

*Journal of Organometallic Chemistry*, 94 (1975) 383–391  
© Elsevier Sequoia S.A., Lausanne — Printed in The Netherlands

## ÜBER ARSEN-HALTIGE HETEROCYCLEN

### III\*. KRISTALLSTRUKTUR VON 2,6-DIMETHYL-4,4-DIPHENYL-1,4- OXARSENANIUMBROMID-MONOHYDRAT

MARTIN DRÄGER

*Institut für Anorganische Chemie und Analytische Chemie der Johannes Gutenberg-Universität,  
D-6500 Mainz, Johann Joachim Becher-Weg 24 (Deutschland)*

(Eingegangen den 6. Februar 1975)

#### Summary

The crystal structure of the title compound has been determined from single crystal X-ray data and refined to a conventional  $R$  factor of 0.046. The coordination of the As atom is tetrahedral with a mean As—C distance of 1.92 Å. The six-membered heterocycle has chair conformation with two equatorial methyl and one equatorial and one axial phenyl substituent. The transannular 1,4-As—O distance is 3.11 Å, interactions are discussed. The connection of the structure is more van der Waals than ionic type. Some unspecific gaps are statistically occupied by one molecule of crystal water.

#### Zusammenfassung

Die Kristallstruktur der Titelverbindung wurde röntgenographisch aus Diffraktometer-Einkristalldaten bestimmt und bis zu einem konventionellen  $R$  von 0.046 verfeinert. Die Koordination des As-Atoms ist tetraedrisch mit einem mittleren As—C-Abstand von 1.92 Å. Der sechsgliedrige Heterocyclus besitzt Sesselkonformation mit zwei äquatorialen Methyl- und einem äquatorialen und einem axialen Phenylsubstituenten. Der transannulare 1,4-As—O-Abstand beträgt 3.11 Å; Wechselwirkungen werden diskutiert. Der Zusammenhalt der Struktur ist mehr van der Waals als ionogen bedingt mit einigen unspezifischen Lücken, in die statistisch ein Kristallwassermolekül eingebaut ist.

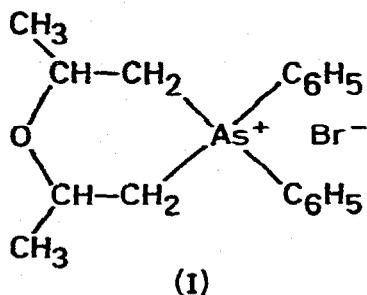
---

#### Einleitung

Kürzlich wurde von Samaan [2] ein neuer, präparativ ergiebiger Syntheseweg für 1,4-Diheterocyclohexane mit O, S oder N in 1-Stellung und P oder As

\* Mitt. II siehe Lit. 1.

in 4-Stellung beschrieben. In diesen Sechsringsystemen bestehen nach chemischen und spektroskopischen Befunden deutliche 1,4-transannulare Wechselwirkungen [2]. Zur genaueren Charakterisierung dieser Wechselwirkungen und der konformativen Verhältnisse im Sechsring wurde die Kristallstrukturanalyse des kristallinen Arsoniums Salzes 2,6-Dimethyl-4,4-diphenyl-1,4-oxarsenaniumbromid (I) durchgeführt.



### Experimentelles

Die Darstellung von I wurde bereits früher beschrieben [3]. Die hierbei aus Äthanol erhaltene Kristallfraktion erfuhr vor Durchführung der Elementaranalyse eine extreme Vakuumtrocknung und die Analysenwerte entsprachen wasserfreiem I [3]. Demgegenüber wurde die für die röntgenographischen Untersuchungen verwendete Kristallfraktion nur einer normalen Exsikkatortrocknung unterworfen und enthielt elementaranalytisch etwa 1 Mol Kristallwasser (ber. C 50.61, H 5.66; gef. C 50.89, H 5.53). Eine gaschromatographische Untersuchung in Dichlormethan-Lösung bestätigte das Vorliegen von etwa 1 Mol Kristallwasser und schloss eindeutig einen Kristalläthanolgehalt aus.

