

## Röntgeneinkristallstrukturanalyse von 1-(2,5-Dichlorphenylazo)-2-hydroxy-3-naphthoesäure-(4-chlor-2,5-dimethoxy-anilid) (Chlorderivat von Permanentbraun FG®)

VON D. KOBELT, E. F. PAULUS UND W. KUNSTMANN

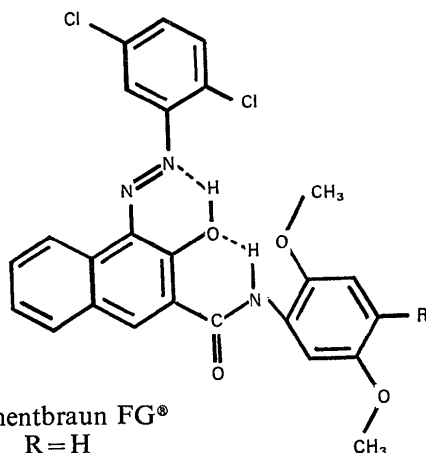
Farbwerke Hoechst AG, vormals Meister Lucius & Brüning, 6230 Frankfurt/Main 80, Deutschland (BRD)

(Eingegangen am 23. Juli 1971)

The crystal-structure of 1-(2,5-dichlorophenylazo)-2-hydroxy-3-naphthoic acid 4-chloro-2,5-dimethoxy-anilide has been determined by X-ray methods. The structure has been refined to an  $R$  value of 10.3% with 3081 unique reflexions. The crystals belong to the space group  $P\bar{1}$  with  $a = 12.96 \pm 0.01$ ;  $b = 3.963 \pm 0.005$ ,  $c = 22.80 \pm 0.02$  Å,  $\alpha = 93.6 \pm 0.3$ ,  $\beta = 99.6 \pm 0.3$  and  $\gamma = 99.5 \pm 0.3^\circ$  and with 2 molecules in the unit cell. There are only intramolecular hydrogen bonds. The biggest angle between the least-squares planes of the various atomic arrangements and the least-squares plane of the molecule is  $14.1^\circ$ . Neither the hydrazone nor the azo tautomer is congruent with the atomic distances but there should be figures which describe the bond orders. In this way one can explain, that the whole molecule is an almost planar, fully conjugated  $\pi$  system.

### Einführung

Permanentbraun FG® (Colour Index 12.480, Pigment Brown 1) stellt das älteste im Handel befindliche braune Azopigment dar, das sich durch eine besonders gute Lichtechtheit auszeichnet.



Das Formelbild gibt das Azotautomere wieder. Durch Wanderung des Wasserstoffatoms der Hydroxygruppe zum Stickstoffatom der Azogruppe, welches dem Benzolring benachbart ist, entsteht daraus das Hydrazone-tautomere. Gleichzeitig bildet sich am Naphthalinring ein *ortho*-chinoides System aus. Wenn eines der beiden Tautomeren im Kristallverband fixiert ist, dann sollte dieses durch entsprechende Atomabstände zu erkennen sein. Weiterhin steht die Konformation des Moleküls im Kristall zur Diskussion, was gleichbedeutend mit der Frage ist, ob intramolekulare – wie im Formelbild wiedergegeben – oder intermolekulare Wasserstoffbrückenbindungen vorliegen.

Um diese Fragen entscheiden zu können, führten wir eine Röntgenkristallstrukturanalyse durch.

### Experimentelle Daten und Lösung des Strukturproblems

Es gelang nicht, vom Permanentbraun FG® Einkristalle zu züchten. Es bildeten sich jeweils Kristalle mit Längsstreifung aus, die sich auf einer Precessionkamera als polykristalline Gebilde bzw. Einkristalle mit vielen Baufehlern erwiesen. Erst ein Chlorderivat von Permanentbraun FG® ( $R = Cl$ ) war der Einkristallzüchtung zugänglich. Die Pulver-Zählrohrdiagramme der beiden Verbindungen sind sehr ähnlich, woraus man auf Isomorphie schließen kann. Die Kristalle wurden aus einer beim Siedepunkt gesättigten Lösung in Chlorbenzol hergestellt. Die Abkühlungsrate betrug  $0,6^\circ C$  pro Stunde.

