

## Die Kristall- und Molekülstruktur des 2,3-Diphenylindols

VON BRIGITTE SCHMELTER, HANS BRADACZEK UND PETER LUGER

Institut für Kristallographie, Freie Universität Berlin, 1 Berlin 33, Takustrasse 6, Deutschland

(Eingegangen am 6. Juli 1972; angenommen am 21. November 1972)

The crystal structure of 2,3-diphenylindole,  $C_{20}NH_{15}$ , was solved by X-ray analysis. The crystals are monoclinic, space group  $P2_1/n$ , with  $a = 10.299$ ,  $b = 17.274$ ,  $c = 8.735$  Å,  $\beta = 110.23^\circ$ . The structure was solved by direct methods. Using X-ray diffractometer data the structure was refined by least-squares to a final  $R$  value of 0.053. The torsion angles between the phenyl groups and the indole system are  $54^\circ$  and  $44^\circ$ .

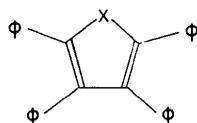
### Einleitung

Von verschiedenen Autoren (Allendoerfer & Pollock, 1973; Grunder, Haink, Kurreck, Richter & Woggon, 1973) wurden in letzter Zeit E.P.R.-Untersuchungen an Pyrrol- und Tetracyclon-Ketyl-Verbindungen durchgeführt. In die Deutung der Spektren gehen die Torsionswinkel der Phenylringe ein, die man über den Anblick eines optimalen Strukturmodells an die Messwerte annähernd bestimmen kann.

Untersucht man die gleichen Substanzen in fester Phase mittels Röntgenstrukturanalyse, so ist nicht von vornherein zu erwarten, dass man zu dem gleichen Strukturmodell kommt, da die energetischen Verhältnisse, die in flüssiger Phase vorliegen, nicht ohne weiteres auf die feste Phase übertragbar sind.

Unsere Kristallstrukturuntersuchungen sollten Aufschluss darüber geben, inwieweit beide Modelle vergleichbar sind. Als weiterer Aspekt sollte im Rahmen unserer Untersuchungsreihe geklärt werden, welchen Einfluss der Ersatz eines oder mehrerer Phenylringe durch andere Substituenten auf die Torsionswinkel der verbleibenden Ringe hervorruft.

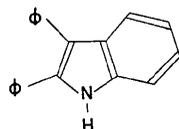
Die Strukturformel der erwähnten Verbindungen lautet



X = C=O: Tetracyclon

X = N-H: Pyrrol

Die vorliegende Untersuchung beschäftigt sich mit der Strukturaufklärung von 2,3-Diphenylindol. Diese Verbindung kann formal durch den Ersatz zweier Phenylgruppen durch einen an den Pyrrolring ankondensierten Sechsring erhalten werden.



### Experimentelles

Farblose, prismenförmige Kristalle von 2,3-Diphenylindol lassen sich leicht aus Petroläther züchten. Anhand

von Drehkristall- und Weissenbergaufnahmen konnten die Raumgruppe ( $P2_1/n$ ) und vorläufige Gitterkonstanten ermittelt werden. Die Präzisionsbestimmung der Gitterkonstanten (s. Tabelle 1) und die Messung der Reflexintensitäten wurde auf einem automatischen Einkristalldiffraktometer (AED-Siemens) durchgeführt. Dabei verwendeten wir einen Kristall der Grösse  $0,2 \times 0,2 \times 0,4$  mm. In einem Bereich  $5^\circ < \theta < 70^\circ$  wurden nach der Fünfwertmethode (Hoppe, 1969) mit Ni-gelilterter Cu-K $\alpha$ -Strahlung 2776 Reflexe vermessen. Davon wurden 252 als unbeobachtet eingestuft, da ihre Intensitäten nicht grösser als die doppelten statistischen Fehler waren.

