

[3b] Wir danken Herrn Dipl.-Phys. *S. Hechtfischer*, München, für die Unterstützung bei der Anwendung seiner Programme zur Tripelproduktmethode [5].

[3c] Eigene Programm-Modifikationen nach der Methode von Sim [6].

[4] Ch. Scheringer, Acta crystallogr., im Druck.

[5] S. Hechtfischer, Dissertation, TH München, voraussichtlich 1968.

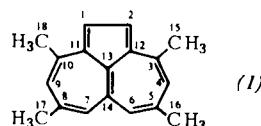
[6] G. A. Sim, Acta crystallogr. 13, 511 (1960).

[7] I. Yosioka, T. Nishimura, A. Matsuda, K. Imai u. I. Kitagawa, Tetrahedron Letters 1967, 637.

Kristall- und Molekülstruktur von 3,5,8,10-Tetramethyl-aceheptylen

Von E. Carstensen-Oeser und G. Habermehl [*][**]

3,5,8,10-Tetramethyl-aceheptylen, $C_{18}H_{18}$ (1), ein Kohlenwasserstoff mit einem $14-\pi$ -Elektronensystem, konnte von Hafner et al.^[1] dargestellt werden. Die Verbindung war bereits Gegenstand quantenchemischer Untersuchungen^[2]. Zur Überprüfung der auf quantenchemischem Wege gewonnenen Ergebnisse bezüglich der Molekülgometrie haben wir eine röntgenographische Kristallstrukturanalyse durchgeführt.



3,5,8,10-Tetramethyl-aceheptylen kristallisiert aus Benzol monoklin, aus Petroläther dagegen orthorhombisch. Die Gitterkonstanten der monoklinen Modifikation sind $a = 8,43 \pm 0,03$ Å, $b = 13,24 \pm 0,03$ Å, $c = 12,44 \pm 0,03$ Å, $\beta = 107,7 \pm 0,1^\circ$. Die Raumgruppe ist $P\bar{2}_1/c$; die Elementarzelle enthält vier Moleküle. Die orthorhombische Form besitzt die folgenden kristallographischen Daten: $a = 17,27 \pm 0,03$ Å, $b = 10,98 \pm 0,03$ Å, $c = 7,00 \pm 0,03$ Å; Raumgruppe Pna_2_1 , mit vier Molekülen je Elementarzelle.

Wir haben zunächst nur die orthorhombische Struktur bestimmt. Eine Analyse der monoklinen Modifikation ist im Gange.

Die Messung der Intensitäten von 865 symmetrieeunabhängigen Reflexen der Schichten $hk0$ bis $hk4$ führten wir auf einem automatischen, lochstreifengesteuerten Weissenberg-diffraktometer, System Stoe-Güttinger, durch. Mit Hilfe der Methode von *Sayre, Cochran und Zachariasen*^[3] konnten wir die Vorzeichen von 66 Reflexen ermitteln. Eine Fourier-Synthese, deren Koeffizienten die E-Werte dieser 66 Reflexe waren, ließ sich eindeutig interpretieren. Die Verfeinerung wurde mit Hilfe weiterer Fourier- und Differenzfourier-Synthesen sowie nach der Methode der kleinsten Quadrate

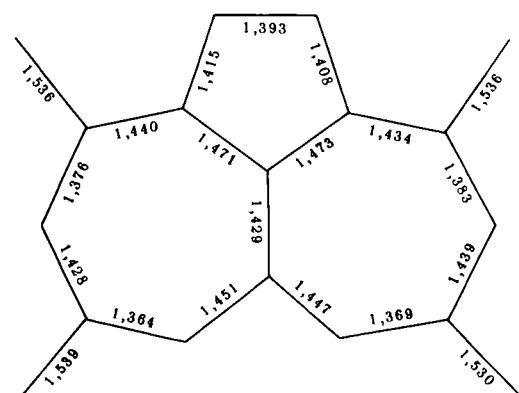


Abb. 1. Bindungsabstände im 3,5,8,10-Tetramethyl-aceheptylen; maximaler Fehler: $\pm 0.008 \text{ \AA}$

durchgefrt. Schlielich erzielten wir einen R-Faktor von 7,6%. Dabei wurden auch anisotrope Temperaturschwankungen fr die Kohlenstoffatome mit bercksichtigt.

