

# Tris[4,4'-(ethene-1,2-diyl)dipyridinium] decavanadate dihydrate

Roberto Fernandez de Luis,<sup>a</sup> M. Karmele Urriaga,<sup>a\*</sup>  
 José Luis Mesa<sup>b</sup> and María I. Arriortua<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Dpto de Mineralogía y Petrología, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco/E.H.U., PO Box 644, 48080 Bilbao, Spain, and <sup>b</sup>Dpto Química Inorgánica, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco/E.H.U., PO Box 644, 48080 Bilbao, Spain

Correspondence e-mail: karmele.urriaga@ehu.es

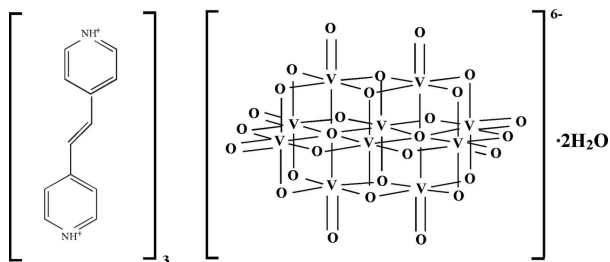
Received 14 December 2009; accepted 16 February 2010

Key indicators: single-crystal X-ray study;  $T = 293$  K; mean  $\sigma(\text{C}-\text{C}) = 0.004$  Å;  $R$  factor = 0.032;  $wR$  factor = 0.076; data-to-parameter ratio = 14.5.

The asymmetric unit of the title compound,  $(\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2)_3\text{[V}_{10}\text{O}_{28}]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , contains one half of a decavanadate anion, one and a half *trans*-1,2-bis(4-pyridinio)ethene cations and one water molecule. The  $\text{V}_{10}\text{O}_{28}$  groups are involved in a three-dimensional hydrogen-bonding network through  $\text{Ow}-\text{H}\cdots\text{O}$ ,  $\text{N}-\text{H}\cdots\text{O}$  and  $\text{C}-\text{H}\cdots\text{O}$  interactions.

## Related literature

For general background to inorganic–organic vanadates, see: Zavalij & Whittingham (1999); Fernández de Luis *et al.* (2009a). For inorganic–organic vanadates constructed from pyridyl ligands, see: Fernández de Luis *et al.* (2009b); Khan *et al.* (2004); Zheng *et al.* (2001). For general background to decavanadates, see: Pope & Müller (1991, 1994); Rhule *et al.* (1998). For hydrogen bonding, see: Steiner (2002).



## Experimental

### Crystal data

$(\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2)_3[\text{V}_{10}\text{O}_{28}]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$   
 $M_r = 1546.14$   
 Triclinic,  $P\bar{1}$   
 $a = 9.7343$  (4) Å  
 $b = 11.7754$  (5) Å  
 $c = 12.2311$  (5) Å

$\alpha = 113.072$  (4)°  
 $\beta = 105.396$  (4)°  
 $\gamma = 93.171$  (3)°  
 $V = 1223.33$  (9) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 1$   
 Mo  $K\alpha$  radiation

$\mu = 1.92$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 293$  K

0.18 × 0.14 × 0.08 mm

### Data collection

Oxford Xcalibur2 diffractometer  
 Absorption correction: analytical  
 (*CrysAlis RED*; Oxford  
 Diffraction, 2008)  
 $T_{\text{min}} = 0.780$ ,  $T_{\text{max}} = 0.887$   
 10137 measured reflections

5498 independent reflections  
 3829 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.029$   
 3 standard reflections every 50  
 reflections  
 intensity decay: none

### Refinement

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.032$   
 $wR(F^2) = 0.076$   
 $S = 0.90$   
 5498 reflections  
 378 parameters  
 2 restraints

H atoms treated by a mixture of  
 independent and constrained  
 refinement  
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0.64$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.39$  e Å<sup>-3</sup>

Table 1

Hydrogen-bond geometry (Å, °).

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
$\text{O1w}-\text{H19}\cdots\text{O11}^{\text{i}}$	0.92 (3)	2.01 (4)	2.919 (3)	168 (4)
$\text{O1w}-\text{H20}\cdots\text{O12}$	0.92 (3)	2.15 (3)	3.028 (3)	160 (3)
$\text{N1}-\text{H21}\cdots\text{O9}$	0.86	1.88	2.721 (3)	164
$\text{N2}-\text{H22}\cdots\text{O2}^{\text{ii}}$	0.86	1.75	2.568 (3)	159
$\text{N3}-\text{H23}\cdots\text{O5}$	0.86	1.71	2.564 (3)	172
$\text{C2}-\text{H2}\cdots\text{O1}^{\text{iii}}$	0.93	2.50	3.126 (4)	124
$\text{C4}-\text{H4}\cdots\text{O1}^{\text{iv}}$	0.93	2.32	3.107 (4)	143
$\text{C8}-\text{H8}\cdots\text{O10}$	0.93	2.57	3.162 (4)	122
$\text{C11}-\text{H11}\cdots\text{O3}^{\text{v}}$	0.93	2.33	3.254 (4)	173
$\text{C12}-\text{H12}\cdots\text{O1w}$	0.93	2.57	3.230 (4)	128
$\text{C14}-\text{H14}\cdots\text{O6}^{\text{v}}$	0.93	2.54	3.202 (3)	128
$\text{C14}-\text{H14}\cdots\text{O12}^{\text{v}}$	0.93	2.39	3.293 (3)	162
$\text{C16}-\text{H16}\cdots\text{O13}^{\text{iv}}$	0.93	2.58	3.401 (4)	147
$\text{C17}-\text{H17}\cdots\text{O13}$	0.93	2.60	3.187 (4)	122

Symmetry codes: (i)  $-x+1, -y+1, -z$ ; (ii)  $-x, -y+1, -z+1$ ; (iii)  $x-1, y+1, z$ ; (iv)  $-x+1, -y+1, -z+1$ ; (v)  $x-1, y, z$ .

Data collection: *CrysAlis CCD* (Oxford Diffraction, 2008); cell refinement: *CrysAlis RED* (Oxford Diffraction, 2008); data reduction: *CrysAlis RED*; program(s) used to solve structure: *SIR92* (Altomare *et al.*, 1993); program(s) used to refine structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 2008); molecular graphics: *PLATON* (Spek, 2009); software used to prepare material for publication: *TOPOS* (Blatov, 2006).

We gratefully acknowledge financial support of this work by the Ministerio de Educación y Ciencia (MAT2007–60400/66737-C02–01) and the Gobierno Vasco (IT-177–07 and GI07/126-IT-312–07). The authors also thank the technicians of SGiker, Drs J. Sangüesa, I. Orue, P. Vitoria and A. Larrañaga, financed by the National Program for the Promotion of Human Resources within the National Plan of Scientific Research, Development and Innovation, Ministerio de Ciencia y Tecnología and Fondo Social Europeo (FSE), for the X-ray diffraction and magnetic measurements, respectively. RFdeL thanks the MEC (Madrid, España) for funding (BES-2005–10322).

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: BG2319).

## References

- Altomare, A., Cascarano, G., Giacovazzo, C. & Guagliardi, A. (1993). *J. Appl. Cryst.* **26**, 343–350.
- Blatov, A. V. (2006). *IUCr CompComm. Newsl.* **7**, 4–6.
- Fernández de Luis, R., Mesa, J. L., Urriaga, M. K., Rojo, T. & Arriortua, M. I. (2009a). *Eur. J. Inorg. Chem.* pp. 4786–4794.
- Fernández de Luis, R., Urriaga, M. K., Mesa, J. L., Rojo, T. & Arriortua, M. I. (2009b). *J. Alloys Compd.* **480**, 54–56.
- Khan, M. I., Nome, R. C., Ayesh, S., Golub, V. O., O'Connor, C. J. & Doedens, R. J. (2004). *Chem. Mater.* **16**, 5273–5279.
- Oxford Diffraction (2008). *CrysAlis CCD and CrysAlis RED*. Oxford Diffraction Ltd, Abingdon, England.
- Pope, M. T. & Müller, A. (1991). *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **30**, 34–48.
- Pope, M. T. & Müller, A. (1994). *Polyoxometalates: From Platonic Solids to Anti-retroviral Activity*. Dordrecht, The Netherlands: Kluwer.
- Rhule, J. T., Hill, C. L., Judd, D. A. & Schinazi, R. F. (1998). *Chem. Rev.* **98**, 327–358.
- Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst.* **A64**, 112–122.
- Spek, A. L. (2009). *Acta Cryst.* **D65**, 148–155.
- Steiner, T. (2002). *Angew. Chem. Int. Ed.* **41**, 48–76.
- Zavalij, P. Y. & Whittingham, M. S. (1999). *Acta Cryst.* **B55**, 627–663.
- Zheng, L.-M., Wang, X., Wang, Y. & Jacobson, A. J. (2001). *J. Mater. Chem.* **11**, 1100–1105.

## supporting information

*Acta Cryst.* (2010). E66, m323–m324 [doi:10.1107/S1600536810006215]

**Tris[4,4'-(ethene-1,2-diyl)dipyridinium] decavanadate dihydrate****Roberto Fernandez de Luis, M. Karmele Urriaga, José Luis Mesa and María I. Arriortua****S1. Comment**

The title compound was synthesized as part of our studies focused on the construction of new inorganic-organic vanadates (Zavalij & Whittingham, 1999) with first row transition metal centres (Fernández *et al.*, 2009*b*). The pyridyl ligands have very often used since they have two nitrogen atoms that can bridge metal atoms to form polymeric compounds (Fernández *et al.*, 2009*a*), (Khan *et al.*, 2004), (Zheng *et al.*, 2001). However, the hydrothermal synthesis of the Co/Bpe/V<sub>x</sub>O<sub>y</sub> system give rise to the crystallization of the title compound as a minor product of the reaction.

The polyoxovanadates exhibit interesting physical and chemical properties with relevance to catalysis, biochemical processes (enzyme inhibitor or activator), medicine, and material science (Pope & Muller, 1991, 1994; Rhule *et al.*, 1998).

The asymmetric unit of (I) consists of one-half decavanadate anion, one and a half pyridinium cations and one water molecule. The decavanadate anion is composed of ten VO<sub>6</sub> octahedra combined *via* shared edges and corners. Six octahedra are arranged in a 2 x 3 equatorial plane sharing edges; the other four octahedra are distributed above and below the equatorial plane, connected by shared sloping edges with the central six octahedra (Fig. 1).

The V—O bond lengths are classified according to the coordinative conditions of the oxygen atoms: terminal O atoms (V=O, 1.597 (2) - 1.608 (2) Å); double-bridging O atoms (V—O, 1.684 (2) - 2.083 (2) Å), triply bridging O atoms located on the surface of the [V<sub>10</sub>O<sub>28</sub>]<sup>6-</sup> cluster (V—O, 1.968 (2) - 2.061 (2) Å), and one six-coordinate O atom (V—O 2.085 (2) - 2.344 (2) Å).

