

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

Roberto Fernandez de Luis,^a M. Karmele Urriaga,^{a*}
José Luis Mesa^b and María I. Arriortua^a

^aDpto de Mineralogía y Petrología, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco/E.H.U., PO Box 644, 48080 Bilbao, Spain, and ^bDpto 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

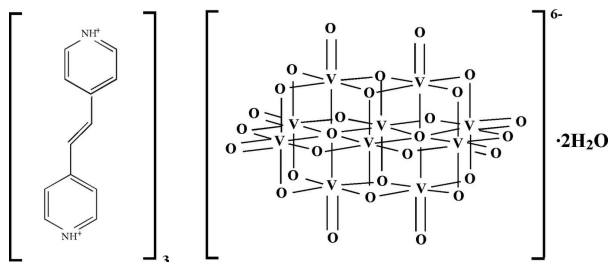
Received 14 December 2009; accepted 16 February 2010

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) Å³
 $Z = 1$
Mo $K\alpha$ radiation

$\mu = 1.92$ mm⁻¹
 $T = 293$ 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⁻³
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0.39$ e Å⁻³

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. Newslett.* **7**, 4–6.
- Fernández de Luis, R., Mesa, J. L., Urtiaga, M. K., Rojo, T. & Arriortua, M. I. (2009a). *Eur. J. Inorg. Chem.* pp. 4786–4794.
- Fernández de Luis, R., Urtiaga, 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.

supplementary materials

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

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

R. Fernandez de Luis, M. K. Urriaga, J. L. Mesa and M. I. Arriortua

Comment

The title compound was synthesized as part of our studies focused on the construction of new inorganic-organic vanadates (Zavaliy & 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_xO_y 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 VO₆ octahedra combined *via* shared edges and corners. Six octahedra are arranged in a 2 × 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 [V₁₀O₂₈]⁶⁻ 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 V₁₀O₂₈ anion is linked trough three organic cations to other two V₁₀O₂₈ anion (Fig. 2). The hydrogen bonding trough the water molecules (O—H···O) and organic cations (N—H···O) of the [V₁₀O₂₈] 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).

Experimental

A mixture consisting of NaVO₃ (0.135 mmol), 1,2-di(4-pyridyl)ethylene (0.135 mmol), Co(NO₃)₂·6H₂O (0.135 mmol), and H₂O (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 HNO₃ 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(NO₃)₂·6H₂O was suppressed from

supplementary materials

the initial reactants. However, all attempts to obtain the title compound as a single phase after the hydrothermal reaction have been unsuccessful.

Refinement

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

Figures

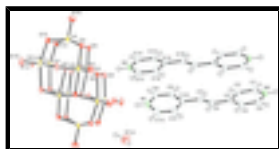


Fig. 1. The molecular structure of the title compound showing the atom-labeling scheme. Displacement ellipsoids are shown at the 50% probability level.

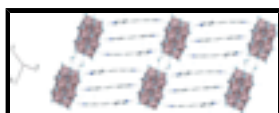


Fig. 2. $[\text{V}_{10}\text{O}_{28}]^{6-}$ anions hydrogen bonded through the water molecules and organic cations giving rise to sheets.

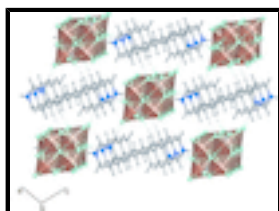


Fig. 3. The crystal packing of (I). The sheets are stacked along the [101] direction.

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

Crystal data

$(\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2)_3[\text{V}_{10}\text{O}_{28}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$M_r = 1546.14$

Triclinic, $P\bar{1}$

Hall symbol: -P 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) Å³

$Z = 1$

$F(000) = 768$

$D_x = 2.099$ Mg m⁻³

Mo $K\alpha$ radiation, $\lambda = 0.71073$ Å

Cell parameters from 4312 reflections

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

$\mu = 1.92$ mm⁻¹

$T = 293$ K

Plate, orange

$0.18 \times 0.14 \times 0.08$ mm

Data collection

Oxford Xcalibur2
diffractometer

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

Radiation source: fine-focus sealed X-ray tube graphite	$R_{\text{int}} = 0.029$
profile data from $q/2q$ scans	$\theta_{\text{max}} = 29.0^\circ$, $\theta_{\text{min}} = 2.7^\circ$
Absorption correction: analytical (CrysAlis RED; Oxford Diffraction, 2008)	$h = -9 \rightarrow 12$
$T_{\text{min}} = 0.780$, $T_{\text{max}} = 0.887$	$k = -14 \rightarrow 12$
10137 measured reflections	$l = -15 \rightarrow 15$
5498 independent reflections	3 standard reflections every 50 reflections
	intensity decay: none

Refinement

Refinement on F^2	2 restraints
Least-squares matrix: full	H atoms treated by a mixture of independent and constrained refinement
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.032$	$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0377P)^2]$
$wR(F^2) = 0.076$	where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
$S = 0.90$	$(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0.001$
5498 reflections	$\Delta\rho_{\text{max}} = 0.64 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$
378 parameters	$\Delta\rho_{\text{min}} = -0.39 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

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 (\AA^2)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$
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)

supplementary materials

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 (Å²)