I kristallisiert aus Äthanol in dicken Nadeln  $\parallel$  [010]. Weissenberg-Aufnahmen bestimmten die Raumgruppe zu  $P2_1/c$  (Nr. 14). Die Ermittlung von genauen Gitterkonstanten erfolgte mit Hilfe eines CAD4-Enraf Nonius-Diffraktometers durch automatische Zentrierung von 15 hochindizierten Reflexen im Vor- und Rückstrahlbereich und "least squares"-Auswertung der gemessenen  $\omega$ -Differenzen ( $\text{Mo-K}\alpha_1$ -Strahlung,  $\lambda = 0.70926 \text{ \AA}$ ).  $a = 10.257(6)$ ,  $b = 12.286(8)$ ,  $c = 18.381(14) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 116.98(4)^\circ$ ,  $V = 2064 \text{ \AA}^3$ , Mol.-Masse = 426.2 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{AsBrO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),  $Z = 4$ ,  $d_{\text{rönt}} = 1.37 \text{ g/ml}$ ,  $d_{\text{exp}} = 1.38(2) \text{ g/ml}$  (Schwebemethode in Thoulet'scher Lösung).

Zur Bestimmung der Reflexintensitäten diente eine Nadel mit den ungefähren Abmessungen  $0.13 \times 0.3 \times 0.15 \text{ mm}$ , die zum Schutz gegen Verwitterung in eine Glaskapillare eingeschmolzen war. Gemessen wurde mit einem CAD4-Diffraktometer im  $\omega/2\theta$ -scan mit monochromatisierter Mo-Strahlung (Graphitmonochromator,  $\lambda = 0.71069 \text{ \AA}$ ). Die erstrebte Mindestintensität pro Reflex war 5000 Impulse, begrenzt durch eine maximale Messzeit von 180 sec. Drei Standardreflexe wurden zur Intensitäts- und Orientierungskontrolle in regelmäßigen Abständen überprüft. Der Intensitätsverlauf der Standardreflexe ergab eine Messinstabilität des Diffraktometers von 0.02 und einen linearen Intensitätsverlust von 6% während der Messung. Da gleichzeitig keine Verschiebung der

Reflexprofile zu beobachten war, wurde dieser Verlust auf eine langsame Zersetzung des Kristalls zurückgeführt und eine entsprechende Angleichung der Reflexintensitäten vorgenommen.

Die gemessenen Intensitäten wurden zur Ermittlung von Standardabweichungen und Gewichten einer Zählstatistik unterworfen. Reflexe mit  $I < \sigma(I)$  erhielten für die folgenden Rechnungen die Kennzeichnung "unmessbar schwach" und eine Intensität von  $1/3$  der kleinsten gemessenen Intensität. Es folgten die Lorentz- und Polarisationsfaktor-Korrekturen (Vorpolarisation des verwendeten Monochromators 0.966). Eine Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt (linearer Absorptionskoeffizient  $\mu = 37.9 \text{ cm}^{-1}$ ). Eine Wilson-Statistik absolutierte die korrigierten Intensitäten schliesslich zu einem Satz von 3618 unabhängigen  $|F|^2$ -Werten, entsprechend allen Reflexen bis  $\sin^2\vartheta/\lambda^2 = 0.35$ ; 1394 davon besaßen die Kennzeichnung "unmessbar schwach".

