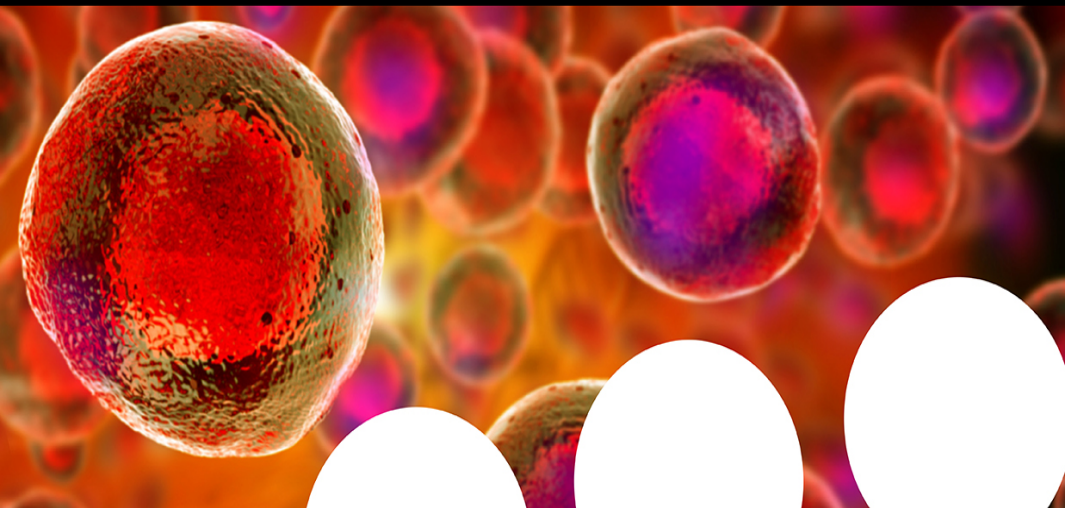


Your research is important and needs to be shared with the world



Benefit from the Chemistry Europe Open Access Advantage

- Articles published open access have higher readership
- Articles are cited more often than comparable subscription-based articles
- All articles freely available to read, download and share.

Submit your paper today.



www.chemistry-europe.org

Cyclisch konjugierte 5- und 7-Ringsysteme, III¹⁾

Synthese und Struktur des α -(6-Fulvenyl)dibenzo[a,e]heptafulvens

Hans Jörg Lindner^{*)}, Klaus Hafner^{*)**)}, Michael Römer und Brigitte von Gross

Institut für Organische Chemie der Technischen Hochschule.

D-6100 Darmstadt, Petersenstraße 15

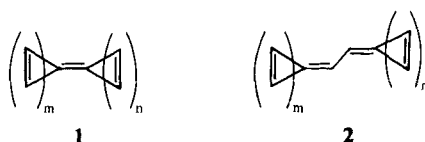
Eingegangen am 28. Mai 1974

Es werden Synthese, physikalische Eigenschaften und Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse der im Titel genannten Verbindung beschrieben. Der Kohlenwasserstoff weist einen bootförmigen 7gliedrigen Ring und deutliche Bindungsalternanz auf.

Cyclic Conjugated 5- and 7-Membered Ring Systems, III¹⁾. — Synthesis and Structure of α -(6-Fulvenyl)dibenzo[a,e]heptafulvene

Synthesis, physical properties, and the results of an X-ray analysis of the title compound are reported. The hydrocarbon has a boat-shaped 7-membered ring and a pronounced alternance of bond lengths.

Für eine Klärung der Zusammenhänge zwischen Struktur, Bindungsverhältnissen und Reaktivität von gekreuzt konjugierten π -Elektronensystemen²⁾ ist ein Studium der Fulvalene **1** und Fulvadiene **2** von besonderem Interesse.



Während in der Reihe der Fulvalene Penta-³⁾ (**1**, $m = n = 2$), Hepta-⁴⁾ (**1**, $m = n = 3$) und Sesquifulvalen⁵⁾ (**1**, $m = 2$, $n = 3$) sowie Calicen⁶⁾ (**1**, $m = 1$, $n = 2$) und deren Derivate bereits bekannt sind, konnten von den entsprechenden Fulvadienen

^{*)} Korrespondenz bitte an diese Autoren richten.

^{**)} Meinem verehrten Lehrer Karl Ziegler in dankbarer Erinnerung.

¹⁾ II. Mitteilung: K. Hafner, G. Schulz und K. Wagner, Liebigs Ann. Chem. **678**, 39 (1964).

²⁾ K. Hafner, Pure Appl. Chem. Suppl. Vol. **2**, 1 (1971).

