

Kristall- und Molekularstruktur von zwei [3.2]Cyclophanen: [2.0.0](1,4)Benzeno(1,8)naphthalino(1,4)benzenophan und [2.0.0](1,3)Benzeno(1,8)naphthalino(1,3)benzenophan

Hermann Irrgartinger* und Annette Goldmann

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

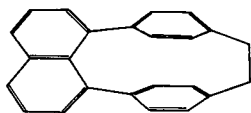
Eingegangen am 11. Mai 1982

Mit Hilfe von Röntgenstrukturanalysen der im Titel aufgeführten [3.2]Paracyclophanverbindung **1** und der [3.2]Metacyclophanverbindung **2**, die jeweils durch eine 1,8-Naphthalino- und eine Ethanogruppe verbrückt sind, wurden wannenförmige Deformationen der Phenylenringe festgestellt. Auf Grund von entgegengesetzten Abweichungen der in *peri*-Stellung substituierten C-Atome von den planaren Naphthalinsystemen und wegen Torsionen um die Ethanobrücken sind beide Cyclophane geringfügig chiral verdrillt. Die [3.2]Metacyclophanverbindung **2** liegt in der *syn*-Konformation vor.

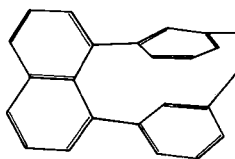
Crystal and Molecular Structures of two [3.2]Cyclophanes: [2.0.0](1,4)Benzeno(1,8)naphthalino(1,4)benzenophane and [2.0.0](1,3)Benzeno(1,8)naphthalino(1,3)benzenophane

The X-ray analyses of the two title compounds, a [3.2]paracyclophane derivative (**1**) and a [3.2]metacyclophane derivative (**2**) bridged by a 1,8-naphthalino and an ethano group, revealed boat-like deformations of the phenylene rings. The *peri*-C-atoms deviate in opposite directions from the naphthaline planes. The ethano bridges show a torsion angle. Because of this small twist both cyclophanes are chiral. The [3.2]metacyclophane compound **2** shows a *syn*-conformation.

In den beiden [3.2]Cyclophanen [2.0.0](1,4)Benzeno(1,8)naphthalino(1,4)benzenophan (**1**)^{1a)} und [2.0.0](1,3)Benzeno(1,8)naphthalino(1,3)benzenophan (**2**)^{1b)}, die von Vögtle et al.¹⁾ synthetisiert worden sind, sind zwei Benzolringe durch eine Dreierbrücke (1,8-Naphthalin) und eine Ethano-Zweierbrücke in *para*- bzw. *meta*-Stellung miteinander verknüpft. Die durch unterschiedliche Brückenlängen und Verknüpfungsart hervorgerufenen Moleküldeformationen sollten durch Röntgenstrukturanalysen geklärt werden.



1



2

Tab. 2. Intramolekulare Abstände (Å) in **1** und **2**

<u>1</u>				<u>2</u>			
C 1...C 9	2.435	C 4...C 6	2.585	C 4...C 5	2.441	C 1...C 8	2.583
C11...C17	2.972	C14...C20	2.744	C11...C17	3.012	C13...C19	2.753
C12...C18	3.169	C16...C22	3.124	C12...C18	2.755	C15...C21	3.959
C13...C19	3.068	C15...C21	3.021	C16...C22	3.675	C14...C20	3.436

(6.4°)⁴). Die Deformation der Phenylenringe in **1** auf Seiten der Zweierbrücke unterscheidet sich nicht signifikant von der auf Seiten der Dreierbrücke. Offensichtlich verteilt sich die sterische Spannung trotz unterschiedlicher Brückenlänge gleichmäßig auf die beiden Benzolkerne. Dieser Effekt wurde auch bei einem [5.2]Paracyclophan⁵) beobachtet, bei dem im Vergleich zu **1** die 1,8-Naphthalin- durch eine 1,8-Anthrachinonbrücke ersetzt ist. Unterschiede treten erst in den β -Winkeln zu Tage (Abb. 1). Auf Seiten der Ethanobrücke ist der C-C-Vektor um durchschnittlich 11.2° gegen die Ebene der drei entsprechenden C-Atome des Benzolringes geneigt, während auf der gegenüberliegenden Seite kaum eine Abweichung zu verzeichnen ist (Tab. 1). Deutlich unterscheiden sich in **1** natürlich auch die a-Abstände (Abb. 1) mit 2.744 (C14...C20) gegenüber 2.972 Å (C11...C17). Die entsprechenden b-Abstände betragen 3.05 und 3.15 Å (Tab. 2). Wie bei Paracyclophanen üblich⁴), sind sämtliche C-H-Vektoren nach innen geneigt (Tab. 1; 6° ± 2).