Tabelle 1. Kristallographische Daten des 2,3-Diphenylindols

Bruttoformel:	$C_{20}NH_{15}$
Dichte:	$\rho_{\text{exp}} = (1,25 \pm 0,04) \text{ g cm}^{-3}$ (Schwebemethode)
	$\rho_x = 1,25 \text{ g cm}^{-3}$
	$Z = 4$
Monoklin, Raumgruppe $P2_1/n$	
Gitterkonstanten:	$a = (10,299 \pm 0,005) \text{ \AA}$ $b = (17,274 \pm 0,006)$ $c = (8,735 \pm 0,004)$ $\beta = (110,23 \pm 0,02)^\circ$
Zellvolumen:	$V = 1460 \text{ \AA}^3$
$F(0,0,0) = 568$	
Linearer Absorptionskoeffizient für Cu K $\alpha$ -Strahlung	$\mu = 5,5 \text{ cm}^{-1}$

### Strukturbestimmung

Unter Benutzung des Programmsystems X-ray 70 (Stewart, Kundell & Baldwin, 1970) wurden an der Rechenanlage IBM 360/67 des Instituts für Informatik der Technischen Universität Berlin alle weiteren Berechnungen durchgeführt. Das Phasenproblem konnte mit direkten Methoden mit Hilfe der X-ray 70 Programme SIGMA 2 und PHASE und des Programms MULTAN (Germain, Main & Woolfson, 1970) gelöst werden. Dabei wurde MULTAN nur zur Bestimmung eines optimalen Reflextripels zur Festlegung des Nullpunkts benutzt (Tabelle 2).

Tabelle 2. Reflexe zur Definition des Nullpunkts

H	K	L	E	Vorzeichen
5	8	3	3,10	+
5	7	4	3,05	+
6	8	3	2,54	+

Allein mit den von *MULTAN* gewählten Nullpunktsreflexen konnten die Vorzeichen der Struktur-faktoren von 345 Reflexen bestimmt werden. Die mit den normierten Struktur-faktoren dieser Reflexe berechnete Fouriersynthese zeigte bis auf die Wasserstoff-lagen bereits das vollständige Molekül.

Isotrope und anschliessend anisotrope Verfeinerungen nach der Methode der kleinsten Quadrate führten zu einem *R*-Wert von 9,7% ( $R = \sum |F_o| - |F_c| / \sum |F_o|$ ). Einer darauffolgenden Differenzsynthese konnten alle Wasserstoffatome entnommen werden. Erneute Verfeinerungen, in die die Wasserstoffatome mit isotropen Temperaturfaktoren einbezogen wurden, konvergierten gegen den endgültigen *R*-Wert von 5,3%. Alle Reflexe wurden gleich bewichtet. Beim letzten Verfeiner-

ungszyklus betrug das durchschnittliche Verhältnis  $\Delta/\sigma$  0,3. Die Atomparameter sind in Tabelle 3 enthalten, die beobachteten und berechneten Struktur-faktoren in Tabelle 4.

### Diskussion der Ergebnisse

Die molekulare Anordnung der Atome lässt sich aus der mit dem Plotterprogramm *ORTEP* (Johnson, 1965) gezeichneten Fig. 1 ersehen. Die Rotationsellipsoide geben die thermische Bewegung der Atome mit einer 50% igen Wahrscheinlichkeit wieder. Um eine anschauliche Darstellung zu ermöglichen, wurden die Temperaturfaktoren der Wasserstoffatome halbiert.

Bindungslängen und -winkel können aus den Fig. 2 und 3 entnommen werden.

Die mittlere Bindungslänge zwischen den Kohlenstoffatomen beträgt im Phenylring I [C(1)–C(6)] 1,388 (15) Å und im Phenylring II [C(9)–C(14)] 1,389 (7) Å. (In Klammern ist die Streuung *s* angegeben, die sich aus den Abweichungen  $v_i = x_i - \bar{x}$  der einzelnen Bindungslänge  $x_i$  vom Mittelwert  $\bar{x}$  nach  $s = \sqrt{\sum v_i^2 / (n-1)}$  berechnen lässt.) Die Mittelwerte liegen etwas niedriger

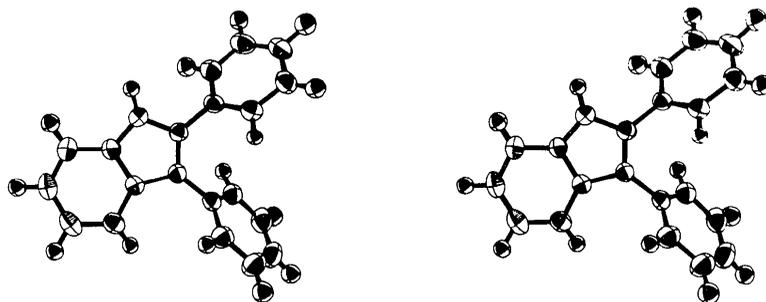


Fig. 1. Stereoskopische Darstellung des 2,3-Diphenylindols.

