

Kristall- und Molekularstruktur von zwei [2₄]Cyclophanen: [2₄](1,2,3,4)Cyclophan und [2₄](1,2,3,5)Cyclophan

Hermann Irrgartinger*, Jürgen Hekeler und Barbara Margarete Lang

Organisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg,
Im Neuenheimer Feld 270, D-6900 Heidelberg 1

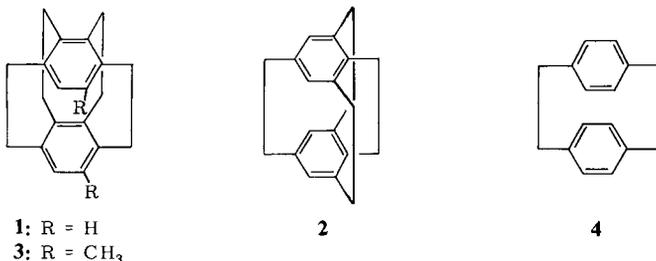
Eingegangen am 11. Mai 1982

Die Bestimmung der Kristall- und Molekularstrukturen der beiden [2₄]Cyclophane [2₄](1,2,3,4)-Cyclophan (**1**) und [2₄](1,2,3,5)Cyclophan (**2**) ergaben für die Phenylringe eine wannenförmige bzw. sofaförmige Deformation. Die abstoßenden Wechselwirkungen zwischen den Phenylringen bewirken weiterhin eine Dehnung der zentralen C–C-Bindungen der Ethanogruppen auf 1.561–1.593 Å.

Crystal and Molecular Structures of two [2₄]Cyclophanes: [2₄](1,2,3,4)Cyclophane and [2₄](1,2,3,5)Cyclophane

The benzene rings of the two [2₄]cyclophanes [2₄](1,2,3,4)cyclophane (**1**) and [2₄](1,2,3,5)cyclophane (**2**) show a boat-like (**1**) and a sofa-like (**2**) distortion from planarity. Because of interring repulsion the central C–C bonds of the ethano groups are stretched to 1.561–1.593 Å.

Die beiden [2₄]Cyclophane [2₄](1,2,3,4)Cyclophan (**1**)^{1a)} und [2₄](1,2,3,5)Cyclophan (**2**)^{1b)} unterscheiden sich nur in der Position einer Ethanobrücke. Die dadurch hervorgerufenen Unterschiede in den Moleküldeformationen wurden durch Röntgenstrukturanalysen geklärt. In multiverbrückten [2_n]Cyclophanen treten extrem kurze Abstände zwischen den C-Atomen der Phenylringe auf, die jedoch deutlich von der Anzahl der Brückenglieder und der Art der Verbrückung abhängig sind^{2,3)}.



Diskussion der Molekularstrukturen

Die gemittelten Bindungslängen und -winkel von **1** sind in Abb. 1 eingetragen. Die experimentell ermittelten Werte stehen in Tab. 1. Die entsprechenden Werte für **2** sind in Abb. 2 eingetragen. Eine stereoskopische Ansicht von **2** ist in Abb. 3 wiedergegeben.

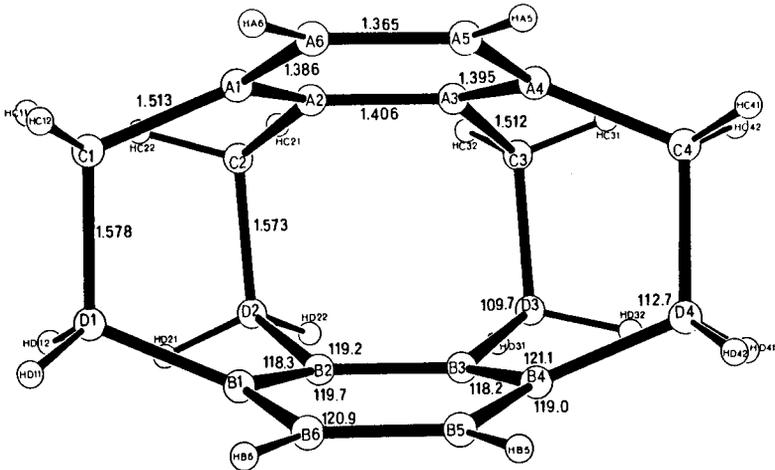


Abb. 1. Gemittelte Bindungslängen (Å) und -winkel ($^{\circ}$) von 1. Die Bezeichnung der Atome gilt für das Molekül **1a** auf allgemeiner Lage. Die Phenylringatome und die C-Atome der CH_2 -Gruppen des Moleküls **1b** auf spezieller Lage ($1 - x, y, 1.5 - z$) werden analog mit E und F bzw. die symmetrieäquivalenten Atome mit XE und XF bezeichnet

