

SYNTHESE HETEROATOM-DOTIERTER PHENALENE

Dissertation zur Erlangung des
Doktorgrades der Naturwissenschaften

vorgelegt beim Fachbereich Biochemie, Chemie und Pharmazie
der Johann Wolfgang Goethe-Universität in Frankfurt am Main

von

Julian Gerhard Massoth

aus Seligenstadt am Main

Frankfurt 2022

Vom Fachbereich Biochemie, Chemie und Pharmazie der
Johann-Wolfgang Goethe-Universität als Dissertation angenommen.

Dekan: Prof. Dr. Clemens Glaubitz

Gutachter: 1. Prof. Dr. Matthias Wagner
2. Prof. Dr. Michael Göbel

Datum der Disputation: 26.07.2022

Die vorliegende Arbeit wurde im Zeitraum von Januar 2017 bis Dezember 2019 unter der Anleitung von Herrn Prof. Dr. Matthias Wagner am Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main angefertigt.

Die Danksagung wurde aus der elektronischen Version entfernt.

Erklärung zu Anteilen Dritter an dieser Arbeit

Sofern nicht anders angegeben, wurden sämtliche Inhalte dieser Arbeit von mir selbst im Rahmen meiner Doktorarbeit unter der Betreuung von Prof. Dr. Matthias Wagner geschaffen. Alle Beiträge von Dritten, die im Rahmen von Kooperationen Eingang gefunden haben, werden explizit erwähnt.

Kooperationspartner waren:

1) Markus Bursch

Mulliken Center for Theoretical Chemistry, Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, Beringstr. 4, 53115 Bonn, Deutschland.

Durchführung der quantenchemischen Berechnungen.

2) Dr. Thilo Hetzke

Institut für Physikalische und Theoretische Chemie, Goethe-Universität Frankfurt am Main, Max-von-Laue-Straße 7, 60438 Frankfurt am Main, Deutschland.

Durchführung und Auswertung der EPR-Experimente.

3) Dr. Bernd Wolf

Physikalisches Institut, Goethe-Universität Frankfurt am Main, Max-von-Laue-Straße 1, 60438 Frankfurt am Main, Deutschland.

Durchführung und Auswertung der SQUID-Experimente.

4) Dr. Michael Bolte

Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Goethe-Universität Frankfurt am Main, Max-von-Laue-Straße 7, D-60438 Frankfurt am Main, Germany.

Durchführung und Auswertung der Einkristallröntgenstrukturanalysen.

1	Einleitung.....	1
1.1	Künstliche Lichtquellen.....	1
1.2	Die Light Emitting Diode (LED).....	1
1.3	Die Organic Light Emitting Diode (OLED).....	2
1.4	OLED Theorie	4
1.4.1	Photophysik organischer Halbleiter.....	5
1.5	Materialien.....	8
1.5.1	Trends in der energetischen Lage der Grenzorbitale von PAKs.....	8
1.5.2	Trends in der räumlichen Lage der Grenzorbitale von PAKs.	11
1.5.3	Starre Heteroatom-dotierte PAKs.....	12
1.5.4	Dotierung mit Boratomen und Stickstoffatomen	13
1.5.5	Das Phenalen-System.....	14
2	Aufgabenstellung	18
3	Ergebnisse und Diskussion	21
3.1	Untersuchung von Diborylierten PAKs	21
3.2	Untersuchung der Reaktivität von 11	25
3.2.1	Charakterisierung von 17 und 18	27
3.2.2	Synthese von K₂[19] durch Reduktion von 18 mit Kalium	29
3.3	Synthese BEB-dotierten Phenalenen (E = N, O): eine systematische Untersuchung der optoelektronischen Eigenschaften einer Reihe BEB-dotierter Phenalene	31
3.3.1	Untersuchung des Einflusses des zentralen Heteroatoms in BEB-Phenalenen auf die optoelektronischen Eigenschaften des Systems.....	31
3.3.2	Untersuchung des Einflusses der Bor-gebundenen Substituenten auf die optoelektronische Eigenschaften des BNB-Systems.....	36
3.3.3	Untersuchung des Einflusses der Stickstoff gebundenen Substituenten auf die optoelektronische Eigenschaften des BNB-Systems.....	39
3.3.4	Synthese von NBN-dotierten Phenalenen	41
3.4	Optoelektronische Daten und Untersuchung des Reduktionsverhaltens	46
3.4.1	Untersuchung des Reduktionsverhaltens von BNB im präparativen Maßstab	49
4	Zusammenfassung.....	52
5	Experimenteller Teil	58
5.1	Nomenclature	60

5.2	Synthese, Aufreinigung und analytische Daten	61
5.2.1	Synthese von Naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]oxadiborinin-1,3-diol (9):.....	61
5.2.2	Synthese von 1,8-Diborylnaphthalin (11):	62
5.2.3	Synthese von 1,8-Bis(mesitylboryl)naphthalin (18):.....	63
5.2.4	Synthese von 1,3-Dimesityl-1,3-dihydronaphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]oxadiborinine (21):	64
5.2.5	Synthese von 1,3-Dimesityl-2-methyl-2,3-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin(22):.....	65
5.2.6	Synthese von 1,3-Dimesityl-2,3-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinine (23):	66
5.2.7	Synthese von 1,3-Bis(4-methoxy-2,6-dimethylphenyl)-2-methyl-2,3-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin (24):.....	67
5.2.8	Synthese von 1,3-Bis(4-(9 <i>H</i> -carbazol-9-yl)-2,6-dimethylphenyl)-2-methyl-2,3-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin (25)	68
5.2.9	Synthese von 4-(1,3-Dimesityl-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin-2(3 <i>H</i>)-yl)anilin (26) und 1,4-Bis(1,3-dimesityl-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin-2(3 <i>H</i>)-yl)benzol (27):	70
5.2.10	Synthese von 2-Mesityl-1,3-dimethyl-2,3-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>de</i>][1,3,2]diazaborinin (28):.....	72
5.2.11	Synthese von 1,3-Dimethyl-2,3-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>de</i>][1,3,2]diazaborinin (30):.....	73
5.2.12	Synthese von 4-(1,3-Dimethyl-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>de</i>][1,3,2]diazaborinin-2(3 <i>H</i>)-yl)- <i>N,N</i> ,3,5-tetramethylanilin (31):.....	74
5.2.13	Synthese von Naphthlin-1,8-diylbis((1,3-diisopropyl-1 <i>H</i> -imidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat) (12):.....	75
5.2.14	Synthese von Kalium 1,3-Dimesityl-2-methyl-2,6-dihydro-1 <i>H</i> -naphtho[1,8- <i>cd</i>][1,2,6]azadiborinin-3-uide (33):.....	76
5.2.15	Synthese von 19	77
5.2.16	Synthese von Bis(4-(<i>tert</i> -butyl))-2-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenylmethan (13):.....	78
5.2.17	Synthese von Lithium(methylenbis(3-(<i>tert</i> -butyl))-6,1-phenylen)dihydroborat (14) 79	
5.2.18	Synthese von Methylenbis(3-(<i>tert</i> -butyl)-6,1-phenylen)bis(1,3-di-iso-propyl-1 <i>H</i> imidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat (16):.....	80
5.2.19	Synthese von 1,2-Phenylenbis((1,3-diisopropyl-1 <i>H</i> -imidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat) (8):.....	81
6	Literaturverzeichnis.....	82
7	Anhang	89

7.1	NMR Spektren.....	89
7.1.1	NMR Spektren von 11	89
7.1.2	NMR Spektren von 18	91
7.1.3	NMR Spektren von 21	93
7.1.4	NMR Spektren von 22	95
7.1.5	NMR Spektren von 23	97
7.1.6	NMR Spektren von 24	99
7.1.7	NMR Spektren von 25	101
7.1.8	NMR Spektren von 26	103
7.1.9	NMR Spektren von 27	105
7.1.10	NMR Spektren von 28	107
7.1.11	NMR Spektren von 30	109
7.1.12	NMR Spektren von 31	111
7.1.13	NMR Spektren von 12	113
7.1.14	NMR Spektren von 33	115
7.1.15	NMR Spektren von 19	117
7.1.16	NMR Spektren von 13	119
7.1.17	NMR Spektren von 14	121
7.1.18	NMR Spektren von 16	123
7.1.19	NMR Spektren von 8	125
7.2	HRMS:	127
7.2.1	HRMS von 18.....	127
7.2.2	HRMS von 21.....	127
7.2.3	HRMS von 22.....	128
7.2.4	HRMS von 23.....	128
7.2.5	HRMS von 24.....	129
7.2.6	HRMS von 25.....	129
7.2.7	HRMS von 26.....	130
7.2.8	HRMS von 27.....	130
7.2.9	HRMS von 28.....	131
7.2.10	HRMS von 30.....	131
7.2.11	HRMS von 31.....	132

7.2.12	HRMS von 8	132
7.3	Optoelektronische Daten: Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren	133
7.3.1	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 21	134
7.3.2	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 22	135
7.3.3	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 23	136
7.3.4	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 24	137
7.3.5	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 25	139
7.3.6	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 26	141
7.3.7	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 27	142
7.3.8	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 28	143
7.3.9	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 30	144
7.3.10	Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 31	145
7.4	Strukturen:	146
7.4.1	Struktur von 9.....	146
7.4.2	Struktur von 11	153
7.4.3	Struktur von 17	162
7.4.4	Struktur von 18	171
7.4.5	Struktur von 21	181
7.4.6	Struktur von 22	191
7.4.7	Struktur von 23	199
7.4.8	Struktur von 24	209
7.4.9	Struktur von 25	216
7.4.10	Struktur von 27	248
7.4.11	Struktur von 28	258
7.4.12	Struktur von 31	265
7.4.13	Struktur von 12	281
7.4.14	Struktur von 19	292
7.4.15	Struktur von 13	311
7.4.16	Struktur von 14	324
7.4.17	Struktur von 16	344
7.4.18	Struktur von 8.....	370
7.5	Eigene Anteile an wissenschaftlichen Publikationen.....	380

7.6 Erklärung zu vorherigen Doktorprüfungen und guter wissenschaftlicher Praxis	380
7.7 Lebenslauf	381

Abkürzungsverzeichnis

BenzBB	1,2-Diborbenzol
BiphenBB	2,2'-Diborbiphenyl
DBA	9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracen
DCM	Dichlormethan
DiphenylmethBB	2,2'-Dibordiphenylmethan
DPA	4- <i>N,N</i> -Diphenylanilin
EL	Elektrolumineszenz
EML	<i>Emission Layer</i>
EPR	<i>Electron Paramagnetic Resonance</i>
ETL	<i>Electron Transport Layer</i>
FcH	Ferrocen
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
HOMO	<i>Highest Occupied Molecular Orbital</i>
HRMS	<i>High Resolution Mass Spectroscopy</i>
HTL	<i>Hole Transport Layer</i>
<i>i</i> Pr	<i>iso</i> -Propyl
ISC	<i>Intersystem Crossing</i>
LCD	<i>Liquid Crystal Display</i>
LED	<i>Light Emitting Diode</i>
LUMO	<i>Lowest Unoccupied Molecular Orbital</i>
NaHMDS	Natrium-bis(trimethylsilyl)amid
NaphBB	1,8-Dibornaphthalin
NHC	<i>N</i> -Heterozyklische Carbene
OLED	<i>Organic Light Emitting Diode</i>
ÖV	Ölpumpenvakuum
PAK	Polyzyklische Aromatische Kohlenwasserstoffe
PL	Photolumineszenz
POLED	<i>Polymer Organic Light Emitting Layer</i>
PVD	<i>Physical Vapour Deposition</i>
QY	<i>Quantum Yield</i>

RISC	<i>Reverse Intersystem Crossing</i>
RT	Raumtemperatur
SOMO	<i>Singly Occupied Molecular Orbital</i>
SQUID	<i>Superconducting Quantum Interference Device</i>
TADF	<i>Thermally Activated Delayed Fluorescence</i>
THF	Tetrahydrofuran
TMS-Cl	Trimethylsilylchlorid
UHV	Ultrahochvakuum
Φ_{PL}	Quantenausbeute der Photolumineszenz

1 Einleitung

Der Energiebedarf der Menschheit hat sich seit 1971 mehr als verdoppelt.¹ Zunächst wurde ausschließlich Energie aus dem menschlichen Stoffwechsel genutzt. Im Verlauf der Geschichte konnten Zugtiere domestiziert, das Feuer entdeckt und Wind- und Wasserkraft nutzbar gemacht werden.^{2,3,4} Der nächste Schritt war der Einsatz von Motoren und fossilen Brennstoffen.^{5,6} *Thomas Edison* und Mitarbeitern gelang es 1879 die erste funktionsfähige Kohlefadenlampe zu entwickeln.⁷ 2016 hatten 85% der Menschheit Zugang zu elektrischem Strom.^{8,9} Die elektrische Energie bietet entscheidende Vorteile gegenüber anderen Energieformen. Sie kann aus anderen Erscheinungsformen der Energie erzeugt und wieder in diese überführt werden. Außerdem ist sie speicherbar und kann über große Distanzen transportiert werden. Entscheidend ist, dass sie gut zu dosieren und unmittelbar einsatzbereit ist.¹⁰

Die weltweite Versorgung mit Primärenergie erfolgte 2017 durch die Nutzung von Erdöl (32%), Kohle (27%), Erdgas (22%), Biokraftstoffen (10%), Kernenergie (5%) und Wasserkraft (2%). Der globale Endenergieverbrauch lag in diesem Jahr bei 113.008 TWh.¹¹ Weltweit wurden 2017 25.727 TWh elektrischer Strom erzeugt.¹² In Deutschland waren 2018 20,5% des Endenergieverbrauchs elektrisch.¹³ Im selben Jahr stammte in Deutschland 96% der für die Beleuchtung verwendeten Endenergie aus elektrischem Strom.¹⁴

1.1 Künstliche Lichtquellen

Der Mensch, als Säugetier, erfährt die Welt durch seine Sinne. Ein Großteil der Wahrnehmung erfolgt über die Augen.¹⁵ Künstliche Beleuchtung ist für moderne Gesellschaften essenziell. Die ersten künstlichen Lichtquellen waren Fackeln und Kienspäne.¹⁶ Auf Öl- und Gaslampen folgten elektrische Lichtquellen. Die Erzeugung von elektrischem Licht entwickelte sich von der Lichtbogenlampe über Glüh- und Gasentladungslampen zum heutigen Stand der Technik, der *Light Emitting Diode* (LED).¹⁷ LEDs zeichnen sich durch eine hohe Energieeffizienz bei herausragenden Beleuchtungseigenschaften aus.¹⁸ Die Lichtausbeute von Glühlampen liegt zwischen 10 – 15 lm/W.¹⁹ Ihr Wirkungsgrad beträgt lediglich 2%. Der Großteil der Energie geht als Wärme verloren.²⁰ Mit einer Lichtausbeute von 110 lm/W ist die LED deutlich effizienter als ältere Systeme, wie die Halogenlampe (15 – 20 lm/W), die Energiesparlampe (40 – 70 lm/W) oder die Leuchtstoffröhre (50 – 100 lm/W).¹⁹

1.2 Die Light Emitting Diode (LED)

LEDs basieren auf dem Phänomen der Elektrolumineszenz (EL). Als EL wird ein optisches Phänomen bezeichnet, bei dem ein Festkörper durch das Anlegen einer elektrischen Spannung Licht emittiert. Dieses Phänomen wurde erstmals 1907 von *Round* an Siliziumcarbidkristallen beobachtet.²¹ 1920 begann *Losev* das Phänomen systematisch zu untersuchen.²²

Abbildung 1 zeigt die Rekombination von Elektronen und Elektronenlöchern am p-n-Übergang einer LED. Die bei der Rekombination freiwerdende Energie wird in Form von Photonen freigesetzt (Abb. 1).²³ Die Wellenlänge der Photonen entspricht dabei ungefähr der Energiedifferenz zwischen Valenz- und Leitungsband.

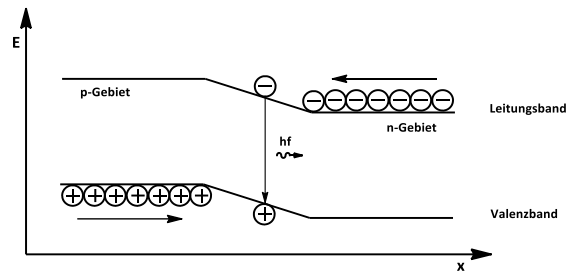


Abbildung 1: Rekombination von Elektronen und Elektronenlöchern am p-n-Übergang einer LED.²⁴

Als p-n-Übergang wird die Grenzfläche zwischen einem p-Typ Halbleiter und einem n-Typ Halbleiter bezeichnet. n-Typ Halbleiter leiten Elektronen, während in p-Typ Halbleitern die Leitfähigkeit auf dem Transport von Elektronenlöchern beruht.¹⁷ Das mit Abstand wichtigste Halbleitermaterial ist Silizium. Für die rote Optoelektronik werden GaAs, AlAs, InP, GaP und InAs als Emittoren verwendet. In der blauen und grünen Optoelektronik kommen GaN, AlN und InN zur Anwendung.²⁵ Die Halbhöhenbreite der Emissionsbanden (*full-width at half maximum*, FWHM) beträgt in LEDs durchschnittlich 40 nm. Im Gegensatz zu Flüssigkristallbildschirmen (*liquid crystal display*, LCD) brauchen LED-Bildschirme keine Hintergrundbeleuchtung. LED Displays sind langzeitstabil, haben einen niedrigen Energieverbrauch und eine hohe Lebensdauer von bis zu 105.000 h. Ein Nachteil ist ihre hohe Leistungsaufnahme.²⁶

1.3 Die Organic Light Emitting Diode (OLED)

Die Schichtdicke von Halbleiterstrukturen nimmt mit zunehmendem Entwicklungsgrad kontinuierlich ab. Dabei stößt die Silizium-Technologie an ihre Grenzen. Die Entwicklung von der Mikroelektronik zur Nanoelektronik erfordert die Erforschung neuer funktioneller Materialien. Ein vielversprechendes Konzept ist der Einsatz von organischen Halbleitern.

1963 beobachtete *Pope* erstmalig EL an einem organischen Einkristall. Der verwendete Kristall bestand aus mehrfach gereinigtem Anthracen, war 10 – 20 µm dick und zwischen zwei Flüssigelektroden aufgespannt. EL konnte ab einer Spannung von 400 V beobachtet werden.²⁷

Die erste OLED wurde 1987 von *Tang* und *van Slyke* auf Basis kleiner Moleküle dargestellt.²⁸ Ihr System war zweischichtig. Eine Schicht ($d = 6000$ nm) bestand aus dem fluoreszierenden Metallchelatkomplex Aluminium-tris(8-hydroxychinolin) (Alq_3). Die zweite Schicht ($d = 7500$ nm) bestand aus einem aromatischen Diamin. Die Aminschicht konnte ausschließlich Elektronenlöcher transportieren. Dadurch wurde eine Rekombination der Ladungsträger im Fluoreszenzfarbstoff (Alq_3) sichergestellt.²⁹

Ein mehrschichtiger Aufbau hat sich in modernen OLEDs bewährt. Die Fertigung erfolgt meist im Ultrahochvakuum (UHV) durch sequenzielle Gasphasenabscheidung der organischen Komponenten. Dadurch können sehr effiziente OLEDs mit komplexen Schichtstrukturen realisiert werden.³⁰ Abbildung 2 zeigt schematisch die Schichtstruktur einer modernen OLED.

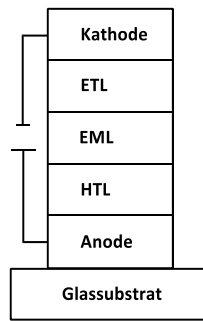


Abbildung 2: Schema der Schichtstruktur einer OLED.³¹

OLEDs sind im Allgemeinen wie folgt aufgebaut: Die Kathode besteht aus einem unedlen, leicht zu oxidierenden Metall wie Ca, Mg, Cs oder Al. Darauf folgen eine Elektronentransportschicht (*electron transport layer*, ETL), eine Emitterschicht (*emission layer*, EML) und eine Lochtransportschicht (*hole transport layer*, HTL). Die Anode besteht aus Materialien mit großer Elektronen-Austrittsarbeit wie Indium-Zinn-Oxid (ITO). Die gesamte OLED befindet sich auf einem Glassubstrat. In der Praxis kommen oft weitere Schichten hinzu. Die einzelnen Schichten sind dabei nur wenige Nanometer dick. Durch die besonders dünnen Schichten kann die zum Betrieb benötigte Spannung herabgesetzt werden.³²

1990 wurde eine auf organischen Polymeren basierende OLED (*polymer organic light emitting Diode*, POLED) entwickelt.³³ Aufgrund des hohen Molekulargewichts der Polymere müssen die einzelnen Schichten aus Lösung abgeschieden werden. Dies führt zu fertigungstechnischen Problemen und zu einer Limitierung der Komplexität der Schichtstruktur.³⁴

OLEDs sind LEDs in einigen Anwendungsbereichen überlegen. Die Farbgebung basiert im LED-Fall auf den Halbleiterheterostrukturen. Die Farbe einer OLED kann durch die gezielte Synthese der geeigneten organischen Fluorophore eingestellt werden.³⁵ LEDs können mit großen Strömen betrieben werden. Dadurch eignen sie sich besonders als helle Punktlichter. OLEDs hingegen finden Anwendung in Displays und großflächiger Beleuchtungstechnik.³⁶ OLED Displays benötigen im Gegensatz zu LCD Displays keine Polarisatoren und keine Hintergrundbeleuchtung. Weitere Vorteile von OLED Displays sind ihr großer Betrachtungswinkel von 160°, ihre schnelle Reaktionszeit, ihre thermische Stabilität im Bereich von -30 °C bis 70 °C, gepaart mit einer hohen Lebensdauer von bis zu 10.000 h.³⁷

1.4 OLED Theorie

1965 zeigten *Helfrich* und *Schneider*, dass die EL in organischen Einkristallen auf der Rekombination von Elektronen und Elektronenlöchern beruht.³⁸ Die physikalischen Hintergründe der Lichterzeugung in OLEDs soll im Folgenden beschrieben werden:

Entscheidend für die Eigenschaften eines Moleküls ist die Form und die energetische Lage seiner Grenzorbitale. Der energetische Abstand zwischen dem niedrigsten unbesetzten Orbital, dem LUMO (*lowest unoccupied molecular orbital*, LUMO), und dem höchsten besetzten Orbital, dem HOMO (*highest occupied molecular orbital*, HOMO), bestimmt die Energie und damit die Wellenlänge des emittierten Photons. Die Moleküle liegen in den meisten OLEDs in amorphen Schichten vor. Deswegen ähneln sich die energetischen Zustände des einzelnen Moleküls und der amorphen Schicht stark, weil nur wenige intermolekulare Kräfte wirken.³⁹

Die Erzeugung von Photonen aus elektrischer Energie soll in Abbildung 3 beschrieben werden. An der Anode werden Elektronenlöcher injiziert. Diese bewegen sich, angezogen durch Coulombkräfte, in Richtung der Kathode. Der Transport erfolgt über die HOMOs des organischen Halbleiters. Der Ladungsträgertransport von Molekül zu Molekül erfolgt über Hopping-Prozesse.⁴⁰ Der ETL verhindert, dass die Elektronenlöcher bis zur Kathode gelangen. Gleichzeitig werden an der Kathode Elektronen injiziert, die zur Anode wandern. Der Transport der Elektronen erfolgt über die LUMOs des Halbleitermaterials. Trifft ein Elektron auf ein Elektronenloch, so bildet sich ein Exziton.

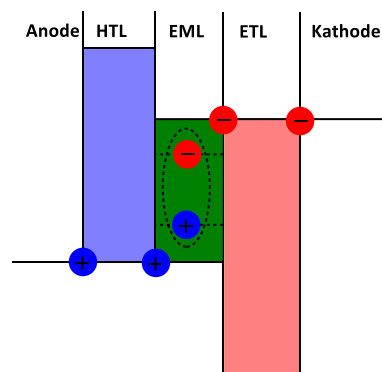


Abbildung 3: Bildung eines Exzitons in der Emitterschicht einer OLED.

Es gibt drei Arten von Exzitonen. Für die EL in OLEDs ist nur das *Frenkel*-Exziton von Bedeutung. *Frenkel*-Exzitonen sind auf einem Molekül lokalisiert. Die Bindungsenergie beträgt etwa 1 eV.⁴¹ Um unerwünschte Wechselwirkungen angeregter Moleküle zu verhindern, besteht die EML meist aus einem Matrixmaterial, das mit wenigen Prozent des Emitters dotiert ist. Entscheidend für die Performance von OLEDs sind die optoelektronischen Eigenschaften der verwendeten organischen Halbleiter.

1.4.1 Photophysik organischer Halbleiter

Die für die Photophysik organischer Halbleiter wichtigen Prozesse, werden in einem *Jablonski*-Diagramm (Abbildung 4) beschrieben. Für die Anregung aus dem elektronischen Singulett-Grundzustand S_0 in einen energetisch angeregten Singulett-Zustand S_1 (A, Abb. 4) gilt das *Frank-Condon*-Prinzip. Dieses besagt, dass bei elektronischen Anregungen von einem starren Kernsystem ausgegangen werden kann, da die elektronische Anregung deutlich schneller vorstättengeht als die Kernbewegungen. Die Anregung ist also stets vertikal. Ein Übergang ist wahrscheinlicher, wenn die beiden Wellenfunktion im S_0 - und S_1 -Zustand im selben Abstand zum Kern ein Maximum aufweisen.⁴²

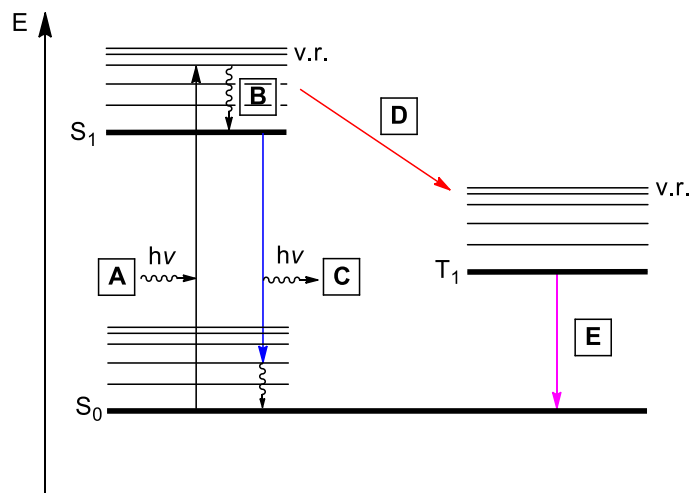


Abbildung 4: Jablonski-Diagramm eines organischen Moleküls.

Da in der Regel in einen höheren Schwingungszustand angeregt wird, folgt auf die elektronische Anregung eine strahlungslose teilweise Abregung (B, Abb. 4) in den Schwingungsgrundzustand. Daraus resultiert eine bathochrome Verschiebung der Emission im Vergleich zur Absorption. Diese wird als *Stokes*-Verschiebung bezeichnet. Der S_1 -Zustand kann strahlend durch Fluoreszenz abregen (C, Abb. 4) oder durch *intersystem crossing* (ISC) (D, Abb. 4) in den Triplett-Zustand T_1 übergehen. Dieser Übergang ist symmetrieverboten. Aus T_1 erfolgt Abregung durch Phosphoreszenz, da Triplett Exzitonen nicht strahlend abregen können (E, Abb. 4).

Durch elektrische Anregung entstehen statistisch stets 25% Singulett Exzitonen und 75% Triplett Exzitonen. Die interne Quantenausbeute (*quantum yield*, QY) rein fluoreszenter Emitter ist daher auf maximal 25% limitiert.⁴³ Um die Quantenausbeute zu erhöhen gibt es verschiedene Ansätze.

1.4.1.1 Phosphoreszierende Organic Light Emitting Diode (PhOLED)

Die Lechtwirkung in OLEDs der zweiten Generation basiert auf der Phosphoreszenz aus einem Triplett-Zustand. Dadurch steigt die theoretische Quantenausbeute von 25% auf 75%. Durch Schwermetalle wie Pt oder Ir können die 25% Singulett-Exzitonen in Triplett-Exzitonen überführt werden.⁴⁴ Mit phosphoreszierenden Leuchtstoffen wie Bis(2-phenylpyridin)iridium(III)acetylacetonat (**E1**, Abb. 5) kann eine interne Quantenausbeute von nahe 100% erreicht werden.⁴⁵

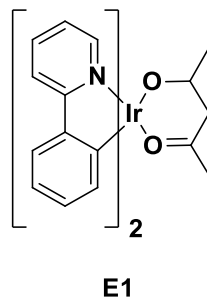


Abbildung 5: Struktur von Bis(2-phenylpyridin)iridium(III)acetylacetonat [(ppy)₂Ir(acac)].

Ein Nachteil dieses Ansatzes ist die Toxizität, der hohe Preis und die begrenzte Verfügbarkeit der benötigten Schwermetalle.^{46,47} Außerdem werden vor allem für blaue Emitter Stabilitätsprobleme beobachtet.^{48,49}

1.4.1.2 Triplett-Triplett-Annihilation

Ein anderer Ansatz ist die sogenannte Triplett-Triplett-Annihilation.⁵⁰ Dabei werden zwei Triplett-Zustände in einen Singulett-Zustand höherer Energie umgewandelt. Die theoretische Ausbeute für diesen Ansatz beträgt 62.5%.⁵¹ Eine Voraussetzung für diesen Prozess ist eine ausreichend große Energielücke zwischen S_1 und T_1 ($2T_1 > S_1$). Eine vereinfachte Darstellung der Triplett-Triplett-Annihilation ist in Abbildung 6 gezeigt.

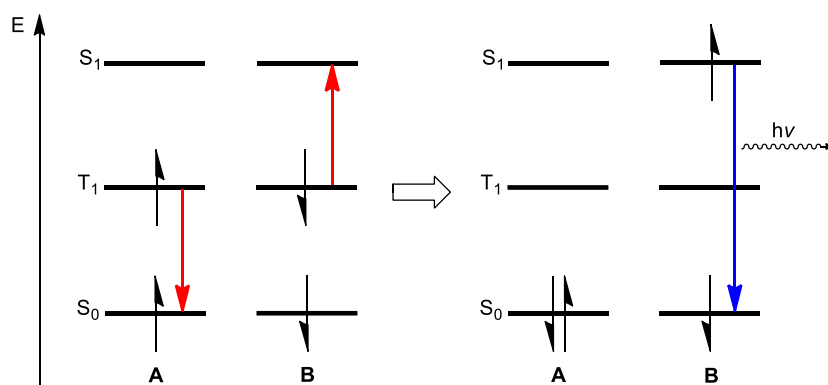


Abbildung 6: Vereinfachte Darstellung der Triplett-Triplett-Annihilation.

Der Triplett-Zustand T_1 der Verbindung **A** geht strahlungslos in den Singulett-Grundzustand S_0 über. Die freiwerdende Energie wird auf das Molekül **B** übertragen, wodurch es in den Singulett-Zustand S_1 übergehen kann (rote Pfeile). Der Gesamtdrehimpuls bleibt dabei

erhalten. Aus S_1 erfolgt Abregung durch Fluoreszenz in den Singulett-Grundzustand S_0 (blauer Pfeil). Problematisch sind die großen benötigten Spannungen und die hohe Konzentration an *Sensitizer*, die für eine effiziente Umwandlung benötigt werden. Dies kann zu einem deutlichen Abfall der Effizienz der OLED führen.⁵²

1.4.1.3 Thermally Activated Delayed Fluorescence (TADF)

Anstatt wie bei der PhOLED, Singulett-Exzitonen in Triplett-Exzitonen umzuwandeln, können auch Triplett-Exzitonen in Singulett-Exzitonen überführt werden. Ein vielversprechender Ansatz ist der Einsatz von TADF-Emittern. Bei einem TADF-Prozess werden Triplett-Exzitonen thermisch durch *reverse intersystem crossing* (RISC) in Singulett-Exzitonen überführt. Erstmals wurde TADF durch *Parker et al.* an Eosin beschrieben.⁵³ Deswegen wird das Phänomen in älteren Quellen als *E-Type Fluorescence* bezeichnet. 2012 verwendete *Adachi* TADF-Emitter in OLEDs und nannte das Phänomen *Thermally Activated Delayed Fluorescence* (TADF).⁵⁴ In Abbildung 7 ist die Fluoreszenz, TADF und die Phosphoreszenz eines organischen Moleküls anhand eines Energiediagramms dargestellt.

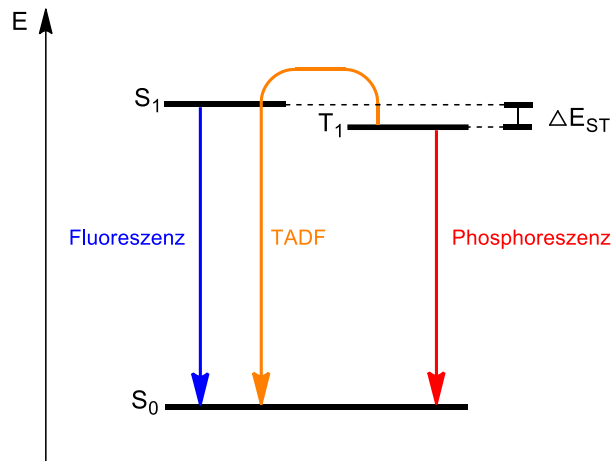


Abbildung 7: Energiediagramm eines TADF-Emitters (Die Abbildung wurde unverändert übernommen).⁵⁵

TADF-Emitter zeigen neben der direkten Fluoreszenz ($S_1 \rightarrow S_0$) auch eine verzögerte Fluoreszenz. Bei der verzögerten Fluoreszenz werden Triplett-Exzitonen zuerst über RISC in den S_1 -Zustand überführt, um dann strahlend abzuregen. Das führt zu einer verlängerten Fluoreszenzlebenszeit von mehreren Microsekunden. Entscheidend für die Effizienz eines TADF-Emitters ist die Stabilität des Triplett-Zustandes T_1 und die Geschwindigkeitskonstante K_{RISC} . K_{RISC} ist nach $K_{RISC} \propto \frac{\Delta E_{ST}}{k_B T}$ temperaturabhängig.⁵⁶ Ist die Energiedifferenz ΔE_{ST} zwischen dem S_1 - und dem T_1 -Zustand klein genug, kann sie thermisch überwunden werden. Meist liegt ΔE_{ST} im Bereich von 0.5-1 eV.⁵⁷ Ob es sich um einen TADF-Emitter handelt, kann überprüft werden, indem die Quantenausbeute unter atmosphärischen Bedingungen mit der Quantenausbeute unter inerten Bedingungen verglichen wird. Für TADF-Emitter nimmt die Quantenausbeute unter atmosphärischen Bedingungen ab, da die T_1 -Zustände mit Triplett-Sauerstoff abregieren, bevor sie über RISC in den S_1 -Zustand überführt werden können.⁵⁸ Für die Einstellung der räumlichen und energetischen Lagen der Grenzorbitale für organische

Emitter gibt es verschiedene molekulare Designkonzepte, die im folgenden Kapitel 1.5 Materialien beschrieben werden.

1.5 Materialien

Besonders geeignete Verbindungen für organische Halbleiteranwendungen sind polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK). Sie zeigen oftmals reversible Redox Eigenschaften und die Energielücke E_G zwischen HOMO und LUMO liegt im Bereich des sichtbaren, elektromagnetischen Spektrums. PAKs können unter milden Bedingungen dargestellt werden. Es ist möglich, hoch reine Substanzen herzustellen und ihr im Vergleich zu Polymeren geringes Molekulargewicht ermöglicht eine Verarbeitung durch Gasphasenabscheidung. Ob eine Substanz als Halbleitermaterial Anwendung findet, hängt wesentlich vom Preis und der Verfügbarkeit der benötigten Rohstoffe ab. Ein entscheidender Faktor ist außerdem die synthetische Zugänglichkeit. Wichtige chemische Eigenschaften sind: (i) thermische und chemische Stabilität, (ii) Redoxverhalten und (iii) Absorptions- und Emissionseigenschaften. Die genannten Eigenschaften sind wesentlich von Form und Lage der jeweiligen Grenzorbitale abhängig.

1.5.1 Trends in der energetischen Lage der Grenzorbitale von PAKs

Um die Lage der Grenzorbitale und damit die Eigenschaften einer Verbindungsklasse zu verändern, gibt es unterschiedliche Strategien. Maßgeblich sind (i) die Größe und die Form des aromatischen Systems, (ii) die Dotierung mit Heteroatomen und (iii) funktionelle Gruppen in der Peripherie der Verbindung.

(i) Größe des π -Systems:

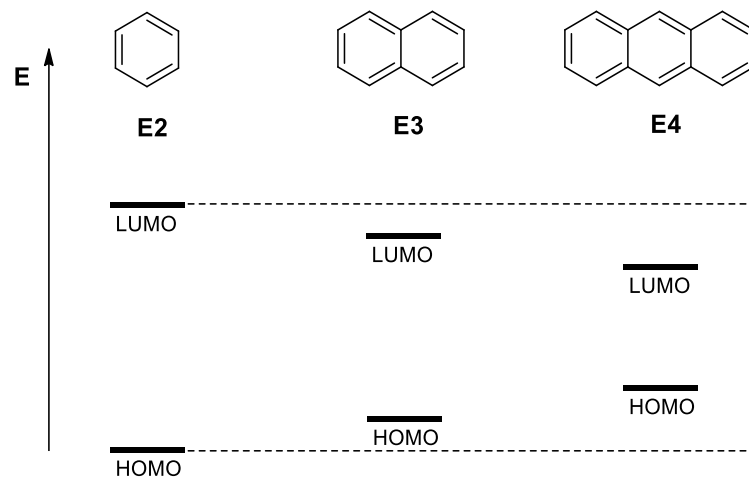


Abbildung 8: Relative Lagen der Energieniveaus der Grenzorbitale von Benzol (**E2**), Naphthalin (**E3**) und Anthracen (**E4**).^{59,60}

Abbildung 8 zeigt die relativen Grenzorbitalenergien von Benzol (**E2**), Naphthalin (**E3**) und Anthracen (**E4**). Je größer das aromatische System, desto kleiner wird die Energielücke E_G . Dies führt zu einer bathochromen Verschiebung der Emissionswellenlänge. Je niedriger das LUMO einer Verbindung, desto leichter kann diese reduziert werden. Von Benzol nach Anthracen

werden die Verbindung reaktiver. Anthracene und die höheren Homologen werden bereits von Luftsauerstoff oxidiert.

(ii) Inkorporation von Heteroatomen in das Kohlenstoffgerüst eines PAKs:

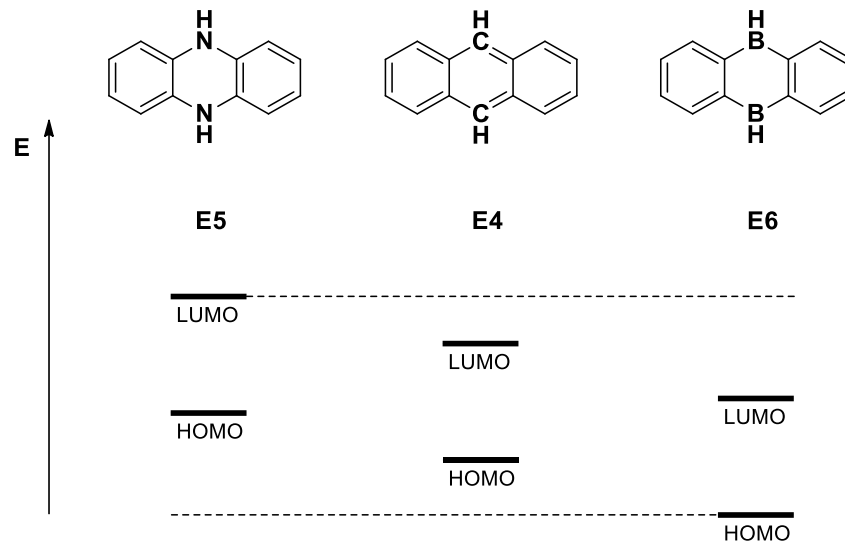


Abbildung 9: Relative Lagen der Energieniveaus der Grenzorbitale von 9,10-Dihydrophenazin (**E5**), Anthracen (**E4**) und 9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracen (**E6**).^{61,62}

Abbildung 9 zeigt die relativen Grenzorbitalenergien von 9,10-Dihydrophenazin (**E5**), Anthracen (**E4**) und 9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracen (DBA) (**E6**). Anhand dieser drei Verbindungen soll der Einfluss von Heteroatomen auf die Lage der Grenzorbitale verdeutlicht werden. Werden die beiden zentralen Kohlenstoffatome von Anthracen durch Stickstoffatome ersetzt (**E5**), so führt dies zu einer energetischen Anhebung von HOMO und LUMO. Ersetzt man die Kohlenstoffatome durch Boratome (**E6**), so werden HOMO und LUMO energetisch herabgesetzt. Die Dotierung mit Stickstoffatomen erschwert demnach die Reduktion und erleichtert die Oxidation, die Dotierung mit Boratomen erleichtert die Reduktion und erschwert die Oxidation.

(iii) Donor- und Akzeptorgruppen in der Peripherie eines PAKs:

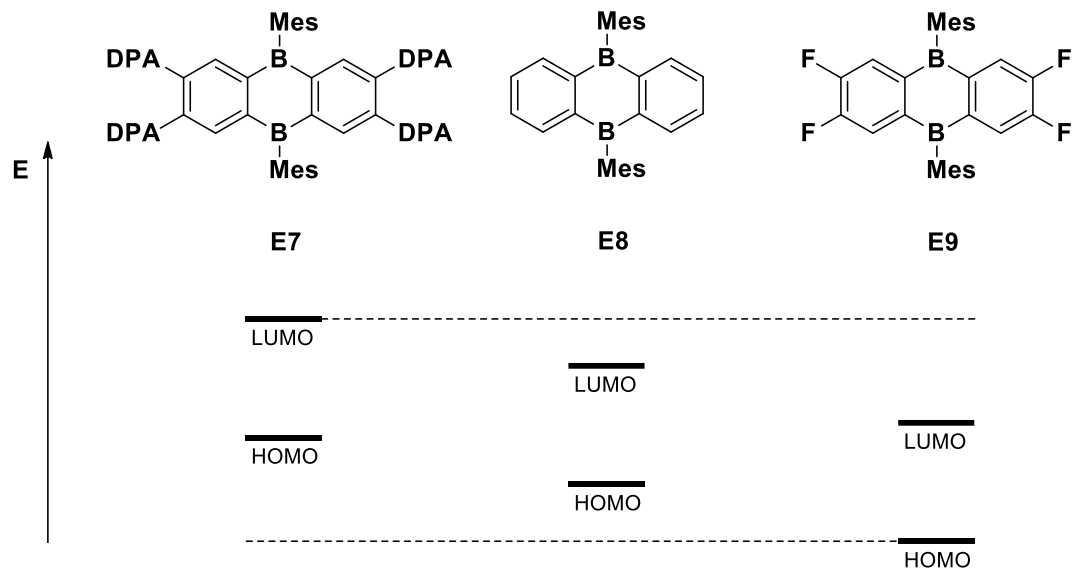


Abbildung 10: Relative Lage der Energieniveaus der Grenzorbitale von 2,3,6,7-DPA₄-DBA (**E7**), DBA (**E8**) und 2,3,6,7-F₄-DBA (**E9**); [DPA = *p*-*N,N*-Diphenylaminophenyl].^{63,64}

Einen ähnlichen Effekt wie die Dotierung mit Heteroatomen haben funktionelle Gruppen in der Peripherie des Moleküls. Durch elektronenschiebende Substituenten wie DPA (*p*-*N,N*-Diphenylaminophenyl) werden HOMO und LUMO energetisch angehoben. Elektronenziehende Substituenten wie Fluoratome führen zu einer Herabsetzung der Energieniveaus der Grenzorbitale.

1.5.2 Trends in der räumlichen Lage der Grenzorbitale von PAKs.

Effiziente TADF-Emitter zeichnen sich durch ihre geringe Energiedifferenz ΔE_{ST} zwischen dem Triplett-Zustand T_1 und dem Singulett-Zustand S_1 aus (Kapitel 1.4.1.3). In der Praxis führt ein geringes Überlappungsintegral von HOMO und LUMO zu kleinen ΔE_{ST} Werten und zu effizienten TADF-Emittern.⁶⁵ Dies kann auf zwei Wegen erreicht werden: (i) durch den Aufbau des Emitters aus einem Donor- und einem Akzeptorteil (**E10**, Abb. 11) oder durch die Dotierung eines PAKs mit Donor- und Akzeptortomen (**E11**, Abb. 11).

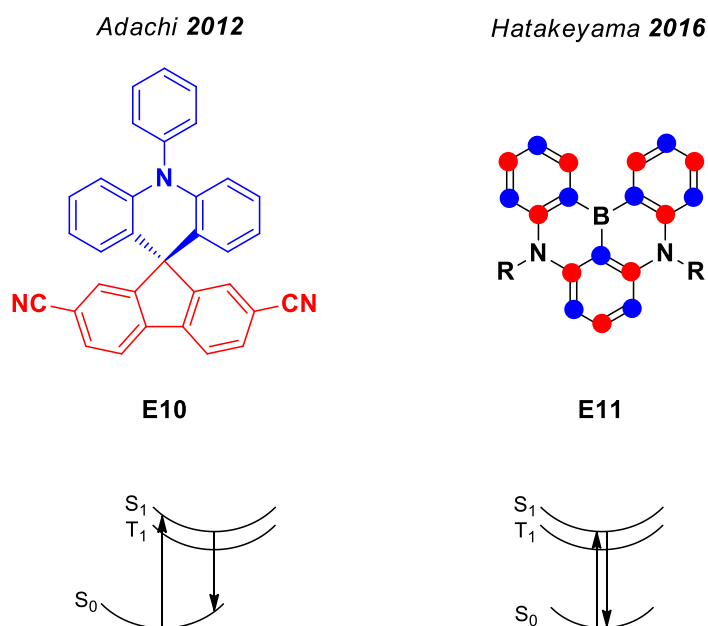


Abbildung 11: Strukturen und Energiediagramme von **E10** und **E11**. Die räumlichen Lagen von **HOMO** und **LUMO** sind in blau und rot markiert.

In Verbindung **E10** liegt das HOMO auf dem Triphenylaminfragment. Das LUMO liegt auf dem Biphenylfragment. Für eine OLED mit **E10** wurde eine Effizienz von $n_{Ext} = 10.1\%$ gemessen. Der Beitrag von TADF zur Fluoreszenz betrug 56.6%.⁴³ Verbindung **E10** zeigt attraktive Fluoreszenzeigenschaften, sowohl in Lösung als auch im OLED Device. Allerdings führt die Verwendung von Donor- und Akzeptorgruppen zu großen Stokes-Verschiebungen (100 nm) und Fluoreszenzsignalen mit großen Halbhöhenbreiten (100 nm). Das ist vermutlich eine Folge von Ladungstransfer (*charge transfer*, CT) zwischen der Donor- und der Akzeptoreinheit. Für die Anwendungen in Displays sind schmale Fluoreszenzbanden von großer Bedeutung. Bei großen FWHM Werten müssen Filter eingebaut werden.^{66,67} Darunter leidet die Effizienz der Displays. Eine alternative Möglichkeit ist die mehrfache Dotierung eines PAK mit Donor- und Akzeptoratomen. Dies führt dazu, dass die Grenzorbitale alternierend auf benachbarten Kohlenstoffatomen lokalisiert sind. Dieser Effekt wurde von Hatakeyama als *multiple resonance effect* (m.r.e) bezeichnet und ist eine Folge der entgegengesetzten elektronischen Effekte der Heteroatome. Der m.r.e führt in **E11** zu einem Fluoreszenzmaximum bei 460 nm mit einer Halbhöhenbreite von FWHM = 31 nm und einer Stokes-Verschiebung von 25 nm.

OLEDs mit **E11** zeigen eine externe Quantenausbeute von 30%.^{68,69} Damit handelt es sich bei **E11** um einen der besten, bekannten Fluoreszenzfarbstoffe. Für Emittler dieses Typs werden starre mehrfach Heteroatom-dotierte PAKs benötigt.

1.5.3 Starre Heteroatom-dotierte PAKs

Um HOMO und LUMO räumlich zu trennen, können PAKs mit Heteroatomen dotiert werden. Als neutrales Akzeptoratom kommt ein Boratom in Frage. Aus diesem Grund stehen Arylborane und die Synthese Bor-dotierter PAKs seit Jahrzehnten im Fokus der Forschung. Abbildung 12 zeigt drei Strukturen von einfach Bor-dotierten Aromaten unterschiedlicher Grundstruktur.

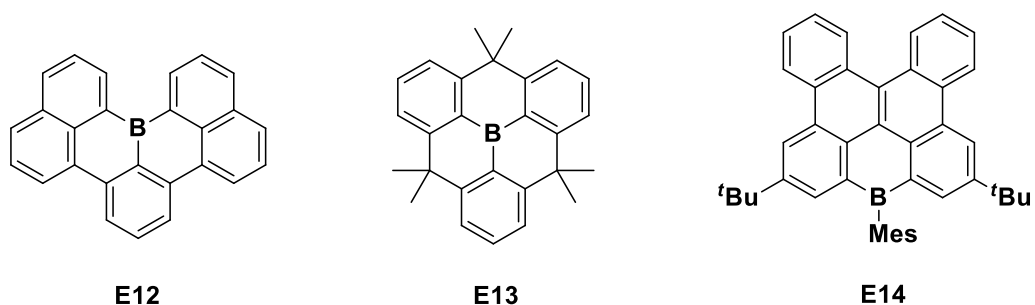


Abbildung 12: Strukturen von **E12**, **E13** und **E14**.^{70,71,72}

Alle drei in Abbildung 12 gezeigten Verbindungen sind stabil und fluoreszieren im sichtbaren Bereich des elektromagnetischen Spektrums. Um den Elektronenmangel in PAKs weiter zu erhöhen können zwei Boratome in das Kohlenstoffgerüst eingebaut werden. Abbildung 13 zeigt drei Strukturen von zweifach Bor-dotierten PAKs.

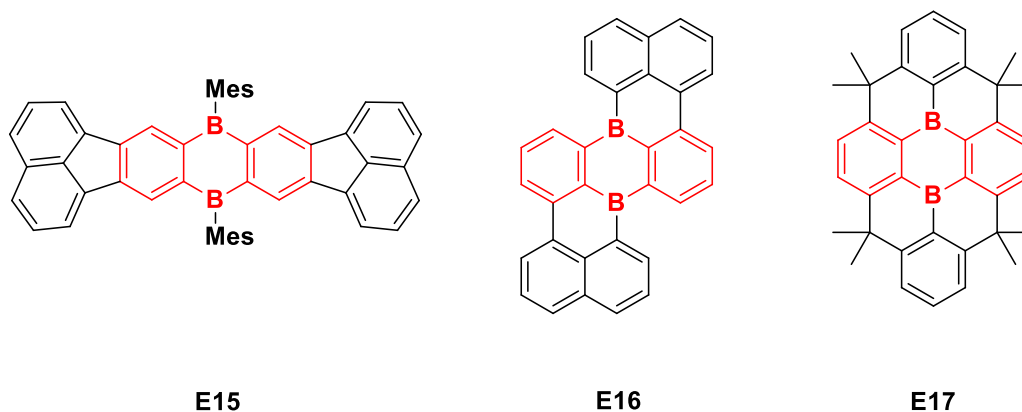


Abbildung 13: Strukturen von **E15**, **E16** und **E17**.^{73,74,75,76}

Die in Abbildung 13 gezeigten Diborane verfügen über einen DBA-Grundkörper. Dieser ist rot markiert. Die Borzentren sind aufgrund ihrer Elektrophilie anfällig für nucleophile Angriffe durch Wasser oder Sauerstoff. Sie können, wie in **E15** sterisch geschützt, oder wie in **E16** und **E17** in ein starres aromatisches System eingebettet werden. Durch das starre Kohlenstoffgerüst wird eine Reaktion am Boratom erschwert. Das Einbetten in ein starres

aromatisches System wurde von *Yamaguchi* etabliert wird als *structural constraint* bezeichnet.⁷⁷

1.5.4 Dotierung mit Boratomen und Stickstoffatomen

Während die Position des LUMOs durch die Dotierung mit Boratomen eingestellt werden kann, kommen als Donor-Atome häufig Stickstoffatome zum Einsatz. Wird ein Kohlenstoffatom in einem PAK durch ein Boratom ersetzt, so verhält sich das Boratom ähnlich zu einem Carbokation. Ein Stickstoffatom verhält sich ähnlich zu einem Carbanion. Deswegen ist eine C=C-Doppelbindung isoelektronisch zu einer B-N-Einfachbindung.⁷⁸ Der Zusammenhang ist in Abbildung 14 dargestellt.

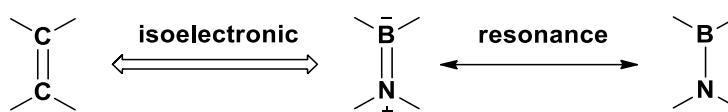


Abbildung 14: Isoelektronischer Zusammenhang zwischen einer C=C- und einer B-N-Einheit.⁷⁹

Indem C=C-Doppelbindungen in PAKs durch B-N-Einfachbindungen ersetzt werden, können die physikalischen und chemischen Eigenschaften eines PAK verändert werden. Die Struktur bleibt dabei weitestgehend unverändert.⁸⁰ Abbildung 15 zeigt eine Auswahl BN-dotierter PAKs.

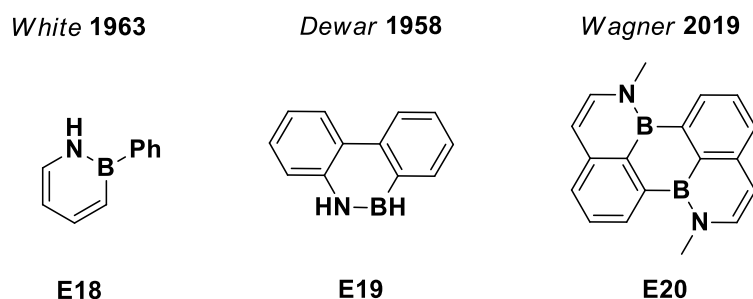


Abbildung 15: Auswahl BN-dotierter PAKs.^{81,82,83}

Das gezeigte BN-Perylen **E20** zeigt im Vergleich zu Perylen signifikante Unterschiede im Bereich der Grenzorbitale und der optoelektronischen Eigenschaften. Die Synthese und die optoelektronischen Eigenschaften des Systems von *Hatakeyama* (**E11**, Abb.11) sowie Anthracen-basierter Systemen sind gut untersucht.^{84,85,86,87,88,89,90} Andere Systeme, wie das Phenalensystem, sind weniger gründlich untersucht worden.

1.5.5 Das Phenalen-System

Phenalen besteht wie Anthracen aus drei anellierten sechsgliedrigen Ringen. Phenalen erregte große Aufmerksamkeit, da neben der neutralen Stammverbindung **E21** auch das neutrale Phenalenylradikal **E22** sowie das Phenalenylanion **E23** und das Phenalenylkation **E24** zugänglich sind.⁹¹

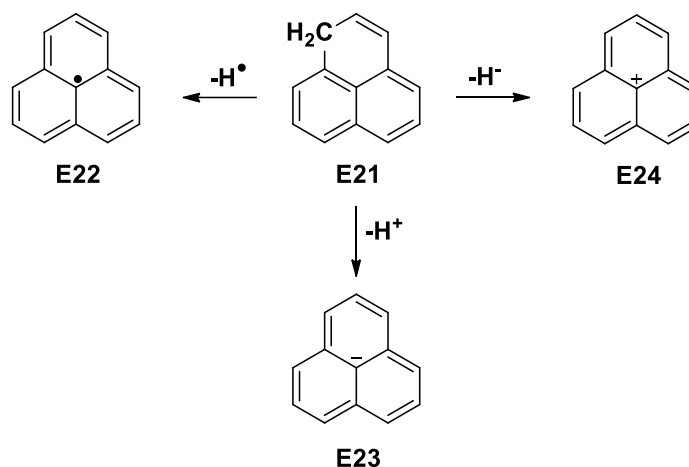


Abbildung 17: Phenalen (**E21**) und die davon abgeleiteten Verbindungen: Das Phenalenylradikal (**E22**), das Phenalenylanion (**E23**) und das Phenalenylkation (**E24**).⁹²

Abbildung 17 zeigt die Molekülstruktur von Phenalen. Formal führt die Abstraktion eines Wasserstoffatoms zu **E22**, während die Abstraktionen eines Protons bzw. eines Hydridions zu **E23** bzw. **E24** führen. Der Einsatz sterisch anspruchsvoller *tert*-Butylgruppen ermöglichte die Darstellung und Kristallisation des stabilen Phenalenylradikals **E25** (Abb. 18).⁹³

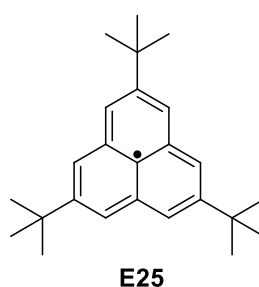


Abbildung 18: Struktur des 2,5,8-Tri-*tert*-butyl-phenalenylradikals **E25**.

Das Radikal **E25** wurde durch Einkristallröntgenstrukturanalyse, EPR-Messungen und SQUID-Messungen vollständig charakterisiert. Dieses neue kohlenstoffbasierte Radikal wurde im Folgenden intensiv untersucht.^{94,95,96} Wie bei Anthracen ist es auch im Phenalenyl-Fall möglich einzelne Kohlenstoffatome durch Heteroatome zu ersetzen. Drei dotierte Heterophenalenyle sind in Abbildung 19 gezeigt.

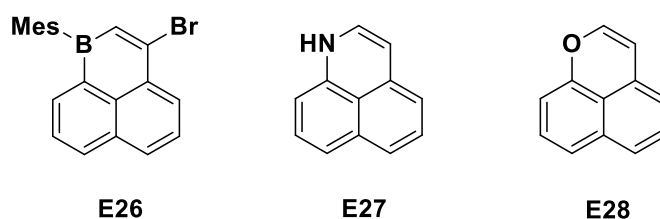


Abbildung 19: Strukturen von einfach Heteroatom-dotierten Phenalenylen.^{97,98}

Das 1-Boraphenalen **E26** ist das erste bekannte einfach Bor-dotierte Phenalenyl und wurde 2018 von *Ingelson* beschrieben. Die Synthese erfolgt durch elektrophile Borylierung von 1-Ethinylnaphthalin mit BBr_3 und anschließende Umsetzung mit Mes_2Zn . Die Ausbeute betrug 53%. Verbindung **E26** zeigt eine reversible Reduktionswelle bei einem Halbstufenpotential von $E_{1/2} = -1.74V$.

1H-1-Azaphenalen (**E27**) wurde 1963 von *O'Brien* und *Smith* beschrieben. Die Darstellung erfolgte durch Umsetzung von Acenaphthylen mit Stickstoffwasserstoffsäure und Schwefelsäure. Die Ausbeute an 1H-1-Azaphenalen betrug 7%. **E27** zersetzt sich bei Kontakt mit Luft innerhalb weniger Minuten. 1-Oxaphenalen (**E28**) konnte in 54% Ausbeute ausgehend von 3-Acetoxy-1-oxaphenalen dargestellt werden. Neben den in Abbildung 19 gezeigten Heterophenalenylen ist noch eine Vielzahl weiterer Heterophenalenyle beschrieben worden.⁹⁹ Neben einfach Heteroatom-dotierten Verbindungen gibt es einige Beispiele für mehrfach Heteroatom-dotierte Phenalenyle. In Abbildung 20 sind vier dieser Verbindungen gezeigt.

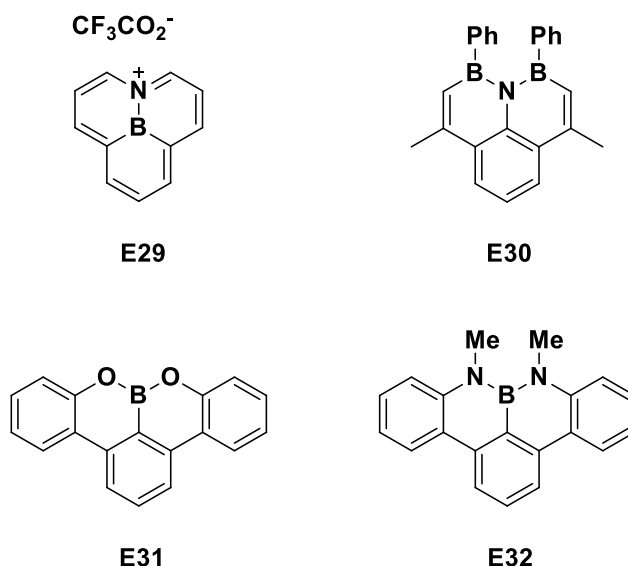


Abbildung 20: Molekülstrukturen von mehrfach Heteroatom-dotierter Phenalenylen.^{100,101,102}

Dewar und *Jones* berichteten 1968 über die Synthese des 12,11-Borazarophenalenyl Kations **E29**. Sie gaben 10,9-Borazaronaphthalin und Malonaldehydbis(diethylacetal) in

Trifluoressigsäure zusammen. Dabei beobachteten sie eine Violettfärbung der Reaktionslösung. Aus den Daten einer massenspektrometrischen Untersuchung, sowie NMR Experimenten schlossen sie auf die Bildung von **E29**. Das Produkt konnte nicht isoliert werden. Die violette Lösung zeigte eine Absorptionsbande bei 514 nm. **E29** ist isoelektronisch zum Phenalenylkation. Die Synthese des BNB-dotierten Phenalenyls **E30** ist in Abbildung 21 gezeigt.

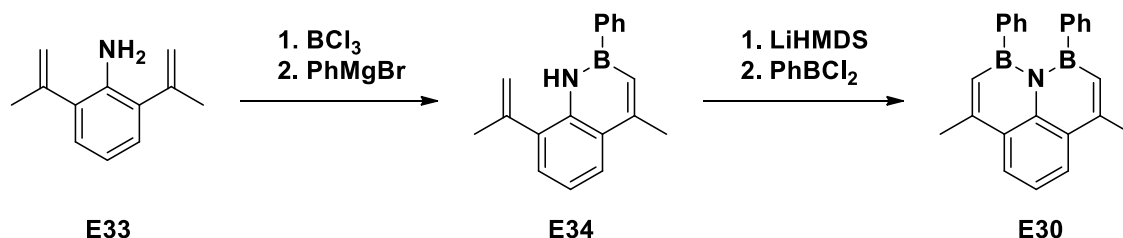


Abbildung 21: Synthese von **E30** durch Zugabe von BCl_3 und PhMgBr zum Amin **E33**. Die Zwischenstufe **E34** wurde anschließend mit LiHMDS und PhBCl_2 in **E30** überführt.

Die Synthese von **E30** erfolgte durch Umsetzung von 2,6-Di(prop-1-en-2-yl)anilin (**E33**) mit Borsäuretrichlorid. Durch zweifache elektrophile Borylierung bildet sich der neue Sechsering. Die dritte B-Cl Funktion wird mit einem Phenylgrignard abgesättigt. Der zweite Ringschluss erfolgt durch Deprotonierung von **E34** mit LiHMDS und anschließende Zugabe von Dichlorphenylboran. Das Cyclovoltammogramm von **E30** zeigt zwei sich überlappende Reduktionswellen mit Halbwertspotentialen von $E_{1/2}^{\text{Red}} = -1.42 \text{ V}$ und $E_{1/2}^{\text{Red}} = -1.66 \text{ V}$. In Anwesenheit von 18-Krone-6 kann **E30** mit einem Überschuss Kalium in THF zu $[\text{K}(\text{18-Krone-6})]_2[\text{E35}]$ reduziert werden (Abbildung 22). Auf diese Weise konnte $[\text{K}(\text{18-Krone-6})]_2[\text{E35}]$ als dunkelblauer Feststoff in 62% Ausbeute dargestellt werden.

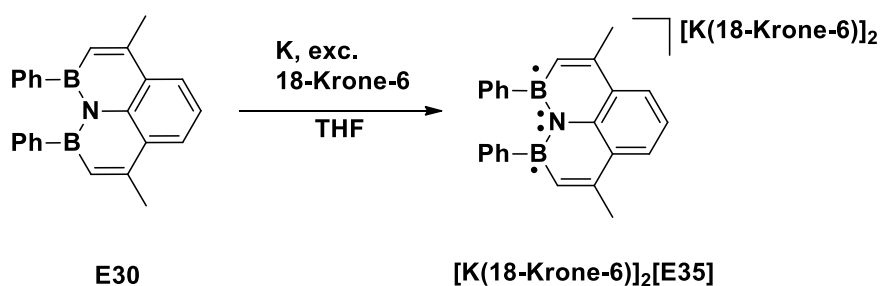


Abbildung 22: Synthese des Dianions $[\text{K}(\text{18-Krone-6})]_2[\text{E35}]$ durch Reduktion von **E30** mit einem Überschuss Kalium in THF in Anwesenheit von 18-Krone-6.

Durch Komproportionierung von **E30** mit $[\text{K}(\text{18-Krone-6})]_2[\text{E35}]$ sollte das Monoradikal $[\text{E36}]^\cdot$ (Abb. 23) synthetisiert werden. Dabei entstand die umgelagerte Verbindung $[\text{K}(\text{18-Krone-6})]_2[\text{E37}]$. Ein denkbarer Mechanismus der Umlagerung ist in Abbildung 23 gezeigt. Dabei greift ein am Phenylsubstituenten lokalisiertes ungepaartes Elektron das zweite Boratom an.

Dadurch bildet sich ein neuer Fünfring und ein Proton und ein Phenylradikal werden abgespalten.

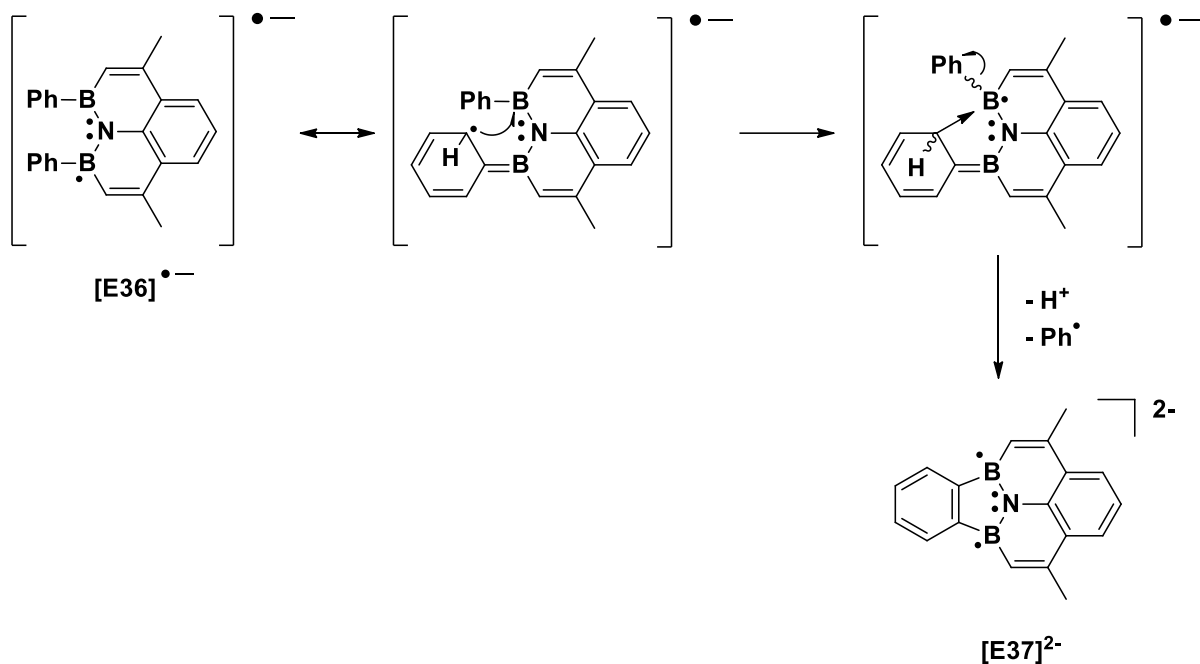


Abbildung 23: Postulierter Mechanismus für die Bildung des umgelagerten Dianions $[E37]^{2-}$.

Die Verbindungen **E31** und **E32** sind über die in Abbildung 24 gezeigten Synthese durch elektrophile Borylierung eines Vorläufermoleküls (**E38**, **E39**) mit BBr_3 zugänglich.

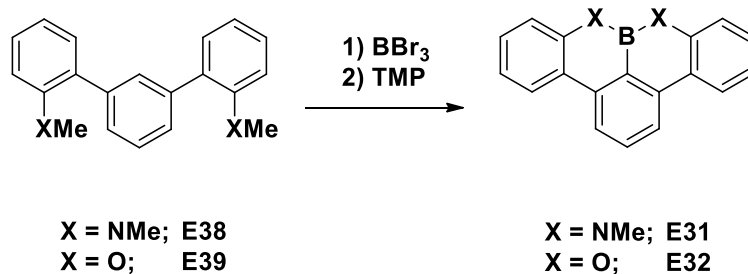


Abbildung 24: Synthese von **E31** und **E32**.

Die Ausbeute für das stickstoffhaltige Molekül **E31** betrug 70% und für das sauerstoffhaltige Molekül **E32** 80%.

2 Aufgabenstellung

Die globale Halbleiterindustrie setzte 2019 400 Mrd. US-Dollar um.¹⁰³ Der überwiegende Teil der gefertigten Produkte basiert auf Siliziumtechnologie. In den letzten 20 Jahren haben organische Halbleiter massiv an Bedeutung gewonnen. Auf Grund ihrer molekularen Struktur können organische Verbindungen im Vakuum sublimiert werden. Das ermöglicht eine Verarbeitung durch physikalische Gasphasenabscheidung (*physical vapour deposition*, PVD). Dies ist ein entscheidender fertigungstechnischer Vorteil gegenüber Siliziumhalbleitern und es können komplexe, mehrschichtige Systeme mit Schichtdicken im Nanometerbereich realisiert werden. Durch moderne chemische Synthesemethoden können organische Halbleitermaterialien anwendungsorientiert im Labor dargestellt werden. Von den drei für Displays benötigten Grundfarben ist Blau die Farbe mit dem größten Wachstumspotential und blaue Emittoren werden intensiv erforscht. Eine Stoffklasse mit herausragenden Eigenschaften sind aromatische polyzyklische Kohlenwasserstoffe (PAK). Durch die Wahl der Grundstruktur und der Dotierung mit Heteroatomen können Materialien für den Elektronentransport, den Elektronenlochtransport und die Emitterschicht synthetisiert werden. Als Donoratóme kommen Stickstoffatóme (N), Sauerstoffatóme (O), Schwefelatóme (S) und Phosphoratóme (P) in Frage. Als Akzeptoratóme sind aus dem gesamten Periodensystem nur Boratóme (B) geeignet. Die Dotierung mit Boratómen vermindert die LUMO-Energie des Systems, wodurch die entsprechenden PAKs leichter zu reduzieren sind. Des Weiteren führt die Absenkung des LUMOs häufig zu Emissionswellenlängen im blauen Spektralbereich des sichtbaren Lichts. Jüngste Arbeiten haben gezeigt, dass insbesondere die mehrfache Dotierung mit Boratómen und Stickstoffatómen zu Materialien mit exzellenten optoelektronischen Eigenschaften führt.

Die Synthese von Bor-dotierten PAKs erfolgt in der Regel nasschemisch in mehrstufigen Synthesesequenzen. Als aromatische Grundbausteine eignen sich Benzol, Naphthalin und Biphenyl. Besonders interessant sind Verbindungen mit zwei benachbarten Bor-Atomen. Im Vergleich zu Verbindungen mit der Grundstruktur I und III gibt es nur wenige etablierte Synthesen für Verbindungen des Strukturtyps II (Abbildung 25).

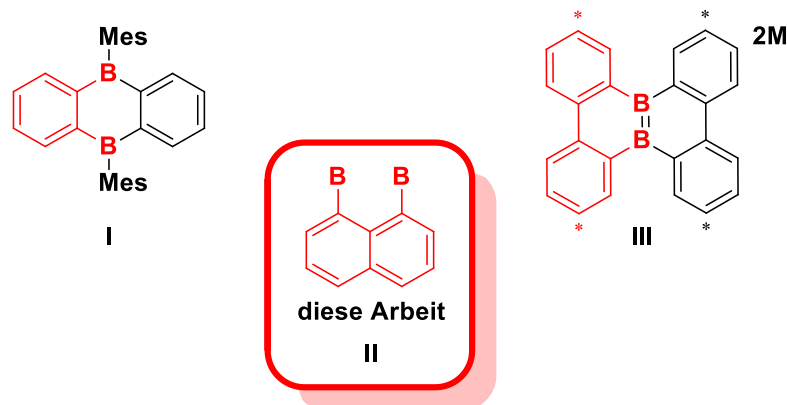


Abbildung 25: Drei grundlegende Strukturtypen für zweifach borylierte Aromaten. Struktur I (1,2-Diborylbenzol), Struktur II (1,8-Diborylnaphthalin) und Struktur III (1,1'-Diborylbiphenyl). Kohlenstoffatóme, die mit * gekennzeichnet sind, tragen ^tBu-Gruppen.^{87,104}

Strukturtyp **B** bietet Zugang zu verschiedenen Stoffklassen. Zwei Vertreter sind in Abbildung 26 gezeigt. Während reduzierte Diborane wie **M₂[E40]** von einem grundlegenden mechanistischen Standpunkt aus interessant sind, bietet die Verbindung **E41** potenziellen Zugang zu einer Reihe strukturverwandter organischer Verbindungen (Abb. 26).

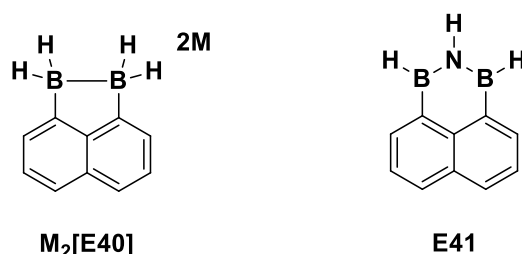


Abbildung 26: Strukturen eines reduzierten Diborans **M₂[E40]** und eines BNB-dotierten Phenalens (**E41**).

Durch die Variation der Reste **R_N** und **R_B** (Abbildung 27) können die elektronischen Eigenschaften gezielt verändert und die Struktur-Eigenschafts-Beziehung dieser Stoffklasse systematisch untersucht werden. Besonders interessant wäre eine Gegenüberstellung von BNB- (**E42**) und NBN-Dotierung (**E43**) und letztlich der Aufbau größerer Graphen-artiger Systeme (**E44**) (Abbildung 27).