### Lösung und Verfeinerung der Struktur

Die asymmetrische Einheit der Raumgruppe  $P2_1/c$  enthält eine Formeleinheit I. Die Lage des As- und Br-Atoms konnte einer zugespitzten Patterson-Synthese entnommen werden. Drei anschliessende Fourier-Synthesen ergaben das vollständige Kation von I. Verfeinert wurde zuerst in zwei Cyclen mit isotropen Temperaturfaktoren, dann in zwei Cyclen mit anisotropen Temperaturfaktoren (Streufaktoren der Atome aus numerischen Hartree-Fock-Wellenfunktionen nach Cromer et al. [4], Real- und Imaginärteil der Dispersionskorrektur nach Cromer et al. [5]). Eine Fourier-Synthese zeigte hiernach vier relativ nahe (1 bis 2 Å) beieinanderliegende zusätzliche Maxima, die entsprechend der analytischen Zusammensetzung von I einem statistisch verteilten Kristallwassermolekül zugeordnet wurden. Es folgten vier weitere Verfeinerungszyklen unter Einbeziehung der vier möglichen Kristallwasserlagen und ihrer statistischen Gewichte, die auf eine Summe von 1  $\text{H}_2\text{O}$  normiert wurden (die unabhängige Verfeinerung gab eine Kristallwassersumme von 2.1). Im letzten Cyclus traten nur noch Parameteränderungen bis maximal  $0.5 \sigma$  auf (Gewichtsetzung: Modifizierung der aus der Zählstatistik ermittelten Gewichte durch den winkelabhängigen Term  $50 \cdot (\sin^2\vartheta/\lambda^2)^{2.3}$ , "unmessbar schwache" Reflexe Gewicht 0). Der konventionelle  $R$ -Wert für die messbaren Reflexe betrug hiernach 0.046 (unter Einschluss auch der "unmessbar schwachen" Reflexe 0.113) und der gewichtete  $R$ -Wert war 0.040. Versuche zur Lokalisierung von H-Positionen wurden nicht unternommen.

Die Tabellen 1 und 2 enthalten die gefundenen Atomparameter mit Standardabweichungen. O2 bis O5 sind die statistisch besetzten Lagen des Kristallwassermoleküls (statistische Gewichte 0.14, 0.21, 0.19, 0.46). Eine Tabelle der gemessenen und berechneten Strukturamplituden kann vom Autor angefordert werden. Alle Berechnungen erfolgten mit Hilfe eines vom Autor zusammengestellten FORTRAN-Programmsystems [6] auf der CDC-3300-Rechenanlage des Rechenzentrums der Universität Mainz.

### Beschreibung und Diskussion der Struktur des Kations

Fig. 1 zeigt das gefundene I-Kation mit gekennzeichneten Hauptachsen der Schwingungsellipsoide, Tab. 3 enthält Bindungslängen und Bindungswinkel inner-

TABELLE 1  
 LAGEPARAMETER MIT STANDARDABWEICHUNGEN

Atom	X	Y	Z
Br	0.70604(8)	0.16849(6)	0.47167(4)
As	0.48659(5)	0.03954(5)	0.17830(3)
O1	0.21383(40)	0.42140(34)	0.25890(23)
C1	0.45546(60)	0.43173(46)	0.37765(32)
C2	0.33823(60)	0.35955(45)	0.31450(35)
C3	0.28323(95)	0.27920(65)	0.35681(57)
C4	0.23537(58)	0.48182(49)	0.19943(31)
C5	0.91714(65)	0.01513(71)	0.36583(39)
C6	0.67082(57)	0.08255(49)	0.26498(32)
C7	0.38450(57)	0.16194(47)	0.11352(30)
C8	0.23461(67)	0.17026(64)	0.08400(47)
C9	0.16237(73)	0.26161(69)	0.03861(46)
C10	0.23944(76)	0.34240(55)	0.02384(35)
C11	0.38609(75)	0.33399(65)	0.05215(38)
C12	0.46012(65)	0.24404(62)	0.09728(37)
C13	0.63490(54)	0.47460(45)	0.27957(32)
C14	0.73376(65)	0.39423(52)	0.32391(40)
C15	0.82923(77)	0.35422(57)	0.29511(60)
C16	0.82259(84)	0.39292(63)	0.22287(57)
C17	0.72269(84)	0.47073(70)	0.17924(47)
C18	0.37335(68)	0.01274(55)	0.29316(37)
O2	0.9764(27)	0.1408(18)	0.1615(10)
O3	0.8878(15)	0.0487(23)	0.0713(21)
O4	0.8874(26)	0.0931(22)	0.1233(24)
O5	0.7401(10)	0.1298(12)	0.0902(11)

TABELLE 2  
 ANISOTROPE TEMPERATURFAKTOREN<sup>a</sup>  $\beta \cdot 10^5$  MIT STANDARDABWEICHUNGEN