Um den zu untersuchenden Kristall ( $0,4 \times 0,1 \times 0,01$  mm) besser handhaben zu können, wurde er in ein Markröhrchen eingeschmolzen. Die kristallographischen Untersuchungen wurden auf einer Precessionkamera (Fa. Stoe, Cu  $K\alpha$ -Strahlung) vorgenommen. Es liegt die triklinische Raumgruppe  $P\bar{1}$  vor mit den Zellkonstanten  $a = 12,96 \pm 0,01$ ;  $b = 3,963 \pm 0,005$ ;  $c = 22,80 \pm 0,02$  Å;  $\alpha = 93,6 \pm 0,3$ ;  $\beta = 99,6 \pm 0,3$ ;  $\gamma = 99,5 \pm 0,3^\circ$ .

In einem Elementarzellenvolumen von  $1134 \text{ \AA}^3$  sind 2 Moleküle enthalten. Die röntgenographische Dichte beträgt so  $1,554 \text{ g.cm}^{-3}$ . Die Röntgenintensitäten wurden auf einem automatischen Siemens-Einkristalldiffraktometer nach Professor Hoppe vermessen (on line-Betrieb; Fünfpunktmessung; Cu  $K\alpha$ -Strahlung;  $\theta_{\max} = 70^\circ$ ; 3895 Reflexe; 1721 Reflexe mit einem relativen prozentualen Fehler  $r < 3$ ; 2233 Reflexe mit  $r < 5$ ; 3081 Reflexe mit  $r < 15$ ). Nach Ausführung der üblichen Korrekturen an den gemessenen Röntgenintensitäten wurden der Overall-Temperaturfaktor und der absolute Skalierungsfaktor mit einer Wilsonstatistik ermittelt.

® Eingetragenes Warenzeichen der Farbwerke Hoechst AG.

Das Strukturproblem wurde mit den Methoden zur direkten Phasenbestimmung (Germain & Woolfson, 1968; Germain, Main & Woolfson, 1970) gelöst. Es wurden den 300 grössten normalisierten Struktur-

toren  $E(hkl)$  [ $E(hkl) = F(hkl) / (\sum_{i=1}^N f_i^2)^{1/2}$ ;  $F(hkl)$ : Struk-

turfaktor mit den Indizes  $h, k, l$ ] Vorzeichen zugeordnet und damit als Fourierkoeffizienten eine Fouriersynthese gerechnet. Ein räumliches Modell davon liess bereits das ganze Molekül erkennen. Eine Fouriersynthese der Elektronendichte bestätigte die Richtigkeit der gefundenen Lösung.

Die Strukturparameterverfeinerung wurde nach der Methode der kleinsten Quadrate mit Blockmatrizen und zuletzt mit vollständiger Matrix durchgeführt. Das Gewicht der Abweichungsquadrate wurde als  $F_{\text{beob.}}^2 / [s(F_{\text{beob.}}^2)]^2$  proportional angenommen, wobei  $F_{\text{beob.}}$  die gemessene Strukturamplitude und  $s(F_{\text{beob.}}^2)$  den absoluten statistischen Messfehler von  $F_{\text{beob.}}^2$  bedeuten. Am Beginn der Verfeinerung wurden nur die Messungen mit  $r < 3$  berücksichtigt (7 Zyklen mit isotropen Temperaturfaktoren für alle Atome; 4 Zyklen mit nur für die Chloratome anisotropen Temperaturfaktoren; Blockmatrizen), was einen  $R$ -Wert ( $R = \sum |F_{\text{beob.}}| - |F_{\text{ber.}}| / \sum |F_{\text{beob.}}| \cdot 100\%$ ) von 8,42 % ergab. Dann wurden die Messungen mit  $r$  zwischen 3 und 15 hinzugenommen. Nach 2 Zyklen mit Blockmatrizen wurden noch 2 Zyklen mit vollständiger Matrix angefügt, um eine exakte Fehlerberechnung der Atomabstände und sonstiger metrischer Grössen durchführen zu können. Beim letzten Verfeinerungszyklus waren die Änderungen nur bei 2 Temperaturfaktoren geringfügig grösser als die Hälfte der jeweiligen Standardabweichung, so dass die Verfeinerung als abgeschlossen betrachtet werden konnte. Bei 2925 Freiheitsgraden (Zahl der beobachteten Reflexe – Zahl der zu verfeinernden Parameter) beträgt der  $R$ -Wert 10,3 %.

