

Abb. 2. ^{31}P -NMR-Spektrum (36, 431 MHz) von $\text{CH}_3(\text{t-C}_4\text{H}_9)\text{P}(\text{S})\text{Br}$.

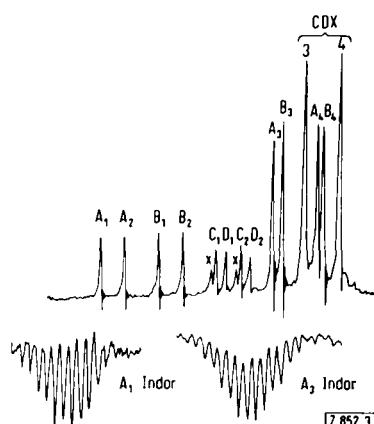


Abb. 3. ^1H -NMR-Spektrum (90 MHz) des Reaktionsgemisches (oben) sowie zwei INDOR-Spektren (unten), aufgenommen über die Protonenresonanzsignale A_1 und A_3 der Komponente $\text{CH}_3(\text{t-C}_4\text{H}_9)\text{P}(\text{S})\text{Br}$. Die Signale der einzelnen Komponenten sind durch Großbuchstaben bezeichnet.

Eingegangen am 9. Juli 1968 [Z 852]

[*] Doz. Dr. R. Kosfeld

Institut für Physikalische Chemie der Technischen Hochschule
51 Aachen, Templergraben 59

Dipl.-Chem. G. Hägele und Prof. Dr. W. Kuchen
Institut für Anorganische Chemie der Universität
4 Düsseldorf, Ulenbergstraße 127–129

[1] W. Kuchen, H. Buchwald, K. Stroenberg u. J. Metten, Liebigs Ann. Chem. 652, 2835 (1962), und dort zitierte Literatur.

[2] L. Maier, Chem. Ber. 94, 3043 (1961).

[3] R. A. Hoffmann u. S. Forsén, Progr. NMR-Spectroscopy 1, 15 (1966), und dort zitierte Literatur.

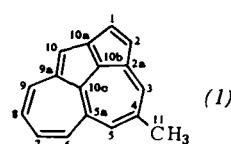
[4] Die chemischen Verschiebungen δ_{H} bzw. δ_{P} beziehen sich auf Tetramethylsilan als internen Standard bzw. auf 85-proz. H_3PO_4 .

[5] W. Kuchen u. G. Hägele, unveröffentlicht.

Kristall- und Molekülstruktur von 4-Methyl-pentaleno[6,6a,1,2-def]heptalen

Von H. J. Lindner [*]

Um weitere Aufschlüsse über das 4-Methyl-pentaleno-[6,6a,1,2-def]heptalen^[1] $\text{C}_{17}\text{H}_{12}$ (1), ein polycyclisch konjugiertes, nichtbenzoides System mit $4n \pi$ -Elektronen ($n = 4$), durch Bestimmung der Molekülgometrie zu erhalten, wurde eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt.



(1) kristallisiert in schwarzen, monoklinen Nadeln; die Raumgruppe ist P_{21} mit den Gitterkonstanten $a = 8,04 \pm 0,02$, $b = 6,67 \pm 0,02$, $c = 10,94 \pm 0,02 \text{ \AA}$; $\beta = 106,9 \pm 0,1^\circ$.

Die Elementarzelle enthält zwei Moleküle. Die Intensitäten von 986 symmetrieeunabhängigen Reflexen der Schichten $h0l$ bis $h4l$ wurden mit einem automatischen, lochstreifen gesteuerten Weissenbergdiffraktometer, System Stoe-Güttiner, mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung gemessen und in der üblichen Weise korrigiert.

Mit Hilfe der symbolischen Additionsmethode für nicht zentrosymmetrische Kristalle nach Karle und Karle^[2] konnten die Phasen von 165 Reflexen mit E -Werten $> 1,2$ bestimmt werden. Die Fouriersynthese mit den E -Werten dieser Reflexe führte zu einem Strukturmodell, das durch weitere Fouriersynthesen und nach der Methode der kleinsten Quadrate mit isotropen Temperaturfaktoren bis zu einem R-Faktor von 0,096 verfeinert wurde.

Das Moleköl ist eben gebaut. Die Bindungslängen und -winkel sind aus den Abbildungen 1 und 2 zu entnehmen.

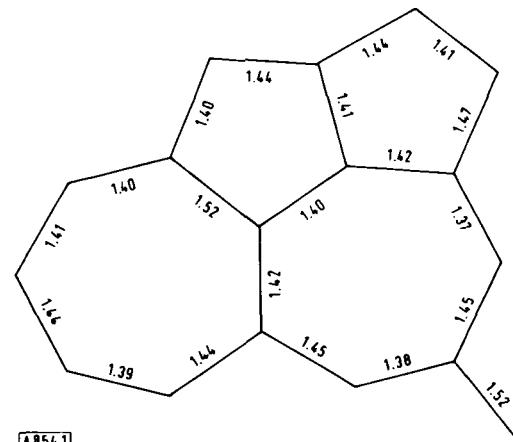


Abb. 1. Bindungslängen in (1); Standardabweichungen: $\approx 0,02 \text{ \AA}$.

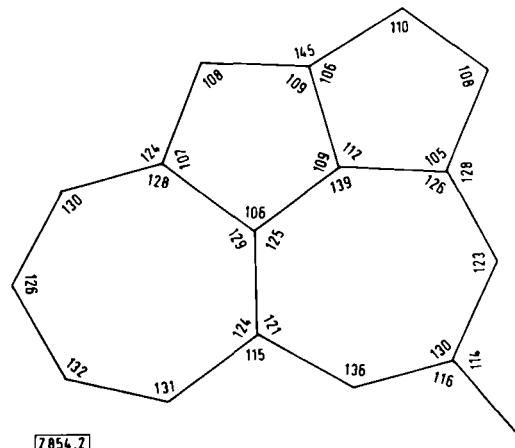


Abb. 2. Bindungswinkel in (1); Standardabweichungen $\approx 1^\circ$.

Die in den Bindungslängen auftretende Alternanz stimmt mit den Ergebnissen quantenchemischer Rechnungen weitgehend überein^[3].

Eingegangen am 17. Juli 1968 [Z 854]

[*] Dr. H. J. Lindner

Institut für Organische Chemie der Technischen Hochschule
61 Darmstadt, Schloßgartenstraße 2

[1] K. Hafner, R. Fleischer u. K. Fritz, Angew. Chem. 77, 42 (1965); Angew. Chem. internat. Edit. 4, 69 (1965).

[2] J. Karle u. I. L. Karle, Acta crystallogr. 21, 849 (1966); 21, 860 (1966).

[3] U. Müller-Westerhoff, noch unveröffentlicht.