Tab. 3. Torsionswinkel (°) in **1** und **2**

<u>1</u>		<u>2</u>	
C11-C4-C5-C6	-4.8 (3)	C7-C8-C9-C10	3.3 (4)
C17-C6-C5-C4	-5.1 (3)	C2-C1-C9-C10	4.4 (4)
C3-C4-C11-C12	-72.0 (3)	C2-C1-C11-C12	-116.3 (3)
C7-C6-C17-C22	-74.5 (2)	C7-C8-C17-C22	-94.8 (3)
C7-C6-C5-C10	-2.4 (3)	C9-C1-C11-C12	62.3 (3)
C3-C4-C5-C10	-3.0 (3)	C9-C1-C11-C16	-119.3 (3)
C5-C4-C11-C16	-69.3 (3)	C9-C8-C17-C22	84.3 (3)
C5-C6-C17-C18	-71.3 (2)	C9-C8-C17-C18	-93.0 (3)
C11-C12-C13-C14	-0.2 (4)	C11-C12-C13-C14	-7.2 (3)
C12-C13-C14-C15	-11.6 (3)	C12-C13-C14-C15	0.9 (3)
C13-C14-C15-C16	12.6 (3)	C13-C14-C15-C16	4.2 (3)
C14-C15-C16-C11	-1.8 (3)	C11-C16-C15-C14	-3.2 (3)
C15-C16-C11-C12	-10.2 (3)	C12-C11-C16-C15	-2.8 (3)
C16-C11-C12-C13	11.1 (3)	C16-C11-C12-C13	8.1 (3)
C17-C18-C19-C20	-1.3 (3)	C17-C18-C19-C20	12.0 (3)
C18-C19-C20-C21	11.9 (3)	C18-C19-C20-C21	-4.9 (3)
C19-C20-C21-C22	-10.8 (3)	C19-C20-C21-C22	-3.3 (4)
C20-C21-C22-C17	-0.7 (3)	C20-C21-C22-C17	4.9 (4)
C21-C22-C17-C18	11.4 (3)	C18-C17-C22-C21	1.9 (3)
C22-C17-C18-C19	-10.4 (3)	C19-C18-C17-C22	-10.6 (3)
C14-C23-C24-C20	-5.3 (3)	C13-C23-C24-C19	7.2 (4)