Tabelle 3. Endgültige Atomparameter (Standardabweichungen in Klammern)

Die Atomparameter für die Kohlenstoff- und Stickstoffatome sind  $\times 10^4$  multipliziert

	X	Y	Z	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
C(1)	2983 (2)	8054 (1)	9918 (3)	98 (3)	37 (1)	141 (4)	7 (1)	41 (3)	8 (2)
C(2)	3928 (3)	8058 (2)	11521 (3)	115 (3)	53 (1)	143 (4)	15 (2)	37 (3)	20 (2)
C(3)	4507 (3)	8737 (2)	12237 (3)	95 (3)	69 (2)	128 (4)	5 (2)	25 (3)	0 (2)
C(4)	4180 (3)	9421 (2)	11385 (3)	111 (3)	56 (2)	172 (5)	-17 (2)	36 (3)	-25 (2)
C(5)	3231 (3)	9427 (1)	9784 (3)	111 (3)	37 (1)	154 (4)	-5 (1)	42 (3)	-5 (2)
C(6)	2621 (2)	8742 (1)	9050 (3)	78 (2)	33 (1)	118 (3)	4 (1)	44 (2)	-2 (1)
C(7)	1553 (2)	8744 (1)	7391 (3)	82 (2)	26 (1)	114 (3)	4 (1)	36 (2)	3 (1)
C(8)	1507 (2)	8277 (1)	6099 (3)	88 (2)	28 (1)	117 (3)	3 (1)	34 (2)	3 (1)
C(9)	2547 (2)	7750 (1)	5871 (3)	102 (3)	29 (1)	113 (3)	9 (1)	43 (2)	5 (1)
C(10)	2181 (3)	7027 (1)	5139 (3)	115 (3)	31 (1)	162 (4)	3 (1)	49 (3)	-3 (2)
C(11)	3169 (3)	6555 (1)	4870 (3)	165 (4)	31 (1)	187 (5)	12 (2)	76 (4)	-6 (2)
C(12)	4532 (3)	6786 (2)	5354 (3)	146 (4)	41 (1)	165 (5)	26 (2)	83 (3)	9 (2)
C(13)	4915 (3)	7499 (2)	6098 (3)	104 (3)	48 (1)	149 (4)	12 (1)	58 (3)	7 (2)
C(14)	3931 (2)	7981 (1)	6362 (3)	104 (3)	35 (1)	135 (4)	4 (1)	48 (3)	-3 (1)
C(15)	292 (2)	9187 (1)	6901 (3)	82 (2)	26 (1)	126 (3)	0 (1)	42 (2)	5 (1)
C(16)	-247 (2)	9753 (1)	7643 (3)	100 (3)	31 (1)	152 (4)	1 (1)	57 (3)	-1 (1)
C(17)	-1541 (3)	10064 (1)	6794 (3)	110 (3)	33 (1)	226 (5)	12 (1)	84 (3)	7 (2)
C(18)	-2296 (2)	9812 (2)	5214 (4)	85 (3)	40 (1)	219 (5)	14 (1)	44 (3)	18 (2)
C(19)	-1798 (2)	9255 (1)	4439 (3)	88 (3)	39 (1)	160 (4)	4 (1)	26 (3)	12 (2)
C(20)	-488 (2)	8949 (1)	5296 (3)	84 (2)	28 (1)	134 (4)	2 (1)	38 (2)	8 (1)
N(21)	257 (2)	8394 (1)	4835 (2)	90 (2)	32 (1)	113 (3)	3 (1)	26 (2)	-3 (1)

Tabelle 3 (Fort.)

$x, y, z$  für die Wasserstoffatome sind  $\times 10^3$  multipliziert.

	$x$	$y$	$z$	$B$
H(1)	246 (2)	757 (1)	934 (3)	4,8 (6)
H(2)	415 (3)	760 (2)	1214 (3)	6,9 (7)
H(3)	511 (3)	875 (2)	1335 (3)	6,5 (7)
H(4)	465 (3)	966 (2)	1183 (3)	6,9 (7)
H(5)	301 (2)	995 (1)	916 (3)	4,6 (5)
H(10)	121 (3)	688 (2)	479 (3)	6,5 (7)
H(11)	288 (3)	605 (1)	428 (3)	5,7 (6)
H(12)	527 (3)	645 (2)	501 (4)	7,3 (8)
H(13)	589 (3)	767 (2)	650 (3)	6,1 (7)
H(14)	419 (2)	850 (1)	691 (3)	3,7 (5)
H(16)	31 (2)	991 (1)	860 (3)	4,6 (5)
H(17)	-194 (2)	1048 (1)	731 (3)	5,0 (6)
H(18)	-321 (3)	1003 (1)	464 (3)	5,4 (6)
H(19)	-231 (3)	911 (1)	326 (3)	5,4 (6)
H(21)	5 (2)	819 (1)	375 (3)	4,5 (5)

