

Über Phosphor-haltige Heterocyclen, II¹⁾**Molekül- und Kristallstruktur von 1,2,3,4,5-Pentaphenyl-1 λ^5 -phosphol-1-on**Martin Dräger* und Karl G. Walter²⁾Institut für Anorganische Chemie und Analytische Chemie der Universität Mainz,
D-6500 Mainz, Johann-Joachim-Becher-Weg 24

Eingegangen am 8. Juli 1975

Die Struktur der Titelsubstanz wurde röntgenographisch aus Diffraktometer-Einkristalldaten bestimmt und bis zu einem konventionellen R von 0,076 verfeinert. Der 5-Ring besitzt „envelope“-Konformation. Fehlende Planarität und Bindungslängenverteilung schließen eine Elektronendelokalisation im λ^5 -Phospholsystem aus. Das Propellersystem der Phenylsubstituenten bildet eine C_5 -symmetrische Doppelschneckenschraube. Die Struktur besteht aus 14-fach koordinierten Molekülen.

On Heterocyclic Systems Containing Phosphorus, II¹⁾**Molecular and Crystal Structure of 1,2,3,4,5-Pentaphenyl-1 λ^5 -phosphol-1-one**

The crystal structure of the title compound has been determined from single crystal X-ray data and refined to a conventional R of 0,076. The five-membered ring has the envelope conformation. Lack of planarity and bond distance distribution exclude any electron delocalization for the λ^5 -phosphole system. The propeller system of the phenyl substituents forms a C_5 -symmetric double worm screw. The structure consists of 14-coordinated molecules.

Das pyridin-analoge Phosphor-6-Ringsystem Phosphorin besitzt nach röntgenographischen, spektroskopischen und chemischen Befunden ein delokalisiertes 6π -Elektronensystem und damit aromatischen Charakter³⁾. Dieses gilt gleichermaßen für λ^3 -Phosphorine mit dreiwertigem wie für λ^5 -Phosphorine mit fünfwertigem Phosphor³⁾. Umstritten war dagegen lange Zeit die Möglichkeit einer aromatischen π -Elektronendelokalisation im pyrrol-analogen Phosphor-5-Ringsystem Phosphol⁴⁾. Für λ^3 -Phosphole kann diese Möglichkeit nach Röntgenstrukturanalysen vom 1-Benzylphosphol⁵⁾ und vom 1,2,5-Triphenylphosphol⁶⁾ und nach Photoelektronenspektren vom 1-Phenyl-

¹⁾ I. Mitteil.: M. Dräger, Chem. Ber. 107, 3246 (1974).

²⁾ K. G. Walter, Teil der Diplomarbeit, Univ. Mainz 1975.

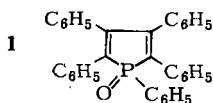
³⁾ Übersichten: G. Märkl, Lect. Heterocycl. Chem. 1, 69 (1972); K. Dimroth, Fortschr. Chem. Forsch./Top. Curr. Chem. 38, 1 (1973); P. Jutzi, Angew. Chem. 87, 269 (1975); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. 14, 232 (1975).

⁴⁾ Übersicht: F. G. Mann, The Heterocyclic Derivatives of Phosphorus, Arsenic, Antimony and Bismuth, 2. Aufl., S. 13, Wiley-Interscience, New York 1970.

⁵⁾ P. Coggon, J. F. Engel, A. T. McPhail und L. D. Quin, J. Amer. Chem. Soc. 92, 5779 (1970); P. Coggon und A. T. McPhail, J. Chem. Soc., Dalton Trans. 1973, 1888.

