

Asterane, IX¹⁾**Synthese und Struktur von Tetramethyltetraasteranen***John P. Chesick*^{2a)}, *Jack D. Dunitz*^{**}, *Ulrich v. Gizycki*^{2b)} und *Hans Musso*^{*, 2c)}Laboratorium für Organische Chemie der Eidgenössischen Technischen Hochschule Zürich ^{**} und Abteilung für Chemie der Ruhr-Universität Bochum, Nebenstelle Marburg^{*, 2)}

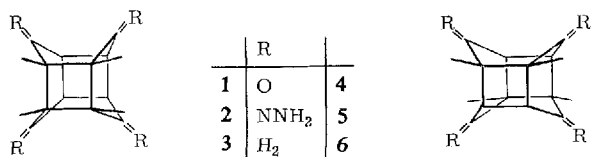
Eingegangen am 7. August 1972

Wolff-Kishner-Reduktion überführt die Käfigdimeren aus 2,3- und 2,5-Dimethyl-*p*-benzoquinon in 1,2,7,8- und 1,4,5,8-Tetramethylpentacyclo[6.4.0.0².7.0⁴.11.0⁵.10]dodecan (**3** und **6**), wobei es notwendig ist, die Tetrahydrazone **2** und **5** zu isolieren. Die Struktur von **6** wird durch Röntgenanalyse bestätigt.

Asteranes, IX¹⁾**Synthesis and Structure of Tetramethyltetraasteranes**

1,2,7,8- and 1,4,5,8-tetramethylpentacyclo[6.4.0.0².7.0⁴.11.0⁵.10]dodecane (**3** and **6**) are obtained by Wolff-Kishner reduction of the cage dimers from 2,3- and 2,5-dimethyl-*p*-benzoquinone via the tetrahydrazones **2** and **5**. The structure of **6** is confirmed by X-ray-diffraction analysis.

Aus früher dargelegten Gründen erscheint es reizvoll, Moleküle mit dem Grundgerüst des Tetraasterans (Pentacyclo[6.4.0.0².7.0⁴.11.0⁵.10]dodecane in den chemischen und physikalischen Eigenschaften zu studieren^{3,4)}. Tetraketone dieser Struktur wurden von *Cookson*, *Cox* und *Hudec*⁵⁾ durch Belichten von kristallisiertem 2,3- und 2,5-Dimethyl-*p*-benzoquinon dargestellt. Somit müssen nur noch die Carbonylgruppen in den Käfigdimeren **1** und **4** entfernt werden, um die Tetramethyltetraasterane **3** und **6** zu erhalten, und darüber berichtet die vorliegende Mitteilung.



Die übliche Wolff-Kishner-Reduktion unter Huang-Minlon-Bedingungen gelang erst, als man die Hydrazone **2** und **5** isolierte und dann mit Natriumhydroxid in Di-

¹⁾ VIII. Mitt.: *H. Hopf* und *H. Musso*, Chem. Ber. **106**, 143 (1973), vorstehend.

²⁾ Jetzige Anschriften: ^{2a)} Chemistry Department, Haverford College, Haverford, Pa., U. S. A. — ^{2b)} Wissenschaftliches Hauptlaboratorium, Farbenfabriken Bayer, D-5090 Leverkusen. — ^{2c)} Institut für Organische Chemie der Universität Karlsruhe, D-7500 Karlsruhe, Richard-Willstätter-Allee.

³⁾ *U. Biethan*, *U. v. Gizycki* und *H. Musso*, Tetrahedron Letters [London] **1965**, 1477.

⁴⁾ *H. Musso* und *U. Biethan*, Chem. Ber. **100**, 119 (1967).

⁵⁾ *R. C. Cookson*, *D. A. Cox* und *J. Hudec*, J. chem. Soc. [London] **1961**, 4499.

äthylenglycol erhitzte. Da die Stellung der Methylgruppen im Ausgangsmaterial **1** und **4** geklärt ist ¹⁾, bestätigen die spektroskopischen Daten (s. Versuchsteil) die Strukturen **3** und **6**.