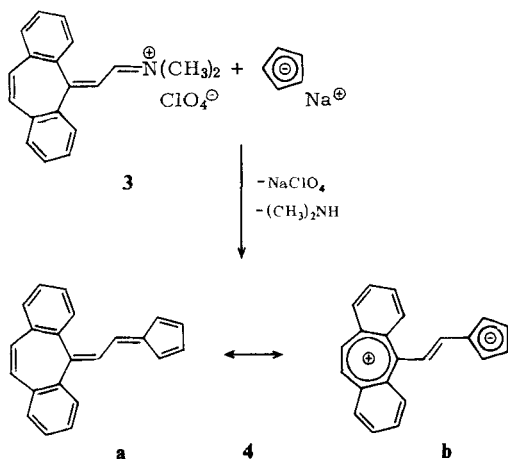
³⁾ W. v. E. Doering in Theoretical Organic Chemistry, The Kekulé Symposium, 1. Aufl., S. 35, Butterworths, London 1959; E. A. Matzner, Dissertation Yale University 1958; W. B. De More, H. O. Prichard und N. Davidson, J. Amer. Chem. Soc. **81**, 5874 (1959); G. L. Bitman, V. G. Aristova, K. K. Popkov und I. I. Skorokhodov, Zh. Org. Khim. **3**, 495 (1967).

⁴⁾ W. v. E. Doering in Theoretical Organic Chemistry, The Kekulé Symposium, 1. Aufl., S. 35, Butterworths, London 1959; W. M. Jones und C. L. Ennis, J. Amer. Chem. Soc. **89**, 3069 (1967); **91**, 6391 (1969).

⁵⁾ H. Prinzbach und H. Sauter, Angew. Chem. **84**, 115 (1972); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **11**, 133 (1972); M. Neuenschwander und W. K. Schenk, Chimia **26**, 194 (1972).

⁶⁾ H. Prinzbach, H. Knöfel und E. Woischnik in Jerusalem Symposium on Quantum Chemistry and Biochemistry, 1. Aufl., Bd. **3**, 269, The Israel Academy of Sciences and Humanities Jerusalem 1971.

bisher nur das Hepta-⁷⁾ (**2**, $m = n = 3$) und das Tetra(benzo)sesquifulvadien⁸⁾ (**2**, $m = 2$, $n = 3$) isoliert und das Pentafulvadien⁹⁾ (**2**, $m = n = 2$) als kurzlebige Zwischenstufe durch Folgeprodukte nachgewiesen werden. Im Verlauf von noch nicht abgeschlossenen Versuchen zur Darstellung des bislang unbekanntem Sesquifulvadiens **2** ($m = 2$, $n = 3$)¹⁰⁾ fanden wir eine einfache Synthese für dessen Dibenzoderivat **4**, über dessen Struktur und Bindungsverhältnisse im folgenden berichtet wird.



Die Darstellung des Dibenzos sesquifulvadiens **4** gelingt leicht durch Kondensation des literaturbekanntem $\langle 2-(5H\text{-Dibenzo}[a,d]\text{cyclohepten-5-yliden})\text{äthyliden}\rangle$ dimethylammonium-perchlorats¹¹⁾ (**3**) mit Natriumcyclopentadienid in Tetrahydrofuran. Dabei fällt das Sesquifulvadienderivat **4** in 95proz. Ausbeute als rote, thermisch beständige Nadeln an. Elementaranalyse und MS- sowie NMR-Spektren bestätigen die Struktur von **4**. Das 60-MHz-¹H-NMR-Spektrum mit Singulets bei $\tau = 3.22$ (2 7-Ring-H) und $\tau = 3.27$ (2 H_{olefin}) und Multipletts zentriert bei $\tau = 2.70$ (8 Benzo-H) und $\tau = 3.74$ (4 5-Ring-H) bietet keinen Hinweis auf eine Beteiligung der dipolaren Resonanzstruktur **4b** am Grundzustand von **4**. Das Elektronenspektrum von **4** weist vier Absorptionsmaxima bei $\lambda(\log \epsilon) = 223$ (4.35), 252 (4.42), 316 (4.42) und 352 nm (4.38) auf und steht nicht in Einklang mit dem nach einer PPP-Rechnung für das ebene Molekül zu erwartenden Spektrum (Abbildung 1).

Wie im Falle des Dibenzo[*a,e*]heptafulvens¹²⁾ mehrfach vermutet und jüngst auch nachgewiesen¹³⁾, kommt offenbar auch dem Kohlenwasserstoff **4** keine planare Struktur zu. Abweichungen von der Ebene sind bei diesem Molekül sowohl durch eine bootförmige Konformation des siebengliedrigen Rings als auch durch eine Verdrehung

⁷⁾ S. Kuroda, M. Oda und Y. Kitahara, *Angew. Chem.* **85**, 93 (1973); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **12**, 76 (1973).

⁸⁾ E. D. Bergmann, H. Weiler-Feilchenfeld und N. Mandel, *Vietnamica Chim. Acta* **1966**, 129 [C. A. **72**, 295 (1970)].

⁹⁾ H. Sauter und H. Prinzbach, *Angew. Chem.* **84**, 297 (1972); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **11**, 296 (1972).