	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
---------	----------	--------	--------

supplementary materials

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 ⁱ	1.9676 (15)	C15—C16	1.390 (4)
V4—O7	2.0846 (16)	C15—C18	1.469 (3)
V4—O7 ⁱ	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 ⁱ	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 ⁱ	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 ⁱ	1.9093 (16)	C11—H11	0.9300
V3—O8 ⁱ	2.0456 (18)	C18—C18 ⁱⁱ	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 ⁱ	102.30 (8)
O9—V1—O5	86.65 (7)	O9—V3—O1 ⁱ	154.79 (8)
O4—V1—O5	75.95 (7)	O11—V3—O1 ⁱ	89.17 (7)

O13—V1—O7	173.33 (8)	O10—V3—O8 ⁱ	99.14 (9)
O12—V1—O7	81.88 (7)	O9—V3—O8 ⁱ	85.43 (7)
O9—V1—O7	80.03 (6)	O11—V3—O8 ⁱ	156.77 (7)
O4—V1—O7	76.37 (6)	O1 ⁱ —V3—O8 ⁱ	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 ⁱ —V3—O7	76.43 (6)
O4—V1—V5	38.53 (5)	O8 ⁱ —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 ⁱ —V3—V2	82.51 (5)
O9—V1—V4	122.13 (5)	O8 ⁱ —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 ⁱ	129.92 (8)
O7—V1—V4	42.12 (4)	O9—V3—V4 ⁱ	80.78 (6)
V5—V1—V4	60.727 (13)	O11—V3—V4 ⁱ	126.06 (6)
O13—V1—V2	137.78 (7)	O1 ⁱ —V3—V4 ⁱ	78.07 (5)
O12—V1—V2	33.68 (5)	O8 ⁱ —V3—V4 ⁱ	30.78 (5)
O9—V1—V2	83.43 (5)	O7—V3—V4 ⁱ	44.05 (4)
O4—V1—V2	89.73 (5)	V2—V3—V4 ⁱ	93.302 (16)
O5—V1—V2	123.51 (4)	O10—V3—V5 ⁱ	133.07 (7)
O7—V1—V2	48.67 (4)	O9—V3—V5 ⁱ	124.82 (5)
V5—V1—V2	120.397 (16)	O11—V3—V5 ⁱ	81.68 (5)
V4—V1—V2	59.760 (13)	O1 ⁱ —V3—V5 ⁱ	30.77 (5)
O13—V1—V3	134.03 (7)	O8 ⁱ —V3—V5 ⁱ	80.72 (4)
O12—V1—V3	83.67 (6)	O7—V3—V5 ⁱ	45.96 (4)
O9—V1—V3	32.63 (5)	V2—V3—V5 ⁱ	61.047 (14)
O4—V1—V3	124.31 (5)	V4 ⁱ —V3—V5 ⁱ	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 ⁱ —V3—V1	122.73 (5)
V2—V1—V3	59.033 (14)	O8 ⁱ —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 ⁱ —V3—V1	63.607 (14)
O6—V4—O5 ⁱ	96.61 (7)	V5 ⁱ —V3—V1	92.045 (16)
O8—V4—O5 ⁱ	94.96 (7)	V4—O6—V2	110.17 (8)
O4—V4—O5 ⁱ	155.78 (7)	V4—O8—V3 ⁱ	110.92 (8)
O6—V4—O7	88.29 (7)	V3—O9—V1	114.19 (8)
O8—V4—O7	164.73 (8)	V4 ⁱ —O5—V5	106.12 (7)

supplementary materials

O4—V4—O7	81.95 (6)	V4 ⁱ —O5—V1	108.17 (7)
O5 ⁱ —V4—O7	80.32 (6)	V5—O5—V1	98.19 (7)
O6—V4—O7 ⁱ	165.98 (7)	V1—O12—V2	114.99 (9)
O8—V4—O7 ⁱ	87.06 (7)	V2 ⁱ —O2—V5	114.19 (8)
O4—V4—O7 ⁱ	80.93 (6)	V2—O11—V3	113.73 (9)
O5 ⁱ —V4—O7 ⁱ	79.31 (6)	V4—O7—V4 ⁱ	102.18 (7)
O7—V4—O7 ⁱ	77.82 (7)	V4—O7—V5 ⁱ	95.92 (6)
O6—V4—V3 ⁱ	144.98 (6)	V4 ⁱ —O7—V5 ⁱ	91.54 (6)
O8—V4—V3 ⁱ	38.30 (6)	V4—O7—V1	91.33 (6)
O4—V4—V3 ⁱ	90.34 (5)	V4 ⁱ —O7—V1	95.64 (6)
O5 ⁱ —V4—V3 ⁱ	87.10 (5)	V5 ⁱ —O7—V1	168.51 (8)
O7—V4—V3 ⁱ	126.54 (5)	V4—O7—V3	170.39 (8)
O7 ⁱ —V4—V3 ⁱ	48.76 (4)	V4 ⁱ —O7—V3	87.20 (6)
O6—V4—V2	39.14 (6)	V5 ⁱ —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 ⁱ —V4—V2	89.58 (5)	V4 ⁱ —O7—V2	169.22 (8)
O7—V4—V2	49.16 (5)	V5 ⁱ —O7—V2	86.26 (5)
O7 ⁱ —V4—V2	126.97 (4)	V1—O7—V2	85.02 (5)
V3 ⁱ —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 ⁱ —V4—V1	126.81 (5)	V5—O1—V3 ⁱ	115.52 (9)
O7—V4—V1	46.56 (4)	C13—N3—C17	120.5 (2)
O7 ⁱ —V4—V1	85.98 (4)	C13—N3—H23	119.7
V3 ⁱ —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 ⁱ	172.62 (8)	C2—C3—C6	123.2 (3)
O1—V5—O7 ⁱ	81.59 (7)	C14—C15—C16	117.8 (2)
O2—V5—O7 ⁱ	80.23 (6)	C14—C15—C18	118.6 (2)
O4—V5—O7 ⁱ	76.94 (6)	C16—C15—C18	123.6 (2)
O5—V5—O7 ⁱ	75.01 (6)	C6—C7—C10	125.9 (3)