Tab. 4. Bindungswinkel (°) in **1** und **2**

<u>1</u>		<u>2</u>	
C1-C2-C3	119.4 (2)	C1-C2-C3	122.2 (2)
C2-C1-C10	121.2 (2)	C2-C1-C9	119.6 (2)
C1-C10-C5	120.4 (2)	C2-C1-C11	114.9 (2)
C1-C10-C9	119.0 (2)	C1-C9-C8	126.9 (2)
C2-C3-C4	122.7 (2)	C9-C1-C11	125.5 (2)
C3-C4-C5	119.3 (2)	C1-C9-C10	116.8 (2)
C3-C4-C11	116.7 (2)	C1-C11-C12	121.1 (2)
C4-C5-C6	126.8 (2)	C1-C11-C16	120.8 (2)
C4-C5-C10	116.9 (2)	C2-C3-C4	119.6 (3)
C5-C4-C11	123.9 (2)	C3-C4-C10	121.5 (2)
C4-C11-C12	122.0 (2)	C4-C10-C5	119.4 (2)
C4-C11-C16	120.7 (2)	C4-C10-C9	120.1 (2)
C5-C6-C7	119.8 (2)	C5-C6-C7	119.3 (2)
C6-C5-C10	116.3 (2)	C6-C5-C10	121.4 (3)
C5-C6-C17	123.7 (2)	C5-C10-C9	120.5 (2)
C5-C10-C9	120.5 (2)	C6-C7-C8	122.7 (3)
C6-C7-C8	122.8 (2)	C7-C8-C9	119.8 (2)
C7-C6-C17	116.4 (2)	C7-C8-C17	116.6 (2)
C6-C17-C18	120.2 (2)	C8-C9-C10	116.3 (2)
C6-C17-C22	122.5 (2)	C9-C8-C17	123.7 (2)
C7-C8-C9	119.1 (2)	C8-C17-C18	120.9 (2)
C8-C9-C10	121.4 (2)	C8-C17-C22	120.7 (2)
C11-C12-C13	120.5 (2)	C11-C12-C13	122.6 (3)
C12-C11-C16	117.2 (2)	C12-C11-C16	118.0 (2)
C11-C16-C15	121.3 (2)	C11-C16-C15	119.7 (3)
C12-C13-C14	121.1 (2)	C12-C13-C14	117.6 (2)
C13-C14-C15	116.9 (2)	C12-C13-C23	119.4 (3)
C13-C14-C23	122.8 (2)	C13-C14-C15	120.4 (2)
C14-C15-C16	120.8 (2)	C14-C13-C23	122.4 (2)
C15-C14-C23	119.0 (2)	C13-C23-C24	114.7 (2)
C14-C23-C24	113.6 (2)	C14-C15-C16	121.1 (3)
C17-C18-C19	120.7 (2)	C17-C18-C19	122.0 (3)
C18-C17-C22	117.3 (2)	C18-C17-C22	118.4 (2)
C17-C22-C21	120.6 (2)	C17-C22-C21	119.9 (2)
C18-C19-C20	121.2 (2)	C18-C19-C20	117.1 (2)
C19-C20-C21	117.1 (2)	C18-C19-C24	120.1 (2)
C19-C20-C24	119.2 (3)	C19-C20-C21	121.0 (2)
C20-C21-C22	121.2 (2)	C20-C19-C24	121.2 (2)
C21-C20-C24	122.2 (2)	C19-C24-C23	112.1 (3)
C20-C24-C23	112.9 (2)	C20-C21-C22	120.6 (3)

Die wannenförmige Deformation der Phenylenringe geht auch aus den Torsionswinkeln hervor (Tab. 3). Die beiden Phenylenringe haben eine Neigung von 3.8° . Ihre beiden Zentren sind in der Projektion senkrecht zu den Ebenen um 0.6 \AA gegeneinander verschoben. Bedingt durch den Torsionswinkel C14-C23-C24-C20 von 5.3° an der

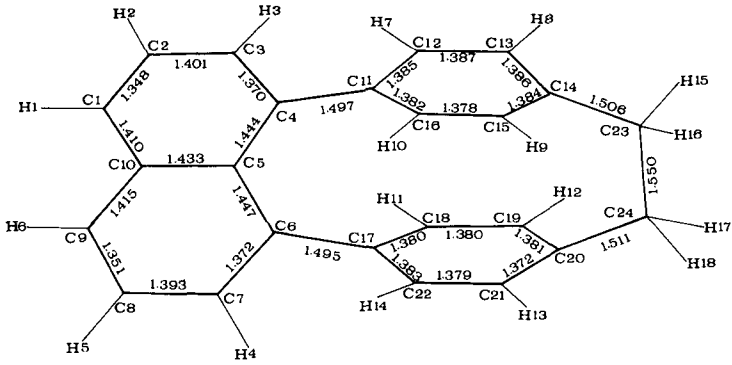


Abb. 2. Bindungslängen (Å) von 1. Die Standardabweichungen liegen bei 0.002 – 0.004 Å

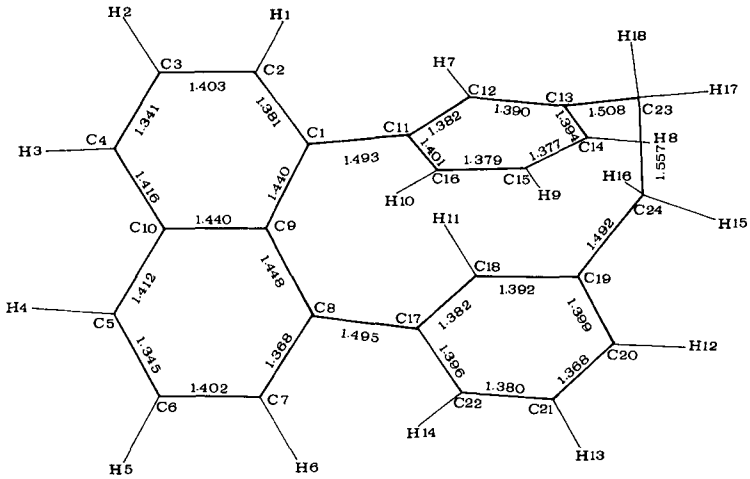


Abb. 3. Bindungslängen (Å) von 2. Die Standardabweichungen liegen bei 0.003 – 0.004 Å