Die Berechnungen erfolgten auf einer IBM 360/40 G mit dem von uns entwickelten Programmsystem SER.

### Ergebnisse der Strukturanalyse und Diskussion

Fig. 1 zeigt eine Projektion des Moleküls auf die  $a/c$ -Ebene. Tabelle 1 gibt die Atomkoordinaten in Einheiten der Zellkonstanten wieder, Tabelle 2 die anisotropen, Tabelle 3 die isotropen Temperaturfaktoren, Tabelle 4 die Bindungslängen und Tabelle 5 die Bindungswinkel. Die Standardabweichungen sind jeweils in Klammern in Einheiten der letzten aufgeführten Dezimalstelle angegeben. Für die anisotrope Temper-

aturfaktorkorrektur der Strukturanteile der einzelnen Atome gilt folgender Ausdruck

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

Tabelle 6 enthält die Koeffizienten  $P$ ,  $Q$ ,  $R$  und  $S$  für die Gleichungen von Kleinsten-Quadrate-Ebenen durch bestimmte Atome des Moleküls, wobei gilt

$$Px + Qy + Rz + S = 0,$$

wenn man für  $x$ ,  $y$  und  $z$  das Koordinatensystem der Elementarzelle zugrunde legt (Hamilton, 1961). Tabelle 6 gibt ausserdem die von uns erhaltenen  $\chi^2$ -Werte an. Zum Vergleich sind die kritischen Werte für 95 und 99 % statistische Sicherheit aufgeführt. Ist der berechnete  $\chi^2$ -Wert kleiner als der kritische  $\chi^2$ -Wert für eine statistische Sicherheit von 95 %, so besteht keine Veranlassung dafür, die Hypothese der Planarität abzulehnen. Die Grössen in Spalte  $T$  geben die

Tabelle 1. Atomkoordinaten

	$x$	$y$	$z$
Cl(1)	0,0506 (2)	0,6443 (6)	0,4002 (1)
Cl(2)	0,2445 (2)	0,2953 (7)	0,1936 (1)
Cl(3)	0,2316 (2)	0,1117 (6)	0,0337 (1)
O(1)	0,4772 (4)	0,6969 (13)	0,7483 (2)
O(2)	0,1571 (4)	0,7098 (13)	0,7559 (2)
O(3)	0,0783 (4)	0,3583 (13)	0,9489 (2)
O(4)	0,4525 (4)	0,3071 (13)	0,8679 (2)
N(1)	0,3677 (5)	0,0974 (16)	0,3014 (3)
N(2)	0,5662 (5)	0,9944 (16)	0,6544 (3)
N(3)	0,3100 (5)	0,5479 (15)	0,8006 (3)
C(1)	0,8943 (6)	0,1751 (21)	0,6577 (3)
C(2)	0,7846 (6)	0,1207 (20)	0,6524 (3)
C(3)	0,7420 (6)	0,9745 (20)	0,6993 (3)
C(4)	0,8089 (7)	0,8798 (22)	0,7483 (4)
C(5)	0,9194 (7)	0,9441 (23)	0,7517 (4)
C(6)	0,9623 (7)	0,0871 (22)	0,7055 (4)
C(7)	0,4628 (6)	0,9471 (19)	0,6570 (3)
C(8)	0,3936 (6)	0,0413 (19)	0,6058 (3)
C(9)	0,4321 (6)	0,1558 (21)	0,5550 (4)
C(10)	0,3630 (7)	0,2470 (22)	0,5079 (4)
C(11)	0,2531 (7)	0,2226 (23)	0,5096 (4)
C(12)	0,2143 (6)	0,1033 (21)	0,5594 (4)
C(13)	0,2842 (6)	0,0146 (19)	0,6076 (3)
C(14)	0,2437 (6)	0,8951 (19)	0,6586 (3)
C(15)	0,3053 (6)	0,7945 (18)	0,7066 (3)
C(16)	0,4180 (6)	0,8037 (19)	0,7069 (3)
C(17)	0,2498 (6)	0,6775 (18)	0,7566 (3)
C(18)	0,2825 (5)	0,4374 (18)	0,8542 (3)
C(19)	0,1849 (6)	0,4534 (19)	0,8717 (3)
C(20)	0,1703 (5)	0,3531 (18)	0,9275 (3)
C(21)	0,2515 (6)	0,2385 (19)	0,9641 (3)
C(22)	0,3476 (6)	0,2118 (19)	0,9466 (3)
C(23)	0,3625 (6)	0,3159 (19)	0,8915 (3)
C(24)	0,5389 (7)	0,1746 (22)	0,9023 (4)
C(25)	0,9923 (6)	0,4807 (21)	0,9128 (4)