Atom	$\beta_{11}$	$\beta_{22}$	$\beta_{33}$	$\beta_{12}$	$\beta_{13}$	$\beta_{23}$
Br	1696(9)	754(5)	410(2)	87(6)	336(4)	-85(3)
As	795(6)	514(4)	293(2)	1(5)	155(2)	-13(2)
O1	1067(44)	698(29)	371(13)	-69(29)	268(21)	2(17)
C1	1169(63)	615(43)	323(19)	6(41)	227(27)	116(21)
C2	1202(67)	523(38)	406(22)	-11(41)	321(32)	13(22)
C3	2075(115)	700(52)	767(41)	-19(64)	735(59)	177(38)
C4	960(58)	746(47)	291(18)	-22(43)	145(27)	-2(23)
C5	956(65)	1269(71)	397(23)	64(55)	55(32)	-99(32)
C6	900(58)	627(37)	345(19)	-32(39)	150(27)	-82(23)
C7	967(55)	592(38)	327(19)	-41(42)	205(26)	-13(23)
C8	1036(69)	830(52)	675(32)	125(52)	339(39)	191(36)
C9	1188(77)	981(63)	556(31)	313(60)	241(39)	144(35)
C10	1725(93)	638(44)	340(21)	156(54)	217(37)	21(26)
C11	1501(87)	901(53)	391(23)	-52(60)	173(36)	138(32)
C12	1144(70)	900(53)	375(23)	-107(53)	137(32)	100(29)
C13	932(55)	529(41)	391(20)	-25(42)	241(27)	-44(24)
C14	1159(70)	607(44)	508(27)	39(48)	294(35)	-6(27)
C15	1359(85)	594(47)	913(47)	11(52)	584(52)	-109(37)
C16	1696(99)	756(55)	807(42)	-318(64)	744(55)	-257(41)
C17	1829(96)	897(59)	608(31)	-139(72)	643(48)	-64(38)
C18	1352(74)	810(50)	412(23)	196(49)	372(35)	81(27)
O2	1078(309)	1130(197)	470(92)	88(188)	282(115)	-71(87)
O3	1153(193)	1581(220)	997(171)	64(148)	323(108)	497(165)
O4	1665(367)	1271(203)	899(169)	452(206)	885(207)	420(147)
O5	2251(174)	2854(191)	2532(156)	901(122)	1327(120)	2033(146)

<sup>a</sup> Anisotrope Temperaturkorrektur in der Form  $\exp[-(h^2\beta_{11} + k^2\beta_{22} + l^2\beta_{33} + 2hk\beta_{12} + 2hl\beta_{13} + 2kl\beta_{23})]$ .