¹⁰⁾ Anmerkung bei der Korrektur: Inzwischen synthetisierten S. Kuroda, M. Oda und Y. Kitahara (*Chem. Lett.* **1974**, 773) das α -(1,2,3,4-Tetrachlorfulven-6-yl)heptafulven.

¹¹⁾ Ch. Jutz, *Chem. Ber.* **97**, 2050 (1964).

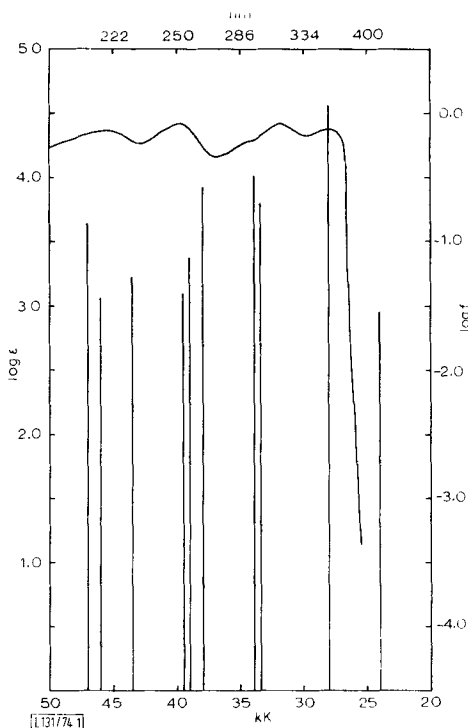


Abbildung 1. UV-Spektrum von **4** gemessen in n-Hexan
Die senkrechten Linien geben Lage und Intensität der berechneten Elektronenübergänge für das nicht ebene Molekül an.

der zentralen Einfachbindung zwischen dem Penta- und Heptafulventeilstück denkbar. Dabei dürfte jedoch letztere sehr viel kleiner als 90° sein, da andernfalls das Elektronenspektrum von **4** einer Superposition der Spektren der beiden fulvenoiden Teilstücke entsprechen sollte. Zur Klärung der Molekülgeometrie von **4** und zur Interpretation dessen UV-Spektrums wurden daher Rechnungen mit einem kombinierten π -SCF-LCAO-MO-Kraftfeldverfahren¹⁴⁾ und eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt.

Ergebnisse der Strukturbestimmung

Eine π -SCF-LCAO-MO-Kraftfeldrechnung zeigt ebenso wie die Röntgenstrukturanalyse von **4**, daß die günstigste Konfiguration der Verbindung durch einen stark bootförmig geknickten Ring und eine geringe Torsion um die zentrale Doppelbindung charakterisiert ist. Nach den Rechnungen sollte eine zweite Konformation mit stark eingeebnem Siebenring und einer Torsion um die zentrale Einfachbindung von etwa 25° nur wenig ungünstiger sein.

12) W. Treibs und H.-J. Klinkhammer, Chem. Ber. **83**, 367 (1950); A. C. Cope und S. W. Fenton, J. Amer. Chem. Soc. **72**, 1673 (1954).

13) W. Tochtermann, Fortschr. Chem. Forsch. **15**, 378 (1970).

14) H. J. Lindner, Tetrahedron **30**, 1127 (1974); Tetrahedron Lett. **1974**, 2179.