Tabelle 2. Anisotrope Temperaturfaktoren

	$b_{11}$	$b_{22}$	$b_{33}$	$b_{12}$	$b_{13}$	$b_{23}$
Cl(1)	0,00482 (13)	0,1032 (22)	0,00267 (5)	0,0018 (8)	0,00161 (14)	0,0026 (5)
Cl(2)	0,00716 (16)	0,1185 (24)	0,00185 (5)	0,0082 (10)	0,00090 (14)	0,0049 (5)
Cl(3)	0,00625 (14)	0,0993 (20)	0,00156 (4)	0,0047 (8)	0,00107 (12)	0,0048 (4)

Tabelle 3. Isotrope Temperaturfaktoren

	$B[\text{\AA}^2]$		$B[\text{\AA}^2]$
O(1)	3,85 (11)	C(10)	4,21 (16)
O(2)	3,85 (11)	C(11)	4,48 (17)
O(3)	3,67 (10)	C(12)	3,83 (15)
O(4)	3,68 (10)	C(13)	3,30 (14)
N(1)	3,58 (12)	C(14)	3,13 (13)
N(2)	3,23 (11)	C(15)	2,95 (13)
N(3)	2,99 (11)	C(16)	3,08 (13)
C(1)	3,60 (15)	C(17)	2,92 (13)
C(2)	3,43 (14)	C(18)	2,87 (13)
C(3)	3,43 (14)	C(19)	3,09 (13)
C(4)	4,02 (16)	C(20)	2,93 (13)
C(5)	4,37 (17)	C(21)	3,16 (13)
C(6)	4,16 (16)	C(22)	3,14 (13)
C(7)	3,12 (13)	C(23)	3,13 (13)
C(8)	3,09 (13)	C(24)	4,25 (16)
C(9)	3,93 (16)	C(25)	3,98 (16)

Tabelle 4. Bindungslängen

Cl(1)—C(1)	1,74 (1) Å	C(3)—C(4)	1,41 (1) Å
Cl(2)—C(4)	1,73 (1)	C(4)—C(5)	1,40 (1)
Cl(3)—C(21)	1,74 (1)	C(5)—C(6)	1,38 (1)
O(1)—O(4)	3,25 (1)	C(7)—C(8)	1,46 (1)
O(1)—N(1)	2,52 (1)	C(7)—C(16)	1,47 (1)
O(1)—N(3)	2,64 (1)	C(8)—C(9)	1,41 (1)
O(1)—C(16)	1,26 (1)	C(8)—C(13)	1,41 (1)
O(2)—C(17)	1,23 (1)	C(9)—C(10)	1,39 (1)
O(3)—C(20)	1,36 (1)	C(10)—C(11)	1,42 (1)
O(3)—C(25)	1,44 (1)	C(11)—C(12)	1,39 (1)
O(4)—N(3)	2,55 (1)	C(12)—C(13)	1,40 (1)
O(4)—C(23)	1,37 (1)	C(13)—C(14)	1,43 (1)
O(4)—C(24)	1,45 (1)	C(14)—C(15)	1,36 (1)
N(1)—N(2)	1,32 (1)	C(15)—C(16)	1,45 (1)
N(1)—C(3)	1,40 (1)	C(15)—C(17)	1,50 (1)
N(2)—C(7)	1,33 (1)	C(18)—C(19)	1,40 (1)
N(3)—C(17)	1,35 (1)	C(18)—C(23)	1,40 (1)
N(3)—C(18)	1,41 (1)	C(19)—C(20)	1,39 (1)
C(1)—C(2)	1,39 (1)	C(20)—C(21)	1,39 (1)
C(1)—C(6)	1,38 (1)	C(21)—C(22)	1,39 (1)
C(2)—C(3)	1,40 (1)	C(22)—C(23)	1,38 (1)