Ethanobrücke sind die beiden Phenylenringe um etwa 6° gegeneinander verdreht. Dadurch wird eine sterisch ungünstige, verdeckte Anordnung des Cyclophansystems vermieden. Ebenfalls aus diesem Grunde weicht das Naphthalinsystem deutlich von der senkrechten Anordnung zu den Phenylenringen ab (C11 bis C16 71.5° , C17 bis C22 72.5°). Die molekulare C_{2v} -Symmetrie ist demnach erheblich gestört, so daß 1 in der vorliegenden Konformation chiral ist.

Das [3.2]Cyclophan 2 enthält eine Metacyclophaneinheit in der *syn*-Anordnung (Abb. 1), die bisher in einem solchen Cyclophan röntgenstrukturanalytisch noch nicht untersucht worden ist. Im allgemeinen zeigen die Strukturanalysen von Metacyclophanen^{2b,6)} die *anti*-Orientierung der Phenylenringe (Abb. 1). In einem substituierten [3.3]Metacyclophan⁷⁾ und einigen polyverbrückten Cyclophanen⁸⁾, welche die Metacyclophaneinheit impliziert enthalten, wurde eine *syn*-Anordnung im Kristall gefun-

den. Wegen der starren Dreierbrücke des Naphthalins ist in **2** eine *anti*-Anordnung nicht möglich. Die Phenylenringe von **2** sind ebenfalls wannenförmig deformiert. Allerdings sind im Gegensatz zu den Paracyclophanen in Metacyclophanen die Wannen nach außen geöffnet (Abb. 1). Auf Grund der ungleichen sterischen Belastung ist das Ausmaß der Deformation unterschiedlich. Im Innern des Moleküls ist der α -Winkel (Abb. 1) in **2** mit durchschnittlich 9° deutlich größer als der entsprechende Wert von 3° auf der Außenseite (Tab. 1). Die Vergleichswerte in [2.2]Metacyclophan^{6a)} sind 9.5 und 4.1° . Dieses Bild der Deformationen in **2** ist in gleicher Weise den Torsionswinkeln zu entnehmen (Tab. 3). Wie bei **1** sind in **2** die den β -Winkeln entsprechenden Abweichungen der C-C-Vektoren aus den Ebenen der entsprechenden drei C-Atome der Benzolkerne auf Seiten der Zweierbrücke (durchschnittlich 10° ; Tab. 1) stärker als auf der Gegenseite (2°). Im Gegensatz zu *anti*-[2.2]Metacyclophan liegt in unserem *syn*-**2** der kürzeste transannulare Kontakt nicht zwischen C12 und C18 (2.755 Å; Tab. 2), sondern direkt an der Zweierbrücke (C13...C19 2.753 Å). Der Abstand H7...H11 beträgt 2.25 Å. Da die beiden Phenylenringe um 27.1° zueinander geneigt sind, nehmen die Abstände bis auf 3.959 Å (C15...C21) zu. Die Naphthalineinheit bildet mit den Phenylenringen einen Winkel von 118.4° (C11 bis C16) und 92.8° (C17 bis C22). Das Molekül **2** weicht demnach erheblich von der formalen C_s -Symmetrie ab und zeigt eine chirale Konformation. Der Torsionswinkel C13 - C23 - C24 - C19 an der Ethanobrücke beträgt 7.2° (Tab. 3).