O3—V5—V3 ⁱ	139.16 (7)	C6—C7—H7	117.1
O1—V5—V3 ⁱ	33.71 (5)	C10—C7—H7	117.1
O2—V5—V3 ⁱ	84.31 (5)	N3—C17—C16	121.4 (3)
O4—V5—V3 ⁱ	88.21 (5)	N3—C17—H17	119.3
O5—V5—V3 ⁱ	123.19 (4)	C16—C17—H17	119.3
O7 ⁱ —V5—V3 ⁱ	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 ⁱ —V5—V1	84.49 (4)	C9—C10—C11	117.5 (2)
V3 ⁱ —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 ⁱ	101.51 (8)	C7—C6—C3	125.5 (3)
O11—V2—O2 ⁱ	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 ⁱ —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 ⁱ —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 ⁱ —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 ⁱⁱ —C18—C15	125.4 (3)
O2 ⁱ —V2—V3	85.57 (5)	C18 ⁱⁱ —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 ⁱ —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 ⁱ —V2—V1	123.82 (5)	C11—C12—H12	119.8
O13—V1—V4—O6	-97.82 (11)	O12—V1—V3—O8 ⁱ	159.71 (7)

supplementary materials

O12—V1—V4—O6	1.24 (8)	O9—V1—V3—O8 ⁱ	-91.18 (11)
O9—V1—V4—O6	89.76 (9)	O4—V1—V3—O8 ⁱ	69.78 (8)
O4—V1—V4—O6	-111.09 (10)	O5—V1—V3—O8 ⁱ	0.70 (6)
O5—V1—V4—O6	169.60 (7)	O7—V1—V3—O8 ⁱ	74.95 (7)
O7—V1—V4—O6	91.59 (9)	V5—V1—V3—O8 ⁱ	24.88 (5)
V5—V1—V4—O6	-152.17 (6)	V4—V1—V3—O8 ⁱ	81.05 (5)
V2—V1—V4—O6	31.26 (6)	V2—V1—V3—O8 ⁱ	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 ⁱ	-120.81 (10)
V3—V1—V4—O4	-164.09 (8)	O12—V1—V3—V4 ⁱ	135.30 (5)
O13—V1—V4—O5 ⁱ	167.03 (11)	O9—V1—V3—V4 ⁱ	-115.59 (10)
O12—V1—V4—O5 ⁱ	-93.91 (8)	O4—V1—V3—V4 ⁱ	45.37 (6)
O9—V1—V4—O5 ⁱ	-5.39 (9)	O5—V1—V3—V4 ⁱ	-23.71 (4)
O4—V1—V4—O5 ⁱ	153.76 (10)	O7—V1—V3—V4 ⁱ	50.54 (6)
O5—V1—V4—O5 ⁱ	74.45 (9)	V5—V1—V3—V4 ⁱ	0.470 (16)
O7—V1—V4—O5 ⁱ	-3.56 (9)	V4—V1—V3—V4 ⁱ	56.637 (16)
V5—V1—V4—O5 ⁱ	112.68 (6)	V2—V1—V3—V4 ⁱ	110.789 (16)
V2—V1—V4—O5 ⁱ	-63.89 (6)	O13—V1—V3—V5 ⁱ	-176.84 (10)
V3—V1—V4—O5 ⁱ	-10.33 (7)	O12—V1—V3—V5 ⁱ	79.28 (5)
O13—V1—V4—O7	170.59 (12)	O9—V1—V3—V5 ⁱ	-171.61 (10)
O12—V1—V4—O7	-90.35 (8)	O4—V1—V3—V5 ⁱ	-10.65 (6)
O9—V1—V4—O7	-1.83 (9)	O5—V1—V3—V5 ⁱ	-79.73 (4)
O4—V1—V4—O7	157.32 (11)	O7—V1—V3—V5 ⁱ	-5.48 (6)
O5—V1—V4—O7	78.01 (8)	V5—V1—V3—V5 ⁱ	-55.55 (2)
V5—V1—V4—O7	116.24 (6)	V4—V1—V3—V5 ⁱ	0.614 (16)
V2—V1—V4—O7	-60.33 (6)	V2—V1—V3—V5 ⁱ	54.766 (15)
V3—V1—V4—O7	-6.77 (6)	O8—V4—O6—V2	178.36 (7)
O13—V1—V4—O7 ⁱ	93.58 (11)	O4—V4—O6—V2	-80.47 (9)