⁶⁾ W. P. Ozbirn, R. A. Jacobson und J. C. Clardy, Chem. Commun. 1971, 1062.

phosphol⁷⁾ jetzt endgültig ausgeschlossen werden: in diesen Verbindungen ist eine Wechselwirkung zwischen dem freien Elektronenpaar am P-Atom und dem Diensystem der vier C-Atome nicht nachweisbar. Keine eindeutige experimentelle Aussage gibt es dagegen im Falle der λ^5 -Phosphole, für die eine $p_\pi-d_\pi$ -Wechselwirkung zwischen dem Diensystem und Phosphor möglich ist. Die Ergebnisse der Kristallstrukturanalysen des Komplexes (π -Cyclopentadienyl)[1-hydroxy-2,3,4,5-tetrakis(trifluormethyl)phosphol-1-oxid]kobalt⁸⁾ und des Carbazolanalogen 5-Hydroxy-5H-dibenzophosphol-5-oxid⁹⁾ sprechen gegen eine derartige Bindungsverteilung, jedoch besteht in beiden Fällen kein ungestörtes λ^5 -Phospholsystem. Zur Klärung der Bindungsverhältnisse beschlossen wir die röntgenographische Charakterisierung eines einfachen λ^5 -Phospholderivats und beschreiben im folgenden die Kristallstrukturanalyse von 1,2,3,4,5-Pentaphenyl- $1\lambda^5$ -phosphol-1-on (1).



Ein weiterer Aspekt bei der Untersuchung von 1 ist die Stereochemie der Anordnung seiner Phenylsubstituenten. 1 gehört zur Klasse der Propellermoleküle, und unsere Kristallstrukturanalyse liefert weiteres experimentelles Material zur Prüfung der von Mislow und Mitarbb.¹⁰⁾ für derartige Verbindungen entwickelten stereochemischen Konzepte.

Kristallvermessung

Die Darstellung von 1 erfolgte durch Luftoxidation von Pentaphenylphosphol in Toluol¹¹⁾. Einkristalle konnten durch langsames Eindunsten einer toluolischen Lösung bei Raumtemperatur gewonnen werden; 1 kristallisiert in gelben, im Auflicht fluoreszierenden Nadeln. Weissenberg- und Precession-Aufnahmen gaben vorläufige Gitterkonstanten und bestimmten die Raumgruppe zu $P2_1/c$. Die Ermittlung von genauen Gitterkonstanten erfolgte mit Hilfe eines Vierkreisdiffraktometers¹²⁾ durch automatische Zentrierung von 15 hochindizierten Reflexen im Vor- und Rückstrahlbereich und „least squares“-Auswertung der gemessenen ω -Differenzen. Die Dichte wurde nach der Schwebemethode bestimmt.

Kristalldaten ($M_{O_{K\alpha 1}}$ -Strahlung, $\lambda = 70.926$ pm): monoklin, Raumgruppe $P2_1/c$ (Nr. 14), gelbe Nadeln || [010].

$a = 1625.5$ (5) pm	$V = 2.540 \cdot 10^9$ pm ³
$b = 638.5$ (3) pm	Mol.-Masse = 480.6 ($C_{34}H_{25}OP$)
$c = 2450.2$ (5) pm	$Z = 4$
$\beta = 92.81$ (5)°	$d_{\text{rönt}} = 1.26$ g cm ⁻³
	$d_{\text{exp}} = 1.22$ (2) g cm ⁻³

⁷⁾ W. Schäfer, A. Schweig, G. Märkl, H. Hauptmann und F. Mathey, *Angew. Chem.* **85**, 140 (1973); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **12**, 145 (1973).

⁸⁾ M. J. Barrow, J. L. Davidson, W. Harrison, D. W. A. Sharp, G. A. Sim und F. B. Wilson, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1973**, 583.

⁹⁾ J. J. deBoer und D. Bright, *Acta Crystallogr., Sect. B* **30**, 797 (1974).

¹⁰⁾ K. Mislow, D. Gust, P. Finocchiaro und R. J. Boettcher, *Top. Curr. Chem.* **47**, 1 (1974).

¹¹⁾ E. H. Braye, W. Hübel und I. Caplier, *J. Amer. Chem. Soc.* **83**, 4406 (1961).

¹²⁾ CAD4 Enraf-Nonius.

Zur Bestimmung der Reflexintensitäten diente eine Nadel mit den ungefähren Abmessungen $0,15 \times 1,1 \times 0,2$ mm, die zum Schutz gegen Verwitterung in eine Glaskapillare eingeschmolzen war. Gemessen wurde mit einem automatischen Vierkreisdiffraktometer¹²⁾ im $\omega/2\theta$ -scan mit monochromatisierter Mo-Strahlung (Graphitmonochromator, $\lambda = 71,069$ pm). Die erstrebte Mindestintensität pro Reflex war 5000 Impulse, begrenzt durch eine maximale Meßzeit von 180s. Der Intensitätsverlauf von drei in regelmäßigen Abständen überprüften Standardreflexen ergab eine Meßstabilität des Diffraktometers von 0,02; ein Intensitätsverlust oder eine Verschiebung der Reflexprofile während der Messung bestand nicht.