Tab. 5. Experimentelle Parameter der Datensammlung und Verfeinerung

	1	2
Formel	C ₂₄ H ₁₈	C ₂₄ H ₁₈
Molmasse	306.4	306.4
Kristallgröße	0.55 × 0.35 × 0.20 mm ³	0.45 × 0.30 × 0.28 mm ³
Gitterkonstanten	<i>a</i> 25.818 (3) Å <i>b</i> 8.499 (1) <i>c</i> 7.341 (1)	7.848 (1) Å 10.287 (2) 11.163 (2) <i>α</i> 99.73 (2)° <i>β</i> 112.79 (1)° <i>γ</i> 78.43 (1)°
Raumgruppe	<i>P</i> 2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	<i>P</i> $\bar{1}$
Anzahl der Moleküle in der Elementarzelle	<i>Z</i> 4	2
Dichte (Mg/m ³)	<i>D</i> _c 1.26	1.26
Maximum sin Θ/λ (Å ⁻¹)	0.664	0.664
Anzahl der unabhängigen Reflexe	2267	3954
Anzahl der beobachteten Reflexe	1835	2639
Kriterium für beobachtete Reflexe	$F_o^2 > 2.2 \sigma(F_o^2)$	$F_o^2 > 2.2 \sigma(F_o^2)$
Anzahl der unbeobachteten Reflexe, die in der Verfeinerung verwendet wurden ($ F_c > kF_o$)	190	401
Anzahl der Reflexe mit Nullgewicht	17	18
<i>R</i> -Wert (ohne nicht beob. Reflexe)	0.039	0.054
<i>R</i> -Wert (mit nicht beob. Reflexen)	0.046	0.062

Tab. 6. Atomkoordinaten von **1** und **2** (C-Atome $\times 10^4$; H-Atome $\times 10^3$) sowie thermische Parameter ($\times 10^3 \text{ \AA}^2$) mit Standardabweichungen (in Klammern). $U_{\text{eq}} = \frac{1}{3} \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$

1	x/a			$U_{\text{eq}}/$ U_{iso}	2	x/a			$U_{\text{eq}}/$ U_{iso}
	y/b	z/c	y/b			z/c			
C1	3070(1)	5957(3)	7111(3)	55(1)	C1	2258(3)	3832(2)	2752(2)	33(1)
C2	3450(1)	6859(3)	6410(4)	61(1)	C2	4010(4)	3076(2)	3068(3)	47(1)
C3	3761(1)	6260(2)	5007(3)	52(1)	C3	4262(4)	1683(3)	2808(3)	55(1)
C4	3698(1)	4775(2)	4315(3)	39(1)	C4	2765(4)	1048(2)	2254(3)	48(1)
C5	3284(1)	3797(2)	4993(3)	36(1)	C5	-607(5)	1041(3)	1282(3)	52(1)
C6	3143(1)	2244(2)	4353(3)	38(1)	C6	-2377(5)	1674(3)	878(3)	63(2)
C7	2744(1)	1445(2)	5173(3)	49(1)	C7	-2710(4)	3072(3)	1030(3)	54(1)
C8	2447(1)	2088(3)	6569(3)	57(1)	C8	-1301(3)	3831(2)	1596(2)	36(1)
C9	2558(1)	3552(3)	7172(3)	52(1)	C9	622(3)	3189(2)	2088(2)	32(1)
C10	2974(1)	4431(2)	6436(3)	43(1)	C10	924(4)	1755(2)	1875(2)	40(1)
C11	4079(1)	4258(2)	2899(3)	39(1)	C11	2251(3)	5290(2)	3176(2)	31(1)
C12	4074(1)	4860(3)	1146(3)	57(1)	C12	1470(3)	5914(2)	4081(2)	35(1)
C13	4360(1)	4150(3)	-225(4)	65(2)	C13	1274(3)	7288(2)	4401(2)	39(1)
C14	4660(1)	2830(3)	122(3)	56(1)	C14	2088(3)	8029(2)	3887(3)	44(1)
C15	4736(1)	2432(3)	1930(3)	53(1)	C15	3027(3)	7410(2)	3080(3)	46(1)
C16	4446(1)	3121(3)	3288(3)	46(1)	C16	3081(3)	6057(2)	2692(2)	39(1)
C17	3390(1)	1462(2)	2749(3)	37(1)	C17	-1868(3)	5311(2)	1647(2)	33(1)
C18	3289(1)	1995(3)	1008(3)	47(1)	C18	-2309(3)	6018(2)	2682(2)	37(1)
C19	3573(1)	1454(3)	-447(3)	55(1)	C19	-2471(3)	7403(2)	2894(2)	39(1)
C20	3971(1)	388(2)	-211(3)	50(1)	C20	-2526(3)	8075(2)	1888(3)	44(1)
C21	4009(1)	-324(3)	1461(4)	56(1)	C21	-2285(4)	7390(3)	789(3)	47(1)
C22	3721(1)	193(2)	2926(3)	49(1)	C22	-1886(3)	6016(3)	677(2)	40(1)
C23	4807(1)	1666(4)	-1335(4)	73(2)	C23	-19(4)	7934(3)	5110(3)	53(1)
C24	4404(1)	331(4)	-1594(4)	70(2)	C24	-2135(4)	8087(3)	4238(3)	53(1)
H1	287(1)	629(3)	814(3)	50(6)	H1	516(4)	354(3)	361(3)	58(8)
H2	354(1)	791(3)	679(3)	74(8)	H2	565(5)	120(3)	317(3)	96(12)
H3	405(1)	687(2)	445(3)	52(6)	H3	285(4)	10(3)	197(3)	60(8)
H4	263(1)	44(2)	463(3)	51(6)	H4	-36(4)	6(3)	106(3)	58(7)
H5	216(1)	151(3)	709(3)	68(7)	H5	-344(4)	115(3)	38(3)	79(9)
H6	237(1)	399(2)	810(3)	42(6)	H6	-398(5)	352(3)	672(3)	86(11)
H7	382(1)	566(3)	85(3)	67(7)	H7	90(3)	536(2)	444(2)	51(7)
H8	433(1)	449(3)	-145(4)	77(8)	H8	205(3)	899(3)	422(2)	54(7)
H9	498(1)	156(3)	232(3)	59(6)	H9	376(4)	791(3)	285(3)	85(10)
H10	446(1)	275(3)	453(3)	49(6)	H10	366(3)	560(2)	204(2)	51(7)
H11	305(1)	286(3)	87(3)	60(6)	H11	-223(4)	552(3)	346(3)	68(8)
H12	350(1)	185(3)	-170(3)	72(8)	H12	-264(4)	903(3)	204(3)	57(8)
H13	428(1)	-111(3)	169(3)	63(7)	H13	-236(4)	783(3)	4(3)	74(9)
H14	376(1)	-22(3)	415(3)	58(7)	H14	-158(3)	547(2)	-5(2)	46(7)
H15	487(1)	219(4)	-258(5)	116(12)	H15	-272(5)	780(3)	472(3)	92(11)
H16	514(1)	116(4)	-100(4)	124(12)	H16	-252(4)	908(3)	429(3)	86(10)
H17	430(1)	26(3)	-301(4)	84(8)	H17	18(5)	747(3)	577(3)	91(12)
H18	465(1)	-75(3)	-184(4)	89(9)	H18	29(4)	885(3)	551(3)	83(10)