The supramolecular structure is formed by Ow—H···O, N—H···O and C—H···O hydrogen bonds, between the anion and the water molecules, between the cation and the anion, and between cation and water molecule (Steiner, 2002).

The decavanadate anions are hydrogen bonded through two water molecules (Fig.2) forming chains in the [010] direction (Fig. 1). The N—H groups of the organic cations interact with the surface oxygen atoms of the decavanadate anion (N1—H21···O9, N2—H22···O2, N3—H23···O5). Each V<sub>10</sub>O<sub>28</sub> anion is linked trough three organic cations to other two V<sub>10</sub>O<sub>28</sub> anion (Fig. 2). The hydrogen bonding trough the water molecules (O—H···O) and organic cations (N—H···O) of the [V<sub>10</sub>O<sub>28</sub>] clusters, generates the layers shown in the figure 2. The layers are stacked along the [101] direction *via* C—H···O hydrogen bonds, establishing the three dimensional supramolecular network (Fig. 3).

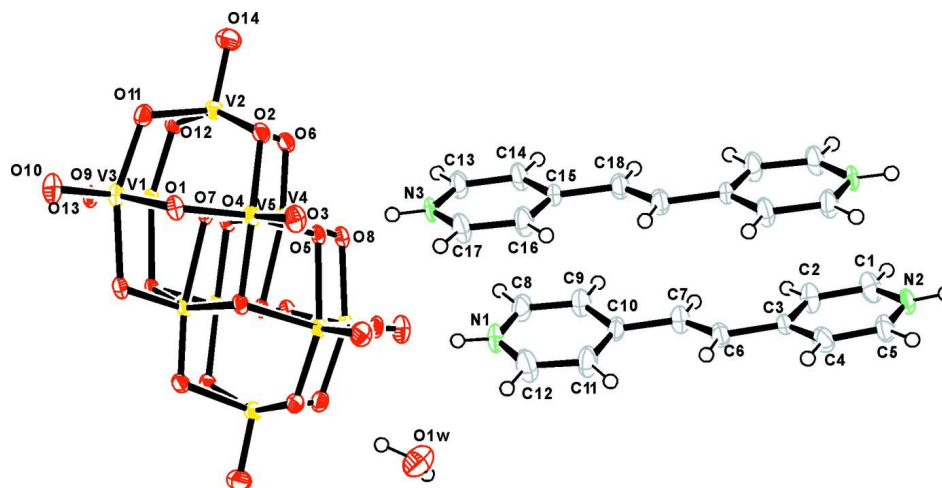
**S2. Experimental**

A mixture consisting of NaVO<sub>3</sub> (0.135 mmol), 1,2-di(4-pyridyl)ethylene (0.135 mmol), Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O (0.135 mmol), and H<sub>2</sub>O (30 ml) in the molar ratio 1:1:1 was placed in a 50-ml Parr Teflon-lined autoclave. The initial pH value was adjusted to 4.0 with a 1M HNO<sub>3</sub> solution under a vigorous stirring. The autoclave was sealed and heated for 3 days at 120°C. After the reaction a mixture of dark brown polycrystalline powder with a minor percentage of the title compound orange single crystals were obtained. In order to obtain the title compound as a single phase, the Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O was suppressed from the initial reactants. However, all attempts to obtain the title compound as a single phase after the hydro-

thermal reaction have been unsuccessful.

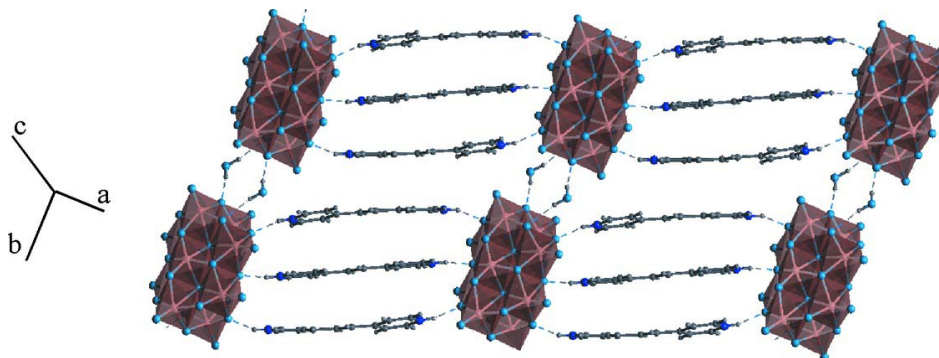
### S3. Refinement

The H atoms belonging to the organic ligand were placed at geometrically idealized positions ( $C-H = 0.93 \text{ \AA}$  and  $N-H = 0.86 \text{ \AA}$ ) and constrained to ride on their parent atoms [ $U_{iso}(H) = 1.2U_{eq}(C,N)$ ]. H atoms of the water molecule were located in a difference map and refined with  $O-H$  inter-atomic distances restrained to  $0.93 \text{ \AA}$ , with the standard deviation set at  $0.01 \text{ \AA}$ .



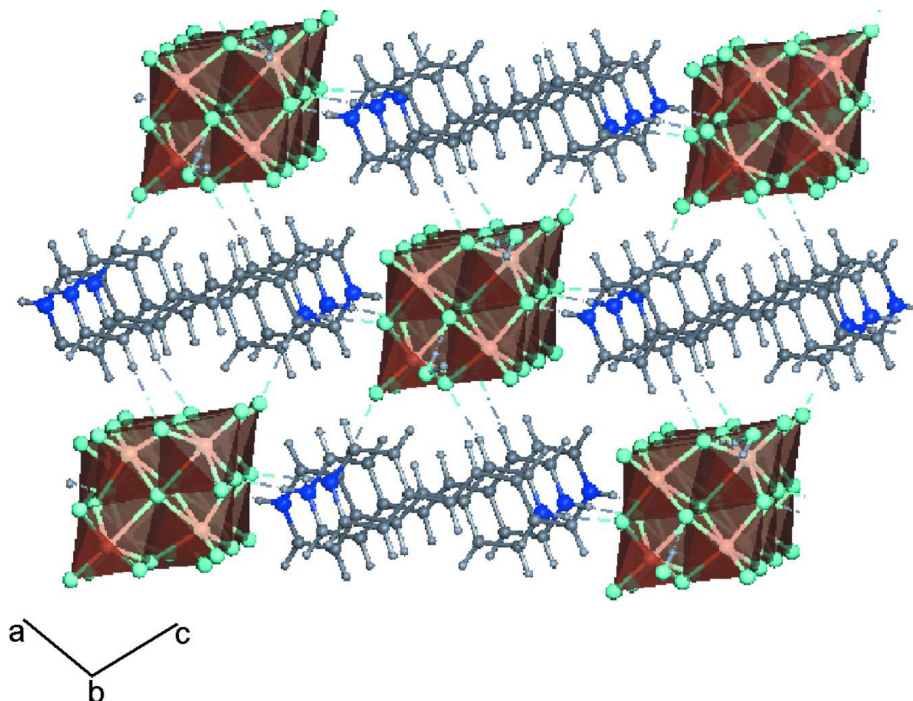
**Figure 1**

The molecular structure of the title compound showing the atom-labeling scheme. Displacement ellipsoids are shown at the 50% probability level.



**Figure 2**

$[V_{10}O_{28}]^{6-}$  anions hydrogen bonded through the water molecules and organic cations giving rise to sheets.

**Figure 3**

The crystal packing of (I). The sheets are stacked along the [101] direction.

### tris[4,4'-(ethene-1,2-diyl)dipyridinium] decavanadate dihydrate

#### Crystal data

$(C_{12}H_{12}N_2)_3[V_{10}O_{28}] \cdot 2H_2O$

$M_r = 1546.14$

Triclinic,  $P\bar{1}$

Hall symbol: -P 1

$a = 9.7343 (4) \text{ \AA}$

$b = 11.7754 (5) \text{ \AA}$

$c = 12.2311 (5) \text{ \AA}$

$\alpha = 113.072 (4)^\circ$

$\beta = 105.396 (4)^\circ$

$\gamma = 93.171 (3)^\circ$

$V = 1223.33 (9) \text{ \AA}^3$

$Z = 1$

$F(000) = 768$

$D_x = 2.099 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$

Cell parameters from 4312 reflections

$\theta = 2.6\text{--}28.9^\circ$

$\mu = 1.92 \text{ mm}^{-1}$

$T = 293 \text{ K}$

Plate, orange

$0.18 \times 0.14 \times 0.08 \text{ mm}$

#### Data collection

Oxford Xcalibur2

diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed X-ray tube

Graphite monochromator

profile data from  $q/2q$  scans

Absorption correction: analytical

(*CrysAlis RED*; Oxford Diffraction, 2008)

$T_{\min} = 0.780$ ,  $T_{\max} = 0.887$

10137 measured reflections

5498 independent reflections

3829 reflections with  $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.029$

$\theta_{\max} = 29.0^\circ$ ,  $\theta_{\min} = 2.7^\circ$

$h = -9 \rightarrow 12$

$k = -14 \rightarrow 12$

$l = -15 \rightarrow 15$

3 standard reflections every 50 reflections

intensity decay: none

Refinement

Refinement on  $F^2$   
 Least-squares matrix: full  
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.032$   
 $wR(F^2) = 0.076$   
 $S = 0.90$   
 5498 reflections  
 378 parameters  
 2 restraints

H atoms treated by a mixture of independent  
 and constrained refinement  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0377P)^2]$   
 where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 0.64 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$   
 $\Delta\rho_{\min} = -0.39 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

Special details

**Geometry.** All e.s.d.'s (except the e.s.d. in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell e.s.d.'s are taken into account individually in the estimation of e.s.d.'s in distances, angles and torsion angles; correlations between e.s.d.'s in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell e.s.d.'s is used for estimating e.s.d.'s involving l.s. planes.

Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )

	x	y	z	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$
O1W	0.6206 (3)	0.5760 (2)	0.2406 (2)	0.0481 (6)
V1	0.56372 (4)	0.24085 (4)	0.17922 (4)	0.01678 (11)
V4	0.67454 (4)	0.01106 (4)	0.01759 (4)	0.01442 (10)
V5	0.55805 (4)	0.00281 (4)	0.23104 (4)	0.01684 (11)
V2	0.66272 (5)	0.24385 (4)	-0.04145 (4)	0.01972 (11)
V3	0.34102 (5)	0.22893 (4)	-0.06201 (4)	0.02019 (11)
O6	0.78126 (17)	0.11594 (15)	0.00005 (15)	0.0193 (4)
O3	0.58831 (19)	0.08980 (17)	0.37727 (15)	0.0251 (4)
O8	0.77818 (17)	-0.09058 (15)	0.04656 (15)	0.0187 (4)
O13	0.59849 (19)	0.32733 (16)	0.32570 (15)	0.0259 (4)
O9	0.40551 (18)	0.30068 (15)	0.10994 (15)	0.0198 (4)
O5	0.41516 (17)	0.09802 (15)	0.16167 (14)	0.0152 (4)
O10	0.2165 (2)	0.30576 (18)	-0.09039 (17)	0.0311 (5)
O12	0.68888 (18)	0.31452 (15)	0.13329 (15)	0.0203 (4)
O2	0.39991 (18)	-0.11428 (15)	0.20214 (15)	0.0192 (4)
O11	0.50190 (19)	0.31199 (16)	-0.07012 (15)	0.0219 (4)
O7	0.50263 (17)	0.10133 (14)	-0.02292 (14)	0.0156 (4)
O4	0.67716 (17)	0.10895 (15)	0.18500 (14)	0.0162 (4)
O1	0.68157 (18)	-0.10149 (16)	0.22455 (15)	0.0203 (4)
O14	0.7885 (2)	0.32950 (18)	-0.05078 (17)	0.0311 (5)
N3	0.2433 (2)	0.2213 (2)	0.2692 (2)	0.0243 (5)
H23	0.2959	0.1735	0.2323	0.029*
N1	0.2556 (3)	0.4870 (2)	0.1955 (2)	0.0313 (6)
H21	0.3068	0.4358	0.1604	0.038*
N2	-0.2323 (3)	1.0304 (2)	0.6653 (2)	0.0301 (6)
H22	-0.2872	1.0732	0.7040	0.036*
C9	0.0305 (3)	0.5473 (3)	0.1930 (2)	0.0310 (7)
H9	-0.0682	0.5339	0.1520	0.037*
C3	-0.0588 (3)	0.8902 (2)	0.5429 (2)	0.0230 (6)
C15	0.0758 (3)	0.3752 (2)	0.3866 (2)	0.0230 (6)

C7	−0.0022 (3)	0.7264 (3)	0.3679 (3)	0.0299 (7)
H7	−0.0979	0.7137	0.3193	0.036*
C17	0.3018 (3)	0.3073 (3)	0.3866 (2)	0.0316 (7)
H17	0.3992	0.3141	0.4277	0.038*
C2	−0.2037 (3)	0.8813 (3)	0.4807 (3)	0.0317 (7)
H2	−0.2438	0.8275	0.3963	0.038*
C14	0.0182 (3)	0.2840 (3)	0.2653 (2)	0.0301 (7)
H14	−0.0792	0.2735	0.2218	0.036*
C10	0.0919 (3)	0.6475 (2)	0.3090 (2)	0.0252 (6)
C6	0.0367 (3)	0.8142 (3)	0.4839 (2)	0.0273 (6)
H6	0.1330	0.8287	0.5319	0.033*
C8	0.1146 (3)	0.4683 (3)	0.1390 (3)	0.0324 (7)
H8	0.0725	0.4006	0.0616	0.039*
C4	−0.0052 (3)	0.9733 (3)	0.6680 (3)	0.0330 (7)
H4	0.0914	0.9819	0.7124	0.040*
C16	0.2216 (3)	0.3861 (3)	0.4479 (3)	0.0325 (7)
H16	0.2643	0.4462	0.5296	0.039*
C11	0.2410 (3)	0.6652 (3)	0.3648 (3)	0.0383 (8)
H11	0.2863	0.7323	0.4419	0.046*
C18	−0.0196 (3)	0.4549 (2)	0.4436 (2)	0.0280 (6)
H18	−0.1159	0.4400	0.3953	0.034*
C13	0.1052 (3)	0.2090 (3)	0.2092 (3)	0.0308 (7)
H13	0.0660	0.1483	0.1273	0.037*
C5	−0.0935 (3)	1.0428 (3)	0.7266 (3)	0.0369 (8)
H5	−0.0560	1.0994	0.8103	0.044*
C1	−0.2869 (3)	0.9529 (3)	0.5454 (3)	0.0346 (7)
H1	−0.3840	0.9467	0.5039	0.041*
C12	0.3201 (3)	0.5841 (3)	0.3063 (3)	0.0427 (8)
H12	0.4195	0.5963	0.3436	0.051*
H19	0.580 (4)	0.600 (4)	0.178 (3)	0.103 (17)*
H20	0.629 (4)	0.4968 (18)	0.190 (3)	0.090 (15)*

*Atomic displacement parameters (Å<sup>2</sup>)*

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
O1W	0.0659 (17)	0.0344 (15)	0.0435 (14)	0.0091 (12)	0.0161 (13)	0.0166 (12)
V1	0.0169 (2)	0.0135 (2)	0.0151 (2)	0.00251 (18)	0.00647 (17)	0.00015 (18)
V4	0.0112 (2)	0.0148 (2)	0.0138 (2)	0.00369 (17)	0.00515 (17)	0.00151 (17)
V5	0.0167 (2)	0.0183 (2)	0.0130 (2)	0.00517 (18)	0.00559 (17)	0.00319 (18)
V2	0.0200 (2)	0.0171 (2)	0.0202 (2)	0.00216 (18)	0.00929 (18)	0.00423 (19)
V3	0.0209 (2)	0.0195 (2)	0.0203 (2)	0.00956 (19)	0.00864 (19)	0.00638 (19)
O6	0.0153 (9)	0.0184 (10)	0.0199 (9)	0.0014 (7)	0.0075 (7)	0.0025 (8)
O3	0.0279 (11)	0.0268 (11)	0.0150 (9)	0.0061 (8)	0.0077 (8)	0.0024 (8)
O8	0.0152 (9)	0.0212 (10)	0.0185 (9)	0.0071 (7)	0.0073 (7)	0.0053 (8)
O13	0.0291 (11)	0.0213 (10)	0.0185 (9)	0.0018 (8)	0.0088 (8)	−0.0010 (8)
O9	0.0214 (10)	0.0160 (9)	0.0201 (9)	0.0079 (7)	0.0103 (7)	0.0028 (7)
O5	0.0137 (9)	0.0160 (9)	0.0130 (8)	0.0049 (7)	0.0058 (7)	0.0017 (7)
O10	0.0307 (11)	0.0334 (11)	0.0321 (11)	0.0184 (9)	0.0125 (9)	0.0135 (9)

O12	0.0199 (10)	0.0152 (9)	0.0212 (9)	0.0014 (7)	0.0083 (7)	0.0022 (7)
O2	0.0190 (10)	0.0189 (10)	0.0187 (9)	0.0036 (7)	0.0099 (7)	0.0044 (8)
O11	0.0265 (10)	0.0174 (10)	0.0221 (9)	0.0071 (8)	0.0106 (8)	0.0063 (8)
O7	0.0148 (9)	0.0151 (9)	0.0151 (8)	0.0056 (7)	0.0065 (7)	0.0032 (7)
O4	0.0130 (9)	0.0172 (9)	0.0135 (8)	0.0028 (7)	0.0045 (7)	0.0013 (7)
O1	0.0183 (9)	0.0248 (10)	0.0170 (9)	0.0085 (8)	0.0062 (7)	0.0072 (8)
O14	0.0305 (11)	0.0286 (11)	0.0342 (11)	0.0003 (9)	0.0147 (9)	0.0112 (9)
N3	0.0236 (13)	0.0232 (13)	0.0283 (12)	0.0121 (10)	0.0176 (10)	0.0060 (10)
N1	0.0354 (15)	0.0297 (14)	0.0306 (13)	0.0178 (12)	0.0192 (11)	0.0073 (11)
N2	0.0366 (15)	0.0277 (14)	0.0374 (14)	0.0163 (11)	0.0273 (12)	0.0138 (12)
C9	0.0291 (17)	0.0326 (17)	0.0265 (15)	0.0109 (13)	0.0093 (13)	0.0067 (13)
C3	0.0256 (15)	0.0204 (15)	0.0289 (14)	0.0084 (12)	0.0169 (12)	0.0105 (12)
C15	0.0249 (15)	0.0190 (14)	0.0272 (14)	0.0080 (12)	0.0154 (12)	0.0066 (12)
C7	0.0281 (16)	0.0325 (17)	0.0281 (15)	0.0130 (13)	0.0112 (12)	0.0094 (13)
C17	0.0208 (15)	0.0371 (18)	0.0294 (15)	0.0103 (13)	0.0096 (12)	0.0049 (14)
C2	0.0335 (17)	0.0391 (18)	0.0236 (14)	0.0163 (14)	0.0119 (13)	0.0109 (13)
C14	0.0203 (15)	0.0336 (17)	0.0288 (15)	0.0092 (13)	0.0101 (12)	0.0033 (13)
C10	0.0311 (16)	0.0218 (15)	0.0253 (14)	0.0114 (12)	0.0142 (12)	0.0079 (12)
C6	0.0236 (15)	0.0274 (16)	0.0297 (15)	0.0081 (12)	0.0126 (12)	0.0077 (13)
C8	0.0383 (19)	0.0277 (17)	0.0251 (15)	0.0087 (14)	0.0138 (13)	0.0022 (13)
C4	0.0213 (16)	0.0331 (18)	0.0340 (16)	0.0001 (13)	0.0114 (13)	0.0023 (14)
C16	0.0281 (17)	0.0321 (17)	0.0241 (15)	0.0065 (13)	0.0098 (13)	-0.0027 (13)
C11	0.0320 (18)	0.0323 (18)	0.0323 (16)	0.0081 (14)	0.0097 (14)	-0.0049 (14)
C18	0.0229 (15)	0.0273 (17)	0.0313 (15)	0.0090 (13)	0.0116 (12)	0.0072 (12)
C13	0.0266 (16)	0.0290 (17)	0.0267 (15)	0.0065 (13)	0.0116 (13)	-0.0009 (13)
C5	0.0349 (18)	0.0322 (18)	0.0351 (17)	0.0040 (14)	0.0216 (14)	-0.0009 (14)
C1	0.0306 (17)	0.049 (2)	0.0322 (16)	0.0216 (15)	0.0148 (13)	0.0206 (15)
C12	0.0265 (17)	0.048 (2)	0.0385 (18)	0.0100 (15)	0.0107 (14)	0.0020 (16)

*Geometric parameters (Å, °)*

O1W—H19	0.92 (3)	N1—H21	0.8600
O1W—H20	0.92 (3)	N2—C1	1.323 (4)
V1—O13	1.6035 (16)	N2—C5	1.328 (4)
V1—O12	1.7835 (17)	N2—H22	0.8600
V1—O9	1.8657 (17)	C9—C8	1.365 (4)
V1—O4	1.9675 (16)	C9—C10	1.386 (4)
V1—O5	2.0614 (17)	C9—H9	0.9300
V1—O7	2.2568 (15)	C3—C4	1.385 (4)
V4—O6	1.6836 (17)	C3—C2	1.389 (4)
V4—O8	1.6888 (17)	C3—C6	1.459 (3)
V4—O4	1.9082 (15)	C15—C14	1.383 (4)
V4—O5 <sup>i</sup>	1.9676 (15)	C15—C16	1.390 (4)
V4—O7	2.0846 (16)	C15—C18	1.469 (3)
V4—O7 <sup>i</sup>	2.1459 (16)	C7—C6	1.321 (4)
V5—O3	1.6081 (16)	C7—C10	1.463 (3)
V5—O1	1.7601 (17)	C7—H7	0.9300
V5—O2	1.8682 (17)	C17—C16	1.371 (3)