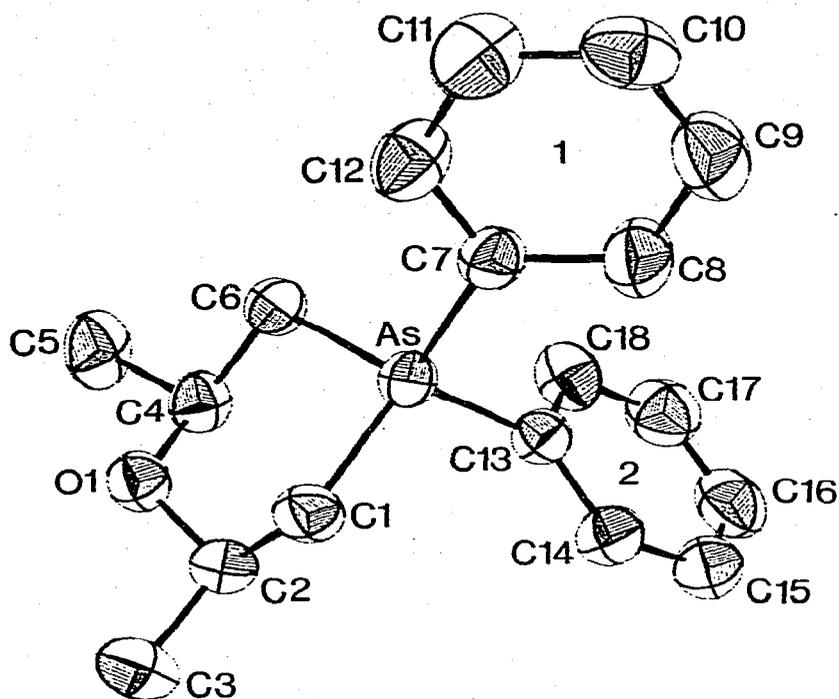


Fig. 1. I-Kation. Schwingungsellipsoide mit 50% der Wahrscheinlichkeitsverteilung.

TABELLE 3

BINDUNGSLÄNGEN (Å) UND BINDUNGSWINKEL ( $^{\circ}$ ) IM I-KATION MIT STANDARDABWEICHUNGEN

Atome	Abstand	Atome	Winkel
As—C1	1.929(7)	C1—As—C6	101.9(3)
As—C6	1.912(6)	C1—As—C7	115.0(3)
As—C7	1.909(6)	C1—As—C13	110.1(3)
As—C13	1.914(7)	C6—As—C7	110.9(3)
C1—C2	1.52(1)	C6—As—C13	110.9(3)
C2—C3	1.52(1)	C7—As—C13	107.9(3)
C4—C5	1.53(1)	As—C1—C2	108.8(4)
C4—C6	1.52(1)	As—C6—C4	109.1(4)
O1—C2	1.44(1)	C1—C2—O1	111.9(5)
O1—C4	1.42(1)	C6—C4—O1	112.5(5)
mittleres Phenyl- C—C	1.38(1)	C1—C2—C3	109.7(6)
		C6—C4—C5	109.9(6)
		C3—C2—O1	107.0(6)
		C5—C4—O1	106.4(6)
		C2—O1—C4	115.2(5)
		mittleres Phenyl- C—C—C	120.0(7)

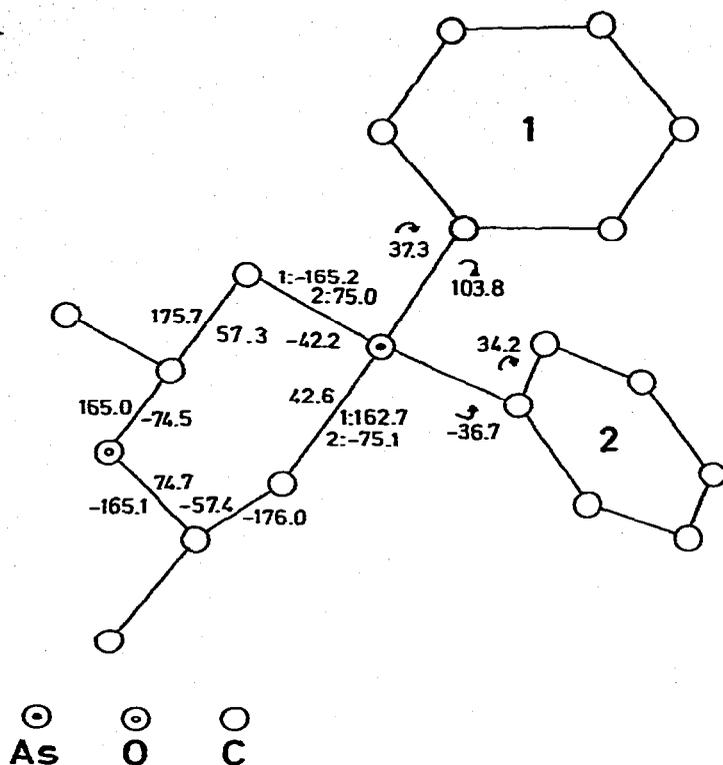


Fig. 2. Torsionswinkeldiagramm des I-Kations. Innerhalb des Sechsrings Ringtorsionen ( $^{\circ}$ ), ausserhalb des Sechsrings Torsionen der Substituenten.

halb dieses Kations. Der gefundene mittlere As—C-Abstand von 1.92 Å entspricht dem Normalwert für eine As—C-Einfachbindung [7], auch die C—O- und aliphatischen und aromatischen C—C-Abstände der Tab. 3 zeigen keine Abweichung von den jeweiligen Normalwerten [7]. Die Koordination um das As-Atom ist tetraedrisch mit Verengung des endocyclischen und entsprechender Aufweitung der exocyclischen Winkel.