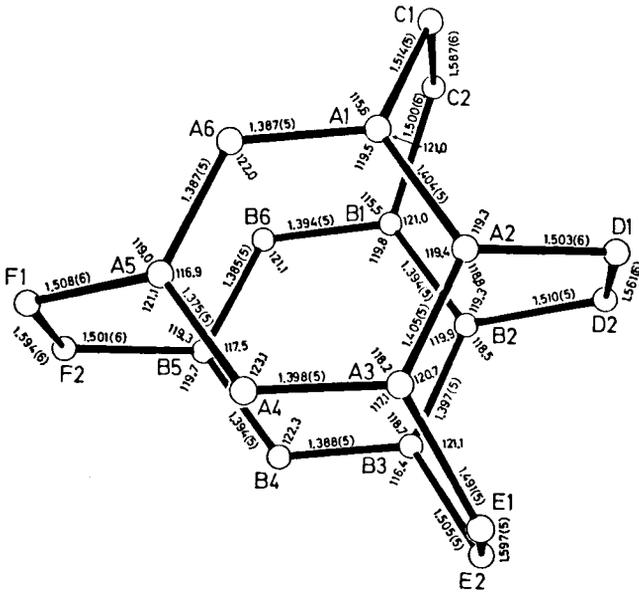
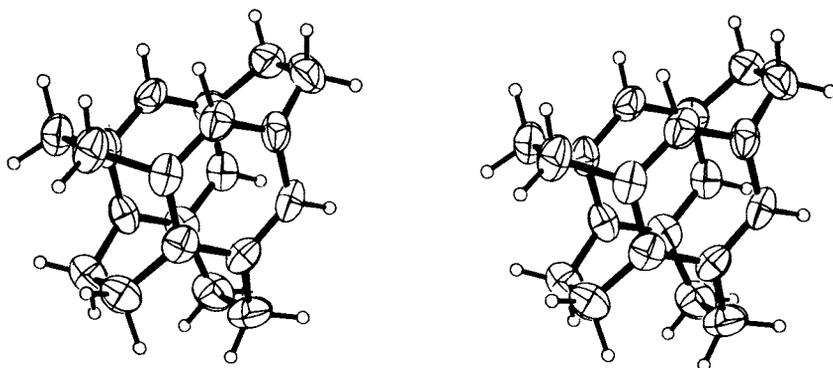
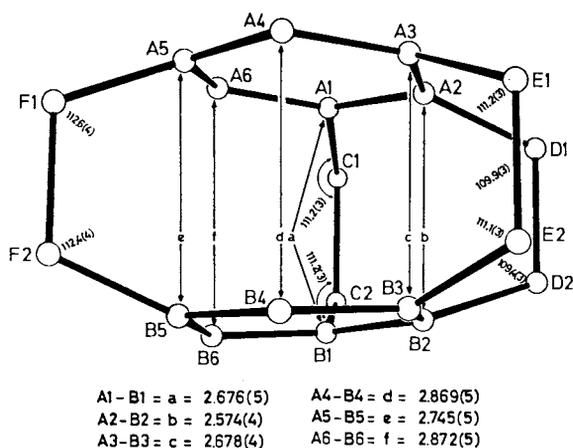


Abb. 2. Bindungslängen (Å) und -winkel ($^{\circ}$) von 2. Die Standardabweichungen der Bindungswinkel betragen im Mittel 0.3°

Im Kristall von 1 liegt ein Molekül (**1a**) auf einer allgemeinen Lage und ein zweites (**1b**) auf einer kristallographischen zweizähligen Achse, die parallel zu den Phenylringen verläuft. Die Moleküle von 2 nehmen nur allgemeine Lagen ein. Durch die Ver-


 Abb. 3. Stereoskopische Ansicht von **2**¹⁰⁾

 Abb. 4. Interplanare Abstände (Å) in **2**. Bindungswinkel der Ethanobrücken (°)

klammerung der Phenylringe mit vier benachbarten Ethanogruppen ist **1** an der unverbrückten Seite aufgeklappt. Die beiden Phenylringe sind um 20.0° (**1a**) bzw. 19.1° (**1b**) gegeneinander geneigt. Die kürzesten Abstände finden sich zwischen $A2 \cdots B2$, $A3 \cdots B3$ und $E2 \cdots XE3$ (im Mittel 2.595 \AA ; Tab. 2). Der Vergleichswert an der gegenüberliegenden offenen Seite beträgt 3.426 \AA . In dem entsprechenden an A5 und B5 substituierten Dimethyl[2₄](1,2,3,4)cyclophan (**3**)³⁾ ist dieser Wert noch größer (3.460 \AA). Die beiden Vergleichswerte für [2.2]Paracyclophan (**4**) betragen 2.78 und 3.09 \AA ⁴⁾.