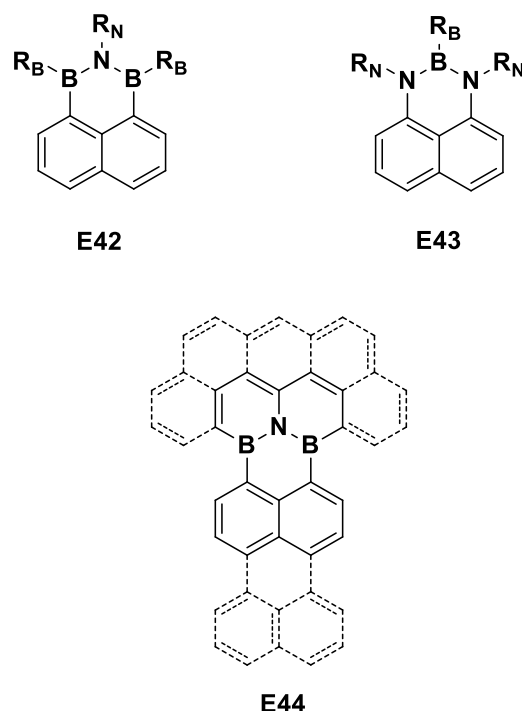


Abbildung 27: Grundstrukturen **E42**, **E43** und größerer BNB-dotierte Aromaten (**E44**).

Durch die Charakterisierung der reduzierten/radikalischen Vertreter eines organischen Halbleitersmaterials können Erkenntnisse, über die in einer OLED ablaufenden Redox-Prozesse

gewonnen werden. Von besonderem Interesse ist in diesem Zusammenhang das in Abbildung 28 gezeigte Radikal-Anion ($[E45]^-$).

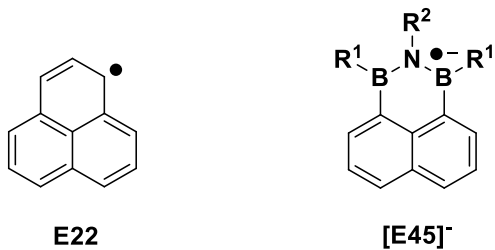


Abbildung 28: Strukturen des neutralen Phenalenylradikals **E22** und seines Heteroatom-dotierten Analogons $[E45]^-$.

$[E45]^-$ ist isoelektronisch zum neutralen Phenalenylradikal (**E22**). Es gibt nur wenige Beispiele für Bor-haltige radikalische Verbindungen.

3 Ergebnisse und Diskussion

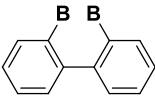

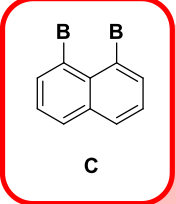
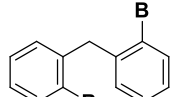
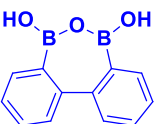

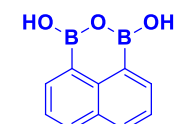
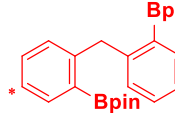
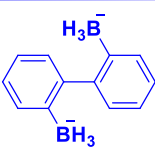
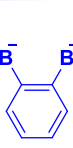
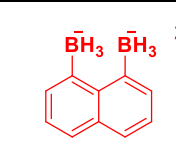
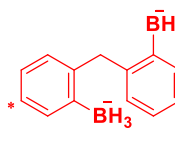
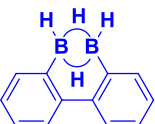
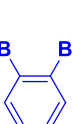
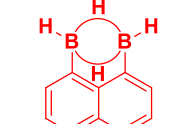
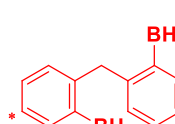
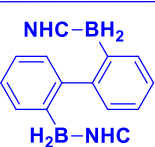
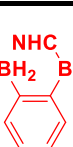
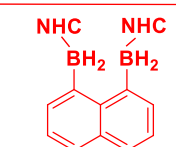
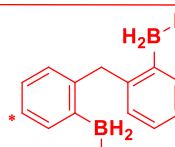
3.1 Untersuchung von Diborylierten PAKs

Die chemischen und physikalischen Eigenschaften aromatisch verbrückter Diborane sind von grundlegendem wissenschaftlichem Interesse. Als Kohlenstoffgerüste kommen v. a. vier Strukturtypen in Frage: 2,2'-Diborylbiphenyl (**A**), 1,2-Diborylbenzol (**B**), 1,8-Diborylnaphthalin (**C**) und 2,2'-Diboryldiphenylmethan (**D**). Tabelle 1 zeigt die vier genannten Grundstrukturen verbrückter Diborane. In vertikaler Richtung ist die dreistufige Syntheseroute der NHC-stabilisierten Diborane, ausgehend von den Boronsäuren/Boronsäureestern, gezeigt. Literaturbekannte Verbindungen sind blau dargestellt.

Tabelle 1: Bekannte (blau) und neue (rot) Verbindungen.

Horizontal: vier Grundstrukturen **A**, **B**, **C**, **D**.

Vertikal: dreistufige Synthesesequenz, ausgehend von **Bpin/BOH** über BH_3^- , BH_2 zu $\text{BH}_2\text{-NHC}$.

				
	A	B	C	D
Bpin/BOH	 1	 5	 9	 13
BH_3^-	 2	 6	 10	 14
BH_2	 3	 7	 11	 15
$\text{BH}_2\text{-NHC}$	 4	 8	 12	 16

Die erste Zeile der Tabelle zeigt die diborylierten Startverbindungen mit den entsprechenden Grundstrukturen. Durch Lithiierung mit Lithiumaluminiumhydrid kann die Boronsäure (**1**) zum entsprechenden Tetrahydroborat (**2**) reduziert werden. **2** wird anschließend aus Diethylether kristallisiert. Durch Zugabe eines Überschusses (10 equiv) Trimethylsilylchlorid (TMS-Cl) können zwei Hydridionen entfernt werden. Dabei entsteht das Diboran(6)-Derivat **3**.¹⁰⁵ Durch Zugabe von NHC-Donoren kommt es zu einer symmetrischen Spaltung des Diborans **3**, unter Ausbildung des NHC-Addukts **4**.¹⁰⁶

Auf ähnliche Weise sollten auch die drei unbekanntenen NHC-stabilisierten Diborane **8**, **12** und **16** zugänglich sein. Dazu wurden die drei Startverbindungen **5**, **9** und **13** mit einer Lithiumaluminiumhydrid-Lösung in Diethylether umgesetzt.^{107,108}

6 lieferte die Literatursausbeuten von 80%.¹⁰⁹ Im nächsten Schritt wurde **6** mit TMS-Cl umgesetzt. Das entstehende Diboran **7** konnte nicht isoliert werden. Durch Zugabe eines NHC-Liganden konnte das NHC-Addukt **8** dargestellt werden. Das Carben wurde dazu aus einem Imidazoliumsalz durch Deprotonierung mit Natriumhexamethyldisilazid (NHMDS) erzeugt. Die Ausbeute lag bei 71%. Das NHC-Addukt **8** zeigt im ¹¹B-NMR-Spektrum das für NHC-stabilisierte Arylborane typische Triplett bei -22 ppm mit einer ¹J_{BH}-Kopplung von 85 Hz. Die Struktur ist in Abbildung 32 gezeigt.

14 konnte in 57% Ausbeute aus **13** erzeugt werden. **14** zeigt im ¹¹B-NMR Experiment ein Quartett bei -27 ppm (¹J_{BH} = 80 Hz). Die Struktur konnte durch röntgenkristallographische Untersuchung an einem Einkristall bestätigt werden (siehe Kapitel 7.4.16). Eine Umsetzung mit TMS-Cl und die anschließende Zugabe eines NHC-Donors lieferte das NHC-Addukt **16** in 20% Ausbeute als kristallinen Feststoff. Die Struktur ist in Abbildung 32 gezeigt. Eine Isolierung des Borans **15** durch die Zugabe von Lewis-Säure war nicht möglich. Die Daten der relevanten NMR Experimente und der Röntgenstruktur sind mit denen von **8** vergleichbar.

Im Gegensatz zu **5**, **1** und **13** kann **9** nicht mit LiAlH₄ zum entsprechenden Tetrahydroborat **10** reduziert werden. Spektroskopische Untersuchungen der Reaktionslösung weisen auf ein Produktgemisch aus mehreren hydrierten Spezies hin. Durch die Zugabe von TMS-Cl (10 equiv) zur Reaktionslösung kann die Mischung in das neuartige Diboran **11** überführt werden. Die Synthese ist in Abbildung 29 gezeigt.

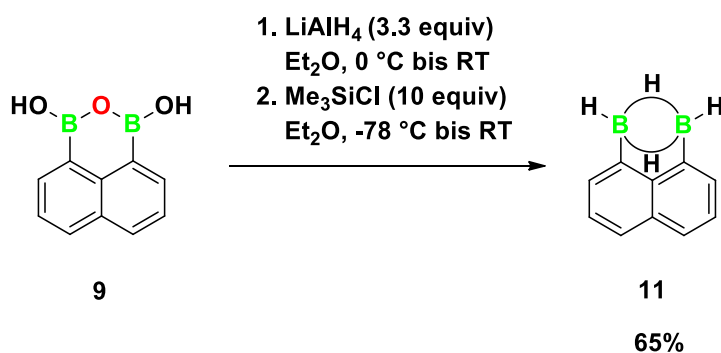
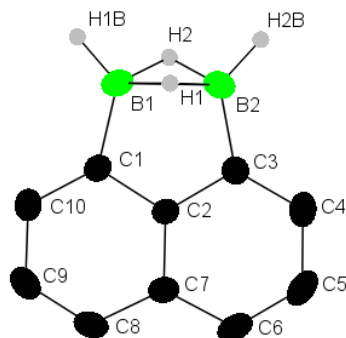


Abbildung 29: Synthese von 1,8-Diborylnaphthalin **11** durch Reaktion von **9** mit LiAlH₄ und TMS-Cl.

Nach dem Entfernen aller flüchtigen Bestandteile im Ölpumpenvakuum (ÖV) und anschließender zweifacher Sublimation des Rückstandes bei 80 °C im ÖV konnte **11** als analysenreiner kristalliner Feststoff in 65% Ausbeute erhalten werden. **11** ist ein unbekanntes Derivat des Diborans B_2H_6 . Die B_2H_4 -Einheit ist über ein Naphthalinrückgrat verbrückt. Bei vermindertem Druck bildet **11** Kristalle durch Sublimation. Diese Kristalle konnten röntgenkristallographisch untersucht werden. Die Struktur ist in Abbildung 30 gezeigt. Die polyzyklische $C_{10}B_2$ -Einheit ist planar. Der Torsionswinkel $B(1)-C(1)-C(2)-C(7)$ beträgt $179.5(8)^\circ$.



11

Abbildung 30: Struktur von **11**. $B(1)-C(1) = 1.5741(14) \text{ \AA}$, $B(2)-C(3) = 1.5728(14) \text{ \AA}$, $B(1)-H(1) = 1.301(14) \text{ \AA}$, $B(1)-H(2) = 1.310(14) \text{ \AA}$, $B(1)-H(1B) = 1.099(14) \text{ \AA}$, $B(1)-H(2) = 1.089(15) \text{ \AA}$.

Der $B \cdots B$ -Abstand beträgt $1.791(2) \text{ \AA}$ und ist damit größer als in B_2H_6 ($1.773(4)$) und deutlich größer als in **3** ($1.755(2)$). Dieser größere $B \cdots B$ -Abstand ist vermutlich eine direkte Folge des starren Naphthalinrückgrats.

11 wurde vollständig NMR spektroskopisch charakterisiert. Abbildung 31 zeigt das 1H -NMR Spektrum und das ^{11}B -NMR Spektrum von **11**.

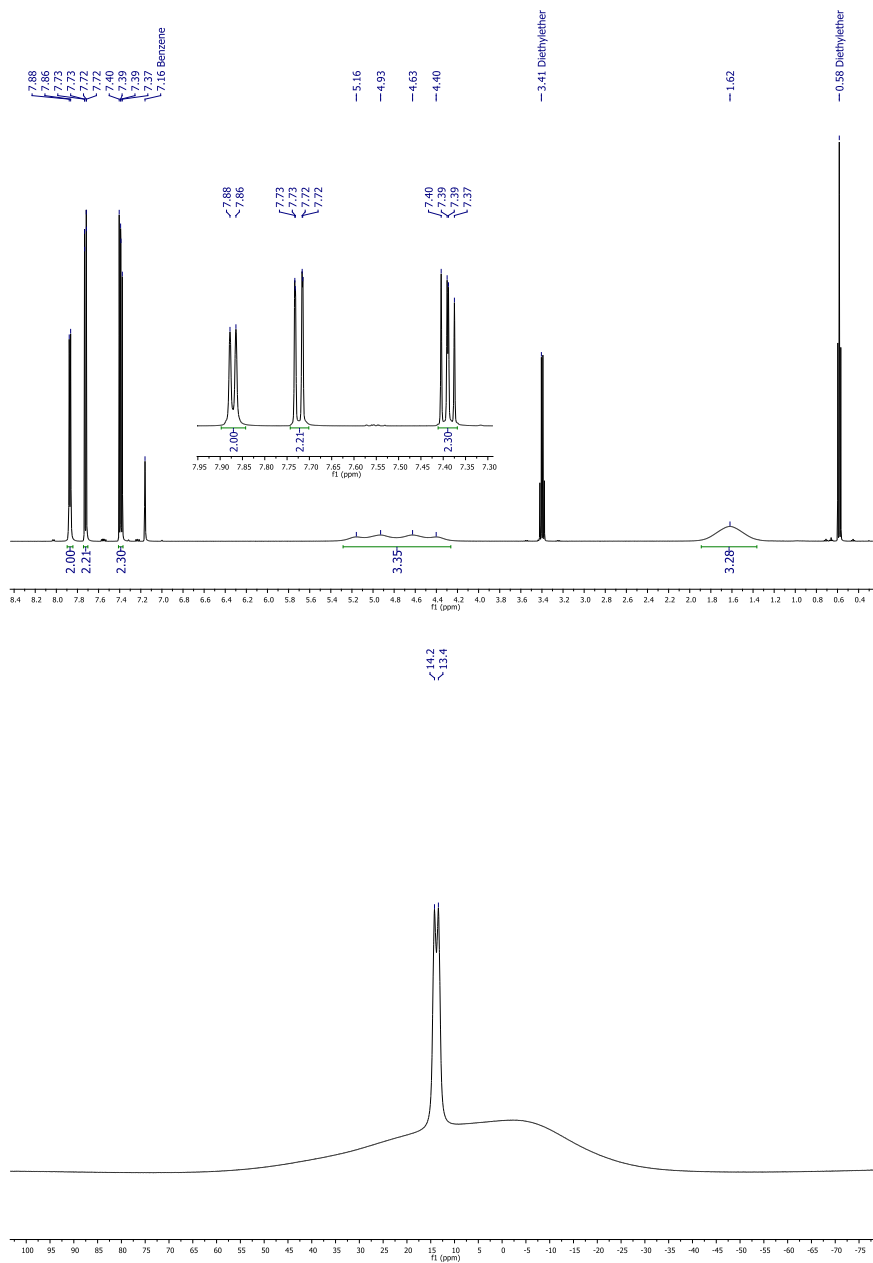


Abbildung 31: ^1H -NMR (C_6D_6 , 500.2 MHz) und ^{11}B -NMR (C_6D_6 , 160.6 MHz) Spektrum von **11**.

Die Resonanzen im ^1H -NMR-Spektrum zeigen das für 1,8-substituierte Naphthalinderivate typische Signalmuster (d, 7.87 ppm; dd, 7.72 ppm; d, 7.39 ppm). Außerdem werden zwei Resonanzen für die vier borgebunden Protonen beobachtet. Die beiden verbrückenden Protonen zeigen ein breites Signal bei 1.62 ppm (vgl. **3**, 1.30 ppm). Die beiden terminalen Protonen zeigen ein Quartett bei 4.78 ppm mit einer Kopplung von $^1J_{\text{HB}} \approx 130$ Hz (vgl. **3**, 4.77 ppm, $^1J_{\text{HB}} = 120$ Hz). Entsprechend zeigt das ^{11}B -NMR ein Dublett bei 13.8 ppm mit $^1J_{\text{HB}} \approx 130$ Hz (vgl. **3**, 13.7 ppm, $^1J_{\text{HB}} = 120$ Hz). Das strukturverwandte $(\text{PhBH}_2)_2$ zeigt eine vergleichbare chemische Verschiebung von 12.8 ppm im ^{11}B -NMR Spektrum.¹¹⁰

Zusammenfassend wurde **11** in zwei Stufen, ausgehend vom kommerziell erhältlichen 1,8-Diiodnaphthalin hergestellt. Die Hydrierung der leicht zugänglichen Boronsäure **9** mit $\text{LiAlH}_4/\text{CH}_3\text{SiCl}$ verläuft in guten Ausbeuten (500 mg, 60%) und liefert analysenreine Substanz. Dieses neue B-PAK Strukturmotiv sollte vielfältige synthetische Möglichkeiten liefern.

3.2 Untersuchung der Reaktivität von **11**

Durch Hydrolyse von **11** kann **9** zurückgewonnen werden. Die Umsetzung mit NHC^iPr liefert **12** in 71% Ausbeute. Die Strukturen von **8**, **12** und **16** sind in Abbildung 32 gezeigt.

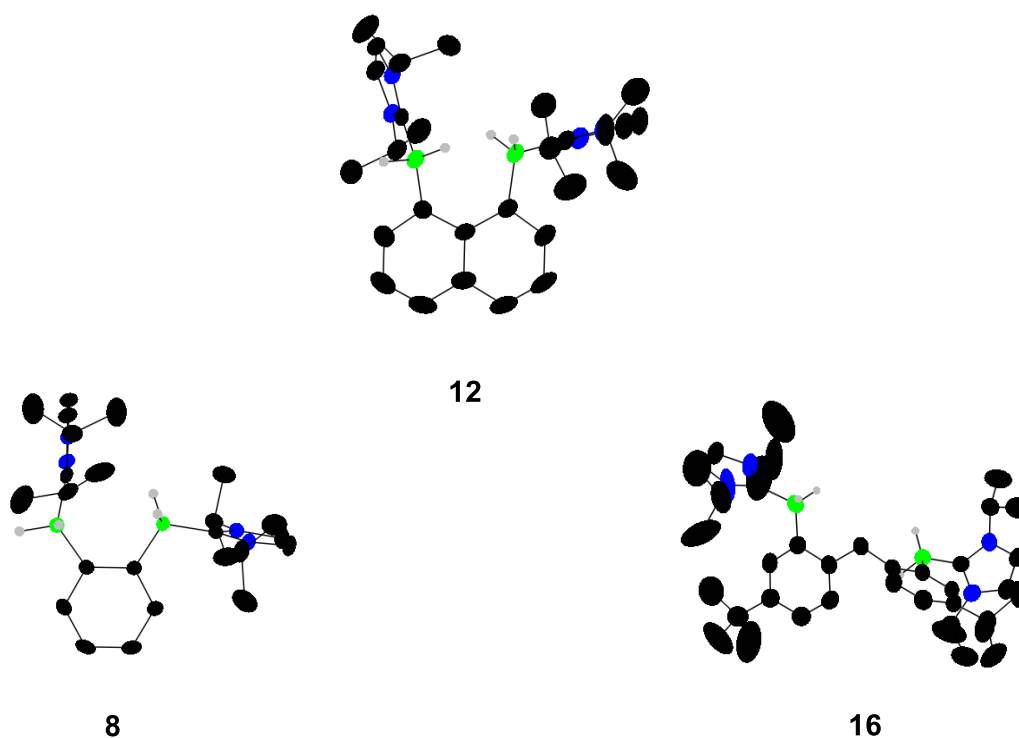


Abbildung 32: Strukturen von **8**, **12** und **16** im Kristall.

In allen drei Verbindungen kommt es zur Ausbildung von zwei NHC-stabilisierten Aryl-BH₂-Einheiten. Durch die neutralen NHC-Donoren werden die Boratome elektronisch abgesättigt. Dadurch verlieren sie ihre Akzeptoreigenschaften. Interessant wäre die gezielte Abstraktion borgebundener Wasserstoffatome, um den *Lewis*-sauen Charakter der Boratome zu erhalten.

Um das Borzentrum sterisch abzuschirmen und die Stabilität zu erhöhen wurde **11** mit metallorganischen Mesitylierungsreagenzien (MesLi , MesMgBr , Mes_2Zn) umgesetzt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 33 gezeigt.

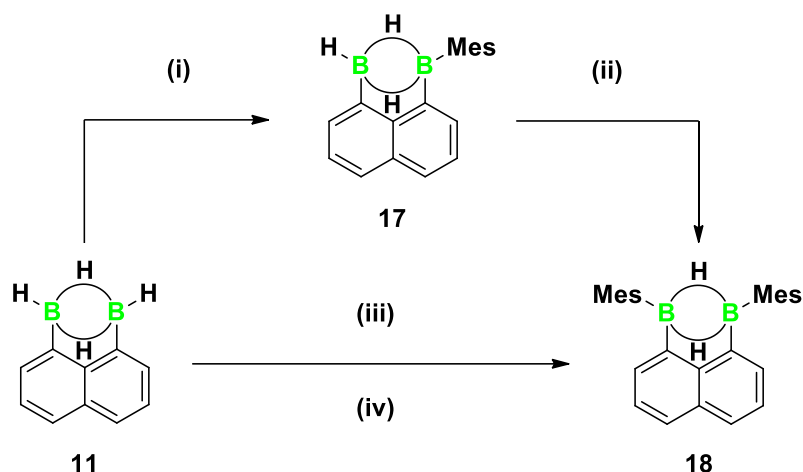


Abbildung 33: Mesitylierung von **11** mit (i) 1. MesLi (2.2 equiv); 2. TMS-Cl (10 equiv); (ii) 1. MesLi (2.2 equiv); 2. TMS-Cl (10 equiv); oder (iii) 1. MesMgBr (4 equiv); 2. CH₃SiCl (10 equiv); oder (iv) Mes₂Zn (2.3 equiv).

Die Umsetzung von **11** mit (i) 1. MesLi (2.2 equiv); 2. TMS-Cl (10 equiv) liefert das einfach mesitylierte Diboran **17**. Durch die erneute Umsetzung mit (ii) 1. MesLi (2.2 equiv); 2. TMS-Cl (10 equiv) kann das zweifach mesitylierte Diboran **18** dargestellt werden. Der Einsatz von MesLi als Mesitylierungsreagenz gestaltet sich aufgrund seiner moderaten Löslichkeit und seiner Reaktivität gegenüber polaren Lösungsmitteln problematisch. Deutlich bessere Ergebnisse können mit (iii) MesMgBr oder (iv) Mes₂Zn erzielt werden. Durch Zugabe von MesMgBr (4 equiv) zu **11** und anschließende Zugabe von TMS-Cl (10 equiv) zur Reaktionslösung kann **18** in 97% Ausbeute erzeugt werden. Alternativ kann **18** in 68% Ausbeute durch den Einsatz von Mes₂Zn¹¹¹ dargestellt werden.

3.2.1 Charakterisierung von **17** und **18**

Sowohl von **17** als auch von **18** konnte die Struktur bestimmt werden (Abb. 34). Der B•••B-Abstand nimmt von **11** (1.791(2) Å), über **17** 1.817(3) Å nach **18** (1.847(3) Å) zu. Damit ist der B•••B-Abstand in **18** signifikant länger als in [2,6-(2-MeC₆H₄)-C₆H₃-BH(μ-H)]₂ (1.787(5) Å).¹¹²

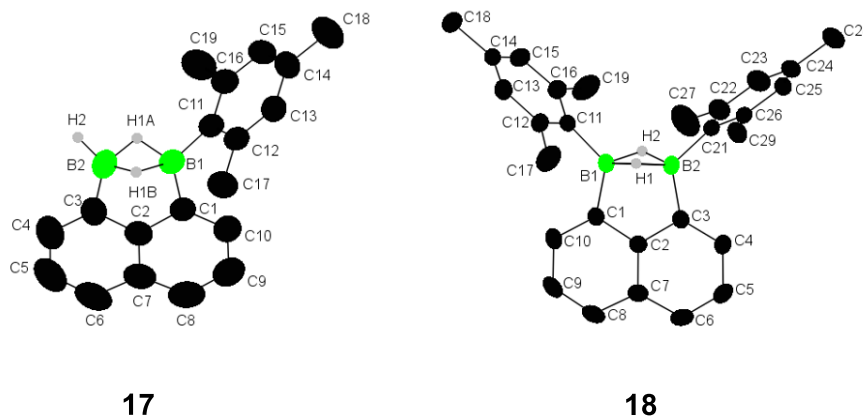


Abbildung 34: Strukturen von **17** (links) und **18** (rechts).

17: (B(1)-C(11) = 1.568(3), B(1)-C(1) = 1.566(3), B(2)-C(3) = 1.565(3), B(2)-H(2) = 1.11(2))

18: (B(1)-C(11) = 1.576(3), B(1)-C(1) = 1.578(3), B(2)-C(3) = 1.574(3), B(2)-C(21) = 1.576(3))

Die B-C Bindungslängen bleiben unverändert und sind vergleichbar mit literaturbekannten Verbindungen.^{107,113} In **17** liegen die B-H Bindungsabstände bei B(1)-H(1A) = 1.28(2) Å, B(1)-H(1B) = 1.33(2) Å, B(2)-H(1A) = 1.27(2) Å, und B(2)-H(1B) = 1.23(2) Å. Der Torsionswinkel der Mesitylgruppe C(1)-B(1)-C(11)-C(16) beträgt 97.7(2)°. Die B-H Bindungslängen von **18** betragen B(1)-H(1) = 1.32(2) Å, B(1)-H(2) = 1.27(2) Å, B(2)-H(1) = 1.28(2) Å und B(2)-H(2) = 1.28(2) Å. Damit unterscheiden sich die B-H Bindungslängen nicht signifikant von denen von **11**. Die Winkel zwischen den beiden Wasserstoffatomen und dem zentralen Boratom betragen in **18** H(1)-B(1)-H(2) = 84.8(1)° und H(1)-B(2)-H(2) = 85.9(1)°. Die beiden Mesitylgruppen sind um C(1)-B(1)-C(11)-C(16) = -99.8° und C(3)-B(2)-C(21)-C(26) = 67.5° gegen das Naphthalingerüst verdreht. Das ¹H-NMR Spektrum und das ¹¹B-NMR Spektrum von **18** sind in Abbildung 35 gezeigt.

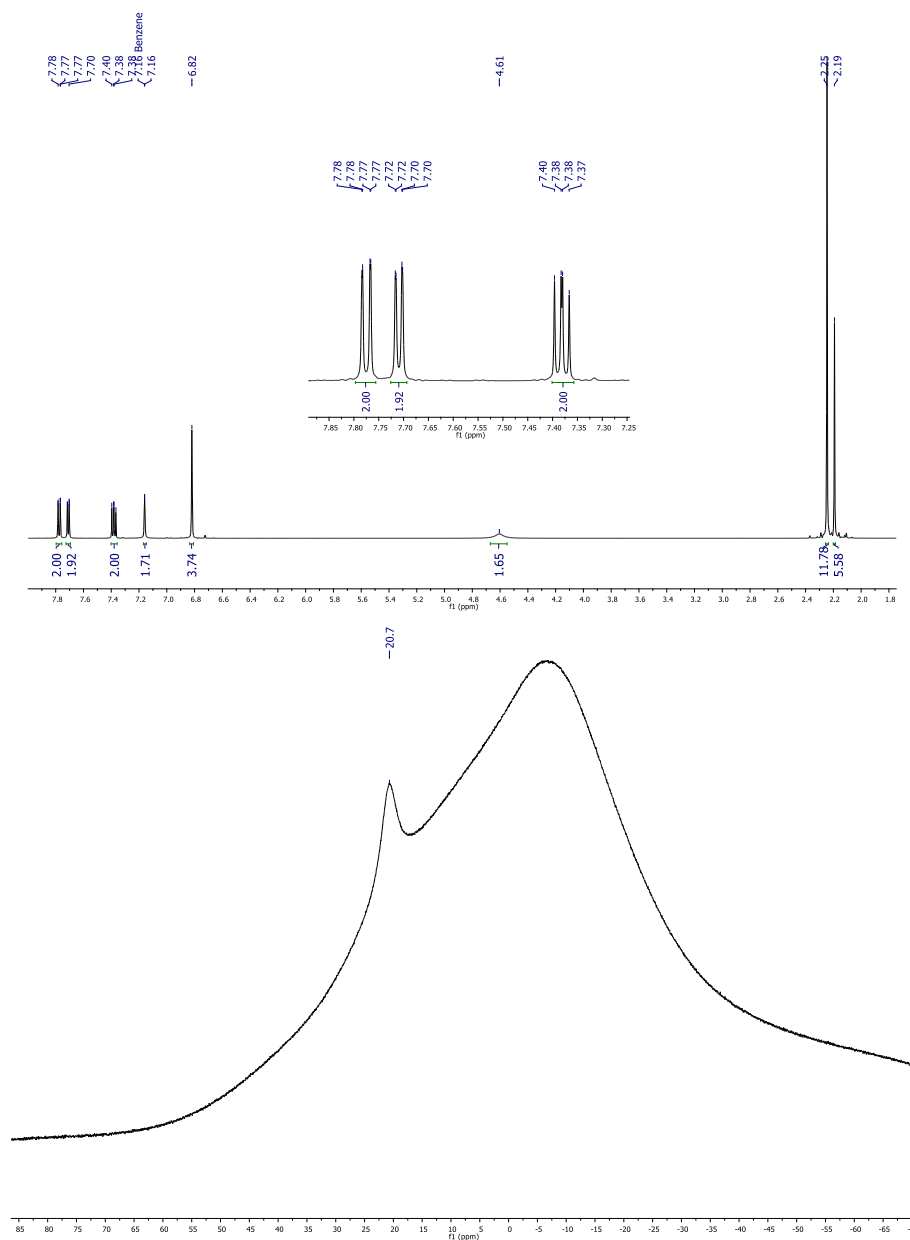


Abbildung 35: $^1\text{H-NMR}$ Spektrum (C_6D_6 , 500.2 MHz) und $^{11}\text{B-NMR}$ Spektrum (C_6D_6 , 160.6 MHz) von **18**.

Im $^1\text{H-NMR}$ Spektrum zeigt **18** drei Resonanzen für die sechs Protonen des Naphthalinrückgrats. Hinzu kommen Resonanzen für die Protonen der beiden Mesitylgruppen. Die vier aromatischen Protonen der beiden Mesitylgruppen zeigen ein Singulett bei 6.82 ppm. Die Methylgruppen in den *ortho*-Positionen der Mesitylgruppen zeigen ein Singulett bei 2.25 ppm mit einer Intensität von zwölf. Die sechs Protonen der Methylgruppen in den *para*-Position der Mesitylgruppen kommen bei 2.19 ppm zur Resonanz. Das Signal für die beiden terminalen Protonen ist verschwunden. Die beiden borgebundenen Protonen zeigen ein breites Singulett bei 4.61 ppm. Im $^{11}\text{B-NMR}$ zeigt **18** ein breites Signal bei 21 ppm. Die strukturverwandten Verbindungen (**BiphenBH**)₂ zeigt im $^{11}\text{B-NMR}$ Experiment ein breites Signal bei 11.0 ppm.¹¹⁴

3.2.2 Synthese von $K_2[19]$ durch Reduktion von **18** mit Kalium

Bei **18** handelt es sich um Derivat des Diboran(6) B_2H_6 . Die beiden benachbarten Boratome bilden zwei $2e3z$ -Bindungen aus. Durch Umsetzung mit einem Überschuss elementarem Kalium kann **18** in $K_2[19]$ überführt werden (Abb. 36). Dabei kommt es zur Ausbildung einer Bor-Bor-Einfachbindung. Nach Kristallisation aus THF/*n*-Hexan konnte $K_2[19]$ als roter, kristalliner Feststoff erhalten werden.

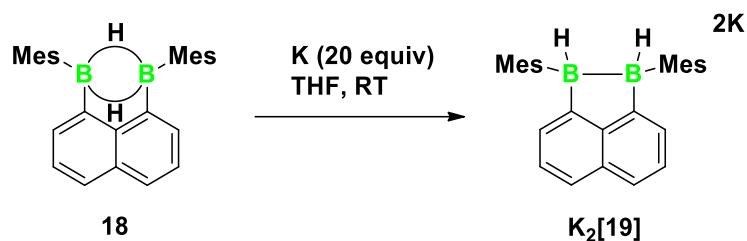


Abbildung 36: Synthese von $K_2[19]$ durch Reduktion von **18** mit elementarem Kalium in THF.

Die Bildung von $K_2[19]$ durch Reduktion konnte durch Einkristallröntgenspektroskopie und NMR-Spektroskopie bestätigt werden. Abbildung 37 zeigt die Struktur von $K_2[19]$.

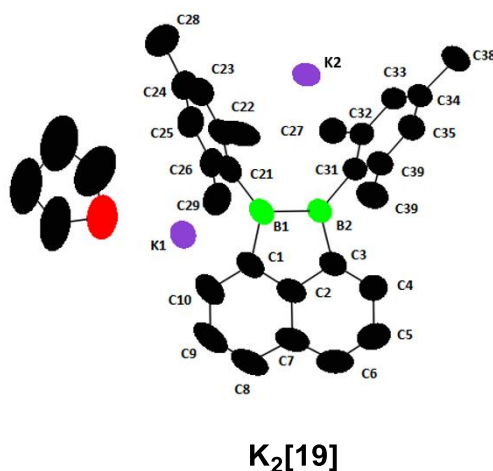


Abbildung 37: Struktur von $K_2[19]$.

Die Bor-Bor Bindungslänge ist mit $1.837(3)$ Å nicht kürzer als der $B\cdots B$ -Abstand in **18** ($1.847(3)$). Die B-C-Bindungslängen sind mit $B(1)-C(21) = 1.606$ Å, $B(1)-C(1) = 1.629$ Å, $B(2)-C(31) = 1.616$ Å und $B(2)-C(3) = 1.623$ Å etwas länger als in **18**. Die beiden Mesitylgruppen sind um 134.5° und 140.5° gegen das Naphthalingerüst verdreht.

Im ^{11}B -NMR (Abb. 38) zeigt $K_2[19]$ zwei Dupletts bei -13.8 ppm ($^1J_{BH} = 66$ Hz) und -14.6 ppm ($^1J_{BH} = 68$ Hz).

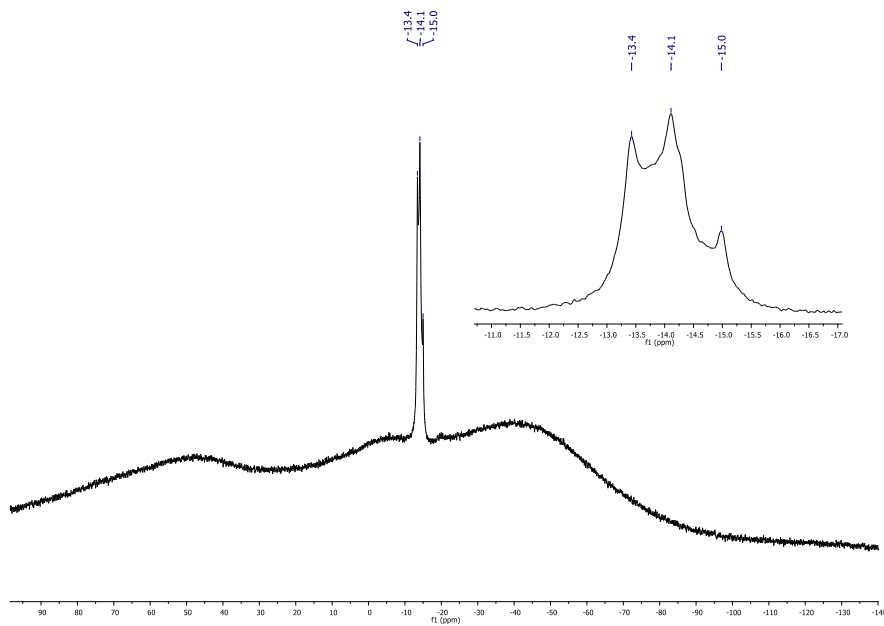


Abbildung 38: ^{11}B -NMR von $\text{K}_2[19]$.

Auch das ^1H -NMR zeigt ein asymmetrischen Signalmuster mit sechs Resonanzen für die sechs Protonen des Naphthalinrückgrats (Abbildung 39). Die beiden Mesitylsubstituenten zeigen ebenfalls drei Resonanzen für die aromatischen Protonen und fünf Resonanzen für die aliphatischen Protonen. Neben dem Produkt zeigt das ^1H -NMR Spektrum Resonanzen für Naphthalin und Mesitylen.

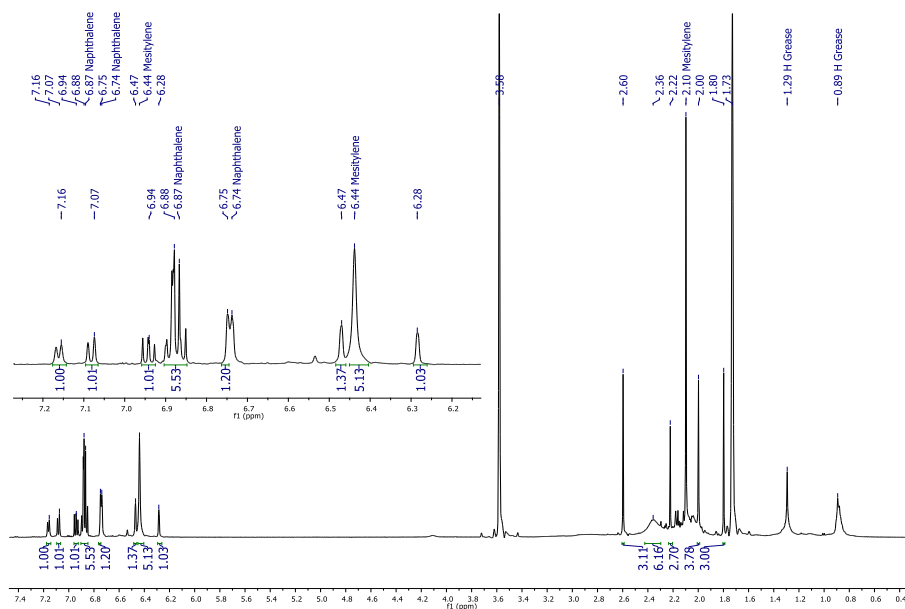


Abbildung 39: ^1H -NMR von $\text{K}_2[19]$.

Durch Reduktion mit elementarem Kalium konnte eine Bor-Bor-Bindung geknüpft werden. Dies verdeutlicht den *Lewis*-sauren Charakter der Boratome. Gelänge es die beiden Boratome in **18** über ein weiteres Heteroatom zu verknüpfen, könnten auf diese Weise Heteroatom-dotierte Phenalenderivate synthetisiert werden.

3.3 Synthese BEB-dotierten Phenalenen (E = N, O): eine systematische Untersuchung der optoelektronischen Eigenschaften einer Reihe BEB-dotierter Phenalene

Durch den Einsatz von geeigneten Heteroatom-haltigen Reagenzien sollte es möglich sein **BEB**-dotierte Phenalene darzustellen (Abb. 40). Zu diesem Zweck wurde **18** mit Wasser und einer Reihe von Aminen umgesetzt. Fünf neue **BEB**-Phenalene konnten auf diese Weise in guten Ausbeuten dargestellt werden.

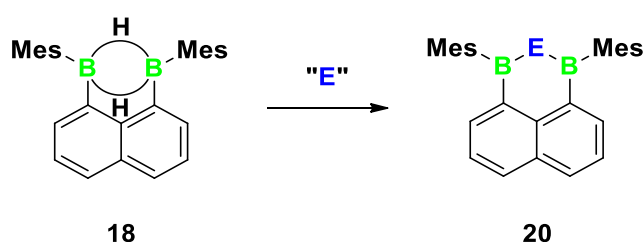


Abbildung 40: Synthese von **BEB**-dotierten Phenalenen (**20**).

3.3.1 Untersuchung des Einflusses des zentralen Heteroatoms in BEB-Phenalenen auf die optoelektronischen Eigenschaften des Systems

Durch gezielte Hydrolyse von **18** mit einer definierten Menge Wasser in THF konnte das neuartige heteroatomdotierte Phenalen **21** in 28% Ausbeute synthetisiert werden. Die Synthese ist in Abbildung 41 gezeigt.

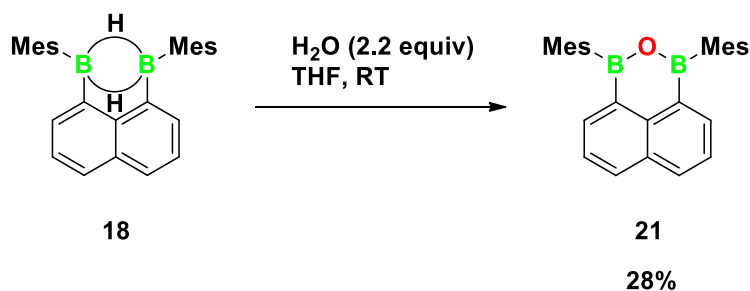


Abbildung 41: Synthese von **21** durch Hydrolyse von **18** mit H₂O (2.2 equiv) in THF.

18 wurde in THF gelöst. Anschließend wurde eine definierte Menge Wasser in THF in zwei Portionen zugegeben. Der Reaktionsverlauf wurde per NMR-Spektroskopie überwacht. Die Aufreinigung erfolgte per Flashchromatographie an Kieselgel. **21** ist stabil gegenüber

Sauerstoff und Feuchtigkeit. Durch Kristallisation aus *n*-Hexan konnten Einkristalle erhalten werden. Die Struktur ist in Abbildung 42 gezeigt.

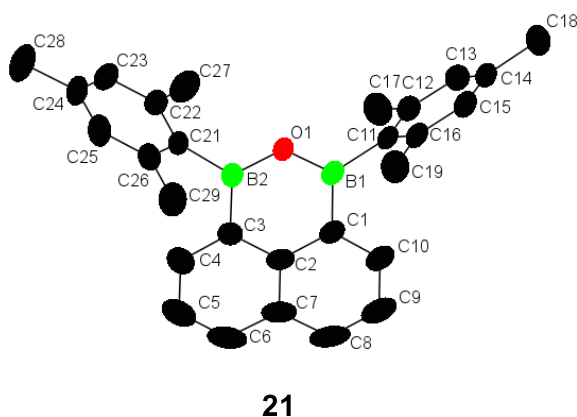


Abbildung 42: Struktur von **21**.

Im neu gebildeten Phenalengerüst beträgt die B-O Bindungslänge 1.385(3) Å. Die Bindungslänge B(1)-C(1) ist mit 1.552(3) Å minimal kürzer als in **18** (1.576(3)). Der B-O-B Winkel beträgt 123.0(2)°. Die beiden Mesitylgruppen sind um C(1)-B(1)-C(11)-C(12) = 80.6(3)° und C(3)-B(2)-C(21)-C(26) = 77.7(3)° gegen die zentrale Phenaleneinheit verdreht.

Im ¹H-NMR (Abb. 43) verschwinden die Resonanzen der Bor-gebunden Protonen und das ¹¹B-NMR Spektrum zeigt ein breites Signal bei 32 ppm. Die achtzehn Protonen der beiden Mesitylgruppen fallen in einem Signal bei 2.29 ppm zusammen.

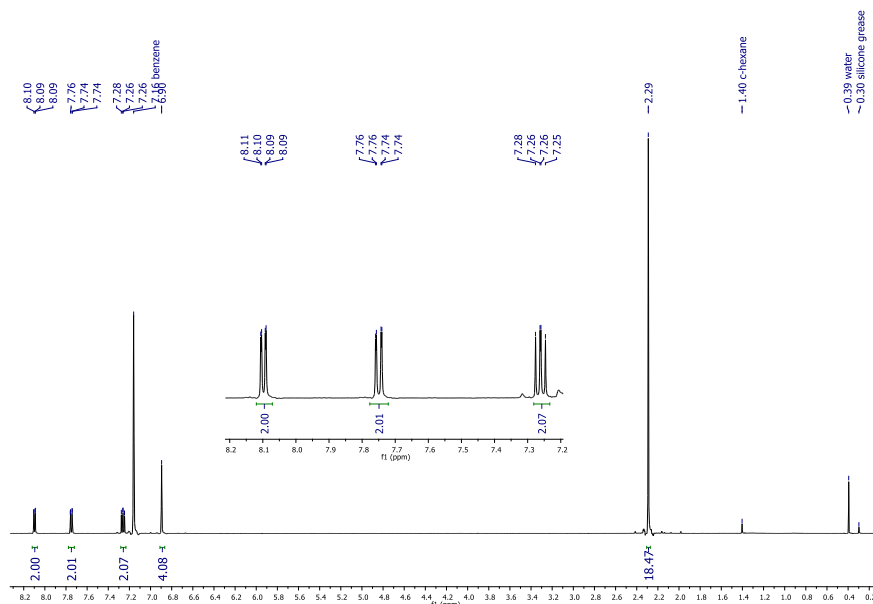


Abbildung 43: ¹H-NMR Spektrum von **21**.

Neben **21** sind aus **18** auch die beiden BNB-Phenalene **22** und **23** zugänglich. Die Synthesen sind in Abbildung 44 gezeigt.

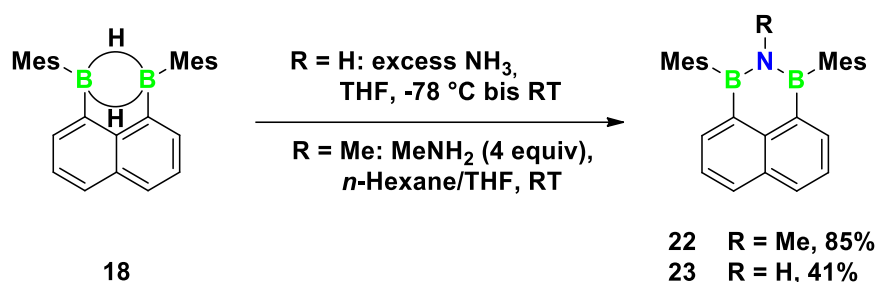


Abbildung 44: Synthese von **22** und **23**.

Der Einsatz von Aminen wie Ammoniak oder Methylamin ermöglicht die Synthese von BNB-dotierten Phenalenen in hohen Ausbeuten. Die Strukturen der beiden BNB-dotierten Phenalene sind in Abbildung 45 gezeigt.

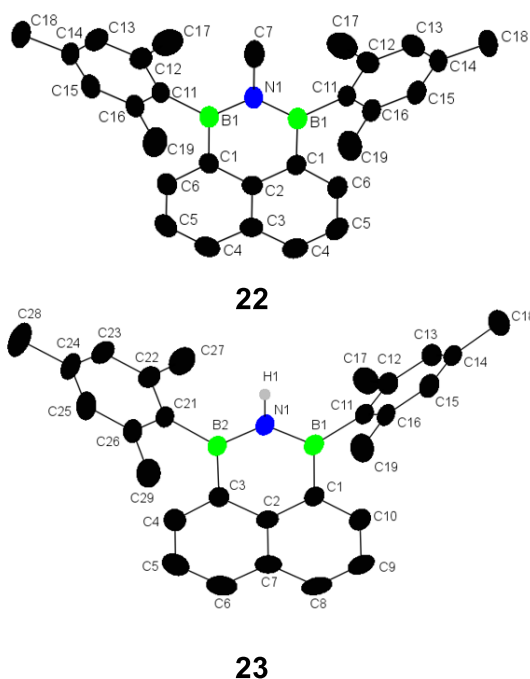


Abbildung 45: Strukturen von **22** (oben) und **23** (unten).

In **22** beträgt der B-N-B Bindungswinkel 121.7(2)°, in **23** beträgt der B-N-B Bindungswinkel 124.6(2)°. Die B-N Bindungslängen betragen 1.427(4) Å (**23**) und 1.431(2) Å (**22**). Die B-N Bindung in Zengs BNB-Phenalene ist mit 1.463(1) Å deutlich länger (vgl. **E32**, Abb. 20, Kapitel 1.5.1.4).¹¹⁵ Die N-H Bindungslänge in **23** beträgt 0.93(3) Å. Die N-C Bindungslänge in **22** beträgt 1.480(3) Å.

Die drei neuen Phenalene **21**, **22** und **23** sind luft- und wasserstabil und zeigen sowohl in Lösung als auch im Festkörper Photolumineszenz beim Bestrahlen mit einer UV-Handlampe. Abbildung 46 zeigt einen Glaskolben mit **21** (links) und einen mit **22** (rechts) unter UV-Licht.

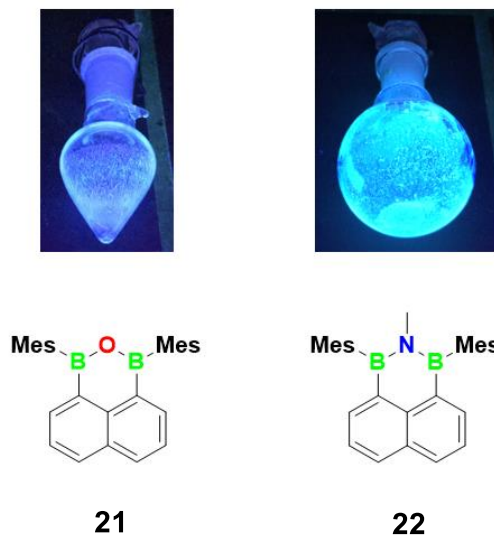


Abbildung 46: **21** (links) und **22** (rechts) in Glaskolben unter UV-Licht.

Von **21**, **22** und **23** wurden Absorptions- und Emissionsspektren in Lösung gemessen. Außerdem wurden die Quantenausbeuten in Lösung bestimmt.

Alle Verbindungen zeigen Photolumineszenz mit guten Quantenausbeuten von 37% (**21**), 51% (**22**) und 50% (**23**). Die Emissions- und Absorptionsspektren sind in Abbildung 47 gezeigt.

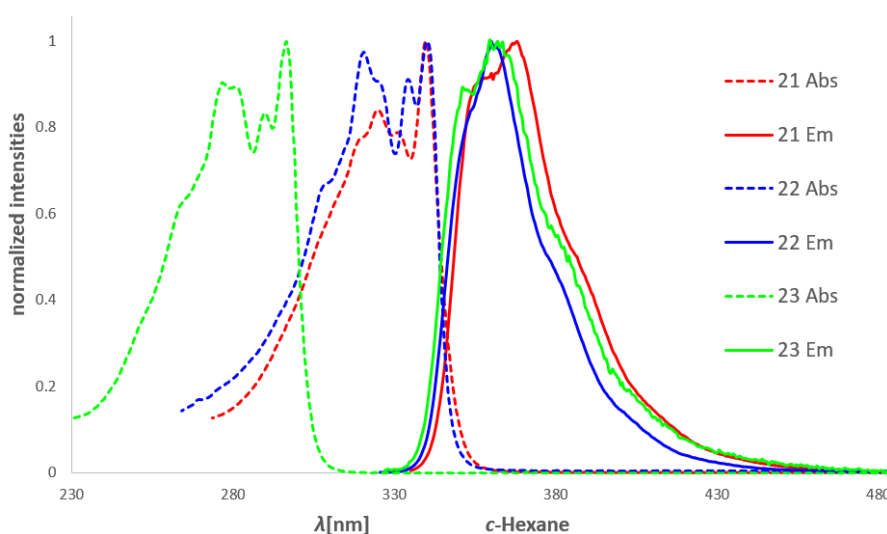


Abbildung 47: Absorptions- und Emissionsspektren von **21**, **22** und **23**.

Während die Absorptionsmaxima von **22** und **21** identisch sind (339 nm) zeigt **23** ein Absorptionsmaximum bei 296 nm. Die Emissionsspektren ähneln sich stark mit Maxima bei 353 nm (**21**), 360 nm (**22**) und 362 nm (**23**). Auffällig ist die schmale Halbwertbreite der Fluoreszenz von minimal 31 nm für **22**. Für die Anwendung in Displays werden Emittier mit schmalen Emissionsbanden benötigt. Deswegen wird intensiv nach Verbindungen mit schmalen Fluoreszenzsignalen im blauen Spektralbereich gesucht. Der Goldstandard in dieser Hinsicht ist **E11** (Abbildung 11, Kapitel 1.5.2) von *Hatekeyama* mit einem Halbhöhenbreite der Fluoreszenz von 28 nm.⁶⁸ **22** zeigt vergleichbar kleine Werte für die Halbhöhenbreite der

Fluoreszenz und ist damit ein vielversprechender Kandidat für Heteroatom-dotierte organische Emitter.

3.3.2 Untersuchung des Einflusses der Bor-gebundenen Substituenten auf die optoelektronische Eigenschaften des BNB-Systems

Um die Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der BNB-dotierten PAKs zu untersuchen, wurden eine Auswahl an Derivaten synthetisiert. Die entwickelte Syntheseroute für BNB-Phenalene ermöglicht eine modulare Variation der Reste, sowohl am Stickstoffatom als auch an den Boratomen. Als Startmaterial kommt **11** oder **18** zum Einsatz.

Zunächst wurden die Substituenten am Boratom variiert. Wie in den vorangegangenen Experimenten gezeigt, kann **11** mit einem Mesitylgrignard mesityliert werden. Die anschließende Umsetzung von **18** mit einem primären Amin wie Methylamin liefert das BNB-Phenalen **22**.

Um den Effekt der *para*-Substituenten der Mesitylgruppen zu untersuchen, wurde **11** in einer Eintopfreaktion mit vier Äquivalenten eines substituierten Mesitylgrignards RMesMgBr, einem Überschuss TMS-Cl und vier Äquivalente einer Methylamin-Lösung umgesetzt (Abb. 48).

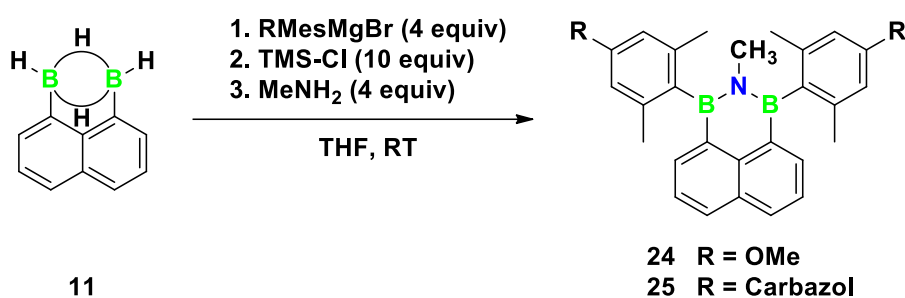


Abbildung 48: Synthese der beiden Derivate **24** und **25** durch Variation des verwendeten Grignardreagenzes in einer Eintopfreaktion.

Auf diese Weise konnten die beiden Derivate **24** und **25** dargestellt und charakterisiert. Die Strukturen sind in Abbildung 49 gezeigt.

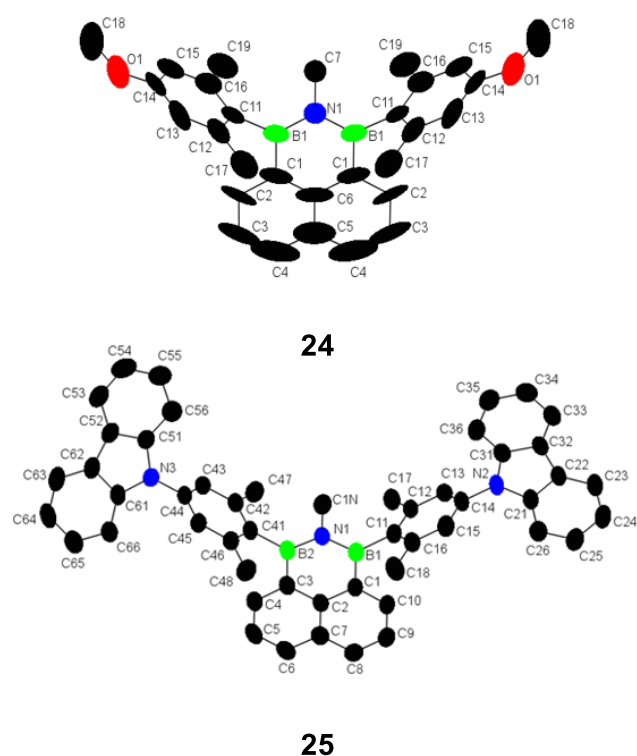


Abbildung 49: Strukturen von **24** (oben) und **25** (unten).

Die B-N Bindungslängen (**24**: 1.426(3) Å, **25**: 1.430(3),) haben sich im Vergleich zu **22** nicht verändert. Auch die Länge der B-C(Mes) Bindung bleibt von der Veränderung der Mesitylsubstituenten unbeeinflusst. Die Absorptions- und Emissionsspektren von **22**, **25** und **24** sind in Abbildung 50 gezeigt.

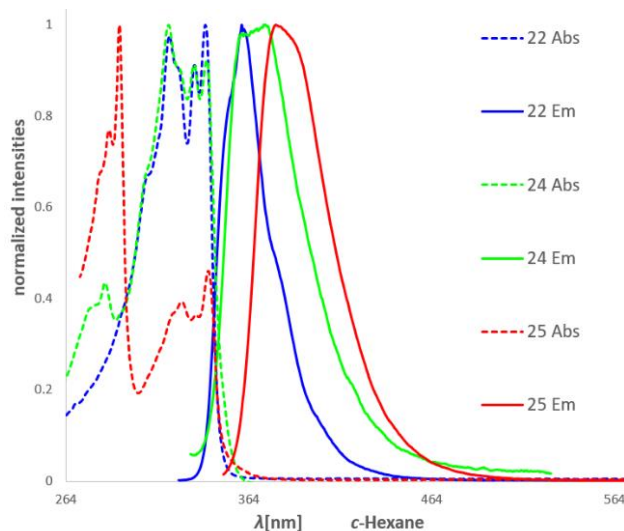


Abbildung 50: Absorptions- und Emissionsspektren von **22**, **24** und **25**.

Der elektronenschiebende Effekt der substituierten Mesitylgruppen schlägt sich in einer bathochromen Verschiebung der Emissionswellenlänge wieder. Für **24** wird mit einem Emissionsmaximum bei 375 nm eine bathochrome Verschiebung von 15 nm im Vergleich zu

22 beobachtet. Die Halbhöhenbreite der Fluoreszenz beträgt 45 nm und ist damit 14 nm breiter als in **22**. Die Quantenausbeute beträgt 8%. Für **25** beträgt die bathochrome Verschiebung 20 nm. Das Emissionsmaximum liegt bei 380 nm. Die Halbhöhenbreite der Fluoreszenz verändert sich im Vergleich zu **24** nicht. Die Quantenausbeute beträgt 26%.

3.3.3 Untersuchung des Einflusses der Stickstoff gebundenen Substituenten auf die optoelektronische Eigenschaften des BNB-Systems

Als nächstes wurden der Einfluss der Substituenten am Stickstoffatom untersucht. Dafür wurde das Amin variiert. Der Einsatz von 1,4-Diaminobenzol liefert die beiden *N*-erweiterten BNB-Phenalene **26** und **27**. Eine optimierte Synthese liefert Ausbeuten von 24% (**26**) und 36% (**27**) für die beiden Derivate. Dazu wurde **18** 10 h mit 12 Äquivalenten 1,4-Diaminobenzol in einer *n*-Hexan/THF Mischung zum Sieden erhitzt. Die Synthese ist in Abbildung 51 gezeigt. In Abbildung 51A ist die Struktur von **27** gezeigt.

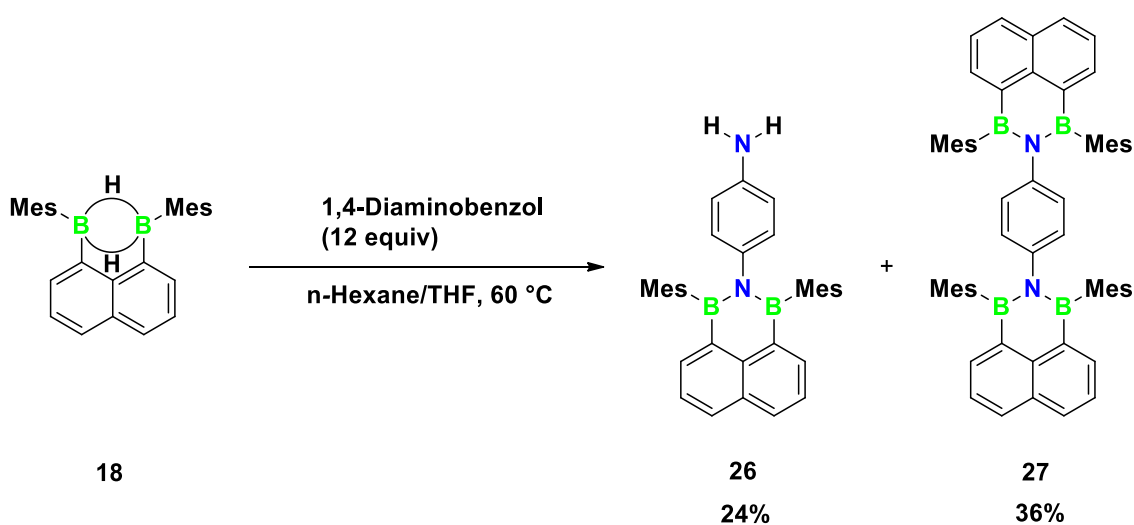


Abbildung 51: Synthese von **26** und **27** durch Reaktion von **18** mit 12 Äquivalenten 1,4-Diaminobenzol in *n*-Hexan/THF bei 60°C für 10h.

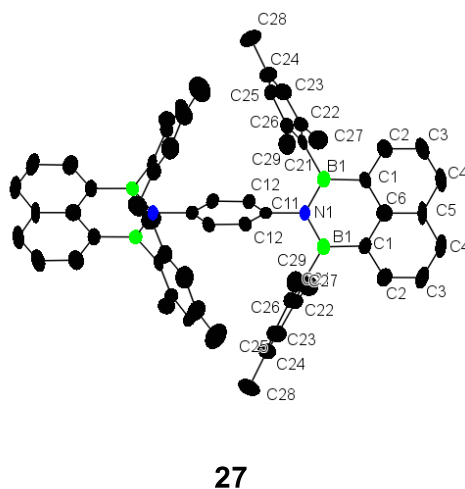


Abbildung 51A: Struktur von **27**.

Die Bindungslängen in **27** betragen $B(1)-N(1) = 1.445(8) \text{ \AA}$, $B(1)-C(1) = 1.557(8) \text{ \AA}$, $B(1)-C(21) = 1.596(9) \text{ \AA}$ und $N(1)-C(11) = 1.465(10) \text{ \AA}$.

Die Substitution am Stickstoffatom verändert die optischen Eigenschaften der beiden neuen Derivate. Die Absorptions- und Emissionsspektren sind in Abbildung 52 gezeigt.

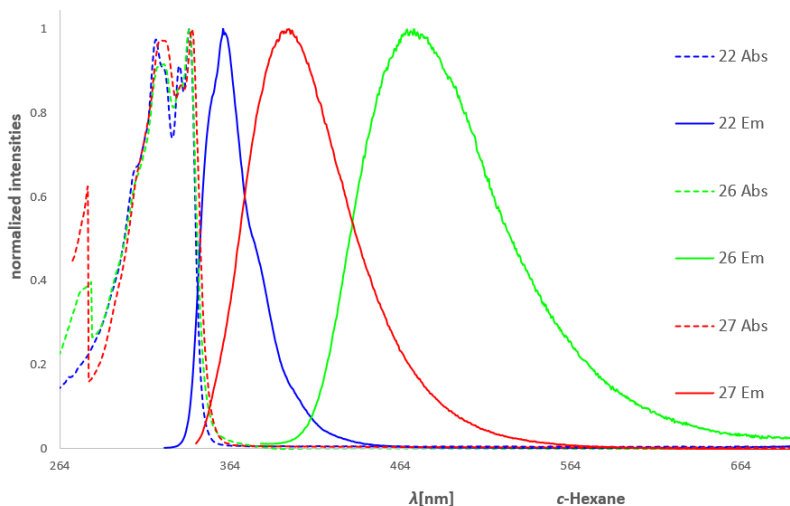
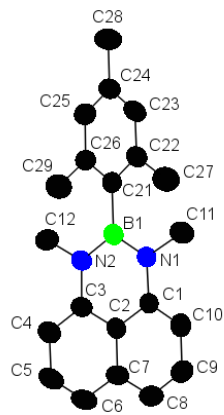


Abbildung 52: Absorptions- und Emissionsspektren von **22**, **26** und **27**.

Die Substitution an den Stickstoffatomen führt zu einer bathochromen Verschiebung der Fluoreszenzmaxima von **26** und **27**. **26** fluoresziert bei einem Maximum von 470 nm. Die Halbhöhenbreite der Fluoreszenz beträgt 95 nm. Dies entspricht einer bathochromen Verschiebung des Fluoreszenzmaximums von 110 nm im Vergleich zum Stammsystem **22**. Die Quantenausbeute für **26** beträgt 21%.

27 zeigt ein Fluoreszenzmaximum bei 398 nm mit einer Halbhöhenbreite der Fluoreszenz von 69 nm. Dies entspricht einer bathochromen Verschiebung des Fluoreszenzmaximums von 38 nm im Vergleich zum Stammsystem **22**. Die Quantenausbeute beträgt 27%. Eine weitere denkbare Variation der elektronischen Eigenschaften des BNB-Phenalens ist eine *inverse* NBN-Dotierung mit zwei Stickstoffatomen und einem Boratom.



28

Abbildung 55: Struktur von 28.

Die B-N-Bindungslängen betragen 1.419(6) Å (Vgl. **22** 1.431(2) Å). Die B-C-Bindungslänge beträgt 1.575(1) Å (Vgl. **22** 1.575(1) Å). Der Torsionswinkel der Mesitylgruppen beträgt 86.87(3). Das Boratom zeigt eine breite Resonanz bei 32 ppm im ^{11}B -NMR. Das ^1H -NMR ist in Abbildung 56 gezeigt.

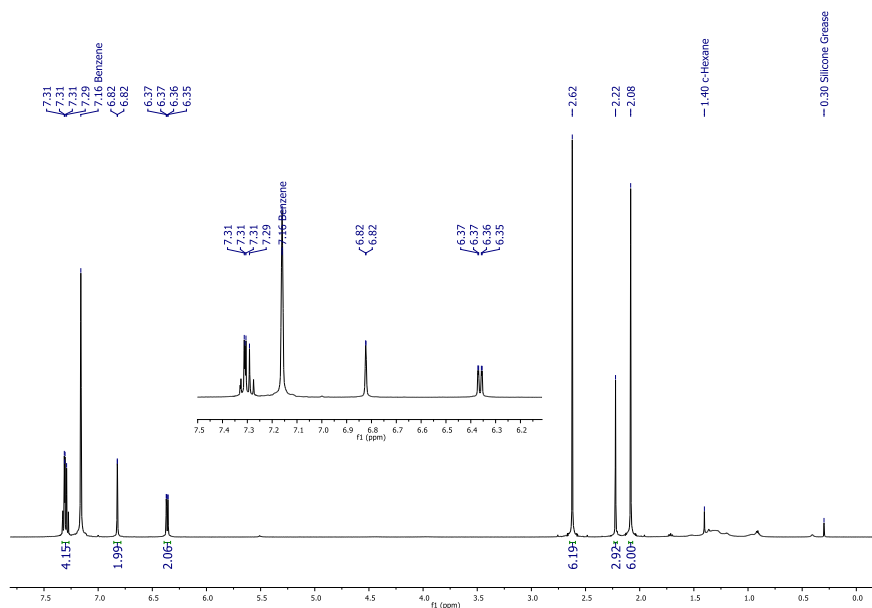


Abbildung 56: ^1H -NMR (C_6D_6 , 500.2 MHz) von 28.

Die sechs Protonen des Naphthalinrückgrats zeigen Resonanzen bei 7.31 ppm und 6.36 ppm. Die beiden aromatischen Protonen der Mesitylgruppen zeigen ein Singulett bei 6.82 ppm. Die aliphatischen Protonen zeigen drei Resonanzen bei 2.62 (6H, N-CH₃), 2.22 (3H, Mes-CH₃-*p*) und 2.08 (6H, Mes-CH₃-*o*) ppm.

Abbildung 57 zeigt die Absorptions- und Emissionsspektren von **28** und **22**. Das Emissionsmaximum von **28** liegt bei 381 nm mit einer Halbhöhenbreite der Fluoreszenz von 29 nm. Das entspricht einer bathochromen Verschiebung von 21 nm im Vergleich zu **22**. Die Quantenausbeute beträgt 60%.

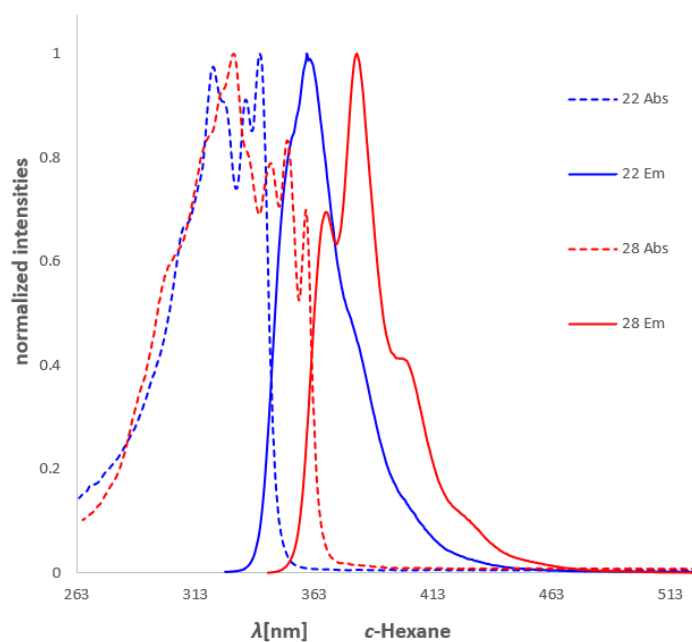


Abbildung 57: Absorptions- und Emissionsspektren von **22** und **28**.

Von der neuen NBN-Phenalen Struktur wurden zwei weitere Derivate synthetisiert. Dazu wurde in einem ersten Schritt **30**, analog zu Arbeiten von *Lee*¹¹⁷ und *Iwadate*¹¹⁸, dargestellt (Abb. 58). **30** kann in hohen Ausbeuten ausgehend von der literaturbekannten Verbindung N,N'-Dimethyl-1,8-Diaminonaphthalin (**29**) dargestellt werden (Abb. 58). **30** zeigt eine Emissionsmaximum bei 465 nm. Die Quantenausbeute beträgt lediglich 1%. Ausgehend von **30** können substituierte NBN-Phenale realisiert werden. Durch den Einsatz eines substituierten Mesitylgringards und TMS-Cl konnte **31** dargestellt werden. Die Synthese und die Struktur von **31** sind in Abbildung 58 gezeigt.

Die Absorptions- und Emissionsspektren von **31** ($E_{\text{Max}} = 382 \text{ nm}$, FWHM = 31 nm) und **28** ($E_{\text{Max}} = 381 \text{ nm}$, FWHM = 29) verdeutlichen den geringen Einfluss der NMe_2 -Gruppe in der *para*-Position der Mesitylgruppe auf die Fluoreszenzeigenschaften. Letztlich ist dies die maximal mögliche bathochrome Verschiebung der Fluoreszenz bei zugleich schmaler Halbwertbreite, die im neuen BNB/NBN-System realisiert werden konnte.

3.4 Optoelektronische Daten und Untersuchung des Reduktionsverhaltens

Mit den in Kapitel 3.4 gezeigten Verbindungen ist die Familie der Heteroatom-dotierten Aromaten um elf Verbindungen reicher. Zehn stabile Derivate wurden optoelektronisch vermessen. Die gemessenen Werte sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Photophysikalische und elektrochemische Daten der in dieser Arbeit dargestellten BNB- und NBN Phenalene. Die optischen Messungen wurden in *n*-Hexane, die elektrochemischen in THF durchgeführt.

	λ_{abs} [nm] ^[a] (ϵ [$\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$])	λ_{onset} [nm] ^[b]	λ_{ex} [nm]	λ_{em} [nm] ^[a]	Φ_{PL} [%] ^[c]	Stokes shift [cm^{-1}] ^[d]	FWHM [nm] ^[e]	$E_{\text{HOMO}}/E_{\text{LUMO}}$ [eV] ^[f]	$E_{1/2}$ [V]	$E_{\text{G}}^{\text{opt}}$ [eV] ^[g]
21	339 (14920)	349	340	353	25	1126	38	-6.20/-2.65	-2.15	3.55
22	339 (11138)	347	307	360	40	1721	31	-6.01/-2.44	-2.36	3.57
23	296 (17908)	304	276	362	50	6103	39	-6.34/-2.26	-2.54	4.08
26	340 (15749)	348	412	470	21	8135	95	-5.95/-2.39	-2.41	3.56
27	341 (21096)	351	353	398	27	4200	69	-6.03/-2.50	-2.30	3.53
24	320 (12568)	349	344	375	8	4583	45	-5.94/-2.39	-2.41	3.55
25	293 (744929)	349	359	380	26	7814	45	-6.08/-2.53	-2.27	3.55
28	329 (9300)	365	356	381	60	4148	29		+0.11	3.40
31	330 (22900)	365	366	382	60	4125	31		+0.22	3.40

[a] Resolved vibrational fine structure. [b] Each onset wavelength (λ_{onset}) was determined by constructing a tangent on the point of inflection of the bathochromic slope of the most red-shifted absorption maximum. [c] Quantum yields were determined by using a calibrated integrating sphere. [d] Stokes shifts represent the difference between each longest wavelength absorption maximum and the corresponding shortest wavelength emission maximum. [e] full-width at half-maximum; measured in *c*-hexane. [f] $E_{\text{HOMO}} = E_{\text{LUMO}} - E_{\text{G}^{\text{opt}}}$, $E_{\text{LUMO}} = -4.8 \text{ eV} - E_{1/2}^{\text{Red1}}$ (FcH/FcH⁺ = -4.8 eV vs vacuum level). [g] Optical band gap $E_{\text{G}^{\text{opt}}} = 1240 / \lambda_{\text{onset}}$.

Die BNB- bzw. NBN-Phenalene weisen Absorptionsmaxima im Bereich von 293 nm bis 341 nm auf. Die kurzwelligsten Absorptionsmaxima wurden für **23** (296 nm) und **25** (293 nm) beobachtet. Die langwelligsten Absorptionsmaxima wurden für **26** (340 nm) und **27** (341 nm) beobachtet. Die Emissionsmaxima liegen im Bereich von 470 nm bis 353 nm. Die kurzwelligsten Emissionsmaxima wurde für **21** (353 nm), **22** (360 nm) und **23** (362 nm) beobachtet. Die langwelligsten Absorptionsmaxima wurden für **27** (398 nm) und **26** (470 nm) beobachtet. Verglichen mit dem Stammsystems **22** geht für **27** und **26** die bathochrome Verschiebung des Emissionsmaximums mit einer deutlichen Verbreiterung der Emissionsbande einher. Die Halbhöhenbreiten der Fluoreszenz liegen zwischen 29 nm für **28** und 95 nm für **26**. Die Quantenausbeuten reichen von 8% für **24** bis zu 60% für **28**.