Die gemessenen Intensitäten wurden zur Ermittlung von Standardabweichungen und Gewichten einer Zählstatistik unterworfen. Reflexe mit $I < 2\sigma(I)$ erhielten die Kennzeichnung „unmeßbar schwach“ und eine Intensität von 1/3 der kleinsten gemessenen Intensität. Es folgten die Lorentz- und Polarisationsfaktor-Korrekturen (Vorpolarisation des Monochromators 0,966). Auf eine Absorptionskorrektur konnte bei einem linearen Absorptionskoeffizienten von $1,4 \text{ cm}^{-1}$ verzichtet werden. Eine Wilson-Statistik absolvierte die korrigierten Intensitäten schließlich zu einem Satz von 3494 unabhängigen $|F|^2$ -Werten, entsprechend allen Reflexen bis $\sin^2\theta/\lambda^2 = 0,302 \cdot 10^{-4} \text{ pm}^{-2}$; 1109 davon besaßen die Kennzeichnung „unmeßbar schwach“.

Lösung und Verfeinerung der Struktur

581 E-Werte waren größer als 1,4, und für 513 dieser Werte konnten statistisch Vorzeichen bestimmt werden. Eine Fourier-Synthese hiermit ließ deutlich 34 der 36 Nicht-H-Atome erkennen.

Tab. 1 (links). Lageparameter mit Standardabweichungen

Tab. 2 (rechts). Anisotrope Temperaturfaktoren¹⁴⁾ $\beta \cdot 10^5$ mit Standardabweichungen