als der für den Benzolring erwartete Standardwert von 1,397 Å, während die Bindungswinkel, die im Mittel für Ring I 120,0 (5)° und für Ring II 120,0 (6)° betragen, mit dem für die  $sp^2$ -Hybridkonfiguration bestimmten Standardwert von 120° gut übereinstimmen. Wahrscheinlich würde hier eine Korrekturrechnung, die die 'rigid-body vibration' berücksichtigt, eine Annäherung der Bindungslängen an den Standardwert unter Beibehaltung der Bindungswinkel bewirken.

Die Bindungslängen im Indolsystem vertragen sich innerhalb der Fehlergrenzen mit den Werten vergleichbarer Indolverbindungen, z.B. der 1-(Chlorbenzoyl)-5-methoxy-2-methylindol-3-essigsäure (Kistenmacher & Marsh, 1971), des Indol (Dewar & Gleicher, 1966) oder der 3-Indolylessigsäure (Karle, Britts & Gum, 1964).

Der mittlere Abstand zwischen den Kohlenstoffatomen beträgt im Sechsring des Indolsystems 1,395 (10) Å. Bei Betrachtung der Bindungslängen muss man einen aromatischen Charakter des Rings annehmen, da sich kein Hinweis zur Lokalisierung der Doppelbindungen erkennen lässt. Nach den Mesomerieregeln der Valenzstrukturmethode lässt sich das dem Indol verwandte Pyrrol als Überlagerung von 5 Grenzstrukturen beschreiben. (Staab, 1962). Dabei wird die C-C-Bindung, die dem Stickstoffatom gegenüberliegt, als Einfachbindung mit der Bindungsgradzahl  $n = 1,25$  und dem Abstand von 1,439 Å aufgefasst, während die beiden anderen C-C-Bindungen als Doppelbindungen mit  $n = 1,65$  und einem Abstand von 1,377 Å angenommen werde. Die C-N-Bindungen betragen 1,42 Å. Liegt jedoch, wie bei den Indolverbindungen, eine Kondensation des Fünfrings mit einem Benzolring vor, so wird nach theoretischen Berechnungen die cyclische Konjugation im Fünfring etwas vermindert. Das einsame Elektronenpaar ist im stärkeren Masse am Stickstoffatom lokalisiert, so dass eine Ausweitung der C-N-Bindungen er-

Tabelle 4. Beobachtete und berechnete Strukturfaktoren

Es ist jeweils  $L$ ,  $10 \times |F_o|$  und  $10 \times F_c$  aufgeführt. Ein \* kennzeichnet unbeobachtete Reflexe.