V5—O4	1.9904 (17)	C17—H17	0.9300
V5—O5	2.0501 (16)	C2—C1	1.374 (4)
V5—O7 <sup>i</sup>	2.2376 (15)	C2—H2	0.9300
V2—O14	1.5992 (19)	C14—C13	1.372 (3)
V2—O11	1.8127 (18)	C14—H14	0.9300
V2—O2 <sup>i</sup>	1.8635 (16)	C10—C11	1.395 (4)
V2—O12	1.9023 (16)	C6—H6	0.9300
V2—O6	2.0828 (18)	C8—H8	0.9300
V2—O7	2.3437 (17)	C4—C5	1.367 (4)
V3—O10	1.5973 (18)	C4—H4	0.9300
V3—O9	1.8381 (16)	C16—H16	0.9300
V3—O11	1.8461 (18)	C11—C12	1.362 (4)
V3—O1 <sup>i</sup>	1.9093 (16)	C11—H11	0.9300
V3—O8 <sup>i</sup>	2.0456 (18)	C18—C18 <sup>ii</sup>	1.306 (5)
V3—O7	2.3207 (16)	C18—H18	0.9300
N3—C13	1.318 (3)	C13—H13	0.9300
N3—C17	1.331 (3)	C5—H5	0.9300
N3—H23	0.8600	C1—H1	0.9300
N1—C8	1.324 (3)	C12—H12	0.9300
N1—C12	1.339 (4)		
H19—O1W—H20	97 (3)	O12—V2—V1	31.33 (5)
O13—V1—O12	104.37 (9)	O6—V2—V1	79.89 (5)
O13—V1—O9	101.50 (8)	O7—V2—V1	46.31 (4)
O12—V1—O9	94.74 (8)	V3—V2—V1	60.491 (14)
O13—V1—O4	100.66 (8)	V4—V2—V1	60.094 (13)
O12—V1—O4	93.50 (7)	O10—V3—O9	101.74 (8)
O9—V1—O4	153.60 (7)	O10—V3—O11	103.94 (9)
O13—V1—O5	98.70 (8)	O9—V3—O11	92.32 (8)
O12—V1—O5	156.10 (7)	O10—V3—O1 <sup>i</sup>	102.30 (8)
O9—V1—O5	86.65 (7)	O9—V3—O1 <sup>i</sup>	154.79 (8)
O4—V1—O5	75.95 (7)	O11—V3—O1 <sup>i</sup>	89.17 (7)
O13—V1—O7	173.33 (8)	O10—V3—O8 <sup>i</sup>	99.14 (9)
O12—V1—O7	81.88 (7)	O9—V3—O8 <sup>i</sup>	85.43 (7)
O9—V1—O7	80.03 (6)	O11—V3—O8 <sup>i</sup>	156.77 (7)
O4—V1—O7	76.37 (6)	O1 <sup>i</sup> —V3—O8 <sup>i</sup>	83.40 (7)
O5—V1—O7	74.85 (6)	O10—V3—O7	173.91 (9)
O13—V1—V5	89.97 (7)	O9—V3—O7	78.86 (6)
O12—V1—V5	132.01 (6)	O11—V3—O7	82.05 (7)
O9—V1—V5	127.42 (6)	O1 <sup>i</sup> —V3—O7	76.43 (6)
O4—V1—V5	38.53 (5)	O8 <sup>i</sup> —V3—O7	74.82 (6)
O5—V1—V5	40.77 (5)	O10—V3—V2	136.73 (8)
O7—V1—V5	84.03 (4)	O9—V3—V2	85.19 (5)
O13—V1—V4	136.07 (7)	O11—V3—V2	32.79 (5)
O12—V1—V4	78.71 (5)	O1 <sup>i</sup> —V3—V2	82.51 (5)
O9—V1—V4	122.13 (5)	O8 <sup>i</sup> —V3—V2	124.07 (5)
O4—V1—V4	36.05 (4)	O7—V3—V2	49.26 (4)
O5—V1—V4	80.37 (4)	O10—V3—V4 <sup>i</sup>	129.92 (8)

O7—V1—V4	42.12 (4)	O9—V3—V4 <sup>i</sup>	80.78 (6)
V5—V1—V4	60.727 (13)	O11—V3—V4 <sup>i</sup>	126.06 (6)
O13—V1—V2	137.78 (7)	O1 <sup>i</sup> —V3—V4 <sup>i</sup>	78.07 (5)
O12—V1—V2	33.68 (5)	O8 <sup>i</sup> —V3—V4 <sup>i</sup>	30.78 (5)
O9—V1—V2	83.43 (5)	O7—V3—V4 <sup>i</sup>	44.05 (4)
O4—V1—V2	89.73 (5)	V2—V3—V4 <sup>i</sup>	93.302 (16)
O5—V1—V2	123.51 (4)	O10—V3—V5 <sup>i</sup>	133.07 (7)
O7—V1—V2	48.67 (4)	O9—V3—V5 <sup>i</sup>	124.82 (5)
V5—V1—V2	120.397 (16)	O11—V3—V5 <sup>i</sup>	81.68 (5)
V4—V1—V2	59.760 (13)	O1 <sup>i</sup> —V3—V5 <sup>i</sup>	30.77 (5)
O13—V1—V3	134.03 (7)	O8 <sup>i</sup> —V3—V5 <sup>i</sup>	80.72 (4)
O12—V1—V3	83.67 (6)	O7—V3—V5 <sup>i</sup>	45.96 (4)
O9—V1—V3	32.63 (5)	V2—V3—V5 <sup>i</sup>	61.047 (14)
O4—V1—V3	124.31 (5)	V4 <sup>i</sup> —V3—V5 <sup>i</sup>	61.024 (14)
O5—V1—V3	84.82 (5)	O10—V3—V1	134.82 (7)
O7—V1—V3	48.08 (4)	O9—V3—V1	33.18 (5)
V5—V1—V3	118.280 (17)	O11—V3—V1	81.84 (6)
V4—V1—V3	89.836 (15)	O1 <sup>i</sup> —V3—V1	122.73 (5)
V2—V1—V3	59.033 (14)	O8 <sup>i</sup> —V3—V1	83.76 (5)
O6—V4—O8	106.73 (8)	O7—V3—V1	46.35 (4)
O6—V4—O4	99.21 (8)	V2—V3—V1	60.476 (14)
O8—V4—O4	97.88 (7)	V4 <sup>i</sup> —V3—V1	63.607 (14)
O6—V4—O5 <sup>i</sup>	96.61 (7)	V5 <sup>i</sup> —V3—V1	92.045 (16)
O8—V4—O5 <sup>i</sup>	94.96 (7)	V4—O6—V2	110.17 (8)
O4—V4—O5 <sup>i</sup>	155.78 (7)	V4—O8—V3 <sup>i</sup>	110.92 (8)
O6—V4—O7	88.29 (7)	V3—O9—V1	114.19 (8)
O8—V4—O7	164.73 (8)	V4 <sup>i</sup> —O5—V5	106.12 (7)
O4—V4—O7	81.95 (6)	V4 <sup>i</sup> —O5—V1	108.17 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—O7	80.32 (6)	V5—O5—V1	98.19 (7)
O6—V4—O7 <sup>i</sup>	165.98 (7)	V1—O12—V2	114.99 (9)
O8—V4—O7 <sup>i</sup>	87.06 (7)	V2 <sup>i</sup> —O2—V5	114.19 (8)
O4—V4—O7 <sup>i</sup>	80.93 (6)	V2—O11—V3	113.73 (9)
O5 <sup>i</sup> —V4—O7 <sup>i</sup>	79.31 (6)	V4—O7—V4 <sup>i</sup>	102.18 (7)
O7—V4—O7 <sup>i</sup>	77.82 (7)	V4—O7—V5 <sup>i</sup>	95.92 (6)
O6—V4—V3 <sup>i</sup>	144.98 (6)	V4 <sup>i</sup> —O7—V5 <sup>i</sup>	91.54 (6)
O8—V4—V3 <sup>i</sup>	38.30 (6)	V4—O7—V1	91.33 (6)
O4—V4—V3 <sup>i</sup>	90.34 (5)	V4 <sup>i</sup> —O7—V1	95.64 (6)
O5 <sup>i</sup> —V4—V3 <sup>i</sup>	87.10 (5)	V5 <sup>i</sup> —O7—V1	168.51 (8)
O7—V4—V3 <sup>i</sup>	126.54 (5)	V4—O7—V3	170.39 (8)
O7 <sup>i</sup> —V4—V3 <sup>i</sup>	48.76 (4)	V4 <sup>i</sup> —O7—V3	87.20 (6)
O6—V4—V2	39.14 (6)	V5 <sup>i</sup> —O7—V3	85.84 (5)
O8—V4—V2	145.85 (6)	V1—O7—V3	85.57 (5)
O4—V4—V2	91.20 (5)	V4—O7—V2	88.55 (6)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2	89.58 (5)	V4 <sup>i</sup> —O7—V2	169.22 (8)
O7—V4—V2	49.16 (5)	V5 <sup>i</sup> —O7—V2	86.26 (5)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2	126.97 (4)	V1—O7—V2	85.02 (5)
V3 <sup>i</sup> —V4—V2	175.081 (18)	V3—O7—V2	82.12 (5)
O6—V4—V1	85.84 (6)	V4—O4—V1	106.59 (8)