PENTAMENYLPHOSPHOR-OXID - LAGEPARAMETER			PENTAMENYLPHOSPHOR-OXID - TEMPERATURFAKTOREN						
X	Y	Z	BETA11	BETA22	BETA33	BETA12	BETA13	BETA23	
P	0,31436(4)	0,37370(12)	0,33664(3)	248(2)	1488(17)	117(1)	-34(6)	13(1)	27(4)
O	0,69270(15)	0,50220(39)	0,18466(18)	429(18)	1735(63)	209(4)	-26(19)	-4(5)	-10(13)
C1	0,24042(15)	0,18438(44)	0,31800(11)	217(9)	1705(73)	117(4)	-26(21)	11(9)	13(13)
C2	0,19684(15)	0,11227(44)	0,35281(11)	250(9)	1564(68)	125(4)	19(22)	8(9)	-3(15)
C3	0,22490(17)	0,15653(48)	0,40723(11)	255(9)	1632(66)	121(4)	5(21)	12(9)	12(13)
C4	0,28731(17)	0,33291(44)	0,40602(11)	287(10)	1618(74)	115(4)	-13(22)	26(9)	-11(13)
C5	0,41509(17)	0,26964(58)	0,32942(11)	272(10)	1789(76)	118(4)	-16(23)	5(9)	-5(15)
C6	0,47587(18)	0,40716(65)	0,31185(11)	315(12)	3110(115)	181(6)	-16(28)	36(6)	5(21)
C7	0,59597(23)	0,53997(196)	0,30767(19)	325(13)	4858(188)	252(8)	-11(91)	67(8)	-28(38)
C8	0,57573(23)	0,12754(168)	0,32809(12)	304(13)	3251(150)	201(9)	16(46)	2(9)	-42(37)
C9	0,46209(13)	0,58013(79)	0,16338(12)	590(22)	2684(138)	386(13)	-62(55)	-74(13)	313(32)
C10	0,43661(12)	0,36075(16)	0,34075(19)	374(13)	1816(92)	299(9)	6(32)	-8(6)	-2(22)
C11	0,23189(13)	0,13370(152)	0,25148(18)	203(8)	1986(71)	116(4)	4(72)	12(6)	3(16)
C12	0,24393(28)	0,24676(168)	0,21238(11)	377(12)	2439(89)	195(9)	-18(72)	19(6)	54(18)
C13	0,23758(12)	0,32983(16)	0,18798(13)	692(16)	3208(123)	126(6)	-29(53)	17(6)	135(28)
C14	0,22127(12)	0,03989(172)	0,14085(13)	432(13)	3433(114)	121(5)	2(32)	4(6)	-85(12)
C15	0,79113(12)	0,30350(162)	0,32211(13)	423(12)	2290(92)	146(6)	-20(63)	5(6)	91(28)
C16	0,78498(18)	0,42726(158)	0,26667(13)	331(11)	1962(91)	144(5)	-12(61)	11(6)	6(16)
C17	0,67618(15)	0,47280(118)	0,15688(11)	253(11)	1720(74)	118(4)	8(21)	44(5)	41(13)
C18	0,09374(18)	0,40813(153)	0,31589(12)	295(11)	2890(78)	139(5)	-2(52)	5(6)	-35(16)
C19	0,81301(12)	0,21218(165)	0,19422(15)	320(11)	3147(122)	180(6)	16(29)	1(6)	118(21)
C20	0,01255(23)	0,21275(78)	0,17665(15)	620(13)	3105(112)	186(6)	54(32)	77(8)	238(22)
C21	0,94306(12)	0,14007(162)	0,14484(15)	565(17)	2874(85)	183(6)	32(35)	69(6)	93(21)
C22	0,87583(12)	0,26893(154)	0,13835(13)	601(13)	1595(87)	178(6)	11(29)	40(6)	24(17)
C23	0,17725(17)	0,14378(154)	0,45846(11)	295(11)	2084(80)	111(4)	-8(24)	13(5)	-38(16)
C24	0,12555(23)	0,29426(165)	0,47731(13)	406(13)	2387(98)	146(5)	1(29)	57(6)	-17(19)
C25	0,88085(12)	0,24838(186)	0,82270(17)	497(17)	4313(166)	171(6)	-32(41)	99(8)	185(27)
C26	0,40664(15)	0,53861(18)	0,14707(16)	636(20)	4483(156)	146(6)	49(54)	96(9)	48(26)
C27	0,86284(13)	0,3746(175)	0,47227(18)	784(23)	3050(137)	171(6)	-37(44)	43(11)	188(28)
C28	0,81690(12)	0,45226(165)	0,81797(16)	681(18)	2229(92)	169(6)	24(32)	52(8)	-116(28)
C29	0,33159(18)	0,44560(155)	0,45238(13)	274(18)	2496(87)	144(5)	-6(24)	27(6)	-118(17)
C30	0,63147(16)	0,13633(172)	0,85987(17)	527(19)	2547(100)	215(6)	36(36)	151(8)	195(24)
C31	0,58746(12)	0,2496(182)	0,16127(13)	632(12)	3491(156)	210(13)	56(48)	131(11)	412(32)
C32	0,57971(18)	0,33862(187)	0,46653(12)	544(19)	5476(124)	221(9)	47(52)	9(10)	-537(36)
C33	0,30479(12)	0,02914(120)	0,64542(19)	552(19)	6406(228)	175(6)	-43(59)	-22(9)	163(32)
C34	0,34665(12)	0,13838(184)	0,81046(15)	462(13)	4167(133)	143(6)	33(48)	-23(6)	19(25)

Drei Fourier-Synthesen mit zuerst einer Auswahl und dann allen gemessenen $|F|$ -Werten vervollständigten das Molekül. Verfeinert wurde zuerst in drei Cyclen mit isotropen und dann in vier Cyclen mit anisotropen Temperaturfaktoren^{13, 14)}. Der konventionelle R-Wert für die meß-

¹³⁾ Streufaktoren der Atome nach D. T. Cromer und J. B. Mann, Acta Crystallogr., Sect. A 24, 321 (1968); Real- und Imaginärteil der Dispersionskorrektur nach D. T. Cromer und D. Liberman, J. Chem. Phys. 53, 1891 (1970).