Beide Kohlenwasserstoffe sind leicht flüchtige Verbindungen von campherähnlichem Geruch und zerfallen im Massenspektrometer nach dem gleichen Schema bevorzugt in die Molekülhälften. Der charakteristische Unterschied in den NMR-Spektren beruht in der Verschiebung des Signals für die tertiären CH-Gruppen von 2.60 ppm in **3** zu höherem Magnetfeld nach 2.10 ppm in **6**, wofür die Nachbarschaft der Methylgruppen in **6** verantwortlich ist. Der gleiche Effekt wird auch bei den Ketonen **1** und **4** beobachtet ¹⁾. Auffallend sind die Unterschiede in den Schmelzpunkten und relativen Retentionszeiten im Gaschromatogramm: **3** 283–286°, 21.5 min; **6** 106.5–108°, 12 min.

Bisher gelang es nicht, Benzochinon⁶⁾ selbst oder ein Halogenderivat zu einem entsprechenden Käfigdimeren umzusetzen, aus dem das unsubstituierte Tetraasteran zu machen wäre, denn bei allen Belichtungsversuchen ließen sich nur die offenen *trans*-2+2-Addukte isolieren ^{7,8)}.

Röntgenstrukturanalyse des Tetramethyltetraasterans **6**

Die *trans*-Konfiguration des Tetraasterans **6** aus 2,5-Dimethylbenzochinon wird durch die Kristallstrukturanalyse bestätigt. Die Einheitszelle der monoklinen Kristalle (Raumgruppe *P* 2₁/c) hat die Dimensionen: *a* = 7.819, *b* = 7.107, *c* = 11.614 Å, β = 96.49° und enthält zwei zentrosymmetrische Moleküle C₁₆H₂₄. Die Struktur

Tab. 1. Lagekoordinaten ($\times 10^4$) und isotrope Temperaturfaktoren B (für C-Atome Mittelwerte der drei Eigenwerte des B-Tensors). Standardabweichungen in Klammern, Numerierung der Atome nach Abb. 1.

	x	y	z	B (\AA^2)
C (1)	1861 (3)	1222 (4)	0282 (2)	3.55
C (2)	1647 (3)	-0635 (4)	1000 (2)	3.57
C (3)	-0029 (3)	0197 (4)	1413 (2)	3.66
C (4)	0181 (3)	2020 (4)	0711 (2)	4.07
C (5)	1281 (3)	-2360 (4)	0236 (3)	3.96
C (6)	-1660 (3)	-0895 (4)	1022 (2)	3.69
C (7)	3457 (4)	2415 (5)	0637 (3)	5.13
C (8)	3053 (4)	-1072 (6)	1981 (3)	5.62
H (1) C (7)	3446 (47)	3663 (62)	0152 (33)	3.45 (89)
H (2) C (7)	4561 (48)	1665 (57)	0500 (31)	4.06 (86)
H (3) C (7)	3594 (44)	2728 (56)	1500 (36)	2.95 (91)
H (1) C (8)	2719 (46)	-2169 (57)	2462 (33)	5.30 (96)
H (2) C (8)	3245 (46)	0105 (60)	2547 (35)	5.18 (94)
H (3) C (8)	4175 (49)	-1432 (56)	1650 (32)	4.83 (89)
H (1) C (5)	2383 (42)	-2731 (50)	-0122 (28)	1.90 (78)
H (2) C (5)	0916 (40)	-3439 (55)	0745 (29)	2.31 (77)
H (1) C (6)	-1609 (43)	-2160 (53)	1440 (32)	2.61 (78)
H (2) C (6)	-2726 (41)	-0184 (50)	1224 (30)	1.87 (76)
HC (3)	0098 (42)	0419 (48)	2307 (31)	1.64 (75)
HC (4)	0381 (40)	3229 (56)	1180 (29)	3.31 (76)

⁶⁾ D. Bryce-Smith und A. Gilbert, J. chem. Soc. [London] **1964**, 2428.