Alle sieben BOB- und BNB-Phenalene zeigen in einer Cyclovoltammetrie reversible Reduktionsereignisse. Die gemessenen Halbstufenpotentiale reichen von -2.15 V für **21** und -2.27 V für **25** bis -2.54 V für **23**. Dem entgegen steht das Redoxverhalten der NBN-Phenalene. Diese zeigen reversible Oxidationsereignisse bei +0.11 V für **28** und +0.22 V für **31**. Die Cyclovoltammogramme von **22** und **28** sind in Abbildung 60 gezeigt.

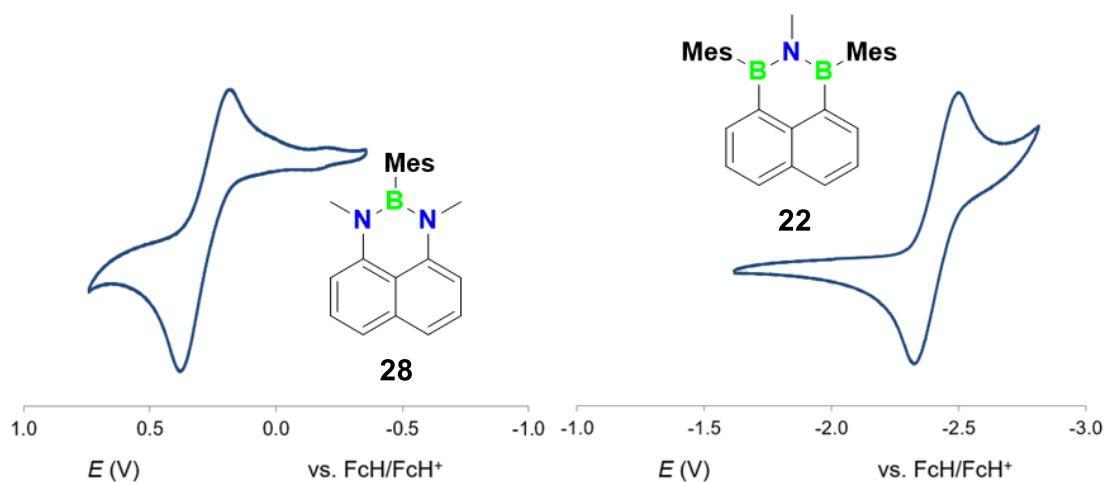


Abbildung 60: Cyclovoltammogramme von **22** und **28**.

Die beiden Cyclovoltammogramme von **22** und **28** verdeutlichen den Einfluss der Heteroatome auf die elektronischen Eigenschaften der dotierten PAKs. **28** ist isoelektronisch zum Phenalenylanion und kann reversibel oxidiert werden. **22** hingegen ist isoelektronisch zum Phenalenylkation und kann reversibel reduziert werden.

Die elektronischen Eigenschaften und das Reduktionsverhalten von **22** wurde tiefergehend untersucht. Coulometrische Messungen lieferten Werte von 1.3 bis 1.8 Elektronen/Molekül für die reversible Reduktion bei $E_{1/2}^{\text{Red}} = 2.36 \text{ V}$. Zeitgleich zur Coulometrie wurde die Reaktion

spektroskopisch durch Absorptionsmessungen verfolgt. Abbildung 61 zeigt die UV/Vis-Absorptionsspektren während der elektrochemischen Reduktion.

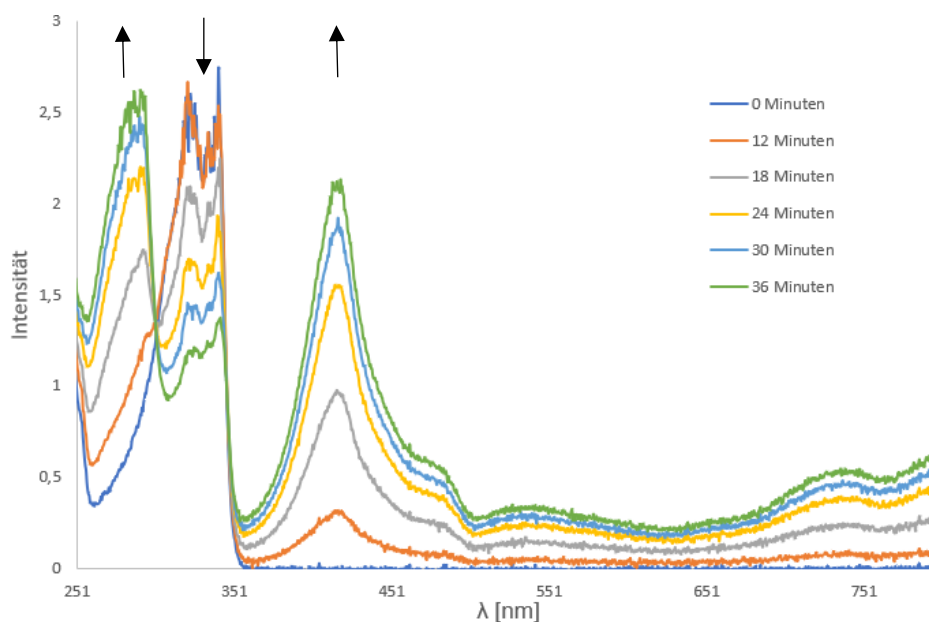


Abbildung 61: Elektrochemische Reduktion von **22**.

Mit fortlaufender Reaktionsdauer verliert das Absorptionssignal von **22** bei 339 nm an Intensität, während mehrere breite Absorptionsbanden bei 293 nm und 415 nm auftauchen. Außerdem werden zwei isosbestische Punkte bei 301 nm und 347 nm beobachtet. Das spricht für eine saubere Umsetzung von **22** in eine einzelne neue Spezies. Im Anschluss wurde dieselbe Probe elektrochemisch oxidiert. Der Reaktionsverlauf wurde ebenfalls durch Absorptionsspektroskopie verfolgt. In Abbildung 62 ist zu sehen wie im Verlauf der Oxidation die Absorptionsbanden der reduzierten Spezies verschwinden und **22** zurückgewonnen wird.

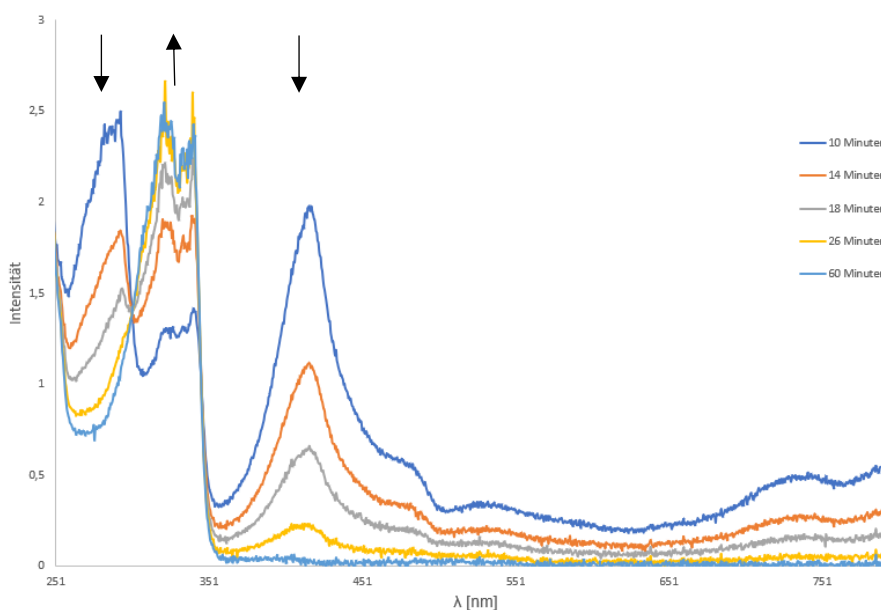


Abbildung 62: Elektrochemische Oxidation der zuvor aus **22** dargestellten reduzierten Spezies.

Nach diesen ermutigenden Ergebnissen sollte die reduzierte Spezies präparativ dargestellt werden.

3.4.1 Untersuchung des Reduktionsverhaltens von BNB im präparativen Maßstab

Um die unbekannte reduzierte Spezies präparativ darzustellen, wurde **22** mit einem Überschuss Kalium in THF reduziert. Die dunkle Lösung zeigte sowohl Resonanzen in NMR-Experimenten als auch in EPR-Experimenten. Sämtliche EPR-Messung sowie deren Auswertung wurden von unserem Kooperationspartner Thilo Hetzke (Goethe-Universität Frankfurt am Main/Deutschland) durchgeführt. Kristallisationsversuche lieferten bedauerlicherweise nur mikrokristallines Material von unzureichender Qualität für eine Einkristallröntgenstrukturanalyse. Das teilkristalline Material wurde mit einer *supraleitenden Quanteninterferenzeinheit* (*superconducting quantum interference device*, SQUID) untersucht. Durchgeführt und ausgewertet wurden die SQUID-Messungen von unserem Kooperationspartner Dr. Bernd Wolf (Goethe-Universität Frankfurt am Main/Deutschland). Dazu wurden zwei unabhängige mikrokristalline Proben des Reduktionsprodukts von **22** untersucht. Beide Proben wurden in einer mit Argon betriebenen *Glovebox* in Quarzröhren abgefüllt und anschließend abgeschmolzen. Die Proben wurden bei einem Magnetfeld von $B = 0.1$ T in einem Temperaturbereich von 2 K bis 300 K vermessen. Die Magnetisierung wurde bei $T = 2$ K und $B \leq 3$ T bestimmt. Die Messungen ergaben, dass es sich bei lediglich $5 \pm 1\%$ des Materials um radikalische Verbindungen mit einem Elektronenspin von $S = 1/2$ handelt (für Details siehe experimentellen Teil dieser Arbeit).

^1H -NMR-, ^{11}B -NMR-, ^{13}C -NMR- und 2D-NMR-Experimente legen nahe, dass es sich bei den $95\% \pm 1\%$ *closed shell* Material um das Anion **K[33]** handelt (Abb. 63). Im ^{11}B -NMR werden zwei Resonanzen bei 40.9 ppm und 36.8 ppm beobachtet. Das Naphthalinrückgrat zeigt fünf Resonanzen mit einer Intensität von 1 und eine Resonanz bei 3.97 ppm mit einer Intensität von zwei. Für die Mesitylgruppen werden ebenfalls zwei Signalsätze beobachtet.

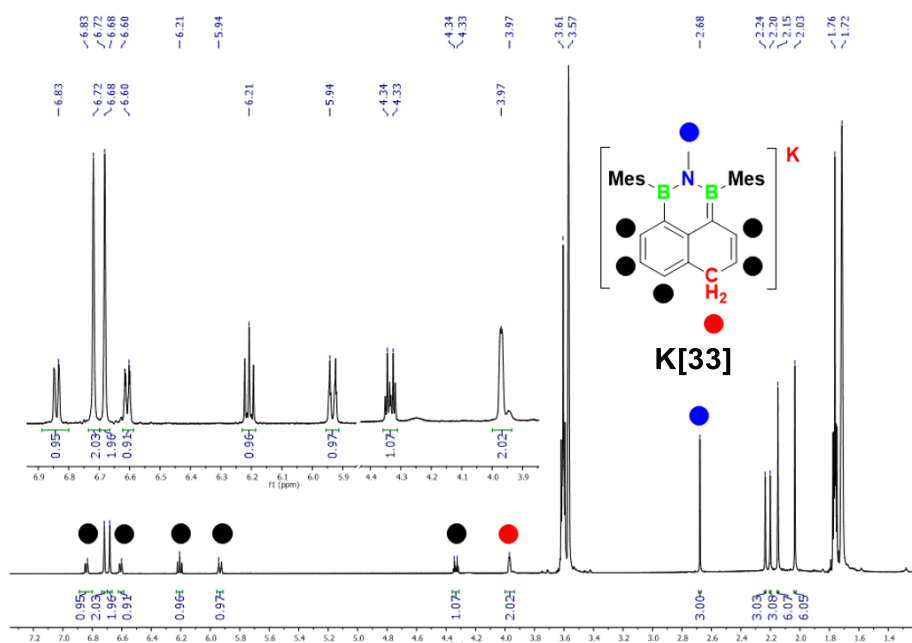


Abbildung 63: ^1H -NMR Spektrum (C_6D_6 , 500.2 MHz) von **K[33]**.

Durch Zugabe eines Tritylkations kann **K[33]** wieder in **22** überführt werden. Abbildung 64 zeigt (i) die Reduktion von **22** zum Radikal **K[32]**, (ii) die Folgereaktion des Radikals zu **K[33]** und (iii) die Rückführung in **22** durch Hydridabstraktion mit einem Tritylkation.

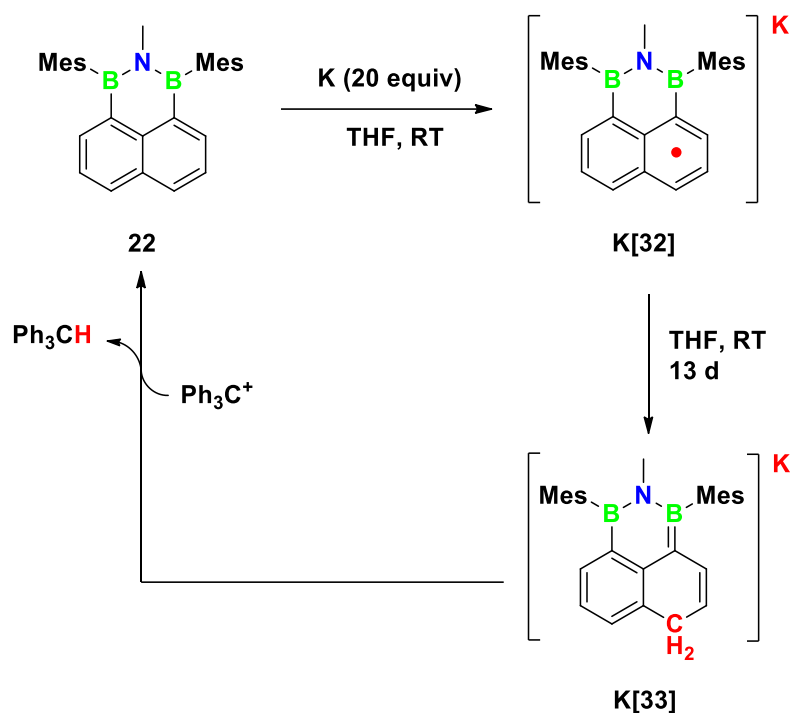


Abbildung 64: Durch Reduktion mit elementarem Kalium in THF kann **22** zum Phenalenylradikalanion **K[32]** reduziert werden. In THF reagiert **K[32]** zu **K[33]**. Durch Zugabe eines Tritylkations kann **K[33]** wieder in **22** überführt werden.

Abbildung 65 zeigt die ¹H-NMR Spektren von einer Reaktionslösung von **K[33]** und **Ph₃C⁺** (oben) und die beiden unabhängigen Spektren von Triphenylmethan (mitte) und **22** (unten).

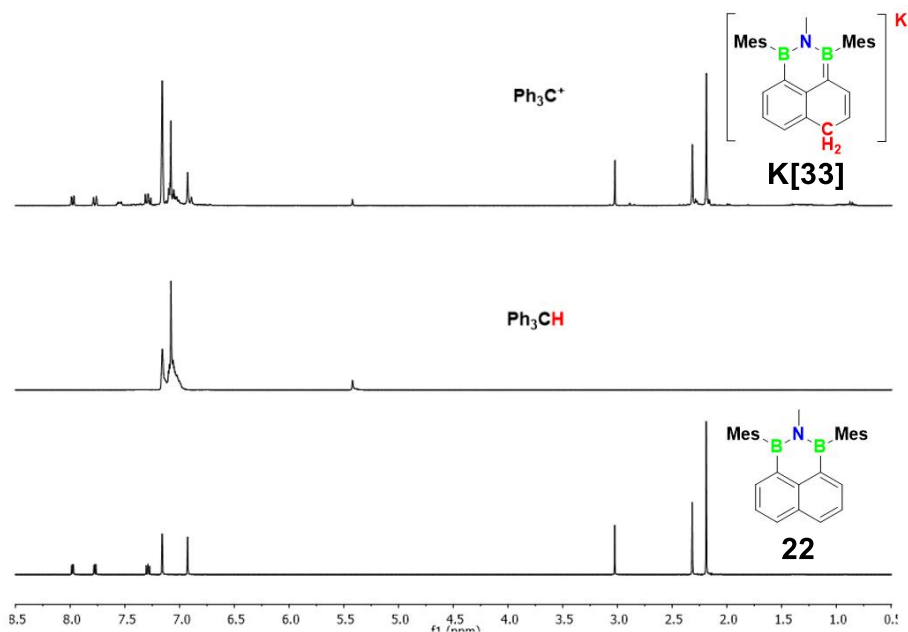


Abbildung 65: ¹H-NMR Spektren von der Reaktionslösung von **K[33]** und **Ph₃C⁺** (oben), **Ph₃CH** (mitte) und **22** (unten) in C₆D₆.

Zur Untersuchung des Radikals **K[32]** wurde **22** in THF mit Kalium reduziert und eine verdünnte Lösung in einer abgeschmolzenen Quarzröhre mit einem CW-EPR Spektrometer vermessen.

Abbildung 66 zeigt das gemessene EPR-Spektrum von **K[32]**, die verwendeten Kopplungskonstanten und das berechnete, einfach besetzte Molekülorbital (*single occupied molecular orbital*, SOMO) (gauge-independent atomic orbital (GIAO) PBE0/def2-TZVP(CPCM(THF))/PBEh-3c(COSMO(THF))). Die quantenchemische Berechnung des SOMOs wurde von unserem Kooperationspartner Markus Bursch (Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn/Deutschland) durchgeführt.

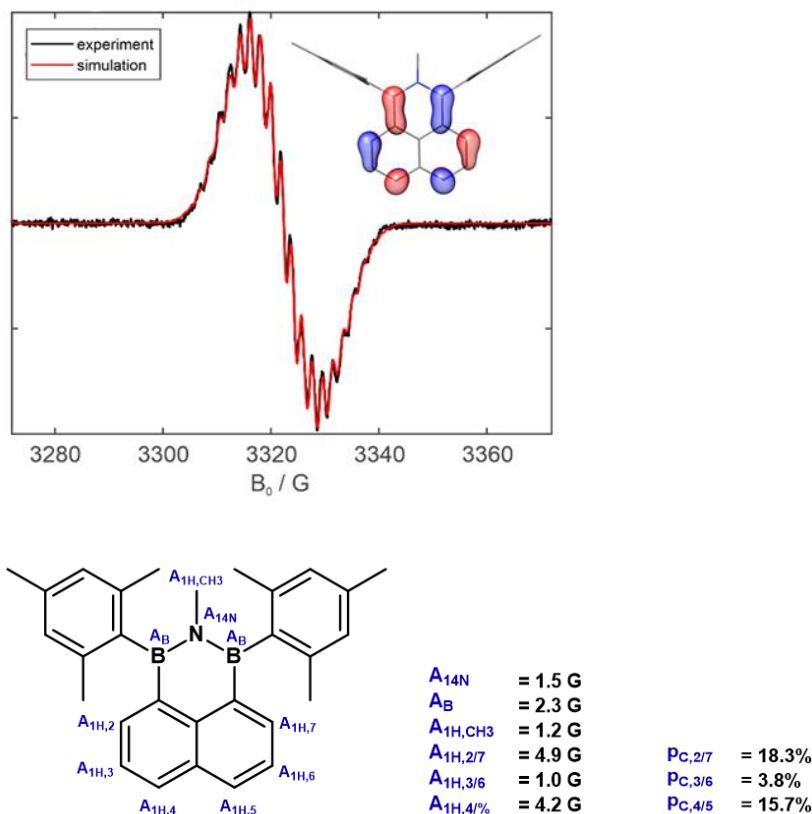


Abbildung 66: EPR Spektrum von **K[32]** ($lw = 0.0959$ mT (Gaussian) / 0.0235 mT (Lorentzian), $RMSD = 0.0168$), Kopplungskonstanten (A), Aufenthaltswahrscheinlichkeiten (p) und das berechnete SOMO.

Die bestens Simulationsergebnisse lieferte ein *Voigtian line broadening model* (Gaussian: 0.39 G, Lorentzian: 0.75 G). Damit wurde ein G-Wert von $g_{ISO} = 2.0022$ bestimmt. Die Kopplungskonstanten sind $A_{14N} = 1.5$ G, $A_B = 2.3$ G, $A_{1H,CH3} = 1.2$ G, $A_{1H,2/7} = 4.9$ G, $A_{1H,3/6} = 1.0$ G, $A_{1H,4/5} = 4.2$ G. Gemäß der *McConell* Gleichung sind die Kopplungskonstanten proportional zur Aufenthaltswahrscheinlichkeit des ungepaarten Elektrons.¹¹⁹ Für die Proportionalitätskonstante wurde ein Wert von $Q = -27$ G angenommen.¹²⁰ Daraus ergeben sich Aufenthaltswahrscheinlichkeiten von $p_{C,2/7} = 18.3\%$, $p_{C,3/6} = 3.8\%$ und $p_{C,4/5} = 15.7\%$. Damit ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des ungepaarten Elektrons deutlich höher in den *para*- und den *ortho*-Positionen. Diese Beobachtung deckt sich mit der beobachteten Reaktivität des Radikals (vgl. Abbildung 64).

4 Zusammenfassung

Elektronische Geräte sind fester Bestandteil der Welt des 21. Jahrhunderts. Die systematische Darstellung und Charakterisierung neuer Materialien führt zu einem kontinuierlichen Wissenszuwachs. Für Anwendungen im Bereich der Leistungselektronik haben sich organische Verbindungen als besonders geeignet erwiesen. Der Einsatz von organischen Verbindungen ermöglicht die Darstellung komplexer, mehrschichtiger, organischer Leuchtdioden (*organic light emitting diode*, OLED). Diese zeigen hervorragende Eigenschaften für Anwendungen im Bereich der Display- und Beleuchtungstechnik.

Die bestimmenden Eigenschaften der organischen Komponenten sind ihre Stabilität und ihr optoelektronisches Verhalten. Aus diesem Grund stehen Heteroatom-dotierte, polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) im Fokus der Forschung. Durch mehrfache Dotierung mit Donor- und Akzeptoratomen konnten besonders effiziente Fluoreszenzfarbstoffe für OLED Anwendungen dargestellt werden.

Als neutrale Akzeptoratome eignen sich Boratome. Als erstes Element der fünften Hauptgruppe sind die neutralen Derivate des Bors Elektronenmangelverbindungen. Durch sterische oder elektronische Stabilisierung können stabile, neutrale Derivate erzeugt werden.

Für eine anwendungsorientierte Synthese organischer Fluoreszenzfarbstoffe wird ein grundlegendes Verständnis der realisierbaren Synthesewege sowie der Struktur-Eigenschaftsbeziehungen der potenziellen Verbindungsklassen benötigt.

In dieser Arbeit wurde 1,8-Diboranaphthalin (**11**) als bislang unbekanntes zweifach boryliertes PAK identifiziert. Durch den Einsatz von LiAlH_4 und Trimethylchlorsilan konnte **11** in guten Ausbeuten und exzellenten Reinheiten aus der bekannten Boronsäure **9** dargestellt werden. Die Aufreinigung erfolgte durch Sublimation bei vermindertem Druck und lieferte bis zu 500 mg kristallinem Material pro Reaktionsansatz. Durch den Einsatz eines Mesitylgrignards und der anschließenden Zugabe von Trimethylchlorsilan konnten die beiden terminalen Borgebundenen Wasserstoffatome durch Mesitylgruppen substituiert werden (Abb. 67).

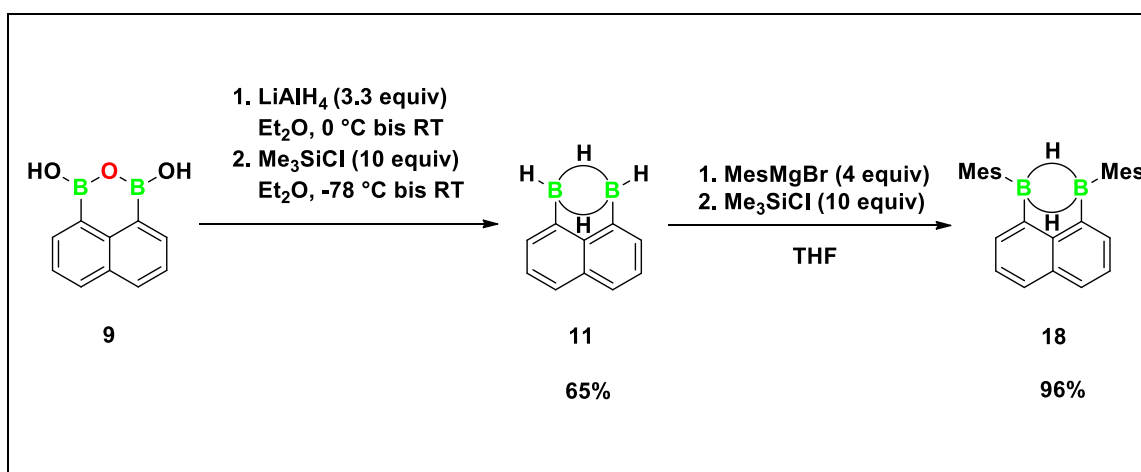


Abbildung 67: Synthese von **18** durch die Reduktion von **9** mit $\text{LiAlH}_4/\text{TMS-Cl}$ und anschließende Umsetzung von **11** mit $\text{MesMgBr}/\text{TMS-Cl}$.

Die in Abbildung 67 gezeigte zweistufige Syntheseroute liefert das mesitylierte Diboran **18** in 62% Ausbeute. Die Stabilisierung durch die beiden Mesitylgruppen ermöglicht eine reduktive

Bor-Bor Bindungsknüpfung durch Umsetzung von **18** mit elementarem Kalium in THF. Die Synthese ist in Abbildung 68 gezeigt.

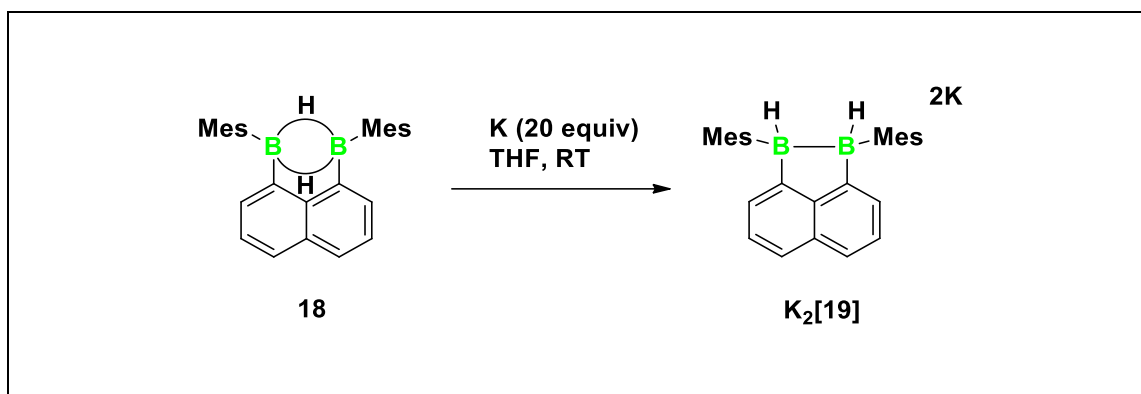


Abbildung 68: Reduktive Bor-Bor-Bindungsknüpfung in **18** durch Reduktion mit elementarem Kalium in THF.

Die Reduktion von **18** mit elementarem Kalium ist eines der seltenen Beispiele für eine intramolekulare Bor-Bor-Bindungsknüpfung durch die Reduktion von Diboranen. Es verdeutlicht besonders anschaulich die besondere elektronische Situation von Boranen. Die drei Strukturen von **NaphBB-H₂ 15**, **NaphBB-Mes₂ 22** und **[K]NaphBB-Mes₂²⁻ 23** sind in Abbildung 69 gezeigt.

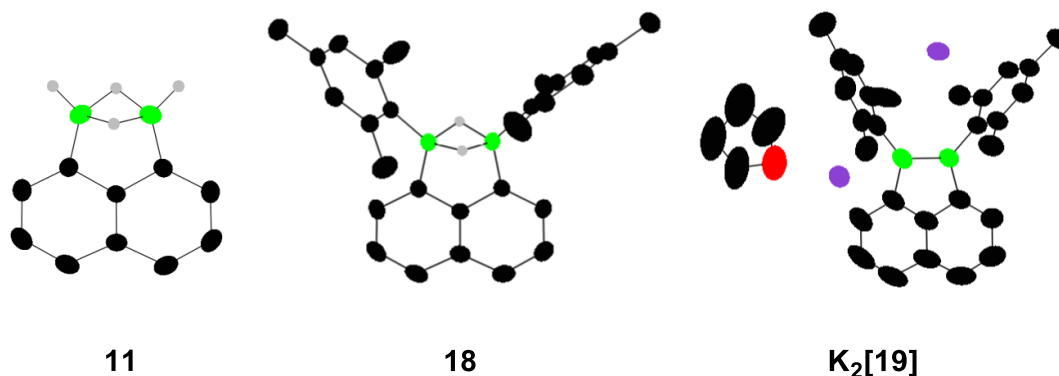


Abbildung 69: Strukturen von **11**, **18** und **19**.

Neben dem rein bindungstheoretischem Interesse an elektronenarmen Diboranen kann der Elektronenmangel in **11** und **18** genutzt werden, um eine Reihe strukturverwandter BOB bzw. BNB-dotierter Phenalene darzustellen. Das auf diese Weise zugängliche, dotierte BNB-Phenalengerüst ist in Abbildung 70 gezeigt.

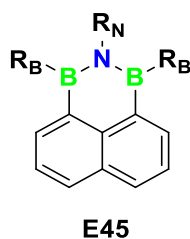


Abbildung 70: Grundstruktur der in dieser Arbeit dargestellten **BNB-Phenalene (E45)**.

Durch die Umsetzung von **18** mit Wasser kann das BOB-Phenalen **21** realisiert werden. Der Einsatz von Aminen ermöglicht die Synthese einer Reihe von BNB-Derivaten. Über die Wahl des Amins kann der Rest am Stickstoffatomen variiert werden (Abb. 71).

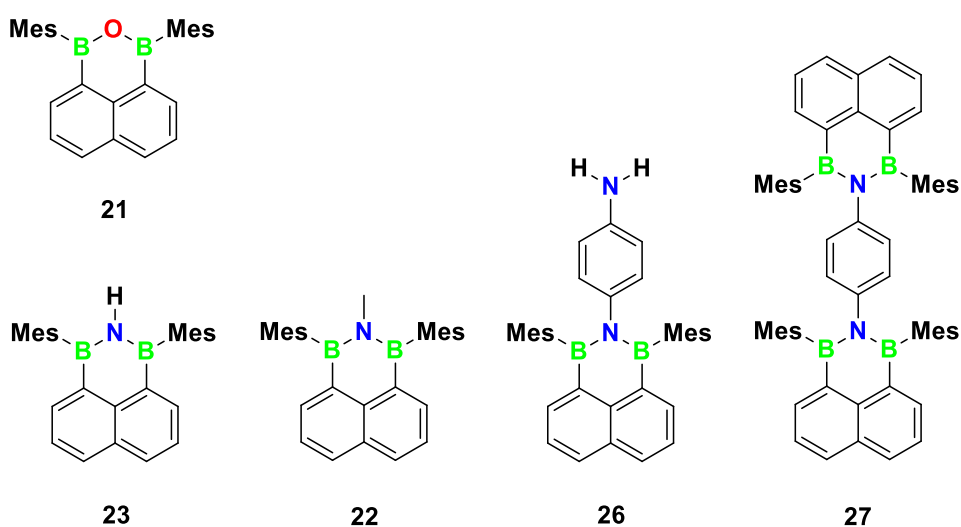
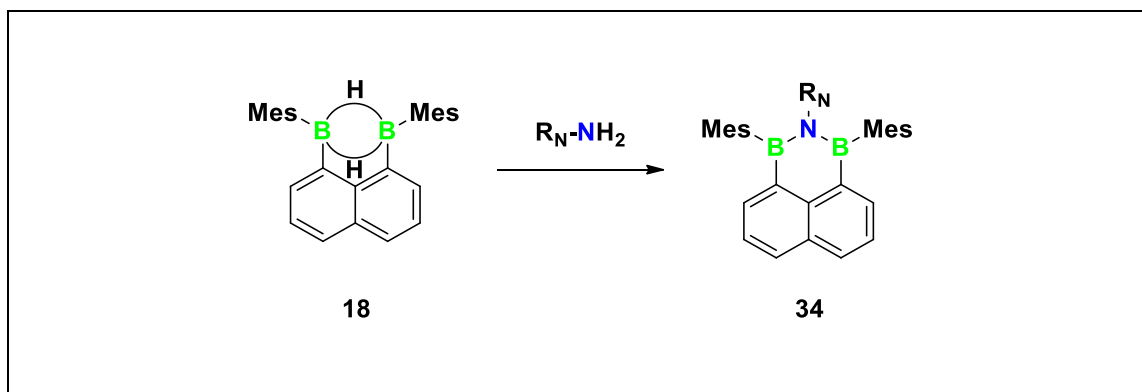


Abbildung 71: Synthese und Strukturen der in dieser Arbeit dargestellte und charakterisierten BOB/BNB-Phenalene.

Darüber hinaus konnten in Eintopf-Synthesen die Reste an den beiden Boratomen variiert werden. Abbildung 72 zeigt die Synthese der beiden am Boratom substituierten BNB-Phenalene **24** und **25**. Die Synthese erfolgte ausgehend von **11** mit einem substituierten Mesitylgrignard, Trimethylsilylchlorid und Methylamin (Abb. 72).

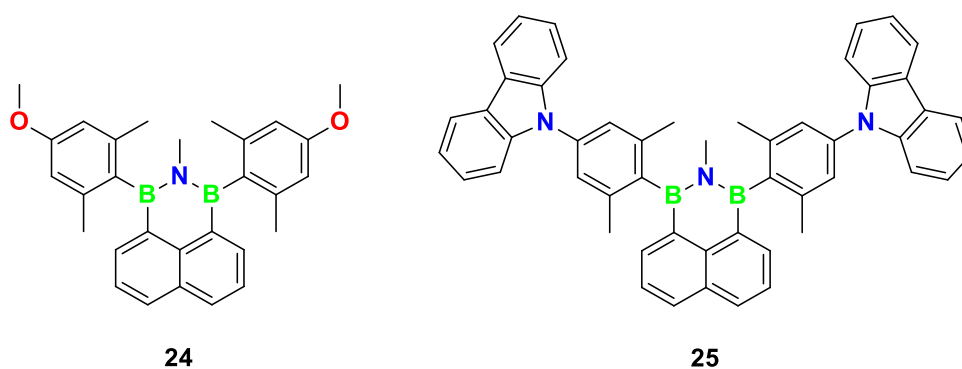
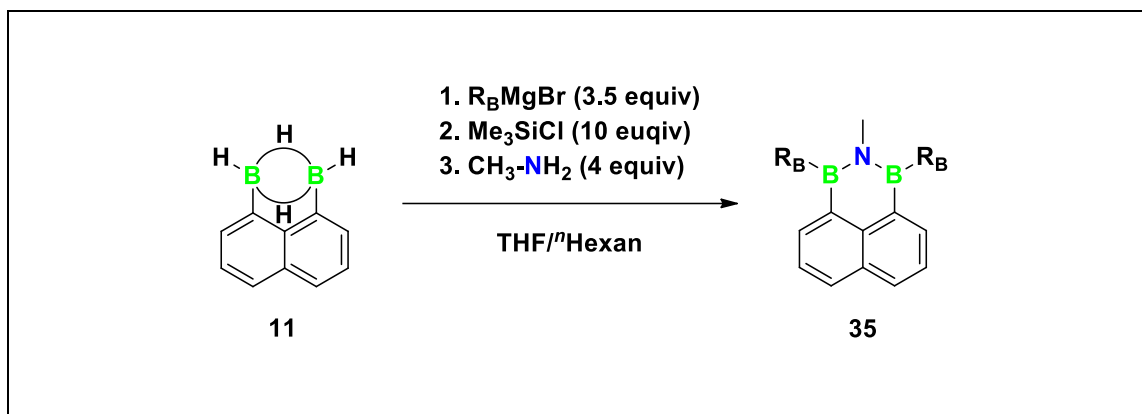


Abbildung 72: Eintopf-Synthese von **24** und **25** aus **11** durch Umsetzung mit einem substituierten Mesitylgrignard, Trimethylsilylchlorid und Methylamin.

Um ein möglichst vollständiges Bild der Eigenschaften dieser neuen Stoffklasse zu erhalten, wurden zusätzlich drei NBN-Phenalene dargestellt und charakterisiert. Die drei Strukturen und die analoge BNB-Phenalene **22** sind in Abbildung 73 zu sehen.

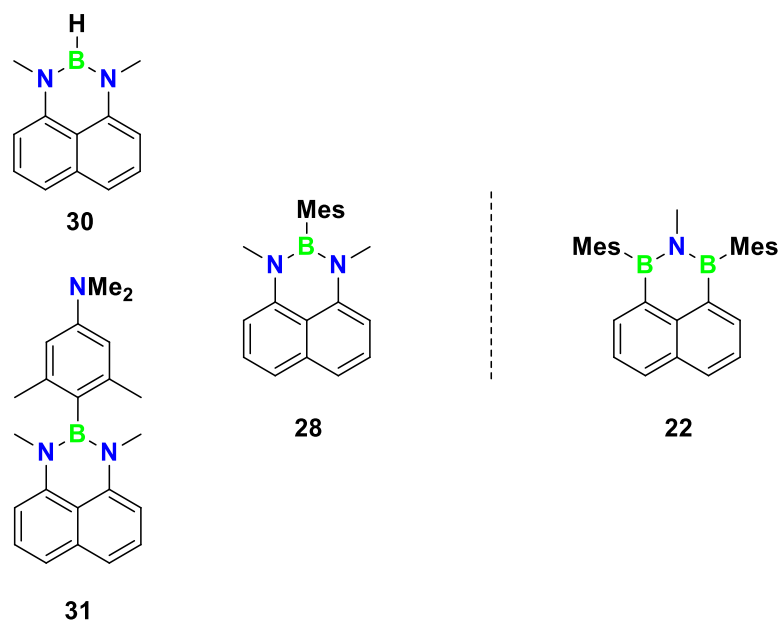


Abbildung 73: Strukturen von drei dargestellten NBN-Phenalene und der Strukturvergleich von **NBN** und **BNB**.

Die drei NBN-Phenalene **28**, **30** und **31** ermöglichen den direkten Vergleich einer BNB-Dotierung mit einer NBN-Dotierung.

Abschließend wurde das Reduktionsverhalten von **22** im Detail untersucht. Durch Reduktion mit elementarem Kalium konnte **22** zum Radikal **K[32]** reduziert werden. **K[32]** wurde durch EPR-Messungen charakterisiert. In THF reagiert es unter formaler Addition eines Wasserstoffradikals zum Anion **K[33]**. Durch Zugabe eines Tritylkations kann **K[33]** wieder in **22** überführt werden. In Abbildung 74 ist die Reduktion von **22**, die Addition des Wasserstoffradikals zu **K[33]** und die Rückführung durch Hydridabstraktion mit einem Tritylkation, sowie das EPR-Spektrum von **K[32]** gezeigt.

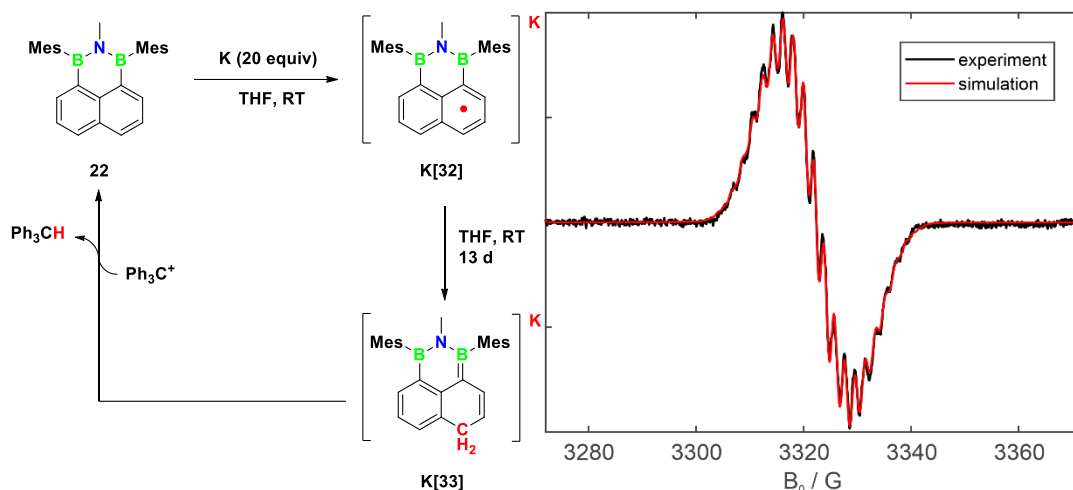


Abbildung 74: Reduktion von **22** mit elementarem Kalium zu **K[32]**. Die Folgereaktion des Radikals **K[32]** lieferte **K[33]**. Mit einem Tritylkation konnte **K[33]** in **22** überführt werden (links), EPR-Spektrum und Simulation von **K[32]** (rechts).

Für die Aufklärung des Reduktionsverhaltens von **22** wurde auf Cyclovoltammetrie, Coulometrie, EPR-Messungen, SQUID-Messungen, NMR-Experimente und quantenchemische Berechnungen zurückgegriffen.

In dieser Arbeit konnte 1,8-Diborylnaphthalin (**11**) präparativ in einer Stufe und 65% Ausbeute aus dem literaturbekannten Boronsäureanhydrid **9** dargestellt werden. **11** ist das zweite bekannte, aromatisch verbrückte Derivat des Diborans B_2H_6 . **11** kann als Startverbindung für eine Reihe strukturverwandter BNB-dotierter Phenalenderivate verwendet werden. Dazu werden zwei der vier Bor-gebundenen Protonen durch die Umsetzung mit einem Mesitylgrignard und Trimethylsilylchlorid substituiert. Die Umsetzung mit Wasser bzw. Aminen liefert BOB- bzw. BNB-Phenalene unter Freisetzung von elementarem Wasserstoff. Alle, auf diese Weise dargestellten Verbindungen, zeigen reversible Redox Eigenschaften und Photolumineszenz mit zum Teil besonders scharfen Emissionssignalen mit Halbhöhenbreiten von bis zu 31 nm. Zusätzlich wurden drei analoge Vertreter einer NBN-Phenalen Spezies dargestellt und charakterisiert. Die entgegengesetzte Dotierung äußert sich in einem grundlegend verschiedenem Redoxverhalten. Abschließend wurde die Reduktion des BNB-Phenalen **22** untersucht. Dabei gelang es das Radikal **K[32]** zu charakterisieren und seine Abbaureaktion in THF aufzuklären.

5 Experimenteller Teil

Alle Experimente wurden mittels Schlenk-Technik unter einer Stickstoffatmosphäre oder in einer *Glovebox* mit inerter Argonatmosphäre durchgeführt. Et₂O, THF und Benzol wurden über Natrium/Benzophenon getrocknet und anschließend destilliert. *n*-Pentan und *n*-Hexan wurden über Natrium getrocknet und anschließend destilliert. DCM und Acetonitril wurde über CaH₂ getrocknet und anschließend destilliert. TMS-Cl wurde über CaH₂ getrocknet und anschließend destilliert. B(OMe)₃ wurde über Na getrocknet und anschließend destilliert. C₆D₆ wurde über Molsieb (3 Å) getrocknet. 1,8-Diiodnaphthalin¹²¹ und Mes₂Zn¹²² wurden nach bekannten Literaturvorschriften dargestellt. Eine Methylamin-Lösung (*TCI*), (2-Bromphenyl)boronsäure (*Fluorochem*), Trityl(tetrapentafluorphenyl)borat (*ABCR*) und eine LiAlH₄-Lösung (*Sigma-Aldrich*) wurden kommerziell bezogen und ohne weitere Aufreinigung verwendet. Die NMR-Spektren wurden bei 298K auf folgenden Spektrometern aufgenommen: *Bruker DPX-250*, *Avance-300*, *Avance-500*. Die chemische Verschiebung wurde auf die Restsignale des verwendeten, deuterierten Lösungsmittels (¹H/¹³C{¹H}; CDCl₃: δ = 7.26/77.16 ppm, C₆D₆: δ = 7.16/128.06 ppm) oder auf BF₃·Et₂O (¹¹B: 0.00 ppm) kalibriert. Die Multiplizität der Signale wurde wie folgt abgekürzt: s = Singulett, d = Dublett, dd = Dublett von Dubletts, vt = virtuelles Triplet, m = Multiplett, br. = breit, n.b. = nicht beobachtet. Signale von borgebundenen Kohlenstoffatomen sind typischerweise verbreitert und konnten aufgrund des Quadrupolmoments des Boratoms nicht beobachtet werden. Zur Strukturaufklärung wurden ^{H,H}COSY, ^{H,C}HSQC und ^{H,C}HMBC Spektren aufgenommen.

UV/Vis Absorptionsspektroskopie wurde mit einem *Varian Cary 50 Scan* oder einem *Varian Cary 60 Scan* UV/Vis Spektrometer aufgenommen. Die Photolumineszenz (PL) wurde mit einem *Jasco FP-8300* Spektrometer mit einer kalibrierten *Jasco ILF-835* 100 mm Ulbricht Kugel gemessen. Die Daten wurden mit dem *Jasco FWQE-880* Programm ausgewertet. Die PL Quantenausbeute wurde wie folgt bestimmt: Jede Probe wurde in einer Cuvette mit Septum mit Argon entgast. Als Fluoreszenzstandard wurde 9,10-Diphenyldihydroanthracen verwendet. Die Quantenausbeute für den Fluoreszenzstandard betrug 96% (lit.: 97%).^{123,124} Für alle Φ_{PL} Messungen wurden Lösungen mit drei verschiedenen Konzentrationen vermessen (zwischen 10⁻⁵ und 10⁻⁷ mol/L). Aufgrund von Selbstabsorption wurden bei höheren Konzentrationen geringer Quantenausbeuten beobachtet. Cyclovoltammetrie (CV) Messungen wurden in einer *Glovebox* bei Raumtemperatur in einer Einkammerdreielektrodenzelle mit einem *EG&G Princeton Applied Research 263A* Potentiostaten gemessen. Eine Platin Disk Elektrode (2.00 mm) fungierte als Arbeits-Elektrode. Als Gegen-Elektrode fungierte ein Platinnetz. Ein Silbernetz diente als Referenz-Elektrode. Diese war, durch ein Bad in HCl/HNO₃ (3:1), mit AgCl beschichtet worden. THF wurde über Na getrocknet, destilliert und entgast (dreimal *freeze-pump*). [nBu₄N][PF₆] (*Sigma Aldrich*) wurde zugegeben (0.1 mol L⁻¹). Die Werte wurden gegen das FcH/FcH⁺ Redoxpaar (FcH = Ferrocen; E_{1/2} = 0 V) kalibriert. Es wurde mit Scanraten zwischen 100 und 400 mV s⁻¹ gemessen. Hochaufgelöste Massenspektrometrie (*high resolution mass spectrometry*, HRMS) wurde im positiven Modus auf einem *Thermo Fisher Scientific MALDI LTQ Orbitrap XL* Spektrometer vermessen. Es wurde eine α-Cyano-4-hydroxyzimtsäure Matrix (HCCA) oder eine 6-Aza-2-thiothymine (ATT) Matrix verwendet.

CW-EPR Spektren wurden bei Raumtemperatur auf einem *Bruker Elexsys E500* Spektrometer bei X-Band Frequenzen von 9.338 GHz mit einem *Bruker ER 4122 SHQE Resonator* aufgenommen. Die Messungen wurden mit einer Amplitudenmodulation von 0.3 G, einer Modulationsfrequenz von 100 kHz, einer Zeitkonstante von 5.12 ms und einer Konvertierungszeit von 10.24 ms aufgenommen. Entlang der X-Achse wurden 2048 Datenpunkte mit einer *sweep with* von 100 G zentriert auf 3322 G aufgenommen. Es wurde eine Mikrowellenleistung von 2 mW genutzt. Die Akkumulationszeit der Messungen betrug etwa dreißig Minuten.

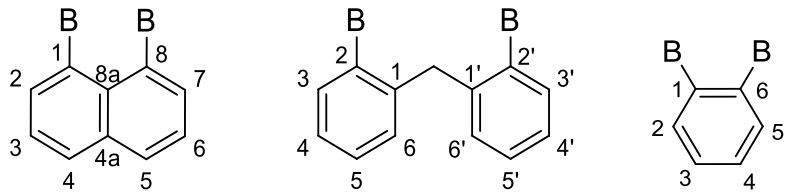
Für die EPR Messungen wurde ein Volumen von 20 μL einer Lösung der Reduktion von **22** mit Kalium in THF oder mikrokristallines Material aus einem Kristallisationsansatz in ein Quarzröhre (1.8 mm Innendurchmesser) überführt und mit THF auf circa 500 μL verdünnt. Anschließend wurde die Quarzröhre mit einem Sauerstoffbrenner abgeschmolzen. CW-EPR Spektren wurden mit *garlic* und *esfit* Funktionen von *Matlab toolbox EasySpin* simuliert.¹²⁵ Ein *Voigtian line broadening model* (Gaussian: 0.39 G, Lorentzian: 0.75 G) lieferte die besten Simulationsergebnisse. Basierend auf den Ergebnissen der Simulationen wurde der G-Wert auf $g_{\text{ISO}} = 2.00218$ beziffert. Für die Bestimmung des G-Werts wurde das magnetische Feld zuerst mit Mn^{2+} -dotierten MgO Pulver ($g_{\text{ISO}} = 2.00101$, $a_{\text{ISO}} = -87.10$ G) kalibriert.¹²⁶

DC-SQUID Messungen wurden auf einem kommerziell erhältlichen *Quantum Design MPMS-SQUID Magnetometer* gemessen. Zwei mikrokristalline Proben des Reduktionsprodukts von **22** wurden untersucht. Probe **1** (9.0 mg) und Probe **2** (4.0 mg) wurden in einer *Glovebox* in Quarzröhren eingefüllt und anschließend abgeschmolzen. Die abgeschmolzenen Quarzröhren wurden in einem Standard MPMS Probenhalter angebracht. Messungen als Funktion der Temperatur im Bereich von $2 \text{ K} \leq T \leq 300 \text{ K}$ wurden in einem Magnetfeld von $B = 0.1 \text{ T}$ gemessen. Um den Hintergrund herauszurechnen, wurde die Messung mit und ohne Probensample durchgeführt. Die Magnetisierung wurde bei $T = 2 \text{ K}$ und $B \leq 3 \text{ T}$ bestimmt. Korrekturen für den diamagnetischen Beitrag der Proben **1** und **2** wurden mit der *Pascal Konstante* durchgeführt.^{127,128,129}

Zur Bestimmung der elektronischen Struktur des Radikals wurden die G-Werte und HFCs berechnet (gauge-independent atomic orbital (GIAO) PBE0/def2-TZVP(CPCM(THF))/PBEh-3c(COSMO(THF))).

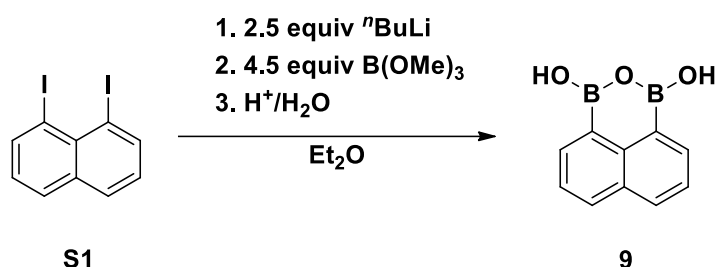
5.1 Nomenclature

Zuordnung der NMR Signale für alle Verbindungen.



5.2 Synthese, Aufreinigung und analytische Daten

5.2.1 Synthese von Naphtho[1,8-cd][1,2,6]oxadiborinin-1,3-diol (**9**):



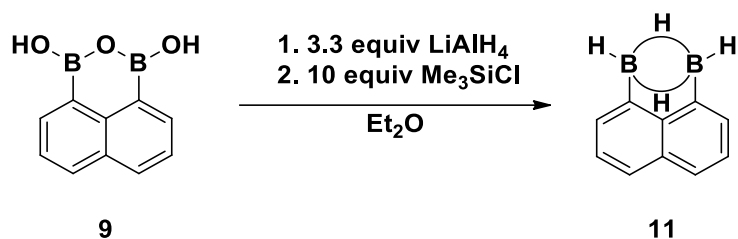
S1 (16 g, 42 mmol) wurde in einem Schlenkkolben mit zwei Tropftrichtern in Et₂O (250 mL) gelöst. Bei 0 °C wurde eine ⁿBuLi-Lösung (1.5 M; 70.20 mL, 105.3 mmol) zugetropft. Die Lösung wurde 20 Minuten bei RT gerührt. Bei -78 °C wurde Trimethylboronsäureester (21.1 mL, 190 mmol) zugetropft. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Dabei erreichte sie RT. Anschließend wurde wässrige HCl-Lösung (2M; 75 mL) zugegeben. Die Mischung wurde 2 h bei RT gerührt. Die Phasen wurden getrennt. Die wässrige Phase wurde mit DCM extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurde mit wässriger KOH (2M) extrahiert. Anschließend wurde die wässrige Phase mit DCM gewaschen. Als nächstes wurde konzentrierte, wässrige HCl-Lösung zugegeben. Dabei fiel ein farbloser Niederschlag aus. Die Lösung wurde über eine Glasfritte filtriert und mehrmals mit Wasser gewaschen. Der Rückstand wurde in EE gelöst. Die Lösung wurde über MgSO₄ getrocknet und filtriert. Anschließend wurden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Ausbeute 6.00 g (30.3 mmol, 72%).

¹H NMR (500.2 MHz, CDCl₃): δ = 8.20 (dd, ³J(H,H) = 6.8 Hz, ⁴J(H,H) = 1.0 Hz, 2H; H-2,7), 8.06 (dd, ³J(H,H) = 8.3 Hz, ⁴J(H,H) = 1.1 Hz, 2H; H-4,5), 7.60 (dd, ³J(H,H) = 8.3 Hz, ³J(H,H) = 6.8 Hz, 2H; H-3,6).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, CDCl₃): δ = 134.8 (C-2,7), 132.6 (C-4,5), 125.9 (C-3,6).

¹¹B NMR (160.5 MHz, CDCl₃): δ = 29.9 ppm.

5.2.2 Synthese von 1,8-Diborylnaphthalin (**11**):



9 (0.500g, 2.53 mmol) wurde in einem 100 mL Schlenkkolben mit einem Tropftrichter in Et₂O (50 mL) gelöst. Bei 0 °C wurde eine LiAlH₄-Lösung (1 M; 8.4 mL, 8.4 mmol) in Et₂O zugetropft. Dabei fiel ein farbloser Feststoff aus und es entstand ein farbloses Gas. Die Suspension wurde 30 Minuten bei 0 °C gerührt und anschließend über Nacht bei RT. Anschließend wurde TMS-Cl (3.22 mL, 25.3 mmol) bei -78 °C zugetropft. Dabei fiel ein farbloser Feststoff aus. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein grauer Feststoff. Das Rohprodukt wurde im ÖV bei 80 °C sublimiert. Ausbeute: 250 mg (1.65 mmol, 65%).

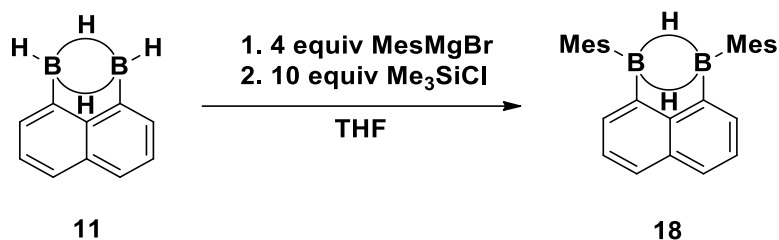
¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.87 (d, ³J(H,H) = 6.6 Hz, 2H; H-2,7), 7.72 (dd, ³J(H,H) = 8.3 Hz, ⁴J(H,H) = 0.6 Hz, 2H; H-4,5), 7.39 (dd, ³J(H,H) = 8.2 Hz, ³J(H,H) = 6.7 Hz, 2H; H-3,6), 4.78 (q, ¹J(H,B) = 151 Hz, 2H; BH_{terminal}), 1.62 (s, very broad, 2H; BH_{bridging}).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 144.8 (C-4a,8a), 138.7 (br.; C-1,8), 133.5 (C-2,7), 130.1 (C-4,5), 126.9 (C-3,6).

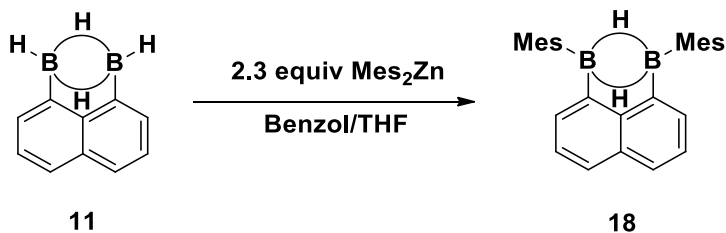
¹¹B NMR (160.5 MHz, C₆D₆): δ = 13.80 ppm (d, ¹J(H,B) = 132 Hz)

EA (%): Calculated for C₁₀H₁₀B₂ [151.81]: C 79.12, H 6.64; found: C 79.32, H 6.67.

5.2.3 Synthese von 1,8-Bis(mesitylboryl)naphthalin (**18**):



a): **11** (100 mg, 0.66 mmol) wurde in einem Schlenkcolben vorgelegt. Eine MesMgBr-Lösung in THF (0.87 M; 3.00 mL, 2.63 mmol) wurde zugegeben und die Lösung wurde über Nacht gerührt. TMS-Cl (0.84 mL, 6.59 mmol) wurde zugegeben und die Lösung wurde über Nacht gerührt. Ein grauer Feststoff hatte sich gebildet. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein grauer Feststoff. Das Rohprodukt wurde in *n*-Hexane (20 mL) suspendiert und anschließend über eine Schlenk-Fritte filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde im ÖV bei 80 °C getrocknet. Ausbeute: 248 mg (0.64 mmol, 96%).



b): **11** (31 mg, 0.20 mmol) und Mes₂Zn (137 mg, 0.45 mmol) wurden in einem Schlenkcolben vorgelegt. Benzol (2.5 mL) and THF (0.1 mL) wurden zugegeben und die Lösung für 6 d bei RT gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein grauer Feststoff. Das Rohprodukt wurde in *n*-Hexan (15 mL) suspendiert und über eine Schlenkfritte filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde über Nacht im ÖV bei 95 °C getrocknet. Ausbeute: 54 mg (0.20 mmol, 68%).

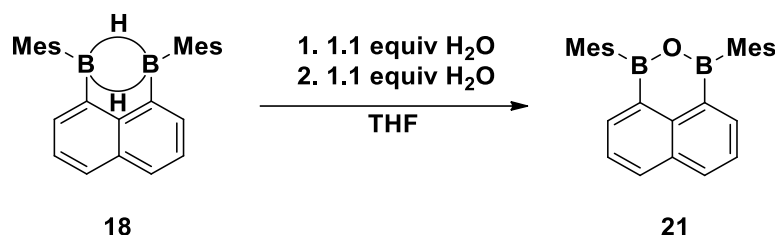
¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.78 (dd, ³J(H,H) = 8.2 Hz, ⁴J(H,H) = 0.8 Hz, 2H; H-4,5), 7.71 (dd, ³J(H,H) = 6.7 Hz, ⁴J(H,H) = 0.7 Hz, 2H; H-2,7), 7.38 (dd, ³J(H,H) = 6.7 Hz, ³J(H,H) = 8.2 Hz, 2H; H-3,6), 6.82 (s, 4H; Mes-CH), 4.61 (s, 2H; BH), 2.25 (s, 12 H, Mes-CH₃-o), 2.19 (s, 6H, Mes-CH₃-p).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 143.5 (C-4a,8a), 141.0 (Mes-C-*p*), 138.05 (Mes-C-*o*), 132.4 (C-4,5), 130.8 (C-2,7), 130.10 (Mes-C-*i*), 128.4 (Mes-CH), 127.1 (C-3,6), 23.4 (Mes-CH₃-o), 21.26 (Mes-CH₃-*p*).

¹¹B NMR (160.5 MHz, C₆D₆): δ = 21.5 ppm (*h*_{1/2} ≈ 528 Hz)

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₈H₂₉B₂]⁺: 387.24554, found: 387.24480.

5.2.4 Synthese von 1,3-Dimesityl-1,3-dihydronaphtho[1,8-cd][1,2,6]oxadiborinine (**21**):



Destilliertes Wasser (220 mg, 12.2 mmol) wurde in trockenem THF (45 ml) in einem Schlenk Kolben gelöst. **18** (150 mg, 0.39 mmol) wurde in einem zweiten Schlenk Kolben vorgelegt. Anschließend wurde die THF/Wasser- Mischung (1.6 mL) zugegeben. Die Lösung wurde drei Tage bei RT gerührt. Weitere THF/Wasser-Mischung (1.6 mL) wurde zugegeben. Die Lösung wurde einen weiteren Tag bei RT gerührt. Anschließend wurden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde per Flash Chromatographie (Kieselgel, *c*-Hexane:EE = 20:1) aufgereinigt. Ausbeute: 43 mg (0.11 mmol, 30 %). Einkristalle wurden durch Abdampfen einer Lösung von **BOB 25** in *n*-Hexan erhalten.

$^1\text{H NMR}$ (500.2 MHz, CDCl_3): δ = 8.10 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.1$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 1.1$ Hz, 2H; H-2,7), 7.75 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.2$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 1.1$ Hz, 2H; H-4,5), 7.26 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.1$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 6.9$ Hz, 2H; H-3,6), 6.90 (s, 4H; Mes-CH), 2.29 (s, 18H; Mes-CH₃-*o*, Mes-CH₃-*p*).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, CDCl_3): δ = 141.6 (C-2,7), 139.6 (Mes), 139.23 (C-8*a*), 137.9 (Mes), 134.3 (C-4,5), 132.1 (C-4*a*), 127.7 (Mes-CH), 126.7 (C-3,6), 22.7 (Mes-CH₃), 21.4 (Mes-CH₃).

$^{11}\text{B NMR}$ (96.3 MHz, CDCl_3): δ = 52 ppm ($h_{1/2} \approx 912$ Hz)

HRMS: Calculated m/z for $[\text{C}_{28}\text{H}_{28}\text{B}_2\text{O}]$: 402.23263, found: 402.23177

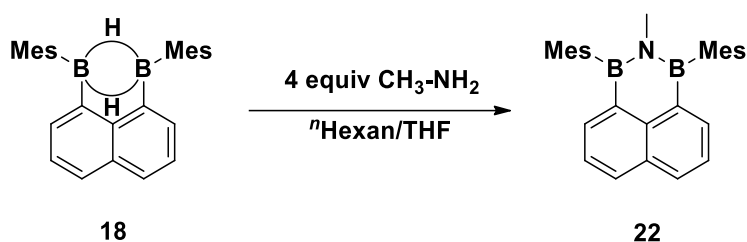
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 339 nm (14920 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (*c*-hexane, $\lambda_{\text{ex}} = 340$ nm): $\lambda_{\text{max}} = 353$ nm; $\Phi_{\text{PL}} = 25\%$

FWHM: 38 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[\text{nBu}_4\text{N}][\text{PF}_6]$ 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): $E_{1/2} = -2.15$ V

5.2.5 Synthesis von 1,3-Dimesityl-2-methyl-2,3-dihydro-1H-naphtho[1,8-cd][1,2,6]azadiborinin(22):



18 (330 mg, 0.85 mmol) wurde in einem Schlenkkolben vorgelegt und in *n*-Hexan (10 mL) gelöst. Eine Lösung von Methylamine in THF (2M; 1.7 mL, 3.4 mmol) wurde zugegeben und die Lösung wurde über Nacht bei RT gerührt. Anschließend wurden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde per Flash Chromatographie (Kieselgel, *c*-Hexane) aufgereinigt. Ausbeute: 300 mg (0.85 mmol, 85%). Einkristalle wurden durch Abdampfen einer Lösung von **BNB 26** in *n*-Hexan erhalten.

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.98 (dd, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, ⁴*J*(H,H) = 1.1 Hz, 2H; H-2,7), 7.77 (dd, ³*J*(H,H) = 8.2 Hz, ⁴*J*(H,H) = 1.1 Hz, 2H; H-4,5), 7.29 (dd, ³*J*(H,H) = 8.1 Hz, ³*J*(H,H) = 7.0 Hz, 2H; H-3,6), 6.93 (s, 4H; Mes-CH), 3.03 (s, 3H, *N*-CH₃), 2.32 (s, 6H, Mes-CH₃-*p*), 2.19 (Mes-CH₃-*o*)

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 140.4 (C-2,7), 138.6 (Mes), 137.8 (C-4a,8a), 137.2 (Mes), 134.9 (C-1,8), 133.4 (C-4,5), 132.1 (C-4a,8a), 127.7 (Mes-CH), 126.4 (C-3,6), 36.9 (*N*-CH₃), 22.4 (Mes-CH₃-*o*), 21.4 (Mes-CH₃-*p*).

¹¹B NMR (96.3 MHz, C₆D₆): δ = 51.1 ppm (*h*_{1/2} ≈ 970 Hz)

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₉H₃₁B₂N]: 415.26426, found: 415.26172

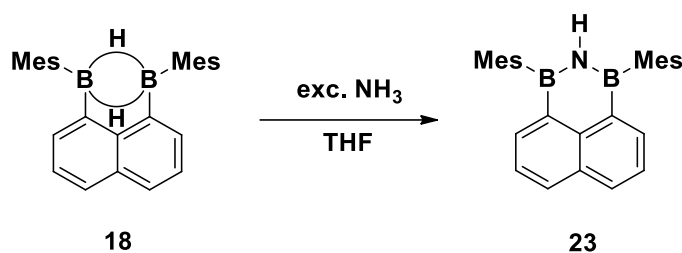
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 339 nm (11138 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (*c*-hexane, λ_{Ex} = 307 nm): λ_{max} = 360 nm; Φ_{PL} = 40%

FWHM: 31 nm

Cyclic voltammetry (THF, [*n*Bu₄N][PF₆] 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): *E*_{1/2} = -2.36 V

5.2.6 Synthese von 1,3-Dimesityl-2,3-dihydro-1H-naphtho[1,8-cd][1,2,6]azadiborinine (**23**):



18 (106 mg, 0.27 mmol) wurde in einem Schlenkcolben vorgelegt und anschließend in THF (3 mL) gelöst. Die Lösung wurde in flüssigem Stickstoff ausgefroren und anschließend evakuiert. Anschließend wurde trockenes Ammoniakgas aufkondensiert. Die Lösung wurde anschließend einen Tag bei $-78\text{ }^\circ\text{C}$ und einen Tag bei RT gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel (*c*-Hexan) aufgereinigt. Ausbeute: 45 mg (0.1 mmol, 41 %). Einkristalle wurden durch Abdampfen einer Lösung von **23** in *n*-Hexane erhalten.

^1H NMR (500.2 MHz, C_6D_6): δ = 8.03 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 6.8\text{ Hz}$, $^4J(\text{H,H}) = 1.3\text{ Hz}$, 2H; H-2,7), 7.77 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.2\text{ Hz}$, $^4J(\text{H,H}) = 1.2\text{ Hz}$, 2H; H-4,5), 7.28 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.1\text{ Hz}$, $^4J(\text{H,H}) = 6.8\text{ Hz}$, 2H; H-3,6), 6.92 (s, 4H; Mes-CH), 2.34 (s, 6H; Mes- CH_3 -*p*), 2.17 (s, 12H, Mes- CH_3 -*o*).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, C_6D_6): δ = 141.4 (C-2,7), 139.2 (Mes), 138.6 (C-4a,8a), 137.2 (Mes), 133.7 (C-4,5), 132.5 (C-4a,8a), 127.4 (Mes-CH), 126.2 (C-3,6) 22.8 (Mes- CH_3 -*o*), 21.4 (Mes- CH_3 -*p*).

^{11}B NMR (96.3 MHz, C_6D_6): δ = 48 ppm ($h_{1/2} \approx 1468\text{ Hz}$)

HRMS: Calculated m/z for $[\text{C}_{28}\text{H}_{29}\text{B}_2\text{N}]$: 401.24861, found: 401.24753

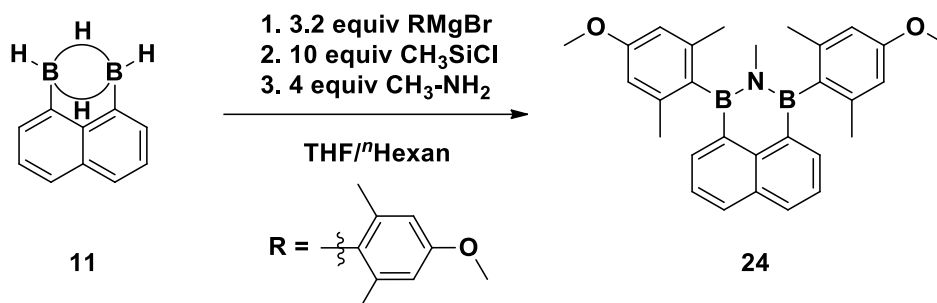
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 296 nm ($17908\text{ mol}^{-1}\text{dm}^3\text{cm}^{-1}$)

Fluorescence (*c*-hexane, $\lambda_{\text{Ex}} = 276\text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 362\text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 50\%$

FWHM: 39 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[\text{nBu}_4\text{N}][\text{PF}_6]$ 0.1 M, 200 mV s^{-1} , vs. FcH/FcH^+): $E_{1/2} = -2.54\text{ V}$

5.2.7 Synthese von 1,3-Bis(4-methoxy-2,6-dimethylphenyl)-2-methyl-2,3-dihydro-1*H*-naphthol[1,8-*cd*][1,2,6]azadiborinin (24)



In einem Schlenkkolben wurde **11** (224 mg, 1.48 mmol) vorgelegt. Anschließend wurde eine Lösung von (4-Methoxy-2,6-dimethylphenyl)magnesiumbromid in THF (0.27 M; 17.5 mL, 4.72 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde 1.5 h bei RT gerührt. Anschließend wurde TMS-Cl (1.80 mL, 14.8 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde 2 h bei RT gerührt. Anschließend wurden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Der farblose Feststoff wurde in *n*-Hexan (20 mL) aufgenommen und über eine Schlenkfritte filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum bei 60 °C entfernt. Zurück blieb ein lila Feststoff. Der lila Feststoff wurde in *n*-Hexan (5 mL) aufgenommen. Anschließend wurde ein Methylamin-Lösung in THF (2M; 3.00 mL, 6.00 mmol) zugegeben. Dabei entfärbte sich die Lösung unmittelbar. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel aufgereinigt (*c*-Hexan). Zurück blieb ein farbloser Feststoff (12 mg). Das Rohprodukt wurde 12 h bei 80 °C im Vakuum getrocknet. **24** konnte als farblos erhalten werden. Ausbeute: 2.000 mg (0.2%, 0.004 mmol).

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 8.02 (dd, ³J(H,H) = 6.8 Hz, ⁴J(H,H) = 1.2 Hz, 2H; H-2,7), 7.79 (dd, ³J(H,H) = 8.2 Hz, ⁴J(H,H) = 1.1 Hz, 2H; H-4,5), 7.32 (dd, ³J(H,H) = 8.1 Hz, ³J(H,H) = 7.0 Hz, 2H; H-3,6), 6.81 (s, 4H; Mes-H), 3.51 (s, 12H; Mes-O-CH₃), 3.06 (s, 3H, *N*-CH₃), 2.17 (s, 12H, Mes-CH₃-o)

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 160.4, 140.5, 140.2 (C-2,7), 137.9, 133.4 (C-4,5), 132.1, 126.4 (C-3,6), 112.7 (Mes-H), 54.7 (Mes-O-CH₃), 36.9 (*N*-CH₃), 22.6 (Mes-O-CH₃).

¹¹B NMR (96.3 MHz, C₆D₆): δ = 52 ppm (*h*_{1/2} ≈ 1141 Hz)

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₉H₃₁B₂NO₂]: 447.25409, found: 447.25508

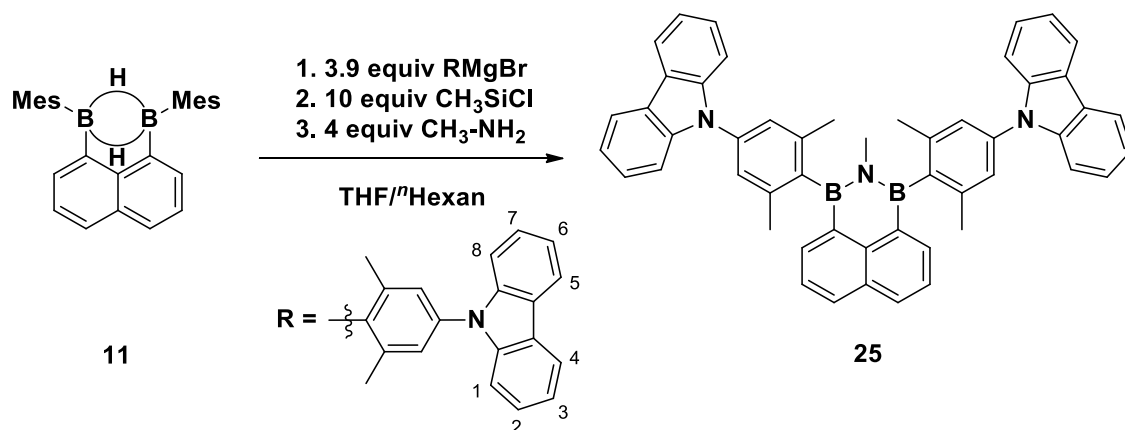
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ε) = 320 nm (12568 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (*c*-hexane, λ_{Ex} = 342 nm): λ_{max} = 375 nm; Φ_{PL} = 8%

FWHM: 45 nm

Cyclic voltammetry (THF, [*n*Bu₄N][PF₆] 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): E_{1/2} = -2.41 V

5.2.8 Synthese von 1,3-Bis(4-(9H-carbazol-9-yl)-2,6-dimethylphenyl)-2-methyl-2,3-dihydro-1H-naptho[1,8-cd][1,2,6]azadiborinin (25)



In einem Schlenkkolben wurde **18** (90 mg, 0.6 mmol) vorgelegt. Anschließend wurde eine Lösung von (4-(9H-Carbazol-9-yl)-2,6-dimethylphenyl)magnesiumbromid in THF (0.08 M; 30 mL, 2.37 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Anschließend wurde TMS-Cl (0.75 mL, 5.93 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Der Rückstand wurde in *n*-Hexan (6 mL) aufgenommen und eine Lösung von Methylamin in THF (1M, 1.2 mL, 1.2 mmol) wurde zugegeben. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein Feststoff. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel (*c*-Hexan) aufgereinigt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein Feststoff. Das Rohprodukt wurde erneut an Kieselgel aufgereinigt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Das Rohprodukt wurde in siedendem MeOH (17 mL) umkristallisiert. Die überstehende Lösung wurde abdekantiert. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde aus Methanol umkristallisiert. Nach 1 d hatten sich gelbe Kristalle gebildet. Ausbeute: 15.0 mg (4%, 0.02 mmol).

