

Elektronische Eigenschaften trifluormethylierter Corannulene**

Bernd M. Schmidt, Shu Seki, Berit Topolinski, Kei Ohkubo, Shunichi Fukuzumi, Hidehiro Sakurai und Dieter Lentz*

Mehr als vier Jahrzehnte nach der Entdeckung von Corannulen^[1] (**1**; Abbildung 1) hat sich dessen Chemie vielseitig

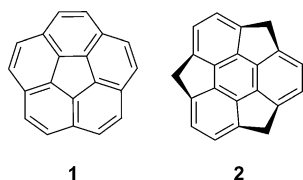


Abbildung 1. Corannulene **1** (links) und Sumanen **2** (rechts).

entwickelt. Es wurden sowohl seine intrinsischen Eigenschaften^[2] als auch eine Vielzahl von Derivaten untersucht, die als Blaulicht-Emitter,^[3] auf dem Gebiet der Flüssigkristalle^[4] oder als Zugang zu isomerenreinen Armchair-Kohlenstoffnanoröhren genutzt wurden.^[5] Die Festkörperstruktur von Corannulene wurde erstmalig 1976 bestimmt und zeigt eine von CH \cdots π -Wechselwirkungen dominierte Anordnung ohne Kolumnarstruktur.^[6] Die Anordnung im Festkörper ist substituentenabhängig und kann variiert werden.^[7] Arylalkinyl-substituierte Corannulene zeigen eine versetzte Stapelung,^[8] während Biorannulene ein komplexes Netzwerk von π - π - und CH \cdots π -Wechselwirkungen bildet.^[9] Tetrabromcorannulene wiederum zeigt eine kompakte Kolumnarstruktur

mit konvex-konkaver Anordnung der Schalen, wie sie üblicherweise für größere Fullerenfragmente beobachtet wird.^[10]

Der gekrümmte aromatische Kohlenwasserstoff Sumanen (**2**) (C₂₁H₁₂) wurde 2003 erstmals synthetisiert, und 2005 konnte die Festkörperpackung durch Einkristallröntgenstrukturanalyse aufgeklärt werden.^[12] Die perfekte Stapelung der Moleküle entlang der kristallographischen *c*-Achse machte **2** zu einem vielversprechenden Kandidaten für organische Halbleitermaterialien. Durch zeitaufgelöste Messung der Mikrowellenreflexion (TRMC, time resolved microwave conductivity) konnte eine hohe Elektronenmobilität ausschließlich entlang der Stränge gemessen werden, woraus eine signifikante Anisotropie des Elektronentransports resultiert.^[13] Insbesondere elektronenarme Moleküle sind potenzielle Kandidaten für die Herstellung luftstabiler, organischer Halbleiter zur Konstruktion von Dünnschichttransistoren.^[14]

Das veranlasste uns, ein System zu konstruieren, das die vorteilhaften Eigenschaften von Sumanen innehat, aber auf Corannulene basiert, dessen Synthese im Kilogramm-Maßstab von Siegel und Mitarbeiter entwickelt wurde.^[15] Die stark elektronenziehenden Trifluormethylgruppen wurden als Substituenten gewählt,^[16] um sowohl die elektronischen Eigenschaften als auch die Selbstorganisation im Festkörper zu beeinflussen. Erste Versuche unter Nutzung von Trifluormethyljodid als Trifluormethylierungsreagens führten jedoch zu komplexen Produktgemischen (siehe dazu Abbildung S1 in den Hintergrundinformationen). Um diese zukünftig zu vermeiden, entschlossen wir uns, ein selektiveres Trifluormethylierungsmittel zu nutzen und zum anderen die Regioisomerenbildung durch selektive Einführung der Gruppen in einem früheren Zeitpunkt der Synthese zu unterdrücken.