hkl	$L$	$10 \times  F_o $	$10 \times F_c$
001	100	100	100
010	100	100	100
011	100	100	100
020	100	100	100
021	100	100	100
030	100	100	100
031	100	100	100
040	100	100	100
041	100	100	100
050	100	100	100
051	100	100	100
060	100	100	100
061	100	100	100
070	100	100	100
071	100	100	100
080	100	100	100
081	100	100	100
090	100	100	100
091	100	100	100
100	100	100	100
101	100	100	100
110	100	100	100
111	100	100	100
120	100	100	100
121	100	100	100
130	100	100	100
131	100	100	100
140	100	100	100
141	100	100	100
150	100	100	100
151	100	100	100
160	100	100	100
161	100	100	100
170	100	100	100
171	100	100	100
180	100	100	100
181	100	100	100
190	100	100	100
191	100	100	100
200	100	100	100
201	100	100	100
210	100	100	100
211	100	100	100
220	100	100	100
221	100	100	100
230	100	100	100
231	100	100	100
240	100	100	100
241	100	100	100
250	100	100	100
251	100	100	100
260	100	100	100
261	100	100	100
270	100	100	100
271	100	100	100
280	100	100	100
281	100	100	100
290	100	100	100
291	100	100	100
300	100	100	100
301	100	100	100
310	100	100	100
311	100	100	100
320	100	100	100
321	100	100	100
330	100	100	100
331	100	100	100
340	100	100	100
341	100	100	100
350	100	100	100
351	100	100	100
360	100	100	100
361	100	100	100
370	100	100	100
371	100	100	100
380	100	100	100
381	100	100	100
390	100	100	100
391	100	100	100
400	100	100	100
401	100	100	100
410	100	100	100
411	100	100	100
420	100	100	100
421	100	100	100
430	100	100	100
431	100	100	100
440	100	100	100
441	100	100	100
450	100	100	100
451	100	100	100
460	100	100	100
461	100	100	100
470	100	100	100
471	100	100	100
480	100	100	100
481	100	100	100
490	100	100	100
491	100	100	100
500	100	100	100
501	100	100	100
510	100	100	100
511	100	100	100
520	100	100	100
521	100	100	100
530	100	100	100
531	100	100	100
540	100	100	100
541	100	100	100
550	100	100	100
551	100	100	100
560	100	100	100
561	100	100	100
570	100	100	100
571	100	100	100
580	100	100	100
581	100	100	100
590	100	100	100
591	100	100	100
600	100	100	100
601	100	100	100
610	100	100	100
611	100	100	100
620	100	100	100
621	100	100	100
630	100	100	100
631	100	100	100
640	100	100	100
641	100	100	100
650	100	100	100
651	100	100	100
660	100	100	100
661	100	100	100
670	100	100	100
671	100	100	100
680	100	100	100
681	100	100	100
690	100	100	100
691	100	100	100
700	100	100	100
701	100	100	100
710	100	100	100
711	100	100	100
720	100	100	100
721	100	100	100
730	100	100	100
731	100	100	100
740	100	100	100
741	100	100	100
750	100	100	100
751	100	100	100
760	100	100	100
761	100	100	100
770	100	100	100
771	100	100	100
780	100	100	100
781	100	100	100
790	100	100	100
791	100	100	100
800	100	100	100
801	100	100	100
810	100	100	100
811	100	100	100
820	100	100	100
821	100	100	100
830	100	100	100
831	100	100	100
840	100	100	100
841	100	100	100
850	100	100	100
851	100	100	100
860	100	100	100
861	100	100	100
870	100	100	100
871	100	100	100
880	100	100	100
881	100	100	100
890	100	100	100
891	100	100	100
900	100	100	100
901	100	100	100
910	100	100	100
911	100	100	100
920	100	100	100
921	100	100	100
930	100	100	100
931	100	100	100
940	100	100	100
941	100	100	100
950	100	100	100
951	100	100	100
960	100	100	100
961	100	100	100
970	100	100	100
971	100	100	100
980	100	100	100
981	100	100	100
990	100	100	100
991	100	100	100

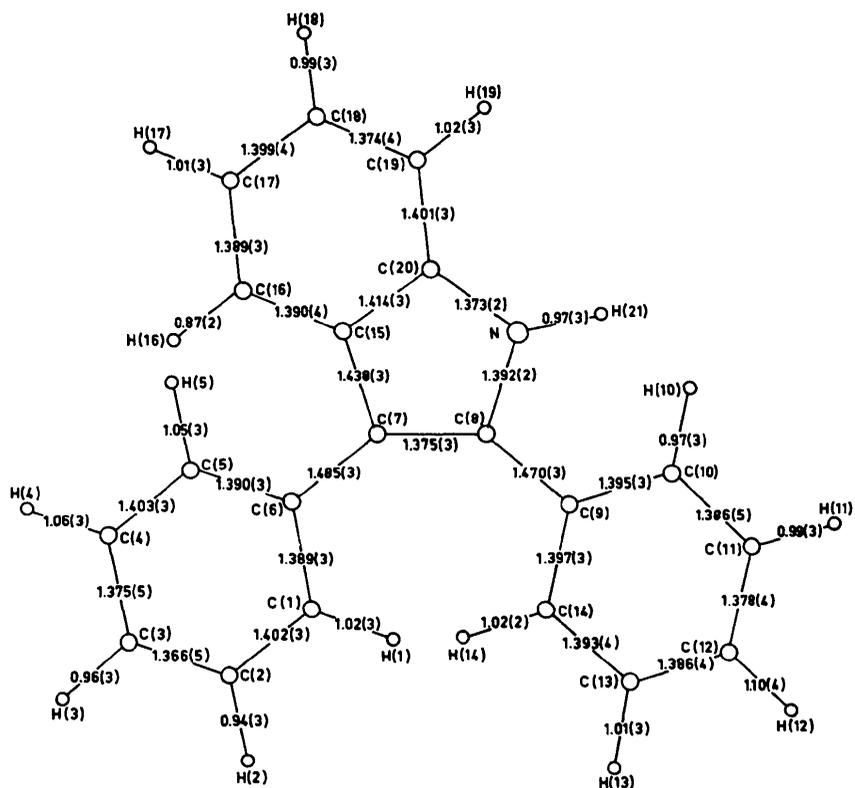


Fig. 2. Bindungslängen des 2,3-Diphenylindols (Å) (Standardabweichung in Klammern).