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 8.17 (d, ³J(H,H) = 7.9 Hz, 4H; Carb-4,5), 8.02 (dd, ³J(H,H) = 6.8 Hz, ⁴J(H,H) = 1.0 Hz, 2H; H-2,7), 7.81 (dd, ³J(H,H) = 8.1 Hz, ⁴J(H,H) = 0.8 Hz, 2H; H-4,5), 7.64 (d, ³J(H,H) = 8.2 Hz, 4H; Carb-1,8), 7.41 (vt, ³J(H,H) = 8.0 Hz, 4H; Carb-2,7), 7.36 (dd, ³J(H,H) = 7.9 Hz, ⁴J(H,H) = 7.0 Hz, 2H; H-3,6), 7.32 (vt, ³J(H,H) = 7.5 Hz, 4H; Carb-3,6), 7.14 (s, 4H; Mes-CH), 3.03 (s, 3H; N-CH₃), 2.16 (s, 12H, Mes-CH₃-o).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 141.8, 140.6, 140.55 (C-2,7), 137.9, 137.75, 134.0 (C-4,5), 132.2, 126.6 (C-3,6) 126.3 (Carb-2,7), 125.4 (Mes-H), 124.1, 120.9 (Carb-4,5), 120.4 (Carb-3,6), 110.5 (Carb-1,8), 36.9 (N-CH₃), 22.3 (Mes-CH₃-o)

¹¹B NMR (96.3 MHz, C₆D₆): 54 ppm (*h*_{1/2} ≈ 2334 Hz)

HRMS: Calculated *m/z* for [C₅₁H₄₁B₂N₃]: 717.44866, found: 717.34852

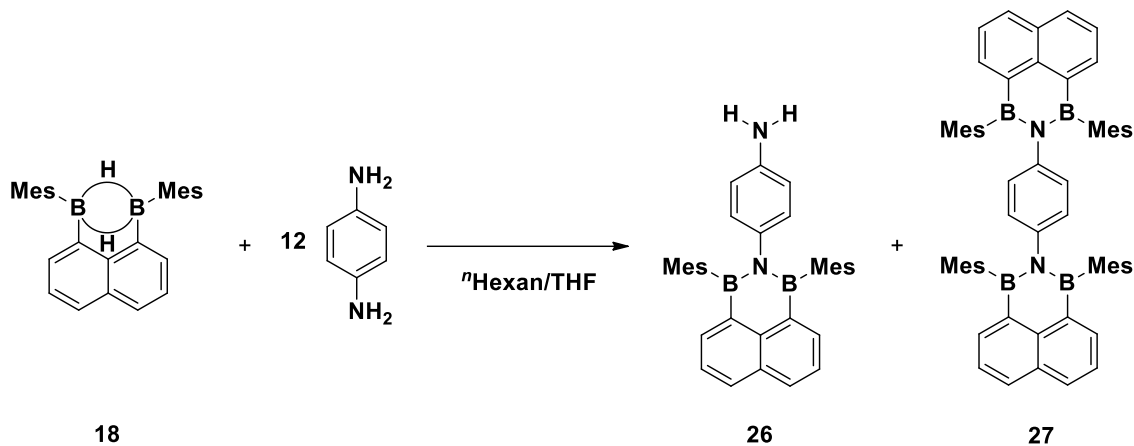
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ε) = 293 nm (74.492 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (c-hexane, $\lambda_{\text{ex}} = 341 \text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 380 \text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 26\%$

FWHM: 45 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[\text{nBu}_4\text{N}][\text{PF}_6] 0.1 \text{ M}$, 200 mV s^{-1} , vs. FcH/FcH⁺): $E_{1/2} = -2.27 \text{ V}$

5.2.9 Synthese von 4-(1,3-Dimesityl-1*H*-naphtho[1,8-*cd*][1,2,6]azadiborinin-2(3*H*)-yl)anilin (**26**) und 1,4-Bis(1,3-dimesityl-1*H*-naphtho[1,8-*cd*][1,2,6]azadiborinin-2(3*H*)-yl)benzol (**27**):



18 (78 mg, 0.2 mmol) wurde in einem Schlenkkolben vorgelegt und in *n*-Hexan suspendiert. Anschließend wurde 1,4-Diaminobenzol (260 mg, 2.41 mmol) zugegeben und die Suspension über Nacht gerührt. Anschließend wurde *n*-Hexan (3 mL) und THF (0.5 mL) zugegeben und die Suspension für 4 h auf 60 °C erhitzt. Anschließend wurde die Suspension über Nacht bei RT gerührt. Anschließend wurde die Suspension für 8 h auf 60 °C erhitzt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel aufgereinigt (*c*-Hexan:EE = 5:1).

26 konnte als farbloser Feststoff erhalten werden ($R_F = 0.3$). Ausbeute für **26**: 24 mg (24%, 0.05 mmol).

27 konnte als farbloser Feststoff erhalten werden ($R_F = 0.8$). Ausbeute für **27**: 32 mg (36%, 0.04 mmol).

Analytik für **26**:

$^1\text{H NMR}$ (500.2 MHz, C_6D_6): $\delta = 8.06$ (dd, $^3J(\text{H,H}) = 6.9$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 1.3$ Hz, 2H; H-2,7), 7.81 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.3$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 1.2$ Hz, 2H; H-4,5), 7.32 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 8.1$ Hz, $^4J(\text{H,H}) = 6.9$ Hz, 2H; H-3,6), 6.98 (m, 2H; Ph-H-*o*), 6.74 (s, 4H; Mes-CH), 5.91 (m, 2H; Ph-H-*m*), 2.29 (s, 12H; Mes-CH₃-*o*), 2.13 (s, 6H, Mes-CH₃-*p*).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, C_6D_6): $\delta = 144.0$ (Ph-*i*), 141.2 (C-2,7), 139.3 (Ph-C-*p*), 139.1 (Mes-C-*i*), 138.4 (Mes-C-*p*), 137.9 (C-8a), 136.8 (Mes-C-*p*), 134.9 (C-1,8), 133.6 (C-4,5), 132.2 (C-4a), 127.44 (Mes-CH), 126.5 (C-3,6), 126.3 (Ph-H-*o*), 114.3 (Ph-H-*m*), 23.4 (Mes-CH₃-*o*), 21.3 (Mes-CH₃-*p*).

$^{11}\text{B NMR}$ (96.3 MHz, C_6D_6): $\delta = 50$ ppm ($h_{1/2} \approx 1141$ Hz)

HRMS: Calculated m/z for $[\text{C}_{34}\text{H}_{34}\text{B}_2\text{N}_2]$: 492.29081, found: 492.29047

UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 340 nm ($15749 \text{ mol}^{-1}\text{dm}^3\text{cm}^{-1}$)

Fluorescence (c-hexane, $\lambda_{\text{Ex}} = 340 \text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 472 \text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 21\%$

FWHM: 95 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[n\text{Bu}_4\text{N}][\text{PF}_6]$ 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): $E_{1/2} = -2.41 \text{ V}$

Analytik für **27**:

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): $\delta = 8.03$ (dd, ³J(H,H) = 6.9 Hz, ⁴J(H,H) = 1.2 Hz, 4H; H-2,7), 7.74 (dd, ³J(H,H) = 8.1 Hz, ⁴J(H,H) = 1.0 Hz, 4H; H-4,5), 7.25 (dd, ³J(H,H) = 8.1 Hz, ⁴J(H,H) = 7.0 Hz, 4H; H-3,6), 6.86 (s, 8H; Mes-H), 6.72 (s, 4H; Ph-H), 2.36 (s, 12H; Mes-CH₃-p), 2.01 (s, 24H, Mes-CH₃-o).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): $\delta = 144.6$ (Ph-N-C), 141.4 (C-2,7), 138.7 (Mes-C-o), 137.7 (C-8a), 136.4 (Mes-C-p), 133.7 (C-4,5), 132.1 (C-4a), 127.6 (Mes-H), 126.4 (C-3,6), 125.6 (Ph-H), 23.0 (Mes-CH₃-o), 21.5 (Mes-CH₃-p).

¹¹B NMR (96.3 MHz, C₆D₆): 51 ppm ($h_{1/2} \approx 2124 \text{ Hz}$)

HRMS: Calculated m/z for [C₆₂H₆₀B₄N₂]: 876.51287, found: 876.51256

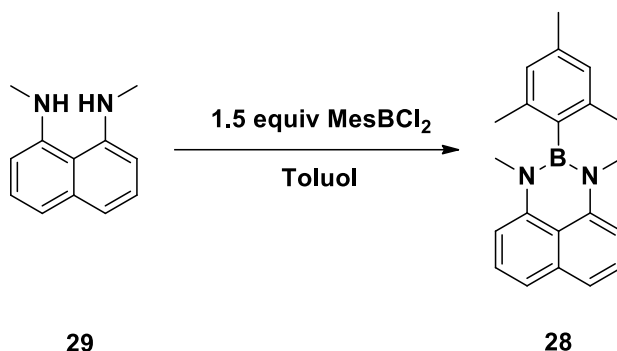
UV/Vis (c-hexane): $\lambda_{\text{max}} (\epsilon) = 341.5 \text{ nm}$ (21096 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (c-hexane, $\lambda_{\text{Ex}} = 342 \text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 398.5 \text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 27\%$

FWHM: 69 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[n\text{Bu}_4\text{N}][\text{PF}_6]$ 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): $E_{1/2} = -2.36 \text{ V}$

5.2.10 Synthese von 2-Mesityl-1,3-dimethyl-2,3-dihydro-1H-naphtho[1,8-*de*][1,3,2]diazabrinin (**28**)



In einem Schlenkkolben wurde **29** (50 mg, 0.27 mmol) in Toluol (2 mL) gelöst. Die Lösung wurde auf $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ gekühlt. Anschließend wurde eine Lösung von Dichlormesitylboran (0.75 mL, 0.41 mmol) in Toluol (2 mL) zugetropft. Die braune Lösung entfärbte sich währenddessen. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Anschließend wurde wässrige, gesättigte NaHCO_3 -Lösung (10 mL) zugegeben. Anschließend wurden die Phasen getrennt. Die wässrige Phase wurde mit *n*-Hexan (3 x 15 mL) extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden über MgSO_4 getrocknet und filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel adsorbiert und aufgereinigt (*c*-Hexan). **28** konnte als farbloser Feststoff erhalten werden. Ausbeute: 62 mg (73%, 0.2 mmol). Einkristalle konnten durch Abdampfen einer Lösung von **28** in *n*-Hexan erhalten werden.

^1H NMR (500.2 MHz, C_6D_6): δ = 7.33-7.28 (m, 4H; H-3,6,4,5), 6.82 (s, 2H; Mes-H), 6.36 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 7.1\text{ Hz}$, $^4J(\text{H,H}) = 1.5\text{ Hz}$, 2H; H-2,7), 2.62 (s, 6H; *N*- CH_3), 2.22 (s, 3H, Mes- CH_3 -*p*), 2.08 (s, 6H; Mes- CH_3 -*o*).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, C_6D_6): δ = 143.2 (C-2,7), 139.5 (Mes-C-*o*), 137.9 (Mes-C-*p*), 136.7 (C-4a), 127.7 (C-3,6), 121.3 (C-8a), 118.8 (C-4,5), 104.2 (C-2,7), 34.2 (*N*- CH_3), 21.4 (Mes- CH_3 -*p*).

^{11}B NMR (96.3 MHz, C_6D_6): δ = 32 ppm

HRMS: Calculated m/z for $[\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{BN}_2]$: 314.19488, found: 314.19530

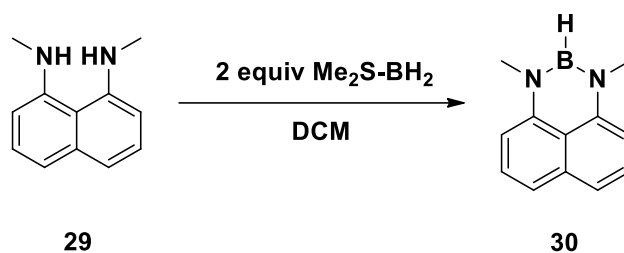
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 329 nm (9300 $\text{mol}^{-1}\text{dm}^3\text{cm}^{-1}$)

Fluorescence (*c*-hexane, $\lambda_{\text{Ex}} = 328\text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 381\text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 60\%$

FWHM: 32 nm

Cyclic voltammetry (THF, $[\text{nBu}_4\text{N}][\text{PF}_6]$ 0.1 M, 200 mV s^{-1} , vs. FcH/FcH^+): $E_{1/2} = 0.11\text{ V}$

5.2.11 Synthese von 1,3-Dimethyl-2,3-1*H*-naphtho[1,8-*de*][1,3,2]diazaborinin (**30**)



In einem Schlenkkolben wurde **29** (100 mg, 0.54 mmol) in DCM (5 mL) gelöst. Die braune Lösung wurde auf -78 °C gekühlt. Anschließend wurde eine Lösung von Me₂S-BH₂ in DCM (1M; 1.1 ml, 1.1 mmol) zugetropft. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Dabei entfärbte sich die Lösung. Alle flüchtigen Bestandteile wurden bei 50 °C im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Ausbeute: 94 mg (91%, 0.48 mmol).

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.24 (m, 4H; H-3,6,4,5), 6.21 (m, 2H; H-2,7), 2.65 (s, 6H; N-CH₃).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 143.1 (C-1,8), 136.8 (C-4a), 127.6 (C-3,6), 121.5 (C-8a), 118.8 (C-4,5), 103.5 (C-2,7), 36.6 (N-CH₃).

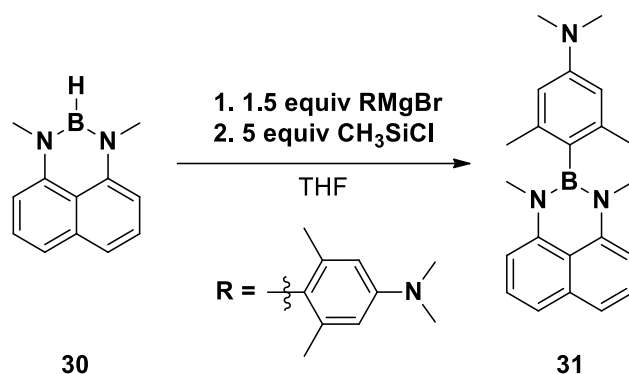
¹¹B NMR (96.3 MHz, C₆D₆): δ = 29 ppm (d, ¹J_{BH} = 139 Hz).

HRMS: Calculated *m/z* for [C₁₂H₁₃BN₂]: 196.11663, found: 196.11635

UV/Vis (c-hexane): λ_{max} (ε) = 310 nm (3600 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (c-hexane, λ_{Ex} = 330 nm): λ_{max} = 386 nm; Φ_{PL} = 50%

5.2.12 Synthese von 4-(1,3-Dimethyl-1*H*-naphtho[1,8-*de*][1,3,2]diazaborinin-2(3*H*)-yl)-*N,N*,3,5-tetramethylanilin (31)



In einem Schlenkcolben wurde **30** (57 mg, 0.29 mmol) in THF (3 mL) gelöst. Die Lösung wurde auf $-78\text{ }^\circ\text{C}$ gekühlt. Anschließend wurde eine Lösung von (4-(Dimethylamino)-2,6-dimethylphenyl)magnesiumbromid in THF (0.762 M; 0.57 mL, 0.44 mmol) zugetropft. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Anschließend wurde TMS-Cl (0.18 mL, 1.45 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Anschließend wurden Wasser (10 mL) zugegeben. Die Phasen wurden getrennt und die wässrige Phase wurde mit *n*-Hexan (3 x 15 mL) extrahiert. Das Rohprodukt wurde an Kieselgel (*c*-Hexan/EE 20:1) aufgereinigt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Das Rohprodukt wurde über Nacht bei $80\text{ }^\circ\text{C}$ im Vakuum getrocknet. Durch langsames Abdampfen einer Lösung von **31** in *n*-Hexan konnten Einkristalle erhalten werden.

$^1\text{H NMR}$ (500.2 MHz, C_6D_6): δ = 7.34-7.27 (m, 4H; H-3,6,4,5), 6.51 (s, 2H; Mes-H), 6.39 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 6.7\text{ Hz}$, $^4J(\text{H,H}) = 2.0\text{ Hz}$, 2H; H-2.7), 2.73 (s, 6H; *N*-CH₃), 2.64 (s, 6H, -NMe₂), 2.16 (s, 6H; Mes-CH₃-*o*).

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, C_6D_6): δ = 151.3 (Mes-C-*p*), 143.5 (C-2,7), 140.4 (Mes-C-*o*), 136.8 (C-4a), 127.7 (C-3,6), 121.3 (C-8a), 118.7 (C-4,5), 111.7 (Mes-C-*m*), 104.1 (C-2,7), 40.3 (*N*-CH₃), 34.4 (-NMe₂), 22.4 (Mes-CH₃-*p*).

$^{11}\text{B NMR}$ (160.5 MHz, C_6D_6): δ = 33 ppm (s)

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₂H₂₆BN₃]: 343.22143, found: 343.22063.

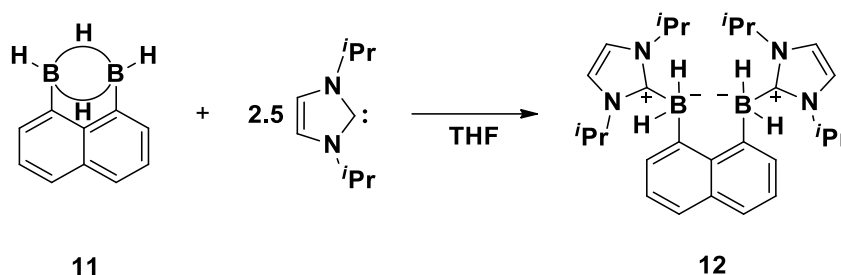
UV/Vis (*c*-hexane): λ_{max} (ϵ) = 330 nm (22900 mol⁻¹dm³cm⁻¹)

Fluorescence (*c*-hexane, $\lambda_{\text{ex}} = 330\text{ nm}$): $\lambda_{\text{max}} = 382\text{ nm}$; $\Phi_{\text{PL}} = 60\%$

FWHM: 31 nm

Cyclic voltammetry (THF, [nBu₄N][PF₆] 0.1 M, 200 mV s⁻¹, vs. FcH/FcH⁺): $E_{1/2} = 0.22\text{ V}$

5.2.13 Synthese von Naphthlin-1,8-diylbis((1,3-diisopropyl-1*H*-imidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat) (**12**)



In einem Schlenkcolben wurde 1,3-Diisopropyl-1*H*-imidazol-3-ium Bromid (383 mg, 1.65 mmol) in THF (10 mL) suspendiert. Anschließend wurde bei -78 °C eine Lösung von NaHMDS (2M; 0.80 mL, 1.60 mmol) zugegeben und die Suspension 0.5 h bei RT gerührt. Die Suspension wurde anschließend zu **11** (100 mg, 0.66 mmol) zugegeben. Die Suspension wurde über Nacht bei RT gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Der Rückstand wurde in Benzol aufgenommen und anschließend filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Ausbeute: 213 mg (0.467 mmol, 71%). Einkristalle konnten durch langsame Diffusion von *n*-Hexan in eine Lösung von **12** in Benzol (3 mL) erhalten werden.

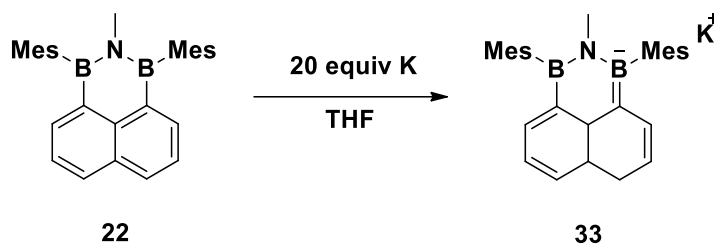
¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.84 (dd, ³*J*(H,H) = 7.9 Hz, ⁴*J*(H,H) = 1.2 Hz, 2H; H-4,5), 7.58 (d, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 2H; H-2,7), 7.42 (dd, ³*J*(H,H) = 7.9 Hz, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 2H; H-3,6), 6.23 (s, 4H, HC=CH-*i*Pr), 5.21 (sept, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 4H, CH-*i*Pr), 3.66 (q, ¹*J*(H,B) = 84 Hz, 4H, BH), 0.87 (d, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 24H, Me-*i*Pr).

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, C₆D₆): δ = 173.9 (B...C-*i*Pr), 157.4 (C-1,8), 146.2 (C-4a), 136.0 (C-8a), 134.1 (C-2,7), 126.4 (C-4,5), 124.0 (C-3,6), 114.5 (HC=CH-*i*Pr), 48.8 (CH-*i*Pr), 22.7 (Me-*i*Pr).

¹¹B NMR (160.5 MHz, C₆D₆): δ = -22.1 (t, ¹*J*(H,B) \approx 85 Hz).

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₈H₄₁B₂N₄]⁺: 455.34909, found: 455.35118.

5.2.14 Synthese von Kalium 1,3-Dimesityl-2-methyl-2,6-dihydro-1H-naphtho[1,8-cd][1,2,6]azadiborinin-3-uide (**33**):



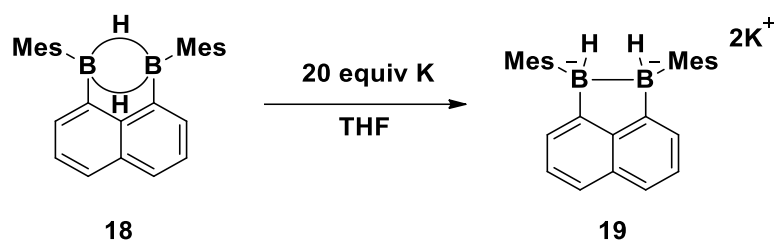
Kalium (50 mg, 1.3 mmol) wurde zu einer Lösung von **22** (27 mg, 65 μmol) in THF (1 mL) zugegeben und über Nacht bei RT gerührt. Dabei entstand eine dunkle Lösung. Die dunkle Lösung wurde in ein Glasgefäß überführt. Das Glasgefäß wurde in ein größeres Glasgefäß, welches mit *n*-Hexan (3 mL) gefüllt war, gestellt. Das Glasgefäß wurde verschlossen und 13 Tage stehen gelassen. Dabei bildete sich ein dunkler Feststoff. Die Mutterlösung wurde entfernt. Zurück blieb ein dunkler Feststoff. Ausbeute: 12 mg (0.26 μmol , 40%).

^1H NMR (500.2 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = 6.85 (dd, $^3\text{J}(\text{H,H}) = 7.5 \text{ Hz}$, $^4\text{J}(\text{H,H}) = 1.0 \text{ Hz}$, 1H; H-2), 6.72 (s, 2H; Mes-CH), 6.69 (s, 2H; Mes-CH), 6.62 (m, 1H; H-4), 6.21 (vt, $^3\text{J}(\text{H,H}) = 7.1 \text{ Hz}$; H-3), 5.93 (m, 1H; H-7), 4.34 (dt, $^3\text{J}(\text{H,H}) = 9.4 \text{ Hz}$, $^4\text{J}(\text{H,H}) = 3.5 \text{ Hz}$, 1H; H-6), 3.98 (m, 2H), 2.68 (s, 3H), 2.24 (s, 3H), 2.21 (s, 3H), 2.15 (s, 6H), 2.04 (s, 6H).

^{13}C NMR (125.8 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = 21.3 (Mes- CH_3 -*p*), 22.7 (Mes- CH_3 -*o*), 23.1 (Mes- CH_3 -*o*), 34.4 (C-5), 37.0 (*N*- CH_3), 101.1 (C-6), 115.3 (C-3), 126.6 (Mes-CH), 126.8 (Mes-CH), 127.0 (C-4a), 128.1 (C-4), 133.8 (Mes-C-*p*), 134.6 (Mes-C-*o*), 135.4 (C-2), 137.3 (C-7), 139.4 (Mes-C-*o*), 139.8 (Mes-C-*o*), 148.3 (C-8a).

^{11}B NMR (160.5 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = 40.9 , 36.8.

5.2.15 Synthese von **19**



In einem Schraubdeckelglas wurde Kalium (40.0 mg, 1.03 mmol) vorgelegt. Anschließend wurde **18** (20.0 mg, 51.3 mmol) in THF (1 mL) zugegeben. Die Lösung färbte sich rot. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Die Lösung wurde abgenommen und vom Kalium getrennt. Kristalle konnten durch Diffusion von *n*-Hexan in die Lösung von **19** in THF (1 mL) erhalten werden.

$^1\text{H NMR}$ (500.2 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = 7.16 (d, $^3J(\text{H,H}) = 6.5$ Hz, 1H; H-4), 7.08 (d, 1H; H-2), 6.94 (dd, $^3J(\text{H,H}) = 7.9$ Hz, $^3J(\text{H,H}) = 6.7$ Hz; H-3), 6.88 (m, 2H), 6.75 (s, 1H), 6.47 (s, 1H; Mes-H), 6.44 (s, 2H; Mes-H), 6.28 (s, 1H; Mes-H), 2.60 (s, 3H; Mes-CH₃), 2.36 (br. s, 6H; Mes-CH₃), 2.22 (s, 3H; Mes-CH₃), 2.00 (s, 3H; Mes-CH₃), 1.80 (s, 3H; Mes-CH₃).

Impurities:

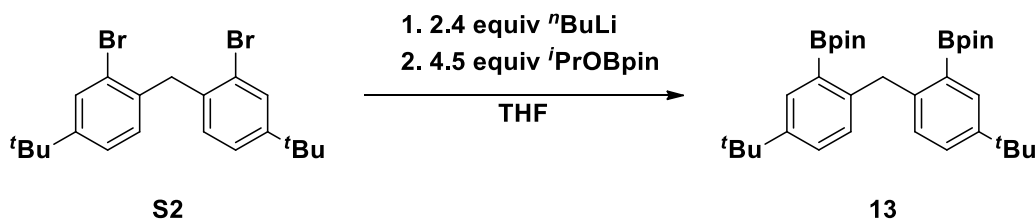
δ = 6.43 (s, 3H), 2.10 (s, 9H); Mesitylen

δ = 6.88 (m, 4H), 6.74 (s, 4H); Naphthalin

$^{13}\text{C NMR}$ (125.8 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = 178.6*, 167.6*, 151.7*, 141.5*, 141.4*, 134.2* 127.9 (C-4), 127.4 (Mes-C), 127.1 (Mes-C), 126.9 (Mes-C), 125.0 (Naph-C), 124.7 (C-3), 123.4 (Naph-C), 119.4 (C-2), 116.9 (Naph-C), 26.8 (Mes-CH₃), 26.4 (Mes-CH₃), 21.1 (Mes-CH₃), 20.6 (Mes-CH₃).

$^{11}\text{B NMR}$ (160.5 MHz, $[\text{D}_8]\text{THF}$): δ = -13.8 (d, $^1J_{\text{BH}} = 66$ Hz), -14.6 (d, $^1J_{\text{BH}} = 68$ Hz).

5.2.16 Synthese von Bis(4-(tert-butyl))-2-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)phenylmethan (**13**)



Diphenmeth-Br₂ S2 (11.25 g, 25.7 mmol) wurde in THF (200 mL) gelöst. Bei -78 °C wurde eine ⁿBuli-Lösung (1.51 M in *n*-Hexan, 40.8 mL, 61.6 mmol) innerhalb von 15 Minuten zugetropft. Die Suspension wurde 1.5 h bei -78 °C gerührt. Anschließend wurde bei -78 °C *t*PrOBpin (23.6 mL, 116 mmol) zugetropft. Die Lösung wurde über Nacht gerührt. Anschließend wurde eine wässrige, gesättigte NaHCO₃-Lösung zugegeben und die Phasen wurden getrennt. Die wässrige Phase wurde dreimal mit Ethylacetat extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden über MgSO₄ getrocknet und filtriert. Alle flüchtigen Bestandteile wurden bei 75 °C im ÖV entfernt. Zurück blieb ein gelber Feststoff. Das Rohprodukt wurde aus Methanol umkristallisiert. Ausbeute: 8.14 g (15.3 mmol, 60%).

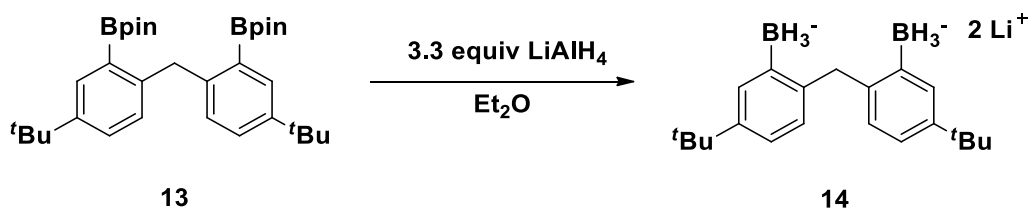
¹H NMR (500.2 MHz, CDCl₃): δ = 7.76 (d, ⁴J(H,H) = 2.2 Hz, 2H, H-3,3'), 7.30 (dd, ³J(H,H) = 8.1 Hz, ⁴J(H,H) = 2.2 Hz, 2H, H-5,5'), 6.92 (d, ³J(H,H) = 8.1 Hz, 2H, H-6,6'), 4.55 (s, 2H, -CH₂-), 1.30 (s, 18H, -^tBu), 1.23 (s, 24H, -Bpin) ppm.

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, CDCl₃): 147.2, 146.2, 132.1 (C-3,3'), 129.4 (C-6,6'), 128.0 (C-5,5'), 83.4, 40.0 (-CH₂-), 34.4 (-^tBu-C), 31.6 (-^tBu-CH₃), 24.9 (-Bpin-CH₃)

¹¹B NMR (160.5 MHz, CDCl₃): δ = 31.5 (s) ppm.

EA (%): Für C₃₃H₅₀B₂O₄ (532.39) berechnet: C 74.45, H 9.47, gefunden: C 74.53, H 9.44.

5.2.17 Synthese von Lithium(methylenbis(3-(tert-butyl))-6,1-phenylen)ditrihydroborat (**14**)



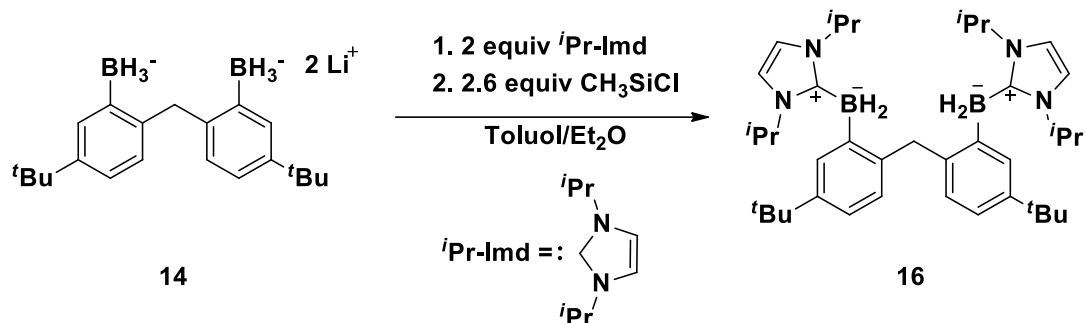
13 (1.73 g, 3.24 mmol) wurde in Diethylether (60 mL) gelöst. Anschließend wurde bei 0 °C eine Lithiumaluminiumhydrid-Lösung (1 M in THF, 10.7 mL, 10.71 mmol) zugetropft. Nach Rühren über Nacht bei Raumtemperatur wurden alle flüchtigen Bestandteile im Vakuum entfernt. Der Rückstand wurde in Diethylether (60 mL) suspendiert und anschließend filtriert. Das Filtrat wurde bei -34 °C gelagert. Dabei bildeten sich farblose Kristalle. Die überstehende Lösung wurde mit einer Spritze entfernt. Zurück blieb ein farbloser kristalliner Feststoff. Ausbeute: 1.27 g (3.97 mmol, 57%).

$^1\text{H NMR}$ (500.2 MHz, C_6D_6): δ = 7.96 (s, 2H, H-3,3'), 7.32 (d, $^3\text{J}(\text{H,H}) = 7.8$ Hz, 2H, H-6,6'), 7.18 (dd, $^3\text{J}(\text{H,H}) = 7.8$ Hz, $^4\text{J}(\text{H,H}) = 2.4$ Hz, 2H, H-5,5'), 4.60 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$), 1.46 (s, 18H, $-\text{tBu}$) ppm.

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR (125.8 MHz, C_6D_6): 145.1, 144.9, 134.2 (C-3,3'), 128.5 (C-6,6'), 120.9 (C-5,5'), 42.4 ($-\text{CH}_2-$), 34.4 ($-\text{tBu}-\text{C}$), 32.2 ($(-\text{tBu}-\text{CH}_3)$) ppm.

$^{11}\text{B NMR}$ (160.5 MHz, C_6D_6): δ = -28.0 (q, $^1\text{J}_{\text{BH}} = 76$ Hz) ppm.

5.2.18 Synthese von Methylenbis(3-(tert-butyl)-6,1-phenylen)bis(1,3-di-iso-propyl-1Himidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat (**16**)



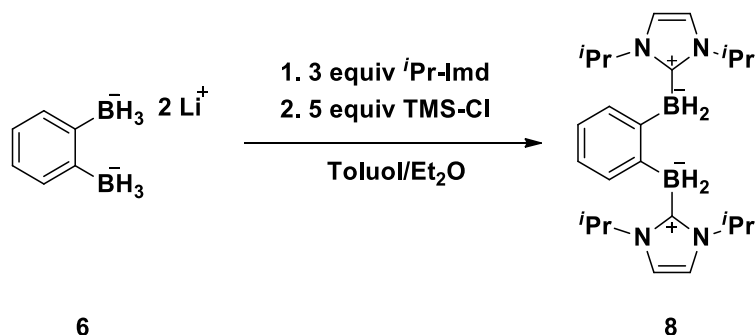
Di-*iso*-propyl-1H-imidazol-3-iumbromid (678 mg, 2.91 mmol) wurde in Diethylether (5 mL) suspendiert. Anschließend wurde bei -78 °C eine NaHMDS-Lösung (2 M in THF, 1.45 mL, 2.91 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde 30 Minuten bei -78 °C und weitere 1.5 h bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde die Lösung zu einer Suspension von **14** (465 mg, 1.45 mmol) in Toluol (20 mL) gegeben und 30 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde TMS-Cl (0.49 mL, 3.84 mmol) zugegeben. Die Reaktionslösung wurde über Nacht gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Der Rückstand wurde in Benzol (25 mL) aufgenommen und filtriert. Durch Gasdiffusion von *n*-Hexan in die Benzollösung des Rohprodukts konnte ein farbloser kristalliner Feststoff erhalten werden. Ausbeute: 174 mg (0.29 mmol, 20%).

¹H NMR (500.2 MHz, CDCl₃): δ = 7.34 (d, ³J_{HH}, 2H, H-6,6'), 7.14 (d, ³J_{HH} = 8.1, ⁴J_{HH} = 2.0 Hz, 2H, H-5,5'), 7.03 (dd, ⁴J_{HH} = 2.0 Hz, 2H, H-3,3'), 6.27 (s, 4H, HC=CH *i*Pr-Imd) 5.25 (sept, ³J_{HH} = 6.8 Hz, 4H, -CH(CH₃)₂), 4.97 (s, 2H, -CH₂-), 3.19 (br. s, 4H, -BH₂), 1.38 (s, 18H, -^tBu), 0.94 (d, ³J_{HH} = 6.8 Hz, 24H, -CH(CH₃)₂) ppm.

¹³C{¹H} NMR (125.8 MHz, CDCl₃): 145.4, 144.9, 130.8 (C-3,3'), 128.8, 128.5 (C-6,6'), 120.8 (C-5,5'), 115.0 (HC=CH *i*Pr-Imd), 49.2 (-CH(CH₃)₂), 41.1 (-CH₂-), 34.3 (-^tBu-C), 32.2 (-^tBu-CH₃), 22.8 (-CH(CH₃)₂) ppm.

¹¹B NMR (160.5 MHz, CDCl₃): δ = -25.5 (t, ¹J_{BH} = 82 Hz) ppm.

5.2.19 Synthese von 1,2-Phenylenbis((1,3-diisopropyl-1*H*-imidazol-3-ium-2-yl)dihydroborat) (**8**)



Di-*iso*-propyl-1*H*-imidazol-3-iumbromid (1.8 g, 2.58 mmol) wurde in THF (20 mL) suspendiert. Anschließend wurde bei -78 °C eine NaHMDS-Lösung (2 M in THF, 3.9 mL, 7.7 mmol) zugegeben. Die Lösung wurde über Nacht bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde die Lösung zu einer Suspension von **6** (494 mg, 2.58 mmol) in Toluol (10 mL) gegeben und 30 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wurde TMS-Cl (1.7 mL, 12.9 mmol) zugegeben. Die Reaktionslösung wurde 2h bei RT gerührt. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Das Rohprodukt wurde dreimal in Benzol (20 mL) aufgenommen und filtriert. Das Filtrat wurde getrocknet. Anschließend wurde das Filtrat in *n*-Hexan (50 mL) aufgenommen und über Nacht im Ultraschallbad bestrahlt. Anschließend wurde die überstehende Lösung mit einer Spritze abgenommen. Alle flüchtigen Bestandteile wurden im Vakuum entfernt. Zurück blieb ein farbloser Feststoff. Ausbeute: 420 mg (1.03 mmol, 40%). Durch Gasdiffusion von *n*-Pentan in eine gesättigte Lösung von **8** in Benzol (3 mL) konnten Einkristalle erhalten werden.

¹H NMR (500.2 MHz, C₆D₆): δ = 7.43 (m, 2H), 7.32 (m, 2H), 6.28 (s, 4H, HC=CH *i*Pr-Imd), 5.48 (sept, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 4H, -CH(CH₃)₂), 3.10 (q, ¹*J*(B,H) = 89 Hz, 4H, -BH₂), 1.00 (d, ³*J*(H,H) = 6.8 Hz, 24H, -CH(CH₃)₂).

¹³C{¹H} NMR (125.7 MHz, C₆D₆): δ = 134.5, 123.2, 114.5 (HC=CH *i*Pr-Imd), 49.0 (-CH(CH₃)₂), 22.8 (-CH(CH₃)₂).

¹¹B NMR (160.5 MHz, C₆D₆): δ = -23.8 (t, ¹*J*_{BH} = 88 Hz) ppm.

HRMS: Calculated *m/z* for [C₂₄H₃₉B₂N₄]⁺: 405.33553, found: 405.33283.

6 Literaturverzeichnis

- ¹ IEA (2020), *World Energy Balances: Overview*, IEA, Paris <https://www.iea.org/reports/world-energy-balances-overview>. Abgerufen am 20.12.2020.
- ² D.Suhr, *Die Alchemisten. Goldmacher, Heiler, Philosophen*, 2. Auflage, Springer, Berlin, **2017**.
- ³ R. Borgarts, *Tiere. Kulturwissenschaftliches Handbuch*, 1. Auflage, J. B. Metzler Verlag, Stuttgart, **2016**.
- ⁴ T. Schabbach, V. Wesselack, *Energie. Den Erneuerbaren gehört die Zukunft*, 2. Auflage, Springer, Berlin, **2020**.
- ⁵ V.Smil, *World History and Energy, Encyclopedia of Energy*, 6. Auflage, Elsevier, Amsterdam, **2004**.
- ⁶ R. Pischinger, M. Klell, T. Sams, *Thermodynamik der Verbrennungskraftmaschine*, 3. Auflage, SpringerWienNewYork, Wien, **2009**.
- ⁷ T. A. EDISON. Electric-Lamp. No. 223.898. Patented Jan. 27, **1880**.
- ⁸ IEA (2017), "Energy Access Outlook 2017", IEA, Paris <https://www.iea.org/reports/energy-access-outlook-2017>. Abgerufen am 20.12.2020.
- ⁹ United Nations, Department of Economic and Social Affairs, Population Division (2015). *World Population Prospects: The 2015 Revision*, Volume I: Comprehensive Tables (ST/ESA/SER.A/379).
- ¹⁰ S. Paul, R. Paul, *Grundlagen der Elektrotechnik und Elektronik 1*, 4. Auflage, Springer, Berlin-Heidelberg, **2010**.
- ¹¹ IEA (2019), "World Energy Balances 2019", IEA, Paris <https://www.iea.org/reports/world-energy-balances-2019>, Seite 8.
- ¹² Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Tabelle 36 der Gesamtausgabe Energiedaten, Erzeugung von Elektrizität.
https://www.bmwi.de/Redaktion/DE/Binaer/Energiedaten/Internationaler-Energiemarkt/energiedaten-int-energiemarkt-07-xls.xlsx?__blob=publicationFile&v=27, Abgerufen am 20.12.2020.
- ¹³ Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Tabelle 6 und 6a der Gesamtausgabe Energiedaten, Endenergie Verbrauch nach Energieträgern.
https://www.bmwi.de/Redaktion/DE/Binaer/Energiedaten/Energiegewinnung-und-Energieverbrauch/energiedaten-energiegewinnung-verbrauch-4-xls.xlsx?__blob=publicationFile&v=30, Abgerufen am 20.12.2020.
- ¹⁴ Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Tabelle 7, 7a und 7b der Gesamtausgabe Energiedaten, Endenergieverbrauch nach Anwendungsbereichen.
https://www.bmwi.de/Redaktion/DE/Binaer/Energiedaten/Energiegewinnung-und-Energieverbrauch/energiedaten-energiegewinnung-verbrauch-5-xls.xlsx?__blob=publicationFile&v=33, Abgerufen am 20.12.2020.
- ¹⁵ D. Howes, *Empire of the Senses: The Sensual Culture Reader*, 1. Auflage, Berg, Oxford, **2005**.
- ¹⁶ W. Tillmann, *Es werde Licht. Von Kienspan, Dochten, Kerzen und Lampen, Lichtern, Leuchten*, Verlag Zimmermann & Co., Viersen, **2007**.
- ¹⁷ T. Justel, S. Schwung, *Leuchtstoffe, Lichtquellen, Laser, Lumineszenz*, 2. Auflage, Springer Spektrum, Berlin, **2019**.
- ¹⁸ T. Q. Khan, P. Bodrogi, Q. T. Vinh, H. Winkler, *LED Lighting Technology and Perception*, 1. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2015**.

-
- ¹⁹ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ²⁰ S. Paul, R. Paul, *Grundlagen der Elektrotechnik und Elektronik 1*, 4. Auflage, Springer, Berlin-Heidelberg, **2010**.
- ²¹ R. W. Brandner: „A review of the merits of direct and indirect gap semiconductors for electroluminescence devices“, *Rev. Phys. Technol.* **1972**, 3, 145-194.
- ²² N. Zheludev: „The life and times of the LED — a 100-year history“, *Nature Photonics* **2007**, 1, 189-192.
- ²³ P. Wellmann, *Materialien der Elektronik und Energietechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, **2019**.
- ²⁴ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ²⁵ P. Wellmann, *Materialien der Elektronik und Energietechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, **2019**.
- ²⁶ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ²⁷ M. Pope, H. P. Kallmann, P. Magnante: „Electroluminescence in Organic Crystals“, *J. Chem. Phys.* 1963, 38, 2042-2043.
- ²⁸ C. W. Tang, S. A. VanSlyke: „Organic electroluminescent diodes“, *Appl. Phys. Lett.* **1987**, 51, 913-915.
- ²⁹ M. Abkowitz, D. M. Pai: „Comparison of the drift mobility measured under transient and steady-state conditions in a prototypical hopping system“, *Philos. Mag. B* **1986**, 53, 193-216.
- ³⁰ P. Wellmann, *Materialien der Elektronik und Energietechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, **2019**.
- ³¹ A. John, M. Bolte, H. W. Lerner, G. Meng, S. Wang, T. Peng, M. Wagner: „Doubly boron-doped pentacenes as emitters for OLEDs“, *J. Mater. Chem. C* **2018**, 6, 10881-10887.
- ³² E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ³³ J. H. Burroughes, D. D. C. Bradley, A. R. Brown, R. N. Marks, K. Mackay, R. H. Friend, P. L. Burns, A. B. Holmes: „Light-emitting diodes based on conjugated polymers“, *Nature* **1990**, 347, 539-541.
- ³⁴ P. Wellmann, *Materialien der Elektronik und Energietechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, **2019**.
- ³⁵ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ³⁶ P. Wellmann, *Materialien der Elektronik und Energietechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, Wiesbaden, **2019**.
- ³⁷ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ³⁸ W. Helfrich, W. G. Schneider: „Recombination Radiation in Anthracene Crystals“, *Phys. Rev. Letters* **1965**, 14, 229-231.
- ³⁹ T. D. Schmidt: „Photophysics of organic light-emitting diodes – Device efficiency and degradation processes“, *Dissertation* **1983**, Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Augsburg.
- ⁴⁰ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.

-
- ⁴¹ D. Volz, *Zweikernige Kupfer(I)-Komplexe als OLED-Leuchtstoffe: Synthese, Eigenschaften und neue Konzepte*, 1. Auflage, Logos, Berlin, **2014**.
- ⁴² V. Balzani, P. Ceroni, A. Juris, *Photochemistry and Photophysics. Concepts, Research, Applications*, 1. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **2014**.
- ⁴³ T. Hatakeyama, K. Shiven, K. Nakajima, S. Nomura, S. Nakatsuka, K. Kinoshita, J. Ni, Y. Ono, T. Ikuta: „Ultrapure Blue Thermally Activated Delayed Fluorescence Molecules: Efficient HOMO-LUMO Separation by the Multiple Resonance Effect“, *Adv. Mater.* **2016**, 28, 2777-2781.
- ⁴⁴ E. Hering, K. Bressler, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, 7. Auflage, Springer Vieweg, Berlin, **2017**.
- ⁴⁵ C. Adachi, M. A. Baldo, M. E. Thompson, S. R. Forrest: „Nearly 100% internal phosphorescence efficiency in an organic light emitting device“, *J. Appl. Phys.* **2001**, 90, 5048-5051.
- ⁴⁶ M. A. Baldo, D. F. O'Brien, Y. You, A. Shoustikov, S. Sibley, M. E. Thompson, S. R. Forrest: „Highly efficient phosphorescent emission from organic electroluminescent devices“, *Nature* **1998**, 395, 151-154.
- ⁴⁷ K. S. Yook, J. Y. Lee: „Organic Materials for Deep Blue Phosphorescent Organic Light-emitting Diodes“, *Adv. Mater.* **2012**, 14, 3169-3190.
- ⁴⁸ V. Sivasubramaniam, F. Brodkorb, S. Hanning, H. P. Loeb, V. van Elsbergen, H. Boerner, U. Scherf, M. Keryenschmidt: „Fluorine cleavage of the light blue heteroleptic triplet emitter Irpic“, *J. Fluorine Chem.* **2009**, 130, 640-649.
- ⁴⁹ F. B. Dias, K. N. Bourdakos, V. Jankus, K. C. Moss, K. T. Kametekar, V. Bhalla, J. Santos, M. R. Bryce, A. P. Monkman: „Triplet Harvesting with 100% Efficiency by Way of Thermally Activated Delayed Fluorescence in Charge Transfer OLED Emitters“, *Adv. Mater.* **2013**, 25, 3707-3714.
- ⁵⁰ C.-J. Chiang, A. Kimyonok, M. K. Etherington, G. C. Griffiths, V. Jankus, F. Turksoy, A. P. Monkman: „Ultra-high Efficiency Fluorescent Single and Bi-Layer Organic Light emitting Diodes: The Key Role of Triplet Fusion“, *Adv. Funct. Mater.* **2012**, 23, 739-746.
- ⁵¹ D. Y. Kondakov, T. D. Pawlik, T. K. Hatwar, J. P. Spindler: „Triplet annihilation exceeding spin statistical limit in highly efficient fluorescent organic light-emitting diodes“, *J. Appl. Phys.* **2009**, 106, 12450.
- ⁵² B. H. Wallikewitz, D. Kabra, S. Gelinas, R. H. Friend: „Triplet dynamics in fluorescent polymer light-emitting diodes“, *Phys. Rev. B* **2012**, 85, 45209.
- ⁵³ C. A. Parker, C. G. Hatchard: „Triplet-singlet emission in fluid solutions. Phosphorescence of eosin“, *Trans. Faraday Soc.* **1961**, 57, 1894-1904.
- ⁵⁴ Q. S. Zhang, B. Li, S. P. Huang, H. Nomura, H. Tanaka, C. Adachi: „Efficient blue organic light-emitting diodes employing thermally activated delayed fluorescence“, *Nature Photonics* **2014**, 8, 326-332.
- ⁵⁵ H. Uoyama, K. Goushi, K. Shizu, H. Nomura, C. Adachi: „Highly efficient organic light-emitting diodes from delayed fluorescence“, *Nature* **2012**, 492, 234-238.
- ⁵⁶ Y. Tao, K. Yuan, T. Chen, P. Xu, H. Li, R. Chen, C. Zheng, L. Zhang, W. Huang: „Thermally activated delayed fluorescence materials towards the breakthrough of organoelectronics“, *Adv. Mater.* **2014**, 26, 7931-7958.
- ⁵⁷ H. Uoyama, K. Goushi, K. Shizu, H. Nomura, C. Adachi: „Highly efficient organic light-emitting diodes from delayed fluorescence“, *Nature* **2012**, 492, 234-238.
- ⁵⁸ G. Méhes, H. Nomura, Q. Zhang, T. Nakagawa, C. Adachi: „Enhanced Electroluminescence Efficiency in a Spiro-Acridine Derivative through thermally Activated Delayed Fluorescence“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2010**, 51, 11311-11315.

-
- ⁵⁹ M. Solà, J. Mestres, M. Duran: „Molecular Size and Pyramidalization: Two Keys for Understanding the reactivity of Fullerenes“, *J. Phys. Chem.* **1995**, 99, 10752-10758.
- ⁶⁰ R. Rakhi, C. H. Suresh: „A DFT study on dihydropyrazine annulated linear polyacenes: aromaticity, stability and HOMO-LUMO energy modulation“, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2016**, 18, 24631-24641.
- ⁶¹ E. von Grotthus, A. John, T. Kaese, M. Wagner: „Doping Polycyclic Aromatics with Boron for Superior Performance in Material Science and Catalysis“, *Asian J. Org. Chem* **2018**, 7, 37-53.
- ⁶² R. Rakhi, C. H. Suresh: „A DFT study on dihydropyrazine annulated linear polyacenes: aromaticity, stability and HOMO-LUMO energy modulation“, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2016**, 18, 24631-24641.
- ⁶³ S. Brend'amour, J. Gilmer, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „C-Halogenated 9,10-Diboraanthracene: How the Halogen Load and Distribution Influences Key Optoelectronic Properties“, *Chem. Eur. J.* **2018**, 24, 16910-16918.
- ⁶⁴ C. Reus, S. Weidlich, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „C-Functionalized, Air- and Water-Stable 9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracene: Efficient Blue to Red Emitting Luminophores“, *J. Am. Chem. Soc.* **2013**, 135, 12892-12907.
- ⁶⁵ Y. Tao, K. Yuan, T. Chen, P. Xu, H. Li, R. Chen, C. Zheng, L. Zhang, W. Huang: „Thermally activated delayed fluorescence materials towards the breakthrough of organoelectronics“, *Adv. Mater.* **2014**, 26, 7931-7958.
- ⁶⁶ T.-Y. Cho, C.-L. Lin, C.-C. Wu: „Microcavity two-unit tandem organic light-emitting devices having a high efficiency“, *Appl. Phys. Lett.* **2006**, 88, 111106.
- ⁶⁷ D. Poitras, C.-C. Kuo, C. Py: „Design of high-contrast OLEDs with microcavity effect“, *Opt. Express* **2008**, 16, 8003-8015.
- ⁶⁸ T. Hatakeyama, K. Shiven, K. Nakajima, S. Nomura, S. Nakatsuka, K. Kinoshita, J. Ni, Y. Ono, T. Ikuta: „Ultrapure Blue Thermally Activated Delayed Fluorescence Molecules: Efficient HOMO-LUMO Separation by the Multiple Resonance Effect“, *Adv. Mater.* **2016**, 28, 2777-2781.
- ⁶⁹ S. H. Han, J. H. Jeong, J. W. Yoo, J. Y. Lee: „Ideal blue thermally activated delayed fluorescence emission assisted by a thermally activated delayed fluorescence assistant dopant through a fast reverse intersystem crossing mediated cascade energy transfer process“, *J. Mater. Chem. C* **2019**, 7, 3082-3089.
- ⁷⁰ K. Schickedanz, T. Trageser, M. Bolte, H.-W. Lerner, M. Wagner: „A boron-doped helicene as a highly soluble, benchtop-stable green emitter“, *Chem. Commun.* **2015**, 15808-15810.
- ⁷¹ Z. Zhou, A. Waka, T. Kushida, S. Yamaguchi: „Planarized Triarylboranes: Stabilization by Structural Constraint and Their Plane-to-Bowl Conversion“, *J. Am. Chem. Soc.* **2012**, 134, 4529-4532.
- ⁷² V. M. Hertz, M. Bolte, H.-W. Lerner, M. Wagner: „Boron-Containing Polycyclic Aromatic Hydrocarbons: Facile Synthesis of Stable, Redox-Active Luminophores“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2015**, 54, 8800-8804.
- ⁷³ S. Kirschner: „Struktur-Eigenschafts-Beziehungen in bordotierten polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen“, *Dissertation* **2019**, Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt.
- ⁷⁴ S. Brend'amour, J. Gilmer, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „C-Halogenated 9,10-Diboraanthracene: How the Halogen Load and Distribution Influences Key Optoelectronic Properties“, *Chem. Eur. J.* **2018**, 24, 16910-16918.
- ⁷⁵ J. Radkte, K. Schickedanz, M. Bamberg, L. Menduti, D. Schollmeyer, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „Selective access to either a doubly boron-doped tetrabenzopentacene or an oxadiborepin from the same precursor“, *Chem. Sci.* **2019**, 10, 9017-9027.

-
- ⁷⁶ Z. Zhou, A. Wakamiya, T. Kushida, S. Yamaguchi: „Planarized Triarylboranes: Stabilization by Structural Constraint and Their Plane-to-Bowl Conversion“, *J. Am. Chem. Soc.* **2012**, 134, 4529–4532.
- ⁷⁷ M. Hirai, N. Tanaka, M. Sakai, S. Yamaguchi: „Structurally Constrained Boron-, Nitrogen-, Silicon-, and Phosphorus-Centered Polycyclic π -Conjugated Systems“, *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, 119, 8291–8331.
- ⁷⁸ I. Langmuir: „ISOMORPHISM, ISOSTERISM AND COVALENCE.“, *J. Am. Chem. Soc.* **1919**, 41, 10, 1543–1559.
- ⁷⁹ X.- Y. Wang, J.- Y. Wang, J. Pei: „BN Heterosuperbenzenes: Synthesis and Properties“, *Chem. Eur. J.* **2015**, 21, 3528 – 3539
- ⁸⁰ G. Belanger-Chabot, h. Braunschweig, D.k. Roy: „Recent Developments in Azaborinine Chemistry“, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2017**, 4353–4368.
- ⁸¹ D. G. White: „2-Phenyl-2,1-borazarene and Derivatives of 1,2-Azaboracycloalkanes“, *J. Am. Chem. Soc.* **1963**, 85, 3634–3636.
- ⁸² M. J. S. Dewar, R. Dietz: „Diversity through Isosterism: The Case of Boron-Substituted 1,2-Dihydro-1,2-azaborines“, *J. Chem. Soc.* **1959**, 2728–2730.
- ⁸³ T. Kaehler, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „Introducing Perylene as a New Member to the Azaborine Family“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2019**, 58, 11379-11384.
- ⁸⁴ C. Hoffend, M. Diefenbach, E. Januszewski, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. C. Holthausen, M. Wagner: „Effects of boron doping on the structural and optoelectronic properties of 9,10-diarylanthracenes“, *Dalton Trans.* **2013**, 42, 13826-13837.
- ⁸⁵ C. Hoffend, F. Schödel, M. Bolte, H.- W. Lerner: „Boron-Doped Tri(9,10-anthrylene)s: Synthesis, Structural Characterization, and Optoelectronic Properties“, *Chem. Eur. J.* **2012**, 18, 15394 – 15405.
- ⁸⁶ C. Reus, S. Weidlich, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „C-Functionalized, Air- and Water-Stable 9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracenes: Efficient Blue to Red Emitting Luminophores“, *J. Am. Chem. Soc.* **2013**, 135, 12892–12907.
- ⁸⁷ C. Reus, G. Guo, A. John, M. Winhold, H.- W. Lerner, F. Jäkle, M. Wagner: „Air- and Water-Stable, Fluorescent Oligomers of 9,10-Dihydro-9,10-diboraanthracene“, *Macromolecules* **2014**, 47, 3727–3735.
- ⁸⁸ A. John, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „A Vicinal Electrophilic Diborylation Reaction Furnishes Doubly Boron-Doped Polycyclic Aromatic Hydrocarbons“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2017**, 56, 5588-5592.
- ⁸⁹ E. von Grothuss, S. E. Prey, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „Dual Role of Doubly Reduced Arylboranes as Dihydrogen- and Hydride-Transfer Catalysts“, *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, 141, 6082–6091.
- ⁹⁰ S. Kirschner, J.- M. Mewes, M. Bolte, H.- W. Lerner, A. Dreuw, M. Wagner: „How Boron Doping Shapes the Optoelectronic Properties of Canonical and Phenylene-Containing Oligoacenes: A Combined Experimental and Theoretical Investigation“, *Chem. Eur. J.* **2017**, 23, 5104 –5116.
- ⁹¹ D. H. Reid: „The chemistry of the phenalenes“, *Q. Rev. Chem. Soc.* **1965**, 19, 274-302.
- ⁹² M. K. Cyranski, R. W. A. Havenith, M. A. Dobrowolski, B. R. Gray, T. M. Krygowski, P. W. Fowler, L. W. Jenneskens: „The Phenalenyl Motif: A Magnetic Chameleon“, *Chem. Eur. J.* **2007**, 13, 2201 – 2207.
- ⁹³ K. Goto, T. Kubo, K. Yamamoto, K. Nakasuji, K. Sato, D. Shiomo, t. Takui, M. Kubota, T. Kobayashi, K. Yakusi, J. Ouyang: „A Stable Neutral Hydrocarbon Radical: Synthesis, Crystal Structure, and Physical Properties of 2,5,8-Tri-tert-butyl-phenalenyl“, *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, 121, 1619-1620.
- ⁹⁴ Y. Morita, S. Suzuki, K. Sato, T. Takui: „Synthetic organic spin chemistry for structurally well-defined open-shell graphene fragments“, *Nat. Chem.* **2011**, 3, 197-204.

-
- ⁹⁵ T. Kubo: „Phenalenyl-Based Open-Shell Polycyclic Aromatic Hydrocarbons“, *Chem. Rec.* **2015**, 15, 218–232.
- ⁹⁶ K. Uchida, T. Kubo: „Recent Advances in the Chemistry of Phenalenyl“, *J. Synth. Org. Chem. Jpn.* **2016**, 74, 1069–1077.
- ⁹⁷ R. J. Kahan, D. L. Crossley, J. Cid, J. E. Radcliff, M. J. Ingleson: „Synthesis, Characterization, and Functionalization of 1-Boraphenalenenes“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2018**, 57, 8084–8088.
- ⁹⁸ S. O’Brien, D. C. C. Smith: „The Synthesis of Heterocyclic Analogues of Phenalene (Perinaphthene), containing one Hetero-atom.“, *J. Chem. Soc.* **1963**, 2907–2917.
- ⁹⁹ M. Stepień, E. Gońka, M. Żyła, N. Sprutta: „Heterocyclic Nanographenes and Other Polycyclic Heteroaromatic Compounds: Synthetic Routes, Properties, and Applications“, *Chem. Rev.* **2017**, 117, 3479–3716.
- ¹⁰⁰ M. J. S. Dewar, R. Jones: „New heteroaromatic compounds Part XXXI: The 12,11-borazarophenalenium cation“, *Tetrahedron Lett.* 1968, 9, 2707–2708.
- ¹⁰¹ H. Wie, Y. Liu, T. Y. Gopalakrishna, H. Phan, X. Huang, L. Bao, J. Guo, J. Zhou, S. Luo, J. Wu, Z. Zeng: „B–N–B Bond Embedded Phenalenyl and Its Anions“, *J. Am. Chem. Soc.* **2017**, 139, 15760–15767.
- ¹⁰² M. Numano, N. Nagami, S. Nakatsuka, T. Katayama, K. Nakajima, S. Tatsumi, N. Yasuda, T. Hatakeyama: „Synthesis of Boronate-Based Benzo[fg]tetracene and Benzo[hi]hexacene via Demethylative Direct Borylation“, *Chem. - Eur. J.* **2016**, 22, 11574–11577.
- ¹⁰³ <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/150901/umfrage/umsatz-in-der-halbleiterindustrie-seit-1988-weltweit/>, Abgerufen am 29.12.2020.
- ¹⁰⁴ T. Kaese, A. Hübner, M. Bolte, H.-W. Lerner, M. Wagner: „Forming B-B Bonds by Controlled Reduction of Tetraaryl-diborane(6)“, *J. Am. Chem. Soc.* **2016**, 138, 6224–6233.
- ¹⁰⁵ A. Das, A. Hübner, M. Weber, M. bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „9-H-9-Borafluorene dimethyl sulfide adduct: a product of a unique ring-contraction reaction and a useful hydroboration reagent“, *Chem. Commun.* **2011**, 47, 11339–11341.
- ¹⁰⁶ J. Massoth: „Synthese NHC-stabiler Arylborane“, *Masterarbeit* **2016**, Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt.
- ¹⁰⁷ M. Weimar, G. Dürner, J. W. Bats, M. W. Göbel: „Enantioselective Synthesis of (+)-Estrone Exploiting a Hydrogen Bond-Promoted Diels-Alder Reaction“, *J. Org. Chem.* **2010**, 75, 2718–2721.
- ¹⁰⁸ a) R. L. Letsinger, J. M. Smith, J. Gilpin, D. B. MacLean: „Organoboron Compounds. XX. Chemistry of Some 1-Naphthaleneboronic Acids with Substituents in the 8-Position“, *J. Org. Chem.* **1965**, 30, 3, 807–812. b) H. E. Katz: „Synthesis and Characterization of Novel 1*H*,3*H*-Naphth[1,8-*cd*][1,2,6]oxadiborins“, *J. Org. Chem.* **1985**, 50, 2576–2578. c) H. Schmidtbauer, H.- J. Öller, D. L. Wilkinson, B. Huber, G. Möller: „Extrem kurze Quecksilber-Quecksilber-Kontakte in *peri*-dimercurierten Naphthalinverbindungen“, *Chem. Ber.* **1989**, 122, 31–36. d) M. Watkinson, A. Whiting, C. A. McAuliffe: „Synthesis of a Bis-Manganese Water Splitting Complex“, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* **1994**, 2141–2142. e) X. Li, J.- W. Han, Y.- X. Zhang, H. N. C. Wong: „Palladium-Catalyzed Double Suzuki Reactions: Synthesis of Dibenzo[4,5:6,7]cyclohepta[1,2,3-*de*]naphthalenes“, *Asian J. Org. Chem.* **2017**, 6, 1876–1884.
- ¹⁰⁹ Ö. Seven, Z.- W. Qu, H. Zhu, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. Wagner: „Synthesis, Coupling, and Condensation Reactions of 1,2-Diborylated Benzenes: An Experimental and Quantum-Chemical Study“, *Chem. Eur. J.* **2012**, 18, 11284–11295.
- ¹¹⁰ R. Köster, H.- G. Willemsen: „Borverbindungen XXVIII¹⁾ 1,2-(2,2'-Biphenylylen)diborane(6)“, *Justus Liebigs Ann. Chem.* **1974**, 1843–1850.

-
- ¹¹¹ J. J. Dunsford, E. R. Clark, M. J. Ingleson: „Direct C(sp²)-C(sp³) Cross-Coupling of Diaryl Zinc Reagents with Benzylic, Primary, Secondary, and Tertiary Alkyl Halides“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2015**, 54 (19), 5688-5692.
- ¹¹² R. J. Wehmschulte, A. A. Diaz, M. A. Kahn: „Unsymmetrical 9-Borafluorenes via Low-Temperature C-H Activation of m-Terphenylboranes“, *Organometallics* **2003**, 22, 83-92.
- ¹¹³ L. Hedberg, K. Hedberg, D. A. Kohler, D. M. Ritter, V. Schomaker: „Electron-diffraction investigations of the molecular structures of cis- and trans-1,2-dimethyldiborane“, *J. Am. Chem. Soc.* **1980**, 102, 3430-3434.
- ¹¹⁴ A. Hübner, Z.- W. Qu, U. Englert, M. Bolte, H.- W. Lerner, M. C. Holthausen, M. Wagner: „Main-Chain Boron-Containing Oligophenylenes via Ring-Opening Polymerization of 9-H-9-Borafluorene“, *J. Am. Chem. Soc.* **2011**, 133, 4596-4609
- ¹¹⁵ H. Wie, Y. Liu, T. Y. Gopalakrishna, H. Phan, X. Huang, L. Bao, J. Guo, J. Zhou, S. Luo, J. Wu, Z. Zeng: „B-N-B Bond Embedded Phenalenyl and Its Anions“, *J. Am. Chem. Soc.* **2017**, 139, 15760-15767.
- ¹¹⁶ R. W. Alder, N. P. Hyland, J. C. Jeffery, T. Riis-Johannessen, D. J. Riley: „Poly(1,1-bis(dialkylamino)propan-1,3-diy)s; conformationally-controlled oligomers bearing electroactive groups“, *Org. Biomol. Chem.* **2009**, 7, 2704-2715.
- ¹¹⁷ S. Lee, N. Almakli, B. Gabidullin, D. Richeson: „N,N'-Diamidonaphthalene as a Versatile Ligand to Stabilize Mono- and Bimetallic Complexes of Group 13“, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2018**, 2702-2708.
- ¹¹⁸ N. Iwadate, M. Sugimoto: „Synthesis of masked haloareneboronic acids via iridium-catalyzed aromatic C-H borylation with 1,8-naphthalenediaminoborane (danBH)“, *Journal of Organometallic Chemistry* **2009**, 694, 1713-1717.
- ¹¹⁹ H. M. McConnell: „Indirect Hyperfine Interactions in the Paramagnetic Resonance Spectra of Aromatic Free Radicals“, *J. Chem. Phys.* **1956**, 24, 764-766.
- ¹²⁰ F. Bär, A. Brendt, K. Dimroth: „Physikalische Methoden in der Chemie: ESR-Spektroskopie organischer Radikale I“, *Chem. Unserer Zeit* **1975**, 9, 18.
- ¹²¹ M. Weimar, G. Dürner, J. W. Bats, M. W. Göbel: „Enantioselective Synthesis of (+)-Estrone Exploiting a Hydrogen Bond-Promoted Diels-Alder Reaction“, *J. Org. Chem.* **2010**, 75, 2718-2721.
- ¹²² J. J. Dunsford, E. R. Clark, M. J. Ingleson: „Direct C(sp²)-C(sp³) Cross-Coupling of Diaryl Zinc Reagents with Benzylic, Primary, Secondary, and Tertiary Alkyl Halides“, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2015**, 54 (19), 5688-5692.
- ¹²³ K. Suzuki, A. Kobayashi, S. Kaneko, K. Takehira, T. Yoshihara, H. Ishida, Y. Shiina, S. Oishi, S. Tobita: „Reevaluation of absolute luminescence quantum yields of standard solutions using a spectrometer with an integrating sphere and a back-thinned CCD detector“, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2009**, 11, 9850-9860.
- ¹²⁴ A. M. Brouwer: „Standards for photoluminescence quantum yield measurements in solution (IUPAC Technical Report)“, *Pure Appl. Chem.* **2011**, 83, 2213-2228.
- ¹²⁵ S. Stoll, A. Schweiger: „EasySpin, a comprehensive software package for spectral simulation and analysis in EPR“, *Journal of Magnetic Resonance* **2006**, 178, 42-55.
- ¹²⁶ M. R. Fuchs: „A high-field/high-frequency heterodyne induction-mode electron paramagnetic resonance spectrometer operating at 360 GHz“, *Review of Scientific Instruments* **1999**, 70, 3681.
- ¹²⁷ G. A. Bain, J. F. Berry: „Diamagnetic Corrections and Pascal's Constants“, *J. Chem. Educ.* **2008**, 85, 532-536.
- ¹²⁸ R. L. Carlin: „Magnetochemistry“, 1. Auflage, Springer, Berlin, Heidelberg, **1986**.
- ¹²⁹ R. C. Weast: „CRC Handbook of Chemistry and Physics“, 50. Auflage, Chemical Rubber Company Press, Cleveland, **1969**.