Der sechsgliedrige Heterocyclus besitzt Sesselkonformation. Die Methylgruppen und Phenyl 1 (C7 bis C12) stehen äquatorial, Phenyl 2 (C13 bis C18) axial. Dies bestätigt die NMR-spektroskopisch nachgewiesene [2] *cis*-Stellung der Methylgruppen. Eine quantitative Beschreibung der konformativen Verhältnisse enthält das Torsionswinkeldiagramm der Fig. 2. Der Sechsring besitzt unter Einbeziehung der Methyl- und des axialen Phenylsubstituenten mit guter Näherung  $C_2$ -Symmetrie und ist im As-Teil flacher, im O-Teil steiler als der normale Cyclohexansessel [8]. Der äquatoriale Phenylring ist um  $-20^{\circ}$  aus der angenäherten Symmetrieebene durch O1, As, C13 und C16 herausgedreht. Das Gesamtkation wird hierdurch chiral, und auf Grund der Gleitspiegelebenen der Raumgruppe  $P2_1/c$  enthält die Kristallstruktur von I neben dem Enantiomeren der Fig. 1 und 2 auch das Spiegelbildisomere hierzu. In Lösungen von I bestehen dagegen sicherlich häufige Gleichgewichtsübergänge zwischen diesen beiden Enantiomeren und vielleicht auch noch weiteren Rotameren um die As—Phenyl-

TABELLE 4  
NICHTBINDENDE ABSTÄNDE (Å) IM I-KATION

Atome	Abstand	Atome	Abstand
As--O	3.11	O1--C1	2.45
As--C2	2.81	O1--C3	2.37
As--C4	2.81	O1--C5	2.36
As--C8	2.86	O1--C6	2.45
As--C12	2.87	Mittelwert	2.41
As--C14	2.87	C1--C3	2.48
As--C18	2.85	C2--C4	2.41
Mittelwert	2.84	C5--C6	2.50
		Mittelwert	2.46

bindungen, so dass für spektroskopische Diskussionen in Lösung im Zeitmittel ideale  $C_s$ -Symmetrie angenommen werden kann.

Aus der nur wenig verzerrten tetraedrigen Koordination um As folgt, dass die in loc. cit. [2] angenommene transannulare Wechselwirkung zwischen  $As^+$  und O nicht auf der gerichteten Fixierung eines stereochemisch aktiven freien Elektronenpaares des O-Atoms an  $As^+$  beruht, sondern nur durch Coulomb-Anziehung zwischen  $As^+$  und dem negativ polarisierten O-Atom hervorgerufen werden kann. Zur Abschätzung der Stärke dieser Anziehung führt Tab. 4 neben dem As--O1-Abstand im I-Kation auch einige eindeutig nichtbindende Abstände innerhalb dieses Kations auf. Die hieraus folgenden, nichtbindenden, intramolekularen Radien von C, O und As sind in Tab. 5 den entsprechenden kovalenten Radien nach Tab. 3 und den nichtbindenden intermolekularen Radien (van der Waals-Radien) nach Bondi [9], Alcock [10] und Kitaigorodsky [11] gegenübergestellt. Ferner enthält Tab. 5 für alle drei Fälle den As--O-Abstand.