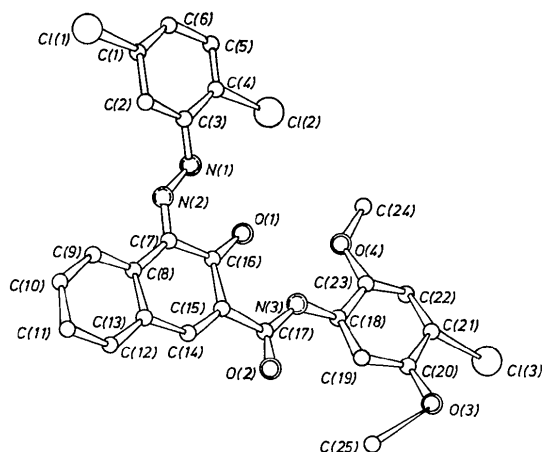
Fig. 1. Molekülstruktur eines Chlorderivates von Permanentbraun FG<sup>®</sup>. Projektion auf die *a/c*-Ebene.

Tabelle 5. Bindungswinkel

C(20)—O(3)—C(25)	119,0 (6)°
C(23)—O(4)—C(24)	118,4 (6)
N(2)—N(1)—C(3)	119,9 (6)
N(1)—N(2)—C(7)	118,6 (6)
C(17)—N(3)—C(18)	128,1 (6)
Cl(1)—C(1)—C(2)	117,9 (6)
Cl(1)—C(1)—C(6)	118,1 (6)
C(2)—C(1)—C(6)	124,0 (8)
C(1)—C(2)—C(3)	117,0 (7)
N(1)—C(3)—C(2)	122,1 (7)
N(1)—C(3)—C(4)	117,5 (7)
C(2)—C(3)—C(4)	120,4 (7)
Cl(2)—C(4)—C(3)	120,0 (6)
Cl(2)—C(4)—C(5)	119,7 (7)
C(3)—C(4)—C(5)	120,2 (8)
C(4)—C(5)—C(6)	119,8 (8)
C(1)—C(6)—C(5)	118,6 (8)
N(2)—C(7)—C(8)	115,8 (6)
N(2)—C(7)—C(16)	123,7 (7)
C(8)—C(7)—C(16)	120,4 (6)
C(7)—C(8)—C(9)	122,3 (7)
C(7)—C(8)—C(13)	118,3 (6)
C(9)—C(8)—C(13)	119,4 (7)
C(8)—C(9)—C(10)	119,9 (8)
C(9)—C(10)—C(11)	121,0 (8)
C(10)—C(11)—C(12)	119,3 (8)
C(11)—C(12)—C(13)	120,0 (7)
C(8)—C(13)—C(12)	120,5 (7)
C(8)—C(13)—C(14)	120,0 (7)
C(12)—C(13)—C(14)	119,5 (7)
C(13)—C(14)—C(15)	123,4 (7)
C(14)—C(15)—C(16)	119,6 (6)
C(14)—C(15)—C(17)	116,4 (6)
C(16)—C(15)—C(17)	124,0 (6)
O(1)—C(16)—C(7)	119,6 (6)
O(1)—C(16)—C(15)	122,4 (6)
C(7)—C(16)—C(15)	118,0 (6)
O(2)—C(17)—N(3)	124,8 (7)
O(2)—C(17)—C(15)	120,1 (6)
N(3)—C(17)—C(15)	115,0 (6)
N(3)—C(18)—C(19)	124,3 (7)
N(3)—C(18)—C(23)	115,0 (6)
C(19)—C(18)—C(23)	120,6 (6)
C(18)—C(19)—C(20)	118,4 (7)
O(3)—C(20)—C(19)	123,1 (6)
O(3)—C(20)—C(21)	117,0 (6)
C(19)—C(20)—C(21)	119,9 (7)
Cl(3)—C(21)—C(20)	119,2 (6)
Cl(3)—C(21)—C(22)	118,6 (6)
C(20)—C(21)—C(22)	122,2 (7)
C(21)—C(22)—C(23)	117,9 (7)
O(4)—C(23)—C(18)	114,1 (6)
O(4)—C(23)—C(22)	124,9 (7)
C(18)—C(23)—C(22)	121,0 (7)

Abweichung der betrachteten Ebene von der 'besten Ebene' durch das ganze Molekül an. Tabelle 7 zeigt die beobachteten und berechneten Strukturparameter.