Die mittleren C–C-Bindungen aller vier Ethanobrücken in **1** sind im Vergleich zum Standardwert von 1.54 \AA ^{5b)} durch die Abstoßungskräfte zwischen den Phenylringen etwa im gleichen Maße gedehnt (1.576 \AA , Tab. 1). Der gleiche Befund gilt für **3**. Die beiden Phenylringe in **1** sind wannenförmig deformiert. Die Winkel zwischen der Ebene eines Wannenbodens (Atome Nr. 2,3,5,6) und den Ebenen durch die Atome Nr. 1,2,6 bzw. 3,4,5 liegen bei $10 - 11^\circ$ (Tab. 3). Im isomeren [2₄](1,2,4,5)Cyclophan sind die

Tab. 1. Experimentell ermittelte Bindungslängen (Å) und -winkel (°) von **1**

A1 - A2 1.394 (2)	A1 - C1 1.518 (4)	E1 - E2 1.398 (3)
A2 - A3 1.403 (3)	A2 - C2 1.518 (3)	E2 - E3 1.408 (2)
A3 - A4 1.403 (3)	A3 - C3 1.515 (3)	E3 - E4 1.384 (3)
A4 - A5 1.389 (3)	A4 - C4 1.508 (4)	E4 - E5 1.377 (3)
A5 - A6 1.366 (4)	B1 - D1 1.516 (3)	E5 - E6 1.365 (3)
A1 - A6 1.384 (3)	B2 - D2 1.511 (2)	E1 - E6 1.391 (3)
B1 - B2 1.392 (2)	B3 - D3 1.511 (3)	E1 - F1 1.513 (3)
B2 - B3 1.408 (3)	B4 - D4 1.508 (5)	E2 - F2 1.512 (3)
B3 - B4 1.406 (3)	C1 - D1 1.580 (3)	E3 - F3 1.508 (3)
B4 - B5 1.388 (3)	C2 - D2 1.571 (3)	E4 - F4 1.516 (3)
B5 - B6 1.364 (3)	C3 - D3 1.574 (3)	F1 -XF4 1.571 (3)
B1 - B6 1.384 (2)	C4 - D4 1.584 (4)	F2 -XF3 1.573 (4)
A1 - A2 - A3 119.7 (2)	D1 - B1 - B6 118.7 (2)	E1 - E2 - E3 119.4 (2)
A2 - A3 - A4 119.7 (2)	D1 - B1 - B2 121.0 (1)	E2 - E3 - E4 120.0 (2)
A3 - A4 - A5 118.0 (2)	D2 - B2 - B1 117.9 (2)	E3 - E4 - E5 118.6 (2)
A4 - A5 - A6 120.9 (2)	D2 - B2 - B3 119.5 (2)	E4 - E5 - E6 120.9 (2)
A5 - A6 - A1 120.9 (2)	D3 - B3 - B2 118.7 (2)	E5 - E6 - E1 120.9 (2)
A6 - A1 - A2 118.4 (2)	D3 - B3 - B4 119.1 (2)	E6 - E1 - E2 117.9 (2)
B1 - B2 - B3 119.8 (1)	D4 - B4 - B3 121.0 (2)	F1 - E1 - E6 119.4 (2)
B2 - B3 - B4 119.5 (2)	D4 - B4 - B5 119.6 (2)	F1 - E1 - E2 120.7 (2)
B3 - B4 - B5 117.7 (2)	A1 - C1 - D1 112.9 (2)	F2 - E2 - E1 118.7 (2)
B4 - B5 - B6 121.5 (2)	A2 - C2 - D2 109.9 (1)	F2 - E2 - E3 119.1 (2)
B5 - B6 - B1 120.5 (2)	A3 - C3 - D3 109.2 (2)	F3 - E3 - E2 119.1 (2)
B6 - B1 - B2 118.5 (2)	A4 - C4 - D4 111.9 (3)	F3 - E3 - E4 118.2 (2)
C1 - A1 - A6 118.7 (2)	B1 - D1 - C1 112.5 (2)	F4 - E4 - E3 121.1 (2)
C1 - A1 - A2 121.3 (2)	B2 - D2 - C2 109.4 (2)	F4 - E4 - E5 118.8 (2)
C2 - A2 - A1 117.6 (2)	B3 - D3 - C3 110.0 (2)	E1 - F1 -XF4 112.8 (2)
C2 - A2 - A3 119.9 (2)	B4 - D4 - C4 113.4 (3)	E2 - F2 -XF3 109.7 (2)
C3 - A3 - A2 119.0 (2)		E3 - F3 -XF2 109.9 (2)
C3 - A3 - A4 118.5 (2)		E4 - F4 -XF1 113.0 (2)
C4 - A4 - A3 121.3 (2)		
C4 - A4 - A5 119.0 (2)		