Das Molekül ist, wie die Rechnungen ergaben, bis auf die Wasserstoffatome der Methylgruppen völlig eben gebaut. Bindungsabstände und -winkel sind aus den Abbildungen 1 und 2 zu entnehmen. Die Werte stimmen mit den von *Ali* und

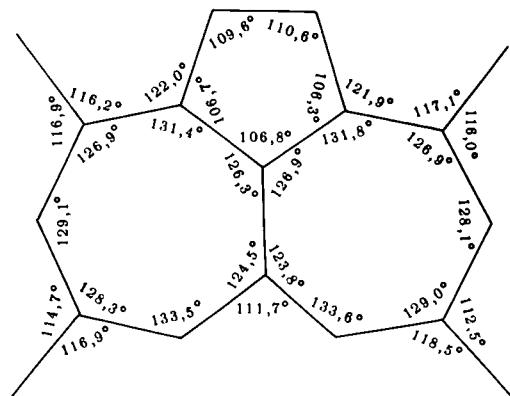


Abb. 2. Bindungswinkel im 3,5,8,10-Tetramethyl-aceheptylen; maximaler Fehler: $\pm 1^\circ$.

Coulson^[2] nach der MO-Methode und von *DasGupta* und *Ali*^[2] aus der Pople-SCF-Berechnung für den Grundkörper Aceheptylen vorausgesagten Bindungslängen gut überein. Zur Umrechnung der Bindungsordnungen auf Bindungslängen verwendeten wir in beiden Fällen die Beziehung von *Coulson*^[4].

Eingegangen am 28. Mai 1968 [Z 792]

[*] Dipl.-Ing. E. Carstensen-Oeser und
Priv.-Doz. Dr. G. Habermehl
Institut für Organische Chemie und E. Zintl-Institut für An-
organische und Physikalische Chemie der
Technischen Hochschule
61 Darmstadt, Schloßgartenstr. 2

[**] Herrn Dipl.-Ing. O. Ermer, Organisch-chemisches Laboratorium der ETH Zürich, danken wir für ein Rechenprogramm zur Berechnung der E-Werte, der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung der Arbeit.

- schafft für die Unterstützung der Arbeit.

 - [1] K. Hafner u. G. Hafner-Schneider, unveröffentlicht.
 - [2] M. A. Ali u. C. A. Coulson, Molecular Physics 4, 65 (1961); N. K. DasGupta u. M. A. Ali, Theoret. chim. Acta 4, 101 (1966); U. Müller-Westerhoff, unveröffentlicht.
 - [3] D. Sayre, Acta crystallogr. 5, 60 (1952); W. Cochran, ibid. 5, 65 (1952); W. H. Zachariasen, ibid. 5, 68 (1952).
 - [4] C. A. Coulson, Proc. Roy. Soc. (London), Ser. A 169, 413 (1939).

Ein Zweikernkomplex des Chroms mit Dioxan als Brückenliganden

Von *H. Werner* und *E. Deckelmann* [*]

Vor kurzem berichteten wir über die Synthese von Hexaalkylborazol-tricarbonylchrom-Verbindungen, der ersten Vertreter von Borazol-Übergangsmetall-Komplexen, die am vorteilhaftesten ausgehend von $(CH_3CN)_3Cr(CO)_3$ oder analogen Verbindungen des Typs *cis*-A₃Cr(CO)₃ (A = Amin) zugänglich sind^[1, 2]. Bei dieser Darstellungsmethode kommt der Wahl des Lösungsmittels entscheidende Bedeutung zu; Dioxan hat sich bisher als am besten geeignet erwiesen. Absorptionsmessungen im sichtbaren Bereich deuten bereits darauf hin, daß das Dioxan bei der Reaktion von Tris(amin)-tricarbonylchrom-Verbindungen mit Hexaalkylborazonen offensichtlich nicht nur als Solvens, sondern intermediär auch als Koordinationspartner fungiert.

Die Bestätigung dieser Vermutung gelang uns jetzt mit der Isolierung eines Zweikernkomplexes ($C_4H_8O_2$)₂Cr₂(CO)₆ (I).