6.98 ("t", " J " = 7.3 Hz, 1H), 7.02 ("t", " J " = 7.5 Hz, 1H).

¹³C-NMR (75.5 MHz, C₆D₆): δ = 29.36 (q, CH₃), 30.04 (t, C-10), 32.00 (t, C-9), 39.63 (t, C-2), 41.76 (s, C-4a), 53.82 (t, C-4), 116.80 (d, C-1), 126.09 (d), 126.66 (d), 126.99 (d), 129.03 (d), 135.88 (s), 143.66 (s), 143.93 (s), 207.07 (s, C-3).

MS (70 eV; 130 °C); m/z (%): 213 (9) [M⁺+1], 212 (55) [M⁺], 198 (16), 197 (100) [M⁺-CH₃], 170 (31), 169 (71), 155 (21), 154 (14), 153 (14), 152 (10), 141 (28), 128 (19), 115 (15), 91 (10).

2. Fraktion: 10.1 mg (5 %) (4aR*,10aS*)-4,9,10,10a-Tetrahydro-4a-methyl-phenanthren-3-on (*trans*-**17d**).

C₁₅H₁₆O (212.29 g/mol):	Ber.:	C 84.87	H 7.60
	Gef.:	C 84.65	H 7.54

IR (Film): $\tilde{\nu}$ = 3023 cm⁻¹ (w), 2935 (m), 1675 (s, CO), 1487 (m), 1446 (w), 1384 (w), 1324 (w), 1264 (w), 1240 (w), 1167 (w), 1065 (w), 1043 (w), 1027 (w), 882 (w), 801 (w), 759 (m), 721 (w).

UV/Vis (Acetonitril): λ_{\max} (lg ϵ) = 212 nm (4.11), 230 (3.93, sh), 272 (2.80), 334 (2.80).

¹H-NMR (500.1 MHz, CDCl₃): δ = 1.15 (d, J = 1.1 Hz, 3H, CH₃), 1.95 (m, 1H, 10-H_{ax}), 2.04 (m, 1H, 10-H_{eq}), 2.53 ("dq", " J " = 16.1, 1.1 Hz, 4-H_{ax}), 2.82 (m, 1H, 10a-H), 3.02 (m, 2H, 9-H), 3.12 (d, J = 16.1 Hz, 1H, 4-H_{eq}), 6.12 (ddd, J = 9.9, 3.1, 1.1 Hz, 1H, 2-H), 6.78 (dd, J = 9.0, 2.0 Hz, 1H, 1-H), 7.11-7.21 (m, 4H).

¹³C-NMR (75.5 MHz, CDCl₃): δ = 22.82 (q, CH₃), 23.49 (t, C-10), 28.94 (t, C-9), 40.39 (s, C-4a), 42.23 (d, C-10a), 51.17 (t, C-4), 123.97 (d), 126.18 (d), 126.38 (d), 129.31 (d, C-2), 129.69 (d), 134.44 (s), 144.52 (s), 153.31 (d, C-1), 199.41 (s, C-3).

MS (70 eV; 130 °C); m/z (%): 213 (11) [M⁺+1], 212 (63) [M⁺], 198 (15), 197 (100) [M⁺-CH₃], 179 (12), 169 (30), 157 (12), 155 (11), 142 (11), 141 (17), 129 (16), 115 (16), 91 (12), 81 (22).

3. Fraktion: 38 mg (18 %) (*4aR**,*10aR**)-4,9,10,10a-Tetrahydro-4a-methyl-phenanthren-3-on (*cis*-**17d**).