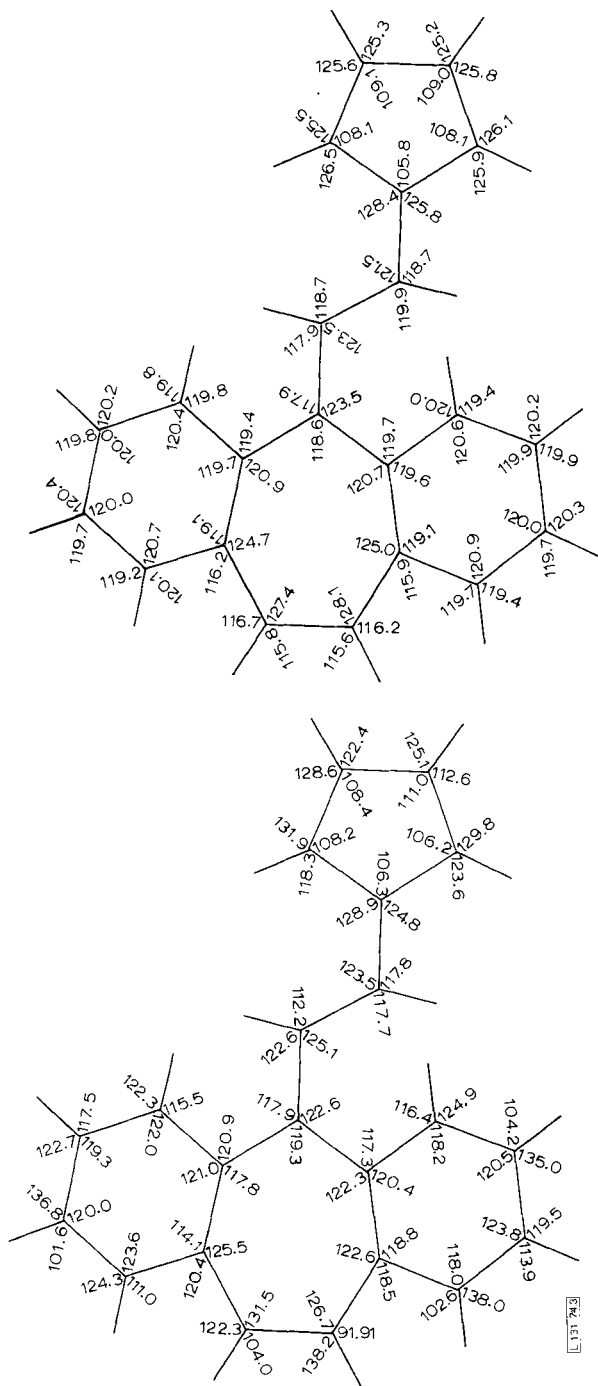


Abbildung 3. Gefundene und berechnete Bindungswinkel von **4** (Standardabweichungen der gemessenen Bindungswinkel:

$$\sigma_{C-C-C} = 0.6^\circ, \sigma_{C-C-H} = 2.5^\circ)$$

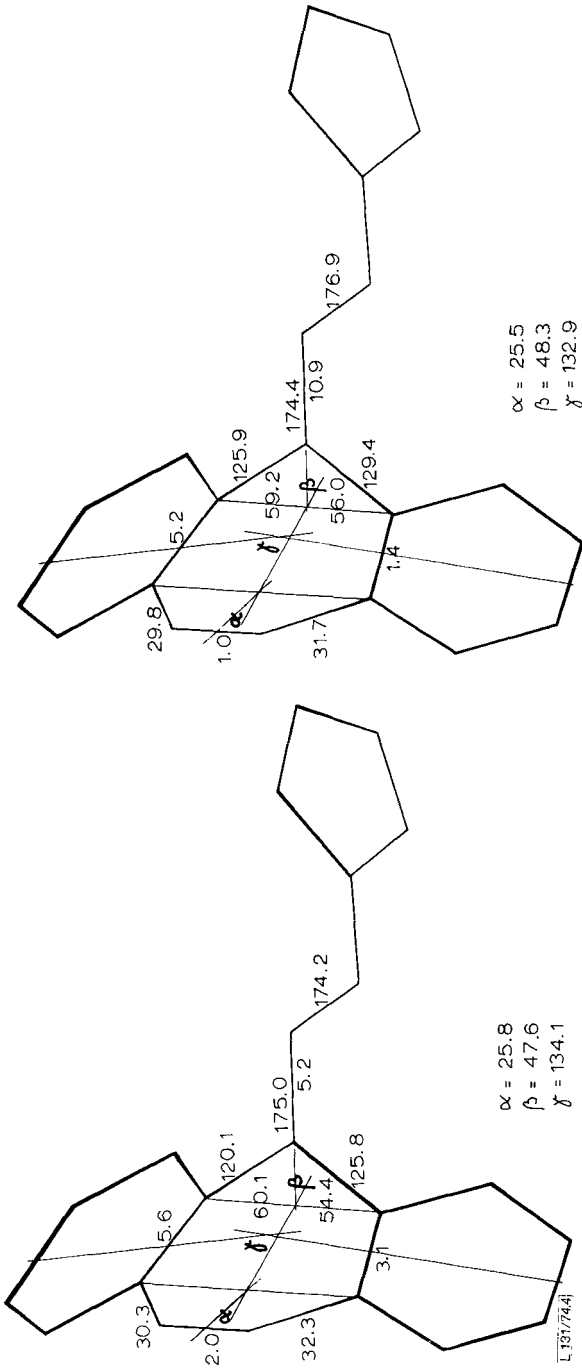
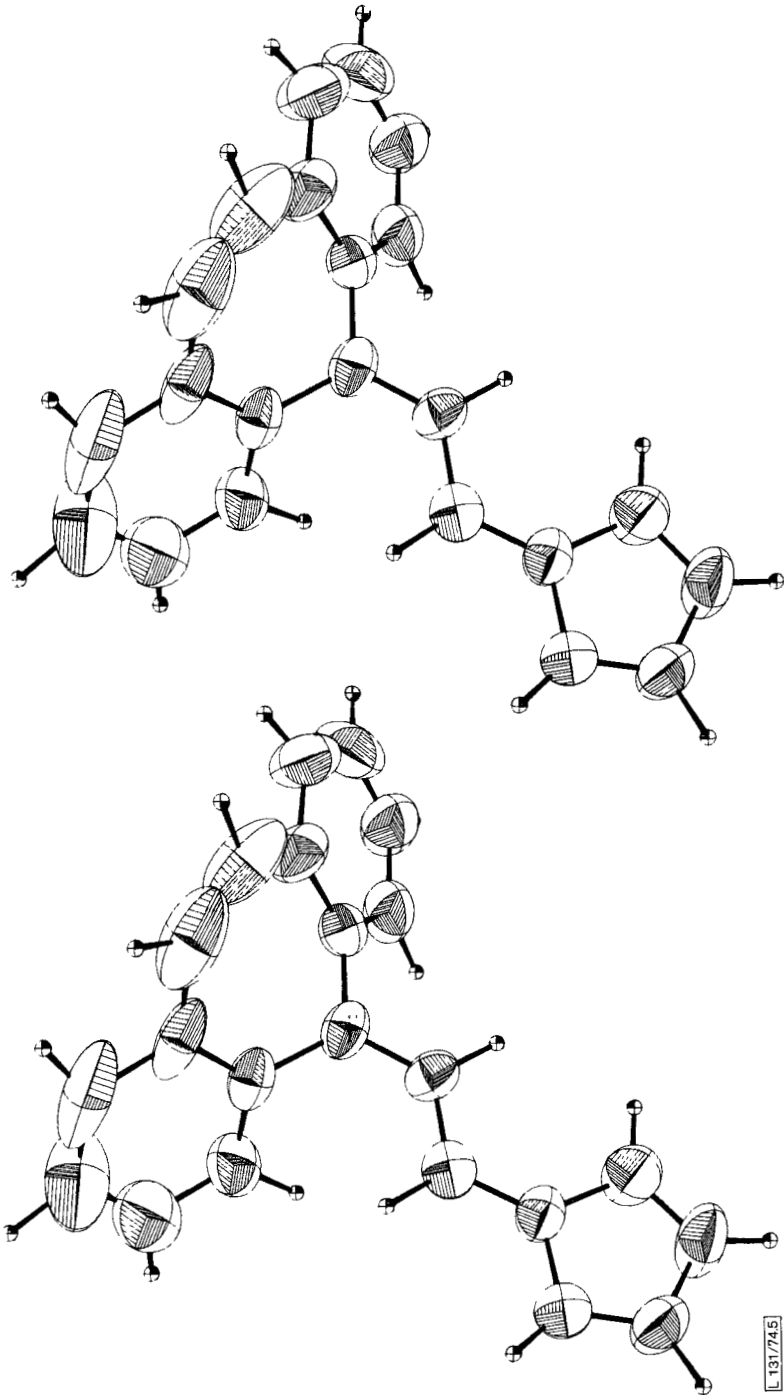