O12—V1—V4—O7 ⁱ	-167.36 (7)	O5 ⁱ —V4—O6—V2	81.13 (8)
O9—V1—V4—O7 ⁱ	-78.84 (8)	O7—V4—O6—V2	1.09 (8)
O4—V1—V4—O7 ⁱ	80.31 (9)	O7 ⁱ —V4—O6—V2	9.0 (3)
O5—V1—V4—O7 ⁱ	1.00 (6)	V3 ⁱ —V4—O6—V2	175.54 (3)
O7—V1—V4—O7 ⁱ	-77.01 (8)	V1—V4—O6—V2	-45.47 (6)
V5—V1—V4—O7 ⁱ	39.23 (4)	O14—V2—O6—V4	179.34 (9)
V2—V1—V4—O7 ⁱ	-137.34 (4)	O11—V2—O6—V4	1.0 (2)
V3—V1—V4—O7 ⁱ	-83.78 (4)	O2 ⁱ —V2—O6—V4	-80.05 (9)
O13—V1—V4—V3 ⁱ	56.56 (10)	O12—V2—O6—V4	77.78 (9)
O12—V1—V4—V3 ⁱ	155.62 (6)	O7—V2—O6—V4	-1.01 (7)
O9—V1—V4—V3 ⁱ	-115.86 (7)	V3—V2—O6—V4	0.37 (10)
O4—V1—V4—V3 ⁱ	43.29 (8)	V1—V2—O6—V4	46.21 (7)
O5—V1—V4—V3 ⁱ	-36.02 (5)	O6—V4—O8—V3 ⁱ	-177.39 (7)
O7—V1—V4—V3 ⁱ	-114.03 (6)	O4—V4—O8—V3 ⁱ	80.47 (9)
V5—V1—V4—V3 ⁱ	2.210 (17)	O5 ⁱ —V4—O8—V3 ⁱ	-78.95 (8)
V2—V1—V4—V3 ⁱ	-174.36 (2)	O7—V4—O8—V3 ⁱ	-7.8 (3)
V3—V1—V4—V3 ⁱ	-120.797 (17)	O7 ⁱ —V4—O8—V3 ⁱ	0.05 (8)
O13—V1—V4—V2	-129.08 (10)	V2—V4—O8—V3 ⁱ	-175.54 (3)
O12—V1—V4—V2	-30.02 (6)	V1—V4—O8—V3 ⁱ	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 ⁱ —V3—O9—V1	21.7 (2)
O7—V1—V4—V2	60.33 (6)	O8 ⁱ —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 ⁱ —V3—O9—V1	54.93 (8)
O12—V1—V5—O3	111.02 (10)	V5 ⁱ —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 ⁱ	-167.47 (9)
O9—V1—V5—O1	146.50 (9)	O1—V5—O5—V4 ⁱ	30.6 (2)
O4—V1—V5—O1	-1.67 (9)	O2—V5—O5—V4 ⁱ	-67.59 (8)
O5—V1—V5—O1	147.58 (10)	O4—V5—O5—V4 ⁱ	92.73 (8)
O7—V1—V5—O1	73.92 (8)	O7 ⁱ —V5—O5—V4 ⁱ	12.71 (7)
V4—V1—V5—O1	36.70 (7)	V3 ⁱ —V5—O5—V4 ⁱ	14.57 (9)
V2—V1—V5—O1	40.13 (7)	V1—V5—O5—V4 ⁱ	111.69 (9)
V3—V1—V5—O1	108.92 (7)	O3—V5—O5—V1	80.85 (9)

supplementary materials

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 ⁱ —V5—O5—V1	-98.97 (7)
O5—V1—V5—O2	0.94 (8)	V3 ⁱ —V5—O5—V1	-97.12 (6)
O7—V1—V5—O2	-72.73 (8)	O13—V1—O5—V4 ⁱ	170.24 (9)
V4—V1—V5—O2	-109.95 (6)	O12—V1—O5—V4 ⁱ	-25.0 (2)
V2—V1—V5—O2	-106.51 (6)	O9—V1—O5—V4 ⁱ	69.11 (8)
V3—V1—V5—O2	-37.73 (7)	O4—V1—O5—V4 ⁱ	-90.86 (8)
O13—V1—V5—O4	-107.31 (10)	O7—V1—O5—V4 ⁱ	-11.46 (7)
O12—V1—V5—O4	2.16 (10)	V5—V1—O5—V4 ⁱ	-110.03 (9)
O9—V1—V5—O4	148.18 (9)	V4—V1—O5—V4 ⁱ	-54.27 (6)
O5—V1—V5—O4	149.26 (10)	V2—V1—O5—V4 ⁱ	-10.74 (9)
O7—V1—V5—O4	75.59 (8)	V3—V1—O5—V4 ⁱ	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 ⁱ	176.88 (8)	O5—V1—O12—V2	21.8 (2)
O12—V1—V5—O7 ⁱ	-73.64 (8)	O7—V1—O12—V2	8.56 (9)
O9—V1—V5—O7 ⁱ	72.37 (7)	V5—V1—O12—V2	82.90 (11)
O4—V1—V5—O7 ⁱ	-75.80 (8)	V4—V1—O12—V2	51.20 (8)
O5—V1—V5—O7 ⁱ	73.45 (7)	V3—V1—O12—V2	-39.90 (8)
O7—V1—V5—O7 ⁱ	-0.21 (8)	O14—V2—O12—V1	179.81 (10)
V4—V1—V5—O7 ⁱ	-37.43 (4)	O11—V2—O12—V1	73.27 (10)
V2—V1—V5—O7 ⁱ	-34.00 (4)	O2 ⁱ —V2—O12—V1	-24.7 (2)
V3—V1—V5—O7 ⁱ	34.79 (4)	O6—V2—O12—V1	-82.47 (10)
O13—V1—V5—V3 ⁱ	-147.87 (7)	O7—V2—O12—V1	-8.37 (9)
O12—V1—V5—V3 ⁱ	-38.39 (8)	V3—V2—O12—V1	40.66 (8)
O9—V1—V5—V3 ⁱ	107.62 (6)	V4—V2—O12—V1	-51.75 (8)
O4—V1—V5—V3 ⁱ	-40.55 (7)	O3—V5—O2—V2 ⁱ	-175.44 (10)
O5—V1—V5—V3 ⁱ	108.71 (6)	O1—V5—O2—V2 ⁱ	-68.54 (10)
O7—V1—V5—V3 ⁱ	35.04 (4)	O4—V5—O2—V2 ⁱ	36.9 (2)
V4—V1—V5—V3 ⁱ	-2.180 (17)	O5—V5—O2—V2 ⁱ	87.11 (9)
V2—V1—V5—V3 ⁱ	1.25 (3)	O7 ⁱ —V5—O2—V2 ⁱ	12.05 (9)
V3—V1—V5—V3 ⁱ	70.04 (3)	V3 ⁱ —V5—O2—V2 ⁱ	-36.46 (8)