Die erste Trifluormethylgruppe kann direkt in 19% Ausbeute eingeführt werden, wenn Corannulene mit Togni's Reagens (1-Trifluormethyl-1,2-benziodoxol-3-(1*H*)-on) umgesetzt wird (Schema 1).^[17] Da die Einführung einer zweiten Trifluormethylgruppe nun zur Bildung von Regioisomeren führen würde, entschieden wir, zwei Trifluormethylgruppen in das Vorläufermolekül selektiv einzubauen. 1,6,7,10-Tetra-methyl-8,9-bis(trifluormethyl)fluoranthen (**4**) kann so unter Nutzung modifizierter Synthesemethoden von Siegel und Mitarbeitern^[18] und anderen Gruppen^[19] in 76% Ausbeute erhalten werden, wenn Hexafluorbutin als Dienophil eingesetzt wird.

4 kann nun durch Wohl-Ziegler-Reaktion und nachfolgende Nickel-katalysierte intramolekulare Kupplung^[20] zum *ortho*-bistrifluormethylierten Corannulene **6** umgesetzt oder aber trifluormethyliert werden, um Verbindung **5** zu erhalten, die ebenso durch obige Ringschlussreaktion zu **7** umgesetzt werden kann. Somit können bis zu drei Trifluormethylgrup-

[*] B. M. Schmidt, B. Topolinski, Prof. Dr. D. Lentz
Freie Universität Berlin, Institut für Chemie und Biochemie
Fabeckstraße 34–36, 14195 Berlin (Deutschland)
E-Mail: dieter.lentz@fu-berlin.de

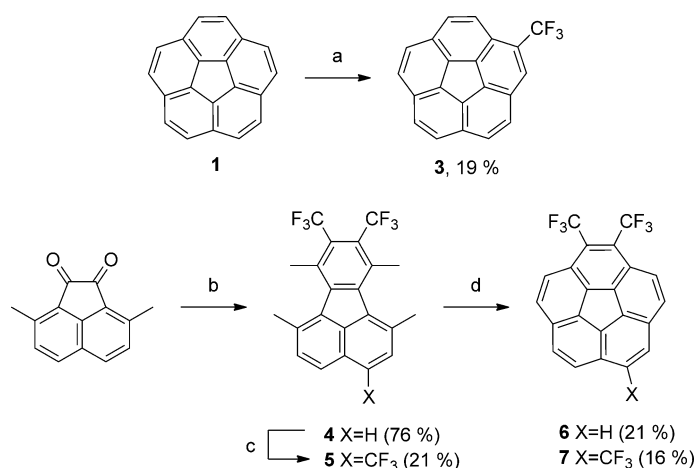
Prof. Dr. S. Seki
Department of Applied Chemistry, Osaka University
2-1 Yamada-oka, Suita, Osaka, 565-0871 (Japan)

B. M. Schmidt, B. Topolinski, Prof. Dr. H. Sakurai
Research Center for Molecular Scale Nanoscience
Institute for Molecular Science
Myodaiji, Okazaki 444-8787 (Japan)

Dr. K. Ohkubo, Prof. Dr. S. Fukuzumi
Department of Material and Life Science
Graduate School of Engineering, Osaka University
2-1 Yamada-oka, Suita, Osaka, 565-0871 (Japan)

[**] Diese Arbeit wurde durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG), GRK 1582 gefördert. H.S. dankt MEXT und JST-PRESTO für finanzielle Unterstützung. Wir danken Simon Poremski für seine Vorarbeiten und Dr. Katrin Niedermann für konstruktive Gespräche.

Hintergrundinformationen zu diesem Beitrag (eine Beschreibung der elektrodenlosen zeitaufgelösten Laser-Blitzlicht-Mikrowellenreflexion (FP-TRMC),^[27] die Transienten-Absorptionsspektren, Emissionsspektren und analytische Daten zu allen neuen Verbindungen (NMR, MS) sind im WWW unter <http://dx.doi.org/10.1002/ange.201205757> zu finden.