O8—V4—V1	135.23 (6)	V4—O4—V5	107.36 (8)
O4—V4—V1	37.36 (5)	V1—O4—V5	103.46 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—V1	126.81 (5)	V5—O1—V3 <sup>i</sup>	115.52 (9)
O7—V4—V1	46.56 (4)	C13—N3—C17	120.5 (2)
O7 <sup>i</sup> —V4—V1	85.98 (4)	C13—N3—H23	119.7
V3 <sup>i</sup> —V4—V1	119.429 (17)	C17—N3—H23	119.7
V2—V4—V1	60.147 (14)	C8—N1—C12	121.2 (2)
O3—V5—O1	105.70 (8)	C8—N1—H21	119.4
O3—V5—O2	100.00 (8)	C12—N1—H21	119.4
O1—V5—O2	94.80 (8)	C1—N2—C5	120.6 (2)
O3—V5—O4	101.31 (8)	C1—N2—H22	119.7
O1—V5—O4	92.10 (7)	C5—N2—H22	119.7
O2—V5—O4	154.88 (7)	C8—C9—C10	120.1 (3)
O3—V5—O5	97.61 (8)	C8—C9—H9	119.9
O1—V5—O5	155.48 (7)	C10—C9—H9	119.9
O2—V5—O5	88.44 (7)	C4—C3—C2	117.6 (2)
O4—V5—O5	75.71 (7)	C4—C3—C6	119.2 (3)
O3—V5—O7 <sup>i</sup>	172.62 (8)	C2—C3—C6	123.2 (3)
O1—V5—O7 <sup>i</sup>	81.59 (7)	C14—C15—C16	117.8 (2)
O2—V5—O7 <sup>i</sup>	80.23 (6)	C14—C15—C18	118.6 (2)
O4—V5—O7 <sup>i</sup>	76.94 (6)	C16—C15—C18	123.6 (2)
O5—V5—O7 <sup>i</sup>	75.01 (6)	C6—C7—C10	125.9 (3)
O3—V5—V3 <sup>i</sup>	139.16 (7)	C6—C7—H7	117.1
O1—V5—V3 <sup>i</sup>	33.71 (5)	C10—C7—H7	117.1
O2—V5—V3 <sup>i</sup>	84.31 (5)	N3—C17—C16	121.4 (3)
O4—V5—V3 <sup>i</sup>	88.21 (5)	N3—C17—H17	119.3
O5—V5—V3 <sup>i</sup>	123.19 (4)	C16—C17—H17	119.3
O7 <sup>i</sup> —V5—V3 <sup>i</sup>	48.20 (4)	C1—C2—C3	119.2 (3)
O3—V5—V1	89.79 (7)	C1—C2—H2	120.4
O1—V5—V1	130.10 (6)	C3—C2—H2	120.4
O2—V5—V1	129.48 (6)	C13—C14—C15	119.8 (3)
O4—V5—V1	38.01 (5)	C13—C14—H14	120.1
O5—V5—V1	41.04 (5)	C15—C14—H14	120.1
O7 <sup>i</sup> —V5—V1	84.49 (4)	C9—C10—C11	117.5 (2)
V3 <sup>i</sup> —V5—V1	118.745 (17)	C9—C10—C7	118.9 (3)
O14—V2—O11	105.89 (9)	C11—C10—C7	123.5 (2)
O14—V2—O2 <sup>i</sup>	101.51 (8)	C7—C6—C3	125.5 (3)
O11—V2—O2 <sup>i</sup>	92.56 (8)	C7—C6—H6	117.3
O14—V2—O12	102.49 (9)	C3—C6—H6	117.3
O11—V2—O12	91.08 (7)	N1—C8—C9	120.7 (3)
O2 <sup>i</sup> —V2—O12	153.70 (8)	N1—C8—H8	119.7
O14—V2—O6	99.06 (9)	C9—C8—H8	119.7
O11—V2—O6	155.04 (8)	C5—C4—C3	120.4 (3)
O2 <sup>i</sup> —V2—O6	83.03 (7)	C5—C4—H4	119.8
O12—V2—O6	82.74 (7)	C3—C4—H4	119.8
O14—V2—O7	172.02 (9)	C17—C16—C15	119.3 (3)
O11—V2—O7	82.09 (7)	C17—C16—H16	120.4
O2 <sup>i</sup> —V2—O7	77.52 (6)	C15—C16—H16	120.4

O12—V2—O7	77.21 (6)	C12—C11—C10	120.0 (3)
O6—V2—O7	72.97 (6)	C12—C11—H11	120.0
O14—V2—V3	139.36 (8)	C10—C11—H11	120.0
O11—V2—V3	33.48 (6)	C18 <sup>ii</sup> —C18—C15	125.4 (3)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3	85.57 (5)	C18 <sup>ii</sup> —C18—H18	117.3
O12—V2—V3	83.21 (5)	C15—C18—H18	117.3
O6—V2—V3	121.57 (5)	N3—C13—C14	121.2 (3)
O7—V2—V3	48.62 (4)	N3—C13—H13	119.4
O14—V2—V4	129.74 (8)	C14—C13—H13	119.4
O11—V2—V4	124.36 (6)	N2—C5—C4	120.7 (3)
O2 <sup>i</sup> —V2—V4	78.93 (6)	N2—C5—H5	119.7
O12—V2—V4	77.54 (5)	C4—C5—H5	119.7
O6—V2—V4	30.68 (5)	N2—C1—C2	121.6 (3)
O7—V2—V4	42.29 (4)	N2—C1—H1	119.2
V3—V2—V4	90.883 (16)	C2—C1—H1	119.2
O14—V2—V1	133.81 (7)	N1—C12—C11	120.5 (3)
O11—V2—V1	82.33 (5)	N1—C12—H12	119.8
O2 <sup>i</sup> —V2—V1	123.82 (5)	C11—C12—H12	119.8
O13—V1—V4—O6	-97.82 (11)	O12—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	159.71 (7)
O12—V1—V4—O6	1.24 (8)	O9—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	-91.18 (11)
O9—V1—V4—O6	89.76 (9)	O4—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	69.78 (8)
O4—V1—V4—O6	-111.09 (10)	O5—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	0.70 (6)
O5—V1—V4—O6	169.60 (7)	O7—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	74.95 (7)
O7—V1—V4—O6	91.59 (9)	V5—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	24.88 (5)
V5—V1—V4—O6	-152.17 (6)	V4—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	81.05 (5)
V2—V1—V4—O6	31.26 (6)	V2—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	135.20 (5)
V3—V1—V4—O6	84.82 (6)	O13—V1—V3—O7	-171.35 (11)
O13—V1—V4—O8	11.85 (13)	O12—V1—V3—O7	84.76 (8)
O12—V1—V4—O8	110.91 (10)	O9—V1—V3—O7	-166.13 (12)
O9—V1—V4—O8	-160.57 (11)	O4—V1—V3—O7	-5.17 (8)
O4—V1—V4—O8	-1.42 (11)	O5—V1—V3—O7	-74.25 (7)
O5—V1—V4—O8	-80.73 (10)	V5—V1—V3—O7	-50.07 (6)
O7—V1—V4—O8	-158.74 (11)	V4—V1—V3—O7	6.10 (6)
V5—V1—V4—O8	-42.50 (9)	V2—V1—V3—O7	60.25 (6)
V2—V1—V4—O8	140.93 (9)	O13—V1—V3—V2	128.40 (10)
V3—V1—V4—O8	-165.51 (9)	O12—V1—V3—V2	24.51 (5)
O13—V1—V4—O4	13.27 (12)	O9—V1—V3—V2	133.62 (10)
O12—V1—V4—O4	112.33 (10)	O4—V1—V3—V2	-65.42 (6)
O9—V1—V4—O4	-159.15 (11)	O5—V1—V3—V2	-134.50 (4)
O5—V1—V4—O4	-79.31 (9)	O7—V1—V3—V2	-60.25 (6)
O7—V1—V4—O4	-157.32 (11)	V5—V1—V3—V2	-110.319 (19)
V5—V1—V4—O4	-41.08 (8)	V4—V1—V3—V2	-54.152 (15)
V2—V1—V4—O4	142.35 (8)	O13—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	-120.81 (10)
V3—V1—V4—O4	-164.09 (8)	O12—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	135.30 (5)
O13—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	167.03 (11)	O9—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	-115.59 (10)
O12—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	-93.91 (8)	O4—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	45.37 (6)
O9—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	-5.39 (9)	O5—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	-23.71 (4)

O4—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	153.76 (10)	O7—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	50.54 (6)
O5—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	74.45 (9)	V5—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	0.470 (16)
O7—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	-3.56 (9)	V4—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	56.637 (16)
V5—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	112.68 (6)	V2—V1—V3—V4 <sup>i</sup>	110.789 (16)
V2—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	-63.89 (6)	O13—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-176.84 (10)
V3—V1—V4—O5 <sup>i</sup>	-10.33 (7)	O12—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	79.28 (5)
O13—V1—V4—O7	170.59 (12)	O9—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-171.61 (10)
O12—V1—V4—O7	-90.35 (8)	O4—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-10.65 (6)
O9—V1—V4—O7	-1.83 (9)	O5—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-79.73 (4)
O4—V1—V4—O7	157.32 (11)	O7—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-5.48 (6)
O5—V1—V4—O7	78.01 (8)	V5—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	-55.55 (2)
V5—V1—V4—O7	116.24 (6)	V4—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	0.614 (16)
V2—V1—V4—O7	-60.33 (6)	V2—V1—V3—V5 <sup>i</sup>	54.766 (15)
V3—V1—V4—O7	-6.77 (6)	O8—V4—O6—V2	178.36 (7)
O13—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	93.58 (11)	O4—V4—O6—V2	-80.47 (9)
O12—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	-167.36 (7)	O5 <sup>i</sup> —V4—O6—V2	81.13 (8)
O9—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	-78.84 (8)	O7—V4—O6—V2	1.09 (8)
O4—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	80.31 (9)	O7 <sup>i</sup> —V4—O6—V2	9.0 (3)
O5—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	1.00 (6)	V3 <sup>i</sup> —V4—O6—V2	175.54 (3)
O7—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	-77.01 (8)	V1—V4—O6—V2	-45.47 (6)
V5—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	39.23 (4)	O14—V2—O6—V4	179.34 (9)
V2—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	-137.34 (4)	O11—V2—O6—V4	1.0 (2)
V3—V1—V4—O7 <sup>i</sup>	-83.78 (4)	O2 <sup>i</sup> —V2—O6—V4	-80.05 (9)
O13—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	56.56 (10)	O12—V2—O6—V4	77.78 (9)
O12—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	155.62 (6)	O7—V2—O6—V4	-1.01 (7)
O9—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	-115.86 (7)	V3—V2—O6—V4	0.37 (10)
O4—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	43.29 (8)	V1—V2—O6—V4	46.21 (7)
O5—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	-36.02 (5)	O6—V4—O8—V3 <sup>i</sup>	-177.39 (7)
O7—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	-114.03 (6)	O4—V4—O8—V3 <sup>i</sup>	80.47 (9)
V5—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	2.210 (17)	O5 <sup>i</sup> —V4—O8—V3 <sup>i</sup>	-78.95 (8)
V2—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	-174.36 (2)	O7—V4—O8—V3 <sup>i</sup>	-7.8 (3)
V3—V1—V4—V3 <sup>i</sup>	-120.797 (17)	O7 <sup>i</sup> —V4—O8—V3 <sup>i</sup>	0.05 (8)
O13—V1—V4—V2	-129.08 (10)	V2—V4—O8—V3 <sup>i</sup>	-175.54 (3)
O12—V1—V4—V2	-30.02 (6)	V1—V4—O8—V3 <sup>i</sup>	81.34 (10)
O9—V1—V4—V2	58.51 (7)	O10—V3—O9—V1	-176.00 (10)
O4—V1—V4—V2	-142.35 (8)	O11—V3—O9—V1	-71.24 (10)
O5—V1—V4—V2	138.34 (5)	O1 <sup>i</sup> —V3—O9—V1	21.7 (2)
O7—V1—V4—V2	60.33 (6)	O8 <sup>i</sup> —V3—O9—V1	85.59 (10)
V5—V1—V4—V2	176.571 (17)	O7—V3—O9—V1	10.18 (9)
V3—V1—V4—V2	53.564 (15)	V2—V3—O9—V1	-39.21 (8)
O13—V1—V5—O3	1.55 (9)	V4 <sup>i</sup> —V3—O9—V1	54.93 (8)
O12—V1—V5—O3	111.02 (10)	V5 <sup>i</sup> —V3—O9—V1	10.23 (12)
O9—V1—V5—O3	-102.96 (9)	O13—V1—O9—V3	176.17 (10)
O4—V1—V5—O3	108.86 (10)	O12—V1—O9—V3	70.45 (10)
O5—V1—V5—O3	-101.88 (9)	O4—V1—O9—V3	-37.3 (2)
O7—V1—V5—O3	-175.55 (7)	O5—V1—O9—V3	-85.63 (9)
V4—V1—V5—O3	147.23 (7)	O7—V1—O9—V3	-10.44 (9)
V2—V1—V5—O3	150.67 (6)	V5—V1—O9—V3	-84.92 (10)