7 Anhang

7.1 NMR Spektren

7.1.1 NMR Spektren von 11

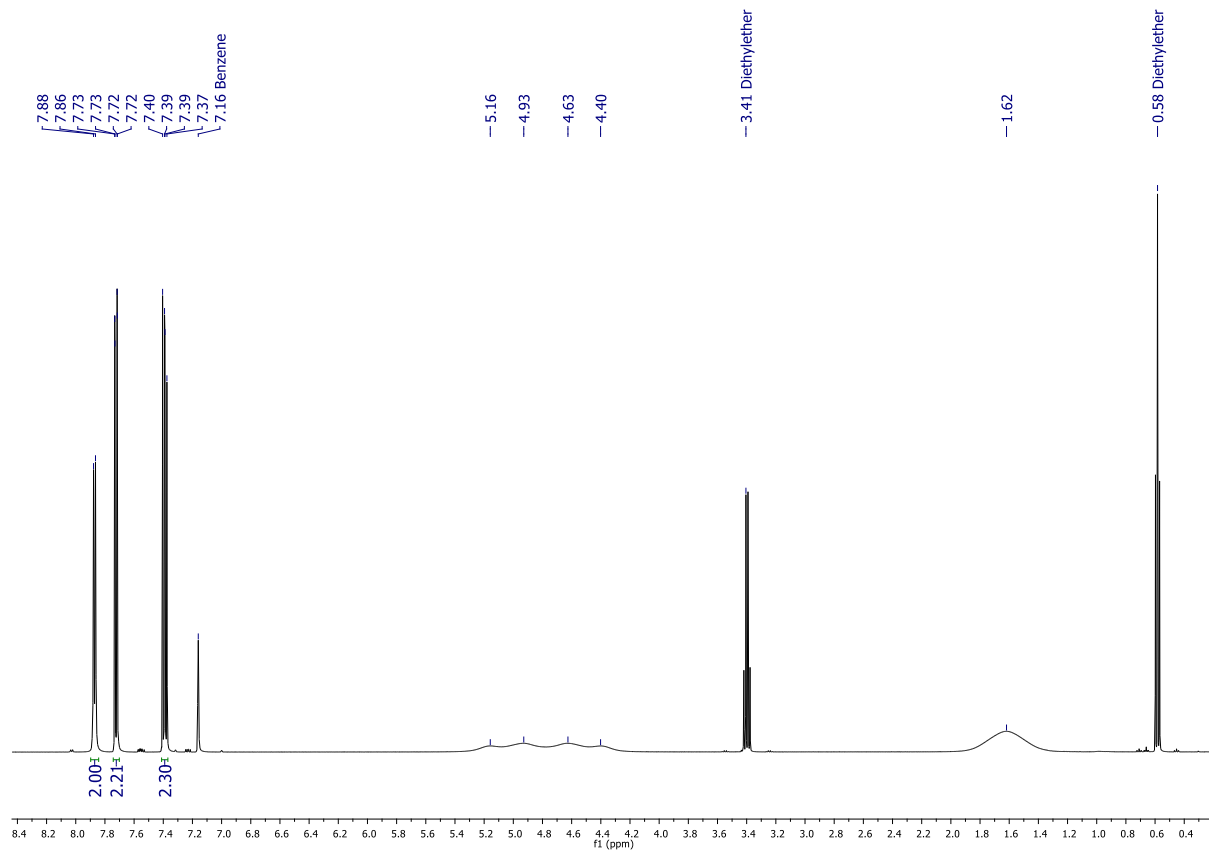


Abbildung A1: ^1H NMR Spektrum von **11** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

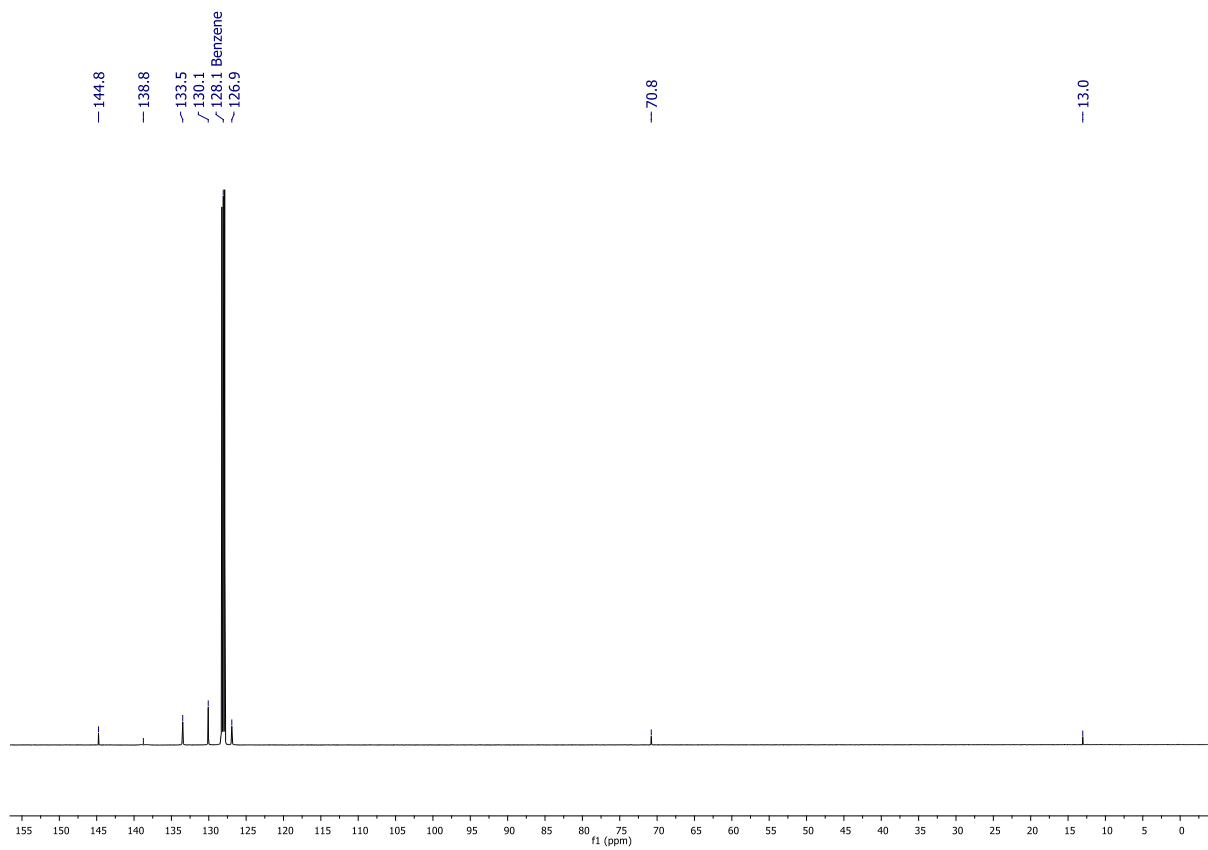


Abbildung A2: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum of **11** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

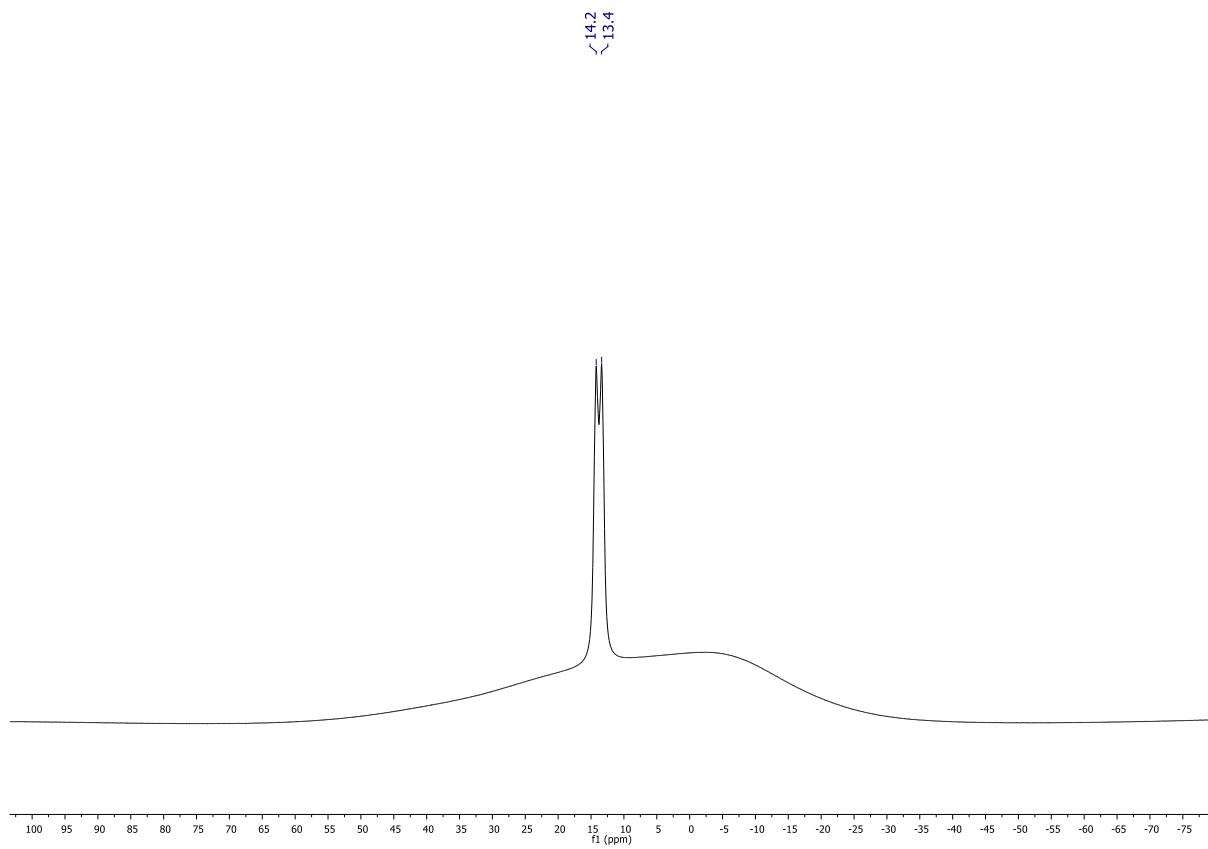


Abbildung A3: ^{11}B MR Spektrum von **11** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.2 NMR Spektren von 18

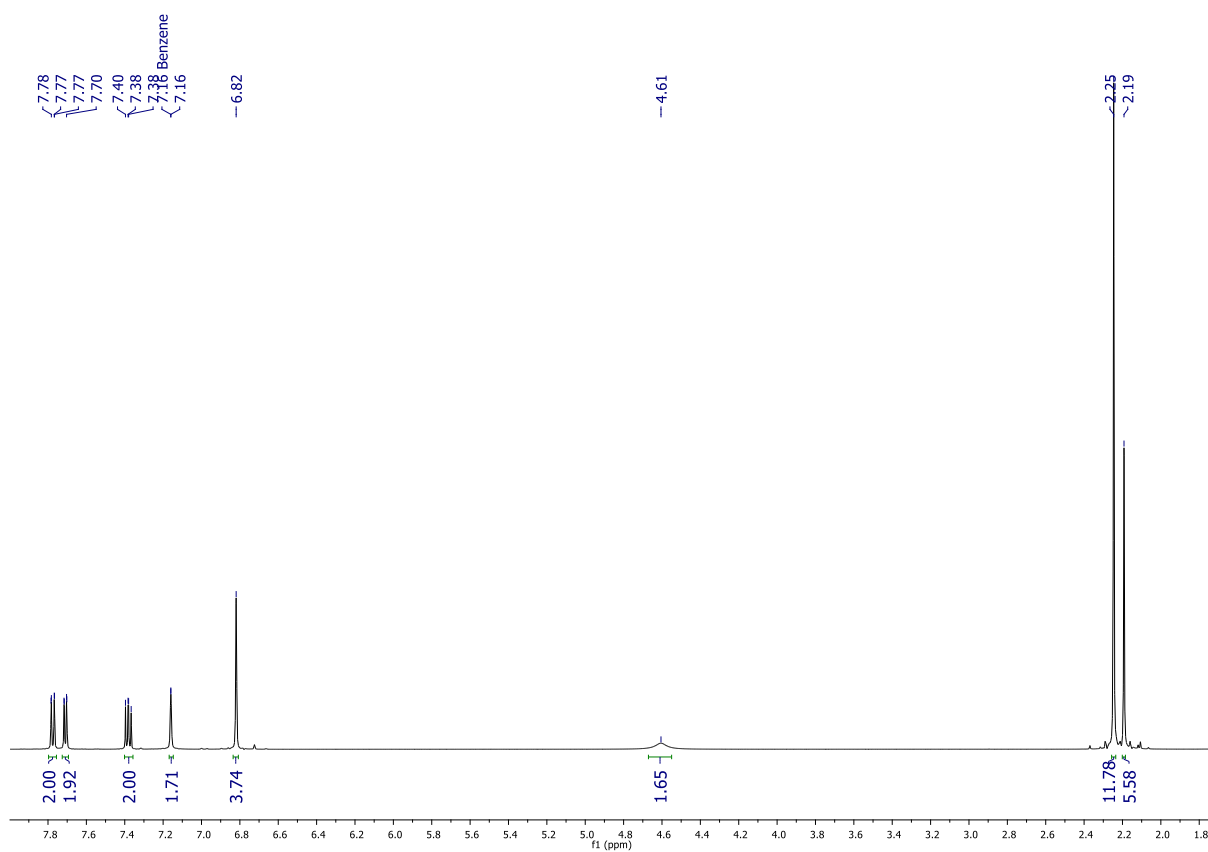


Abbildung A4: ^1H NMR Spektrum von **18** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

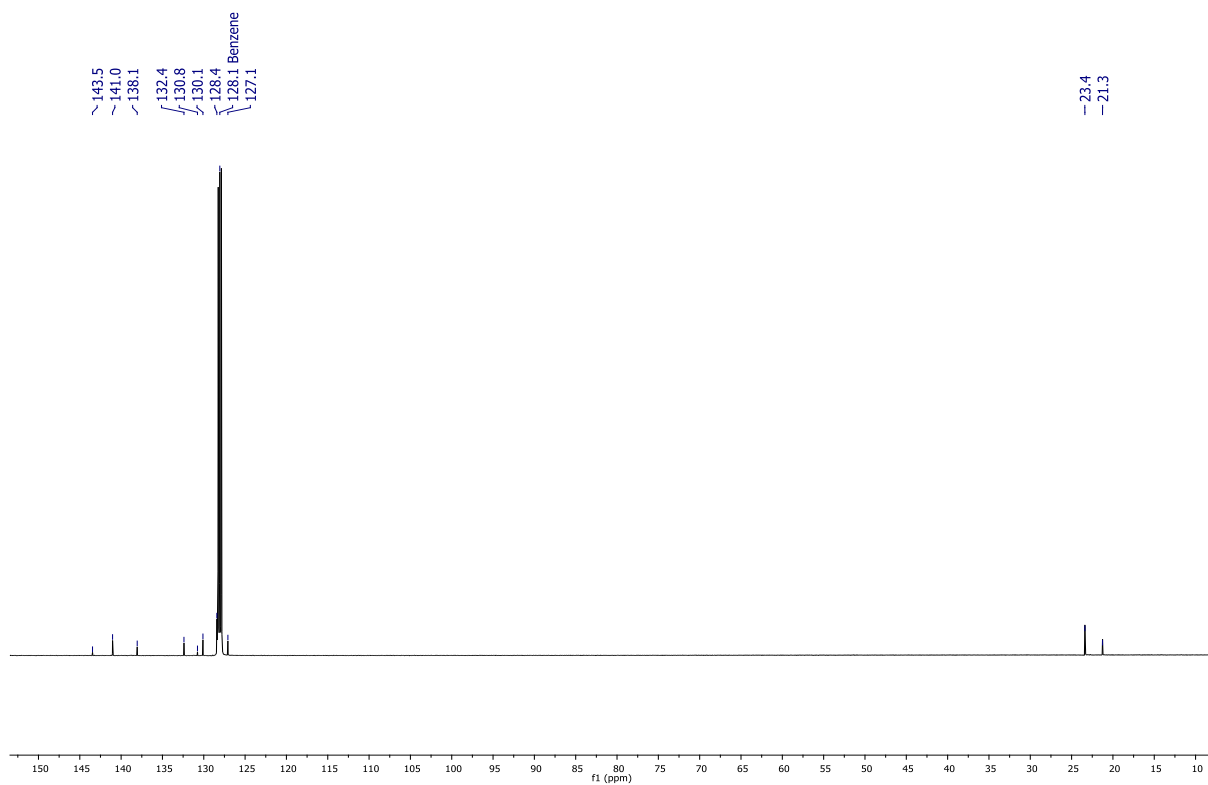


Abbildung A5: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **18** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

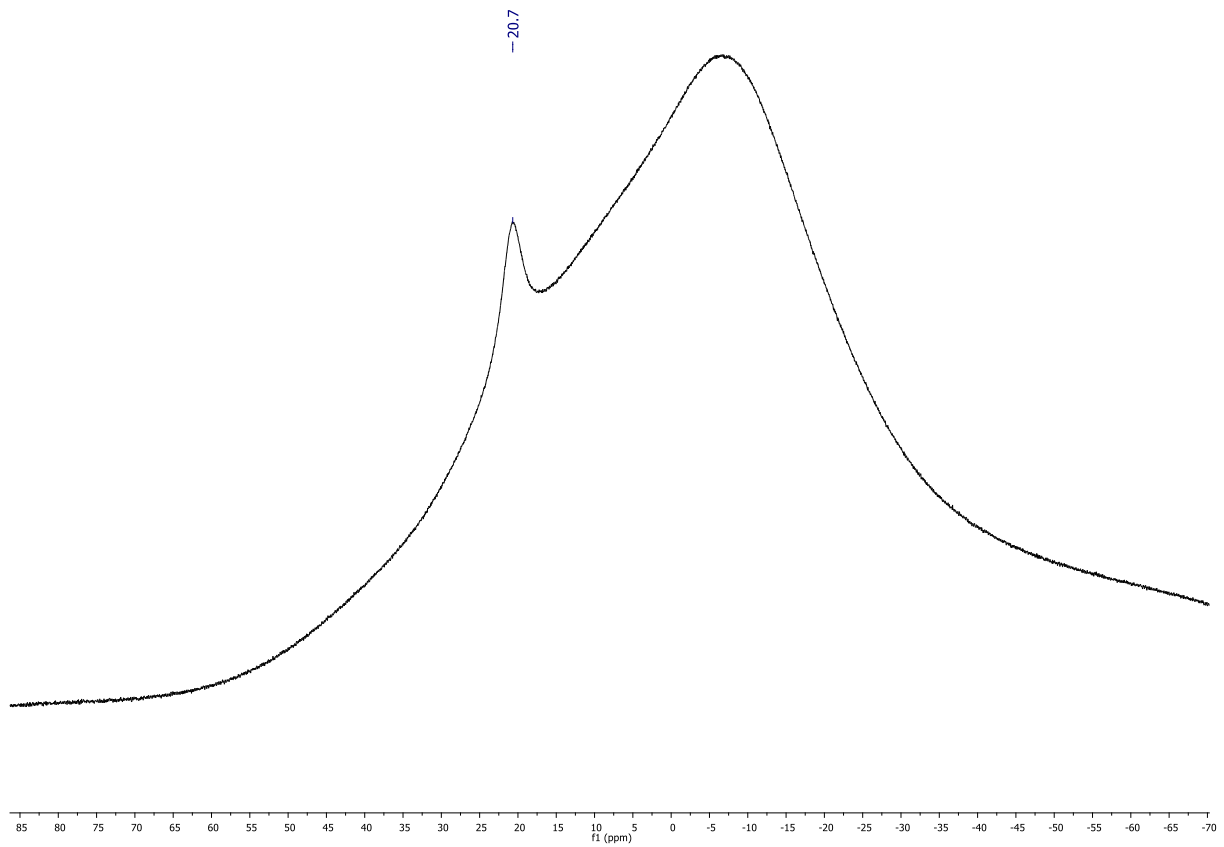


Abbildung A6: ^{11}B NMR Spektrum von **18** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.3 NMR Spektren von 21

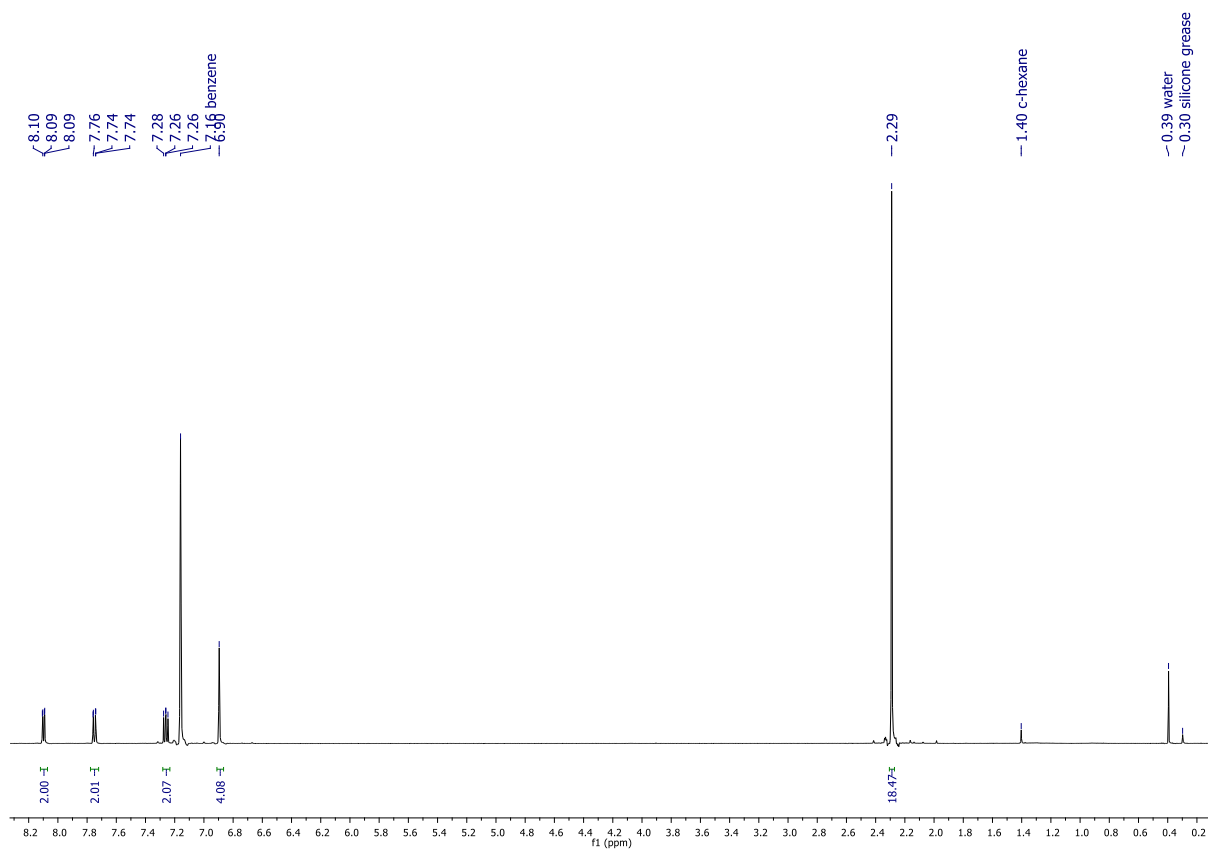


Abbildung A7: ^1H NMR Spektrum von **21** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

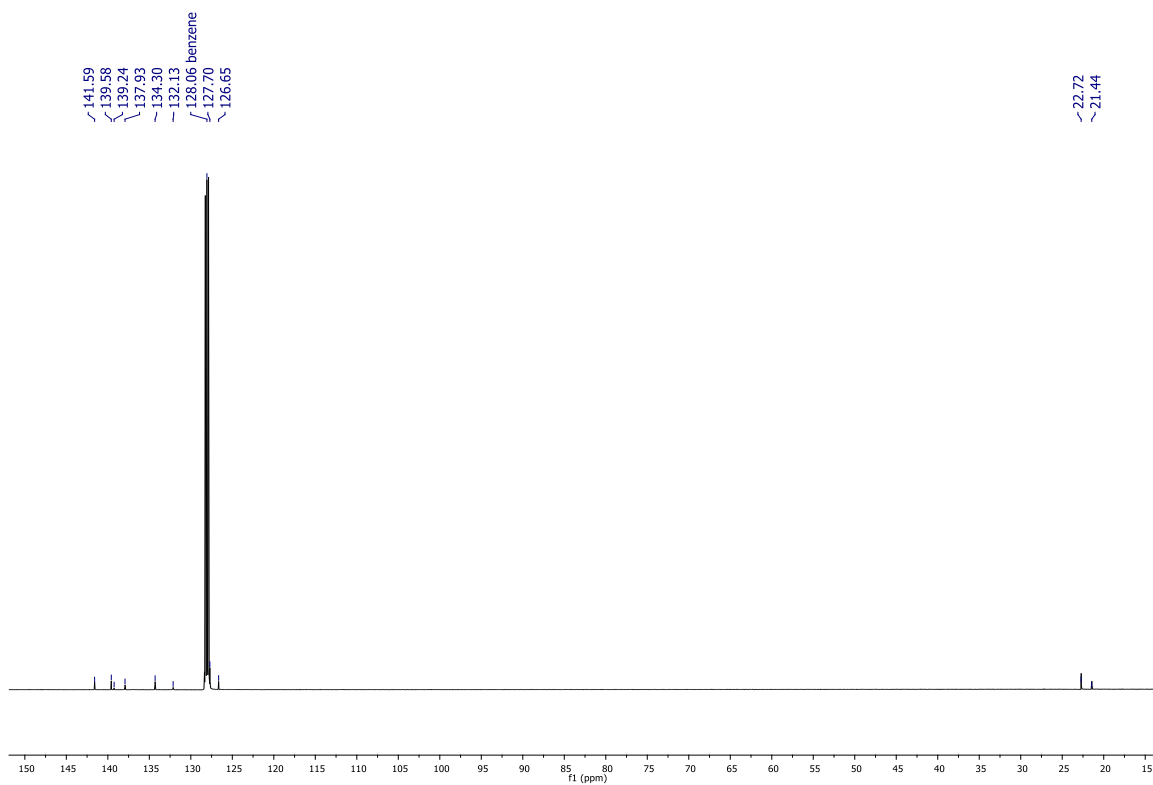


Abbildung A8: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **21** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

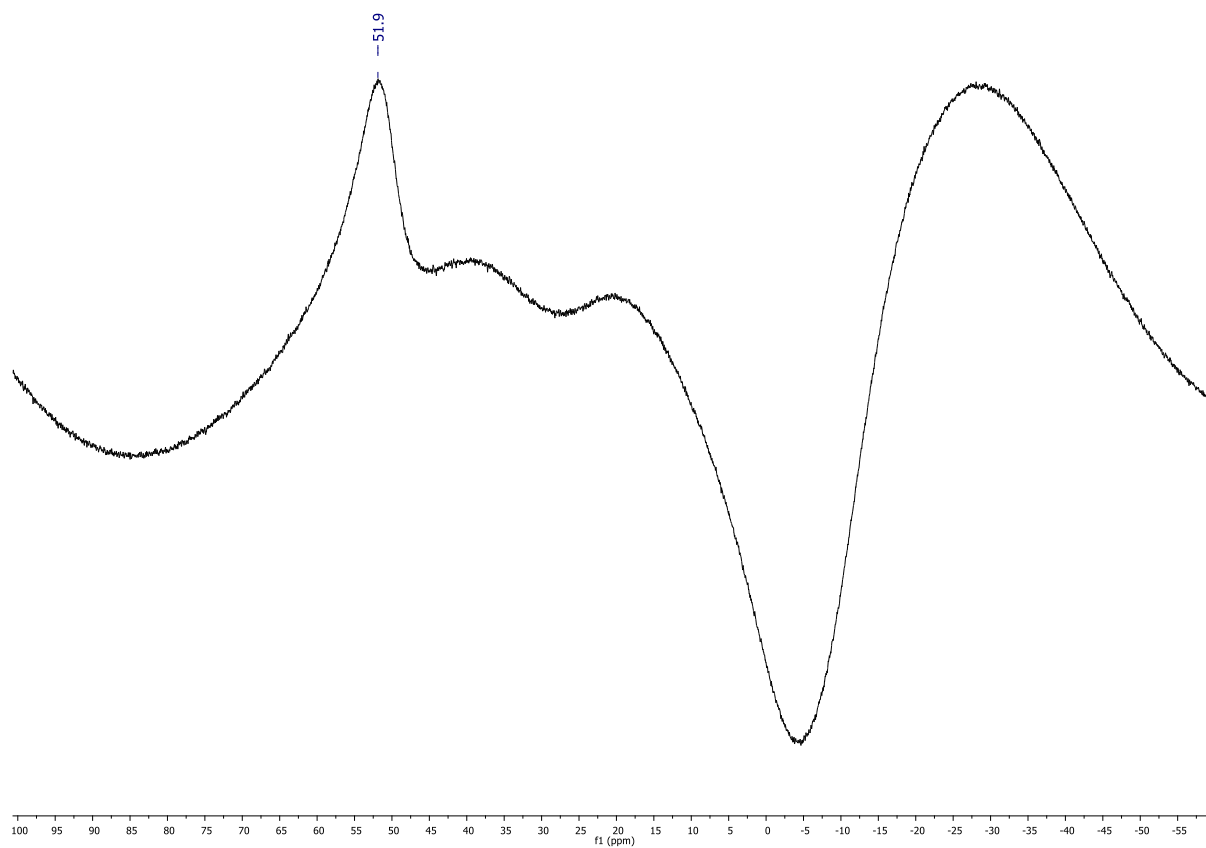


Abbildung A9: ^{11}B NMR Spektrum von **21** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.4 NMR Spektren von 22

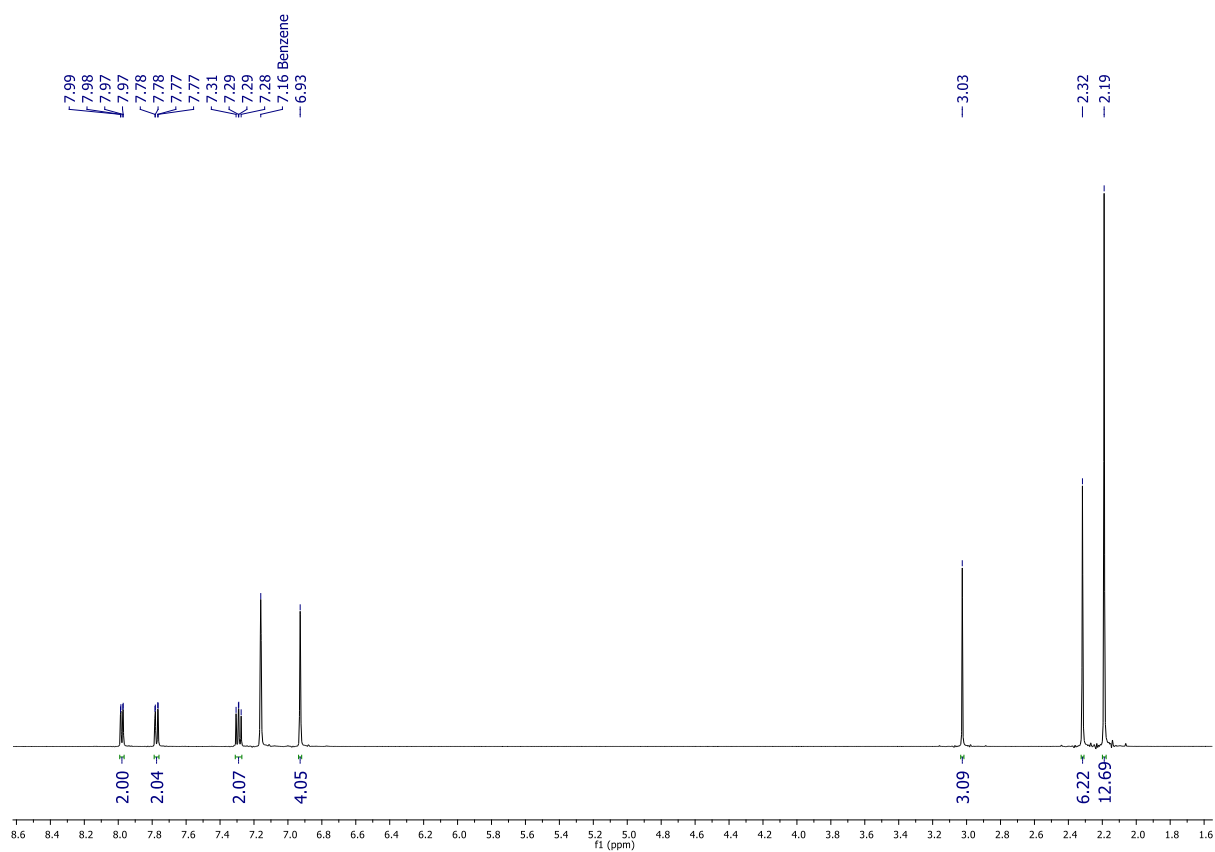


Abbildung A10: ^1H NMR Spektrum von **22** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

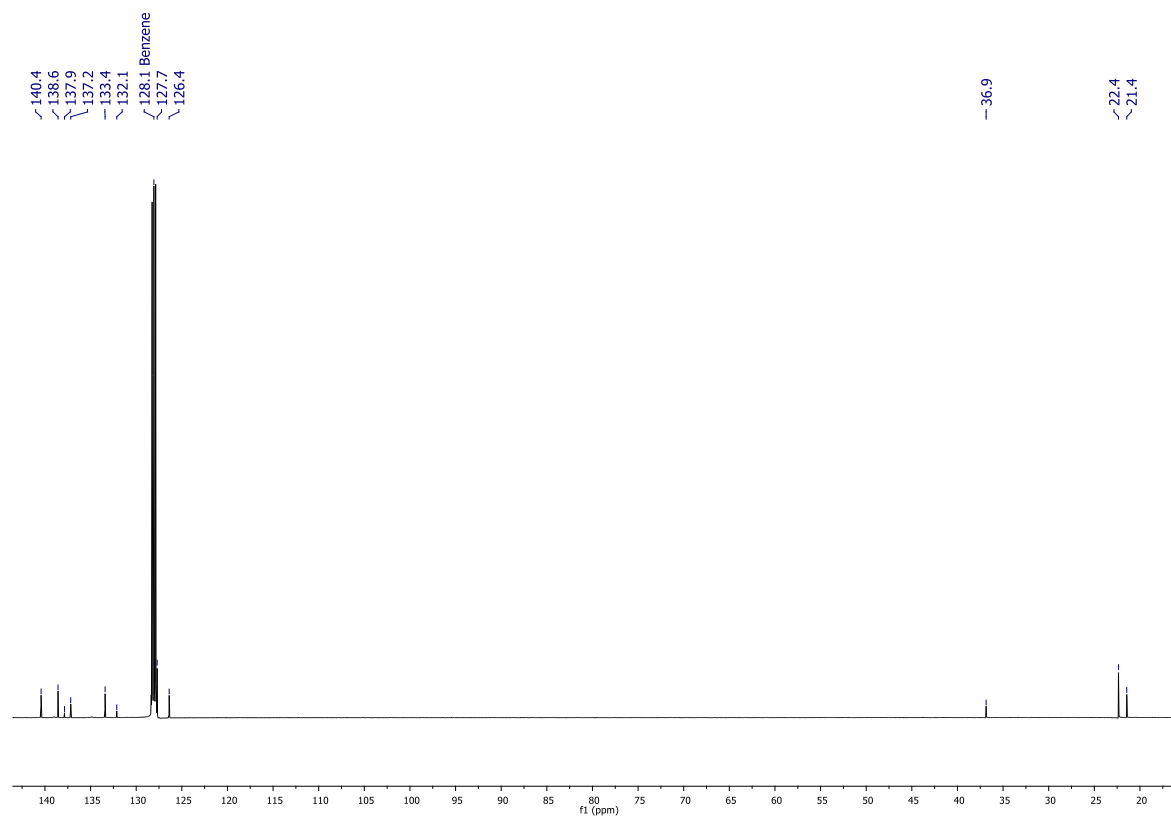


Abbildung A11: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **22** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

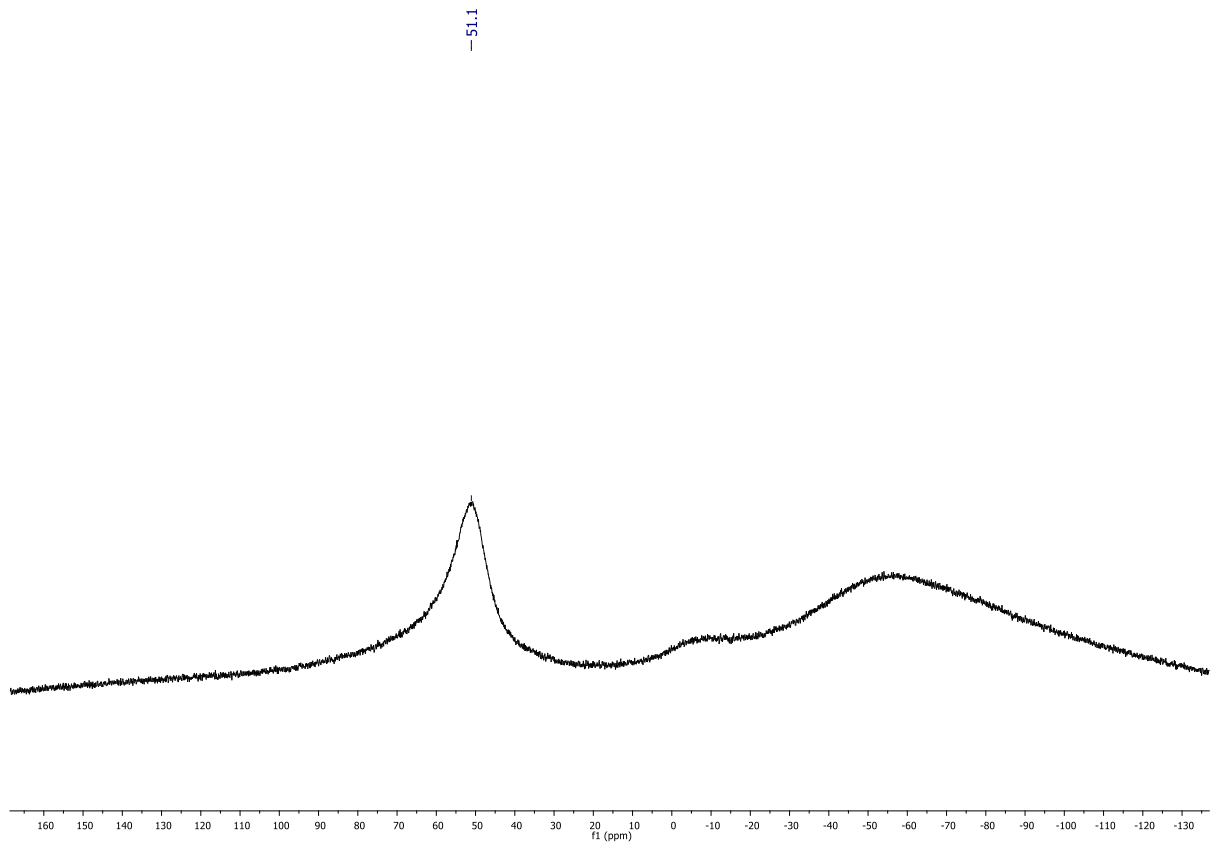


Abbildung A12: ^{11}B NMR Spektrum von **22** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.5 NMR Spektren von 23

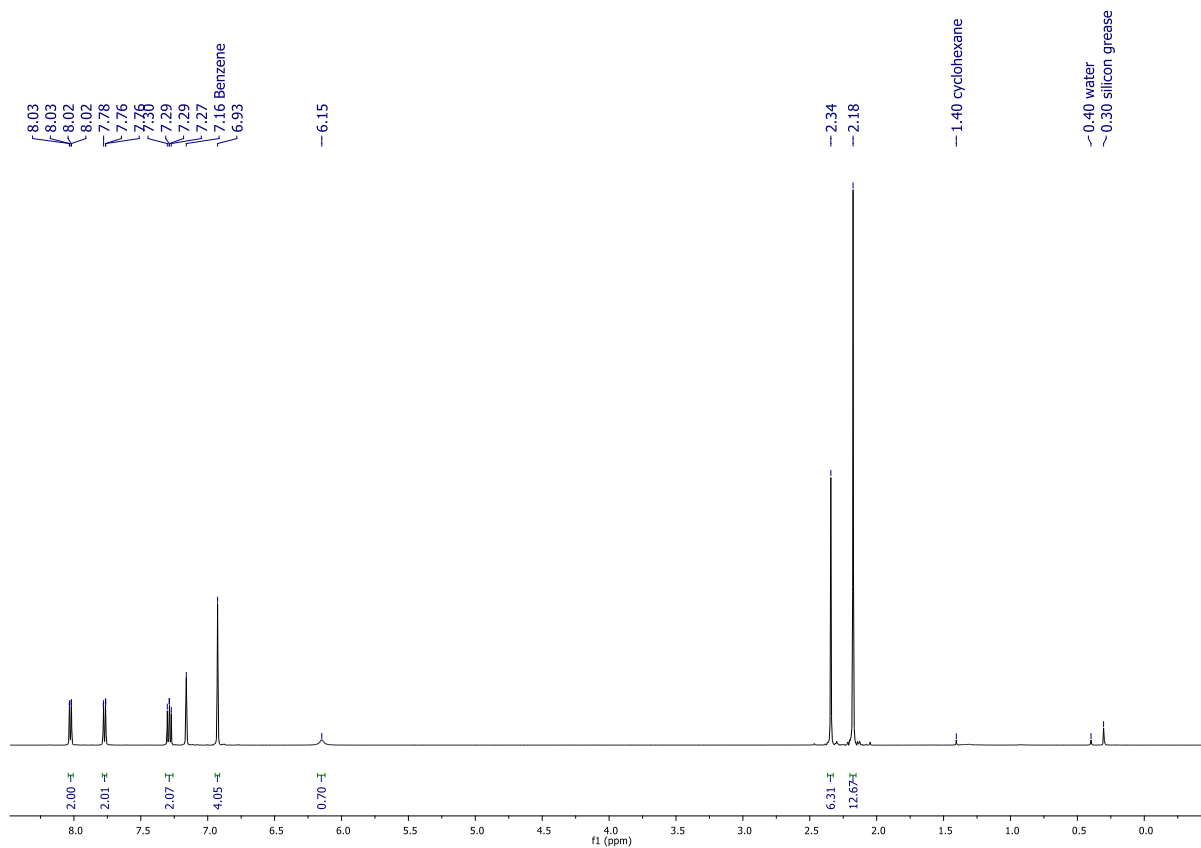


Abbildung A13: ^1H NMR Spektrum von **23** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

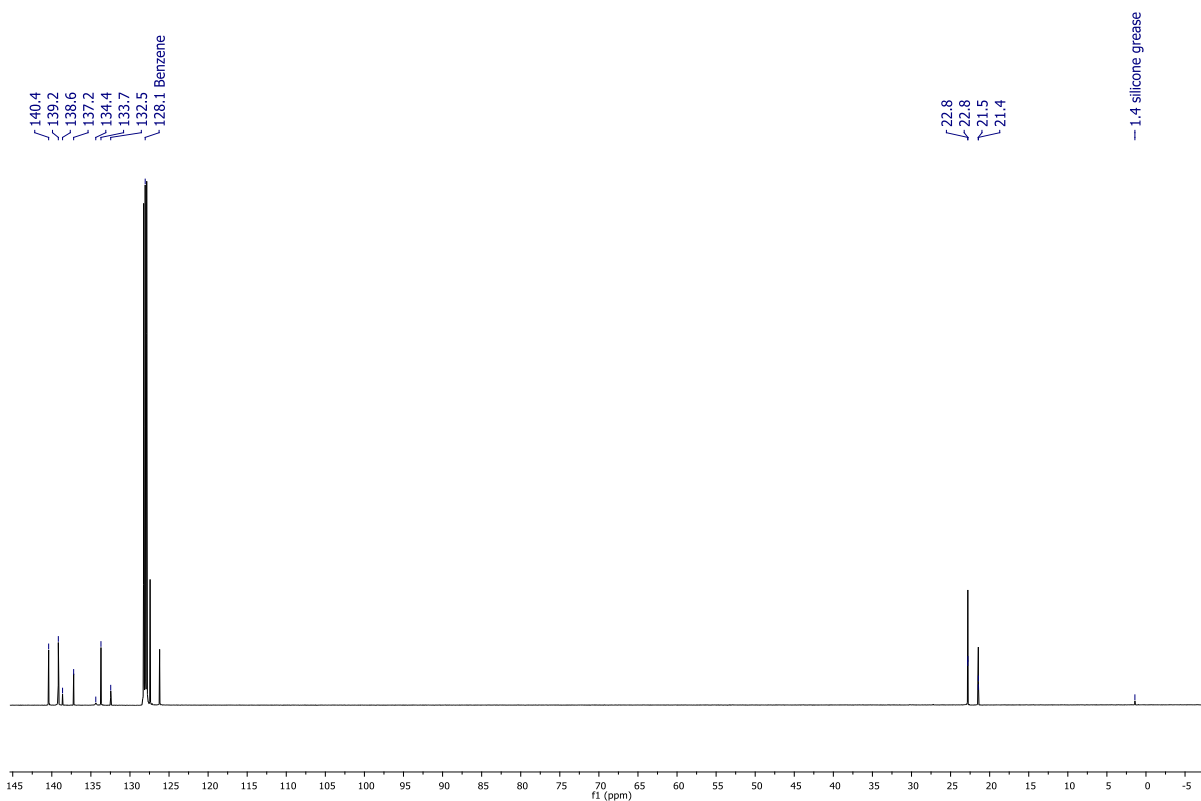


Abbildung A14: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **23** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

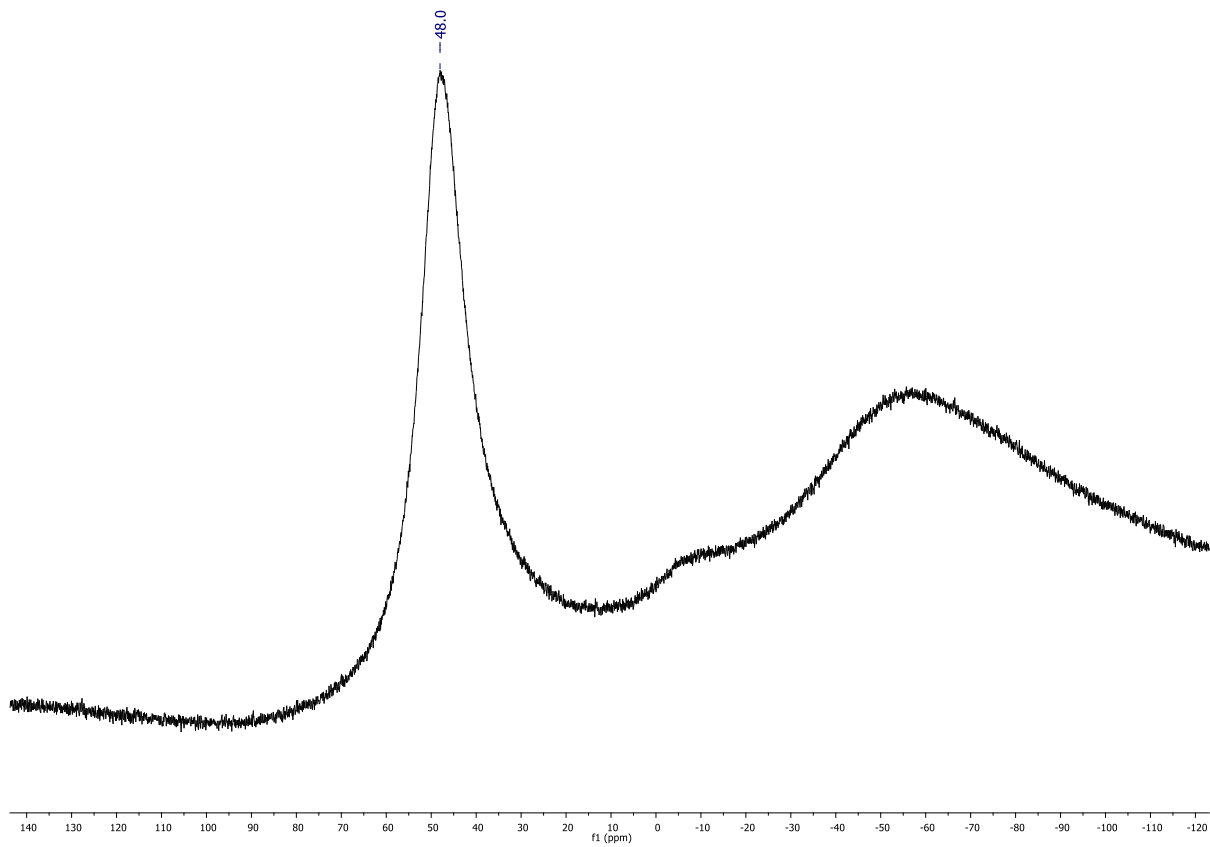


Abbildung A15: ^{11}B NMR Spektrum von **23** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.6 NMR Spektren von 24

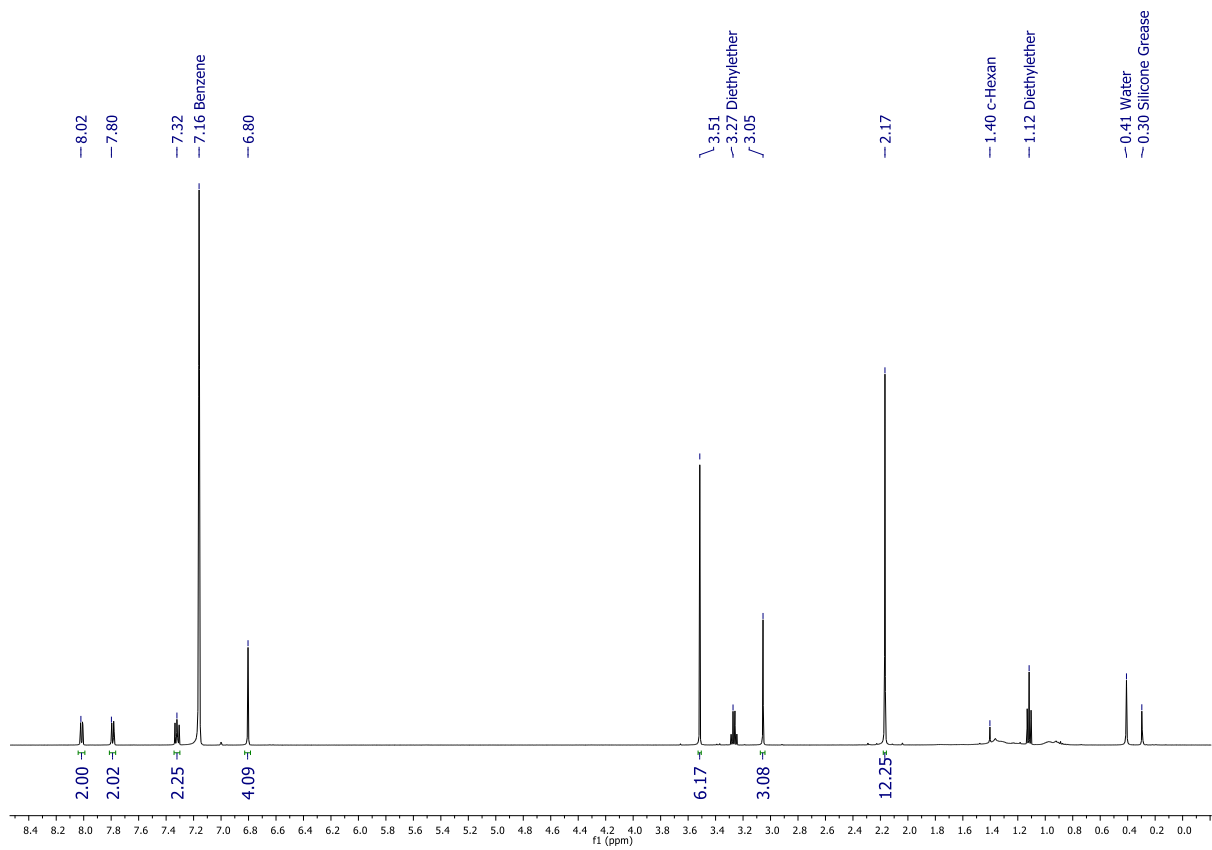


Abbildung A16: ^1H NMR Spektrum von **24** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

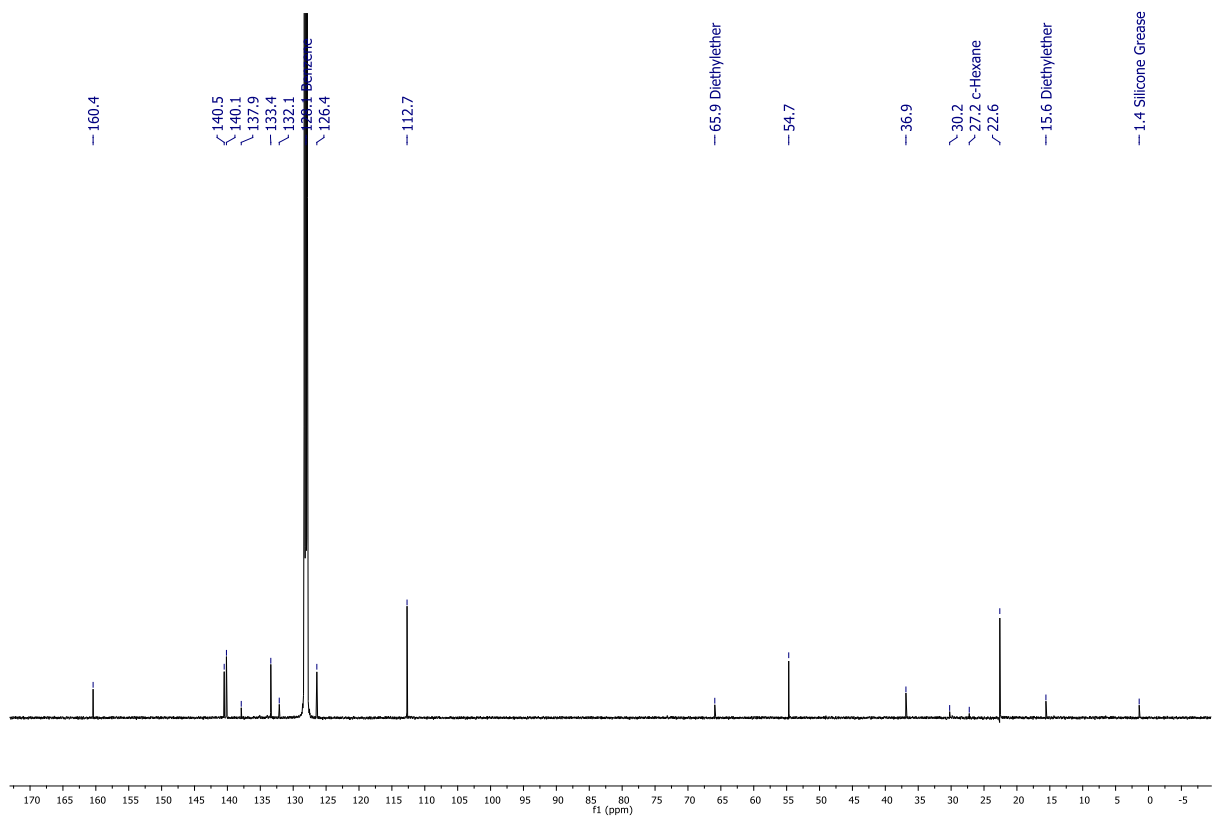


Abbildung A17: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **24** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

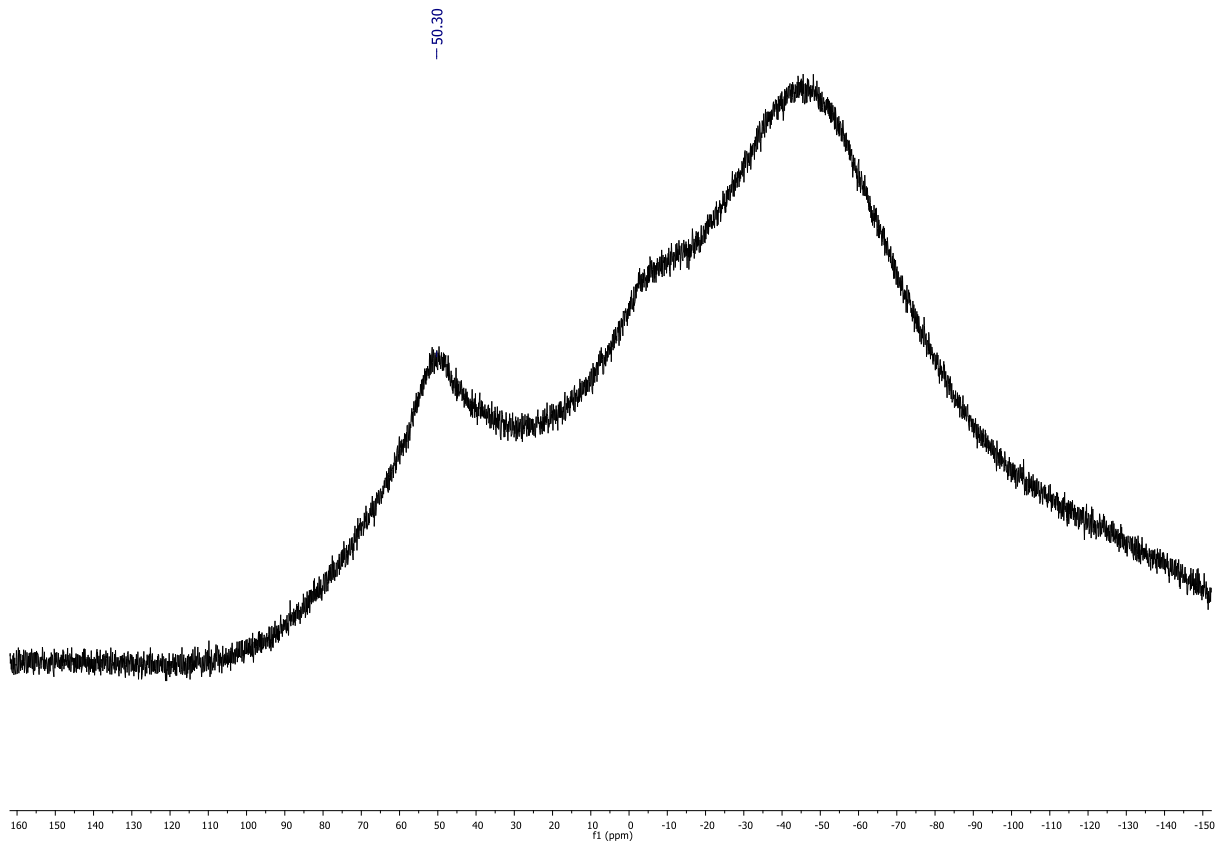


Abbildung A18: ^{11}B NMR Spektrum von **24** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.7 NMR Spektren von 25

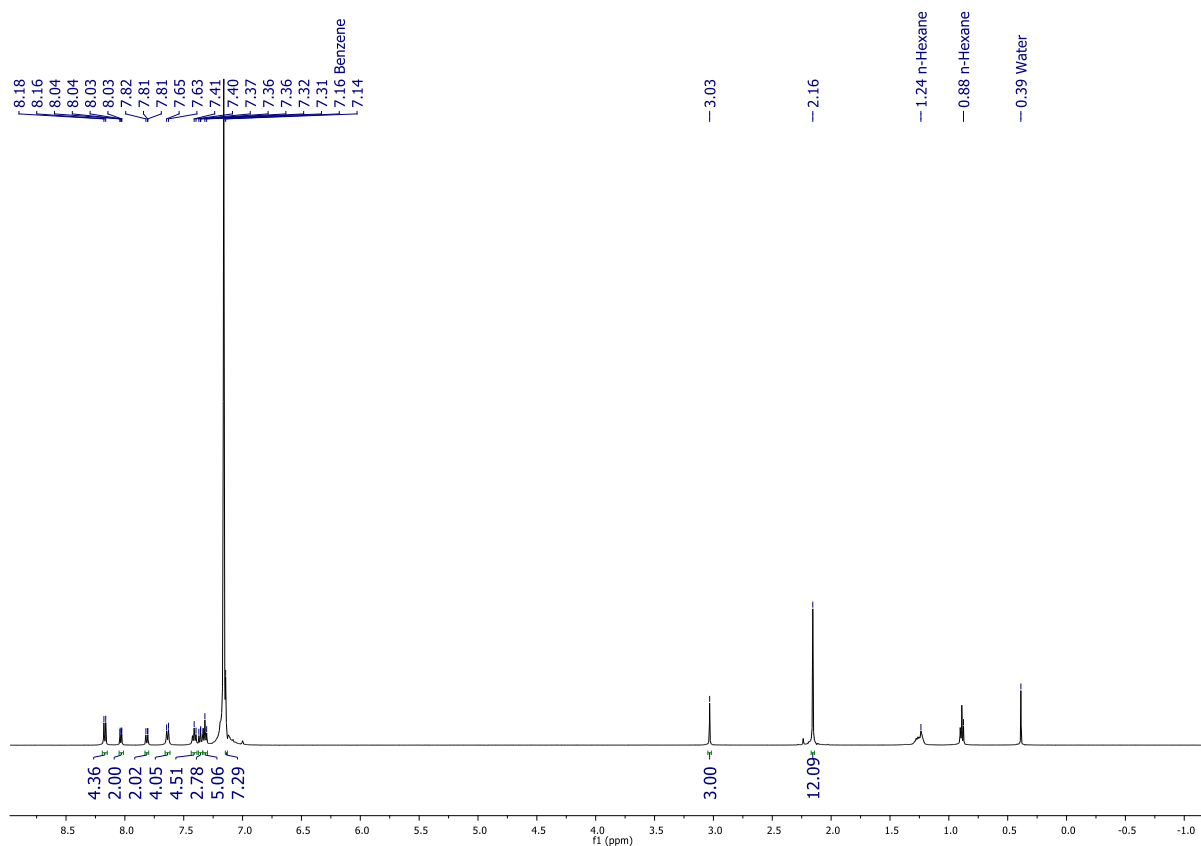


Abbildung A19: ^1H NMR Spektrum von **25** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

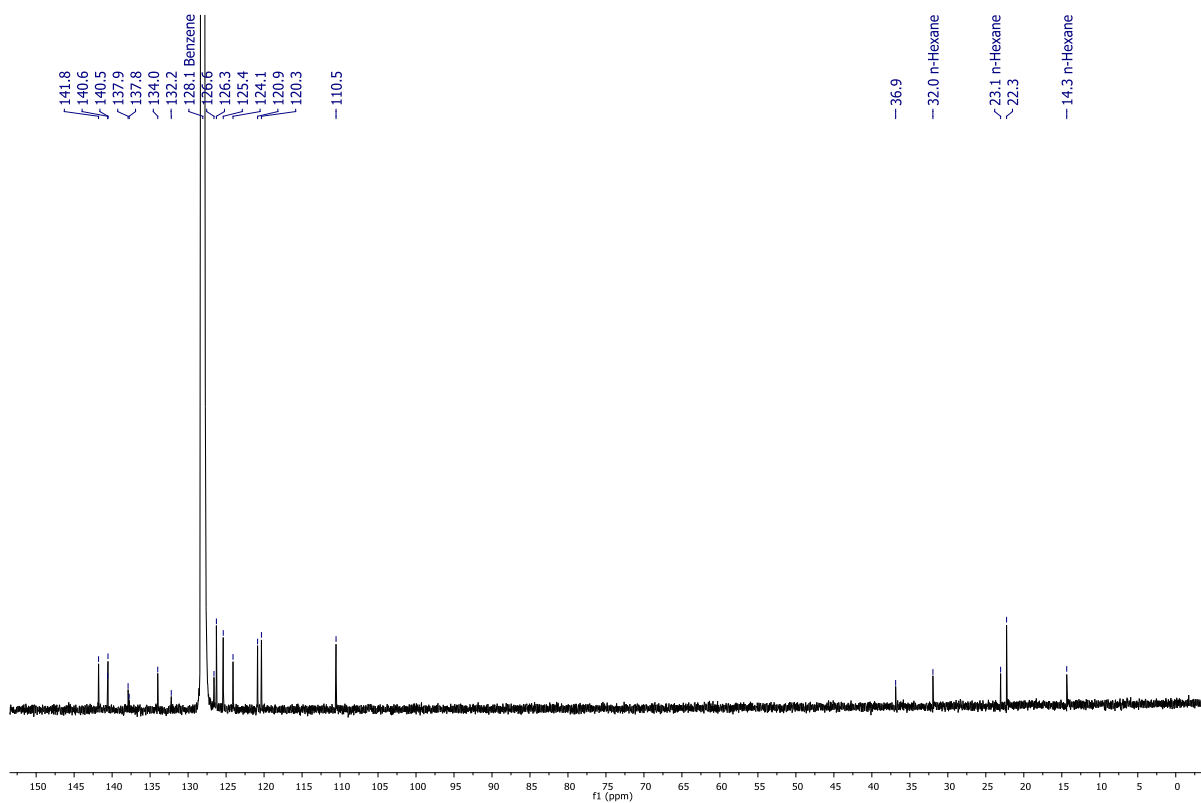


Abbildung A20: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR Spektrum von **25** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

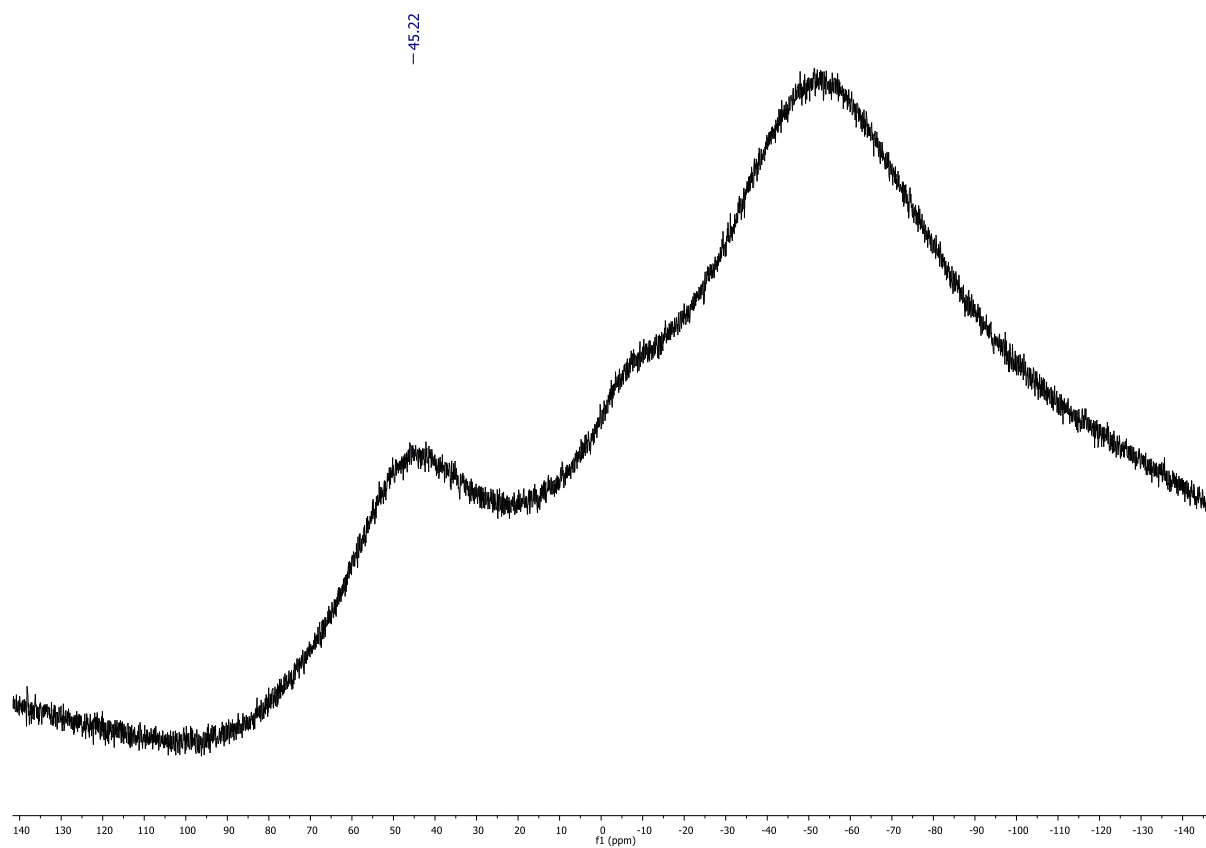


Abbildung A21: ^{11}B -NMR Spektrum von **25** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.8 NMR Spektren von 26

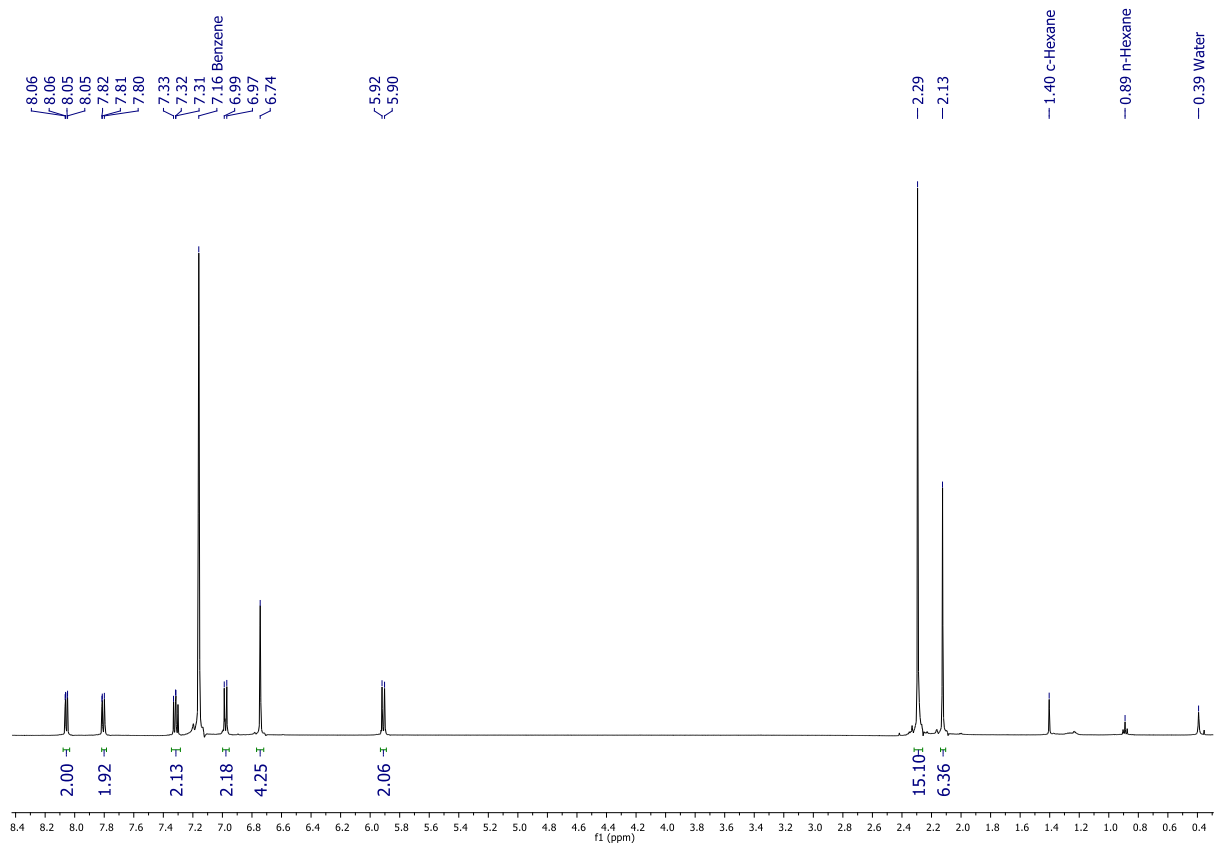


Abbildung A22: ^1H NMR Spektrum von **26** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

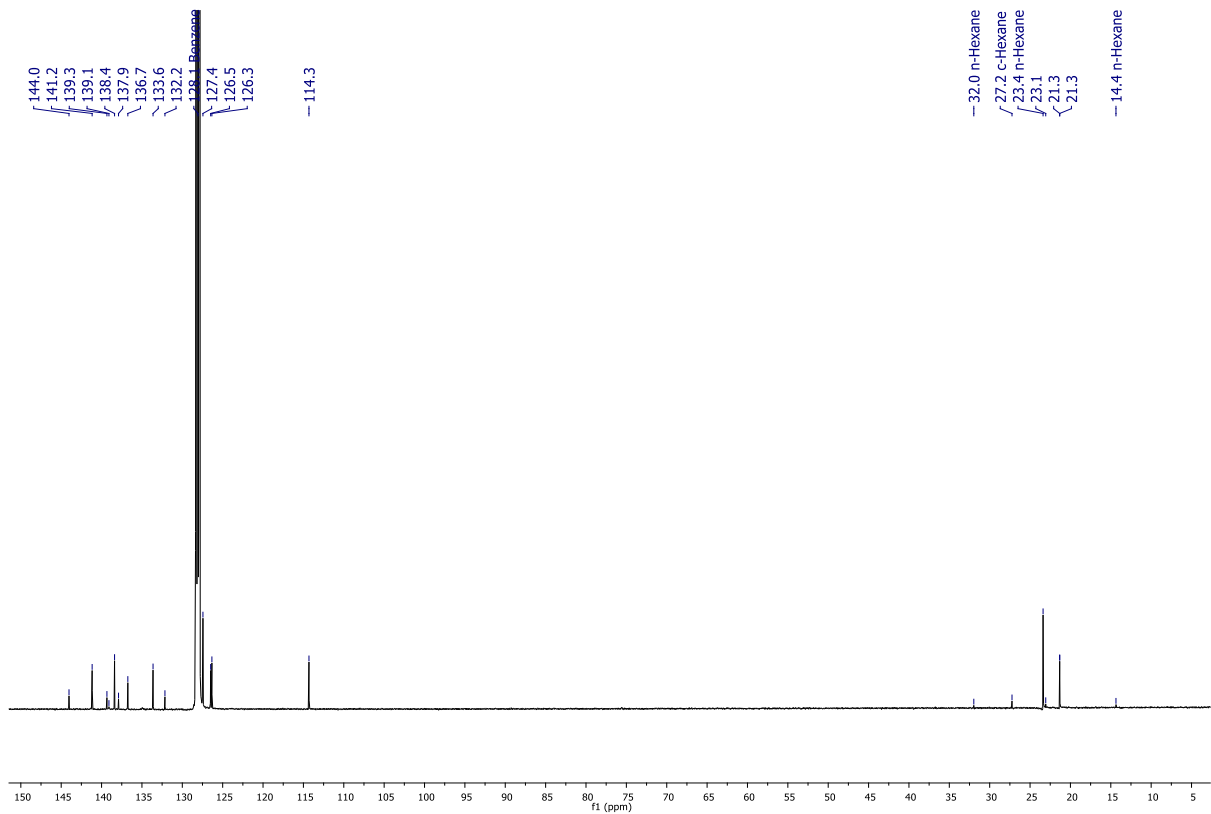


Abbildung A23: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **26** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

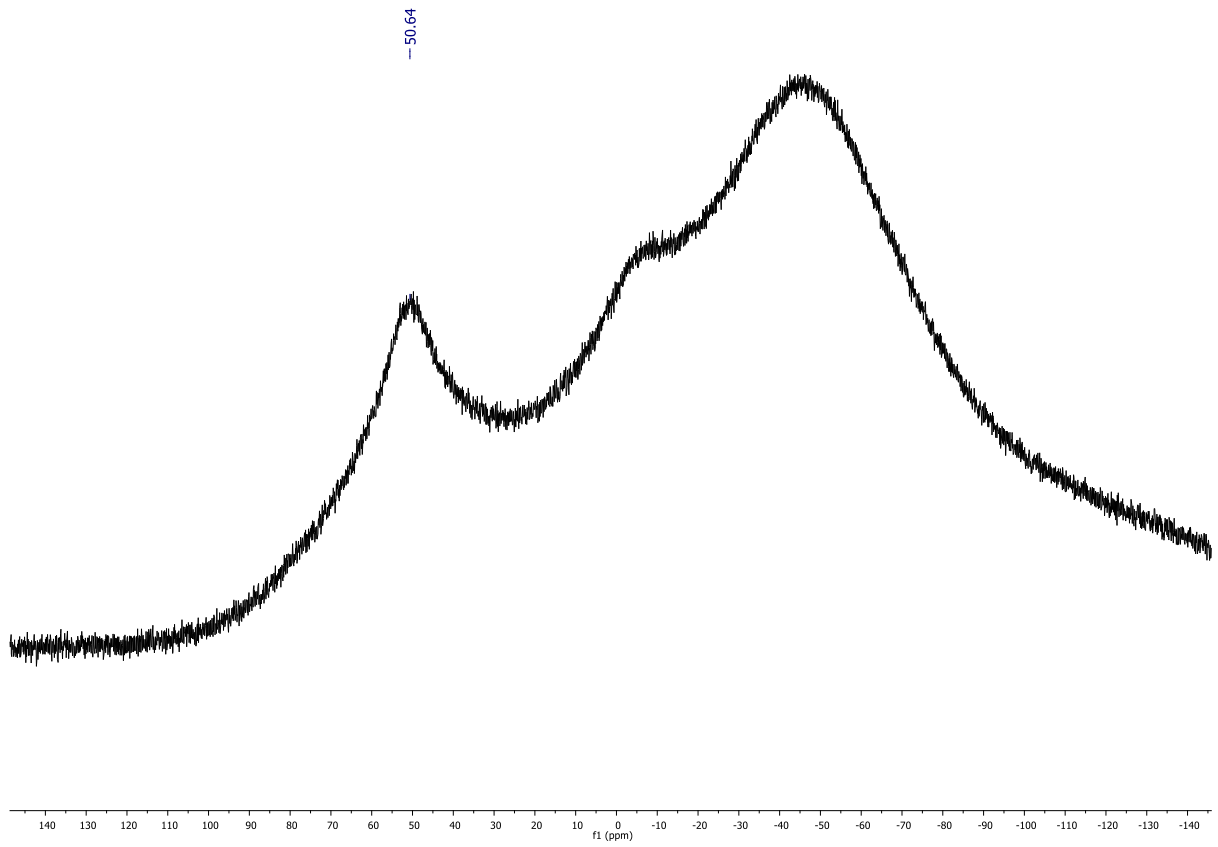


Abbildung A24: ^{11}B NMR Spektrum von **26** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.9 NMR Spektren von 27

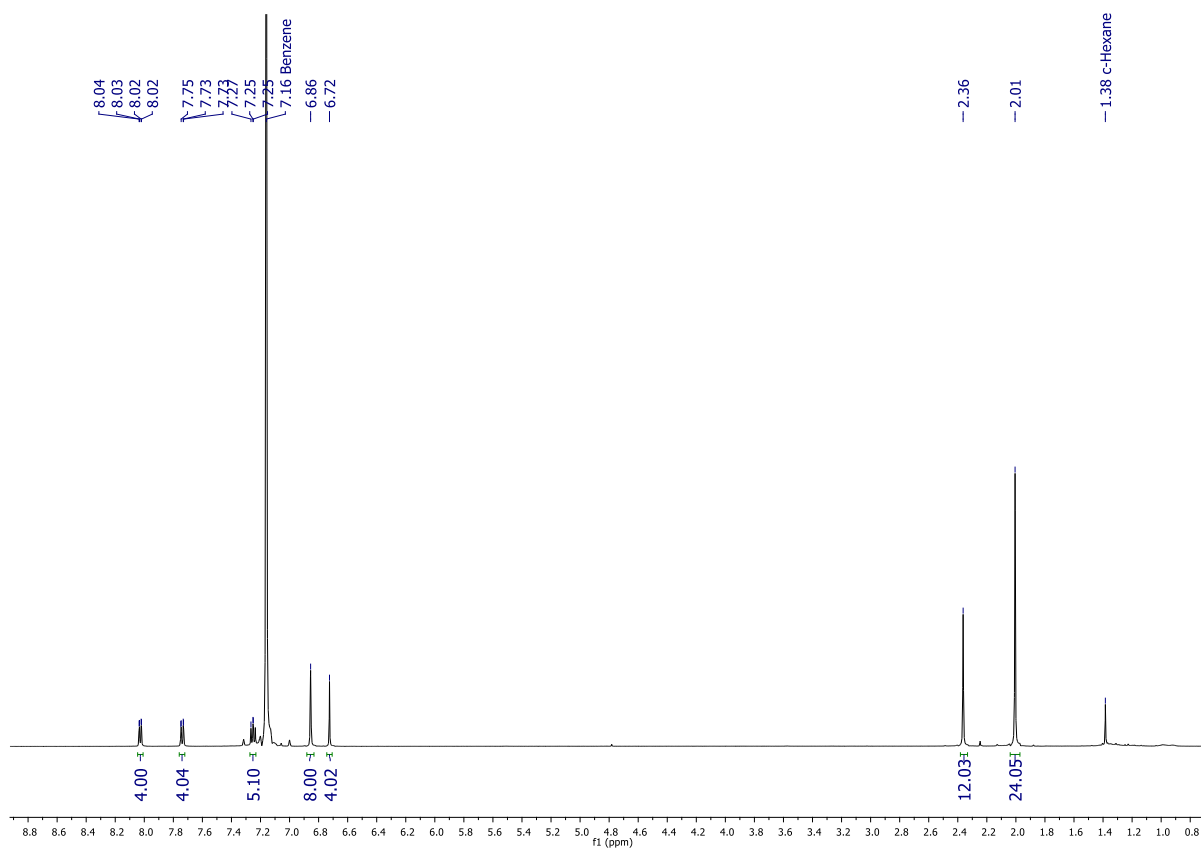


Abbildung A25: ¹H NMR Spektrum von 27 (C₆D₆, 500.2 MHz).