Schema 1. Synthese der trifluormethylierten Corannulene. a) 1.0 Äquiv. 1-Trifluormethyl-1,2-benziodoxol-3-(1*H*)-on (Tognis Säurereagens), 0.1 Äquiv. Methyltrioxorhenium, 1,2-Dichlorethan, 80 °C, 8 h; b) 5.5 Äquiv. 3-Pentanon, 1.65 Äquiv. KOH, MeOH, 1 h, RT, dann 3.9 Äquiv. Hexafluorbutin, Ac₂O, 60 °C, 48 h; c) 1.75 Äquiv. 1-Trifluormethyl-1,2-benziodoxol-3-(1*H*)-on (Tognis Säurereagens), 0.1 Äquiv. Methyltrioxorhenium, 1,2-Dichloroethan, 80 °C, 12 h; d) 12.0 Äquiv. *N*-Bromsuccinimid, 0.03 Äquiv. AIBN (Azobisisobutyronitril), 24 h, 80 °C, dann 8.8 Äquiv. Nickelpulver, DMF, 80 °C, 8 h.

pen regioselektiv eingeführt werden. Alle neuen Verbindungen wurden vollständig charakterisiert und zusätzlich elektrochemisch durch Cyclic Voltammetrie und Square-Wave-Voltammetrie in THF-Lösung untersucht. Hierbei zeigten alle Corannulenverbindungen eine reversible Reduktion.^[21] Die Halbstufenpotentiale liegen bezogen auf das Ferrocen/Ferrocenium(Fc/Fc⁺)-Redoxpaar bei -2.47 für **1**, -2.20 für **3**, -1.86 für **6** und -1.66 V für **7**. Die Einführung von Perfluoralkylgruppen in ein aromatisches System verschiebt dessen Reduktion zu höheren Potentialen und erleichtert so die Elektronaufnahme, wie auch bereits von den Gruppen um Wang^[22] und Petrukhina^[23] berichtet wurde. Auch unsere Ergebnisse folgen diesem Trend: Bereits durch die Einführung einer Trifluormethylgruppe wird das Halbstufenpotential der ersten Reduktion um 0.28 V gegenüber **1** verschoben.

Petrukhina und Mitarbeiter beobachteten für das symmetrische Pentakis(trifluormethyl)corannulene eine Verschiebung von 0.95 V,^[23] was einer durchschnittlichen Verschiebung von 0.19 V pro Trifluormethylgruppe entspricht. Durch die selektive Einführung in bestimmten Positionen und die damit verbundene niedrigere Symmetrie wird eine durchschnittliche Verschiebung von 0.27 V erhalten. Durch die unterschiedlichen Substitutionsmuster kann jedoch kein linearer Zusammenhang erwartet werden. Insgesamt kann nun eine Differenz von 0.82 V gegenüber **1** gemessen werden, was nah an dem Wert von 0.95 V für Pentakis(trifluormethyl)corannulene liegt.

Die Festkörperstruktur (Abbildung 2) des trifluormethylierten Corannulens **6** wurde durch Röntgenbeugung am Einkristall^[24] untersucht. Das schalenförmige Molekül **6** bildet Säulen entlang der kristallographischen *c*-Achse, wobei benachbarte Stapel in die entgegengesetzte Richtung verlaufen. Die Moleküle sind nahezu ekliptisch gestapelt (der zentrale Fünfring ist um 8° verdreht). Wie aus Abbildung 2

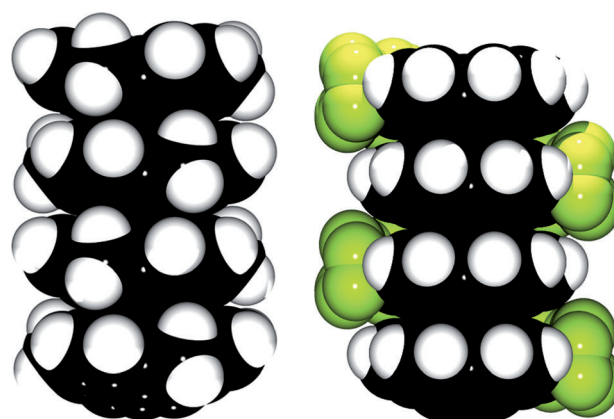


Abbildung 2. ORTEP-Darstellung^[25] (Kalottenmodell) der Festkörperpackungsstrukturen, gerendert mit POV-Ray.^[26] Links: Ein Ausschnitt aus der Kolumnarstruktur von Sumanen (**2**) (C₂₁H₁₂);^[12] der intermolekulare Abstand zwischen den Mittelpunkten des zentralen Sechsrings beträgt hier etwa 3.86 Å. Rechts: Fragment der Stapelung von **6**; die konkav-konvexe Wechselwirkung findet hier in einem Abstand von 3.73 Å statt.

ersichtlich, sind die Trifluormethylgruppen um 140° gegeneinander verdreht, woraus insgesamt eine dichte Packung resultiert.