⁷⁾ E. H. Gold und D. Ginsburg, J. chem. Soc. [London] **C 1967**, 15.

⁸⁾ U. v. Gizycki, Liebigs Ann. Chem. **753**, 1, 6 (1971).

wurde mit Hilfe von direkten Methoden gelöst und nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate verfeinert. Tab. 1 zeigt die Lagekoordinaten und mittleren isotropen Temperaturfaktoren, Tab. 2 die anisotropen Schwingungsparameter.

Tab. 2. Schwingungstensor-Komponenten $U_{ij} \times 10^4$ (bezüglich Einheitsvektoren entlang der Kristallachsen), entsprechend Temperaturfaktoren der Form $\exp\{-2\pi^2(U_{11}h^2a^*2 + U_{22}k^2b^*2 + U_{33}l^2c^*2 + 2U_{12}hka^*b^* + 2U_{13}hla^*c^* + 2U_{23}klb^*c^*)\}$. Die experimentellen Werte (oben) sind mit der Standardabweichung in Klammern angegeben und werden sehr gut durch die berechneten Werte (unten) unter der Annahme von Librations- und Translationsschwingungen eines starren Moleküls wiedergegeben. Der r. m. s.-Wert von $\Delta(U_{ij})$ ist 16×10^{-4} , der Wert von $\chi^2 = \Sigma(\sigma/\Delta)^2$ beträgt 43.2 für 36 Freiheitsgrade

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
C(1)	363(12) 370	486(16) 493	489(14) 480	23(11) 27	9(10) 22	-13(12) -14
C(2)	377(12) 376	543(17) 570	424(14) 447	-9(12) -29	-6(10) -10	-65(13) -86
C(3)	430(13) 439	587(17) 581	371(14) 383	2(12) 0	32(10) 40	8(13) -9
C(4)	457(14) 455	444(16) 458	518(17) 514	16(12) 8	53(12) 70	36(13) 52
C(5)	418(13) 434	476(16) 453	619(18) 621	-89(12) -80	95(12) 83	-97(14) -82
C(6)	389(12) 401	547(17) 533	478(15) 463	-6(12) -7	101(10) 85	-75(13) -69
C(7)	496(16) 462	716(23) 706	723(22) 740	146(15) 160	2(14) 5	42(19) 34
C(8)	483(16) 476	992(29) 1000	622(20) 598	-38(17) -35	-100(15) -110	-240(21) -230

Die Librations- und Translationstensenoren haben folgende Eigenwerte und Eigenvektoren (Winkel zwischen den Eigenvektoren und den Kristallachsen a , b und c)

$L(1) = 23.3 \text{ deg}^2$	(23.25, 104.94, 113.64°)
$L(2) = 11.8$	(67.53, 39.62, 62.36)
$L(3) = 8.1$	(84.34, 125.68, 37.82)
$T(1) = 427 \times 10^{-4} \text{ Å}^2$	(62.27, 58.25, 135.38)
$T(2) = 380$	(84.91, 39.43, 51.03)
$T(3) = 329$	(28.27, 110.84, 71.78)

Die Schwingungstensenoren der einzelnen C-Atome wurden der Librations- und Translationsbewegung der als perfekte starre Körper angenommenen Moleküle⁹⁾ angepaßt. Wie aus Tab. 2 hervorgeht, ist die Übereinstimmung zwischen experimentellen und berechneten Schwingungstensenoren sehr gut, obwohl die Achsen der Librations- und Translationstensenoren nicht in einfacher Beziehung zu den Molekül- oder Kristallachsen stehen.

Die aus den Atomkoordinaten (Tab. 1) berechneten Bindungslängen sind in Tab. 3 zusammengestellt. Da die experimentellen Atomlagen durch die Librationsbewegung des Moleküls etwas in Richtung der Librationsachsen verschoben sind, erscheinen die Bindungslängen etwas zu kurz. Die um 0.005–0.008 Å korrigierten C—C-Abstände sind ebenfalls in Tab. 3 angegeben. Für die Bindungs- und Torsionswinkel sind die entsprechenden Korrekturen mit ca. 0.1° zu vernachlässigen.