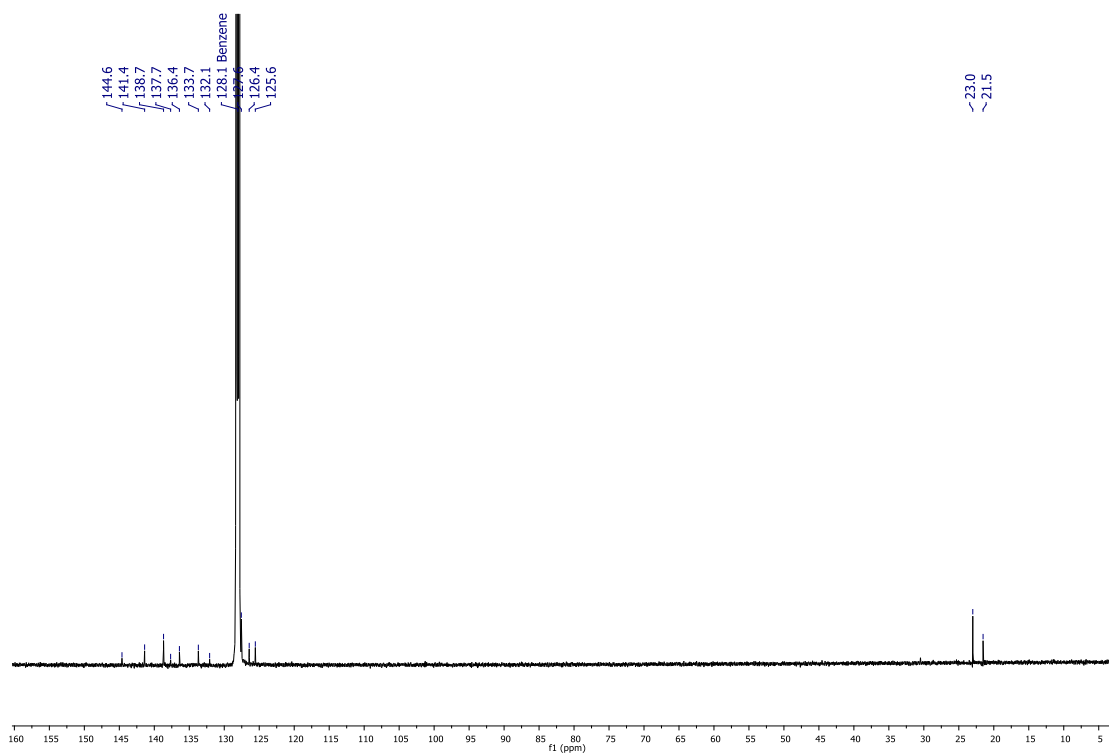


Abbildung A26: ¹³C{¹H} NMR Spektrum von 27 (C₆D₆, 125.8 MHz).

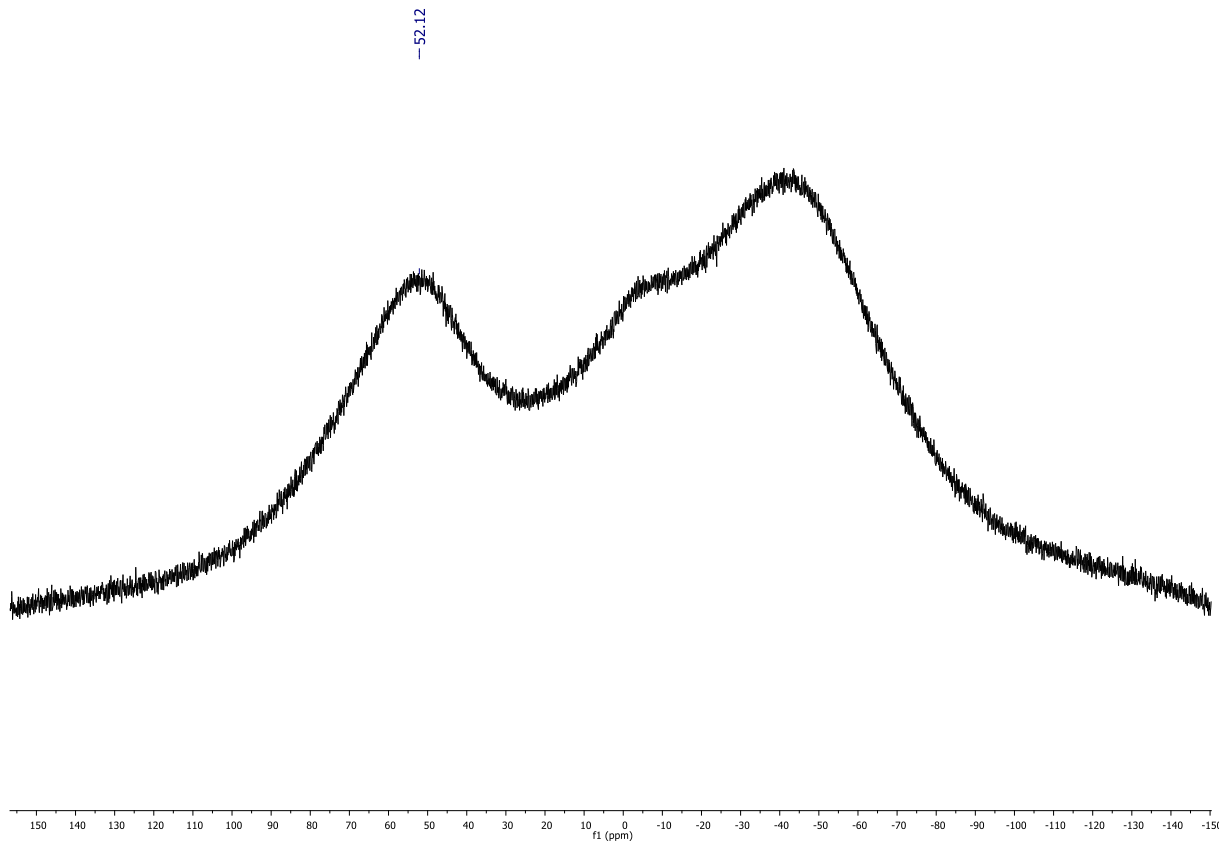


Abbildung A27: ^{11}B NMR Spektrum von **27** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.10 NMR Spektren von 28

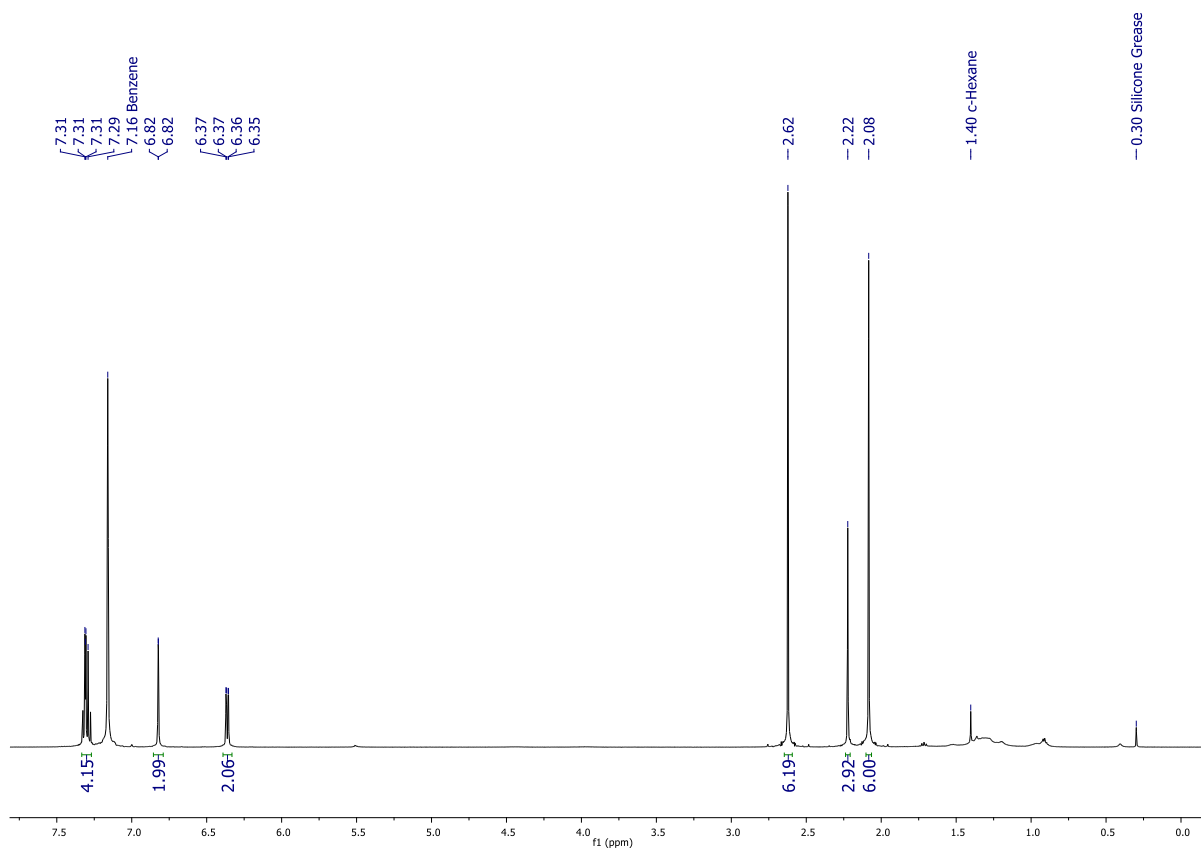


Abbildung A28: ^1H NMR Spektrum von **28** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

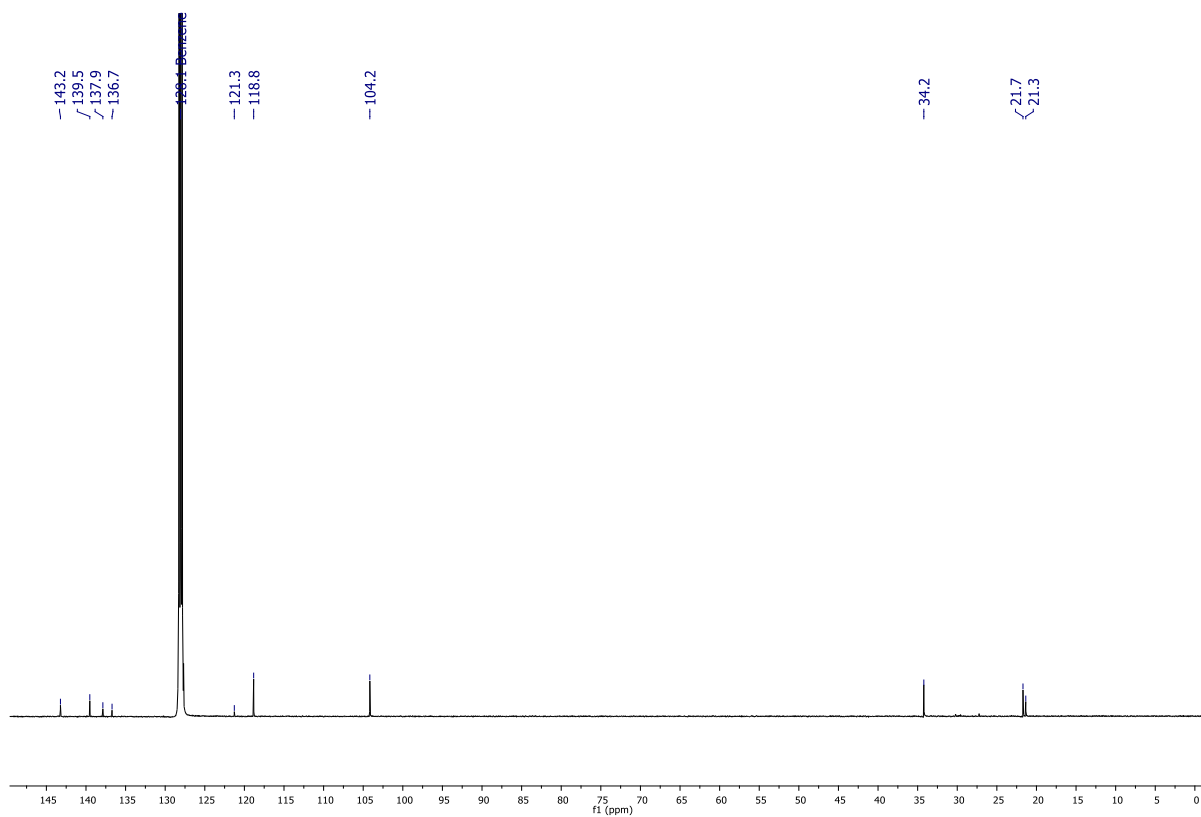


Abbildung A29: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ -NMR Spektrum von **28** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

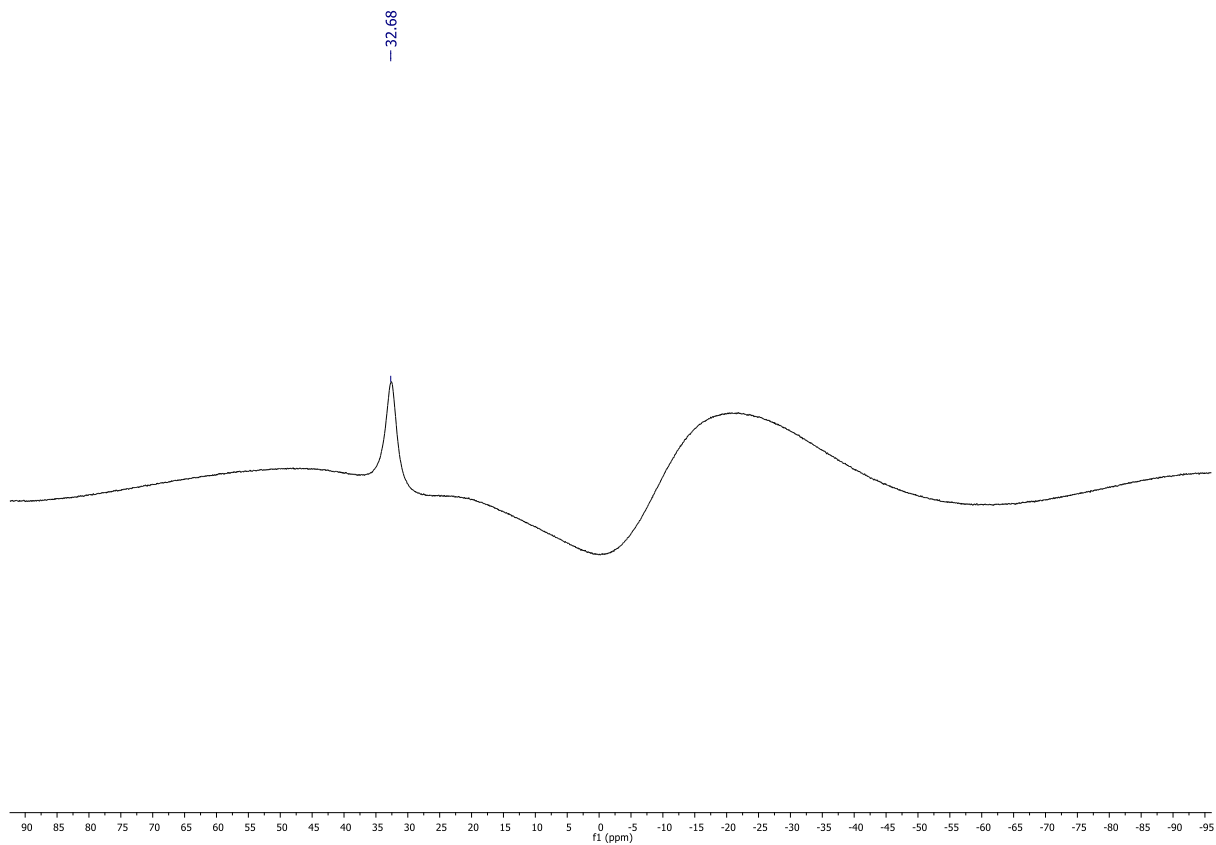


Abbildung A30: ^{11}B NMR Spektrum von **28** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.11 NMR Spektren von 30

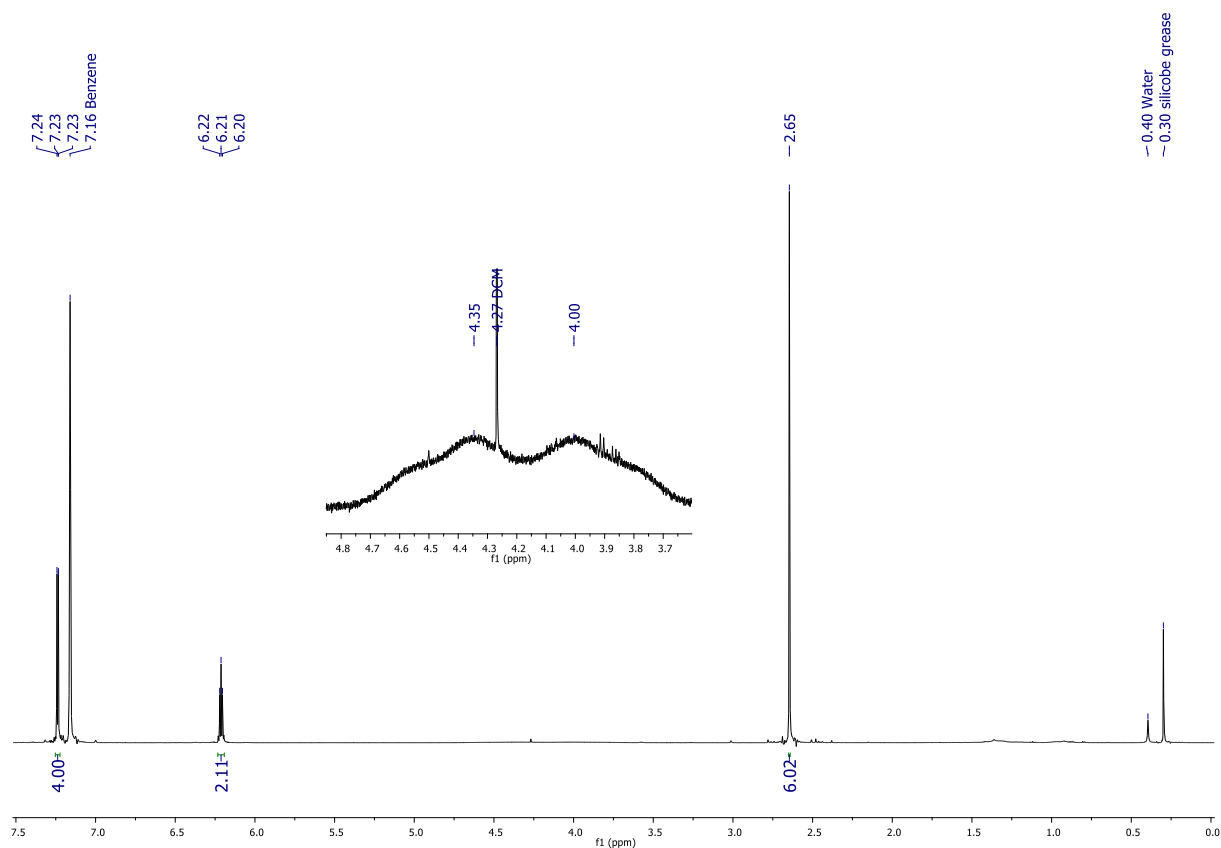


Abbildung A31: ^1H NMR Spektrum von **30** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

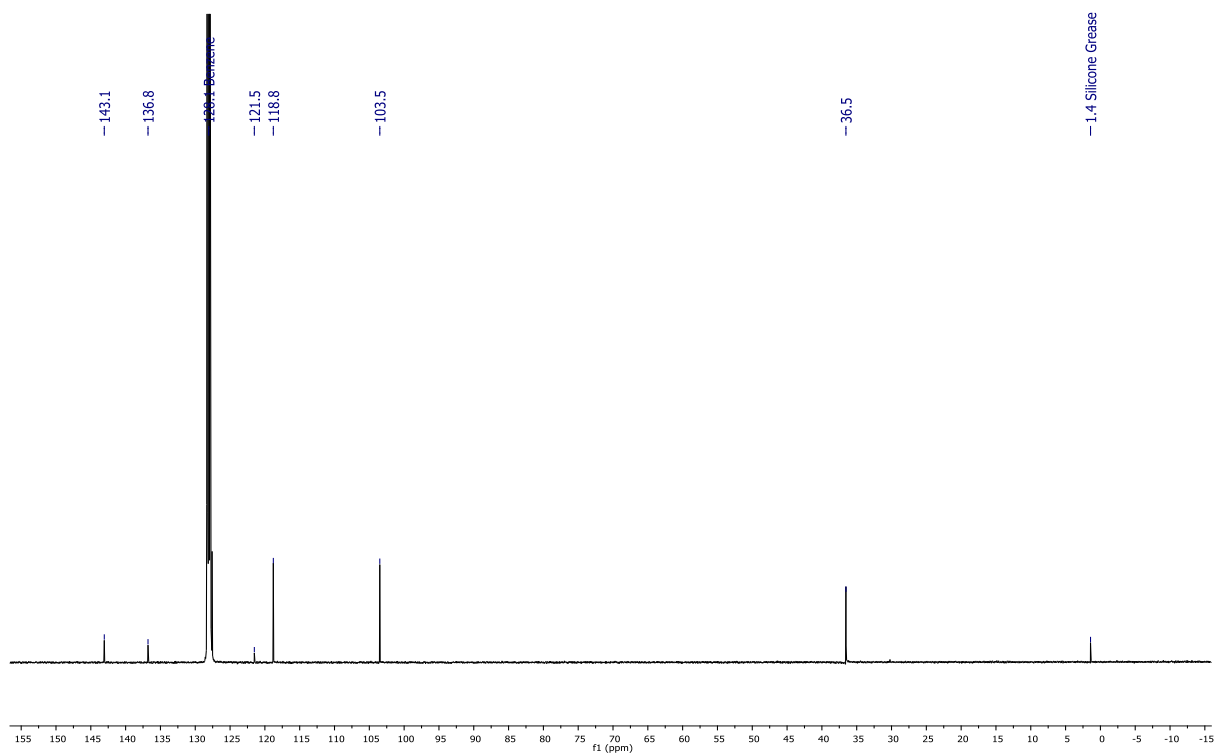


Abbildung A32: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **30** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

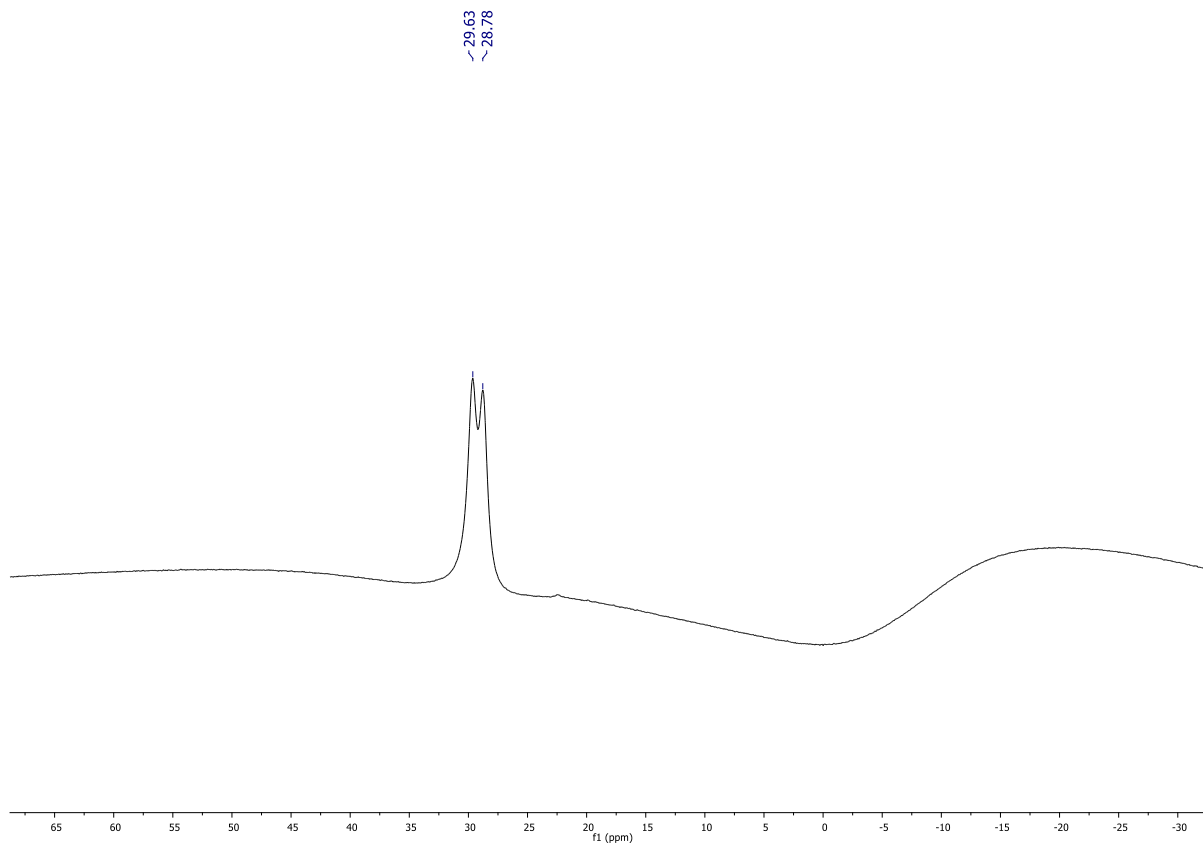


Abbildung A33: ^{11}B NMR Spektrum von **30** (C_6D_6 , 96.3 MHz).

7.1.12 NMR Spektren von 31

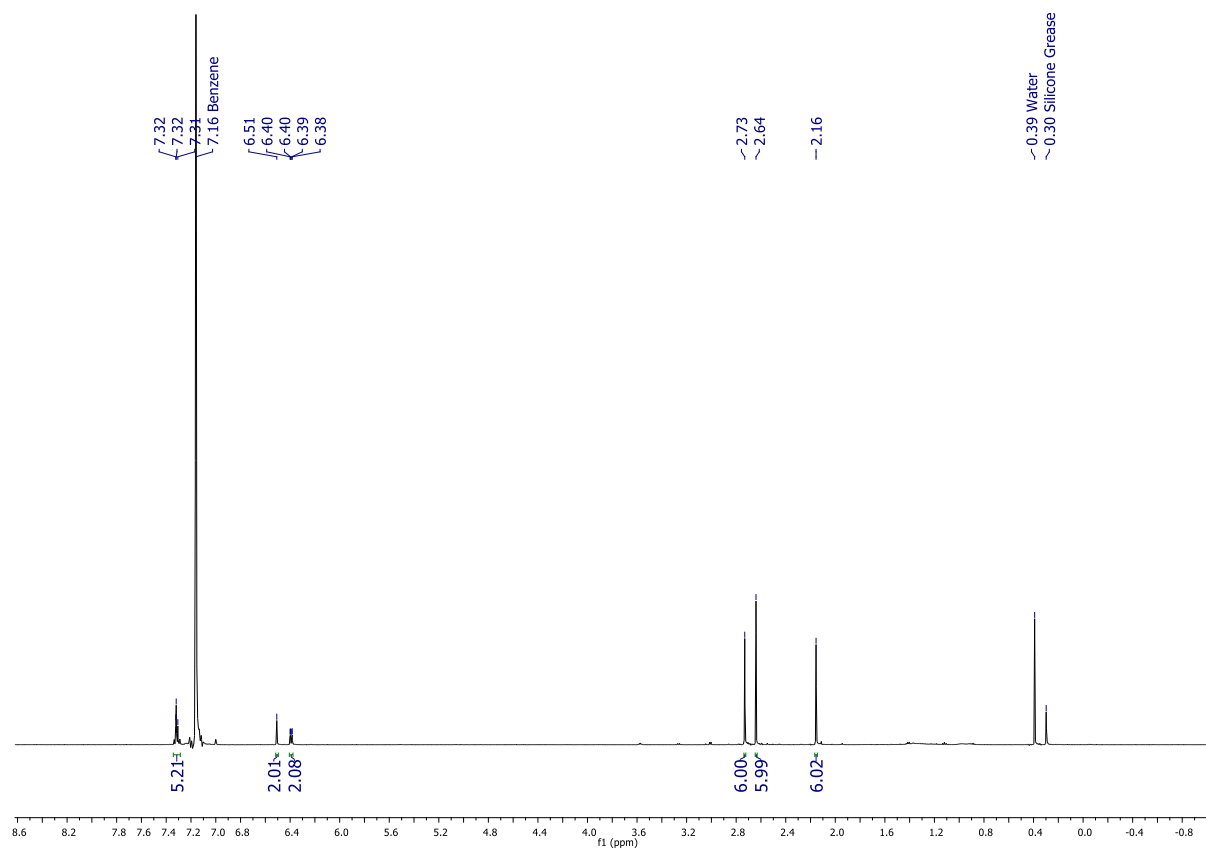


Abbildung A34: ^1H NMR Spektrum von **31** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

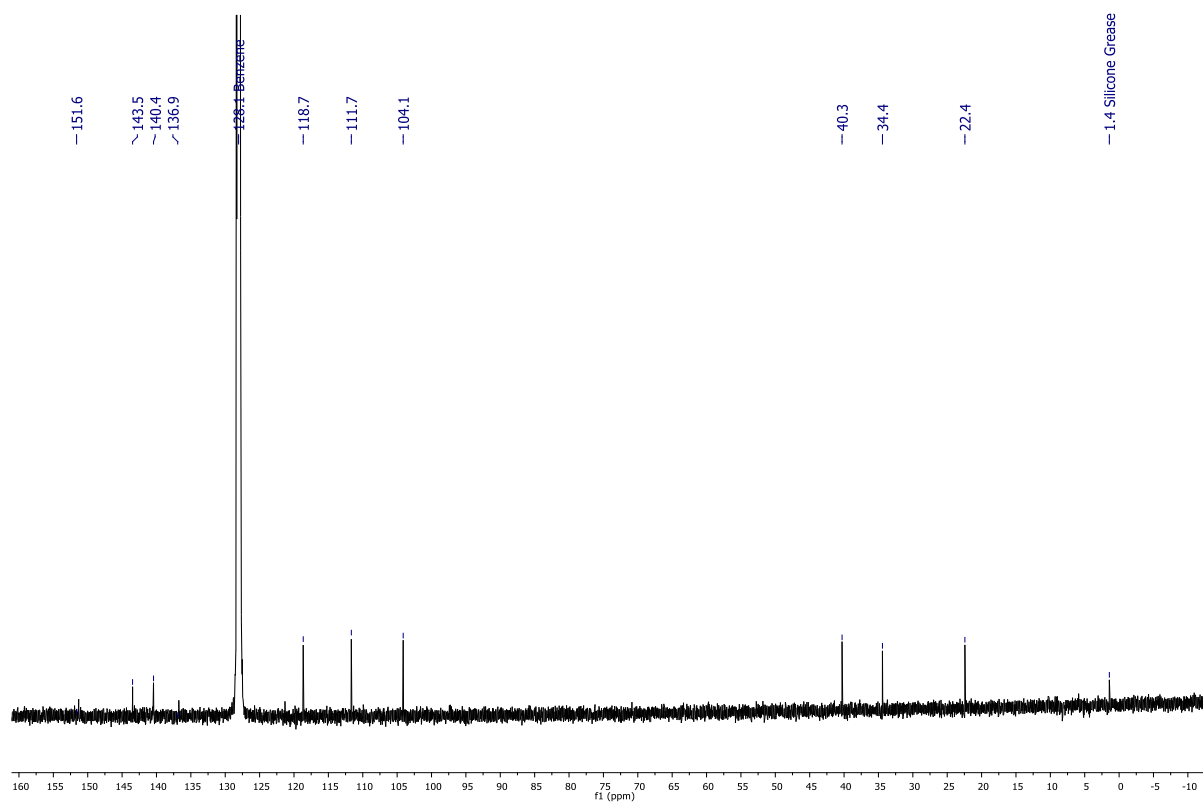


Abbildung A35: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **31** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

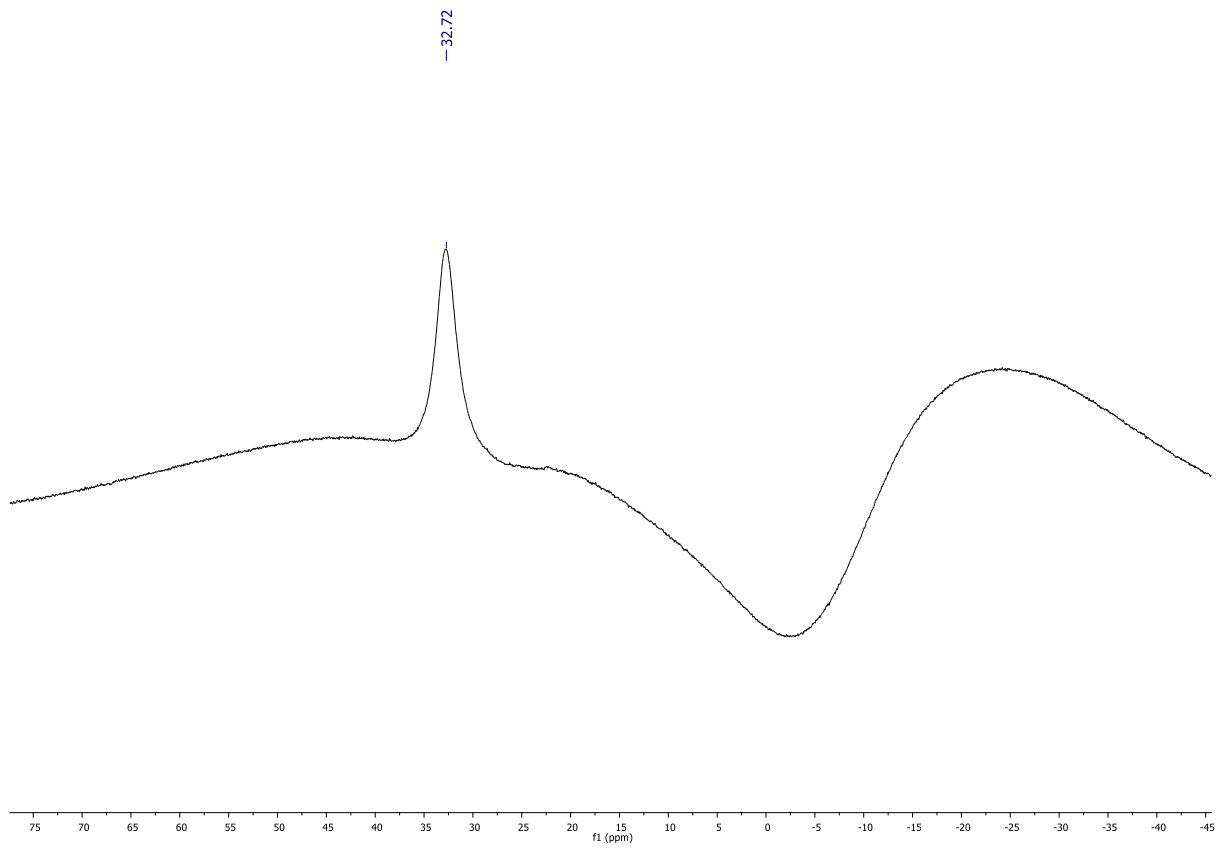


Abbildung A36: ^{11}B NMR Spektrum von **31** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.13 NMR Spektren von 12

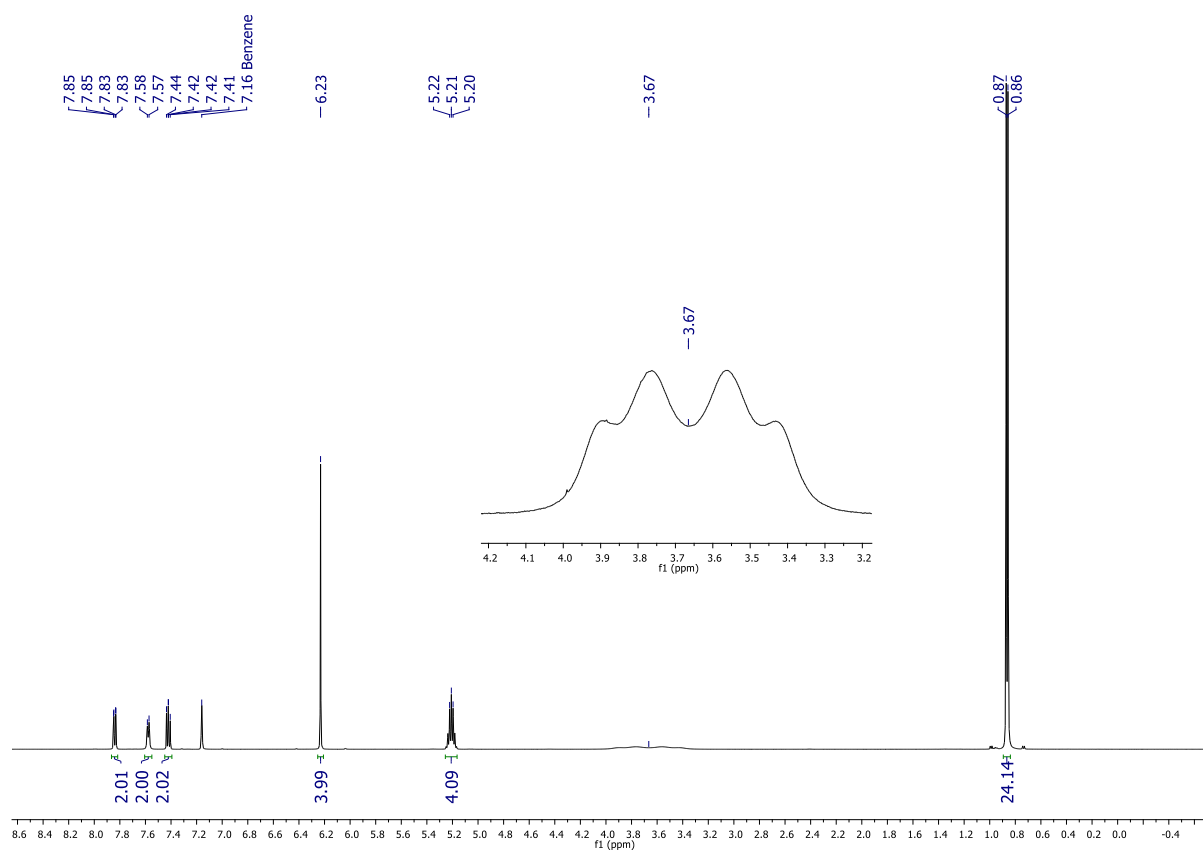


Abbildung A37: ^1H NMR Spektrum von **12** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

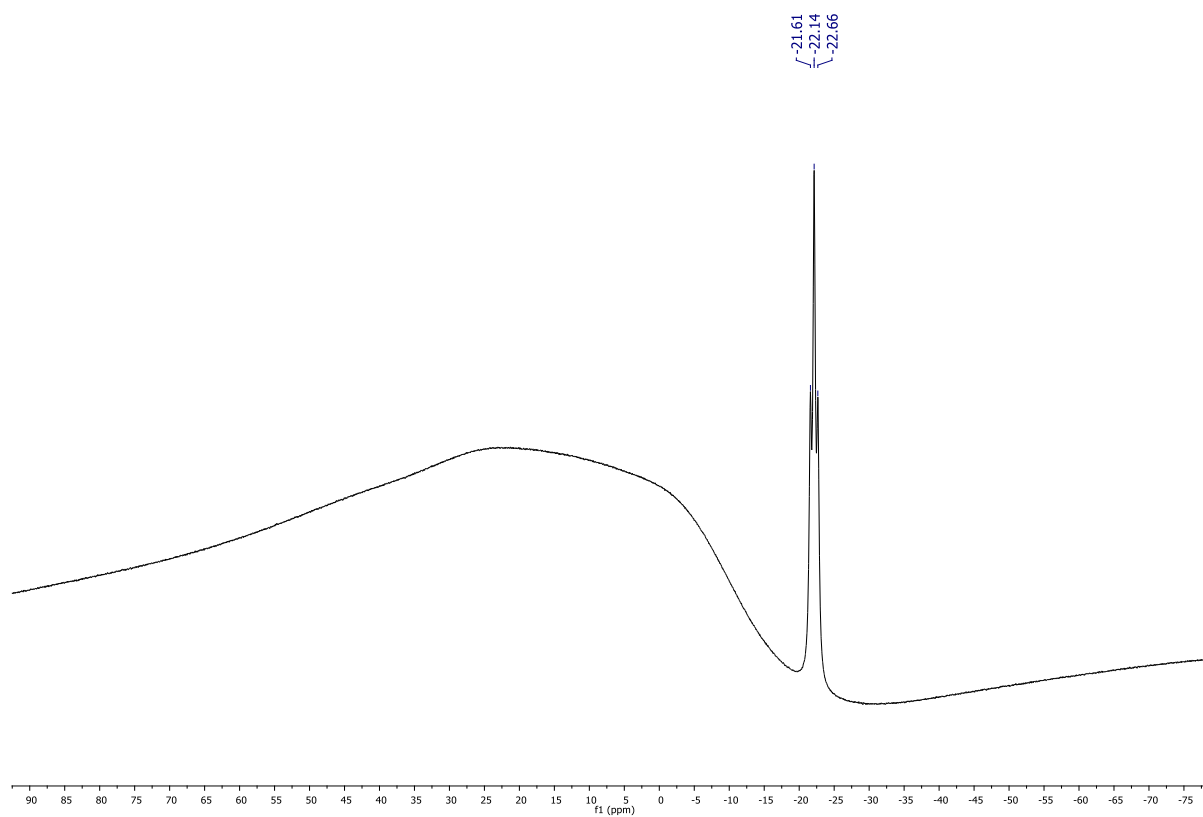


Abbildung A38: ^{11}B NMR Spektrum von **12** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

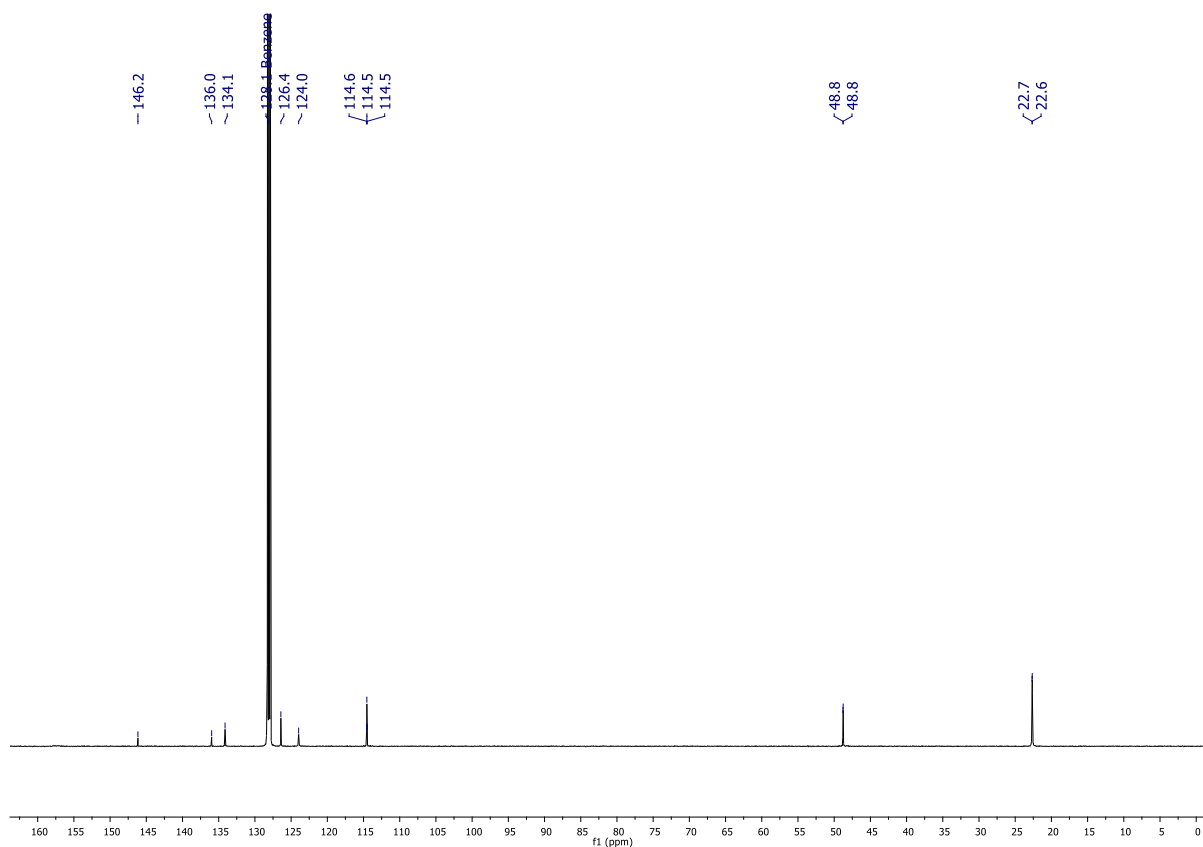


Abbildung A39: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **12** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

7.1.14 NMR Spektren von 33

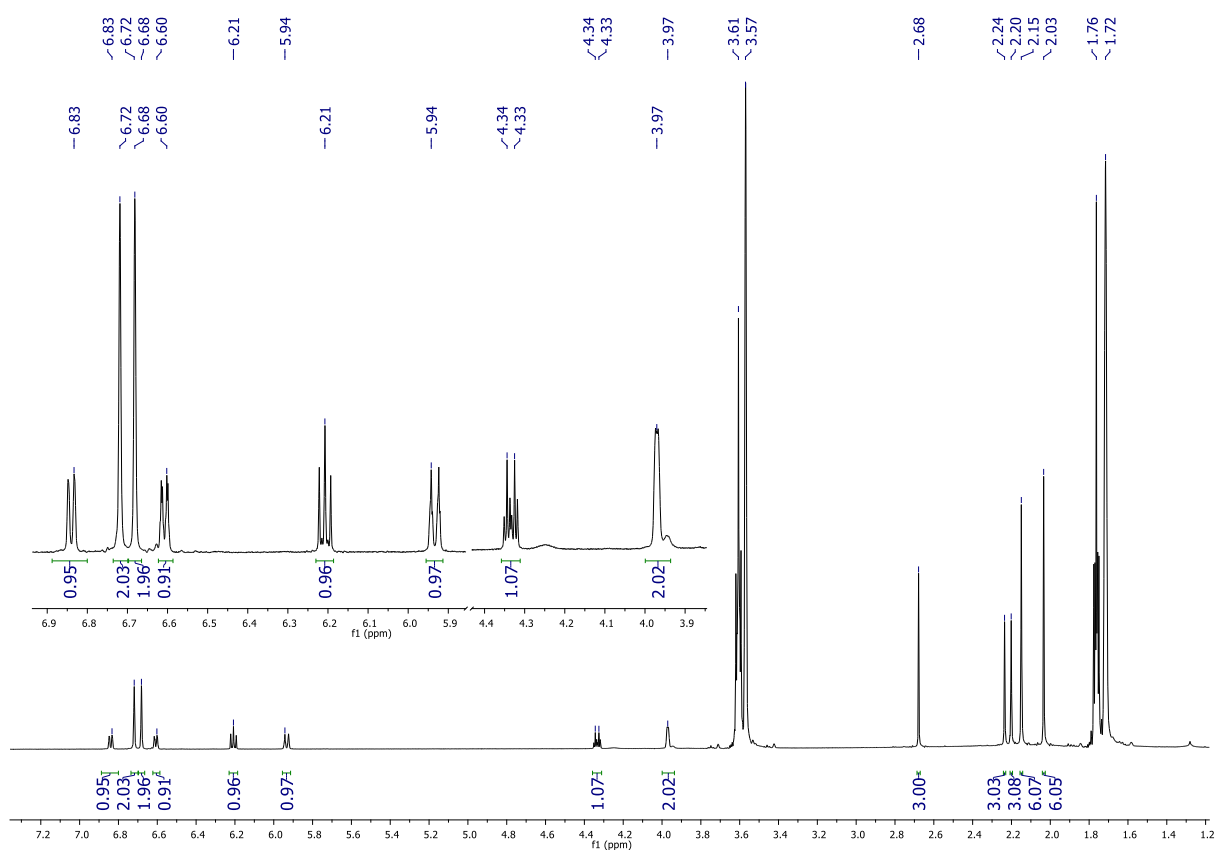


Abbildung A40: ¹H NMR Spektrum **33** ([D₈]THF, 500.2 MHz).

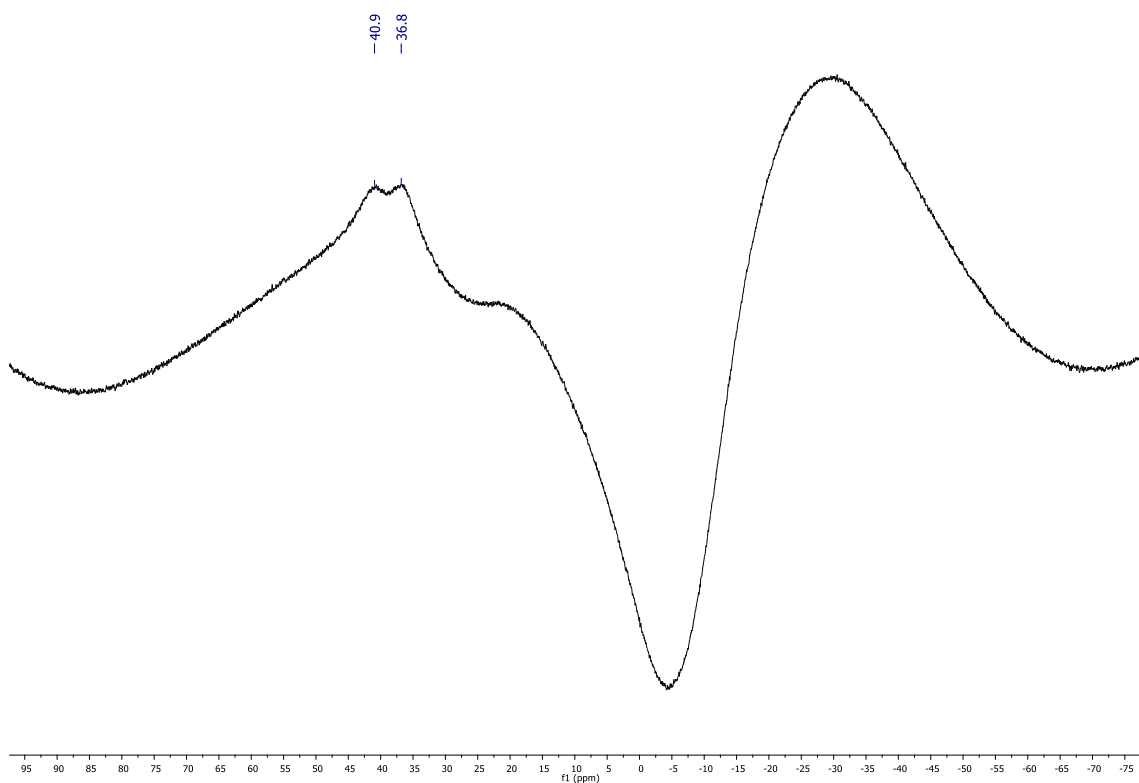


Abbildung A41: ¹¹B NMR Spektrum von **33** ([D₈]THF, 160.5 MHz).

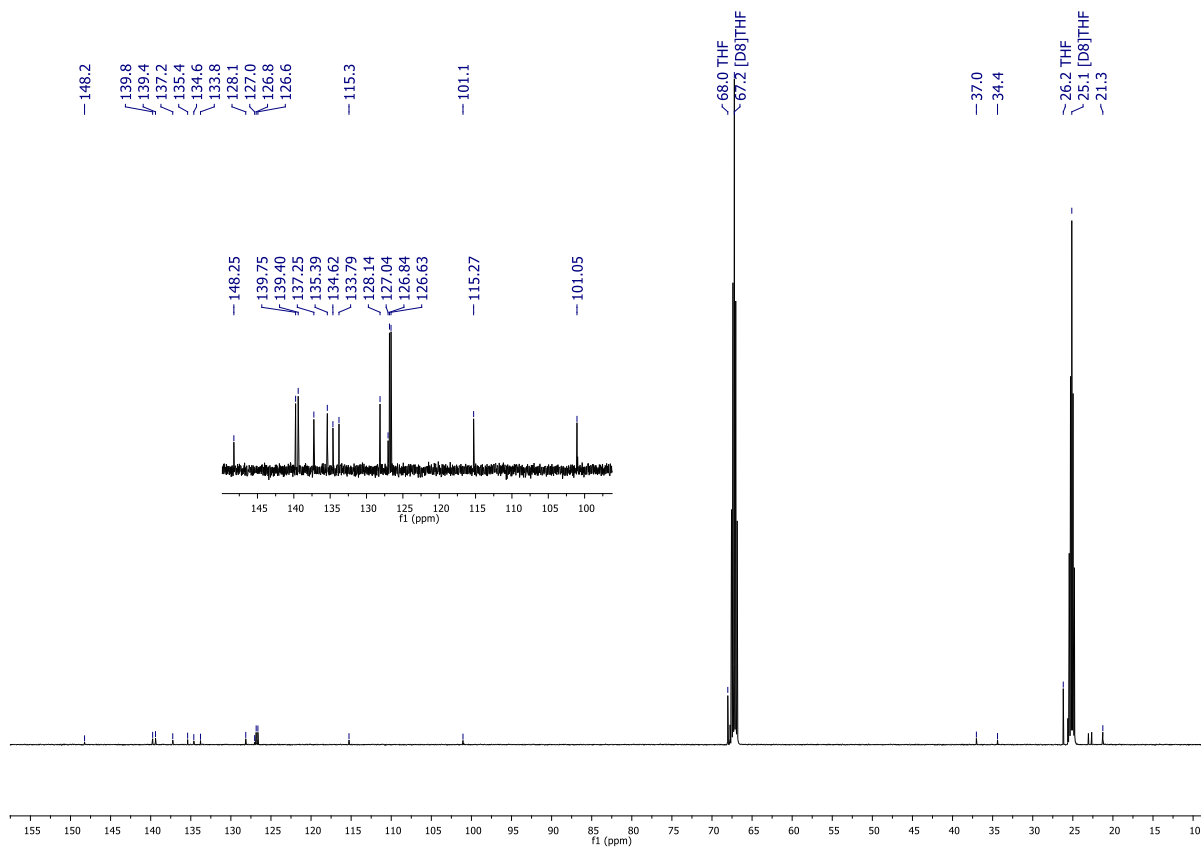


Abbildung A42: ^{13}C NMR Spektrum von **33** ($[\text{D}_8]\text{THF}$, 125.8 MHz).

7.1.15 NMR Spektren von 19

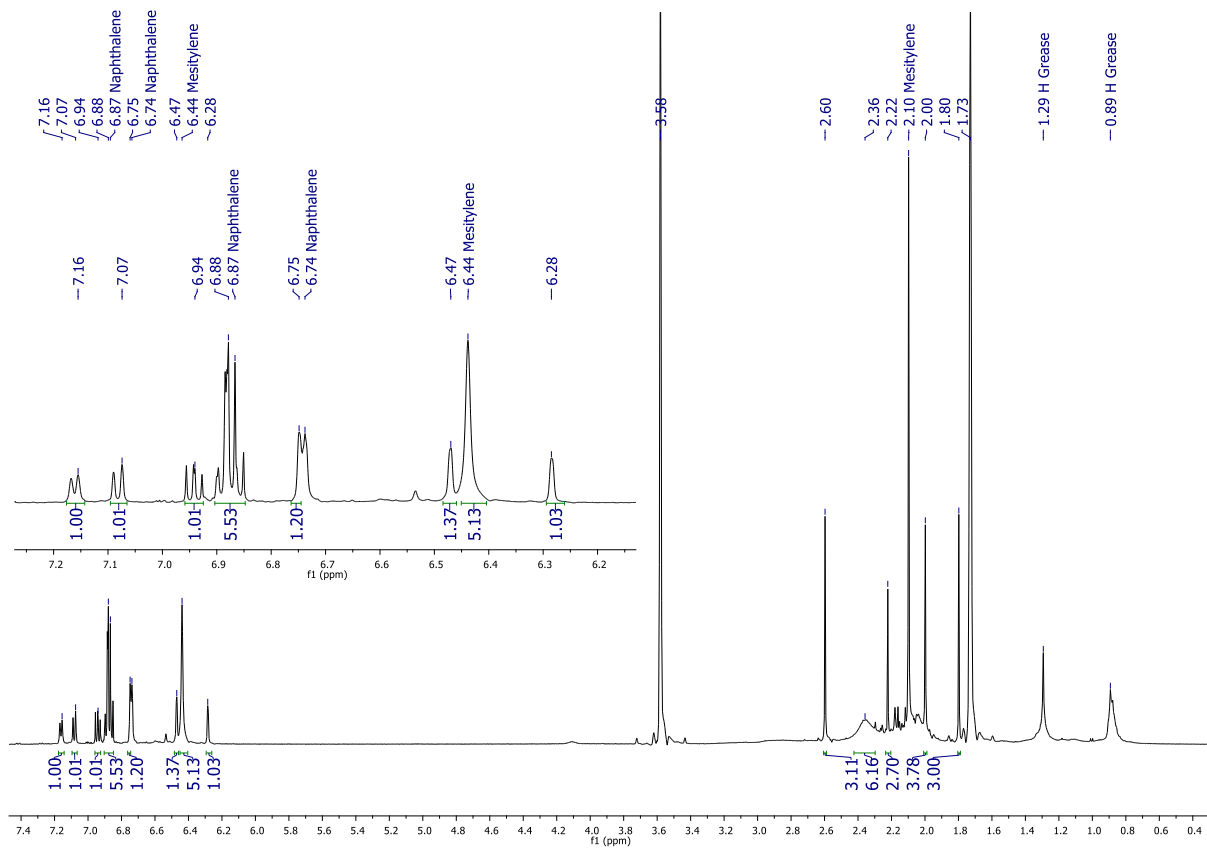


Abbildung A43: ^1H NMR Spektrum von **19** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

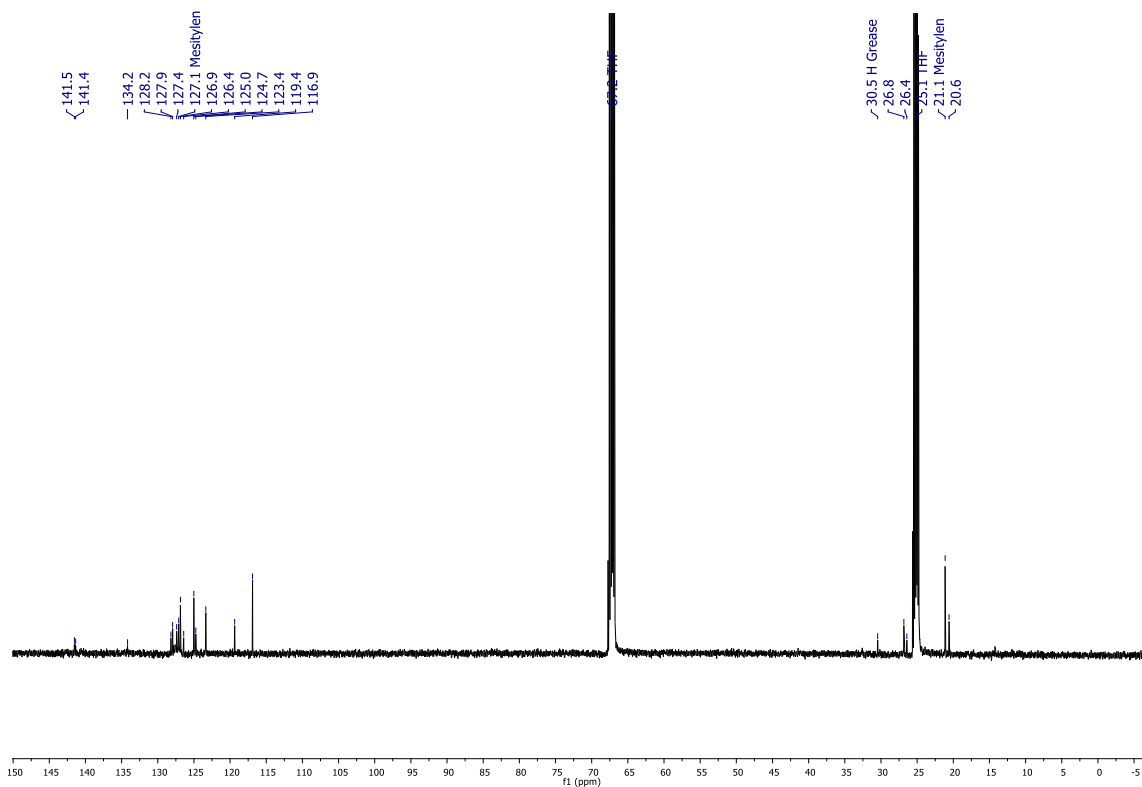


Abbildung A44: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **19** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

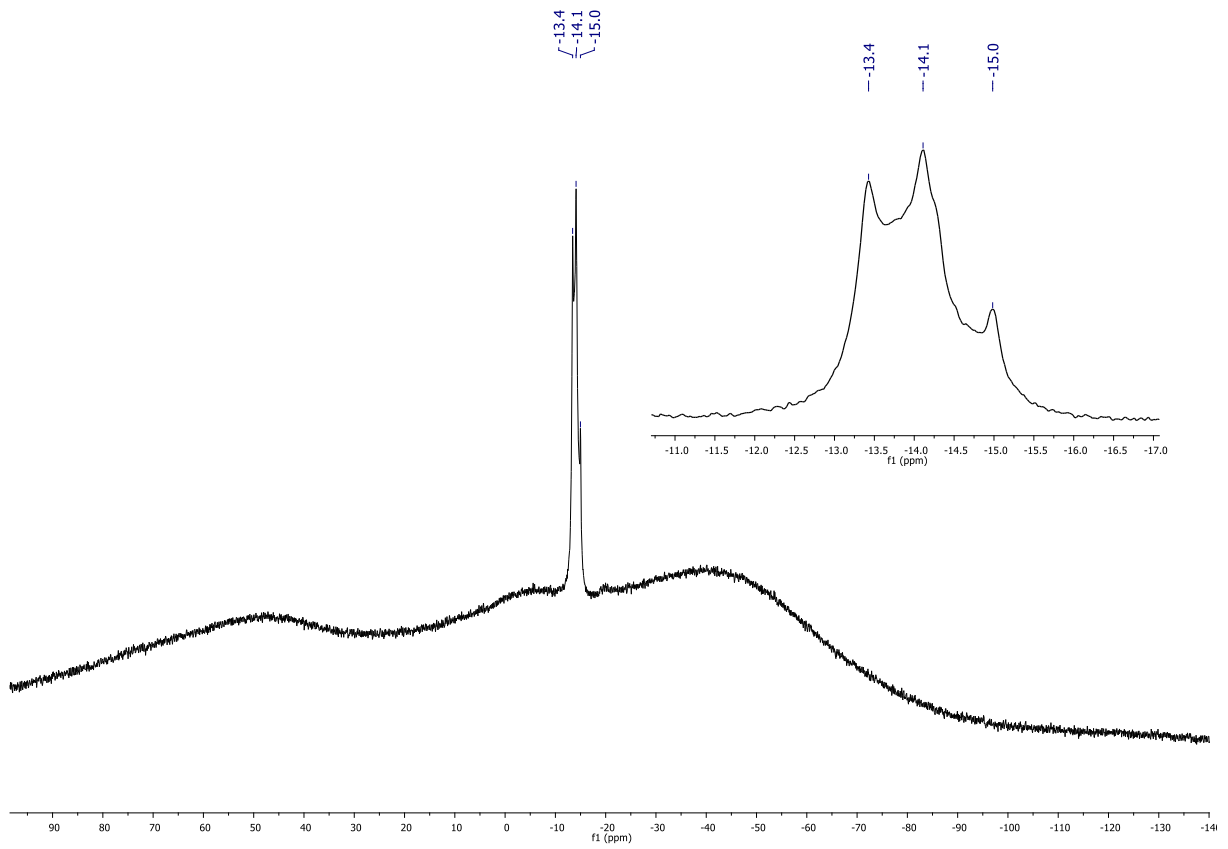


Abbildung A45: ^{11}B NMR Spektrum von **19** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.16 NMR Spektren von 13

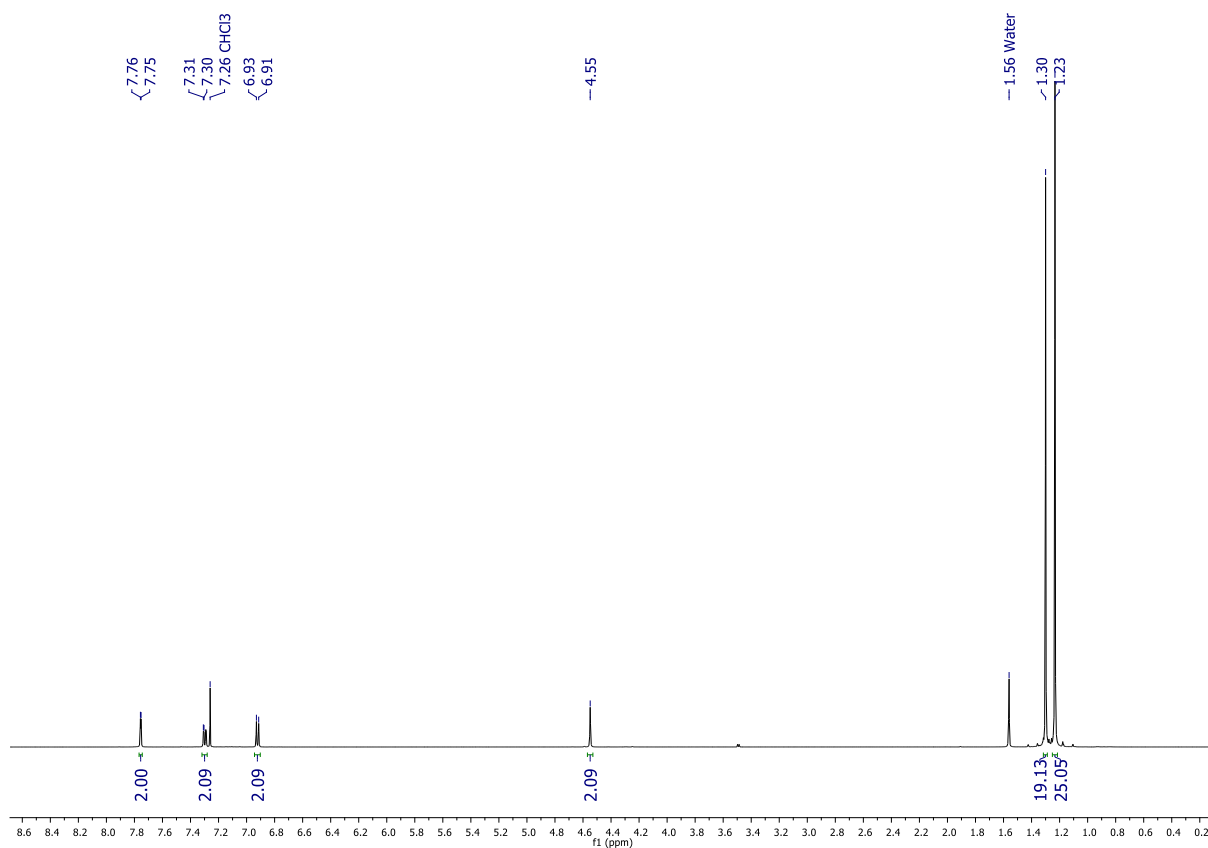


Abbildung A46: ¹H NMR Spektrum von **13** (CDCl₃, 500.2 MHz).

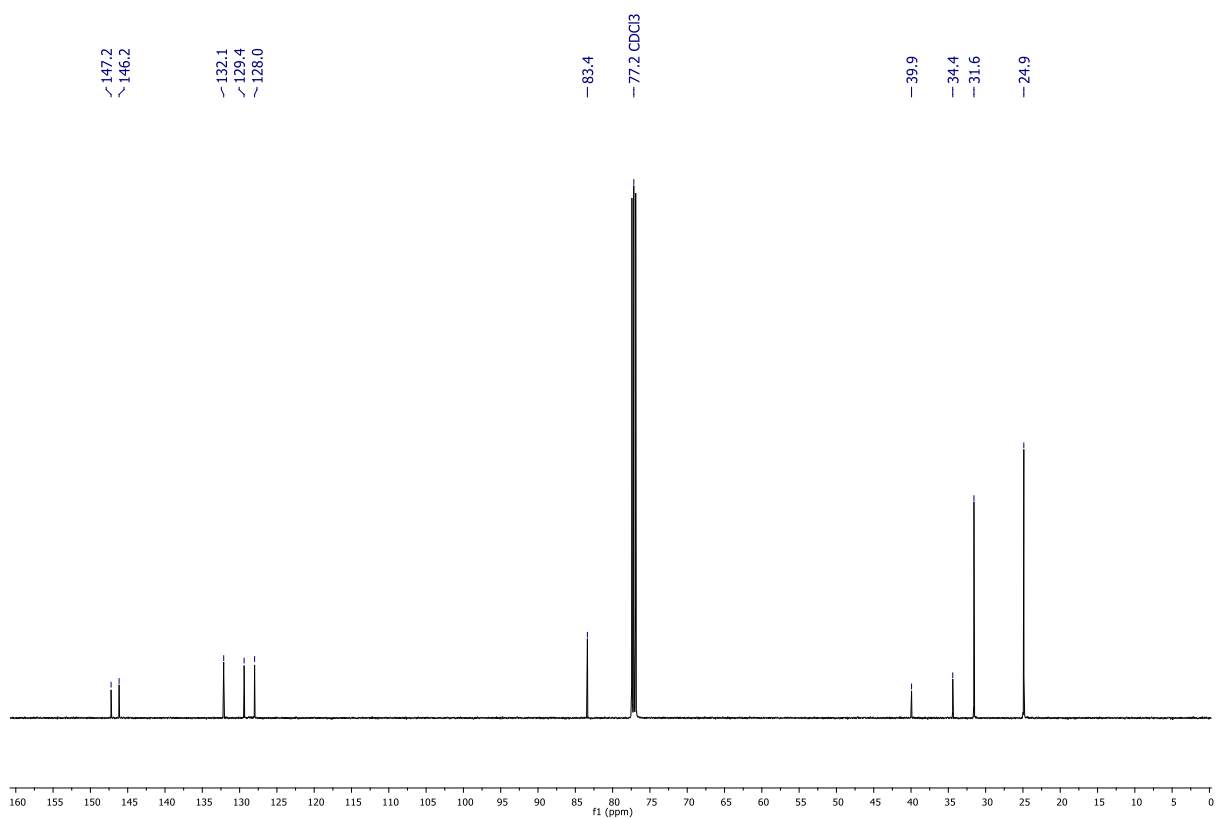


Abbildung A47: ¹³C{¹H} NMR Spektrum von **13** (CDCl₃, 125.8 MHz).