Abbildung 4. Die wichtigsten Torsions- und Strukturwinkel von 4

Abbildung 5. Molekülbild von **4** nach den Daten der Röntgenstrukturanalyse

L131/745

Die charakteristischen Strukturdaten sind in den Abbildungen 2–4 dargestellt; sie erlauben einen Vergleich zwischen Meßwerten und Rechenergebnissen. Abbildung 5 zeigt das Molekül in stereoskopischer Darstellung, die nach den Strukturdaten bei einem R-Faktor von 0,065 mit dem Programm ORTEP¹⁵⁾ angefertigt wurde. In Tabelle 1 sind die wichtigsten Daten der Molekülebenen, die aus den Ergebnissen der Röntgenstrukturanalyse berechnet wurden, zusammengestellt.

Tabelle 1. Molekülebenen, berechnet aus den Daten der Röntgenstrukturanalyse

Ebene	1		2		3
C1	-0.002	C9	0.021	C17	0.001
C2	0.007	C10	-0.021	C18	0.010
C3	-0.008	C11	0.021	C19	-0.005
C4	0.008	C12	-0.018	C20	-0.008
C5	-0.009	C13	0.016	C21	-0.017
C6	0.003	C14	-0.017	C22	-0.013
H1	0.20	H10	0.06	H18	-0.15
H2	-0.10	H11	-0.02	H19	0.11
H3	0.25	H12	0.27	H20	-0.18
H4	0.13	H13	-0.12	H21	-0.02
		C8	0.038	C8	0.058
		C15	-0.015	C16	-0.032
P	9.358		-9.018		3.057
Q	4.121		10.351		17.905
R	7.064		-5.925		-3.362
S	0.828		-2.125		2.791

Diskussion

Bei der Betrachtung des Ergebnisses der Röntgenstrukturanalyse fallen die hohen Temperaturfaktoren im Bereich der Atome C(12)–C(17) im Dibenzoheptafulvenylteil des Moleküls auf, die möglicherweise durch eine starke Knickschwingung in diesem Bereich verursacht sein können. Die Ergebnisse der MO-Kraftfeldrechnungen ständen damit in Einklang. Die Übereinstimmung der durch Strukturanalyse und MO-Kraftfeldrechnung gewonnenen Strukturdaten ist so weitgehend, daß ihre Diskussion gemeinsam erfolgen kann.