Aus Tab. 3 geht hervor, daß das Molekül tatsächlich C_{2h} -Symmetrie besitzt, obwohl es als kristallographisches Symmetrieelement nur ein Inversionszentrum aufweist. Die beobachteten Differenzen zwischen chemisch äquivalenten, aber kristallo-

⁹⁾ V. Schomaker und K. N. Trueblood, Acta crystallogr. [Copenhagen] **B** 24, 63 (1968).

Tab. 3. Bindungsabstände, Bindungs- und Torsionswinkel
 (Numerierung der Atome in Abb. 1)

	korr	unkorr
1-2	1.588 Å	1.580(4) Å
1-4	1.571	1.563(3)
2-3	1.569	1.562(3)
3-4	1.557	1.549(4)
3-6	1.523	1.518(3)
4-5'	1.520	1.513(4)
2-5	1.527	1.522(4)
1-6	1.529	1.522(4)
1-7	1.531	1.526(4)
2-8	1.530	1.523(4)
Bindungswinkel		
123	89.3°	89.3°(2)
214	89.6	89.5(2)
143	90.4	90.4(2)
234	90.8	90.7(2)
236	114.8	114.8
145'	114.7	114.8
325	112.1	112.0
416'	112.2	112.2
125	112.8	112.9
216'	113.2	113.1
128	117.2	117.0
217	116.9	117.0
328	114.0	114.0
417	113.7	113.7
825	110.1	110.1
716'	110.0	
436	113.9	113.9
345'	113.7	113.6
254'	111.8	111.8
163'	111.3	111.4
Torsionswinkel		
216'3'	50.3°	
416'3'	-49.2	
1254'	-50.3	
3254'	48.7	
2361'	-52.0	
4361'	50.7	
145'2'	51.5	
345'2'	-50.7	

graphisch nicht äquivalenten Paaren von Molekülparametern sind mit höchstens 0.003 Å für die Bindungslängen und höchstens 0.4° für die Bindungswinkel als nicht signifikant anzusehen. Die entsprechenden Unterschiede in den Torsionswinkeln sind mit bis zu 1.5° möglicherweise signifikant.

Die drei C—C-Bindungstypen der Cyclobutanringe in **6** sind verschieden lang; 1.557 Å für >CH—CH< , 1.571 Å für >C—CH< und 1.588 Å für >C—C< . Die Bindungslänge in Cyclobutan selbst beträgt 1.548 ± 0.003 Å und in Derivaten sind Werte von 1.55–1.56 Å typisch. Die Verlängerung der C—C-Bindungen in Cyclobutan gegenüber jenen in Cyclopropan wurde vor Jahren auf Grund einer einfachen „molecular mechanics“-Berechnung auf Abstoßung nicht miteinander verbundener Atome zurückgeführt¹⁰⁾. Die weitergehende Verlängerung mit Zunahme solcher Abstoßungseffekte ist hier klar ersichtlich.

Die Bindungen zu den Methylgruppen liegen mit 1.520–1.531 (4) Å im üblichen Bereich und sind untereinander nicht deutlich verschieden. Die Sechsringe mit den Methylgruppen in 1,2- und 1,4-Stellung nehmen exakte Bootform ein. Die Valenzwinkel betragen 111.3–114.8°, im Mittel 112.8°, wobei die unsubstituierten C-Atome

¹⁰⁾ J. D. Dunitz und V. Schomaker, J. chem. Physics **20**, 1703 (1952).