Aufgrund der bestätigten Stapelungsstruktur wurde die Ladungstransporteigenschaft durch elektrodenlose Messung der Mikrowellenreflexion untersucht. Nach Anregung einer polykristallinen Probe von **6** bei 355 nm zeigt sich eine klare Photoleitfähigkeitssignatur, wie in Abbildung 3a abgebildet, welche in starken Kontrast zum um drei Zehnerpotenzen kleineren Leitfähigkeitstransienten von amorphem Coran-

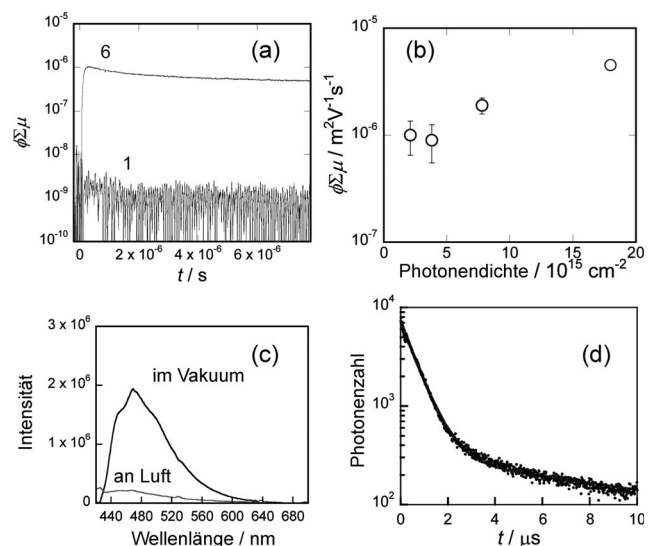


Abbildung 3. a) Leitfähigkeitstransienten beobachtet in einem polykristallinen Film von **6** und von **1** im Festkörper. Anregung bei 355 nm, 2.1×10^{15} bzw. 2.8×10^{15} Photonen cm^{-2} . b) Abhängigkeit der beobachteten maximalen Photoleitfähigkeit von der Photonendichte bei Anregung. c) Photoinduzierte Emissionsspektren von **6** nach Anregung bei 390 nm im Vakuum und an Luft. d) Lebensdauer der Photolumineszenz in polykristallinem **6** im Vakuum bei Anregung bei 390 nm. Die Emission wurde bei 470 nm, 298 K, aufgenommen.

nulen steht. Dies ist ein starkes Indiz dafür, dass auch Corannulen eine hohe elektrische Leitfähigkeit entlang der kolumnaren Stränge aufweisen kann, wenn es gelingt, eine Stapelstruktur zu erzeugen, die eine intermolekulare π -Überlappung analog zu Sumanen aufweist. Auffällig ist hier der beobachtete Photoleitfähigkeitstransient für eine kristalline Probe von **6** im Vergleich zu **2**, da im Falle von **6** eine verzögerte Bildung von photoelektrischen Ladungsträgern beobachtet wird, welche mit einer deutlichen Steigerung der transienten Leitfähigkeit nach einigen μs einhergeht. Die Abhängigkeit der maximalen Leitfähigkeit, wie in Abbildung 3b dargestellt, stützt die Annahme, dass die Bildung von photoelektrischen Ladungsträgern in zweiter Ordnung von der Wechselwirkung angeregter Zustände abhängt.