Tab. 2. Interplanare Abstände (Å) in **1**

A1 ... B1 2.757 (2)	A4 ... B4 2.752 (2)	E1 ... XE4 2.750 (3)
A2 ... B2 2.597 (2)	A5 ... B5 3.424 (3)	E2 ... XE3 2.594 (3)
A3 ... B3 2.595 (2)	A6 ... B6 3.438 (2)	E5 ... XE6 3.415 (4)

Phenylringe in der gleichen Weise und in der gleichen Größenordnung (11°) deformiert⁶). Allerdings zeigen dort die Wannenspitzen nach außen. In **4** beträgt dieser Winkel 12.6°⁵). Im Gegensatz dazu sind die Phenylringe in **2** sofaformig bzw. halbwanneformig deformiert. Die Atome Nr. 1 - 4 und 6 liegen im Rahmen von ± 0.002 Å innerhalb einer Ebene, von der die Atome Nr. 5 jeweils um 0.123 (A5) bzw. 0.104 (B5) Å in Richtung des Molekülnerns abweichen, so daß die Ebenen durch die Atome Nr. 4,5,6

Tab. 3. Interplanarwinkel einiger Ebenen und Neigungswinkel einiger Bindungsvektoren zu Ebenen in **1** und **2**

Cyclophan 1							
Ebene 1	Ebene 2	Winkel (°)	Ebene	Atom	Abweichung Å	Winkel (°)	
A2, A3, A5, A6	A1, A2, A6	10.9	A1, A2, A6	C1	-0.333	12.7	
A2, A3, A5, A6	A3, A4, A5	10.6	A1, A2, A3	C2	-0.437	16.7	
A1, A2, A3, A4	A1, A4, A5, A6	12.7	A2, A3, A4	C3	-0.440	16.9	
B2, B3, B5, B6	B1, B2, B6	11.2	A3, A4, A5	C4	-0.338	12.9	
B2, B3, B5, B6	B3, B4, B5	10.7	B1, B2, B6	D1	0.340	13.0	
B1, B2, B3, B4	B1, B4, B5, B6	12.9	B1, B2, B3	D2	0.435	16.7	
A1, A2, A3, A4, A5, A6	B1, B2, B3, B4, B5, B6	20.0	B2, B3, B4	D3	0.426	16.3	
A2, A3, A5, A6	B2, B3, B5, B6	20.1	B3, B4, B5	D4	0.338	13.0	
A1, A2, A3, A4	B1, B2, B3, B4	7.4	E1, E2, E6	F1	0.359	13.7	
A1, A4, A5, A6	B1, B4, B5, B6	33.0	E1, E2, E3	F2	0.430	16.5	
E2, E3, E5, E6	E1, E2, E6	10.2	E2, E3, E4	F3	0.431	16.6	
E2, E3, E5, E6	E3, E4, E5	10.6	E3, E4, E5	F4	0.322	12.3	
E1, E2, E3, E4	E1, E4, E5, E6	12.6	A4, A5, A6	HA5	-0.121	7.5	
E1, E2, E3, E4, E5, E6	XE1, XE2, XE3, XE4, XE5, XE6	19.1	A1, A5, A6	HA6	-0.195	10.9	
E2, E3, E5, E6	XE2, XE3, XE5, XE6	19.9	B4, B5, B6	HB5	0.144	8.3	
E1, E2, E3, E4	XE1, XE2, XE3, XE4	7.4	B1, B5, B6	HB6	0.153	8.5	
E1, E4, E5, E6	XE1, XE4, XE5, XE6	32.5	E4, E5, E6	HE5	0.127	7.1	
			E1, E5, E6	HE6	0.153	9.2	
Cyclophan 2							
Ebene 1	Ebene 2	Winkel (°)	Ebene	Atom	Abstand	Bindung	Winkel (°)
A1, A2, A3, A4, A5, A6	B1, B2, B3, B4, B5, B6	5.0	A6, A1, A2	C1	0.512	A1 - C1	19.8
A1, A2, A3, A4, A6	B1, B2, B3, B4, B6	8.1	A1, A2, A3	D1	0.408	A2 - D1	15.7
A4, A5, A6	A1, A2, A3, A4, A6	9.8	A2, A3, A4	E1	0.502	A3 - E1	19.7
B4, B5, B6	B1, B2, B3, B4, B6	8.3	A4, A5, A6	F1	0.439	A5 - F1	16.9
			A3, A4, A5	A4H	0.363	A4 - A4H	20.7
			A5, A6, A1	A6H	0.143	A6 - A6H	8.6
			B6, B1, B2	C2	0.493	B1 - C2	19.2
			B1, B2, B3	D2	0.395	B2 - D2	15.2
			B2, B3, B4	E2	0.503	B3 - E2	19.5
			B4, B5, B6	F2	0.467	B5 - F2	18.1
			B3, B4, B5	B4H	0.217	B4 - B4H	12.7
			B5, B6, B1	B6H	0.135	B6 - B6H	8.2