Der im I-Kation gefundene As--O-Abstand von 3.11 Å ist zwar deutlich kürzer als der intermolekulare van der Waals-Abstand, aber um 0.3 Å länger als der zu Vergleichszwecken sicherlich geeignetere intramolekulare nichtbindende Abstand. Die vorliegenden Strukturdaten von kristallinem I ergeben demnach keine Stütze für die aus Untersuchungen im gelösten Zustand [2] abgeleitete Wechselwirkung zwischen  $As^+$  und O. Eindeutig vorhandene As--O-Wechselwirkungen über den Raum liegen zum Vergleich im 5-Chlor-1-oxa-4,6-dithia-5-

TABELLE 5  
RADIENGEGENÜBERSTELLUNG (Å)

	Kovalent <sup>a</sup>	Nichtbindend	
		intramolekular <sup>b</sup>	intermolekular <sup>c</sup>
C	0.76	1.23	1.80
O	0.67	1.18	1.52
As	1.16	1.61	1.85
As O	1.83	2.79	3.37

<sup>a</sup>Tab. 3. <sup>b</sup>Tab. 4. <sup>c</sup>Lit. 9-11.

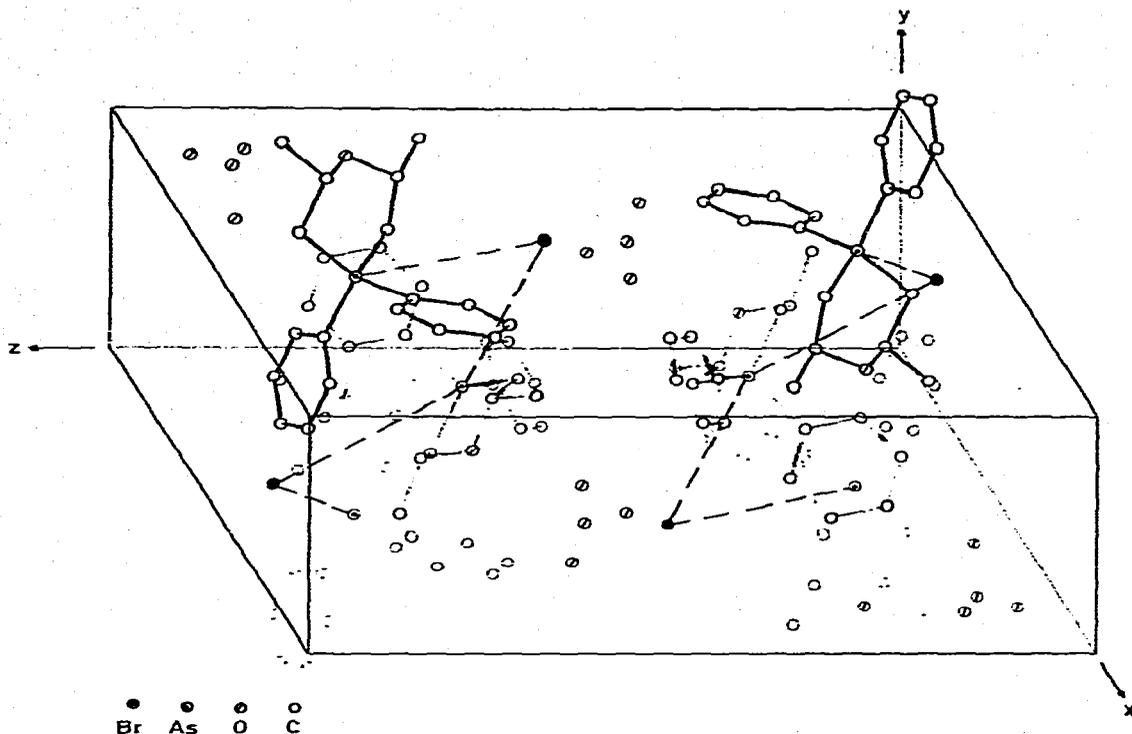


Fig. 3. Elementarzone von I. Oben und unten befindliche Kationen nach aussen vervollständigt.

arsaoan mit 2.45 Å [1] und im 1-(Triphenylarsonium)-2-acetyl-3,4,5-triphenylcyclopentadienylid mit 2.77 Å [12] vor; in beiden Fällen ist das O-Atom stereochemisch aktiv und besetzt die axiale Position einer trigonalen Bipyramide.