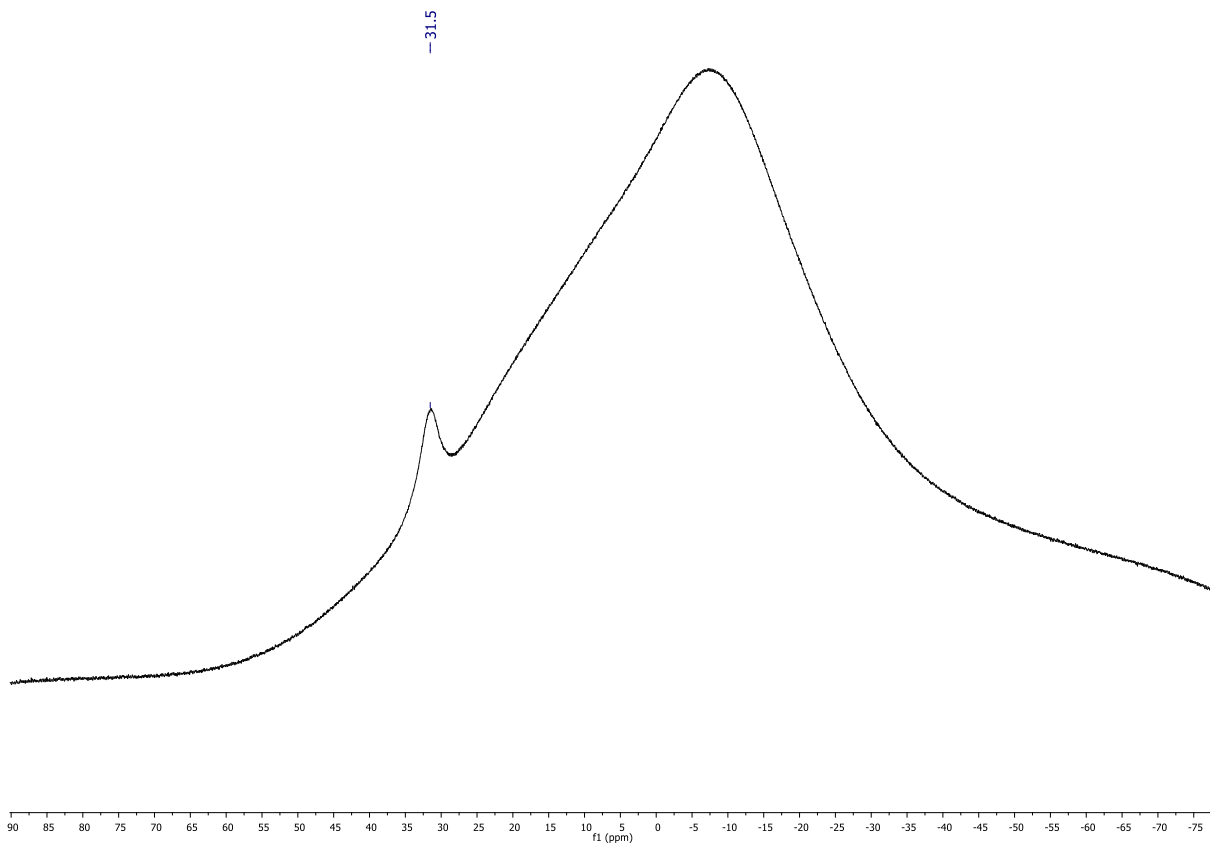


Abbildung A48: ^{11}B NMR Spektrum von **13** (CDCl_3 , 160.5 MHz).

7.1.17 NMR Spektren von 14

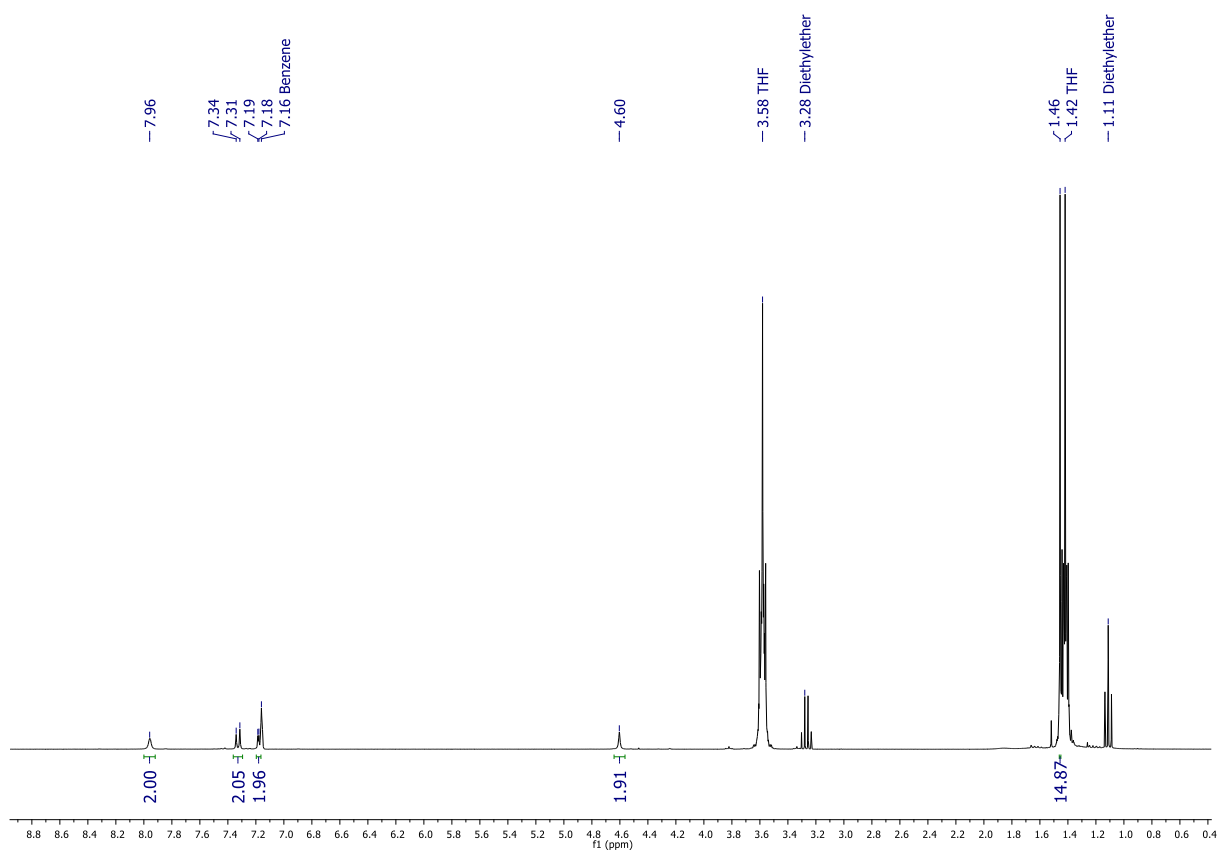


Abbildung A49: ^1H NMR Spektrum von **14** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

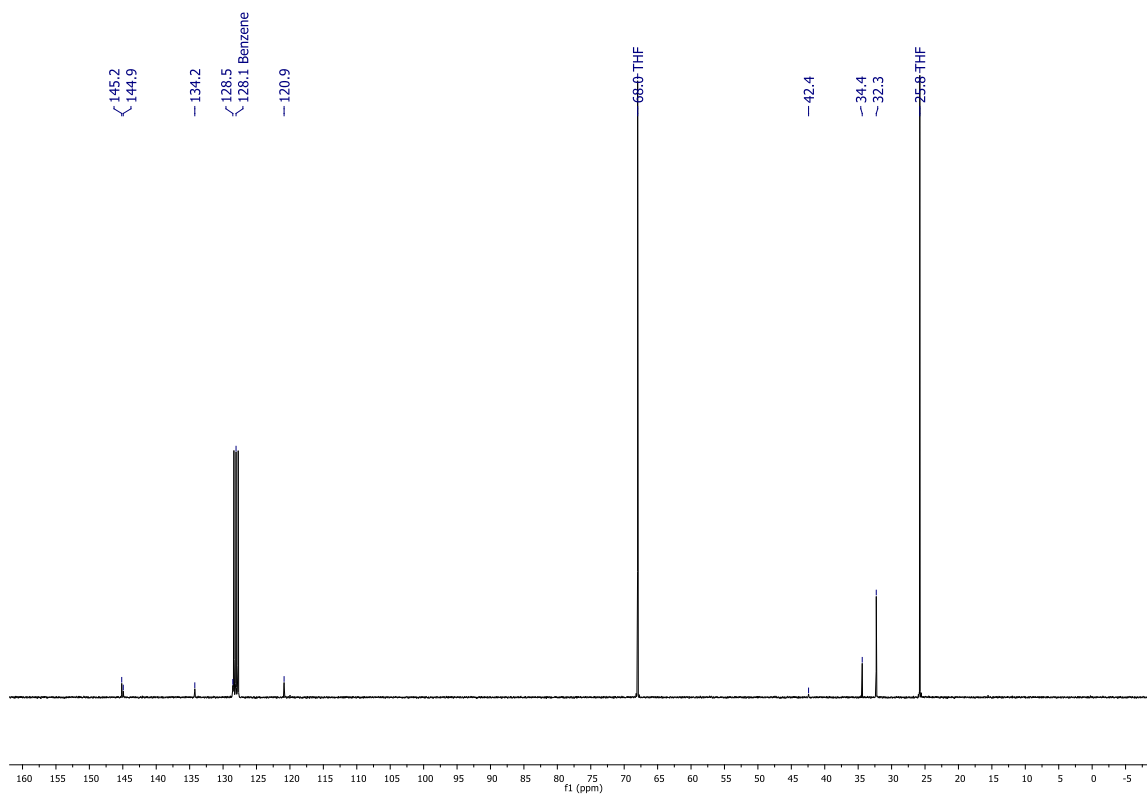


Abbildung A50: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **14** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

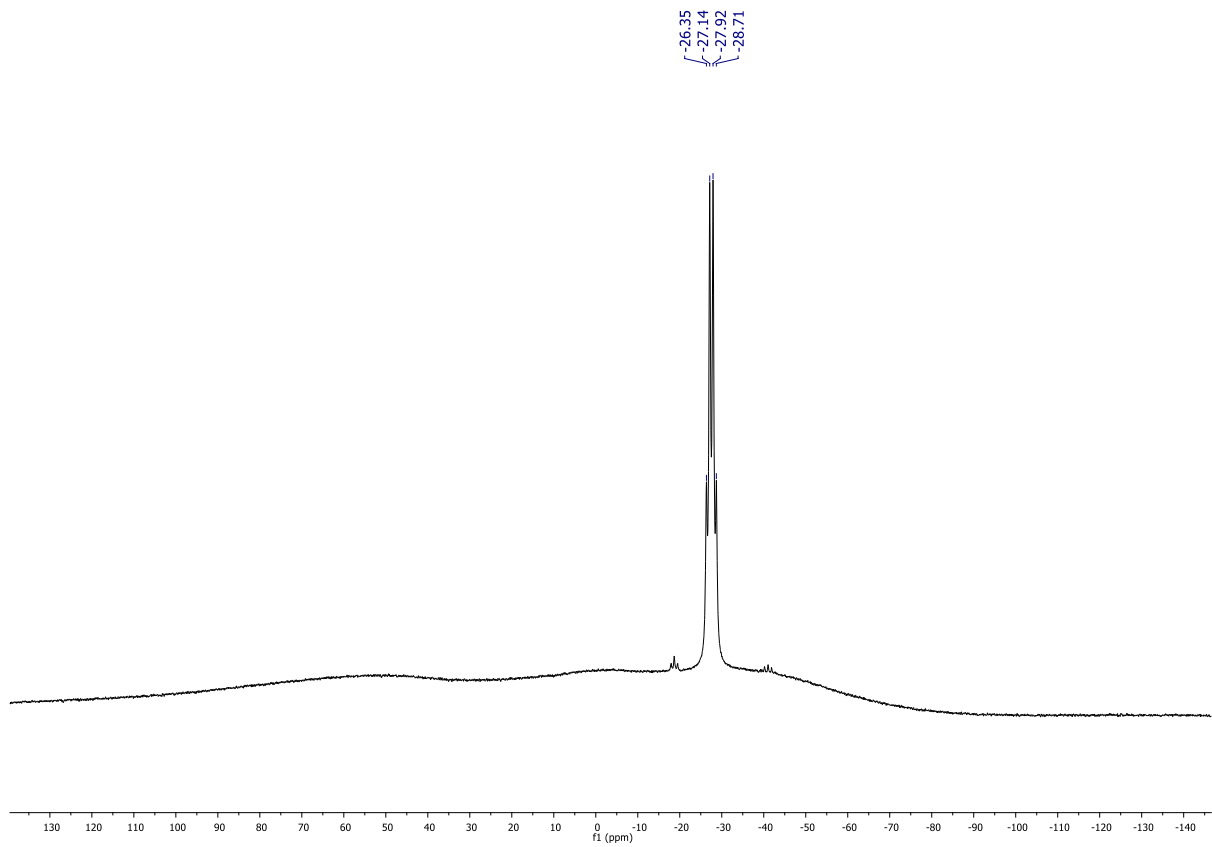


Abbildung A51: ^{11}B NMR Spektrum von **14** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.18 NMR Spektren von 16

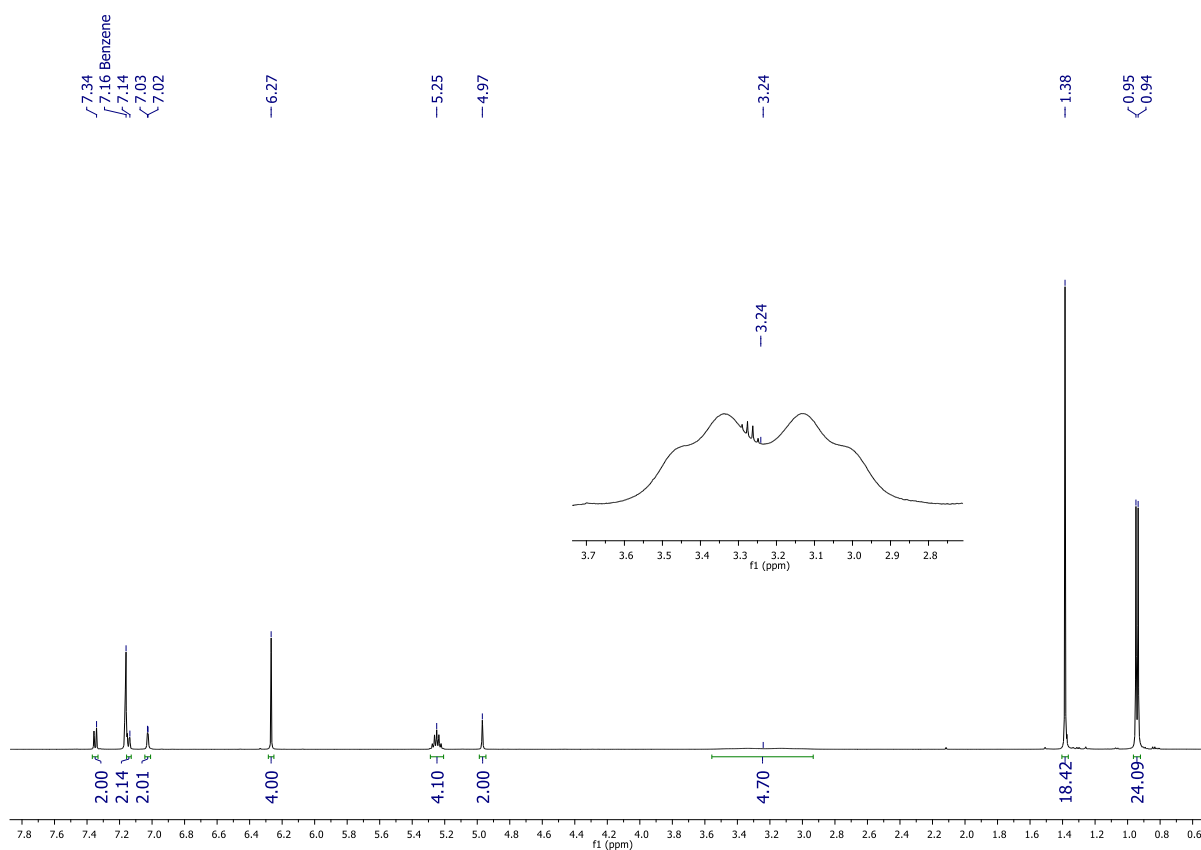


Abbildung A52: ^1H NMR Spektrum von **16** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

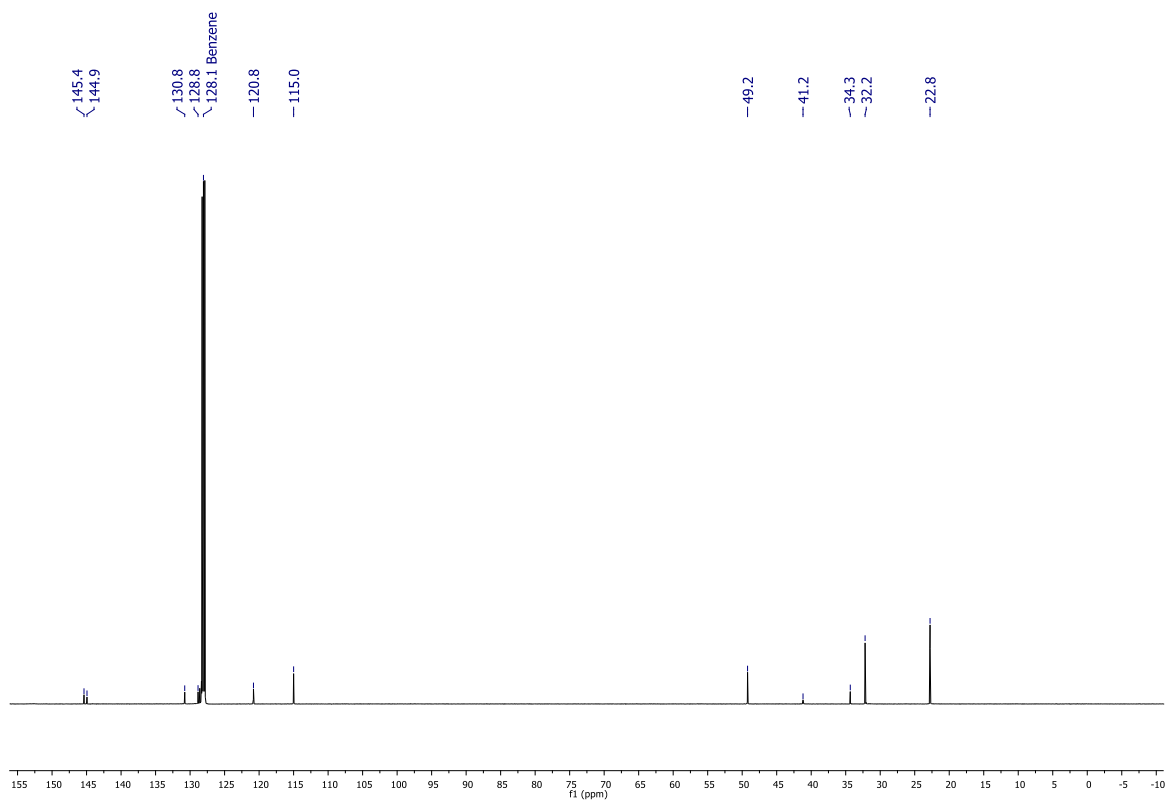


Abbildung A53: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **16** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

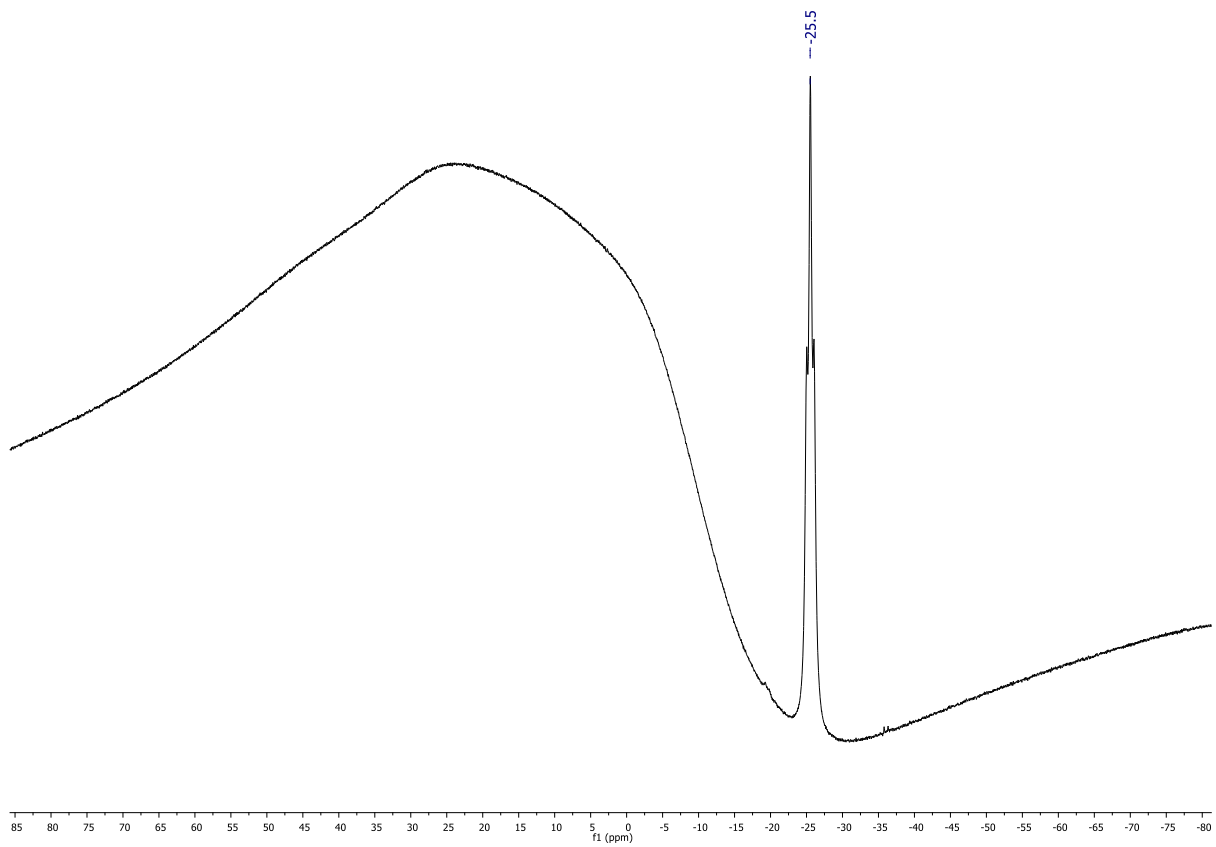


Abbildung A54: ^{11}B NMR Spektrum von **16** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.1.19 NMR Spektren von 8

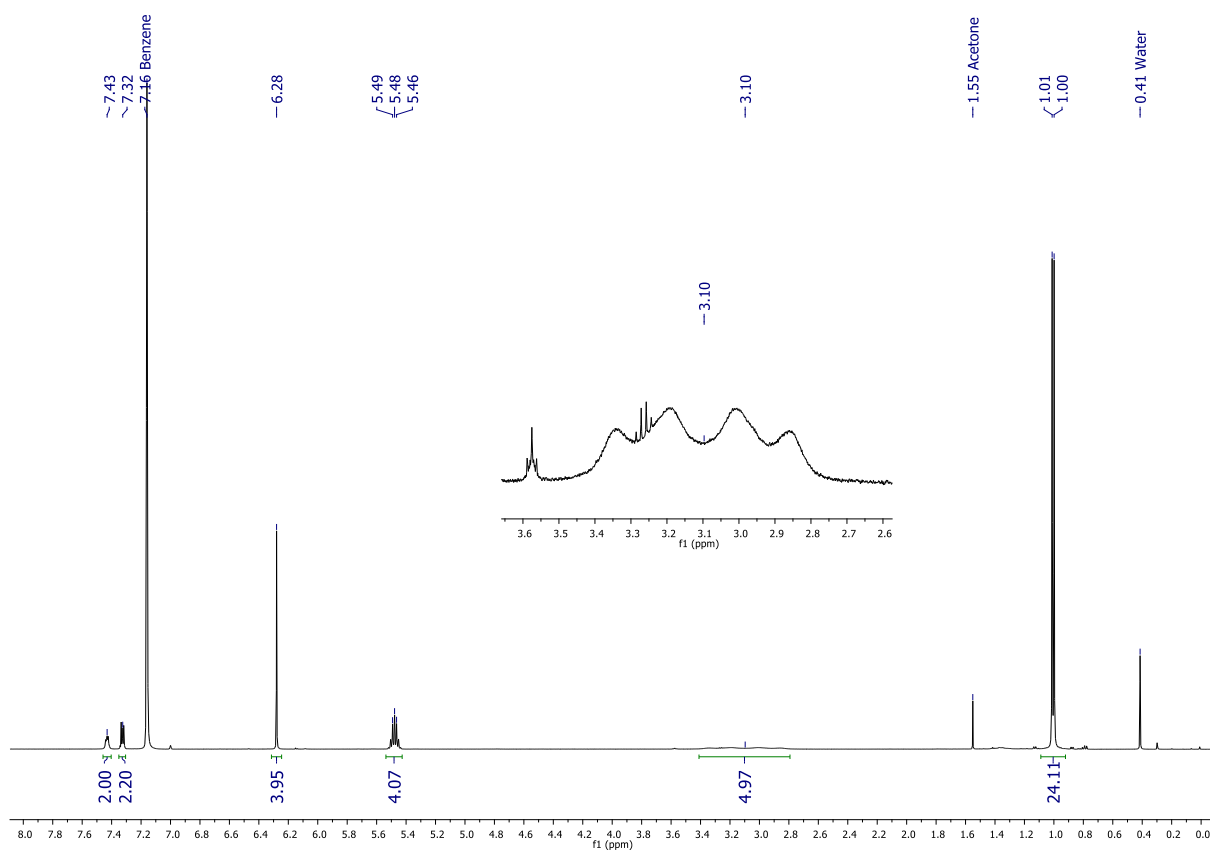


Abbildung A55: ^1H NMR Spektrum von **8** (C_6D_6 , 500.2 MHz).

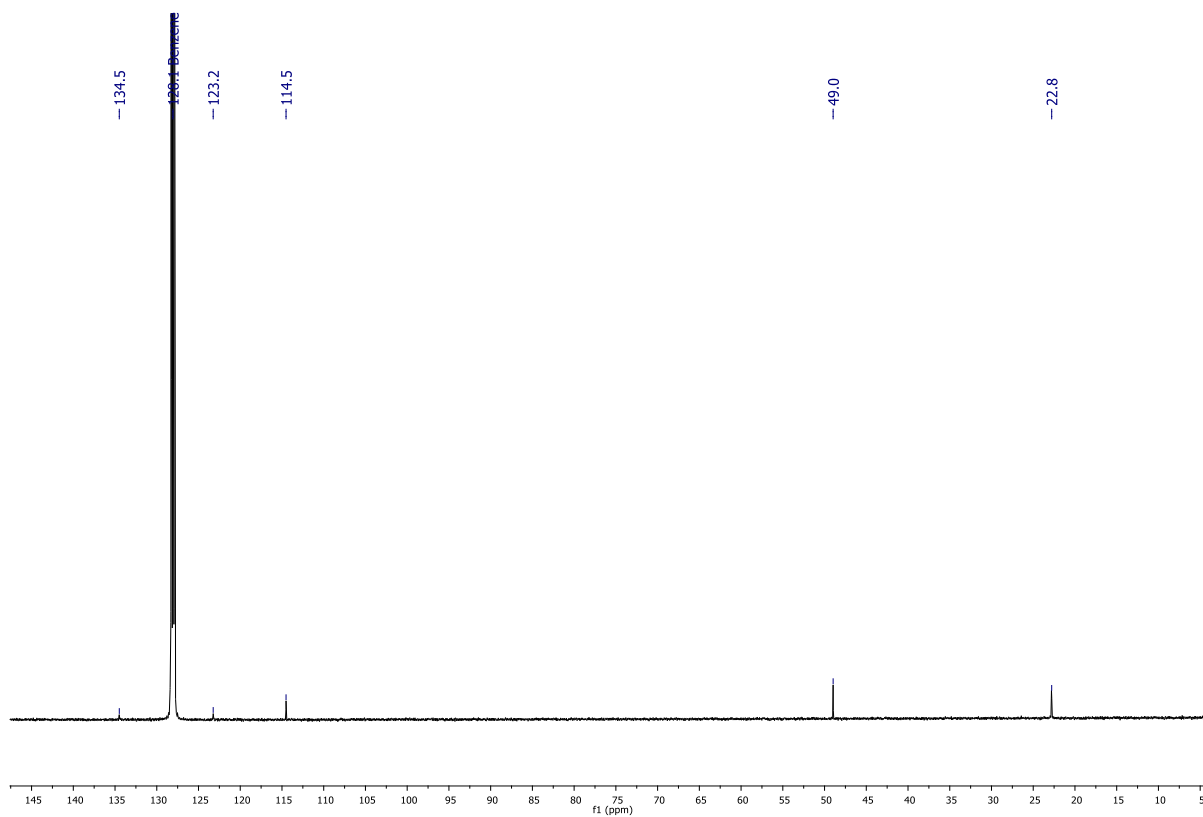


Abbildung A56: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR Spektrum von **8** (C_6D_6 , 125.8 MHz).

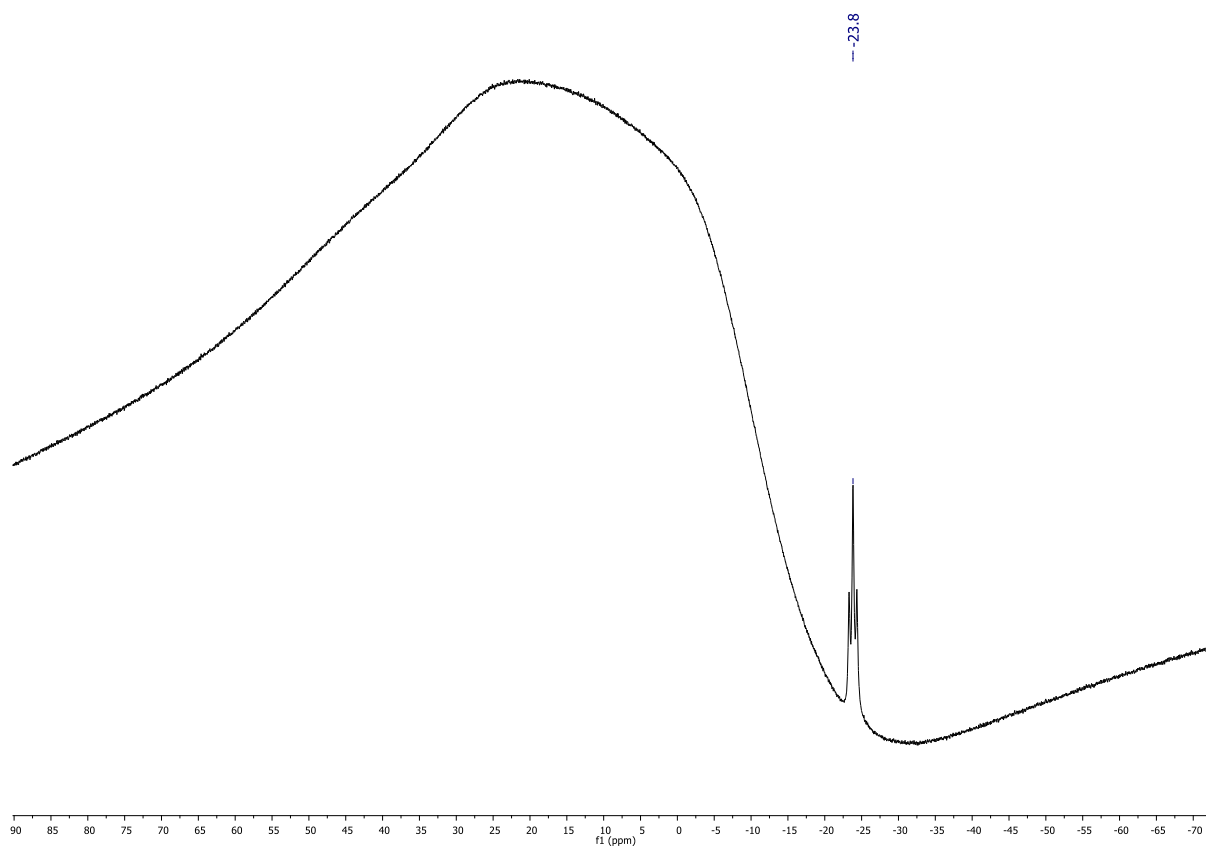


Abbildung A57: ^{11}B NMR Spektrum von **8** (C_6D_6 , 160.5 MHz).

7.2 HRMS:

7.2.1 HRMS von 18

JM459_G11 #1-20 RT: 0.01-1.16 AV: 20 NL: 2.67E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [300.00-500.00]

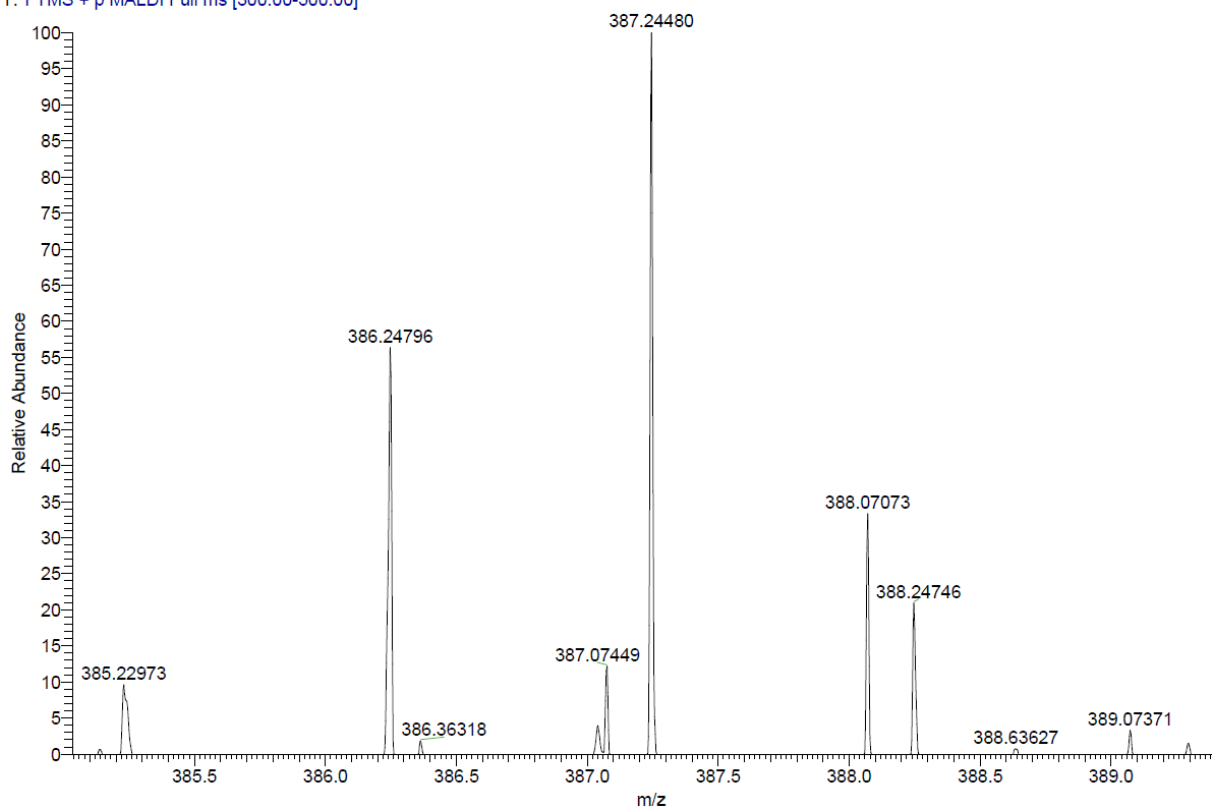


Abbildung A58: Massenspektrum von 18.

7.2.2 HRMS von 21

JM 379_F9 #1-16 RT: 0.01-1.27 AV: 16 NL: 2.12E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [300.00-550.00]

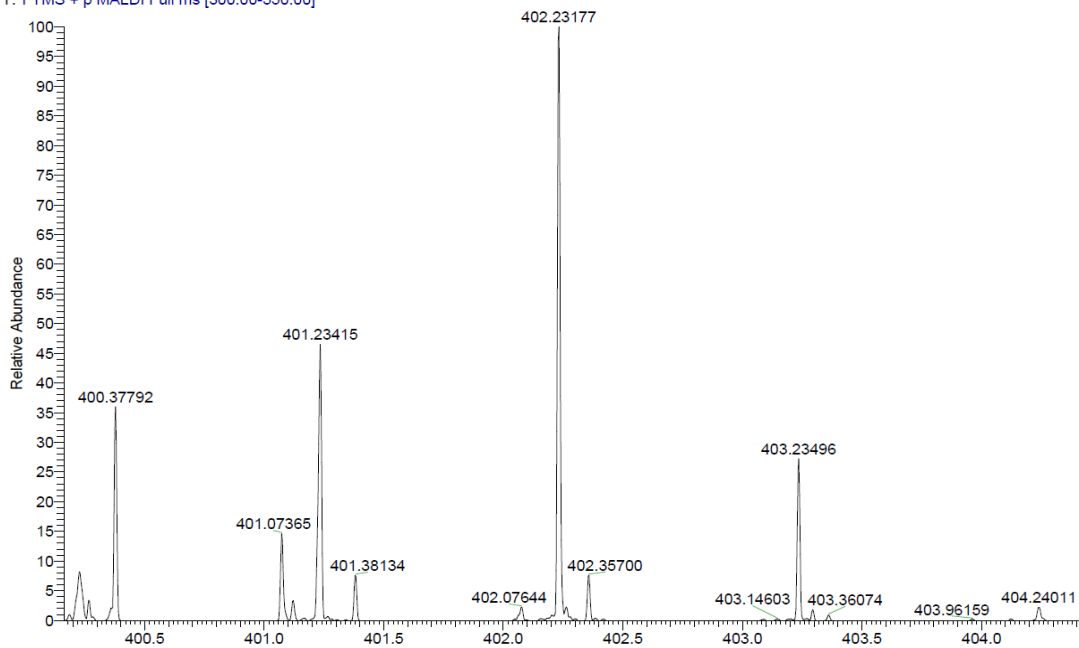


Abbildung A59: Massenspektrum von 21.

7.2.3 HRMS von 22

JM507_E11 #1-10 RT: 0.00-0.98 AV: 10 NL: 8.47E4
T: FTMS + p MALDI Full ms [350.00-600.00]

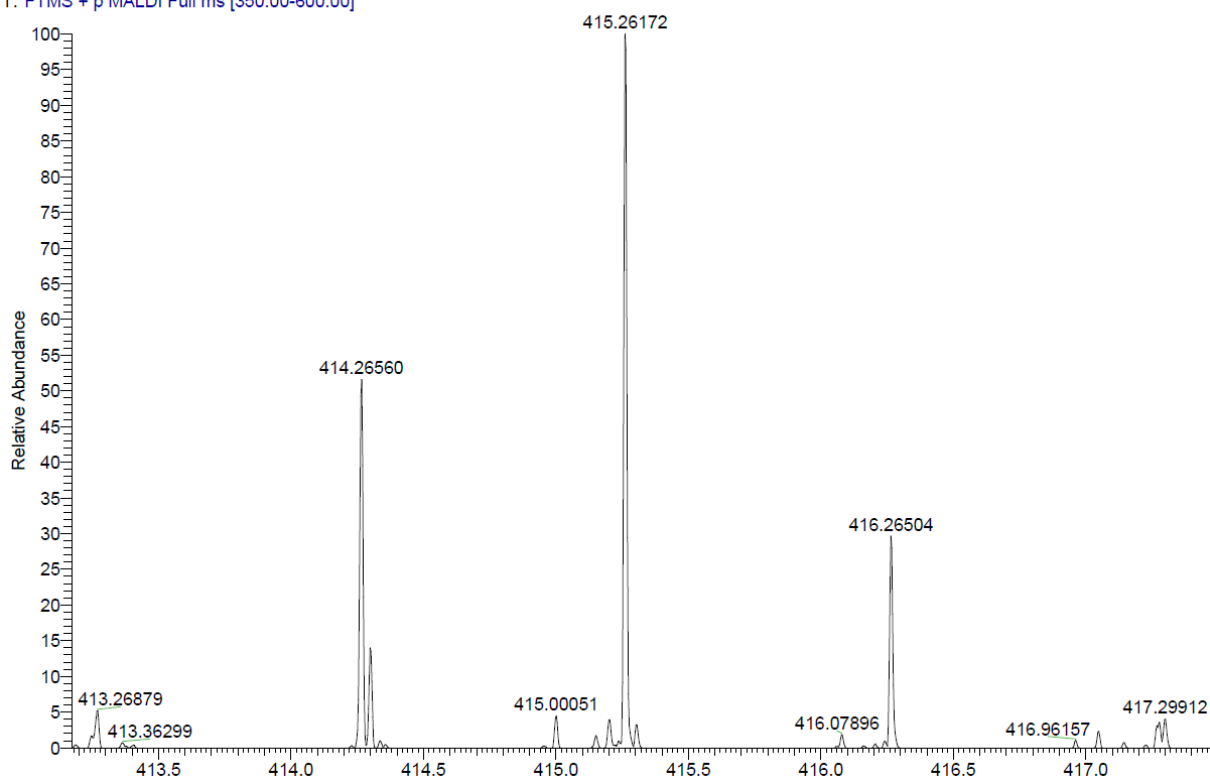


Abbildung A60: Massenspektrum von 22.

7.2.4 HRMS von 23

JM 519_F5 #1-13 RT: 0.01-0.92 AV: 13 NL: 1.39E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [300.00-550.00]

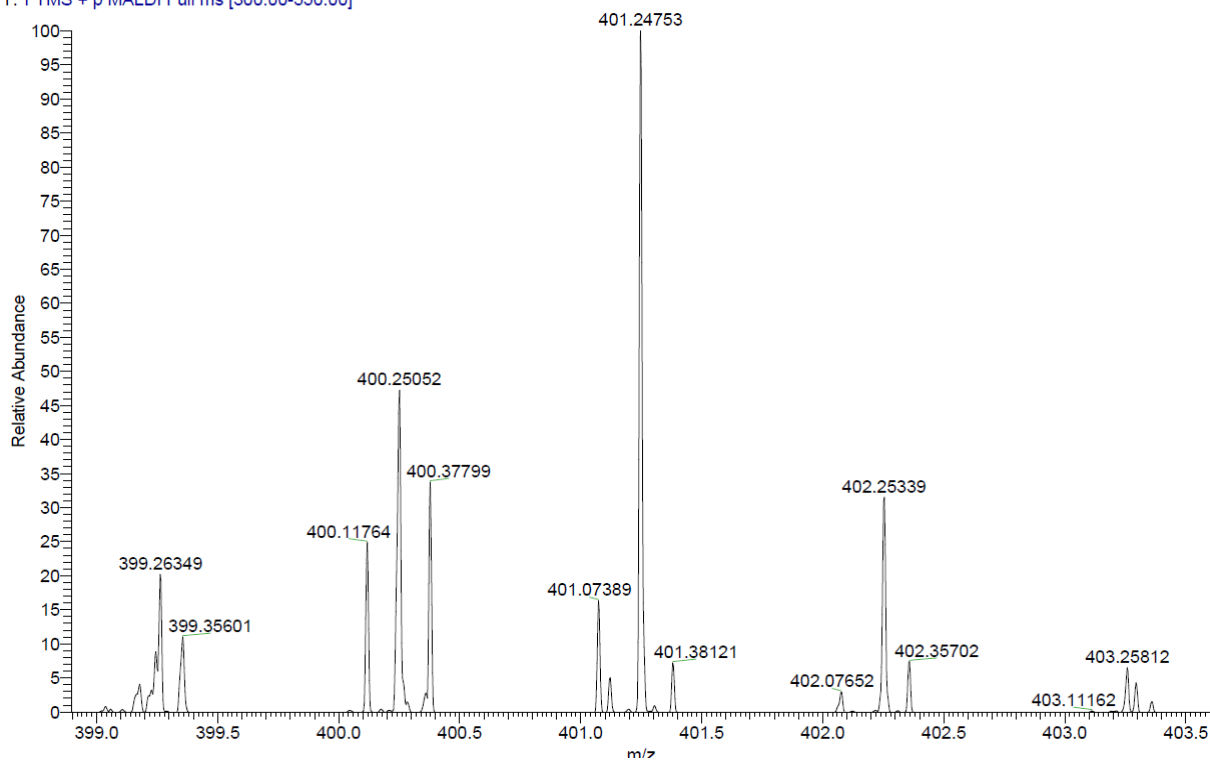


Abbildung A61: Massenspektrum von 23.

7.2.5 HRMS von 24

JM 550_A4 #1-2 RT: 0.00-0.14 AV: 2 NL: 2.89E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [300.00-600.00]

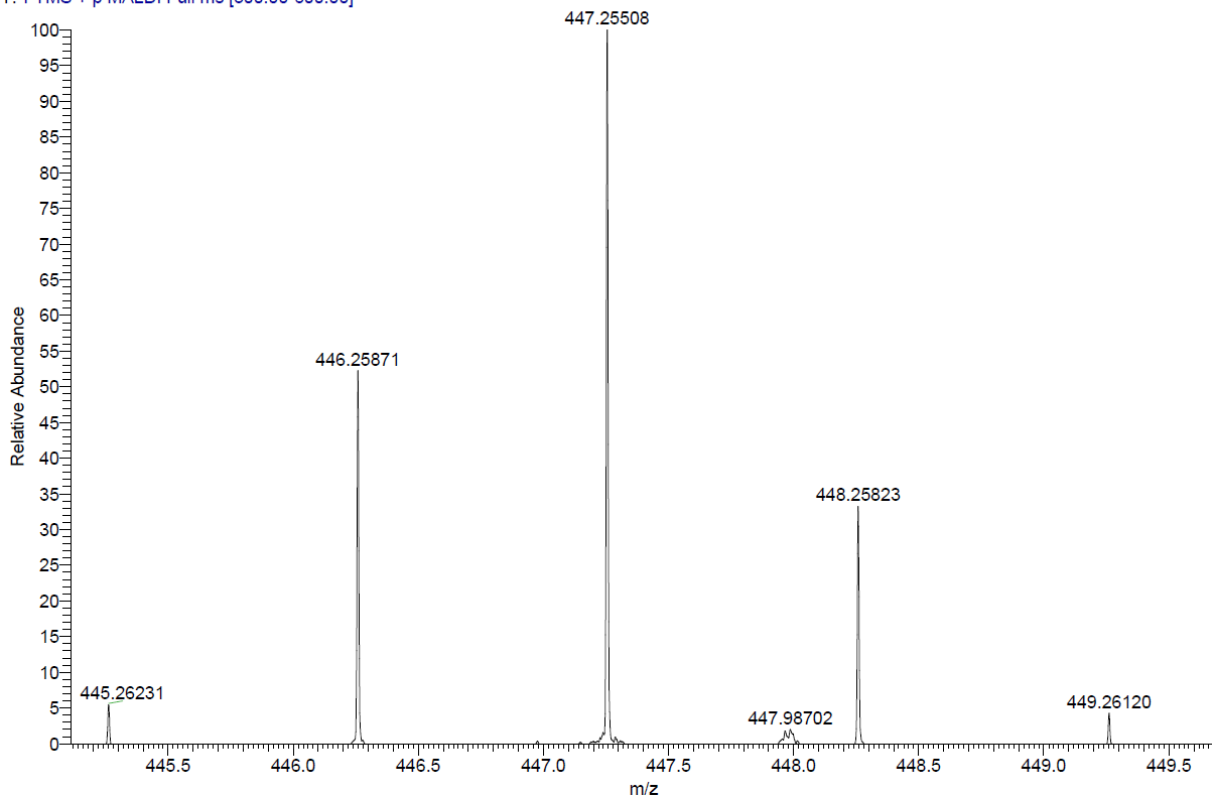


Abbildung A62: Massenspektrum von 24.

7.2.6 HRMS von 25

JM 562_A5 #1-5 RT: 0.00-0.47 AV: 5 NL: 8.85E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [600.00-800.00]

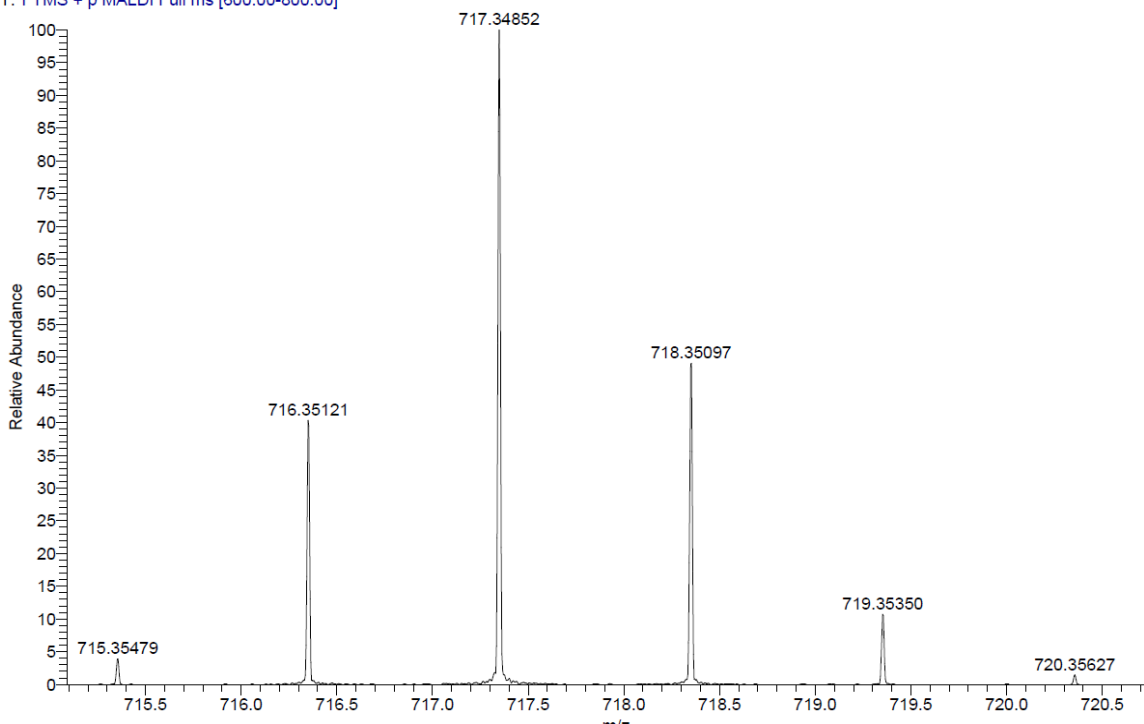


Abbildung A63: Massenspektrum von 25.

7.2.7 HRMS von 26

JM496_E12 #1-6 RT: 0.01-0.48 AV: 6 NL: 2.24E7
T: FTMS + p MALDI Full ms [350.00-600.00]

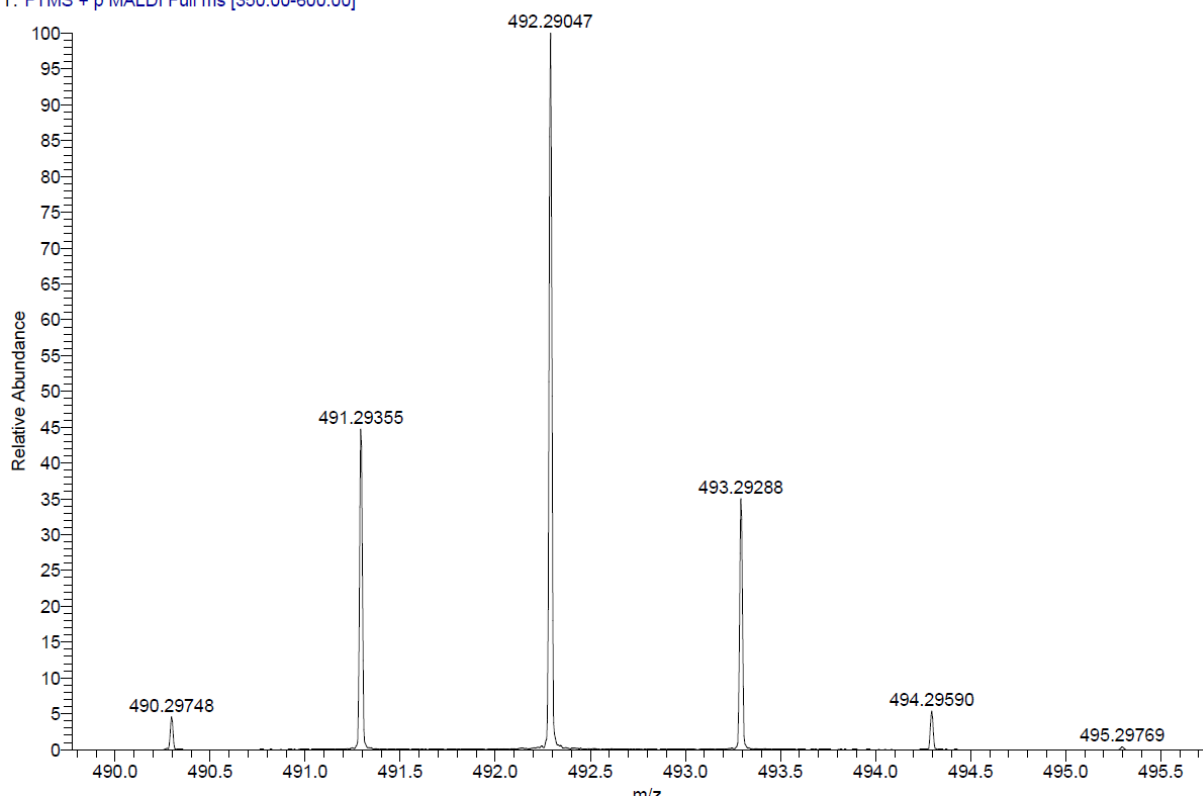


Abbildung A64: Massenspektrum von 26.

7.2.8 HRMS von 27

JM 496b_F4 #1-4 RT: 0.00-0.35 AV: 4 NL: 6.89E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [800.00-950.00]

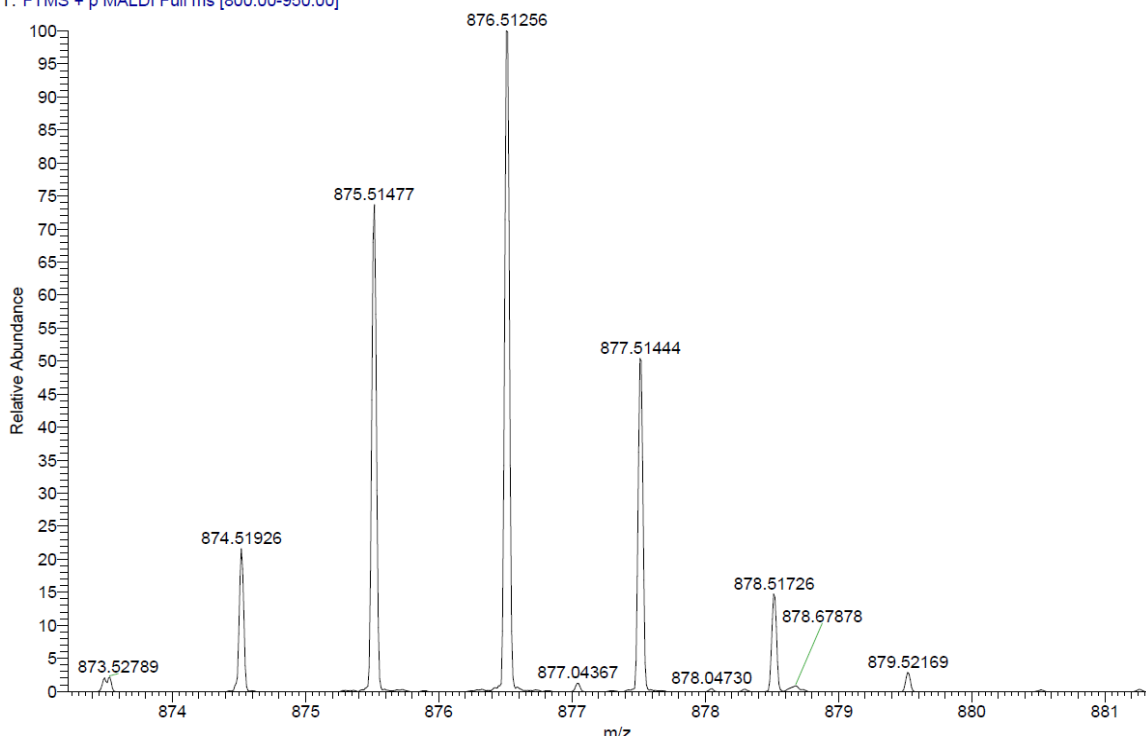


Abbildung A65: Massenspektrum von 27.

7.2.9 HRMS von 28

LS15 #1-2 RT: 0.00-0.07 AV: 2 NL: 5.83E6
T: FTMS + p MALDI Full ms [200.00-400.00]

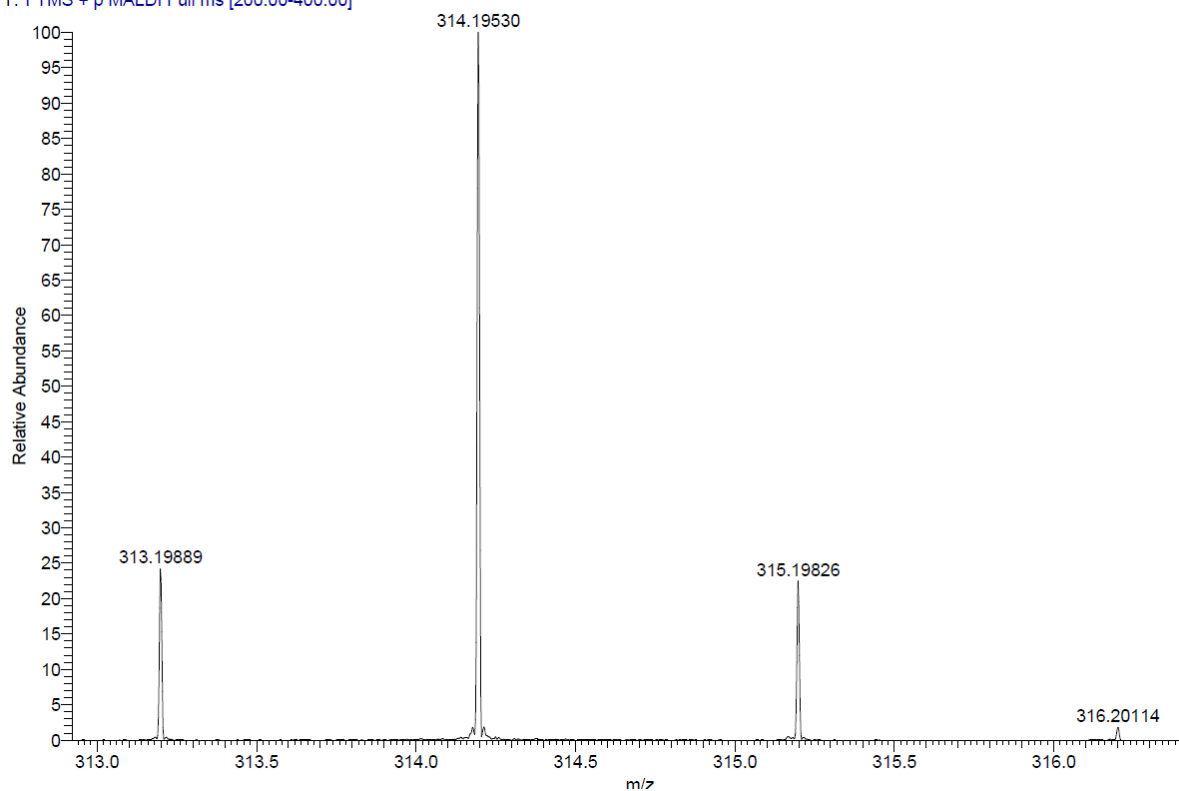


Abbildung A66: Massenspektrum von 28.

7.2.10 HRMS von 30

LS32_D9 #1-6 RT: 0.00-0.55 AV: 6 NL: 1.02E7
T: FTMS + p MALDI Full ms [150.00-250.00]

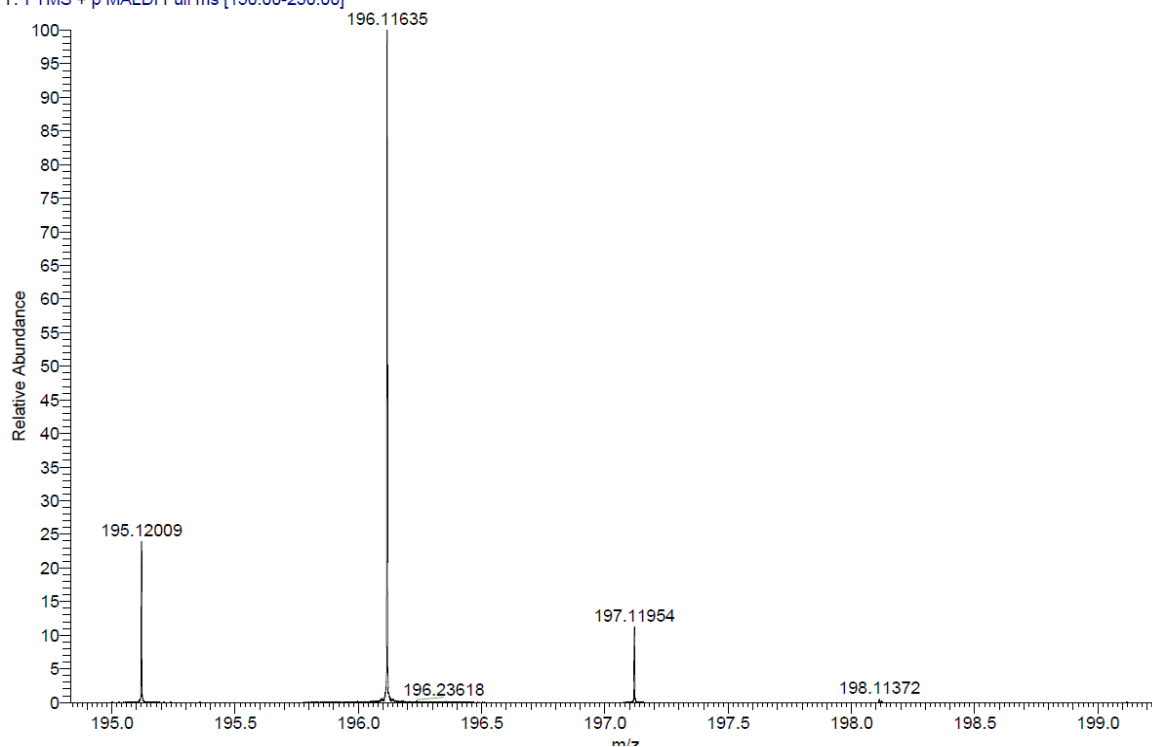


Abbildung A67: Massenspektrum von 30.

7.2.11 HRMS von 31

LS33_C7 #1-3 RT: 0.00-0.22 AV: 3 NL: 3.16E6
T: FTMS + p MALDI Full ms [300.00-500.00]

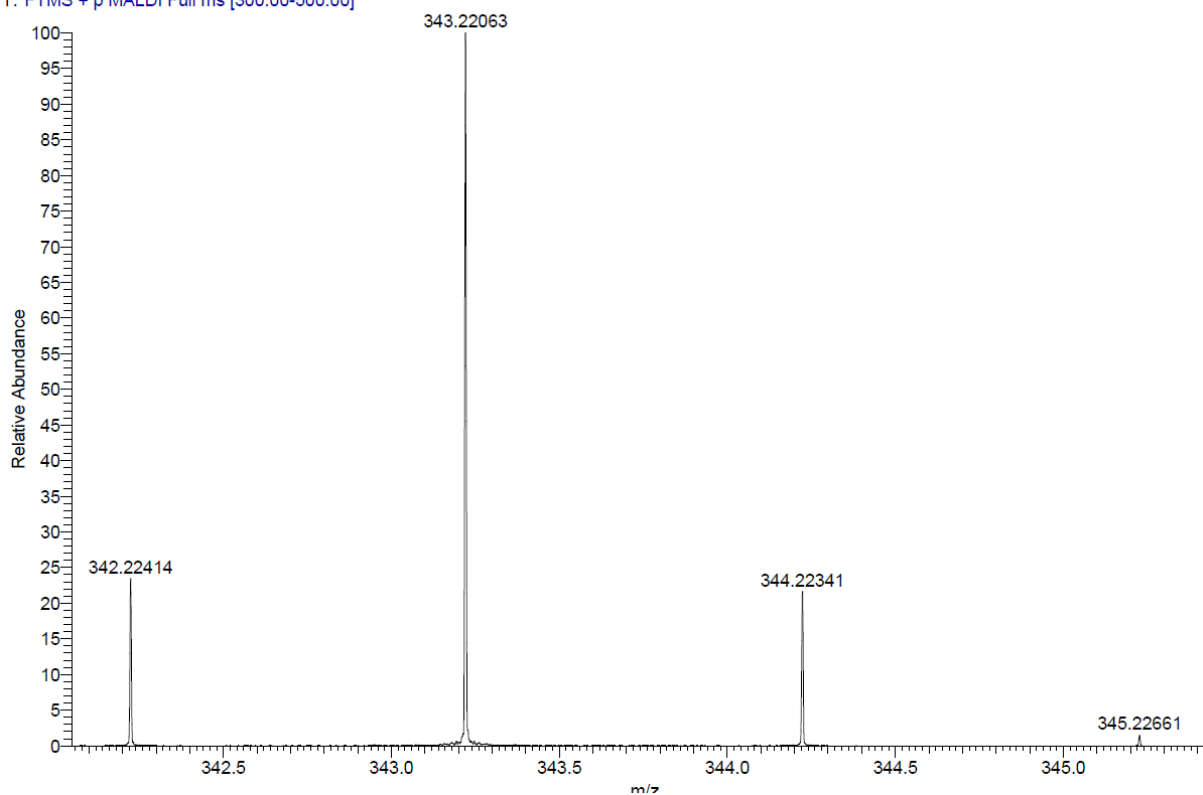


Abbildung A68: Massenspektrum von 31.

7.2.12 HRMS von 8

JM106_G3 #1-28 RT: 0.00-2.95 AV: 28 NL: 7.70E5
T: FTMS + p MALDI Full ms [350.00-450.00]

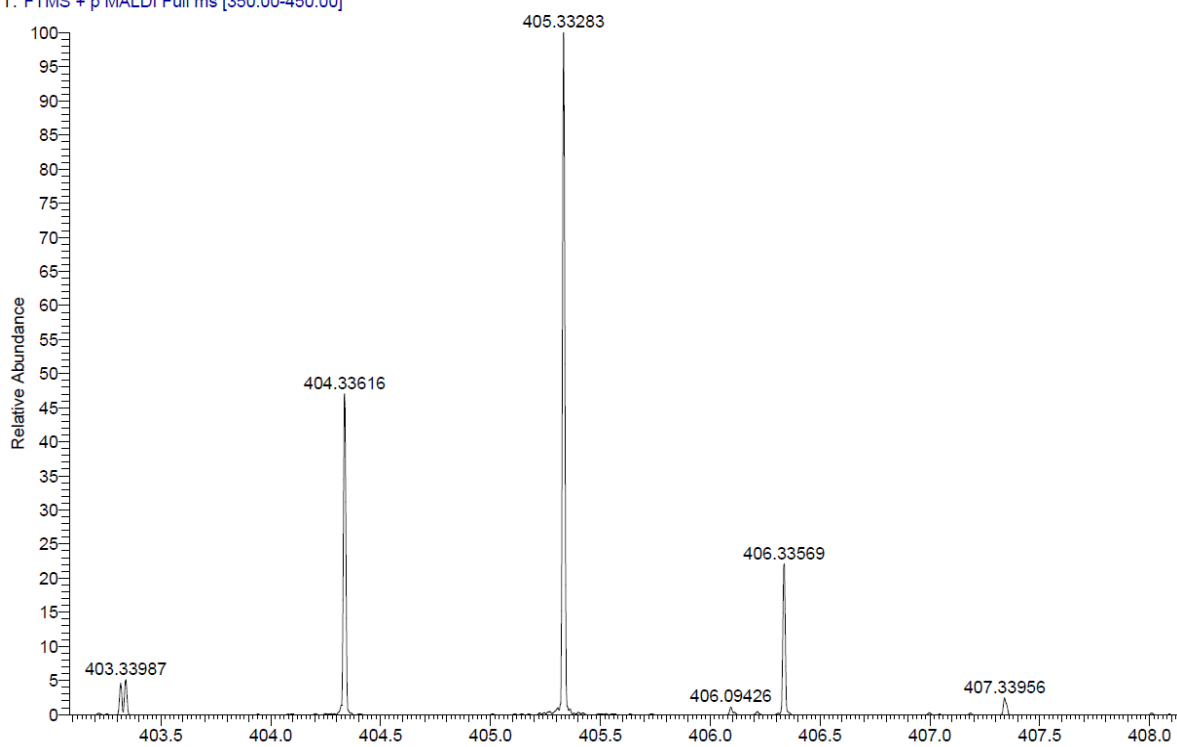


Abbildung A69: Massenspektrum von 8.

7.3 Optoelektronische Daten: Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren

Tabelle S1: Quantenausbeuten von **21**, **22**, **23**, **28**, **31** in *c*-Hexan unter atmosphärischen Bedingungen $QY_{\text{atmospheric}}$ und sauerstofffrei $QY_{\text{sauerstofffrei}}$.

	$QY_{\text{atmospheric}}$ [%]	$QY_{\text{sauerstofffrei}}$ [%]
21	32	37
22	41	46
23	64	68
28	31	60
31	24	50

Tabelle S2: Absorptions- und Emissionsmaxima von **21**, **22**, **23**, **26**, **27**, **24**, **25**, **28**, **31** in *c*-Hexan und THF.

	$\lambda_{\text{abs},c\text{Hex}}$ [nm]	$\lambda_{\text{abs},\text{THF}}$ [nm]	$\lambda_{\text{em},c\text{-Hex}}$ [nm]	$\lambda_{\text{em},\text{THF}}$ [nm]
21	339	331	353	367
22	339	341	360	364
23	296	340	362	365
26	340	340	470	515
27	341	326	398	425
24	320	322	375	451
25	293	293	380	491
28	329	330	381	385
31	330	330	382	386

7.3.1 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **21**

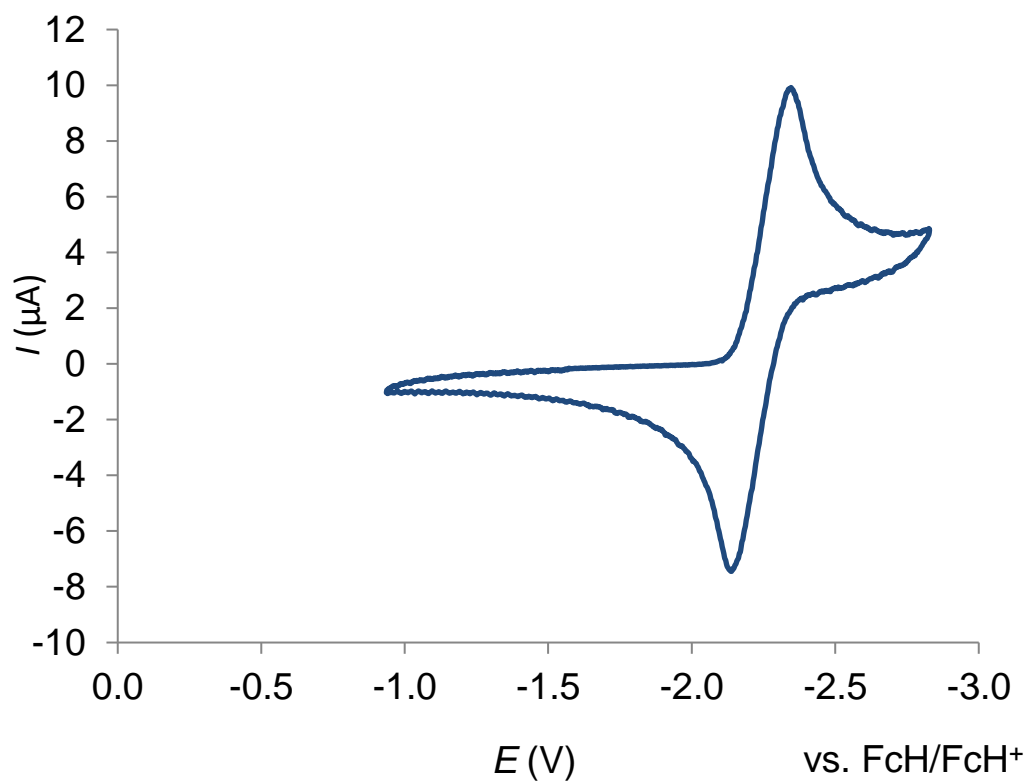


Abbildung A71: Cyclovoltammogramm von **21** in THF. $E_{1/2} = -2.15$ V gegen FcH/FcH^+ .

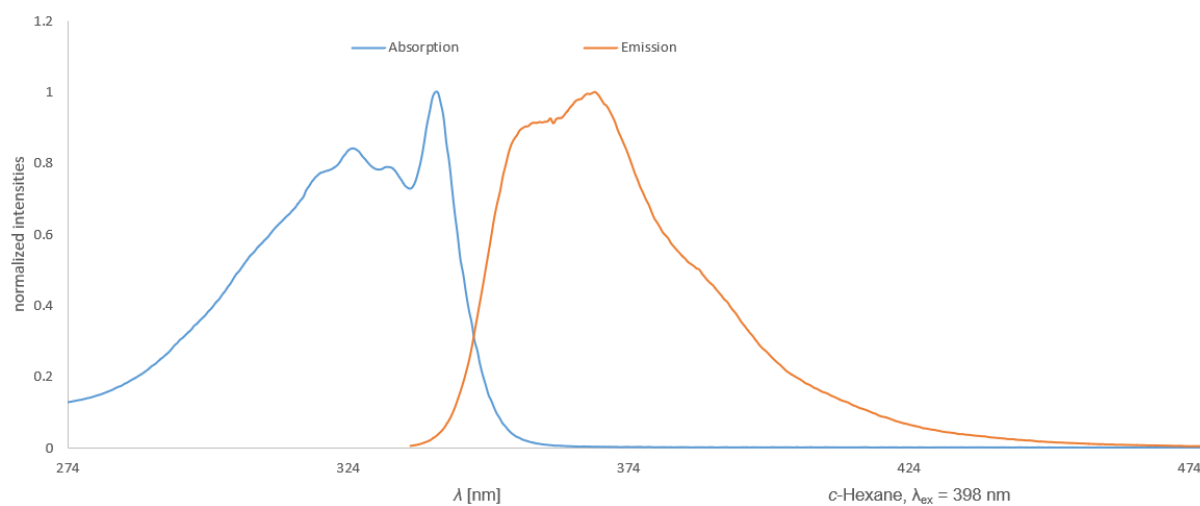


Abbildung A72: Absorptions- und Emissionsspektrum von **21**.