Von der Ebene der jeweiligen Naphthalinsysteme, die innerhalb $\pm 0.013 \text{ \AA}$ (**1**) bzw. $\pm 0.027 \text{ \AA}$ (**2**) planar sind, weichen die in *peri*-Stellung stehenden C-Atome C11 und C17 in entgegengesetzter Richtung um 0.112 bzw. 0.163 \AA für **1** und 0.190 und 0.146 \AA für **2** ab. Die Bindungswinkel C4–C5–C6 in **1** und C1–C9–C8 in **2** sind auf 126.8 bzw. 126.9° aufgeweitet (Tab. 4). Die entsprechenden Bindungslängen sind auf durchschnittlich 1.445 \AA gedehnt und zeigen somit innerhalb der Naphthalinsysteme die längsten Werte (Abb. 2 und 3). Die entsprechenden Winkel an der unsubstituierten Seite betragen nur 119.0° (C1–C10–C9 in **1**) bzw. 119.4° (C4–C10–C5 in **2**). Auch die Bindungswinkel an den *peri*-C-Atomen des Naphthalins innerhalb des Cyclophansystems von **1** und **2**, die zu den oben erwähnten Winkeln benachbart sind, werden auf durchschnittlich 124° aufgeweitet (Tab. 4). Im Vergleich zu den [2.2]Cyclophanen^{2c)} ist in unserem [3.2]Cyclophan die sterische Spannung reduziert, so daß die zentralen C–C-Bindungen der Ethanobrücken in **1** (1.550 \AA) und **2** (1.557 \AA) nur geringfügig gedehnt sind (Abb. 2 und 3). Die Torsionen entlang dieser Bindungen (Tab. 3) führen ebenfalls zu einer Spannungsreduzierung.