Bindungslängen und -winkel zeigen keine Besonderheiten. In dem gesamten Molekül, mit Ausnahme der annelierten Benzoringe, ist eine starke Alternanz der Bindungslängen im Sinne der Kekuléstruktur **4a** zu beobachten. Auffallendstes Merkmal der Molekülgeometrie der untersuchten Verbindungen ist die Bootform des siebengliedrigen Rings, dessen Struktur- und Diederwinkel mit denen dreifach ungesättigter siebengliedriger Ringe in Cycloheptatrien¹⁶⁾ und Azepinderivaten¹⁷⁾ sowie mit dem des Siebenrings im Dibenzo[*a,e*]tropon¹⁸⁾ übereinstimmen (Tabelle 2). Einem möglichen

¹⁵⁾ C. K. Johnson, ORTEP, a FORTRAN Thermal-Ellipsoid Pilot Program for Crystal Structure Illustration, ORNL-3794, National Laboratory Oak Ridge, Tennessee 1965.

¹⁶⁾ E. Davies und A. Tulinsky, J. Amer. Chem. Soc. **78**, 4583 (1966).

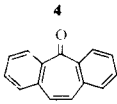
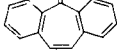
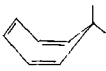
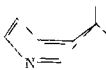
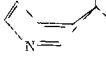


¹⁷⁾ H. J. Lindner und B. v. Gross, Chem. Ber. **105**, 434 (1972).

¹⁸⁾ H. Shimanouchi, T. Hata und Y. Sasada, Tetrahedron Lett. **1968**, 3573.

Energiegewinn durch π -Elektronendelokalisierung im planaren System steht eine so hohe Spannung gegenüber, daß insgesamt die Bootform trotz der Einbuße an π -Elektronendelokalisierung energetisch bevorzugt wird. Hohe Anteile an der Spannung innerhalb des Systems haben die nichtbindenden intramolekularen Abstände H(6) bis H(10) und H(7)–H(21) mit 2.61 bzw. 2.49 Å. Die intermolekularen Abstände liegen im normalen Bereich und lassen keine Schlüsse auf besondere intermolekulare Wechselwirkungen zu.

Mit der gefundenen Struktur steht auch das gemessene UV-Spektrum in Einklang, wie der Vergleich mit den berechneten Elektronenübergängen zeigt (Abbildung 1). Die π -SCF-LCAO-MO-CI-Rechnung¹⁹⁾ wurde mit Standardparametern und der gefundenen Geometrie durchgeführt.

Tabelle 2. Strukturwinkel von siebengliedrigen Ringen

Verbindung	α	β	Lit.
	25.8°	47.6°	
	—	—	18)
	{ 24.4° 40.5°	{ 47.9° 36.5°	{ 16) 20)
	{ 31° 32°	{ 55° 57°	{ 21) 22)
	{ 32° 32°	{ 56° 56°	{ 22) 22)
	22.2°	44.3°	17)
	27.6°	61.6°	23)

Wir danken der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* und dem *Fonds der Chemischen Industrie* für die Förderung dieser Untersuchung.

Experimenteller Teil

Die spektroskopische Untersuchung von **4** wurde mit folgenden Geräten durchgeführt: Beckman-Spektrophotometer DK2A, Perkin-Elmer-IR-Gitter-Spektrophotometer 125, Varian Associates-NMR-Spektrometer A-60 A (TMS als interner Standard), MAT-Massenspektro-

19) U. Müller-Westerhoff, persönliche Mitteilung 1968.

20) S. S. Butcher, J. Chem. Phys. **42**, 1833 (1965).

21) H. J. Lindner und B. v. Gross, Chem. Ber. **106**, 1033 (1973).

22) E. Carstensen-Oeser, Chem. Ber. **105**, 982 (1972).

23) R. Allmann, A. Frankowski und J. Streith, Tetrahedron **28**, 581 (1972).

meter CH4B. — Zur Röntgenstrukturanalyse diente ein automatisches Weissenberg-Diffraktometer STADI 2. Die Rechnungen wurden im Rechenzentrum der Technischen Hochschule Darmstadt und bei der GMD, Bereich Darmstadt durchgeführt.

5-(2-Cyclopentadienylidenäthyliden)-5H-dibenzo[a,d]cyclohepten (α -(6-Fulvenyl)dibenzo[a,e]-heptafulven, 4). — Zu 40 ml einer 0.1 M Lösung (4 mmol) von Natriumcyclopentadienid in absol. Tetrahydrofuran gibt man bei Raumtemp. langsam unter Rühren und Reinst-N₂ 1.44 g (4 mmol) 2-(5H-Dibenzo[a,d]cyclohepten-5-yliden)äthyliden)dimethylammonium-perchlorat¹¹⁾ (3). Nach 2stdg. Reaktion wird die dunkelrote Lösung mit 100 ml H₂O versetzt und anschließend mit ca. 100 ml Äther extrahiert. Die ätherische Phase wäscht man mehrmals mit Wasser und trocknet sie mit geglühtem Na₂SO₄. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels i. Vak. wird der Rückstand an Al₂O₃ (basisch, Aktiv.-Stufe III) mit Petroläther (40–60°C) chromatographiert. Aus dem rotgelben Eluat isoliert man nach Abdestillieren