### Beschreibung und Diskussion der Kristallstruktur

Auch die Packung der Kristallstruktur von I wird im wesentlichen vom Kation bestimmt. Fig. 3 zeigt den Inhalt einer Elementarzone mit Vervollständigung der oben und unten liegenden Kationen nach aussen. Der Bildausschnitt der Fig. 3 enthält deshalb neben den vier  $\text{Br}^-$ -Anionen und den vier mal vier statistischen  $\text{H}_2\text{O}$ -Lagen der Elementarzone sechs Kationen. Jedes Kation liegt etwa parallel zur  $zx$ -Ebene, und es bestehen zwei getrennte Säulen aus je drei übereinanderliegenden Kationen. Diese Säulen setzen sich in  $y$ -Richtung unendlich fort und können als abwechselnde Links- und Rechtsspiralen von Kationen jeweils einheitlicher Chiralität (s. o.) beschrieben werden. Jeder Säule sind zwei  $\text{Br}^-$ -Anionen mit  $\text{As}-\text{Br}$ -Abständen von 5.06 und 5.23 Å zugeordnet; der Abstand dieser  $\text{Br}^-$ -Anionen zu den  $\text{As}^+$ -Atomen der nächsten Kationensäule ist mit 6.33 und 7.96 Å deutlich länger. Der Zusammenhalt der Kationen in  $y$ -Richtung durch  $\text{As}^+\cdots\text{Br}^-$ -Zickzackketten ist in Fig. 3 durch gestrichelte Linien angedeutet. Jedoch beweisen die relativ langen Abstände von 5.06 und 5.23 Å eine weitgehende Abschirmung des  $\text{Br}^-$ -Anions von  $\text{As}^+$ -Zentrum, so dass die Verknüpfung

der Kationen in  $y$ -Richtung mehr durch van der Waals'sche als durch ionare Einflüsse bewirkt wird. Rein durch van der Waals'sche Bindungen bedingt ist die Verknüpfung mit den in  $x$ -Richtung folgenden Kationensäulen. Die in  $y$ - und in  $x$ -Richtung bestehenden intermolekularen C...C und C...O-Kontakte beweisen zahlenmässig eine hohe Packungsdichte in diesen Richtungen.

Weniger dicht ist der Zusammenhalt der Struktur in  $z$ -Richtung. Zwischen beiden Kationensäulen bestehen unspezifische Lücken, in die das Kristallwassermolekül statistisch eingelagert ist. Keiner der vier statistischen H<sub>2</sub>O-Plätze gibt abstandsmässig einen Hinweis auf Wasserstoffbrückenbindungen.

## Dank

Ich danke Herrn Dr. S. Samaan vom Institut für Organische Chemie der Universität Mainz für die Überlassung der untersuchten Substanz und anregende Diskussionen. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft gilt mein Dank für die Bereitstellung des automatischen Einkristalldiffraktometers CAD4.

## Literatur

- 1 M. Dräger, Z. Anorg. Allg. Chem., 411 (1975) 79.
- 2 S. Samaan, Tetrahedron Lett., 45 (1974) 3927.
- 3 L. Horner und S. Samaan, Phosphorus, 4 (1974) 1.
- 4 D.T. Cromer und J.B. Mann, Acta Crystallogr. Sect. A, 24 (1968) 321.
- 5 D.T. Cromer und D. Liberman, J. Chem. Phys., 53 (1970) 1891.
- 6 M. Dräger und G. Gattow, Acta Chem. Scand., 25 (1971) 761.
- 7 O. Kennard, D.G. Watson, F.H. Allen, N.W. Isaacs, W.D.S. Motherwell, R.C. Pettersen und W.G. Town (Eds.), Molecular Structures and Dimensions, Vol. A1. Oosthoek, Utrecht, 1972.
- 8 R. Bucourt, Topics Stereochem., 8 (1974) 159.
- 9 A. Bondi, J. Phys. Chem., 68 (1964) 441.
- 10 N.W. Alcock, Advan. Inorg. Chem. Radiochem., 15 (1972) 1.
- 11 A.I. Kitaigorodsky, Molecular Crystals and Molecules. Academic Press, New York and London, 1973.
- 12 G. Ferguson, D.F. Rendle, D. Lloyd und M.I.C. Singer, Chem. Commun., (1971) 1647.