Daher haben wir den Einfluss von photoangeregten Zuständen in **6** bezüglich der Generierung von photoelektrischen Ladungsträgern durch Emissions- und Transienten-Absorptionsspektroskopie untersucht. Im Festkörper von **6** kann bei 468 nm eine signifikante Photoemission beobachtet werden (Abbildung 3c), die durch Kontakt mit Luft schnell ausgelöscht wird. Eine Messung der Lebensdauer bei 470 nm ergibt Abklingkonstanten von 650 ns und 9.3 μs , die einen relativ geringen Energieunterschied zwischen den Singulett- und Triplettzuständen in **6** vermuten lassen, wobei besonders letzteres aus der Phosphoreszenz des Triplettzustandes resultiert. Die Abklingkonstanten stehen in drastischem Widerspruch zur Entwicklung der transienten Leitfähigkeit (Abbildung 3a), was dafür spricht, dass freie Ladungsträger in polykristallinem **6** überwiegend durch Triplett-Triplett-Auslöschung gebildet werden.

Transienten-Absorptionsspektren von **6** wurden durch Nanosekunden-Laseranregung bei 355 nm erhalten (Abbildung S2) und zeigen eine eindeutige Signatur der Bildung eines angeregten Triplettzustandes bei 400 nm. Um die Bildung des angeregten Triplettzustandes zu quantifizieren, wurden die Transienten-Absorptionsspektren in einem festen Film von **6** in Abhängigkeit von der Zeit gemessen, wie in Abbildung S3 gezeigt. Photobleichung der stationären Absorption wurde bei 375 nm verfolgt, wobei der molare Extinktionskoeffizient der stationären Absorption von **6** $\epsilon = 4 \times 10^3 \text{ mol}^{-1} \text{ dm}^3 \text{ cm}^{-1}$ beträgt. Hauptsächlich durch Relaxation des angeregten Singulettzustandes unter Fluoreszenz, werden anfängliche Verluste durch Photobleichung innerhalb von 1 μs regeneriert. Der kinetische Verlauf bei 400 nm zeigt nicht die anfängliche Verzögerung durch Photobleichung, sondern klingt mit einer Zeitkonstante von 3.1 μs ab, was in guter Übereinstimmung mit der zeitabhängigen Steigerung der transienten Leitfähigkeit ist. Basierend auf ϵ bei einer Wellenlänge von 375 nm ergibt sich demnach etwa ein Extinktionskoeffizient $\epsilon^1 \approx 1.1 \times 10^4 \text{ mol}^{-1} \text{ dm}^3 \text{ cm}^{-1}$ für den Triplettzustand (T_1 - T_n -Übergang) von **6**. Somit wird für die Ausbeute an freien Ladungsträgern, unter der Annahme, dass die Konvertierung zum Triplettzustand 100% beträgt, ein ϕ_{max} von 6×10^3 erhalten. Daraus ergibt sich wiederum eine minimale Ladungsträgerbeweglichkeit von $\Sigma\mu > 0.9 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ in **6** (innerhalb eines Molekülstranges) und $\Sigma\mu > 5 \times 10^{-4} \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ in **1**. Dies entspricht nahezu dem Wert, der für kristallines Sumanen erhalten wurde.^[13]

Trifluoromethylierte Corannulene wurden durch Flüssigphasensynthese regioselektiv hergestellt, und ihre unerwartet starken Elektronenakzeptorfähigkeiten wurden in THF-Lösung untersucht. Die Festkörperstruktur von **6** mit perfekter Stapelung der molekularen Schalen macht es zu einem elektrisch leitenden Material mit hoher Ladungsträgerbeweglichkeit innerhalb der Molekülstränge. Diese Ergebnisse ermöglichen die Entwicklung von elektrisch leitfähigen Materialien auf Basis von Corannulen.

Eingegangen am 19. Juli 2012

Online veröffentlicht am 9. Oktober 2012

Stichwörter: Corannulen · Elektrochemie · Fluorierte Verbindungen · Geodätische Polyarene · Supramolekulare Chemie