gegenüber jenen Ebenen um 9.8° (A) bzw. 8.3° (B) geneigt sind. Da die beiden Phenylringebenen durch die Atome Nr. 1 – 4 und 6 einen Winkel von 8.1° miteinander bilden, nimmt der interplanare Abstand der entsprechenden C-Atome von 2.574 (A2...B2) bis 2.871 Å an den unverbrückten C-Atomen zu, geht aber wegen der sofaförmigen Deformation wieder auf 2.745 Å (A5...B5) zurück (Abb. 4). Die zentralen C – C-Bindungen der Ethanobrücken C, E und F sind auf 1.593 Å gedehnt (Abb. 2). Die Dehnungskräfte zwischen D1 und D2 (1.561 Å) sind offensichtlich schwächer.

Auf Grund der Abstoßung zwischen den Phenylringen sind sämtliche Brücken-C-Atome in **1** und **2** aus den jeweiligen Ebenen ihrer drei benachbarten Ring-C-Atome zum Molekülinnern hin verschoben. Die Winkel der C – C-Vektoren gegen diese Ebenen liegen zwischen 15 und 20° (Tab. 3). Um die Auswirkungen der C – C – C-Tor-

sionen (Tab. 4) in den Phenylringen auf die Überlappung der π -Orbitale zu reduzieren, sind auch die C-H-Bindungen in gleicher Weise zum Innern des Moleküls geneigt (Tab. 3).

Tab. 4. Torsionswinkel ($^{\circ}$) in **1** und **2**

Cyclophan 1		Cyclophan 2	
A1 - A2 - A3 - A4	0.2(2)	A1 - A2 - A3 - A4	0.3(5)
A2 - A3 - A4 - A5	-12.4(3)	A2 - A3 - A4 - A5	6.0(5)
A3 - A4 - A5 - A6	12.2(3)	A3 - A4 - A5 - A6	-11.6(5)
A4 - A5 - A6 - A1	0.5(3)	A4 - A5 - A6 - A1	11.4(5)
A5 - A6 - A1 - A2	-12.9(3)	A5 - A6 - A1 - A2	-5.7(5)
A6 - A1 - A2 - A3	12.4(2)	A6 - A1 - A2 - A3	-0.4(5)
B1 - B2 - B3 - B4	0.0(3)	B1 - B2 - B3 - B4	-0.4(5)
B2 - B3 - B4 - B5	12.2(2)	B2 - B3 - B4 - B5	-4.5(5)
B3 - B4 - B5 - B6	-12.1(3)	B3 - B4 - B5 - B6	9.5(5)
B4 - B5 - B6 - B1	-0.6(3)	B4 - B5 - B6 - B1	-9.8(5)
B5 - B6 - B1 - B2	13.2(3)	B5 - B6 - B1 - B2	5.3(5)
B6 - B1 - B2 - B3	-12.8(2)	B6 - B1 - B2 - B3	0.0(5)
A1 - C1 - D1 - B1	8.2(2)	A1 - C1 - C2 - B1	0.0(5)
A2 - C2 - D2 - B2	7.2(3)	A2 - D1 - D2 - B2	-0.4(5)
A3 - C3 - D3 - B3	6.1(3)	A3 - E1 - E2 - B3	-0.5(5)
A4 - C4 - D4 - B4	8.1(3)	A5 - F1 - F2 - B5	-1.3(5)
E1 - E2 - E3 - E4	0.6(3)		
E2 - E3 - E4 - E5	-12.9(3)		
E3 - E4 - E5 - E6	12.8(4)		
E4 - E5 - E6 - E1	-0.3(5)		
E5 - E6 - E1 - E2	-11.9(4)		
E6 - E1 - E2 - E3	11.6(3)		
E1 - F1 - XF4-XE4	1.6(3)		
E2 - F2 - XF3-XE3	0.7(2)		

Tab. 5. Intramolekulare Abstände (\AA) zwischen den Ethanobrücken in **1** und **2**. Die Standardabweichungen sind $\leq 0.006 \text{ \AA}$. Die entsprechenden H...H-Abstände betragen im Mittel $2.06 \pm 0.05 \text{ \AA}$

Cyclophan 1					
C1...C2	2.891	D1...D2	2.887	F1...F2	2.905
C2...C3	2.892	D2...D3	2.878	F2...F3	2.877
C3...C4	2.915	D3...D4	2.924	F3...F4	2.886
Cyclophan 2					
C1...D1	2.920	C2...D2	2.909		
D1...E1	2.893	D2...E2	2.896		

Durch die abstoßenden Wechselwirkungen zwischen benachbarten Ethanobrücken (Tab. 5) sind jeweils die äußeren C_2H_4 -Klammern weggebogen, so daß der Winkel A6-A1-C1 und die weiteren entsprechenden Winkel in **1** und **2** kleiner sind als C1-A1-A2 und die übrigen Analogwinkel (Abb. 1 und 2).