¹⁴⁾ Anisotrope Temperaturkorrektur in der Form

$$\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})].$$

baren Reflexe betrug hiernach 0.076 (unter Einschluß auch der „unmeßbar schwachen“ Reflexe 0.124) und der gewichtete R -Wert war 0.052¹⁵⁾. Versuche zur Lokalisierung von H-Positionen wurden nicht unternommen.

Die Tabellen 1 und 2 enthalten die gefundenen Atomparameter mit Standardabweichungen. Eine Tabelle der gemessenen und berechneten Strukturamplituden kann von den Autoren angefordert werden. Alle Berechnungen erfolgten mit Hilfe eines von uns zusammengestellten FORTRAN-Programmsystems¹⁶⁾ auf der CDC-3300-Rechenanlage des Rechenzentrums der Universität Mainz.

Beschreibung und Diskussion der Molekülstruktur

Abb. 1 zeigt den Zentralteil des gefundenen 1-Moleküls mit eingezeichneten Bindungslängen. Die zugehörigen Bindungswinkel sind in Tab. 3 wiedergegeben. Abb. 2 enthält eine Gesamtansicht von 1 mit gekennzeichneten Hauptachsen der Schwingungsellipsoide.

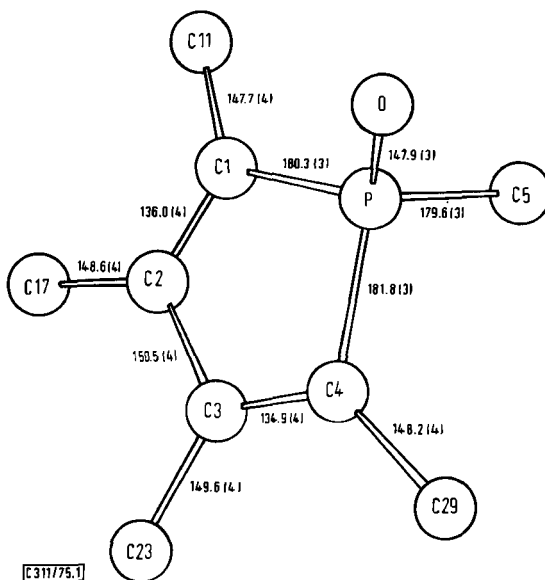


Abb. 1. Zentralteil von 1 mit Ansatzatomen der Phenylgruppen: Phenyl 1 C5–C10, Phenyl 2 C11–C16, Phenyl 3 C17–C22, Phenyl 4 C23–C28, Phenyl 5 C29–C34. Atomabstände in pm, mittleres Phenyl-C–C 138.1(6) pm

Der in Abb. 1 gezeigte Molekülteil besitzt mit guter Näherung C_s -Symmetrie mit einer die Bindung C2–C3 halbierenden Symmetrieebene durch P, O und C5. Die Ringatome C1 bis C4 sind signifikant planar, und das P-Atom liegt um 8.0 pm oberhalb dieser Ebene.

¹⁵⁾ Zur Gewichtssetzung wurden die aus der Zählstatistik ermittelten Gewichte durch den winkelabhängigen Term $24 \cdot (\sin^2\theta/\lambda^2)^{2.75}$ modifiziert. Hiermit ergaben sich etwa gleiche Mittelwerte von $w \cdot \Delta|F|^2$ in allen Intensitäts- und Winkelbereichen und ein Wert von etwa 1.0 für $w \cdot \Delta|F|^2/(m-n)$. „Unmeßbar schwache“ Reflexe erhielten das Gewicht 0.

¹⁶⁾ M. Dräger und G. Gattow, Acta Chem. Scand. 25, 761 (1971).

Der Phosphol-5-Ring besitzt damit deutlich „envelope“-Konformation. Die gleiche Konformation wurde auch beim 1-Benzylphosphol gefunden⁵⁾, in dem jedoch das P-Atom mit 20.8 pm wesentlich stärker von der Ebene der vier C-Atome abweicht.