- [1] W. E. Barth, R. G. Lawton, *J. Am. Chem. Soc.* **1966**, *88*, 380–381.
- [2] Erschienene Übersichtsartikel: a) Y.-T. Wu, J. S. Siegel, *Chem. Rev.* **2006**, *106*, 4843–4867; b) V. M. Tsefrikas, L. T. Scott, *Chem. Rev.* **2006**, *106*, 4868–4884; c) A. Sygula, *Eur. J. Org. Chem.* **2011**, 1611–1625.
- [3] a) J. Mack, P. Vogel, D. Jones, N. Kaval, A. Sutton, *Org. Biomol. Chem.* **2007**, *5*, 2448–2452; Elektrolumineszenzeigenschaften: b) L. Zoppi, L. Martin-Samos, K. K. Baldrige, *J. Am. Chem. Soc.* **2011**, *133*, 14002–14009.
- [4] D. Miyajima, K. Tashiro, F. Araoka, H. Takezoe, J. Kim, K. Kato, M. Takata, T. Aida, *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 44–45.
- [5] a) L. T. Scott, E. A. Jackson, Q. Zhang, B. D. Steinberg, M. Bancu, B. Li, *J. Am. Chem. Soc.* **2012**, *134*, 107–110; b) S. Schrettl, H. Frauenrath, *Angew. Chem.* **2012**, *124*, 6673–6675; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2012**, *51*, 6569–6571; c) C. Thilgen, *Angew. Chem.* **2012**, *124*, 7190–7192; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2012**, *51*, 7082–7084.
- [6] J. C. Hanson, C. E. Nordman, *Acta Crystallogr. Sect. B* **1976**, *32*, 1147–1153.
- [7] Einkristallstrukturanalysen verschiedener substituierter Corannulene wurden publiziert, siehe z. B.: a) Y. Sevryugina, A. Y. Rogachev, E. A. Jackson, L. T. Scott, M. A. Petrukhina, *J. Org. Chem.* **2006**, *71*, 6615–6618; b) B. Topolinski, B. M. Schmidt, M. Kathan, S. I. Troyanov, D. Lentz, *Chem. Commun.* **2012**, *48*, 6298–6300; c) B. M. Schmidt, B. Topolinski, P. Roesch, D. Lentz, *Chem. Commun.* **2012**, *48*, 6520–6522; d) Y.-T. Wu, T. Hayama, K. K. Baldrige, A. Linden, J. S. Siegel, *J. Am. Chem. Soc.* **2006**, *128*, 6870–6884; Kristallstrukturen von Produkten, die durch elektrophilen Angriff an einem der zentralen Kohlenstoffatome entstehen, wurde ebenso beschrieben, z. B.: e) A. V. Zabula, S. N. Spisak, A. S. Filatov, A. Y. Rogachev, M. A. Petrukhina, *Angew. Chem.* **2011**, *123*, 3027–3030; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2011**, *50*, 2971–2974.
- [8] a) A. Sygula, P. W. Rabideau, *J. Am. Chem. Soc.* **2000**, *122*, 6323–6324; b) Y.-T. Wu, D. Bandera, R. Maag, A. Linden, K. K. Baldrige, J. S. Siegel, *J. Am. Chem. Soc.* **2008**, *130*, 10729–10739.
- [9] D. Eisenberg, A. S. Filatov, E. A. Jackson, M. Rabinovitz, M. A. Petrukhina, L. T. Scott, *J. Org. Chem.* **2008**, *73*, 6073–6078.
- [10] A. S. Filatov, L. T. Scott, M. A. Petrukhina, *Cryst. Growth Des.* **2010**, *10*, 4607–4621, zit. Lit.
- [11] a) H. Sakurai, T. Daiko, T. Hirao, *Science* **2003**, *301*, 1878–1882; b) S. Higashibayashi, H. Sakurai, *Chem. Lett.* **2011**, *40*, 122–128.
- [12] a) H. Sakurai, T. Daiko, S. Hiroyuki, T. Amaya, T. Hirao, *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 11580–11581; b) S. Mebs, M. Weber, P. Luger, B. M. Schmidt, H. Sakurai, S. Higashibayashi, S. Onogi, D. Lentz, *Org. Biomol. Chem.* **2012**, *10*, 2218–2222.