Herrn Prof. *H. Hopf* danken wir für die Bereitstellung des Kristallmaterials. Für finanzielle Unterstützung danken wir der *Deutschen Forschungsgemeinschaft*, Bad Godesberg, und dem *Fonds der Chemischen Industrie*, dem B. M. L. auch für ein Stipendium zu Dank verpflichtet ist.

Experimenteller Teil

Die Gitterkonstanten der Cyclophane **1** und **2** wurden aus 54 (**1**) bzw. 48 (**2**) Reflexen hoher Ordnung ermittelt. Sie stehen zusammen mit den anderen experimentellen Parametern der Datensammlung und Verfeinerung in Tab. 6. Die Zuweisung zur zentrischen Raumgruppe *C2/c* für **1** wurde auf Grund der *E*-Statistik⁷⁾ und des *N(Z)*-Tests⁸⁾ durchgeführt.

Die Meßdaten wurden auf einem automatischen Einkristalldiffraktometer (AED-Siemens, Mo-*K_α*-Strahlung, Graphit-Monochromator, 2 Θ - ω -Abtastung) erfaßt. Die Lorentz- und Polarisationskorrektur haben wir vorgenommen. Absorptionseffekte wurden vernachlässigt.

Die Kristallstruktur von **1** und **2** haben wir durch Direkte Methoden mit Hilfe des Programms MULTAN⁹⁾ gelöst. Die Wasserstofflagen wurden an chemisch sinnvollen Positionen berechnet. Die Verfeinerung wurde nach der Methode der kleinsten Quadrate im Vollmatrix-Verfahren mit anisotropen Temperaturfaktoren für die C-Atome und isotropen Temperaturfaktoren für die H-Atome durchgeführt. Die Atomkoordinaten von **1** und **2** und ihre Standardabweichungen sind in Tab. 7 und 8 aufgeführt. Die Streufaktoren stammen aus den International Tables for X-Ray Crystallography^{5a}). Sämtliche Rechnungen wurden im Rechenzentrum (IBM 370-168) der Universität Heidelberg durchgeführt¹¹⁾.

Tab. 6. Experimentelle Parameter der Datensammlung und Verfeinerung

	1	2
Formel	C ₂₀ H ₂₀	C ₂₀ H ₂₀
Molmasse	260,4	260,4
Kristallgröße	0,30 × 0,45 × 0,75 mm ³	0,63 × 0,35 × 0,12 mm ³
Gitterkonstanten	<i>a</i> 42,285 (5) Å <i>b</i> 7,829 (1) <i>c</i> 13,539 (2) β 114,38° (1)	15,557 (3) Å 22,516 (3) 7,585 (1)
Raumgruppe	<i>C2/c</i>	<i>Pbca</i>
Anzahl der Moleküle in der Elementarzelle	<i>Z</i> 12	8
Dichte (Mg/m ³)	<i>D_c</i> 1,27	1,30
Maximum sin Θ/λ (Å ⁻¹)	0,66	0,64
Anzahl der unabhängigen Reflexe	4938	2916
Anzahl der beobachteten Reflexe	3030	1195
Kriterium für beobachtete Reflexe	$F_o^2 > 2,2\sigma(F_o^2)$	$F_o^2 > 2,7\sigma(F_o^2)$
Anzahl der unbeobachteten Reflexe, die in der Verfeinerung verwendet wurden ($ F_c > kF_o$)	515	445
Anzahl der Reflexe mit Nullgewicht	7	8
<i>R</i> -Wert (ohne nicht beob. Reflexe)	0,055	0,057
<i>R</i> -Wert (mit nicht beob. Reflexen)	0,063	0,079

Tab. 7. Atomkoordinaten ($\times 10^5$ für die C-Atome, $\times 10^4$ für die H-Atome) und thermische Parameter ($\times 10^3 \text{ \AA}^2$) mit Standardabweichungen (in Klammern) von 1.