O6—V4—V2—O14	-0.85 (12)	V1—V5—O2—V2 ⁱ	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 ⁱ —V2—O11—V3	78.01 (10)
O5 ⁱ —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 ⁱ —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 ⁱ —V4—V2—O11	79.46 (8)	O1 ⁱ —V3—O11—V2	-77.41 (10)
O7—V4—V2—O11	1.94 (8)	O8 ⁱ —V3—O11—V2	-6.4 (2)
O7 ⁱ —V4—V2—O11	3.21 (9)	O7—V3—O11—V2	-0.99 (8)
V1—V4—V2—O11	-54.57 (7)	V4 ⁱ —V3—O11—V2	-2.86 (12)
O6—V4—V2—O2 ⁱ	95.00 (10)	V5 ⁱ —V3—O11—V2	-47.45 (8)
O8—V4—V2—O2 ⁱ	92.20 (11)	V1—V3—O11—V2	45.85 (8)
O4—V4—V2—O2 ⁱ	-161.82 (7)	O6—V4—O7—V4 ⁱ	178.05 (7)
O5 ⁱ —V4—V2—O2 ⁱ	-6.03 (7)	O8—V4—O7—V4 ⁱ	8.0 (3)
O7—V4—V2—O2 ⁱ	-83.56 (7)	O4—V4—O7—V4 ⁱ	-82.40 (7)
O7 ⁱ —V4—V2—O2 ⁱ	-82.28 (7)	O5 ⁱ —V4—O7—V4 ⁱ	81.04 (7)
V1—V4—V2—O2 ⁱ	-140.06 (5)	O7 ⁱ —V4—O7—V4 ⁱ	0.0
O6—V4—V2—O12	-96.83 (10)	V3 ⁱ —V4—O7—V4 ⁱ	2.01 (8)
O8—V4—V2—O12	-99.63 (11)	V2—V4—O7—V4 ⁱ	178.96 (8)
O4—V4—V2—O12	6.34 (7)	V1—V4—O7—V4 ⁱ	-96.06 (7)
O5 ⁱ —V4—V2—O12	162.13 (7)	O6—V4—O7—V5 ⁱ	85.18 (7)
O7—V4—V2—O12	84.61 (7)	O8—V4—O7—V5 ⁱ	-84.8 (3)
O7 ⁱ —V4—V2—O12	85.88 (7)	O4—V4—O7—V5 ⁱ	-175.26 (7)
V1—V4—V2—O12	28.10 (5)	O5 ⁱ —V4—O7—V5 ⁱ	-11.82 (6)
O8—V4—V2—O6	-2.80 (12)	O7 ⁱ —V4—O7—V5 ⁱ	-92.86 (7)
O4—V4—V2—O6	103.17 (10)	V3 ⁱ —V4—O7—V5 ⁱ	-90.85 (6)
O5 ⁱ —V4—V2—O6	-101.04 (10)	V2—V4—O7—V5 ⁱ	86.09 (6)
O7—V4—V2—O6	-178.56 (10)	V1—V4—O7—V5 ⁱ	171.07 (9)
O7 ⁱ —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 ⁱ —V4—O7—V1	177.11 (7)
O4—V4—V2—O7	-78.26 (7)	O7 ⁱ —V4—O7—V1	96.06 (7)
O5 ⁱ —V4—V2—O7	77.53 (7)	V3 ⁱ —V4—O7—V1	98.08 (5)
O7 ⁱ —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)