Tabelle 3. Atomparameter (Die Standardabweichungen der letzten Stellen sind in Klammern angegeben)

Tabelle 3a. Atomkoordinaten

Atom	X	Y	Z
C(1)	0.1371 (3)	0.3714 (3)	0.2812 (6)
C(2)	0.0913 (4)	0.4198 (3)	0.2476 (7)
C(3)	0.0346 (3)	0.3907 (3)	0.1576 (8)
C(4)	0.0456 (3)	0.3249 (3)	0.1316 (7)
C(5)	0.1113 (3)	0.3085 (2)	0.2115 (6)
C(6)	0.1419 (3)	0.2452 (3)	0.2133 (6)
C(7)	0.2086 (3)	0.2315 (3)	0.2844 (6)
C(8)	0.2415 (3)	0.1709 (3)	0.2821 (6)
C(9)	0.2062 (3)	0.1080 (2)	0.2290 (6)
C(10)	0.1426 (3)	0.0913 (3)	0.3040 (6)
C(11)	0.1069 (4)	0.0337 (3)	0.2509 (9)
C(12)	0.1353 (5)	-0.0063 (4)	0.1442 (10)
C(13)	0.1965 (5)	0.0070 (4)	0.0681 (8)
C(14)	0.2352(4)	0.0655 (3)	0.1170 (7)
C(15)	0.3040 (5)	0.0799 (4)	0.0366 (7)
C(16)	0.3568 (4)	0.1116 (4)	0.0981 (8)
C(17)	0.3670 (3)	0.1401 (3)	0.2499 (7)
C(18)	0.4349 (3)	0.1421 (3)	0.3191 (10)
C(19)	0.4484 (4)	0.1670 (4)	0.4685 (11)
C(20)	0.3956 (4)	0.1927 (3)	0.5583 (8)
C(21)	0.3294 (3)	0.1939 (3)	0.4968 (7)
C(22)	0.3139 (3)	0.1671 (3)	0.3489 (6)
H(1)	0.186 (2)	0.373 (2)	0.319 (4)
H(2)	0.090 (2)	0.468 (2)	0.289 (4)
H(3)	0.005 (2)	0.420 (2)	0.086 (4)
H(4)	0.019 (2)	0.292 (2)	0.060 (4)
H(6)	0.118 (2)	0.205 (2)	0.136 (5)
H(7)	0.232 (2)	0.276 (2)	0.336 (5)
H(10)	0.120 (2)	0.131 (2)	0.394 (4)
H(11)	0.063 (2)	0.032 (2)	0.321 (4)
H(12)	0.100 (2)	-0.047 (2)	0.078 (4)
H(13)	0.229 (2)	-0.016 (2)	0.001 (5)
H(15)	0.296 (2)	0.452 (2)	0.460 (5)
H(16)	0.396 (2)	0.100 (2)	0.027 (4)
H(18)	0.466 (2)	0.117 (2)	0.260 (4)
H(19)	-0.005 (2)	0.169 (2)	0.032 (4)
H(20)	0.402 (2)	0.206 (2)	0.685 (4)
H(21)	0.285 (2)	0.212 (2)	0.565 (5)

Tabelle 3b. Temperaturfaktoren in der Form
 $T = \exp [-(\beta_{11}h^2 + \beta_{22}k^2 + \beta_{33}l^2 + 2\beta_{12}hk + 2\beta_{13}hl + 2\beta_{23}kl)]$