V3—V1—V5—O3	-140.54 (6)	V4—V1—O9—V3	-9.19 (12)
O13—V1—V5—O1	-108.99 (10)	V2—V1—O9—V3	38.67 (8)
O12—V1—V5—O1	0.49 (10)	O3—V5—O5—V4 <sup>i</sup>	-167.47 (9)
O9—V1—V5—O1	146.50 (9)	O1—V5—O5—V4 <sup>i</sup>	30.6 (2)
O4—V1—V5—O1	-1.67 (9)	O2—V5—O5—V4 <sup>i</sup>	-67.59 (8)
O5—V1—V5—O1	147.58 (10)	O4—V5—O5—V4 <sup>i</sup>	92.73 (8)
O7—V1—V5—O1	73.92 (8)	O7 <sup>i</sup> —V5—O5—V4 <sup>i</sup>	12.71 (7)
V4—V1—V5—O1	36.70 (7)	V3 <sup>i</sup> —V5—O5—V4 <sup>i</sup>	14.57 (9)
V2—V1—V5—O1	40.13 (7)	V1—V5—O5—V4 <sup>i</sup>	111.69 (9)
V3—V1—V5—O1	108.92 (7)	O3—V5—O5—V1	80.85 (9)
O13—V1—V5—O2	104.36 (9)	O1—V5—O5—V1	-81.12 (19)
O12—V1—V5—O2	-146.16 (10)	O2—V5—O5—V1	-179.28 (6)
O9—V1—V5—O2	-0.14 (9)	O4—V5—O5—V1	-18.95 (6)
O4—V1—V5—O2	-148.32 (10)	O7 <sup>i</sup> —V5—O5—V1	-98.97 (7)
O5—V1—V5—O2	0.94 (8)	V3 <sup>i</sup> —V5—O5—V1	-97.12 (6)
O7—V1—V5—O2	-72.73 (8)	O13—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	170.24 (9)
V4—V1—V5—O2	-109.95 (6)	O12—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-25.0 (2)
V2—V1—V5—O2	-106.51 (6)	O9—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	69.11 (8)
V3—V1—V5—O2	-37.73 (7)	O4—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-90.86 (8)
O13—V1—V5—O4	-107.31 (10)	O7—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-11.46 (7)
O12—V1—V5—O4	2.16 (10)	V5—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-110.03 (9)
O9—V1—V5—O4	148.18 (9)	V4—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-54.27 (6)
O5—V1—V5—O4	149.26 (10)	V2—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	-10.74 (9)
O7—V1—V5—O4	75.59 (8)	V3—V1—O5—V4 <sup>i</sup>	36.44 (6)
V4—V1—V5—O4	38.37 (7)	O13—V1—O5—V5	-79.73 (9)
V2—V1—V5—O4	41.81 (7)	O12—V1—O5—V5	84.99 (19)
V3—V1—V5—O4	110.60 (7)	O9—V1—O5—V5	179.14 (7)
O13—V1—V5—O5	103.43 (9)	O4—V1—O5—V5	19.16 (6)
O12—V1—V5—O5	-147.09 (10)	O7—V1—O5—V5	98.57 (6)
O9—V1—V5—O5	-1.08 (8)	V4—V1—O5—V5	55.75 (5)
O4—V1—V5—O5	-149.26 (10)	V2—V1—O5—V5	99.29 (6)
O7—V1—V5—O5	-73.67 (7)	V3—V1—O5—V5	146.47 (5)
V4—V1—V5—O5	-110.89 (6)	O13—V1—O12—V2	-173.81 (10)
V2—V1—V5—O5	-107.45 (6)	O9—V1—O12—V2	-70.64 (10)
V3—V1—V5—O5	-38.66 (6)	O4—V1—O12—V2	84.25 (10)
O13—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	176.88 (8)	O5—V1—O12—V2	21.8 (2)
O12—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	-73.64 (8)	O7—V1—O12—V2	8.56 (9)
O9—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	72.37 (7)	V5—V1—O12—V2	82.90 (11)
O4—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	-75.80 (8)	V4—V1—O12—V2	51.20 (8)
O5—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	73.45 (7)	V3—V1—O12—V2	-39.90 (8)
O7—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	-0.21 (8)	O14—V2—O12—V1	179.81 (10)
V4—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	-37.43 (4)	O11—V2—O12—V1	73.27 (10)
V2—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	-34.00 (4)	O2 <sup>i</sup> —V2—O12—V1	-24.7 (2)
V3—V1—V5—O7 <sup>i</sup>	34.79 (4)	O6—V2—O12—V1	-82.47 (10)
O13—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	-147.87 (7)	O7—V2—O12—V1	-8.37 (9)
O12—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	-38.39 (8)	V3—V2—O12—V1	40.66 (8)
O9—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	107.62 (6)	V4—V2—O12—V1	-51.75 (8)
O4—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	-40.55 (7)	O3—V5—O2—V2 <sup>i</sup>	-175.44 (10)

O5—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	108.71 (6)	O1—V5—O2—V2 <sup>i</sup>	-68.54 (10)
O7—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	35.04 (4)	O4—V5—O2—V2 <sup>i</sup>	36.9 (2)
V4—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	-2.180 (17)	O5—V5—O2—V2 <sup>i</sup>	87.11 (9)
V2—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	1.25 (3)	O7 <sup>i</sup> —V5—O2—V2 <sup>i</sup>	12.05 (9)
V3—V1—V5—V3 <sup>i</sup>	70.04 (3)	V3 <sup>i</sup> —V5—O2—V2 <sup>i</sup>	-36.46 (8)
O6—V4—V2—O14	-0.85 (12)	V1—V5—O2—V2 <sup>i</sup>	86.49 (9)
O8—V4—V2—O14	-3.65 (14)	O14—V2—O11—V3	-179.26 (9)
O4—V4—V2—O14	102.33 (10)	O2 <sup>i</sup> —V2—O11—V3	78.01 (10)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O14	-101.88 (10)	O12—V2—O11—V3	-75.94 (10)
O7—V4—V2—O14	-179.41 (10)	O6—V2—O11—V3	-0.9 (2)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O14	-178.13 (10)	O7—V2—O11—V3	0.98 (8)
V1—V4—V2—O14	124.09 (9)	V4—V2—O11—V3	-0.33 (12)
O6—V4—V2—O11	-179.50 (11)	V1—V2—O11—V3	-45.78 (7)
O8—V4—V2—O11	177.70 (12)	O10—V3—O11—V2	-179.88 (9)
O4—V4—V2—O11	-76.33 (8)	O9—V3—O11—V2	77.42 (10)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O11	79.46 (8)	O1 <sup>i</sup> —V3—O11—V2	-77.41 (10)
O7—V4—V2—O11	1.94 (8)	O8 <sup>i</sup> —V3—O11—V2	-6.4 (2)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O11	3.21 (9)	O7—V3—O11—V2	-0.99 (8)
V1—V4—V2—O11	-54.57 (7)	V4 <sup>i</sup> —V3—O11—V2	-2.86 (12)
O6—V4—V2—O2 <sup>i</sup>	95.00 (10)	V5 <sup>i</sup> —V3—O11—V2	-47.45 (8)
O8—V4—V2—O2 <sup>i</sup>	92.20 (11)	V1—V3—O11—V2	45.85 (8)
O4—V4—V2—O2 <sup>i</sup>	-161.82 (7)	O6—V4—O7—V4 <sup>i</sup>	178.05 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O2 <sup>i</sup>	-6.03 (7)	O8—V4—O7—V4 <sup>i</sup>	8.0 (3)
O7—V4—V2—O2 <sup>i</sup>	-83.56 (7)	O4—V4—O7—V4 <sup>i</sup>	-82.40 (7)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O2 <sup>i</sup>	-82.28 (7)	O5 <sup>i</sup> —V4—O7—V4 <sup>i</sup>	81.04 (7)
V1—V4—V2—O2 <sup>i</sup>	-140.06 (5)	O7 <sup>i</sup> —V4—O7—V4 <sup>i</sup>	0.0
O6—V4—V2—O12	-96.83 (10)	V3 <sup>i</sup> —V4—O7—V4 <sup>i</sup>	2.01 (8)
O8—V4—V2—O12	-99.63 (11)	V2—V4—O7—V4 <sup>i</sup>	178.96 (8)
O4—V4—V2—O12	6.34 (7)	V1—V4—O7—V4 <sup>i</sup>	-96.06 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O12	162.13 (7)	O6—V4—O7—V5 <sup>i</sup>	85.18 (7)
O7—V4—V2—O12	84.61 (7)	O8—V4—O7—V5 <sup>i</sup>	-84.8 (3)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O12	85.88 (7)	O4—V4—O7—V5 <sup>i</sup>	-175.26 (7)
V1—V4—V2—O12	28.10 (5)	O5 <sup>i</sup> —V4—O7—V5 <sup>i</sup>	-11.82 (6)
O8—V4—V2—O6	-2.80 (12)	O7 <sup>i</sup> —V4—O7—V5 <sup>i</sup>	-92.86 (7)
O4—V4—V2—O6	103.17 (10)	V3 <sup>i</sup> —V4—O7—V5 <sup>i</sup>	-90.85 (6)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O6	-101.04 (10)	V2—V4—O7—V5 <sup>i</sup>	86.09 (6)
O7—V4—V2—O6	-178.56 (10)	V1—V4—O7—V5 <sup>i</sup>	171.07 (9)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O6	-177.29 (10)	O6—V4—O7—V1	-85.89 (7)
V1—V4—V2—O6	124.93 (9)	O8—V4—O7—V1	104.1 (3)
O6—V4—V2—O7	178.56 (10)	O4—V4—O7—V1	13.67 (6)
O8—V4—V2—O7	175.76 (11)	O5 <sup>i</sup> —V4—O7—V1	177.11 (7)
O4—V4—V2—O7	-78.26 (7)	O7 <sup>i</sup> —V4—O7—V1	96.06 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—O7	77.53 (7)	V3 <sup>i</sup> —V4—O7—V1	98.08 (5)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—O7	1.28 (10)	V2—V4—O7—V1	-84.98 (5)
V1—V4—V2—O7	-56.50 (5)	O6—V4—O7—V2	-0.91 (6)
O6—V4—V2—V3	-179.68 (9)	O8—V4—O7—V2	-170.9 (2)
O8—V4—V2—V3	177.52 (10)	O4—V4—O7—V2	98.65 (6)
O4—V4—V2—V3	-76.51 (5)	O5 <sup>i</sup> —V4—O7—V2	-97.91 (6)