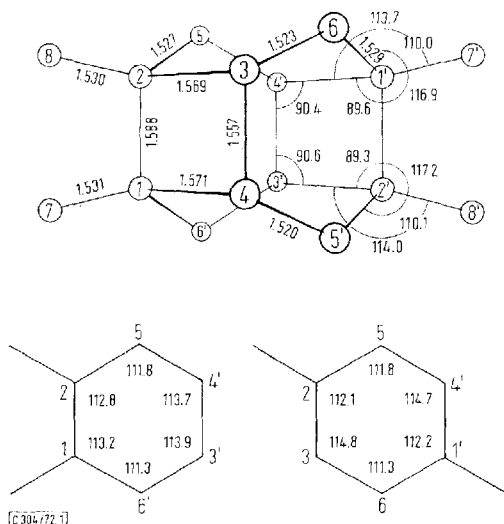
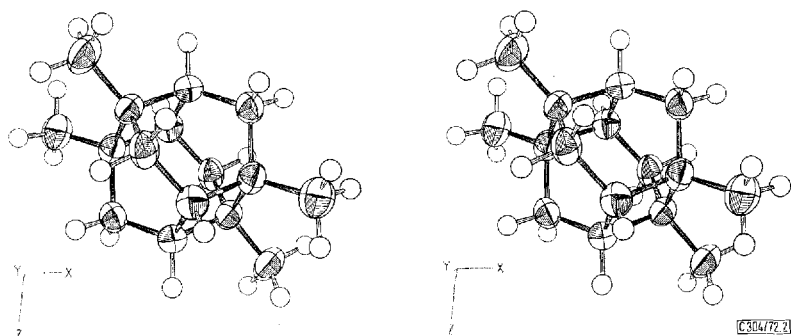
Abb. 1. Bindungslängen und Winkel im *trans*-Tetramethyltetraasteran 6

Abb. 2. Stereoskopische Ansicht des Moleküls 6

3 und 4 mit $113.7\text{--}114.8^\circ$ größere Winkel aufweisen als die methylsubstituierten 1 und 2 ($112.1\text{--}113.2^\circ$); an den Methylgruppen sind die C—C—C-Winkel noch etwas kleiner ($111.3\text{--}111.8^\circ$).

Man mag sich darüber wundern, warum die Winkel Θ_1 an den Methylgruppen nicht größer sind; geometrische Betrachtungen ergeben aber, daß dies nur bei Verkleinerung der Winkel Θ_2 an den übrigen Ring-Atomen möglich ist. Es läßt sich leicht zeigen, daß diese Winkel im unsubstituierten Tetraasteran mit angenommener D_{4h} -Symmetrie und gleichen C—C-Bindungslängen — die tatsächlichen Werte liegen innerhalb von 2% des gemittelten Wertes — durch folgende Beziehung verknüpft sind:

$$\cos\left(\frac{\Theta_1}{2}\right) = -\sqrt{2} \cos \Theta_2$$

Die obige Gleichung liefert: $\Theta_1 = \Theta_2$ bei 113.0° oder $\Theta_1 = 111.5^\circ$ bei $\Theta_2 = 113.5^\circ$ in Übereinstimmung mit den gefundenen Winkeln $\Theta_1 = 111.5^\circ$, $\Theta_2 = 113.4^\circ$. Die allgemeine Winkelaufweitung im Tetraasteran gegenüber dem Tetraederwinkel von

109° 28' ist also eine rein geometrische Eigenschaft des Systems und nicht auf irgendwelche besondere Eigenschaft der Boot-Konformation oder spezielle zwischenatomare Kräfte zurückzuführen. Die resultierende Abflachung des Sechsrings hat eine Zunahme des H...H-Abstandes am Bug und Heck des Bootes auf 2.4 Å zur Folge; ein Wert, der dem angenommenen van der Waals-Abstand nahe kommt.

Analyse des *cis*-Isomeren 3

Durch Sublimation lassen sich bei **3** zwar Kristalle erhalten, doch haben diese typisch plastische Eigenschaften und liefern schlechte Röntgendiagramme. Die monokline Einheitszelle hat $a = 12.42 \text{ Å}$, $b = 8.08 \text{ Å}$, $c = 7.41 \text{ Å}$, $\beta = 118.9^\circ$ und enthält zwei Formeleinheiten in der Elementarzelle (eine pro Gitterpunkt); die Raumgruppe ist $C 2$, Cm oder $C 2/m$.