Aus Tabellen 2 und 3 kann man ersehen, dass im Molekül keine aussergewöhnlichen Temperaturschwingungen vorliegen und dass die Atome im Kristallverband verhältnismässig gut fixiert sind. Ein Vergleich der Bindungslängen in Tabelle 4 zeigt, dass die Hydrazoneform und damit das *ortho*-chinoide System am Naphthalinring stark ausgeprägt sind. Der Abstand N(2)—C(7) ist deutlich kleiner als der Abstand N(1)—C(3). C(16)—O(1) ist aber geringfügig grösser als man für eine Kohlenstoff-Sauerstoffdoppelbindung erwart-

ten sollte. Entsprechendes gilt für N(2)–C(7) (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962).

Ausser in den Atomabständen kommt das *ortho*-chinoide System auch in den Planaritätstests der verschiedenen Kleinste-Quadrat-Ebenen zum Ausdruck. Die Hypothese, dass der Ring C(7)–C(8)–C(13)–C(14)–C(15)–C(16) eben ist, muss mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von weniger als 0,05% abgelehnt werden, während die trigonalen Gruppen, aus denen sich dieser Ring zusammensetzt, eben sind.

Tabelle 6 zeigt weiter, dass das ganze Molekül weitgehend eben ist. Die Winkel zwischen Kleinste-Quadrat-Ebenen und der Molekülebene sind nur bei den 3 letzten angegebenen Ebenen grösser als 10°. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich das Wasserstoffatom an C(14) und das Atom O(2) nur bis auf den van der Waalsschen Abstand (von uns beobachteter Wert: 2,31 Å) nähern können, was bedeutet, dass eine noch weitergehende Planarität verhindert wird.

Sämtliche möglichen Wasserstoffbrückenbindungen werden innerhalb des Moleküls betätigt: Wasserstoffatome zwischen N(1) und O(1) einerseits und zwischen O(1) und N(3) andererseits ergänzen die Atome N(1), N(2), C(7), C(16) und O(1) bzw. O(1), C(16), C(15), C(17) und N(3) zu energetisch besonders günstigen Sechsringen. Das statistische Kriterium der Planarität (s. Tabelle 6) ist bei beiden Ringgebilden nicht ganz erfüllt. Das gleiche gilt für die Atome N(3), C(18), C(23) und O(4), die sich mit dem Wasserstoffatom zwischen O(1) und N(3), das schon einen Sechsring vervollständigt, zu einem Fünfring ergänzen (bifurcated hydrogen bond). Bemühungen, alle Wasserstoffe, besonders die Brückenwasserstoffe, aus einer Differenzfouriersynthese zu lokalisieren, scheiterten. Die Elektronendichten der 34 grössten Maxima lagen zwischen 0,85 und 0,37 e.Å<sup>-3</sup>. Davon liessen sich nur 9 Peaks Wasserstofflagen sinnvoll zuordnen [die Wasserstoffe an C(2), C(5), C(10), C(11), C(14), C(19), C(22) und C(25)]. Es wurde deshalb auf eine weitere Identifizierung von Wasserstofflagen verzichtet.

Da das Symmetriezentrum das einzige Symmetrie-

element in der Elementarzelle darstellt, sind die Moleküle in parallelen Schichtebenen angeordnet. Schichtebene ist die (012)-Ebene.