O5 <sup>i</sup> —V4—V2—V3	79.28 (5)	O7 <sup>i</sup> —V4—O7—V2	-178.96 (8)
O7—V4—V2—V3	1.75 (5)	V3 <sup>i</sup> —V4—O7—V2	-176.95 (2)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—V3	3.03 (5)	V1—V4—O7—V2	84.98 (5)
V1—V4—V2—V3	-54.750 (15)	O12—V1—O7—V4	82.12 (7)
O6—V4—V2—V1	-124.93 (9)	O9—V1—O7—V4	178.43 (7)
O8—V4—V2—V1	-127.73 (10)	O4—V1—O7—V4	-13.50 (6)
O4—V4—V2—V1	-21.76 (5)	O5—V1—O7—V4	-92.36 (7)
O5 <sup>i</sup> —V4—V2—V1	134.03 (5)	V5—V1—O7—V4	-51.88 (5)
O7—V4—V2—V1	56.50 (5)	V2—V1—O7—V4	88.43 (6)
O7 <sup>i</sup> —V4—V2—V1	57.78 (5)	V3—V1—O7—V4	170.89 (8)
O13—V1—V2—O14	8.69 (15)	O12—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	-175.50 (7)
O12—V1—V2—O14	-0.26 (14)	O9—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	-79.19 (7)
O9—V1—V2—O14	108.58 (12)	O4—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	88.88 (7)
O4—V1—V2—O14	-96.98 (11)	O5—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	10.01 (6)
O5—V1—V2—O14	-169.86 (11)	V5—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	50.50 (5)
O7—V1—V2—O14	-168.94 (12)	V4—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	102.38 (7)
V5—V1—V2—O14	-121.52 (10)	V2—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	-169.19 (8)
V4—V1—V2—O14	-118.05 (10)	V3—V1—O7—V4 <sup>i</sup>	-86.74 (6)
V3—V1—V2—O14	131.71 (10)	O12—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	-47.1 (4)
O13—V1—V2—O11	-96.00 (12)	O9—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	49.2 (4)
O12—V1—V2—O11	-104.95 (11)	O4—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	-142.7 (4)
O9—V1—V2—O11	3.88 (7)	O5—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	138.4 (4)
O4—V1—V2—O11	158.33 (7)	V5—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	178.9 (4)
O5—V1—V2—O11	85.44 (8)	V4—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	-129.2 (4)
O7—V1—V2—O11	86.36 (8)	V2—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	-40.8 (4)
V5—V1—V2—O11	133.79 (6)	V3—V1—O7—V5 <sup>i</sup>	41.7 (4)
V4—V1—V2—O11	137.26 (6)	O12—V1—O7—V3	-88.77 (7)
V3—V1—V2—O11	27.02 (6)	O9—V1—O7—V3	7.54 (7)
O13—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	176.06 (12)	O4—V1—O7—V3	175.61 (7)
O12—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	167.11 (12)	O5—V1—O7—V3	96.75 (6)
O9—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	-84.06 (8)	V5—V1—O7—V3	137.24 (4)
O4—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	70.39 (8)	V4—V1—O7—V3	-170.89 (8)
O5—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	-2.50 (9)	V2—V1—O7—V3	-82.46 (5)
O7—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	-1.58 (8)	O12—V1—O7—V2	-6.31 (7)
V5—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	45.85 (7)	O9—V1—O7—V2	90.00 (7)
V4—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	49.32 (7)	O4—V1—O7—V2	-101.93 (6)
V3—V1—V2—O2 <sup>i</sup>	-60.92 (7)	O5—V1—O7—V2	179.20 (6)
O13—V1—V2—O12	8.95 (14)	V5—V1—O7—V2	-140.31 (4)
O9—V1—V2—O12	108.84 (11)	V4—V1—O7—V2	-88.43 (6)
O4—V1—V2—O12	-96.72 (11)	V3—V1—O7—V2	82.46 (5)
O5—V1—V2—O12	-169.61 (12)	O9—V3—O7—V4 <sup>i</sup>	88.20 (7)
O7—V1—V2—O12	-168.68 (12)	O11—V3—O7—V4 <sup>i</sup>	-177.83 (7)
V5—V1—V2—O12	-121.26 (10)	O1 <sup>i</sup> —V3—O7—V4 <sup>i</sup>	-86.77 (7)
V4—V1—V2—O12	-117.79 (10)	O8 <sup>i</sup> —V3—O7—V4 <sup>i</sup>	-0.03 (5)
V3—V1—V2—O12	131.97 (10)	V2—V3—O7—V4 <sup>i</sup>	-178.54 (7)
O13—V1—V2—O6	101.59 (11)	V5 <sup>i</sup> —V3—O7—V4 <sup>i</sup>	-91.75 (6)
O12—V1—V2—O6	92.64 (11)	V1—V3—O7—V4 <sup>i</sup>	95.89 (6)
O9—V1—V2—O6	-158.52 (7)	O9—V3—O7—V5 <sup>i</sup>	179.95 (7)



O4—V1—V2—O6	-4.08 (6)	O11—V3—O7—V5 <sup>i</sup>	-86.09 (7)
O5—V1—V2—O6	-76.96 (7)	O1 <sup>i</sup> —V3—O7—V5 <sup>i</sup>	4.98 (6)
O7—V1—V2—O6	-76.04 (7)	O8 <sup>i</sup> —V3—O7—V5 <sup>i</sup>	91.71 (6)
V5—V1—V2—O6	-28.61 (5)	V2—V3—O7—V5 <sup>i</sup>	-86.80 (5)
V4—V1—V2—O6	-25.15 (5)	V4 <sup>i</sup> —V3—O7—V5 <sup>i</sup>	91.75 (6)
V3—V1—V2—O6	-135.39 (5)	V1—V3—O7—V5 <sup>i</sup>	-172.37 (8)
O13—V1—V2—O7	177.63 (12)	O9—V3—O7—V1	-7.69 (7)
O12—V1—V2—O7	168.68 (12)	O11—V3—O7—V1	86.28 (7)
O9—V1—V2—O7	-82.48 (7)	O1 <sup>i</sup> —V3—O7—V1	177.34 (7)
O4—V1—V2—O7	71.96 (7)	O8 <sup>i</sup> —V3—O7—V1	-95.92 (6)
O5—V1—V2—O7	-0.92 (7)	V2—V3—O7—V1	85.57 (5)
V5—V1—V2—O7	47.43 (5)	V4 <sup>i</sup> —V3—O7—V1	-95.89 (6)
V4—V1—V2—O7	50.89 (5)	V5 <sup>i</sup> —V3—O7—V1	172.37 (8)
V3—V1—V2—O7	-59.35 (5)	O9—V3—O7—V2	-93.26 (6)
O13—V1—V2—V3	-123.02 (11)	O11—V3—O7—V2	0.71 (6)
O12—V1—V2—V3	-131.97 (10)	O1 <sup>i</sup> —V3—O7—V2	91.78 (6)
O9—V1—V2—V3	-23.13 (5)	O8 <sup>i</sup> —V3—O7—V2	178.51 (6)
O4—V1—V2—V3	131.31 (5)	V4 <sup>i</sup> —V3—O7—V2	178.54 (7)
O5—V1—V2—V3	58.42 (6)	V5 <sup>i</sup> —V3—O7—V2	86.80 (5)
O7—V1—V2—V3	59.35 (5)	V1—V3—O7—V2	-85.57 (5)
V5—V1—V2—V3	106.77 (2)	O11—V2—O7—V4	-178.39 (7)
V4—V1—V2—V3	110.240 (17)	O2 <sup>i</sup> —V2—O7—V4	87.20 (7)
O13—V1—V2—V4	126.74 (11)	O12—V2—O7—V4	-85.45 (7)
O12—V1—V2—V4	117.79 (10)	O6—V2—O7—V4	0.77 (5)
O9—V1—V2—V4	-133.38 (5)	V3—V2—O7—V4	-177.66 (7)
O4—V1—V2—V4	21.07 (5)	V1—V2—O7—V4	-91.46 (6)
O5—V1—V2—V4	-51.82 (6)	O11—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	7.1 (4)
O7—V1—V2—V4	-50.89 (5)	O2 <sup>i</sup> —V2—O7—V4 <sup>i</sup>	-87.3 (4)
V5—V1—V2—V4	-3.468 (17)	O12—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	100.0 (4)
V3—V1—V2—V4	-110.240 (17)	O6—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	-173.8 (4)
O14—V2—V3—O10	1.27 (15)	V3—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	7.8 (4)
O11—V2—V3—O10	0.17 (13)	V4—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	-174.5 (4)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O10	-101.28 (11)	V1—V2—O7—V4 <sup>i</sup>	94.0 (4)
O12—V2—V3—O10	102.55 (11)	O11—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	85.58 (7)
O6—V2—V3—O10	179.70 (11)	O2 <sup>i</sup> —V2—O7—V5 <sup>i</sup>	-8.83 (6)
O7—V2—V3—O10	-178.53 (11)	O12—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	178.52 (7)
V4—V2—V3—O10	179.89 (10)	O6—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	-95.26 (6)
V1—V2—V3—O10	125.46 (10)	V3—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	86.31 (5)
O14—V2—V3—O9	-100.77 (12)	V4—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	-96.03 (6)
O11—V2—V3—O9	-101.87 (11)	V1—V2—O7—V5 <sup>i</sup>	172.51 (7)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O9	156.69 (8)	O11—V2—O7—V1	-86.93 (6)
O12—V2—V3—O9	0.52 (8)	O2 <sup>i</sup> —V2—O7—V1	178.66 (7)
O6—V2—V3—O9	77.67 (8)	O12—V2—O7—V1	6.00 (6)
O7—V2—V3—O9	79.43 (7)	O6—V2—O7—V1	92.23 (6)
V4—V2—V3—O9	77.86 (6)	V3—V2—O7—V1	-86.20 (5)
V1—V2—V3—O9	23.43 (6)	V4—V2—O7—V1	91.46 (6)
O14—V2—V3—O11	1.10 (14)	O11—V2—O7—V3	-0.72 (6)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O11	-101.44 (11)	O2 <sup>i</sup> —V2—O7—V3	-95.14 (6)