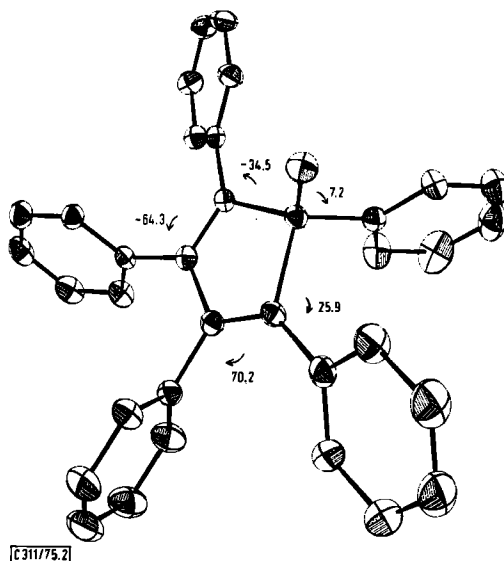


Abb. 2. 1-Molekül mit Torsionswinkeln der Phenylgruppen in Grad. Schwingungsellipsoide mit 30% der Wahrscheinlichkeitsverteilung

Tab. 3. Bindungswinkel im 1-Molekül in Grad

Atome	Winkel	Atome	Winkel
C4–P–C1	93.3(1)	P–C1–C11	122.2(2)
P–C1–C2	108.7(2)	C2–C1–C11	129.1(2)
C3–C4–P	108.6(2)	P–C4–C29	120.9(2)
C1–C2–C3	114.5(2)	C3–C4–C29	130.5(3)
C2–C3–C4	114.7(2)	C1–C2–C17	123.1(3)
O–P–C1	117.5(1)	C3–C2–C17	122.2(2)
O–P–C4	116.5(1)	C4–C3–C23	124.7(3)
O–P–C5	111.6(1)	C2–C3–C23	120.3(3)
C1–P–C5	108.5(1)	mittleres Phenyl-	
C4–P–C5	107.8(1)	C–C–C	120.0(4)

Tab. 4. Bindungslängen im λ^5 -Phospholring von 1 und in zwei λ^3 -Phospholringen in pm

	C–C	C=C	C–P
1	150.5	135.5	181.0
1-Benzylphosphol	143.8	134.3	178.3
1,2,5-Triphenylphosphol	144.0	134.9	182.2

Die C—C-Bindungslängenverteilung im Phosphorring von **1** entspricht einem Diensystem¹⁷⁾. Die P—C-Abstände sind normale Einfachbindungsabstände^{1,17)}. Tab. 4 stellt die Abstände im λ^5 -Phosphorring von **1** entsprechenden Abständen in den beiden untersuchten λ^3 -Phospholen^{5,6)} gegenüber. Auffallend ist die starke Aufweitung der C—C-Einfachbindung in **1**, die eine im Vergleich zu den λ^3 -Phospholen verringerte Wechselwirkung innerhalb des Diensystems nahelegt und eine Erklärung für die relative Stabilität von **1** gegenüber Diels-Alder-Reagenzien bietet¹¹⁾. Der Abstand zwischen P und O ist der einer normalen P=O-Doppelbindung^{1,17)}. Die Koordination um das P-Atom ist verzerrt tetraedrisch. Der gegenüber dem normalen Tetraederwinkel verengte endocyclische Winkel am P-Atom von 93.3° ist durch die 5-Ring-Geometrie bedingt¹⁸⁾ und wird geometrisch durch eine Aufweitung der C—P—O-Winkel kompensiert.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß sowohl die fehlende Planarität als auch die Bindungslängenverteilung eine π -Elektronendelokalisation im λ^5 -Phosphorring von **1** eindeutig ausschließen.