- [13] a) T. Amaya, S. Seki, T. Moriuchi, K. Nakamoto, T. Nakata, H. Sakane, A. Saeki, S. Tagawa, T. Hirao, *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 408–409; b) S. Higashibayashi, R. Tsuruoka, Y. Soujanya, U. Purushotham, G. N. Sastry, S. Seki, T. Ishikawa, S. Toyota, H. Sakurai, *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **2012**, *85*, 450–467.
- [14] a) C. Wang, H. Dong, W. Hu, Y. Liu, D. Zhu, *Chem. Rev.* **2012**, *112*, 2208–2267; b) J. Chang, Q. Ye, K.-W. Huang, J. Zhang, Z.-K. Chen, J. Wu, C. Chi, *Org. Lett.* **2012**, *14*, 2964–2967; c) C. Vijayakumar, A. Saeki, S. Seki, *Chem. Asian J.* **2012**, *7*, 1845–1852.
- [15] A. M. Butterfield, B. Gilomen, J. S. Siegel, *Org. Process Res. Dev.* **2012**, *16*, 664–676.
- [16] S. Purser, P. R. Moore, S. Swallow, V. Gouverneur, *Chem. Soc. Rev.* **2008**, *37*, 320–330.
- [17] E. Mejía, A. Togni, *ACS Catal.* **2012**, *2*, 521–527.
- [18] a) A. Borchardt, A. Fuchicello, K. V. Kilway, K. K. Baldrige, J. S. Siegel, *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 1921–1923; b) T. J. Seiders, E. L. Elliott, G. H. Grube, J. S. Siegel, *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, *121*, 7804–7813.
- [19] a) A. Sygula, P. W. Rabideau, *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 12666–12667; b) A. Sygula, P. W. Rabideau, *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, *121*, 7800–7803.
- [20] A. Sygula, S. D. Karlen, R. Sygula, P. W. Rabideau, *Org. Lett.* **2002**, *4*, 3135–3137.
- [21] a) C. Bruno, R. Benassi, A. Passalacqua, F. Paolucci, C. Fontanesi, M. Marcaccio, E. A. Jackson, L. T. Scott, *J. Phys. Chem. B* **2009**, *113*, 1954–1962; b) T. J. Seiders, K. K. Baldrige, R. Gleiter, J. S. Siegel, *Tetrahedron Lett.* **2000**, *41*, 4519–4522; c) K. K. Baldrige, K. I. Hardcastle, T. J. Seiders, J. S. Siegel, *Org. Biomol. Chem.* **2010**, *8*, 53–55.
- [22] a) Y. Li, C. Li, W. Yue, W. Jiang, R. Kopecek, J. Qu, Z. Wang, *Org. Lett.* **2010**, *12*, 2374–2377.
- [23] I. V. Kuvychko, S. N. Spisak, Y.-S. Chen, A. A. Popov, M. A. Petrukina, S. H. Strauss, O. V. Boltalina, *Angew. Chem.* **2012**, *124*, 5023–5026; *Angew. Chem. Int. Ed.* **2012**, *51*, 4939–4942.
- [24] CCDC 892586 (6) enthält die ausführlichen kristallographischen Daten zu dieser Veröffentlichung. Die Daten sind kostenlos beim Cambridge Crystallographic Data Centre über www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif erhältlich. Kristalldaten für **6**: C₂₂H₈F₆, M_r = 386.28, monoklin, a = 9.701(3), b = 21.131(6), c = 7.447(2) Å, α = 90.00, β = 97.645(8), γ = 90.00°, V = 1513.0(8) Å³, T = 153(2) K, Raumgruppe P2₁/c, Z = 4, 6546 gemessene Reflexe, 3064 unabhängige Reflexe (R_{int} = 0.0261). R₁ = 0.0585 (I > 2σ(I)), wR(F²) = 0.1443 (I > 2σ(I)). R₁ = 0.0919 (alle Daten), wR(F²) = 0.1656 (alle Daten).
- [25] L. Farrugia, *J. Appl. Crystallogr.* **1997**, *30*, 565.
- [26] Persistence of Vision Pty. Ltd. <http://povray.org/>.
- [27] a) S. Seki, S. Tagawa, *Polym. J.* **2007**, *39*, 277–293; b) A. Acharya, S. Seki, A. Saeki, Y. Koizumi, S. Tagawa, *Chem. Phys. Lett.* **2005**, *404*, 356–360.