Unseres Wissens wurde bis jetzt – weitere Röntgenstrukturanalysen sind geplant (Chapman & Mijovic, 1970) – über die Strukturanalysen von nur zwei Azopigmenten berichtet: Einem Chlorderivat von Hansagelb G<sup>®</sup> [ $\alpha$ -(2-Nitro-4-chlorphenylazo)-acetoacetanilid] (Mez, 1968) und Pararot (1-*p*-Nitrophenylazo-2-naphthol) (Grainger & McConnell, 1969). Die Werte für die Stickstoff–Stickstoffbindung (1,33 bzw. 1,34 Å) stimmen sehr gut mit dem von uns erhaltenen Bindungsabstand überein. Sie liegen zwischen den Abständen, die man im allgemeinen (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962) für eine Stickstoff–Stickstoffeinfachbindung (1,44 Å) bzw. Stickstoff–Stickstoffdoppelbindung (1,24 Å) annimmt. Im *syn*-Methyldiazotatkalium (Huber, Langer & Hoppe, 1965) wurde z.B. 1,246 Å gemessen. Keine gute Übereinstimmung besteht dagegen in den angrenzenden Kohlenstoff–Stickstoffabständen. Während beim Pararot die entsprechenden Abstände mit unseren Werten praktisch identisch sind, sind sie beim Hansagelb G<sup>®</sup> verkürzt. Auch sonst zeigen sich Unterschiede zum Hansagelb G<sup>®</sup>: Während dort der Benzolring gegenüber der Carbonsäureamidgruppe um 18° verdreht ist, beträgt dieser Winkel bei uns nur 6,2°, was man nicht nur mit einer sterischen Hinderung der Carbonylgruppe C(17)–O(2) durch das Wasserstoffatom an C(19) erklären kann, obwohl der Abstand dieses Wasserstoffatoms zu O(2) nur 2,24 Å beträgt. Der Winkel von 10,1° der Carbonylgruppe mit der Molekülebene ist vor allem – wie weiter oben schon dargelegt – durch die sterische Hinderung des Wasserstoffatoms an C(14) bedingt.

Auch sonst stimmen die entsprechenden Atomabstände im Pararot mit den von uns gemessenen Abständen praktisch überein. Jene Autoren konnten aber aus den von ihnen erhaltenen Abständen keine Aussagen über die Bindungsverhältnisse machen, da die Fehler zu gross waren, was damit zusammenhing, dass für die Messungen kein echter Einkristall zur Verfü-

Tabelle 6. *Kleinste-Quadrat-Ebenen*

Ebene	<i>P</i>	<i>Q</i>	<i>R</i>	<i>S</i>	$\chi^2$	$\chi^2(0,95)$	$\chi^2(0,99)$	<i>T</i> (°)
C(1), C(2), C(3), C(4), C(5), C(6)	–2,1147	3,5026	9,2705	–8,3190	5,157	7,815	11,345	5,1
O(1), N(1), N(2), C(7), C(16)	–1,3350	3,4464	9,5985	–8,9632	40,60	5,991	9,210	4,2
N(2), C(7), C(8), C(16)	–1,4746	3,5361	8,6610	–8,3509	1,061	3,841	6,635	2,0
C(8), C(9), C(10), C(11), C(12), C(13)	–0,70781	3,5743	7,7457	–8,1311	2,501	7,815	11,345	2,0
C(7), C(8), C(9), C(12), C(13), C(14)	–0,75810	3,5846	7,6480	–8,0663	1,548	7,815	11,345	2,0
C(7), C(8), C(13), C(14), C(15), C(16)	–0,68434	3,5341	8,2304	–8,4055	46,30	7,815	11,345	2,2
C(13), C(14), C(15), C(16), C(17)	–0,32302	3,5373	7,9163	–8,3050	0,354	5,991	9,210	3,7
O(1), N(3), C(15), C(16), C(17)	–0,08631	3,4203	9,0787	–9,1312	41,12	5,991	9,210	5,8
O(1), C(7), C(15), C(16)	–0,34734	3,4095	9,3960	–9,2411	0,310	3,841	6,635	5,5
O(4), N(3), C(18), C(23)	2,0334	3,3462	7,4922	–8,4545	12,74	3,841	6,635	14,1
O(2), N(3), C(15), C(17)	1,0035	3,3536	8,7487	–9,1503	1,307	3,841	6,635	10,1
C(18), C(19), C(20), C(21), C(22), C(23)	1,9454	3,4154	6,7649	–7,8136	6,173	7,815	11,345	13,7
*Molekülebene*	–1,1359	3,5693	8,0843	–8,3252	97065	46,194	53,486	–

Tabelle 7. Beobachtete und berechnete Struktur Faktoren

Table with multiple columns of numerical data, organized into several sections. Each section has a header row with column labels (e.g., H, K, L, FO, FC, etc.) and a grid of values below. Some rows are marked with numbers 1-10 and letters A, B, C, D.