Herrn Prof. F. Vögtle, Universität Bonn, danken wir für Substanzproben. Für Sachbeihilfen danken wir der *Deutschen Forschungsgemeinschaft*, Bad Godesberg, und dem *Fonds der Chemischen Industrie*, Frankfurt.

Experimenteller Teil

Die Gitterkonstanten der Cyclophane **1** und **2** wurden aus Reflexen hoher Ordnung ermittelt und stehen zusammen mit den anderen experimentellen Parametern der Datensammlung und Verfeinerung in Tab. 5. Die Meßdaten wurden auf einem automatischen Einkristalldiffraktometer (AED-Siemens, Mo- K_{α} -Strahlung, Graphit-Monochromator, 2Θ - ω -Abtastung) erfaßt. Lorentz- und Polarisationskorrektur wurden vorgenommen, Absorptionseffekte vernachlässigt.

Die Kristallstruktur der beiden Cyclophane haben wir durch Direkte Methoden mit Hilfe des Programms MULTAN⁹⁾ gelöst. Die Lösung der Verbindung **2** gelang erst schrittweise nach Ausschluß der drei stärksten Reflexe ($E(hkl)$ -Werte). Die Wasserstofflagen wurden an chemisch sinnvollen Positionen berechnet. Die Verfeinerung wurde im Vollmatrix-Verfahren mit anisotropen Temperaturfaktoren für die C-Atome und isotropen Temperaturfaktoren für die H-Atome durchgeführt. Die Streufaktoren entstammen der Lit.¹⁰⁾ Die Atomkoordinaten von **1** und **2** und ihre Standardabweichungen stehen in Tab. 6. Sämtliche Rechnungen wurden im Rechenzentrum (IBM 370-168) der Universität Heidelberg durchgeführt¹¹⁾.

- 1) ^{1a)} W. Bieber und F. Vögtle, *Angew. Chem.* **89**, 199 (1977); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **16**, 175 (1977). – ^{1b)} F. Vögtle und R. Wingen, persönliche Mitteilung.
- 2) Übersichtsartikel: ^{2a)} D. J. Cram und J. M. Cram, *Acc. Chem. Res.* **4**, 204 (1971). – ^{2b)} F. Vögtle und P. Neumann, *Angew. Chem.* **84**, 75 (1972); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **11**, 73 (1972). – ^{2c)} F. Vögtle und P. Neumann, *Top. Curr. Chem.* **48**, 67 (1974).
- 3) H. Hope, J. Bernstein und K. N. Trueblood, *Acta Crystallogr., Sect B* **28**, 1733 (1972).
- 4) P. K. Gantzel und K. N. Trueblood, *Acta Crystallogr.* **18**, 958 (1965).
- 5) H. Irngartinger und J. Hekeler, *Chem. Ber.* **116**, 544 (1983), nachstehend.
- 6) ^{6a)} Y. Kai, N. Yasuoka und N. Kasai, *Acta Crystallogr., Sect B* **33**, 754 (1977). – ^{6b)} M. Wittek, F. Vögtle, G. Stühler, A. Mannschreck, B. M. Lang und H. Irngartinger, *Chem. Ber.* **116**, 207 (1983).
- 7) H. A. Staab, C. P. Herz, A. Döhling und C. Krieger, *Chem. Ber.* **113**, 241 (1980).
- 8) A. W. Hanson und K. Huml, *Acta Crystallogr., Sect B* **25**, 2310 (1969); **27**, 459 (1971); A. W. Hanson, ebenda **33**, 2003 (1977); A. W. Hanson und T. S. J. Cameron, *J. Chem. Res. (S)* **1980**, 336; (M) **1980**, 4201; J. Juriew, T. Skorochodowa, J. Merkushev, W. Winter und H. Meier, *Angew. Chem.* **93**, 285 (1981); *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **20**, 285 (1981).
- 9) J. P. Declercq, G. Germain, P. Main und M. M. Woolfson, *Acta Crystallogr., Sect A* **29**, 231 (1973).
- 10) *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. IV, Kynoch Press, Birmingham 1974.
- 11) Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie Physik Mathematik, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD 50240, des Autors und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

[153/82]