supplementary materials

O4—V4—V2—V3	-76.51 (5)	O5 ⁱ —V4—O7—V2	-97.91 (6)
O5 ⁱ —V4—V2—V3	79.28 (5)	O7 ⁱ —V4—O7—V2	-178.96 (8)
O7—V4—V2—V3	1.75 (5)	V3 ⁱ —V4—O7—V2	-176.95 (2)
O7 ⁱ —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 ⁱ —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 ⁱ —V4—V2—V1	57.78 (5)	V3—V1—O7—V4	170.89 (8)
O13—V1—V2—O14	8.69 (15)	O12—V1—O7—V4 ⁱ	-175.50 (7)
O12—V1—V2—O14	-0.26 (14)	O9—V1—O7—V4 ⁱ	-79.19 (7)
O9—V1—V2—O14	108.58 (12)	O4—V1—O7—V4 ⁱ	88.88 (7)
O4—V1—V2—O14	-96.98 (11)	O5—V1—O7—V4 ⁱ	10.01 (6)
O5—V1—V2—O14	-169.86 (11)	V5—V1—O7—V4 ⁱ	50.50 (5)
O7—V1—V2—O14	-168.94 (12)	V4—V1—O7—V4 ⁱ	102.38 (7)
V5—V1—V2—O14	-121.52 (10)	V2—V1—O7—V4 ⁱ	-169.19 (8)
V4—V1—V2—O14	-118.05 (10)	V3—V1—O7—V4 ⁱ	-86.74 (6)
V3—V1—V2—O14	131.71 (10)	O12—V1—O7—V5 ⁱ	-47.1 (4)
O13—V1—V2—O11	-96.00 (12)	O9—V1—O7—V5 ⁱ	49.2 (4)
O12—V1—V2—O11	-104.95 (11)	O4—V1—O7—V5 ⁱ	-142.7 (4)
O9—V1—V2—O11	3.88 (7)	O5—V1—O7—V5 ⁱ	138.4 (4)
O4—V1—V2—O11	158.33 (7)	V5—V1—O7—V5 ⁱ	178.9 (4)
O5—V1—V2—O11	85.44 (8)	V4—V1—O7—V5 ⁱ	-129.2 (4)
O7—V1—V2—O11	86.36 (8)	V2—V1—O7—V5 ⁱ	-40.8 (4)
V5—V1—V2—O11	133.79 (6)	V3—V1—O7—V5 ⁱ	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 ⁱ	176.06 (12)	O4—V1—O7—V3	175.61 (7)
O12—V1—V2—O2 ⁱ	167.11 (12)	O5—V1—O7—V3	96.75 (6)
O9—V1—V2—O2 ⁱ	-84.06 (8)	V5—V1—O7—V3	137.24 (4)
O4—V1—V2—O2 ⁱ	70.39 (8)	V4—V1—O7—V3	-170.89 (8)
O5—V1—V2—O2 ⁱ	-2.50 (9)	V2—V1—O7—V3	-82.46 (5)
O7—V1—V2—O2 ⁱ	-1.58 (8)	O12—V1—O7—V2	-6.31 (7)
V5—V1—V2—O2 ⁱ	45.85 (7)	O9—V1—O7—V2	90.00 (7)
V4—V1—V2—O2 ⁱ	49.32 (7)	O4—V1—O7—V2	-101.93 (6)
V3—V1—V2—O2 ⁱ	-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 ⁱ	88.20 (7)

O7—V1—V2—O12	-168.68 (12)	O11—V3—O7—V4 ⁱ	-177.83 (7)
V5—V1—V2—O12	-121.26 (10)	O1 ⁱ —V3—O7—V4 ⁱ	-86.77 (7)
V4—V1—V2—O12	-117.79 (10)	O8 ⁱ —V3—O7—V4 ⁱ	-0.03 (5)
V3—V1—V2—O12	131.97 (10)	V2—V3—O7—V4 ⁱ	-178.54 (7)
O13—V1—V2—O6	101.59 (11)	V5 ⁱ —V3—O7—V4 ⁱ	-91.75 (6)
O12—V1—V2—O6	92.64 (11)	V1—V3—O7—V4 ⁱ	95.89 (6)
O9—V1—V2—O6	-158.52 (7)	O9—V3—O7—V5 ⁱ	179.95 (7)
O4—V1—V2—O6	-4.08 (6)	O11—V3—O7—V5 ⁱ	-86.09 (7)
O5—V1—V2—O6	-76.96 (7)	O1 ⁱ —V3—O7—V5 ⁱ	4.98 (6)
O7—V1—V2—O6	-76.04 (7)	O8 ⁱ —V3—O7—V5 ⁱ	91.71 (6)
V5—V1—V2—O6	-28.61 (5)	V2—V3—O7—V5 ⁱ	-86.80 (5)
V4—V1—V2—O6	-25.15 (5)	V4 ⁱ —V3—O7—V5 ⁱ	91.75 (6)
V3—V1—V2—O6	-135.39 (5)	V1—V3—O7—V5 ⁱ	-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 ⁱ —V3—O7—V1	177.34 (7)
O4—V1—V2—O7	71.96 (7)	O8 ⁱ —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 ⁱ —V3—O7—V1	-95.89 (6)
V4—V1—V2—O7	50.89 (5)	V5 ⁱ —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 ⁱ —V3—O7—V2	91.78 (6)
O9—V1—V2—V3	-23.13 (5)	O8 ⁱ —V3—O7—V2	178.51 (6)
O4—V1—V2—V3	131.31 (5)	V4 ⁱ —V3—O7—V2	178.54 (7)
O5—V1—V2—V3	58.42 (6)	V5 ⁱ —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 ⁱ —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 ⁱ	7.1 (4)
O7—V1—V2—V4	-50.89 (5)	O2 ⁱ —V2—O7—V4 ⁱ	-87.3 (4)
V5—V1—V2—V4	-3.468 (17)	O12—V2—O7—V4 ⁱ	100.0 (4)
V3—V1—V2—V4	-110.240 (17)	O6—V2—O7—V4 ⁱ	-173.8 (4)
O14—V2—V3—O10	1.27 (15)	V3—V2—O7—V4 ⁱ	7.8 (4)
O11—V2—V3—O10	0.17 (13)	V4—V2—O7—V4 ⁱ	-174.5 (4)
O2 ⁱ —V2—V3—O10	-101.28 (11)	V1—V2—O7—V4 ⁱ	94.0 (4)
O12—V2—V3—O10	102.55 (11)	O11—V2—O7—V5 ⁱ	85.58 (7)
O6—V2—V3—O10	179.70 (11)	O2 ⁱ —V2—O7—V5 ⁱ	-8.83 (6)