Abb. 2 enthält die Torsionswinkel der Phenylgruppen relativ zum Phosphorsystem: Winkel zwischen den nach oben stehenden Teilen der Phenylgruppen und P=O (Phenyl 1) bzw. den mit Pfeilen gekennzeichneten Ringbindungen (Phenyl 2 bis 5). Die Vorzeichenfolge der Torsionswinkel im Molekül der Abb. 2¹⁹⁾ zeigt, daß Phenyl 3 und 2 Teil einer P-Helix und Phenyl 4 und 5 Teil einer M-Helix sind; Phenyl 1 besitzt im Vergleich damit näherungsweise 0-Helizität. Die C_5 -Symmetrie des Phosphorlings (s. o.) bleibt dadurch qualitativ auch bezüglich der Phenylsubstituenten erhalten¹⁹⁾, und das Propellersystem der Phenylgruppen kann bildlich als „achirale Doppelschneckenschraube“ beschrieben werden: die Linksschraube wird von Phenyl 4 zu Phenyl 5 flacher und geht über Phenyl 1 in eine von Phenyl 2 zu Phenyl 3 ansteigende Rechtsschraube über. Der Gangunterschied beträgt von Phenylgruppe zu Phenylgruppe ungefähr 30°. Die quantitative Abweichung von der idealen C_5 -Symmetrie ist auf die unten beschriebene Phenylgruppenverschränkung in der Kristallstruktur zurückzuführen und in Lösung nur noch bei Phenyl 1 von Bedeutung, da für diese Gruppe eine völlig synperiplanare Anordnung mit P=O ungünstig ist. Vom Standpunkt der dynamischen Stereochemie können dann in Lösung für **1** zwei Prozesse in Betracht gezogen werden: erstens ein Übergang zwischen + und – synperiplanar bei Phenyl 1 und zweitens ein simultanes Umklappen der P- und M-Helices.

Beschreibung und Diskussion der Kristallstruktur

Abb. 3 zeigt die Elementarzelle von **1** mit den vier in ihr enthaltenen Molekülen. Die Phosphorringe liegen näherungsweise parallel (330) oder ($3\bar{3}0$). An den P-Atomen ist jeweils die Höhe in Einheiten der y -Achse vermerkt, jedoch ist die Elementarzelle derartig flach, daß sich die Gesamtmoleküle fast über eine volle b -Einheit erstrecken. Infolge-

¹⁷⁾ Molecular Structures and Dimensions, Vol. A1, Interatomic Distances 1960–1965, Organic and Organometallic Crystal Structures, A. Oosthoek, Utrecht 1972.

¹⁸⁾ Die entsprechenden Winkel in den untersuchten λ^3 -Phospholen^{5,6)} und in Thiophen-Derivaten¹⁷⁾ liegen ebenfalls zwischen 90 und 95°.

¹⁹⁾ Quantitativ betrachtet ist **1** chiral, und die Kristallstruktur enthält auf Grund der Gleitspiegelebenen der Raumgruppe $P2_1/c$ neben dem Molekül der Abb. 2 auch noch ein Quasi-Enantiomeres mit vertauschter Vorzeichenfolge der Torsionswinkel.

dessen grenzt jedes Molekül in der zx -Ebene sowohl nach oben wie nach unten an jeweils sechs andere Moleküle, und mit den beiden Nachbarn in y -Richtung ergibt sich eine Gesamtkoordination von 14. Zwischen Nachbarmolekülen sind die Phenylgruppen zur Erreichung einer optimalen Raumerfüllung ineinander verschränkt. Der kürzeste intermolekulare $C \cdots C$ -Abstand beträgt 361 pm zwischen C14 und C33.

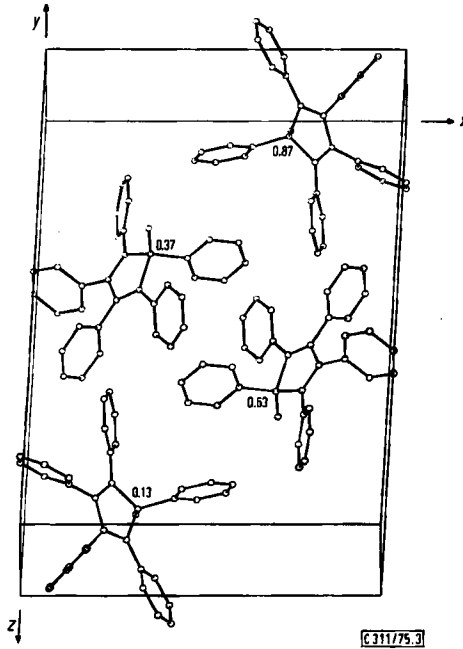


Abb. 3. Elementarzelle von 1 mit y -Koordinaten der P-Atome

Wir danken der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* für die Bereitstellung des automatischen Einkristalldiffraktometers CAD4.

[311/75]