$$U_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

Atom	$\underline{x/a}$	$\underline{y/b}$	$\underline{z/c}$	U_{eq}	Atom	$\underline{x/a}$	$\underline{y/b}$	$\underline{z/c}$	U_{iso}
A1	13611 (4)	45293 (20)	15584 (13)	43 (1)	HA5	2026 (4)	6162 (22)	1323 (14)	54 (5)
A2	12826 (4)	32685 (21)	7650 (13)	43 (1)	HA6	1674 (4)	6635 (24)	2242 (15)	64 (5)
A3	15044 (5)	30048 (21)	2436 (13)	46 (1)	HB5	2482 (5)	2985 (23)	3369 (15)	68 (6)
A4	18041 (5)	40081 (23)	5268 (14)	50 (1)	HB6	2097 (4)	3322 (23)	4219 (16)	67 (5)
A5	18357 (5)	54474 (23)	11607 (16)	51 (1)	HC11	989 (5)	4309 (25)	2199 (15)	76 (6)
A6	16177 (5)	57034 (22)	16617 (15)	49 (1)	HC12	1313 (6)	5513 (37)	2930 (20)	119 (9)
B1	16877 (4)	19566 (21)	30137 (12)	41 (1)	HC21	915 (5)	1427 (24)	10 (17)	72 (6)
B2	16068 (4)	8661 (19)	21308 (12)	39 (1)	HC22	843 (6)	2375 (26)	998 (17)	90 (7)
B3	18415 (5)	6712 (20)	16444 (13)	44 (1)	HC31	1586 (5)	1468 (24)	-875 (17)	69 (6)
B4	21561 (5)	15821 (23)	20585 (16)	50 (1)	HC32	1224 (7)	884 (32)	-753 (21)	119 (9)
B5	22521 (5)	23798 (24)	30561 (17)	53 (1)	HC41	2283 (5)	4234 (37)	430 (17)	84 (7)
B6	20245 (5)	25579 (23)	35278 (14)	49 (1)	HC42	2056 (5)	2677 (28)	-343 (19)	92 (8)
C1	12386 (6)	43902 (30)	24632 (19)	60 (1)	HD11	1519 (5)	3286 (26)	4046 (18)	81 (6)
C2	10295 (5)	18802 (27)	7444 (19)	58 (1)	HD12	1213 (5)	1959 (26)	3107 (16)	73 (6)
C3	14850 (8)	13273 (27)	-3363 (16)	66 (1)	HD21	1113 (5)	23 (28)	2007 (17)	90 (7)
C4	21205 (7)	33445 (35)	4021 (23)	73 (1)	HD22	1225 (5)	-656 (26)	1040 (15)	73 (6)
D1	14046 (6)	28247 (28)	32424 (17)	55 (1)	HD31	1567 (6)	-1098 (34)	391 (19)	106 (9)
D2	12309 (5)	3679 (25)	15073 (17)	54 (1)	HD32	1935 (5)	-222 (27)	371 (16)	78 (7)
D3	17095 (8)	-504 (28)	5096 (16)	64 (1)	HD41	2386 (6)	1077 (34)	980 (20)	113 (9)
D4	23364 (8)	20565 (40)	13413 (27)	80 (2)	HD42	2566 (7)	2521 (33)	1807 (21)	108 (10)
E1	50844 (5)	22156 (29)	90430 (14)	57 (1)	HE5	4570 (5)	4713 (29)	9058 (17)	87 (7)
E2	49530 (4)	6640 (23)	85251 (14)	49 (1)	HE6	4469 (5)	4774 (30)	7361 (16)	88 (7)
E3	46569 (4)	6637 (23)	75338 (14)	47 (1)	HF11	5548 (7)	1540 (37)	10306 (24)	126 (12)
E4	45007 (4)	21928 (26)	70751 (15)	50 (1)	HF12	5502 (8)	3506 (42)	10168 (28)	164 (14)
E5	45950 (6)	36512 (28)	76984 (19)	59 (1)	HF21	5028 (8)	-1958 (38)	8593 (25)	142 (11)
E6	48813 (6)	36701 (30)	86619 (19)	62 (1)	HF22	5343 (6)	-843 (33)	9668 (22)	120 (9)
F1	54660 (7)	24071 (56)	97773 (20)	89 (2)	HF31	4328 (6)	-835 (28)	6298 (19)	98 (8)
F2	51865 (7)	-8887 (36)	88345 (24)	76 (1)	HF32	4643 (6)	-1911 (34)	7327 (21)	108 (9)
F3	45792 (7)	-8917 (32)	68147 (23)	69 (1)	HF41	4143 (7)	3459 (36)	5723 (22)	127 (10)
F4	42965 (6)	23660 (43)	58595 (18)	76 (1)	HF42	4114 (7)	1408 (35)	5602 (22)	126 (10)

Tab. 8. Atomkoordinaten ($\times 10^4$ für die C-Atome, $\times 10^3$ für die H-Atome) und thermische Parameter ($\times 10^3 \text{ \AA}^2$) mit Standardabweichungen (in Klammern) von 2. U_{eq} wie Tab. 7