O12—V2—V3—O11	102.39 (11)	O12—V2—O7—V3	92.21 (6)
O6—V2—V3—O11	179.54 (11)	O6—V2—O7—V3	178.43 (6)
O7—V2—V3—O11	-178.70 (11)	V4—V2—O7—V3	177.66 (7)
V4—V2—V3—O11	179.73 (10)	V1—V2—O7—V3	86.20 (5)
V1—V2—V3—O11	125.30 (10)	O6—V4—O4—V1	70.51 (9)
O14—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	101.28 (12)	O8—V4—O4—V1	178.99 (8)
O11—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	100.19 (11)	O5 <sup>i</sup> —V4—O4—V1	-59.7 (2)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-1.26 (8)	O7—V4—O4—V1	-16.42 (8)
O12—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-157.43 (8)	O7 <sup>i</sup> —V4—O4—V1	-95.29 (8)
O6—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-80.28 (8)	V3 <sup>i</sup> —V4—O4—V1	-143.33 (7)
O7—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-78.52 (7)	V2—V4—O4—V1	32.00 (7)
V4—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-80.09 (6)	O6—V4—O4—V5	-179.14 (8)
V1—V2—V3—O1 <sup>i</sup>	-134.52 (6)	O8—V4—O4—V5	-70.66 (9)
O14—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	178.06 (12)	O5 <sup>i</sup> —V4—O4—V5	50.7 (2)
O11—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	176.96 (11)	O7—V4—O4—V5	93.92 (8)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O8 <sup>i</sup>	75.52 (8)	O7 <sup>i</sup> —V4—O4—V5	15.06 (7)
O12—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	-80.65 (8)	V3 <sup>i</sup> —V4—O4—V5	-32.98 (7)
O6—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	-3.50 (8)	V2—V4—O4—V5	142.35 (6)
O7—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	-1.74 (7)	V1—V4—O4—V5	110.35 (10)
V4—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	-3.31 (6)	O13—V1—O4—V4	-170.68 (9)
V1—V2—V3—O8 <sup>i</sup>	-57.74 (6)	O12—V1—O4—V4	-65.34 (9)
O14—V2—V3—O7	179.80 (12)	O9—V1—O4—V4	42.7 (2)
O11—V2—V3—O7	178.70 (11)	O5—V1—O4—V4	92.92 (8)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—O7	77.26 (7)	O7—V1—O4—V4	15.43 (7)
O12—V2—V3—O7	-78.91 (7)	V5—V1—O4—V4	113.05 (10)
O6—V2—V3—O7	-1.76 (7)	V2—V1—O4—V4	-31.85 (7)
V4—V2—V3—O7	-1.57 (5)	V3—V1—O4—V4	19.38 (10)
V1—V2—V3—O7	-56.00 (5)	O13—V1—O4—V5	76.28 (9)
O14—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	178.79 (11)	O12—V1—O4—V5	-178.39 (7)
O11—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	177.69 (10)	O9—V1—O4—V5	-70.36 (18)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—V4 <sup>i</sup>	76.24 (6)	O5—V1—O4—V5	-20.13 (6)
O12—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	-79.93 (5)	O7—V1—O4—V5	-97.62 (7)
O6—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	-2.78 (6)	V4—V1—O4—V5	-113.05 (10)
O7—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	-1.01 (5)	V2—V1—O4—V5	-144.90 (6)
V4—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	-2.588 (18)	V3—V1—O4—V5	-93.66 (6)
V1—V2—V3—V4 <sup>i</sup>	-57.018 (14)	O3—V5—O4—V4	172.70 (8)
O14—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	124.69 (11)	O1—V5—O4—V4	66.23 (9)
O11—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	123.59 (10)	O2—V5—O4—V4	-39.8 (2)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—V5 <sup>i</sup>	22.15 (5)	O5—V5—O4—V4	-92.23 (8)
O12—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	-134.02 (6)	O7 <sup>i</sup> —V5—O4—V4	-14.63 (7)
O6—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	-56.87 (5)	V3 <sup>i</sup> —V5—O4—V4	32.74 (7)
O7—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	-55.11 (5)	V1—V5—O4—V4	-112.49 (10)
V4—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	-56.681 (14)	O3—V5—O4—V1	-74.81 (9)
V1—V2—V3—V5 <sup>i</sup>	-111.111 (17)	O1—V5—O4—V1	178.72 (7)
O14—V2—V3—V1	-124.20 (11)	O2—V5—O4—V1	72.72 (17)
O11—V2—V3—V1	-125.30 (10)	O5—V5—O4—V1	20.26 (6)
O2 <sup>i</sup> —V2—V3—V1	133.26 (6)	O7 <sup>i</sup> —V5—O4—V1	97.86 (7)
O12—V2—V3—V1	-22.91 (5)	V3 <sup>i</sup> —V5—O4—V1	145.23 (6)

O6—V2—V3—V1	54.24 (5)	O3—V5—O1—V3 <sup>i</sup>	174.03 (10)
O7—V2—V3—V1	56.00 (5)	O2—V5—O1—V3 <sup>i</sup>	72.23 (10)
V4—V2—V3—V1	54.430 (14)	O4—V5—O1—V3 <sup>i</sup>	-83.60 (10)
O13—V1—V3—O10	0.30 (15)	O5—V5—O1—V3 <sup>i</sup>	-24.6 (2)
O12—V1—V3—O10	-103.59 (12)	O7 <sup>i</sup> —V5—O1—V3 <sup>i</sup>	-7.14 (9)
O9—V1—V3—O10	5.53 (14)	V1—V5—O1—V3 <sup>i</sup>	-82.57 (11)
O4—V1—V3—O10	166.49 (12)	C13—N3—C17—C16	-0.7 (5)
O5—V1—V3—O10	97.40 (12)	C4—C3—C2—C1	-1.0 (4)
O7—V1—V3—O10	171.65 (12)	C6—C3—C2—C1	177.3 (3)
V5—V1—V3—O10	121.58 (11)	C16—C15—C14—C13	-0.6 (5)
V4—V1—V3—O10	177.75 (11)	C18—C15—C14—C13	179.3 (3)
V2—V1—V3—O10	-128.10 (11)	C8—C9—C10—C11	1.7 (4)
O13—V1—V3—O9	-5.23 (13)	C8—C9—C10—C7	-176.6 (3)
O12—V1—V3—O9	-109.11 (12)	C6—C7—C10—C9	170.6 (3)
O4—V1—V3—O9	160.96 (12)	C6—C7—C10—C11	-7.6 (5)
O5—V1—V3—O9	91.88 (11)	C10—C7—C6—C3	-178.3 (3)
O7—V1—V3—O9	166.13 (12)	C4—C3—C6—C7	175.9 (3)
V5—V1—V3—O9	116.06 (10)	C2—C3—C6—C7	-2.3 (5)
V4—V1—V3—O9	172.22 (10)	C12—N1—C8—C9	-0.6 (5)
V2—V1—V3—O9	-133.62 (10)	C10—C9—C8—N1	-0.8 (5)
O13—V1—V3—O11	101.87 (11)	C2—C3—C4—C5	0.3 (5)
O12—V1—V3—O11	-2.02 (7)	C6—C3—C4—C5	-178.0 (3)
O9—V1—V3—O11	107.10 (12)	N3—C17—C16—C15	0.6 (5)
O4—V1—V3—O11	-91.94 (8)	C14—C15—C16—C17	0.1 (5)
O5—V1—V3—O11	-161.03 (7)	C18—C15—C16—C17	-179.8 (3)
O7—V1—V3—O11	-86.77 (8)	C9—C10—C11—C12	-1.2 (5)
V5—V1—V3—O11	-136.84 (5)	C7—C10—C11—C12	177.0 (3)
V4—V1—V3—O11	-80.68 (5)	C14—C15—C18—C18 <sup>ii</sup>	-179.5 (4)
V2—V1—V3—O11	-26.52 (5)	C16—C15—C18—C18 <sup>ii</sup>	0.5 (6)
O13—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-174.42 (11)	C17—N3—C13—C14	0.1 (5)
O12—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	81.69 (8)	C15—C14—C13—N3	0.6 (5)
O9—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-169.20 (12)	C1—N2—C5—C4	-1.8 (5)
O4—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-8.24 (9)	C3—C4—C5—N2	1.1 (5)
O5—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-77.32 (8)	C5—N2—C1—C2	1.1 (5)
O7—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-3.07 (8)	C3—C2—C1—N2	0.3 (5)
V5—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	-53.14 (7)	C8—N1—C12—C11	1.2 (5)
V4—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	3.03 (7)	C8—N1—C12—C11	1.2 (5)
V2—V1—V3—O1 <sup>i</sup>	57.18 (7)	C10—C11—C12—N1	-0.2 (5)
O13—V1—V3—O8 <sup>i</sup>	-96.40 (10)		

Symmetry codes: (i)  $-x+1, -y, -z$ ; (ii)  $-x, -y+1, -z+1$ .

#### Hydrogen-bond geometry ( $\text{\AA}$ , $^\circ$ )

$D-H\cdots A$	$D-H$	$H\cdots A$	$D\cdots A$	$D-H\cdots A$
O1w—H19 $\cdots$ O11 <sup>iii</sup>	0.92 (3)	2.01 (4)	2.919 (3)	168 (4)
O1w—H20 $\cdots$ O12	0.92 (3)	2.15 (3)	3.028 (3)	160 (3)
N1—H21 $\cdots$ O9	0.86	1.88	2.721 (3)	164

---

N2—H22···O2 <sup>ii</sup>	0.86	1.75	2.568 (3)	159
N3—H23···O5	0.86	1.71	2.564 (3)	172
C2—H2···O1 <sup>iv</sup>	0.93	2.50	3.126 (4)	124
C4—H4···O1 <sup>v</sup>	0.93	2.32	3.107 (4)	143
C8—H8···O10	0.93	2.57	3.162 (4)	122
C11—H11···O3 <sup>v</sup>	0.93	2.33	3.254 (4)	173
C12—H12···O1 <sup>w</sup>	0.93	2.57	3.230 (4)	128
C14—H14···O6 <sup>vi</sup>	0.93	2.54	3.202 (3)	128
C14—H14···O12 <sup>vi</sup>	0.93	2.39	3.293 (3)	162
C16—H16···O13 <sup>v</sup>	0.93	2.58	3.401 (4)	147
C17—H17···O13	0.93	2.60	3.187 (4)	122

---

Symmetry codes: (ii)  $-x, -y+1, -z+1$ ; (iii)  $-x+1, -y+1, -z$ ; (iv)  $x-1, y+1, z$ ; (v)  $-x+1, -y+1, -z+1$ ; (vi)  $x-1, y, z$ .