Die zentrosymmetrische Raumgruppe $C 2/m$, die klar durch statistische Tests der Intensitäten angezeigt wird, würde die Molekülsymmetrie $2/m (C_{2h})$ für jede geordnete Anordnung der Moleküle fordern. Das ist jedoch offensichtlich mit der durch die Synthese gegebenen Struktur nicht vereinbar. Alle Versuche, die Patterson- F^2 -Synthesen (sowohl geschärft wie ungeschärft) mit einer einfachen ungeordneten Struktur in der Raumgruppe $C 2/m$ zu erklären, scheiterten. Auch kann in den beiden niedrigeren Raumgruppen jede geordnete Struktur ausgeschlossen werden. Die Kristallstruktur von **3** ist wahrscheinlich durch eine ziemlich komplexe „Unordnung“ charakterisiert.

Dem *Fonds der Chemischen Industrie* danken wir für die großzügige Unterstützung, Herrn Dr. U.-I. Záhorszky für die Aufnahme der Massenspektren. Herrn Prof. Dr. H. Bärnighausen verdanken wir die Abb. 2.

Experimenteller Teil

Schmp. wurden unter dem Heiztischmikroskop der Firma Reichert bestimmt und korrigiert; IR: Perkin-Elmer 421; NMR: Varian A 60; MS: Atlas CH-4; GC: Perkin-Elmer F 6.

Tetrahydrazon 2 des Käfigdimeren 1: Eine heiße Lösung von 10.0 g **1** in 300 ml Äthanol wurde mit 40 ml 80proz. *Hydrazinhydrat* und 80 ml Benzol versetzt, und aus der Lösung langsam 60 ml abdestilliert. Dabei fielen 10.0 g (83%) farblose glänzende Nadeln aus, die sich oberhalb 200° zersetzen, ohne zu schmelzen, und zur Analyse bei 120° i. Hochvak. getrocknet wurden.

$C_{26}H_{24}N_8$ (328.4) Ber. C 58.51 H 7.37 N 34.12 Gef. C 58.84 H 7.30 N 34.02

IR (KBr): 3370, 3345, 3290, 3255, 3210 (NH_2), 3000, 2960, 2940, 2920, 2900 (CH), 1630 (δNH), 1590 ($C=N$), 1460, 1375, 1170, 1105, 1030, 790 cm^{-1} , 670 cm^{-1} .

Tetrahydrazon 5 des Käfigdimeren 4: Eine Lösung von 5.6 g **4** in 650 ml Äthanol und 50 ml 80proz. *Hydrazinhydrat* wurde eine h auf 70° erwärmt, dann mit 50 ml Benzol versetzt und 100 ml abdestilliert. Nach 48 h Stehenlassen bei 0° hatten sich 6.4 g (95%) farblose glänzende Nadeln abgeschieden, die sich ab 220° zersetzten, ohne zu schmelzen, und zur Analyse i. Hochvak. bei 150° getrocknet wurden.

$C_{26}H_{24}N_8$ (328.4) Ber. C 58.51 H 7.37 N 34.12 Gef. C 57.85 H 7.63 N 34.28

IR (KBr): 3370, 3340, 3300, 3210, 3150 (NH_2), 2990, 2975, 2960, 2935, 2925 (CH), 1630 (δNH), 1595 ($C=N$), 1450, 1430, 1420, 1370, 1350, 1335, 1240, 1190, 1140, 1090, 1070, 1030, 895, 860, 720 cm^{-1} .