Atom	$\underline{x/a}$	$\underline{y/b}$	$\underline{z/c}$	U_{eq}	Atom	$\underline{x/a}$	$\underline{y/b}$	$\underline{z/c}$	U_{iso}
A1	2098 (2)	1909 (1)	2068 (4)	48 (2)	A4H	-11 (2)	126 (1)	266 (4)	54 (9)
A2	1973 (2)	1437 (1)	3248 (4)	47 (2)	A6H	147 (2)	246 (1)	36 (3)	38 (8)
A3	1135 (2)	1229 (1)	3563 (4)	47 (2)	B4H	15 (2)	52 (1)	25 (4)	59 (10)
A4	455 (2)	1502 (1)	2674 (4)	52 (2)	B6H	178 (2)	162 (1)	-230 (4)	49 (9)
A5	574 (2)	1927 (1)	1395 (4)	49 (2)	C1Hx	344 (2)	197 (1)	201 (4)	79 (12)
A6	1395 (2)	2160 (1)	1226 (4)	48 (2)	C1Hy	293 (2)	245 (2)	60 (4)	86 (12)
B1	2363 (2)	1105 (1)	-472 (4)	47 (2)	C2Hx	364 (2)	133 (1)	-17 (4)	73 (11)
B2	2227 (2)	667 (1)	795 (4)	46 (2)	C2Hy	319 (2)	175 (1)	-149 (4)	76 (11)
B3	1407 (2)	425 (1)	1020 (4)	46 (2)	D1Hx	264 (2)	85 (2)	476 (4)	78 (13)
B4	741 (2)	634 (1)	-30 (4)	52 (2)	D1Hy	330 (2)	131 (1)	386 (4)	89 (12)
B5	849 (2)	1102 (1)	-1211 (4)	50 (2)	D2Hx	280 (2)	17 (1)	277 (4)	65 (11)
B6	1680 (2)	1301 (1)	-1510 (4)	48 (2)	D2Hy	346 (2)	65 (1)	172 (4)	68 (11)
C1	2957 (2)	2003 (2)	1170 (5)	66 (3)	E1Hx	37 (2)	54 (1)	461 (5)	88 (13)
C2	3109 (2)	1525 (2)	-334 (5)	66 (3)	E1Hy	136 (2)	51 (1)	526 (4)	69 (11)
D1	2721 (3)	5047 (2)	3729 (5)	67 (3)	E2Hx	55 (2)	-8 (1)	264 (4)	80 (11)
D2	2688 (3)	581 (2)	2242 (5)	62 (2)	E2Hy	159 (2)	-16 (1)	315 (3)	46 (9)
E1	987 (3)	614 (2)	4232 (5)	59 (2)	F1Hx	-1 (2)	241 (2)	-58 (5)	81 (12)
E2	1152 (3)	132 (1)	2725 (4)	57 (2)	F1Hy	-62 (2)	194 (1)	24 (4)	84 (12)
F1	-48 (3)	1989 (2)	-120 (6)	72 (3)	F2Hx	19 (2)	174 (2)	-277 (5)	89 (13)
F2	106 (3)	1504 (2)	-1620 (6)	70 (3)	F2Hy	-42 (2)	131 (1)	-170 (4)	85 (13)

1) 1a) J. Kleinschroth und H. Hopf, *Angew. Chem.* **91**, 336 (1979); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **18**, 329 (1979). — 1b) W. Gilb, K. Menke und H. Hopf, *Angew. Chem.* **89**, 177 (1977); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **16**, 199 (1977).

2) F. Vögtle und G. Hohner, *Top. Curr. Chem.* **74**, 1 (1978).

3) A. W. Hanson und T. S. Cameron, *J. Chem. Res. (S)* **1980**, 336; (M) **1980**, 4201.

4) H. Hope, J. Bernstein und K. N. Trueblood, *Acta Crystallogr., Sect. B* **28**, 1733 (1972).

- 5) ^{5a)} International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. IV, Kynoch Press, Birmingham 1974. — ^{5b)} Lit. ^{5a)}, Vol. III.
- 6) *A. W. Hanson*, Acta Crystallogr., Sect. B **33**, 2003 (1977).
- 7) *I. L. Karle, K. S. Dragonette* und *S. A. Brenner*, Acta Crystallogr. **19**, 713 (1965).
- 8) *E. R. Howells, D. C. Phillips* und *D. R. Rogers*, Acta Crystallogr. **3**, 210 (1950).
- 9) *J. P. Declercq, G. Germain, P. Main* und *M. M. Woolfson*, Acta Crystallogr., Sect. A **29**, 231 (1973).
- 10) *C. K. Johnson*, ORTEP II, Report ORNL-5138, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee 1976.
- 11) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 50301, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[152/82]