Atom	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
C (1)	0.0043 (2)	0.0038 (2)	0.0225 (12)	0.0005 (2)	-0.0026 (5)	-0.0019 (5)
C (2)	0.0064 (3)	0.0028 (2)	0.0302 (14)	0.0012 (2)	-0.0053 (6)	-0.0029 (5)
C (3)	0.0041 (3)	0.0035 (2)	0.0330 (14)	0.0011 (2)	-0.0042 (6)	-0.0016 (5)
C (4)	0.0034 (2)	0.0033 (2)	0.0250 (13)	0.0001 (2)	-0.0017 (5)	0.0000 (5)
C (5)	0.0034 (2)	0.0026 (2)	0.0177 (12)	0.0003 (2)	0.0005 (5)	-0.0002 (4)
C (6)	0.0036 (2)	0.0030 (2)	0.0155 (10)	-0.0001 (2)	0.0010 (4)	-0.0001 (4)
C (7)	0.0030 (2)	0.0031 (2)	0.0171 (10)	0.0005 (2)	0.0008 (4)	-0.0007 (4)
C (8)	0.0038 (2)	0.0025 (1)	0.0150 (10)	0.0006 (2)	0.0016 (4)	-0.0009 (4)
C (9)	0.0045 (2)	0.0023 (2)	0.0119 (9)	0.0008 (2)	-0.0015 (4)	-0.0001 (4)
C (10)	0.0045 (3)	0.0028 (2)	0.0260 (13)	-0.0002 (2)	0.0009 (5)	0.0020 (5)
C (11)	0.0058 (3)	0.0041 (2)	0.0394 (16)	-0.0004 (2)	-0.0034 (6)	0.0043 (6)
C (12)	0.0101 (5)	0.0039 (3)	0.0425 (19)	-0.0007 (3)	0.0134 (8)	-0.0005 (6)
C (13)	0.0122 (6)	0.0038 (3)	0.0289 (16)	0.0040 (3)	-0.0080 (9)	-0.0038 (6)
C (14)	0.0068 (3)	0.0036 (2)	0.0157 (12)	0.0022 (2)	-0.0031 (6)	-0.0016 (4)
C (15)	0.0103 (5)	0.0053 (3)	0.0204 (14)	0.0032 (3)	-0.0016 (8)	-0.0043 (6)
C (16)	0.0078 (4)	0.0070 (4)	0.0214 (15)	0.0036 (3)	0.0051 (7)	-0.0030 (6)
C (17)	0.0039 (2)	0.0036 (2)	0.0235 (13)	0.0008 (2)	0.0045 (5)	0.0011 (5)
C (18)	0.0034 (3)	0.0049 (3)	0.0477 (21)	0.0011 (2)	0.0028 (7)	0.0043 (7)
C (19)	0.0038 (3)	0.0049 (3)	0.0537 (24)	-0.0012 (2)	-0.0008 (7)	0.0052 (7)
C (20)	0.0044 (3)	0.0039 (3)	0.0335 (15)	0.0007 (2)	-0.0034 (6)	-0.0012 (5)
C (21)	0.0045 (2)	0.0031 (2)	0.0242 (12)	0.0001 (2)	-0.0024 (4)	-0.0025 (4)
C (22)	0.0031 (2)	0.0024 (2)	0.0147 (10)	-0.0002 (2)	0.0006 (4)	0.0015 (4)

des Lösungsmittels i. Vak. und Umkristallisieren aus Äthanol 1.06 g (95%) **4** als rote orthorhombische Nadeln, die sich oberhalb 130°C zersetzen. — IR-Spektrum (in CCl₄): 1608 cm⁻¹ (C=C).

C₂₂H₁₆ (280.4) Ber. C 94.25 H 5.75

Gef. C 94.32 H 6.00 Mol.-Masse: 280 (massenspektrometr.)

Röntgenstrukturanalyse von 4: Gitterkonstanten: $a = 19.12 \pm 0.01 \text{ \AA}$, $b = 19.87 \pm 0.01 \text{ \AA}$, $c = 8.34 \pm 0.01 \text{ \AA}$, $V_{EZ} = 3168.5 \text{ \AA}^3$, $Z = 8$, $D_{ber.} = 1.1755 \text{ g/cm}^3$, $D_{beob.} = 1.18 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$, Raumgruppe Pbc_a.

Intensitätsmessung: Die Intensitäten von 2205 Reflexen der Schichten hk0 ... hk6 wurden mit einem automatischen Weissenberg-Diffraktometer, mit Cu_{Kα}-Strahlung ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) gemessen. Zur Strukturaufklärung wurden 1114 Reflexe mit meßbaren Intensitäten ($3\sigma_F < F_{obs}$) verwendet.

Strukturbestimmung: Die Strukturbestimmung erfolgte nach der symbolischen Additions- methode von Karle und Karle²⁴⁾. Die E-Wert-Fouriersynthese mit 145 phasierten E-Werten lieferte ein vollständiges Molekülmodell, das unter Berücksichtigung der Wasserstoffatome und bei Verwendung anisotroper Temperaturfaktoren für die Kohlenstoffatome durch LSQ-Rechnungen²⁵⁾ und Differenz-Fouriersynthesen bis zu einem konventionellen R-Faktor von 0.065 verfeinert wurde. Die Wasserstoffatome erhielten isotrope Temperaturfaktoren $B = 4.0 \text{ \AA}^2$.

Bei allen Berechnungen wurden die Atomformfaktoren aus den Internationalen Tabellen verwendet²⁶⁾. Die gefundenen Parameter sind in Tabelle 3 angegeben.

²⁴⁾ J. Karle und I. L. Karle, Acta Crystallogr. **21**, 849 (1966); G. Germain und M. M. Woolfson, Acta Crystallogr. **B24**, 91 (1968).

²⁵⁾ W. R. Busing, K. O. Martin und H. A. Levy, ORFLS, a FORTRAN Crystallographic Least Squares Program, ORNL-TM-305, National Laboratory Oak Ridge, Tennessee 1962.

²⁶⁾ N. K. Lonsdale, International Tables for X-Ray Crystallography, 1. Aufl., Vol. III, S. 202, Kynoch Press, Birmingham 1962.