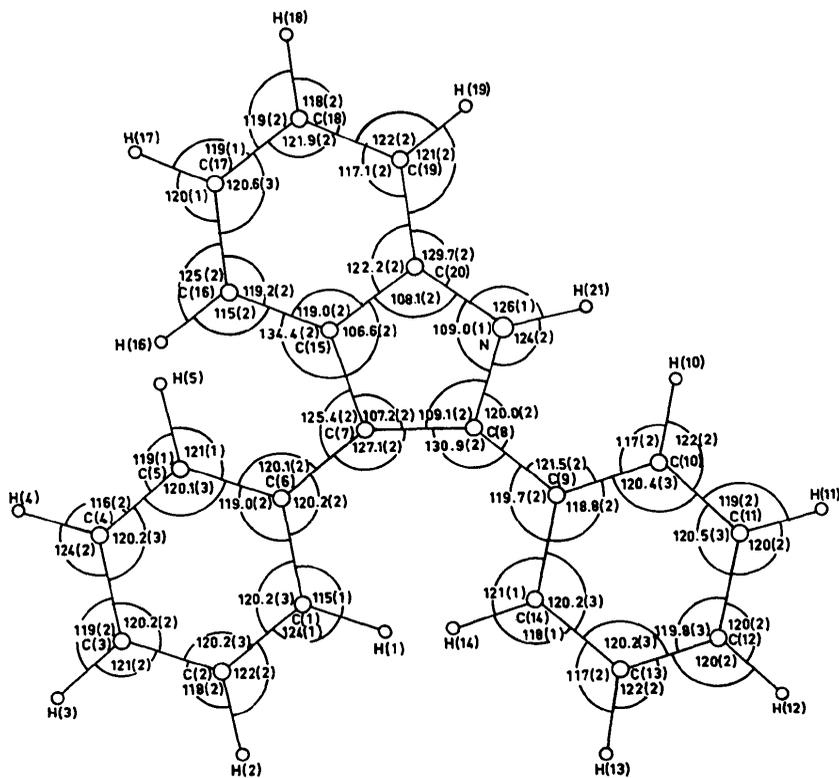


Fig. 3. Bindungswinkel in Grad des 2,3-Diphenylindols (Standardabweichung in Klammern).

wartet werden muss. Diese theoretischen Überlegungen werden am 2,3-Diphenylindol teilweise bestätigt. Der Abstand zwischen den Atomen C(7)–C(15) liegt mit 1,438 Å sehr nahe an dem berechneten Wert, auch die Bindung C(7)–C(15) (1,375 Å) verträgt sich mit dem oben genannten Wert. Die C–N-Bindungen im Indol stimmen mit 1,41 Å im Rahmen der Fehlergrenzen mit den erwarteten Werten überein. Aus den gegenüber dem Indol verkürzten C–N-Bindungen der 3-Indolylessigsäure lässt sich ableiten, dass ein Substituent in 3-Stellung die Delokalisierung des Elektronenpaares wieder etwas fördert. Diese Annahme wird von der weiteren Verkürzung der C–N-Bindungsabstände in 2,3-Diphenylindol unterstützt, da ein Phenylsubstituent aufgrund des in-

duktiven und mesomeren Effekts stärker als der Essigsäurerest zur Stabilisierung der entsprechenden mesomeren Grenzformen beitragen kann. Ein genauerer Zusammenhang zwischen den C–N-Bindungsabständen und Art und Stellung der Substituenten lässt sich noch nicht angeben.

Die Innenwinkel des Indolsystems betragen im Sechsring durchschnittlich  $120,0 (2)^\circ$  und entsprechen auch hier der  $sp^2$ -Hybridkonfiguration der Atome. Die Fünfringwinkel betragen im Mittel  $108,0 (10)^\circ$ .