1,2,7,8-Tetramethylpentacyclo[6.4.0.0^{2,7}.0^{4,11}.0^{5,10}]dodecan (3): 1.18 g **2** und 2.1 g gepulvertes Natriumhydroxid wurden in 10 ml Diäthylenglycol 4 h auf 170° erhitzt. Ab 150° trat N_2 -Entwicklung ein, und im Kühler schieden sich farblose Kristalle ab. Dann wurde der Ansatz

3 mal mit Äther/n-Pentan (1:1) extrahiert und der Abdampfrückstand des mit Wasser gewaschenen und über CaCl_2 getrockneten Extraktes mit n-Pentan an SiO_2 chromatographiert. Aus dem Eluat isolierte man durch Umkristallisieren aus wenig Methanol 260 mg (33%) tannenbaumartige farblose Kristalle vom Schmp. 253–255° (zugeschmolzenes Röhrchen), die nach dem analytischen Gaschromatogramm (50 m Golay-Säule Apiezonfett M, 170°) drei Komponenten mit folgenden Retentionszeiten (A 16, B 20.5 und C 21.5 min) im Mengenverhältnis 1 : 3 : 16 enthielten. Die präparative Trennung (Autoprep S 700, He, Säule SE 30 bei 210°, Einspritzblock 295°) lieferte nur durch verlustreiches Fraktionsschneiden die reine Komponente C, die nach Umkristallisieren aus Aceton und Sublimation bei 10 Torr und 40–50° ca. 110 mg vom Schmp. 283–286° ergab.

$\text{C}_{16}\text{H}_{24}$ (216.4) Ber. C 88.82 H 11.18

Gef. C 88.76 H 11.28 Mol.-Masse 216 (massenspektrometr.)

NMR (CCl_4), δ ppm: s 0.90 (3), s 1.43 (2), 2.60 (1).

IR (Gas 170°): 2996, 2948, 2932, 2899, 2882, sh, 2844, 1440 breit, 1374, 1094, 1039 cm^{-1} .

Die Fraktionen A und B enthielten nach den IR- und NMR-Spektren Doppelbindungen und wurden nicht weiter untersucht.

1,4,5,8-Tetramethylpentacyclo[6.4.0.0.2.7.0^{4.11}.0^{5.10}]dodecan (6): 2.0 g **5** wurden mit 8.2 g gepulvertem Natriumhydroxid in 13 ml Diäthylenglycol rasch auf 130° erhitzt. Nach 2.5 h wurde wie bei **3** aufgearbeitet und der Rückstand aus dem bei der Chromatographie an SiO_2 erhaltenen Eluat bei 10 Torr sublimiert. Die erste ölige Fraktion wurde verworfen, ab 50° gingen farblose Kristalle über, die nach Umkristallisieren aus Aceton (Kühlen auf 40°) und erneuter Sublimation 158 mg (12%) vom Schmp. 106.5–108° ergaben.

$\text{C}_{16}\text{H}_{24}$ (216.4) Ber. C 88.82 H 11.18

Gef. C 88.98 H 11.04 Mol.-Masse 216 (massenspektrometr.)

NMR (CCl_4), δ ppm: s 0.96 (3), d 1.42 (2), t 2.10 (1), $J = 1.5$ Hz.

IR (Gas 170°): 2972, 2948, 2899, 2874, 2844, 1440 breit, 1375, 1124, 1044 cm^{-1} .

Wichtigste Bruchstücke in den Massenspektren von **3** und **6**, Intensität in %

<i>m/e</i>	216 M^+	110	109	108	107	106	93	91	77
3	23	5	15	100	35	28	27	15	7
6	58	22	30	100	70	38	37	16	8

Kristallstrukturanalyse

Die Intensitäten von 1059 Reflexionen wurden auf einem computer-gesteuerten Vierkreis-Diffraktometer (Modell Y 290 der Firma Hilger & Watts) gemessen unter Verwendung monochromatischer $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung. Nach den üblichen Korrekturen blieben 779 Reflexe mit $F \geq 2.3\sigma(F)$ übrig. Direkte Methoden führten ohne Schwierigkeiten zu einem groben Strukturmodell, das durch eine Serie von Verfeinerungen nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate bis zu einem R -Faktor = 0.051 gebracht wurde, wobei in den letzten Zyklen die Wasserstoffatome mit einbezogen wurden.