supplementary materials

O7—V2—V3—O10	-178.53 (11)	O12—V2—O7—V5 ⁱ	178.52 (7)
V4—V2—V3—O10	179.89 (10)	O6—V2—O7—V5 ⁱ	-95.26 (6)
V1—V2—V3—O10	125.46 (10)	V3—V2—O7—V5 ⁱ	86.31 (5)
O14—V2—V3—O9	-100.77 (12)	V4—V2—O7—V5 ⁱ	-96.03 (6)
O11—V2—V3—O9	-101.87 (11)	V1—V2—O7—V5 ⁱ	172.51 (7)
O2 ⁱ —V2—V3—O9	156.69 (8)	O11—V2—O7—V1	-86.93 (6)
O12—V2—V3—O9	0.52 (8)	O2 ⁱ —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 ⁱ —V2—V3—O11	-101.44 (11)	O2 ⁱ —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 ⁱ	101.28 (12)	O8—V4—O4—V1	178.99 (8)
O11—V2—V3—O1 ⁱ	100.19 (11)	O5 ⁱ —V4—O4—V1	-59.7 (2)
O2 ⁱ —V2—V3—O1 ⁱ	-1.26 (8)	O7—V4—O4—V1	-16.42 (8)
O12—V2—V3—O1 ⁱ	-157.43 (8)	O7 ⁱ —V4—O4—V1	-95.29 (8)
O6—V2—V3—O1 ⁱ	-80.28 (8)	V3 ⁱ —V4—O4—V1	-143.33 (7)
O7—V2—V3—O1 ⁱ	-78.52 (7)	V2—V4—O4—V1	32.00 (7)
V4—V2—V3—O1 ⁱ	-80.09 (6)	O6—V4—O4—V5	-179.14 (8)
V1—V2—V3—O1 ⁱ	-134.52 (6)	O8—V4—O4—V5	-70.66 (9)
O14—V2—V3—O8 ⁱ	178.06 (12)	O5 ⁱ —V4—O4—V5	50.7 (2)
O11—V2—V3—O8 ⁱ	176.96 (11)	O7—V4—O4—V5	93.92 (8)
O2 ⁱ —V2—V3—O8 ⁱ	75.52 (8)	O7 ⁱ —V4—O4—V5	15.06 (7)
O12—V2—V3—O8 ⁱ	-80.65 (8)	V3 ⁱ —V4—O4—V5	-32.98 (7)
O6—V2—V3—O8 ⁱ	-3.50 (8)	V2—V4—O4—V5	142.35 (6)
O7—V2—V3—O8 ⁱ	-1.74 (7)	V1—V4—O4—V5	110.35 (10)
V4—V2—V3—O8 ⁱ	-3.31 (6)	O13—V1—O4—V4	-170.68 (9)
V1—V2—V3—O8 ⁱ	-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 ⁱ —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 ⁱ	178.79 (11)	O12—V1—O4—V5	-178.39 (7)
O11—V2—V3—V4 ⁱ	177.69 (10)	O9—V1—O4—V5	-70.36 (18)

O2 ⁱ —V2—V3—V4 ⁱ	76.24 (6)	O5—V1—O4—V5	-20.13 (6)
O12—V2—V3—V4 ⁱ	-79.93 (5)	O7—V1—O4—V5	-97.62 (7)
O6—V2—V3—V4 ⁱ	-2.78 (6)	V4—V1—O4—V5	-113.05 (10)
O7—V2—V3—V4 ⁱ	-1.01 (5)	V2—V1—O4—V5	-144.90 (6)
V4—V2—V3—V4 ⁱ	-2.588 (18)	V3—V1—O4—V5	-93.66 (6)
V1—V2—V3—V4 ⁱ	-57.018 (14)	O3—V5—O4—V4	172.70 (8)
O14—V2—V3—V5 ⁱ	124.69 (11)	O1—V5—O4—V4	66.23 (9)
O11—V2—V3—V5 ⁱ	123.59 (10)	O2—V5—O4—V4	-39.8 (2)
O2 ⁱ —V2—V3—V5 ⁱ	22.15 (5)	O5—V5—O4—V4	-92.23 (8)
O12—V2—V3—V5 ⁱ	-134.02 (6)	O7 ⁱ —V5—O4—V4	-14.63 (7)
O6—V2—V3—V5 ⁱ	-56.87 (5)	V3 ⁱ —V5—O4—V4	32.74 (7)
O7—V2—V3—V5 ⁱ	-55.11 (5)	V1—V5—O4—V4	-112.49 (10)
V4—V2—V3—V5 ⁱ	-56.681 (14)	O3—V5—O4—V1	-74.81 (9)
V1—V2—V3—V5 ⁱ	-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 ⁱ —V2—V3—V1	133.26 (6)	O7 ⁱ —V5—O4—V1	97.86 (7)
O12—V2—V3—V1	-22.91 (5)	V3 ⁱ —V5—O4—V1	145.23 (6)
O6—V2—V3—V1	54.24 (5)	O3—V5—O1—V3 ⁱ	174.03 (10)
O7—V2—V3—V1	56.00 (5)	O2—V5—O1—V3 ⁱ	72.23 (10)
V4—V2—V3—V1	54.430 (14)	O4—V5—O1—V3 ⁱ	-83.60 (10)
O13—V1—V3—O10	0.30 (15)	O5—V5—O1—V3 ⁱ	-24.6 (2)
O12—V1—V3—O10	-103.59 (12)	O7 ⁱ —V5—O1—V3 ⁱ	-7.14 (9)
O9—V1—V3—O10	5.53 (14)	V1—V5—O1—V3 ⁱ	-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)