Sowohl die Phenylringe als auch die Indolgruppe können in Rahmen der Fehlergrenze als eben angesehen werden. Es wurden folgende Ausgleichsebenen berechnet:

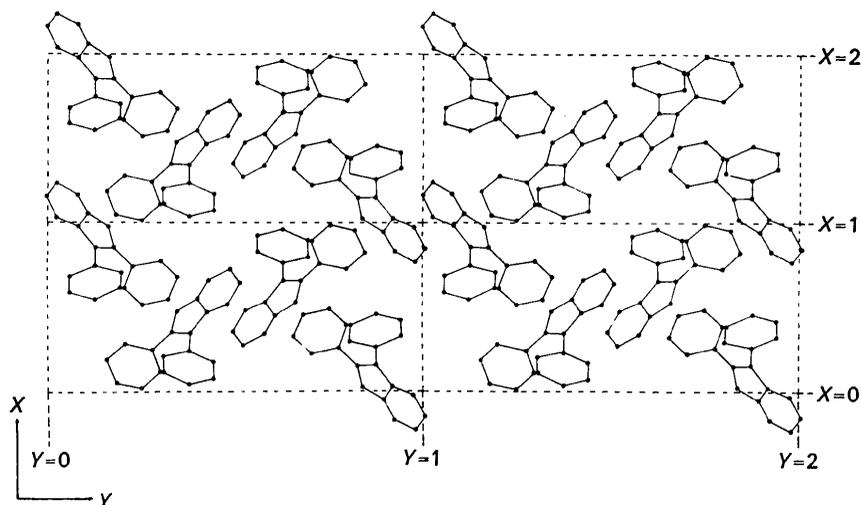


Fig. 4. Projektion der Struktur auf die  $XY$ -Ebene.

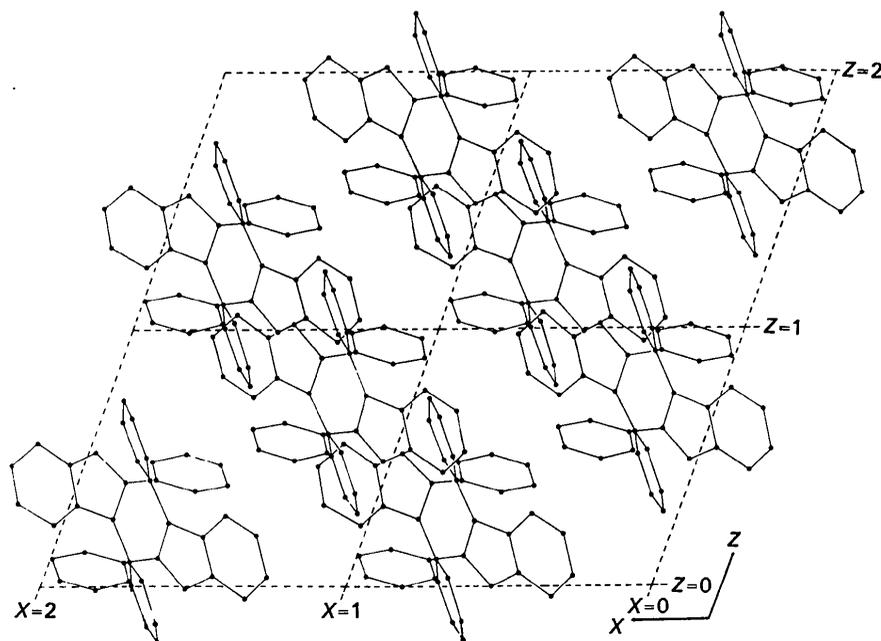


Fig. 5. Projektion der Struktur auf die  $XZ$ -Ebene.

1. Für den Ring I C(1)–C(6)  
 $0,965X - 0,231Y - 0,566Z = -0,462$   
 mittlere Abweichung der Atome von der Ebene  
 $\pm 0,006 \text{ \AA}$
2. Für den Ring II C(9)–C(14)  
 $-0,149X - 0,729Y + 0,777Z = -0,146$   
 mittlere Abweichung der Atome von der Ebene  
 $\pm 0,005 \text{ \AA}$
3. Für die Indolgruppe  
 $0,613X + 0,123Y - 0,484Z = 0,815$   
 mittlere Abweichung der Atome von der Ebene  
 $\pm 0,007 \text{ \AA}$

Die Torsionswinkel zwischen der Indolebene und den Phenylringen betragen für Ring I  $54,1^\circ$  und  $44,0^\circ$  für Ring II. Im Tetraphenylpyrrol wurden in flüssiger Phase von Allendoerfer Pollock, (1972) die Torsionswinkel von  $62^\circ$  und  $20^\circ$  am Pyrrol-Radikal nach der EPR-Methode bestimmt.

In diesem Stadium der Untersuchung lässt sich noch nicht beurteilen, wie die beiden Parameter Aggregatzustand und Molekülgeometrie die Torsionswinkel beeinflussen.

Weiteren Aufschluss darüber werden die Ergebnisse der Strukturanalyse des Tetraphenylpyrrols liefern, an der zur Zeit gearbeitet wird.

Ein Beispiel, bei dem an einer aromatischen Verbindung Torsionswinkel in verschiedenen Phasen gemessen worden sind, ist das Biphenyl. Hier zeigt sich eine starke Beeinflussung der Torsionswinkel durch den Aggregatzustand, denn für die flüssige und gasförmige Phase wurde ein Winkel von  $40^\circ$  (Möbius, 1965; Almenningen & Bastiansen, 1958) bestimmt, während das Biphenylmolekül in fester Phase planar ist (Hargreaves & Hasan Rizvi, 1962).

Die Bindungsabstände zwischen den Phenylringen und dem Indolsystem sind mit  $1,470(3) \text{ \AA}$  und  $1,485(3) \text{ \AA}$  kürzer als der für eine Einfachbindung zwischen zwei  $sp^2$ -hybridisierten Kohlenstoffatomen erwartete Abstand von  $1,52 \text{ \AA}$ . Diese verkürzten Abstände lassen trotz der Torsion der Phenylringe einen geringen Doppelbindungscharakter als möglich erscheinen.

Die Phenylringe haben sich so eingestellt, dass an Stellen der stärksten sterischen Behinderung, zwischen

den Atomen H(5) und H(16) bzw. H(10) und H(21) etwa gleich grosse intramolekulare Abstände mit  $2,66 \text{ \AA}$  und  $2,57 \text{ \AA}$  erreicht wurden. Der minimale Kontaktabstand zwischen den Phenylringen I und II liegt an der Stelle H(1)–H(14). Er beträgt dort  $3,587 \text{ \AA}$ .

Eine Übersicht über den Aufbau des Kristalles geben die Fig. 4 und 5. Es sind die Projektionen von vier Elementarzellen auf die X-Y- bzw. X-Z-Ebene dargestellt.

Für die Messungen wurde uns in dankenswerter Weise von Herrn Professor Dr Karl Plieth das Automatische Einkristalldiffraktometer zur Verfügung gestellt. Herrn Professor Kurreck und seinen Mitarbeitern danken wir für ihre Ratschläge und die Überlassung der Substanz, dem Fachbereich Kybernetik der Technischen Universität Berlin für die Durchführung umfangreicher Computerberechnungen.

### Literatur

- ALLENDOERFER, R. D. & POLLOCK, A. S. (1973). Im Druck.  
 ALMENNINGEN, A. & BASTIANSEN, O. (1958). *Kgl. Norske Vidensk. Selskab. Skrifter*, No. 4.  
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. (1970). FORTRAN IV-Program *MULTAN*.  
 DEWAR, M. J. S. & GLEICHER, G. J. (1966). *J. Chem. Phys.* **44**, 759–773.  
 GRUNDER, H. T., HAINK, H. J., KURRECK, H., RICHTER, W. J. & WOGGON, W. D. (1973). *Z. Naturforsch. b*. Im Druck.  
 HARGREAVES, A. & HASAN RIZVI, S. (1962). *Acta Cryst.* **15**, 365–373.  
 HOPPE, W. (1969). *Automatisches Einkristalldiffraktometer*. Karlsruhe: Siemens.  
 JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.  
 KARLE, I., BRITTS, K. & GUM, P. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 496–499.  
 KISTENMACHER, J. T. & MARSH, R. E. (1971). *J. Amer. Chem. Soc.*, **94**, 1340–1345.  
 MÖBIUS, K. (1965). *Z. Naturforsch.* **20a**, 1117–1121.  
 STAAB, H. A. (1962). *Einführung in die theoretische organische Chemie*. Weinheim/Bergstrasse: Verlag Chemie.  
 STEWART, J. M., KUNDELL, F. A. & BALDWIN, J. C. (1970). The X RAY-70 System. Univ. of Maryland, College Park, Maryland.