supplementary materials

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 ⁱⁱ	-179.5 (4)
V2—V1—V3—O11	-26.52 (5)	C16—C15—C18—C18 ⁱⁱ	0.5 (6)
O13—V1—V3—O1 ⁱ	-174.42 (11)	C17—N3—C13—C14	0.1 (5)
O12—V1—V3—O1 ⁱ	81.69 (8)	C15—C14—C13—N3	0.6 (5)
O9—V1—V3—O1 ⁱ	-169.20 (12)	C1—N2—C5—C4	-1.8 (5)
O4—V1—V3—O1 ⁱ	-8.24 (9)	C3—C4—C5—N2	1.1 (5)
O5—V1—V3—O1 ⁱ	-77.32 (8)	C5—N2—C1—C2	1.1 (5)
O7—V1—V3—O1 ⁱ	-3.07 (8)	C3—C2—C1—N2	0.3 (5)
V5—V1—V3—O1 ⁱ	-53.14 (7)	C8—N1—C12—C11	1.2 (5)
V4—V1—V3—O1 ⁱ	3.03 (7)	C8—N1—C12—C11	1.2 (5)
V2—V1—V3—O1 ⁱ	57.18 (7)	C10—C11—C12—N1	-0.2 (5)
O13—V1—V3—O8 ⁱ	-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 ⁱⁱⁱ	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 \cdots O2 ⁱⁱ	0.86	1.75	2.568 (3)	159
N3—H23 \cdots O5	0.86	1.71	2.564 (3)	172
C2—H2 \cdots O1 ^{iv}	0.93	2.50	3.126 (4)	124
C4—H4 \cdots O1 ^v	0.93	2.32	3.107 (4)	143
C8—H8 \cdots O10	0.93	2.57	3.162 (4)	122
C11—H11 \cdots O3 ^v	0.93	2.33	3.254 (4)	173
C12—H12 \cdots O1w	0.93	2.57	3.230 (4)	128
C14—H14 \cdots O6 ^{vi}	0.93	2.54	3.202 (3)	128
C14—H14 \cdots O12 ^{vi}	0.93	2.39	3.293 (3)	162
C16—H16 \cdots O13 ^v	0.93	2.58	3.401 (4)	147
C17—H17 \cdots O13	0.93	2.60	3.187 (4)	122

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

Fig. 1

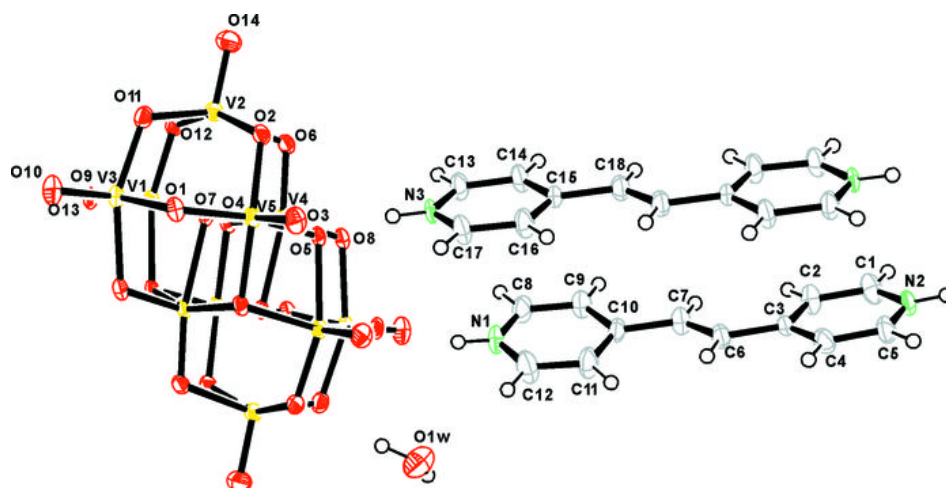


Fig. 2

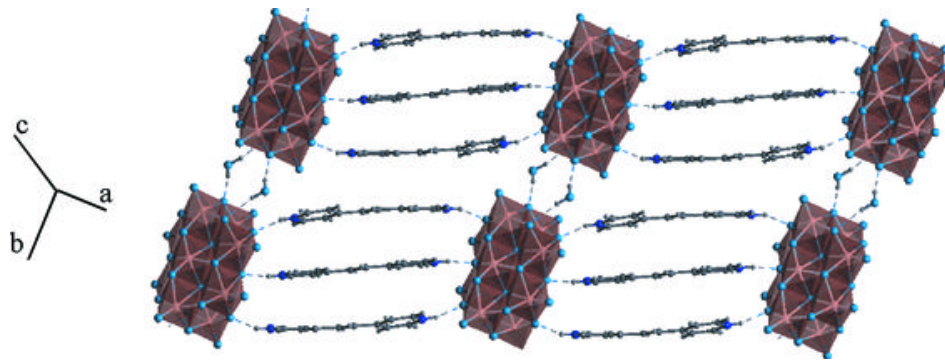


Fig. 3