7.3.2 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **22**

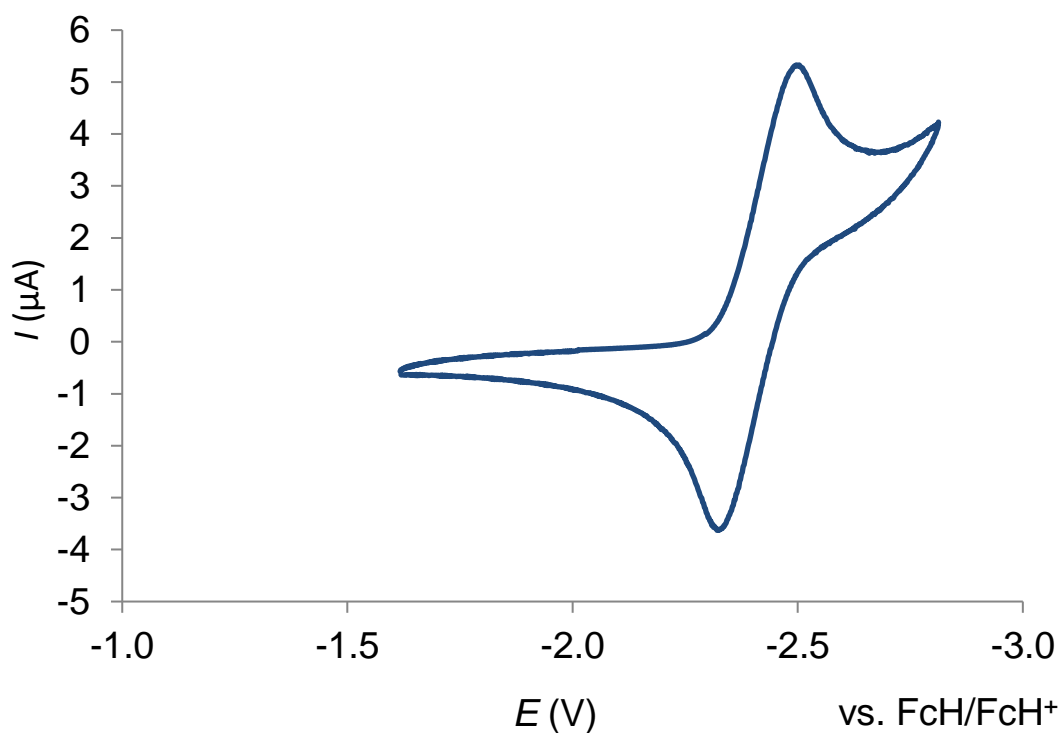


Abbildung A70: Cyclovoltammogramm von **22** in THF. $E_{1/2} = -2.36$ V gegen FcH/FcH^+ .

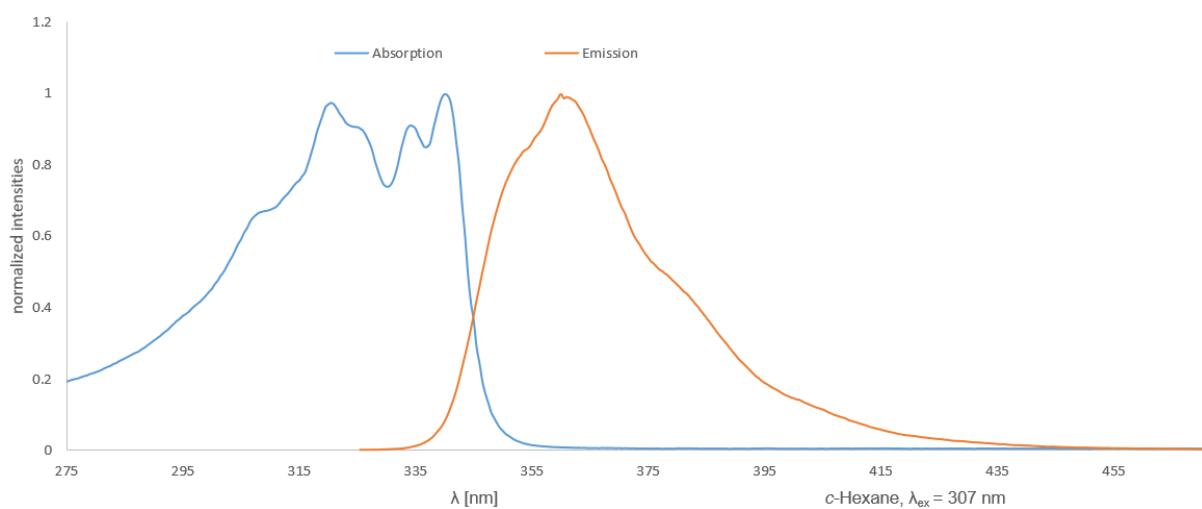


Abbildung A71: Absorptions- und Emissionsspektrum von **22**.

7.3.3 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **23**

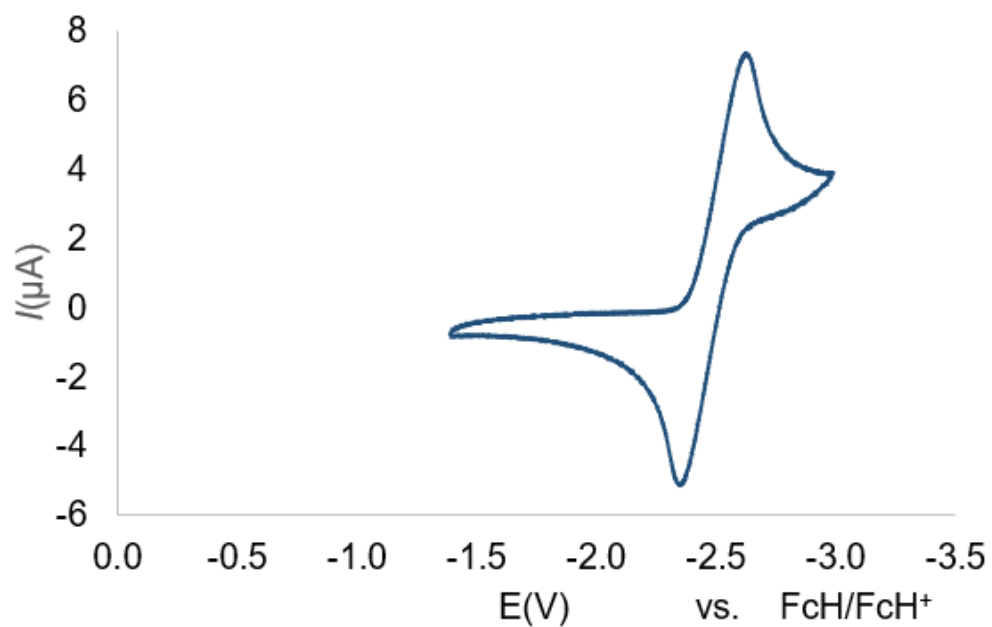


Abbildung A73: Cyclovoltammogramm von **23** in THF. $E_{1/2} = -2.54$ V gegen FcH/FcH⁺.

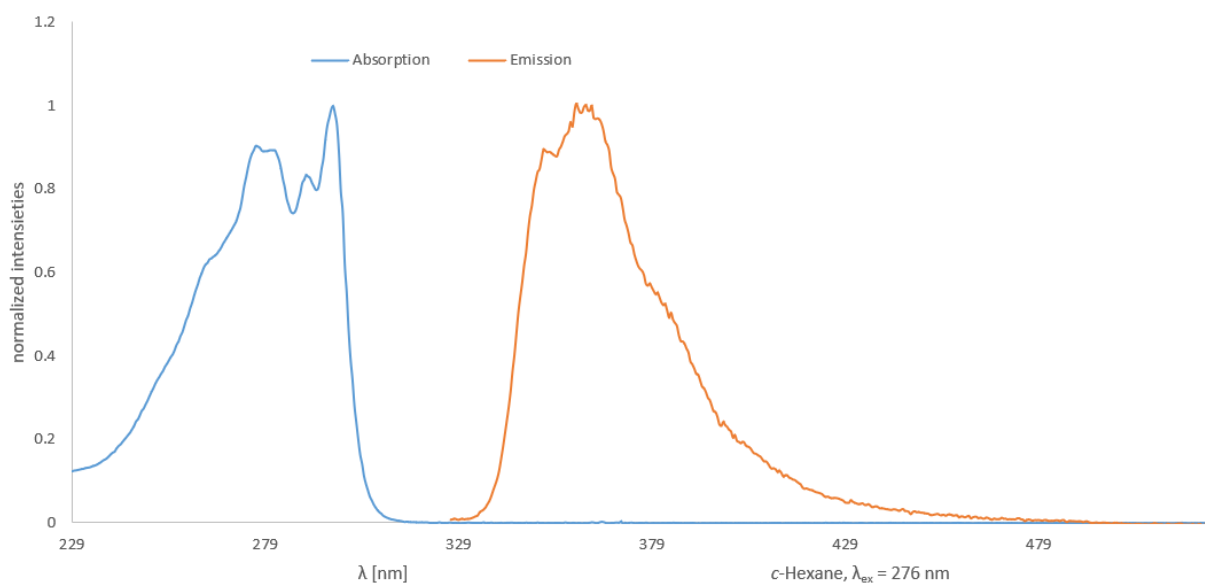


Abbildung A74: Absorptions- und Emissionsspektrum von **23**.

7.3.4 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **24**

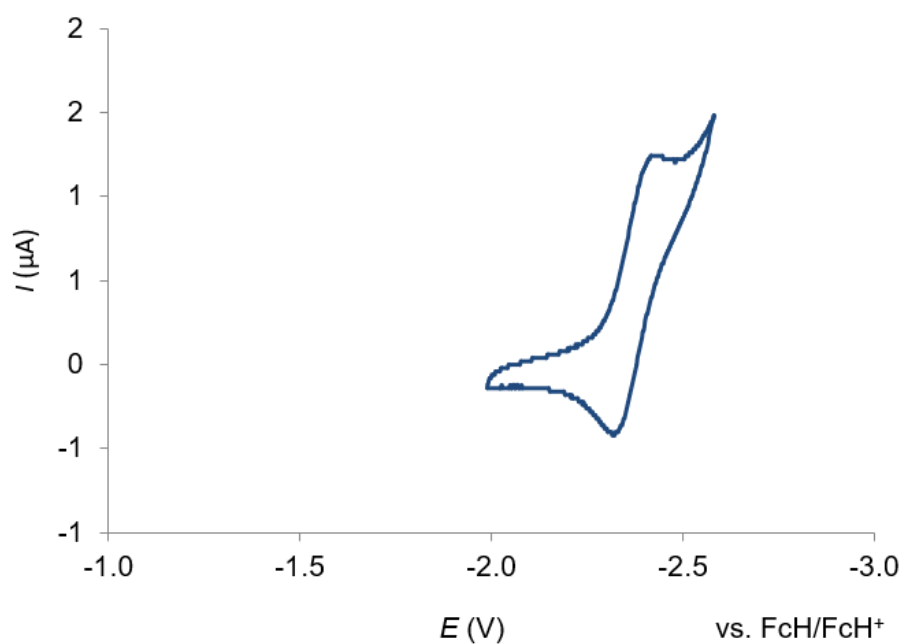


Abbildung A78: Cyclovoltammogramm von **24** in THF. $E_{1/2} = -2.41$ V gegen FcH/FcH^+ .

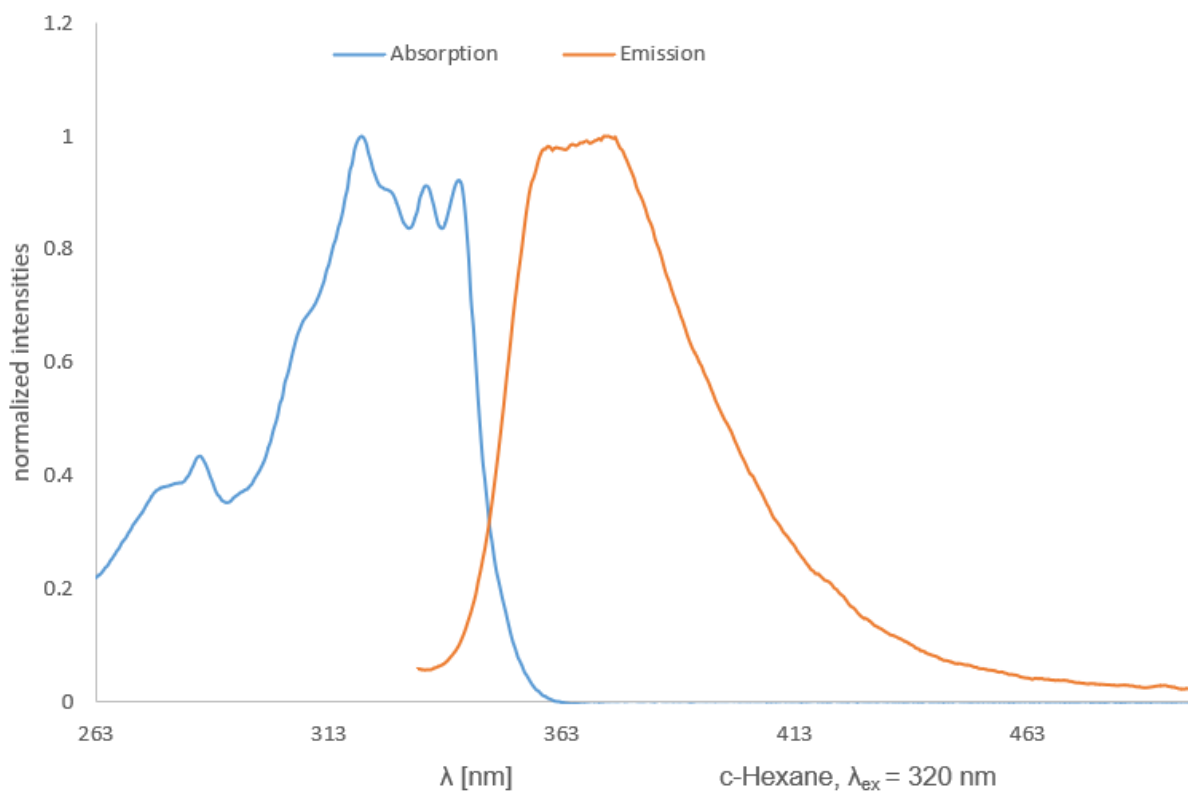


Abbildung A79: Absorptions- und Emissionsspektrum von **24**.

7.3.5 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **25**

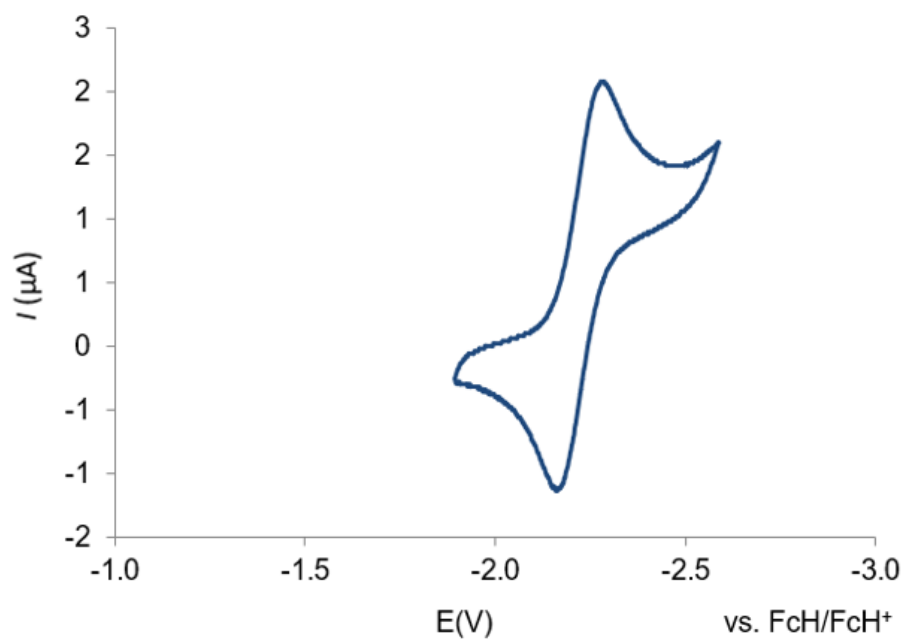


Abbildung A80: Cyclovoltammogramm von **25** in THF. $E_{1/2} = -2.27$ V gegen FcH/FcH^+ .

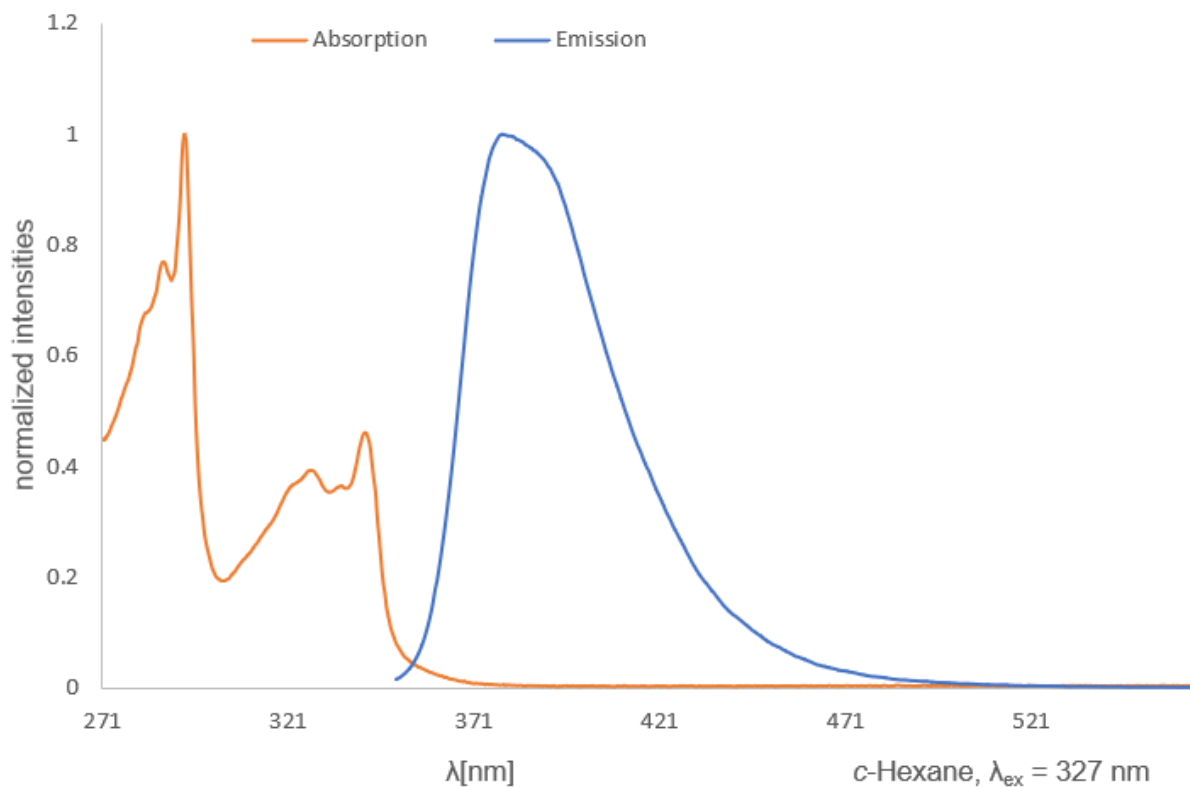


Abbildung A81: Absorptions- und Emissionsspektrum von **25**.

7.3.6 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **26**

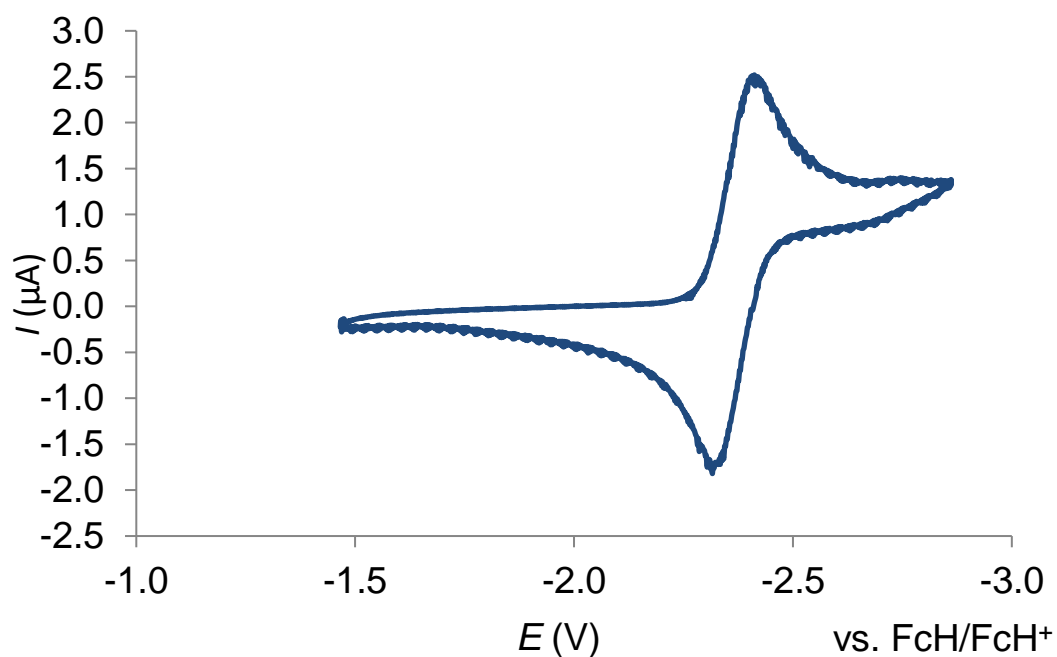


Abbildung A76: Cyclovoltammogramm von **26** in THF. $E_{1/2} = -2.41$ V gegen FcH/FcH⁺.

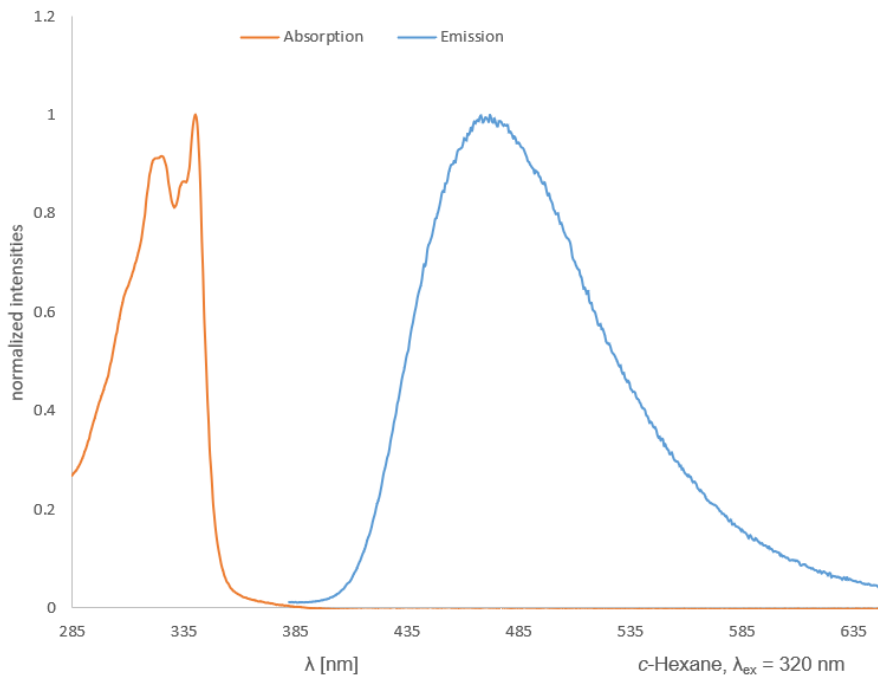


Abbildung A77: Absorptions- und Emissionsspektren von **26**.

7.3.7 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **27**

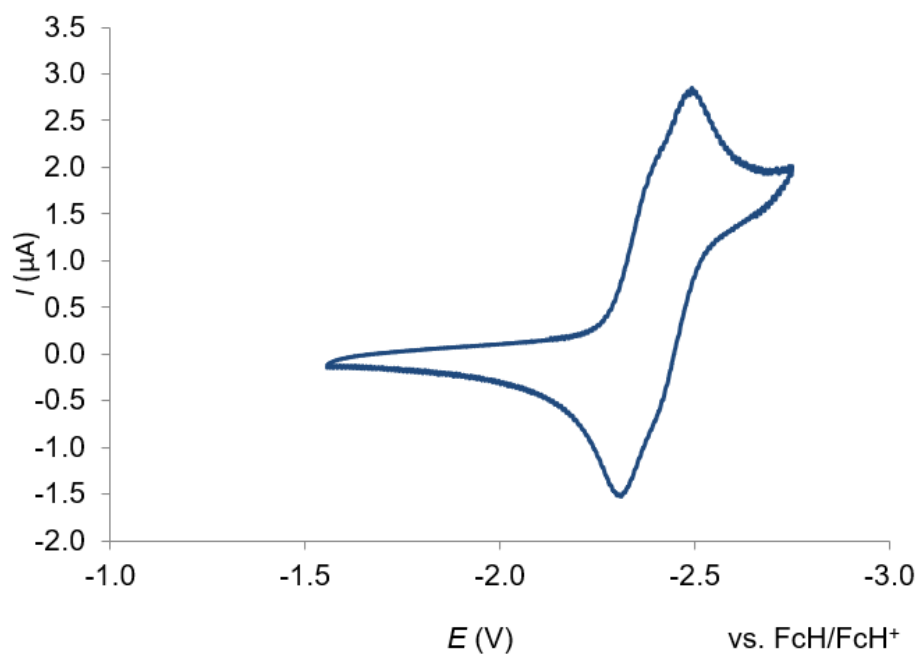


Abbildung A74: Cyclovoltammogramm von **27** in THF. $E_{1/2} = -2.30$ V gegen FcH/FcH⁺.

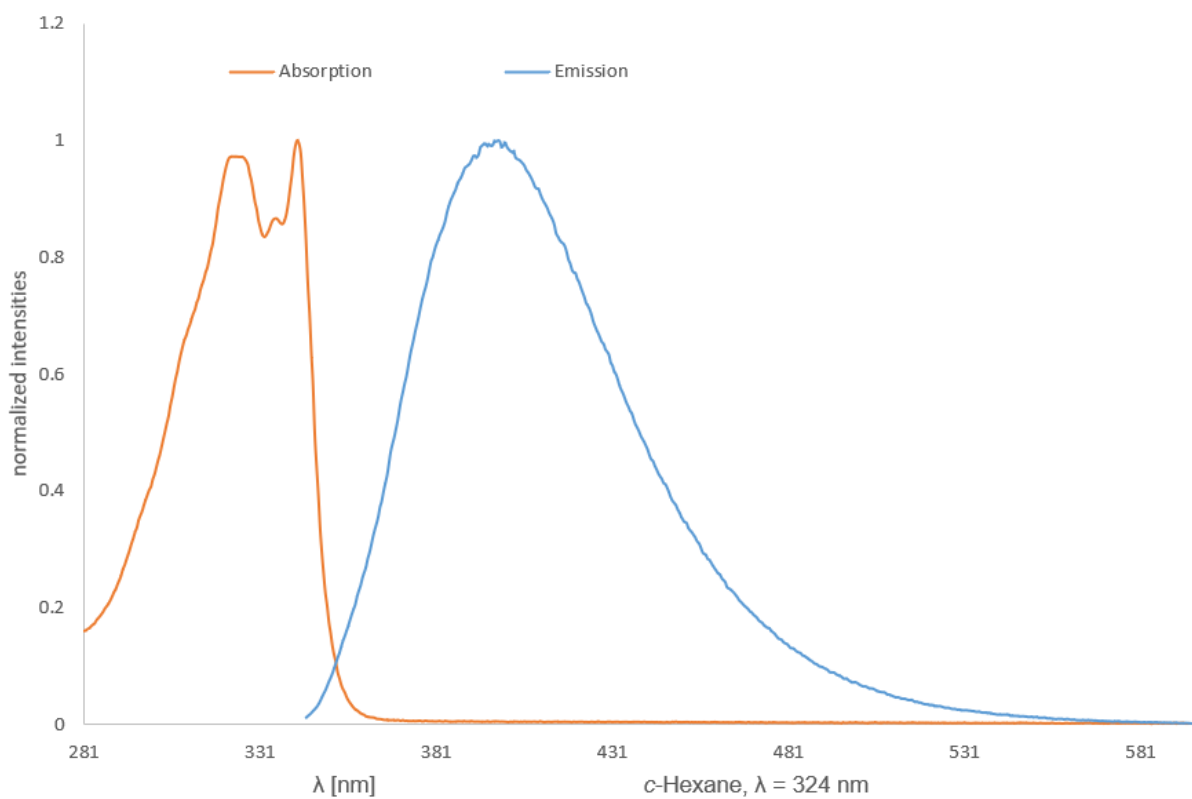


Abbildung A75: Absorptions- und Emissionsspektrum von **27**.

7.3.8 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **28**

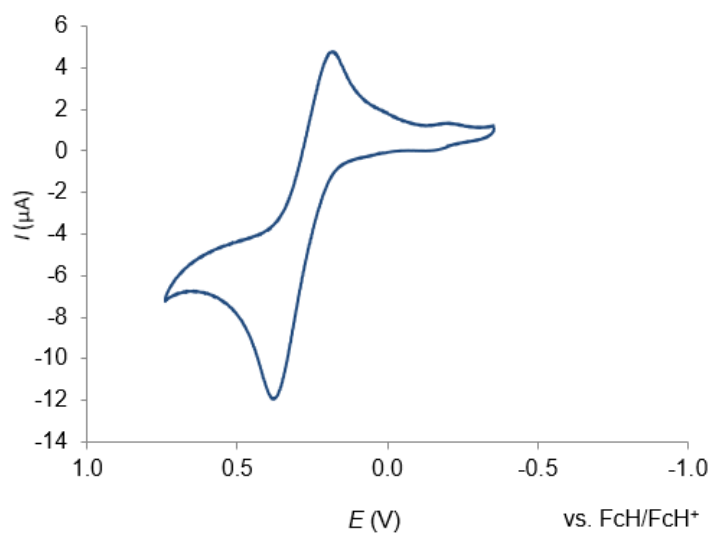


Abbildung A82: Cyclovoltammogramm von **28** in THF. $E_{1/2} = 0.11\text{V}$ gegen FcH/FcH^+ .

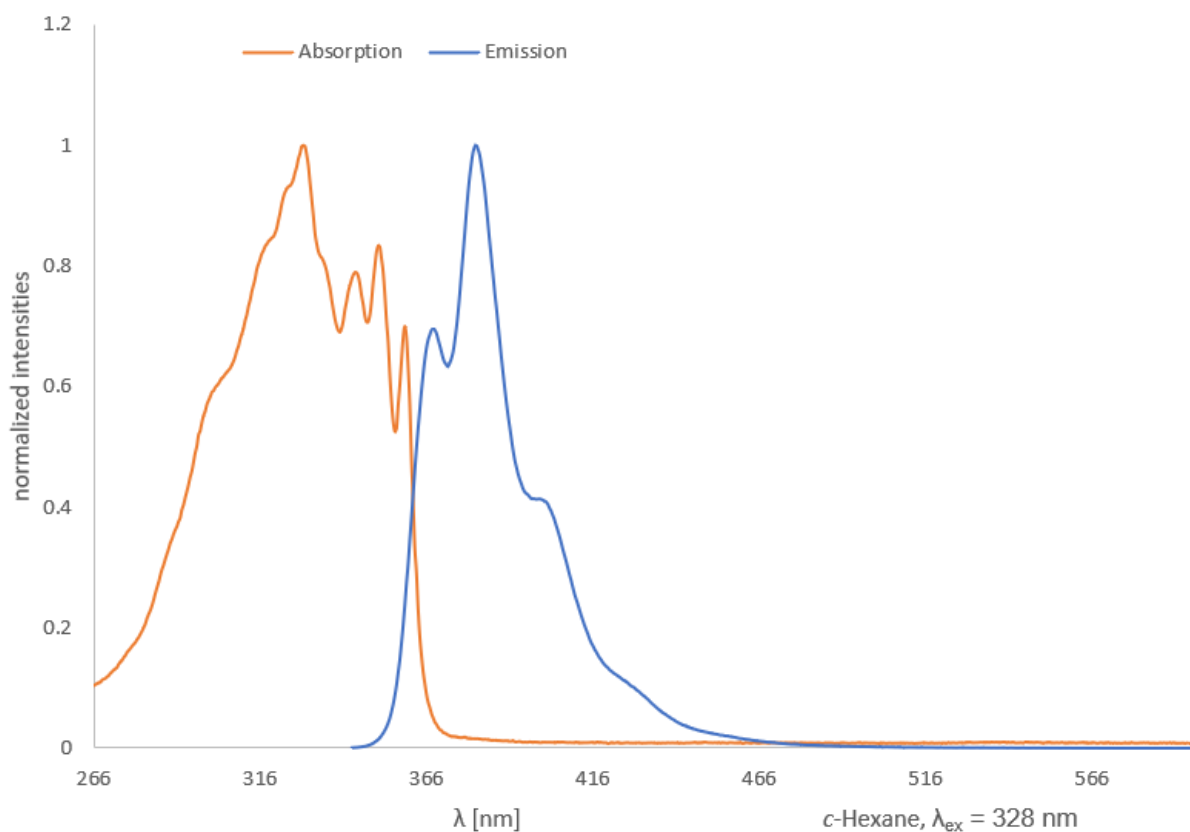


Abbildung A83: Absorptions- und Emissionsspektrum von **28**.

7.3.9 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von 30

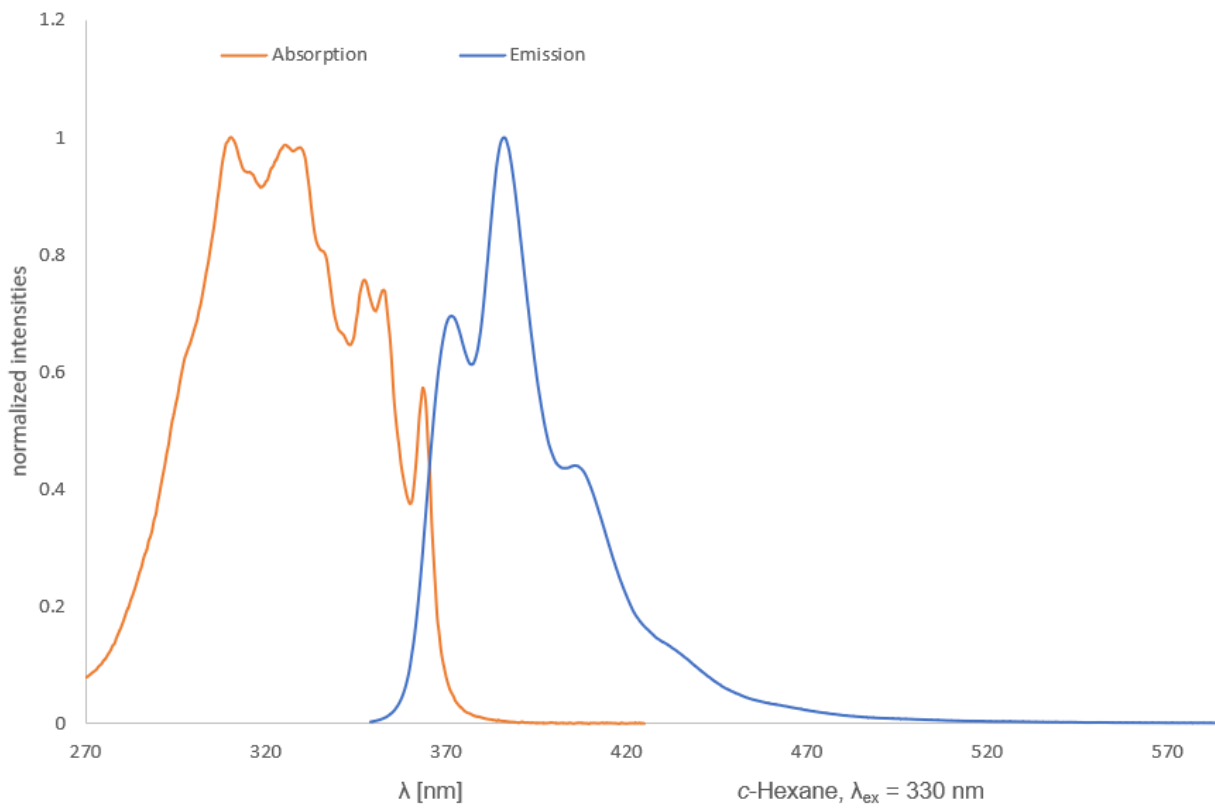


Abbildung A84: Absorptions- Emissionsspektren von 30.

7.3.10 Cyclovoltammetrie, Absorptions- und Emissionsspektren von **31**

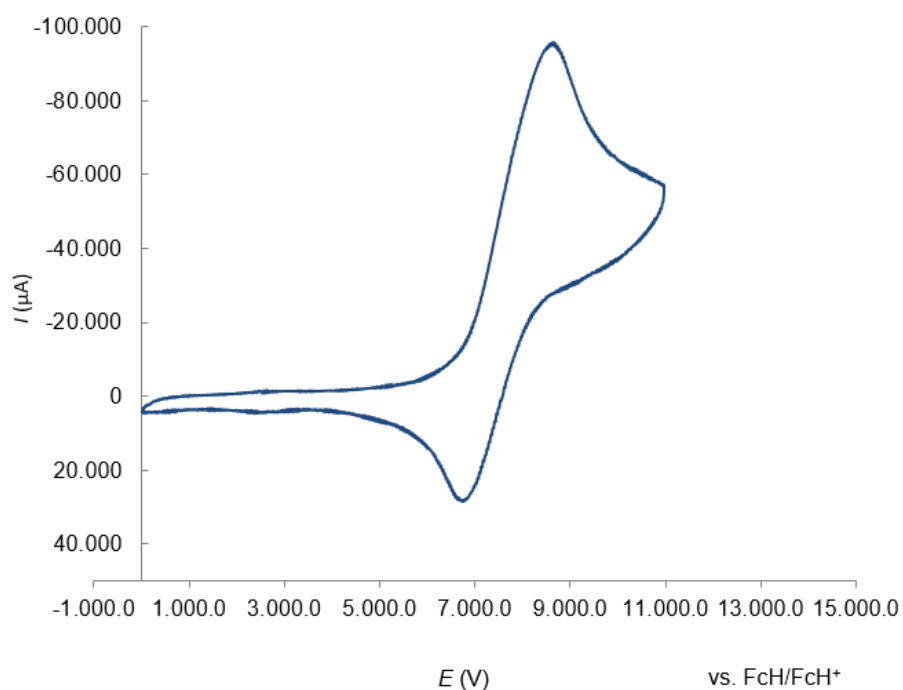


Abbildung A85: Cyclovoltammogramm von **31** in THF. $E_{1/2} = 0.22\text{V}$ gegen FcH/FcH^+ .

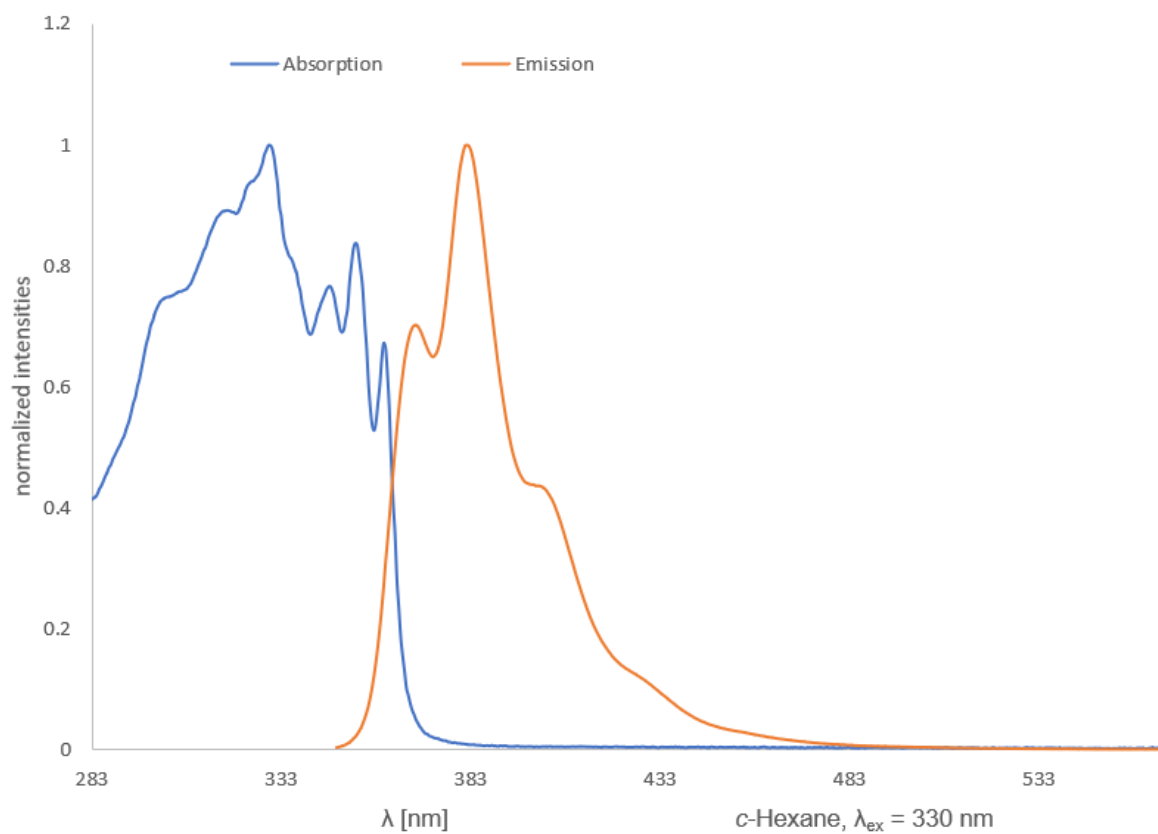


Abbildung A86: Absorptions- und Emissionsspektrum von **31**.

7.4 Strukturen:

7.4.1 Struktur von 9

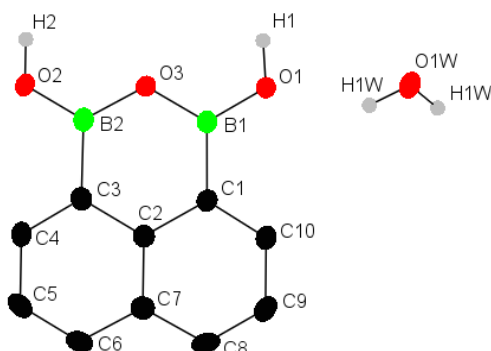


Abbildung A87: Struktur von 9.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2410.

Identification code	wa2410	
Empirical formula	C ₁₀ H ₉ B ₂ O ₃ .50	
Formula weight	206.79	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	C 2/c	
Unit cell dimensions	a = 23.444(3) Å	α = 90°.
	b = 5.0630(7) Å	β = 110.288(8)°.
	c = 16.9070(18) Å	γ = 90°.
Volume	1882.3(4) Å ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.459 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.105 mm ⁻¹	
F(000)	856	
Crystal size	0.240 x 0.060 x 0.040 mm ³	
Theta range for data collection	3.652 to 25.617°.	
Index ranges	-28 ≤ h ≤ 28, -6 ≤ k ≤ 6, -20 ≤ l ≤ 20	
Reflections collected	7855	
Independent reflections	1767 [R(int) = 0.0562]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.613	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	1767 / 0 / 154	
Goodness-of-fit on F ²	0.962	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0477, wR2 = 0.0959	
R indices (all data)	R1 = 0.0862, wR2 = 0.1072	
Extinction coefficient	0.0018(6)	
Largest diff. peak and hole	0.246 and -0.169 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2410. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	4415(1)	6949(5)	5084(2)	19(1)
B(2)	4230(1)	5859(5)	3612(2)	21(1)
O(1)	4722(1)	8401(3)	5770(1)	24(1)
O(2)	4338(1)	6269(3)	2890(1)	28(1)
O(3)	4517(1)	7387(3)	4329(1)	20(1)
C(1)	3969(1)	4744(4)	5145(1)	20(1)
C(2)	3666(1)	3167(4)	4418(1)	19(1)
C(3)	3781(1)	3617(4)	3647(1)	20(1)
C(4)	3484(1)	2065(4)	2959(1)	23(1)
C(5)	3071(1)	74(5)	2995(2)	26(1)
C(6)	2959(1)	-370(5)	3727(2)	25(1)
C(7)	3253(1)	1154(4)	4458(2)	22(1)
C(8)	3152(1)	767(5)	5233(2)	28(1)
C(9)	3445(1)	2265(5)	5922(2)	28(1)
C(10)	3852(1)	4260(5)	5876(2)	23(1)
O(1W)	5000	9707(5)	7500	29(1)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2410.

B(1)-O(1)	1.352(3)
B(1)-O(3)	1.394(3)
B(1)-C(1)	1.558(3)
B(2)-O(2)	1.346(3)
B(2)-O(3)	1.397(3)
B(2)-C(3)	1.564(3)
O(1)-H(1)	0.93(3)
O(2)-H(2)	0.90(3)
C(1)-C(10)	1.378(3)
C(1)-C(2)	1.430(3)
C(2)-C(7)	1.422(3)
C(2)-C(3)	1.438(3)
C(3)-C(4)	1.376(3)
C(4)-C(5)	1.413(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.369(4)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.417(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.425(3)
C(8)-C(9)	1.359(4)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.408(3)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
O(1W)-H(1W)	0.90(3)
O(1W)-H(1W)#1	0.90(3)
O(1)-B(1)-O(3)	119.4(2)
O(1)-B(1)-C(1)	120.2(2)
O(3)-B(1)-C(1)	120.4(2)
O(2)-B(2)-O(3)	121.1(2)
O(2)-B(2)-C(3)	119.1(2)
O(3)-B(2)-C(3)	119.8(2)
B(1)-O(1)-H(1)	116.5(18)
B(2)-O(2)-H(2)	119.1(19)
B(1)-O(3)-B(2)	121.49(18)
C(10)-C(1)-C(2)	118.5(2)
C(10)-C(1)-B(1)	122.3(2)
C(2)-C(1)-B(1)	119.22(19)
C(7)-C(2)-C(1)	120.2(2)
C(7)-C(2)-C(3)	120.1(2)
C(1)-C(2)-C(3)	119.8(2)
C(4)-C(3)-C(2)	118.5(2)
C(4)-C(3)-B(2)	122.2(2)
C(2)-C(3)-B(2)	119.3(2)
C(3)-C(4)-C(5)	121.6(2)
C(3)-C(4)-H(4)	119.2
C(5)-C(4)-H(4)	119.2

C(6)-C(5)-C(4)	120.3(2)
C(6)-C(5)-H(5)	119.9
C(4)-C(5)-H(5)	119.9
C(5)-C(6)-C(7)	120.7(2)
C(5)-C(6)-H(6)	119.6
C(7)-C(6)-H(6)	119.6
C(6)-C(7)-C(2)	118.8(2)
C(6)-C(7)-C(8)	122.8(2)
C(2)-C(7)-C(8)	118.4(2)
C(9)-C(8)-C(7)	121.0(2)
C(9)-C(8)-H(8)	119.5
C(7)-C(8)-H(8)	119.5
C(8)-C(9)-C(10)	120.3(2)
C(8)-C(9)-H(9)	119.9
C(10)-C(9)-H(9)	119.9
C(1)-C(10)-C(9)	121.7(2)
C(1)-C(10)-H(10)	119.2
C(9)-C(10)-H(10)	119.2
H(1W)-O(1W)-H(1W)#1	106(4)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 $-x+1, y, -z+3/2$

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2410. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	22(1)	18(1)	18(1)	0(1)	7(1)	2(1)
B(2)	25(2)	19(1)	18(1)	0(1)	7(1)	3(1)
O(1)	31(1)	24(1)	18(1)	-2(1)	10(1)	-8(1)
O(2)	39(1)	28(1)	18(1)	-2(1)	13(1)	-9(1)
O(3)	23(1)	20(1)	18(1)	0(1)	8(1)	-2(1)
C(1)	21(1)	20(1)	18(1)	2(1)	6(1)	1(1)
C(2)	21(1)	16(1)	20(1)	2(1)	6(1)	4(1)
C(3)	20(1)	18(1)	20(1)	0(1)	6(1)	3(1)
C(4)	28(1)	24(1)	18(1)	-1(1)	8(1)	1(1)
C(5)	24(1)	22(1)	28(1)	-7(1)	5(1)	-2(1)
C(6)	24(1)	19(1)	33(1)	-2(1)	8(1)	-3(1)
C(7)	20(1)	20(1)	24(1)	1(1)	6(1)	2(1)
C(8)	27(1)	27(1)	34(1)	6(1)	14(1)	-5(1)
C(9)	32(1)	33(1)	22(1)	3(1)	14(1)	-2(1)
C(10)	26(1)	26(1)	18(1)	1(1)	8(1)	-1(1)
O(1W)	45(2)	25(1)	22(1)	0	17(1)	0

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2410.

	x	y	z	U(eq)
H(1)	4955(14)	9780(60)	5687(18)	40(8)
H(2)	4551(15)	7700(60)	2844(19)	48(9)
H(4)	3558	2338	2448	28
H(5)	2870	-960	2509	31
H(6)	2681	-1716	3745	30
H(8)	2875	-558	5270	34
H(9)	3376	1966	6436	34
H(10)	4050	5298	6362	28
H(1W)	4862(15)	8640(60)	7050(19)	51(10)

Table 6. Torsion angles [°] for wa2410.

O(1)-B(1)-O(3)-B(2)	177.2(2)
C(1)-B(1)-O(3)-B(2)	-0.8(3)
O(2)-B(2)-O(3)-B(1)	-179.0(2)
C(3)-B(2)-O(3)-B(1)	0.6(3)
O(1)-B(1)-C(1)-C(10)	2.6(4)
O(3)-B(1)-C(1)-C(10)	-179.5(2)
O(1)-B(1)-C(1)-C(2)	-177.7(2)
O(3)-B(1)-C(1)-C(2)	0.2(3)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	0.1(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	-179.6(2)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	-179.7(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	0.6(3)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	0.1(3)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	179.8(2)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	179.4(2)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-0.9(3)
O(2)-B(2)-C(3)-C(4)	-0.8(3)
O(3)-B(2)-C(3)-C(4)	179.6(2)
O(2)-B(2)-C(3)-C(2)	179.9(2)
O(3)-B(2)-C(3)-C(2)	0.3(3)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	0.4(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-178.9(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-0.5(4)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	0.1(4)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	0.3(3)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	180.0(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	179.8(2)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	-0.4(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	0.1(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	179.9(2)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.7(3)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.6(4)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	0.8(4)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.1(4)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	179.8(2)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	-0.5(4)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,y,-z+3/2

Table 7. Hydrogen bonds for wa2410 [Å and °].

D-H...A	d(D-H)	d(H...A)	d(D...A)	<(DHA)
O(1)-H(1)...O(3)#2	0.93(3)	1.90(3)	2.823(2)	173(3)
O(2)-H(2)...O(1W)#2	0.90(3)	1.89(3)	2.776(3)	166(3)
O(1W)-H(1W)...O(1)	0.90(3)	2.08(3)	2.8450(17)	143(3)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,y,-z+3/2 #2 -x+1,-y+2,-z+1

7.4.2 Struktur von 11

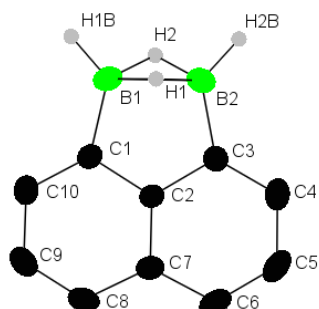


Abbildung A88: Struktur von **11**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2446.

Identification code	wa2446	
Empirical formula	C ₁₀ H ₁₀ B ₂	
Formula weight	151.80	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Triclinic	
Space group	P -1	
Unit cell dimensions	a = 7.0969(5) Å	α = 91.182(6)°
	b = 8.5411(6) Å	β = 103.436(6)°
	c = 14.8555(11) Å	γ = 97.147(6)°
Volume	867.87(11) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.162 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.062 mm ⁻¹	
F(000)	320	
Crystal size	0.290 x 0.290 x 0.270 mm ³	
Theta range for data collection	3.572 to 29.581°	
Index ranges	-9 ≤ h ≤ 9, -11 ≤ k ≤ 11, -20 ≤ l ≤ 20	
Reflections collected	19290	
Independent reflections	4841 [R(int) = 0.0267]	
Completeness to theta = 25.000°	99.7 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.526	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4841 / 0 / 249	
Goodness-of-fit on F ²	1.056	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0475, wR2 = 0.1302	
R indices (all data)	R1 = 0.0547, wR2 = 0.1351	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.286 and -0.198 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2446. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	6945(2)	6709(1)	6033(1)	28(1)
B(2)	7506(2)	8524(1)	6723(1)	28(1)
C(1)	7099(1)	5460(1)	6802(1)	23(1)
C(2)	7599(1)	6222(1)	7705(1)	22(1)
C(3)	7848(1)	7909(1)	7731(1)	24(1)
C(4)	8316(2)	8712(1)	8584(1)	31(1)
C(5)	8530(2)	7874(1)	9409(1)	35(1)
C(6)	8287(2)	6252(1)	9383(1)	32(1)
C(7)	7813(1)	5364(1)	8520(1)	25(1)
C(8)	7529(2)	3688(1)	8412(1)	31(1)
C(9)	7047(2)	2947(1)	7543(1)	32(1)
C(10)	6824(1)	3822(1)	6732(1)	29(1)
B(1A)	2660(2)	5049(1)	8081(1)	28(1)
B(2A)	2039(2)	4624(1)	6854(1)	26(1)
C(1A)	2887(1)	6908(1)	8133(1)	25(1)
C(2A)	2539(1)	7503(1)	7226(1)	22(1)
C(3A)	2071(1)	6336(1)	6481(1)	22(1)
C(4A)	1735(1)	6834(1)	5584(1)	28(1)
C(5A)	1856(2)	8470(1)	5420(1)	34(1)
C(6A)	2304(2)	9594(1)	6140(1)	34(1)
C(7A)	2651(1)	9140(1)	7074(1)	28(1)
C(8A)	3095(2)	10197(1)	7872(1)	36(1)
C(9A)	3428(2)	9626(1)	8745(1)	40(1)
C(10A)	3336(2)	7981(1)	8882(1)	34(1)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2446.

B(1)-C(1)	1.5741(14)
B(1)-B(2)	1.7897(17)
B(1)-H(1)	1.301(14)
B(1)-H(2)	1.310(14)
B(1)-H(1B)	1.099(14)
B(2)-C(3)	1.5728(14)
B(2)-H(1)	1.290(14)
B(2)-H(2)	1.280(13)
B(2)-H(2B)	1.089(15)
C(1)-C(10)	1.3867(13)
C(1)-C(2)	1.4263(12)
C(2)-C(7)	1.4153(12)
C(2)-C(3)	1.4282(12)
C(3)-C(4)	1.3783(13)
C(4)-C(5)	1.4192(15)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.3738(16)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.4246(13)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.4211(14)
C(8)-C(9)	1.3756(15)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.4183(15)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
B(1A)-C(1A)	1.5747(15)
B(1A)-B(2A)	1.7914(16)
B(1A)-H(1A)	1.281(13)
B(1A)-H(2A)	1.323(13)
B(1A)-H(1C)	1.113(14)
B(2A)-C(3A)	1.5736(14)
B(2A)-H(1A)	1.309(13)
B(2A)-H(2A)	1.267(14)
B(2A)-H(2C)	1.100(12)
C(1A)-C(10A)	1.3779(13)
C(1A)-C(2A)	1.4288(12)
C(2A)-C(7A)	1.4156(12)
C(2A)-C(3A)	1.4242(12)
C(3A)-C(4A)	1.3847(12)
C(4A)-C(5A)	1.4187(15)
C(4A)-H(4A)	0.9500
C(5A)-C(6A)	1.3753(16)
C(5A)-H(5A)	0.9500
C(6A)-C(7A)	1.4233(15)
C(6A)-H(6A)	0.9500
C(7A)-C(8A)	1.4249(14)
C(8A)-C(9A)	1.3745(18)
C(8A)-H(8A)	0.9500

C(9A)-C(10A)	1.4190(17)
C(9A)-H(9A)	0.9500
C(10A)-H(10A)	0.9500
C(1)-B(1)-B(2)	101.32(7)
C(1)-B(1)-H(1)	108.8(6)
B(2)-B(1)-H(1)	46.1(6)
C(1)-B(1)-H(2)	108.9(6)
B(2)-B(1)-H(2)	45.6(6)
H(1)-B(1)-H(2)	87.5(8)
C(1)-B(1)-H(1B)	127.7(7)
B(2)-B(1)-H(1B)	131.0(7)
H(1)-B(1)-H(1B)	107.7(9)
H(2)-B(1)-H(1B)	108.9(9)
C(3)-B(2)-B(1)	101.54(7)
C(3)-B(2)-H(1)	108.9(6)
B(1)-B(2)-H(1)	46.6(6)
C(3)-B(2)-H(2)	109.2(6)
B(1)-B(2)-H(2)	47.0(6)
H(1)-B(2)-H(2)	89.3(8)
C(3)-B(2)-H(2B)	127.9(8)
B(1)-B(2)-H(2B)	130.5(8)
H(1)-B(2)-H(2B)	108.3(10)
H(2)-B(2)-H(2B)	106.4(10)
C(10)-C(1)-C(2)	118.12(8)
C(10)-C(1)-B(1)	130.95(9)
C(2)-C(1)-B(1)	110.92(8)
C(7)-C(2)-C(1)	122.25(8)
C(7)-C(2)-C(3)	122.30(8)
C(1)-C(2)-C(3)	115.44(8)
C(4)-C(3)-C(2)	118.12(9)
C(4)-C(3)-B(2)	131.10(9)
C(2)-C(3)-B(2)	110.77(8)
C(3)-C(4)-C(5)	120.46(9)
C(3)-C(4)-H(4)	119.8
C(5)-C(4)-H(4)	119.8
C(6)-C(5)-C(4)	121.35(9)
C(6)-C(5)-H(5)	119.3
C(4)-C(5)-H(5)	119.3
C(5)-C(6)-C(7)	120.45(9)
C(5)-C(6)-H(6)	119.8
C(7)-C(6)-H(6)	119.8
C(2)-C(7)-C(8)	117.51(8)
C(2)-C(7)-C(6)	117.31(9)
C(8)-C(7)-C(6)	125.17(9)
C(9)-C(8)-C(7)	120.47(9)
C(9)-C(8)-H(8)	119.8
C(7)-C(8)-H(8)	119.8
C(8)-C(9)-C(10)	121.41(9)
C(8)-C(9)-H(9)	119.3
C(10)-C(9)-H(9)	119.3

C(1)-C(10)-C(9)	120.23(9)
C(1)-C(10)-H(10)	119.9
C(9)-C(10)-H(10)	119.9
C(1A)-B(1A)-B(2A)	101.38(7)
C(1A)-B(1A)-H(1A)	108.7(6)
B(2A)-B(1A)-H(1A)	46.9(6)
C(1A)-B(1A)-H(2A)	108.2(6)
B(2A)-B(1A)-H(2A)	44.9(6)
H(1A)-B(1A)-H(2A)	88.0(8)
C(1A)-B(1A)-H(1C)	129.0(7)
B(2A)-B(1A)-H(1C)	129.7(7)
H(1A)-B(1A)-H(1C)	107.3(9)
H(2A)-B(1A)-H(1C)	108.0(9)
C(3A)-B(2A)-B(1A)	101.33(7)
C(3A)-B(2A)-H(1A)	109.0(6)
B(1A)-B(2A)-H(1A)	45.6(6)
C(3A)-B(2A)-H(2A)	107.8(6)
B(1A)-B(2A)-H(2A)	47.6(6)
H(1A)-B(2A)-H(2A)	89.2(8)
C(3A)-B(2A)-H(2C)	127.6(7)
B(1A)-B(2A)-H(2C)	131.1(7)
H(1A)-B(2A)-H(2C)	107.8(9)
H(2A)-B(2A)-H(2C)	108.7(9)
C(10A)-C(1A)-C(2A)	118.07(9)
C(10A)-C(1A)-B(1A)	131.09(9)
C(2A)-C(1A)-B(1A)	110.84(8)
C(7A)-C(2A)-C(3A)	122.17(8)
C(7A)-C(2A)-C(1A)	122.43(9)
C(3A)-C(2A)-C(1A)	115.40(8)
C(4A)-C(3A)-C(2A)	118.33(8)
C(4A)-C(3A)-B(2A)	130.62(9)
C(2A)-C(3A)-B(2A)	111.05(8)
C(3A)-C(4A)-C(5A)	120.23(9)
C(3A)-C(4A)-H(4A)	119.9
C(5A)-C(4A)-H(4A)	119.9
C(6A)-C(5A)-C(4A)	121.31(9)
C(6A)-C(5A)-H(5A)	119.3
C(4A)-C(5A)-H(5A)	119.3
C(5A)-C(6A)-C(7A)	120.52(9)
C(5A)-C(6A)-H(6A)	119.7
C(7A)-C(6A)-H(6A)	119.7
C(2A)-C(7A)-C(6A)	117.43(9)
C(2A)-C(7A)-C(8A)	117.20(9)
C(6A)-C(7A)-C(8A)	125.36(9)
C(9A)-C(8A)-C(7A)	120.41(10)
C(9A)-C(8A)-H(8A)	119.8
C(7A)-C(8A)-H(8A)	119.8
C(8A)-C(9A)-C(10A)	121.46(10)
C(8A)-C(9A)-H(9A)	119.3
C(10A)-C(9A)-H(9A)	119.3
C(1A)-C(10A)-C(9A)	120.42(10)

C(1A)-C(10A)-H(10A)	119.8
C(9A)-C(10A)-H(10A)	119.8

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2446. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	26(1)	36(1)	24(1)	5(1)	6(1)	7(1)
B(2)	28(1)	28(1)	32(1)	8(1)	10(1)	7(1)
C(1)	20(1)	28(1)	23(1)	0(1)	6(1)	4(1)
C(2)	19(1)	25(1)	21(1)	2(1)	5(1)	4(1)
C(3)	21(1)	25(1)	27(1)	1(1)	6(1)	4(1)
C(4)	28(1)	30(1)	34(1)	-6(1)	5(1)	6(1)
C(5)	31(1)	47(1)	25(1)	-8(1)	3(1)	10(1)
C(6)	30(1)	47(1)	21(1)	4(1)	6(1)	11(1)
C(7)	22(1)	31(1)	24(1)	5(1)	6(1)	7(1)
C(8)	29(1)	31(1)	36(1)	12(1)	12(1)	8(1)
C(9)	30(1)	23(1)	45(1)	4(1)	13(1)	5(1)
C(10)	26(1)	28(1)	32(1)	-4(1)	8(1)	3(1)
B(1A)	26(1)	32(1)	26(1)	8(1)	8(1)	6(1)
B(2A)	26(1)	24(1)	30(1)	2(1)	7(1)	4(1)
C(1A)	20(1)	31(1)	24(1)	1(1)	6(1)	3(1)
C(2A)	19(1)	22(1)	26(1)	2(1)	6(1)	3(1)
C(3A)	20(1)	24(1)	24(1)	2(1)	6(1)	4(1)
C(4A)	26(1)	35(1)	24(1)	4(1)	7(1)	6(1)
C(5A)	31(1)	41(1)	32(1)	17(1)	10(1)	10(1)
C(6A)	29(1)	27(1)	48(1)	14(1)	12(1)	7(1)
C(7A)	22(1)	23(1)	39(1)	2(1)	8(1)	3(1)
C(8A)	28(1)	26(1)	54(1)	-8(1)	10(1)	1(1)
C(9A)	30(1)	41(1)	44(1)	-18(1)	6(1)	0(1)
C(10A)	27(1)	46(1)	27(1)	-6(1)	6(1)	4(1)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2446.

	x	y	z	U(eq)
H(1)	5910(20)	7768(16)	6222(9)	36(3)
H(2)	8470(20)	7797(16)	6259(9)	37(3)
H(1B)	6570(20)	6481(16)	5278(10)	39(4)
H(2B)	7620(20)	9743(17)	6519(10)	42(4)
H(4)	8495	9835	8620	37
H(5)	8849	8447	9991	42
H(6)	8436	5718	9945	39
H(8)	7674	3075	8944	37
H(9)	6860	1826	7484	38
H(10)	6484	3284	6139	34
H(1A)	1057(19)	4523(16)	7500(9)	34(3)
H(2A)	3600(20)	4595(16)	7470(9)	36(3)
H(1C)	2860(20)	4227(16)	8657(9)	37(3)
H(2C)	1691(18)	3493(15)	6445(9)	29(3)
H(4A)	1421	6078	5076	33
H(5A)	1625	8795	4800	40
H(6A)	2381	10683	6013	40
H(8A)	3161	11304	7800	44
H(9A)	3725	10348	9269	47
H(10A)	3587	7618	9493	40

Table 6. Torsion angles [°] for wa2446.

C(1)-B(1)-B(2)-C(3)	-0.17(9)
B(2)-B(1)-C(1)-C(10)	179.62(10)
B(2)-B(1)-C(1)-C(2)	0.07(9)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-0.13(13)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	179.48(8)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	-179.55(8)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	0.07(11)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	0.05(14)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	179.46(8)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	-179.61(8)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-0.20(11)
B(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-179.38(10)
B(1)-B(2)-C(3)-C(2)	0.22(10)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-0.27(14)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	179.31(10)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	0.18(16)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	0.14(16)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	0.58(13)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	179.95(8)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-179.11(8)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	0.26(13)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-0.35(14)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	179.98(10)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.59(14)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.08(9)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	0.17(15)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	-0.32(14)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-179.84(9)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	0.31(15)
C(1A)-B(1A)-B(2A)-C(3A)	0.53(9)
B(2A)-B(1A)-C(1A)-C(10A)	179.27(10)
B(2A)-B(1A)-C(1A)-C(2A)	-0.36(10)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	0.36(14)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	-179.96(8)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-179.66(8)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	0.03(11)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	0.58(13)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	-179.40(8)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-B(2A)	-179.63(8)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-B(2A)	0.39(11)
B(1A)-B(2A)-C(3A)-C(4A)	179.20(9)
B(1A)-B(2A)-C(3A)-C(2A)	-0.56(9)
C(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	-0.05(14)
B(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	-179.79(9)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(6A)	-0.12(15)
C(4A)-C(5A)-C(6A)-C(7A)	-0.23(16)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	-0.91(14)
C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	179.07(8)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	178.85(8)

C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	-1.17(14)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(2A)	0.72(15)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(8A)	-179.01(10)
C(2A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	1.06(15)
C(6A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	-179.21(10)
C(7A)-C(8A)-C(9A)-C(10A)	-0.16(17)
C(2A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	0.59(15)
B(1A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	-179.02(10)
C(8A)-C(9A)-C(10A)-C(1A)	-0.70(17)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.3 Struktur von 17

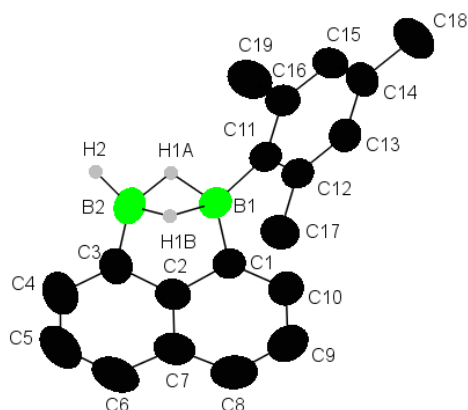


Abbildung A89: Struktur von 17.

Table 8. Crystal data and structure refinement for wa2648.

Identification code	wa2648	
Empirical formula	C ₁₉ H ₂₀ B ₂	
Formula weight	269.97	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 8.6842(6) Å	α = 90°.
	b = 8.3756(7) Å	β = 95.402(5)°.
	c = 21.9318(13) Å	γ = 90°.
Volume	1588.1(2) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.129 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.062 mm ⁻¹	
F(000)	576	
Crystal size	0.180 x 0.150 x 0.070 mm ³	
Theta range for data collection	2.356 to 25.486°.	
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -10 ≤ k ≤ 10, -26 ≤ l ≤ 26	
Reflections collected	16756	
Independent reflections	2921 [R(int) = 0.0380]	
Completeness to theta = 25.000°	99.7 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.601	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	2921 / 0 / 205	
Goodness-of-fit on F ²	1.053	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0505, wR2 = 0.1146	
R indices (all data)	R1 = 0.0786, wR2 = 0.1255	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.137 and -0.128 e.Å ⁻³	

Table 9. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2648. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	4495(2)	7044(2)	1273(1)	50(1)
B(2)	4122(3)	9094(3)	1031(1)	61(1)
C(1)	6249(2)	6928(2)	1166(1)	47(1)
C(2)	6834(2)	8387(2)	952(1)	50(1)
C(3)	5751(2)	9647(2)	862(1)	56(1)
C(4)	6265(3)	11093(3)	667(1)	74(1)
C(5)	7820(3)	11305(3)	562(1)	80(1)
C(6)	8865(3)	10093(3)	646(1)	75(1)
C(7)	8403(2)	8570(2)	845(1)	59(1)
C(8)	9379(2)	7235(3)	956(1)	74(1)
C(9)	8818(2)	5837(3)	1154(1)	72(1)
C(10)	7248(2)	5667(2)	1265(1)	58(1)
C(11)	3478(2)	5681(2)	1516(1)	48(1)
C(12)	2908(2)	4454(2)	1118(1)	49(1)
C(13)	2100(2)	3191(2)	1339(1)	53(1)
C(14)	1807(2)	3086(2)	1947(1)	56(1)
C(15)	2368(2)	4300(2)	2338(1)	57(1)
C(16)	3189(2)	5583(2)	2135(1)	54(1)
C(17)	3130(3)	4514(2)	445(1)	66(1)
C(18)	906(3)	1698(3)	2173(1)	81(1)
C(19)	3758(3)	6870(3)	2587(1)	80(1)

Table 10. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2648.

B(1)-C(1)	1.566(3)
B(1)-C(11)	1.568(3)
B(1)-B(2)	1.817(3)
B(1)-H(1A)	1.275(18)
B(1)-H(1B)	1.333(17)
B(2)-C(3)	1.565(3)
B(2)-H(1A)	1.272(18)
B(2)-H(1B)	1.226(17)
B(2)-H(2)	1.11(2)
C(1)-C(10)	1.371(2)
C(1)-C(2)	1.421(2)
C(2)-C(7)	1.413(3)
C(2)-C(3)	1.415(2)
C(3)-C(4)	1.373(3)
C(4)-C(5)	1.402(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.362(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.418(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.410(3)
C(8)-C(9)	1.356(3)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.414(3)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-C(16)	1.406(2)
C(11)-C(12)	1.408(2)
C(12)-C(13)	1.382(2)
C(12)-C(17)	1.507(2)
C(13)-C(14)	1.384(2)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.388(3)
C(14)-C(18)	1.511(3)
C(15)-C(16)	1.386(3)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.514(3)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(1)-B(1)-C(11)	126.33(15)
C(1)-B(1)-B(2)	99.46(14)

C(11)-B(1)-B(2)	134.21(16)
C(1)-B(1)-H(1A)	107.8(8)
C(11)-B(1)-H(1A)	111.4(8)
B(2)-B(1)-H(1A)	44.4(8)
C(1)-B(1)-H(1B)	108.5(8)
C(11)-B(1)-H(1B)	111.6(8)
B(2)-B(1)-H(1B)	42.4(8)
H(1A)-B(1)-H(1B)	82.5(11)
C(3)-B(2)-B(1)	102.02(15)
C(3)-B(2)-H(1A)	108.7(8)
B(1)-B(2)-H(1A)	44.6(8)
C(3)-B(2)-H(1B)	111.5(8)
B(1)-B(2)-H(1B)	47.2(8)
H(1A)-B(2)-H(1B)	87.0(11)
C(3)-B(2)-H(2)	128.9(11)
B(1)-B(2)-H(2)	128.9(11)
H(1A)-B(2)-H(2)	105.8(13)
H(1B)-B(2)-H(2)	106.8(13)
C(10)-C(1)-C(2)	118.29(16)
C(10)-C(1)-B(1)	129.41(16)
C(2)-C(1)-B(1)	112.28(14)
C(7)-C(2)-C(3)	122.33(17)
C(7)-C(2)-C(1)	121.96(17)
C(3)-C(2)-C(1)	115.70(16)
C(4)-C(3)-C(2)	118.01(19)
C(4)-C(3)-B(2)	131.45(19)
C(2)-C(3)-B(2)	110.52(15)
C(3)-C(4)-C(5)	120.6(2)
C(3)-C(4)-H(4)	119.7
C(5)-C(4)-H(4)	119.7
C(6)-C(5)-C(4)	121.6(2)
C(6)-C(5)-H(5)	119.2
C(4)-C(5)-H(5)	119.2
C(5)-C(6)-C(7)	120.5(2)
C(5)-C(6)-H(6)	119.7
C(7)-C(6)-H(6)	119.7
C(8)-C(7)-C(2)	117.26(19)
C(8)-C(7)-C(6)	125.7(2)
C(2)-C(7)-C(6)	116.99(19)
C(9)-C(8)-C(7)	120.82(19)
C(9)-C(8)-H(8)	119.6
C(7)-C(8)-H(8)	119.6
C(8)-C(9)-C(10)	121.55(19)
C(8)-C(9)-H(9)	119.2
C(10)-C(9)-H(9)	119.2
C(1)-C(10)-C(9)	120.12(19)
C(1)-C(10)-H(10)	119.9
C(9)-C(10)-H(10)	119.9
C(16)-C(11)-C(12)	118.19(16)
C(16)-C(11)-B(1)	121.96(15)
C(12)-C(11)-B(1)	119.74(15)

C(13)-C(12)-C(11)	120.10(15)
C(13)-C(12)-C(17)	118.98(16)
C(11)-C(12)-C(17)	120.90(16)
C(12)-C(13)-C(14)	122.12(17)
C(12)-C(13)-H(13)	118.9
C(14)-C(13)-H(13)	118.9
C(13)-C(14)-C(15)	117.57(16)
C(13)-C(14)-C(18)	120.84(18)
C(15)-C(14)-C(18)	121.59(17)
C(16)-C(15)-C(14)	122.12(16)
C(16)-C(15)-H(15)	118.9
C(14)-C(15)-H(15)	118.9
C(15)-C(16)-C(11)	119.89(16)
C(15)-C(16)-C(19)	119.26(16)
C(11)-C(16)-C(19)	120.85(17)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(14)-C(18)-H(18A)	109.5
C(14)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(14)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 11. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2648. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	53(1)	55(1)	41(1)	-2(1)	3(1)	8(1)
B(2)	61(1)	55(1)	66(1)	3(1)	4(1)	12(1)
C(1)	47(1)	57(1)	36(1)	-1(1)	1(1)	5(1)
C(2)	52(1)	62(1)	35(1)	-4(1)	1(1)	-4(1)
C(3)	65(1)	54(1)	47(1)	1(1)	-2(1)	-1(1)
C(4)	89(2)	64(1)	66(1)	8(1)	-2(1)	-7(1)
C(5)	99(2)	79(2)	59(1)	7(1)	0(1)	-30(1)
C(6)	71(1)	101(2)	53(1)	-2(1)	7(1)	-32(1)
C(7)	51(1)	84(1)	43(1)	-5(1)	2(1)	-10(1)
C(8)	45(1)	113(2)	64(1)	-2(1)	5(1)	2(1)
C(9)	53(1)	94(2)	68(1)	3(1)	-1(1)	23(1)
C(10)	57(1)	67(1)	51(1)	3(1)	2(1)	10(1)
C(11)	43(1)	56(1)	46(1)	2(1)	5(1)	8(1)
C(12)	45(1)	55(1)	46(1)	0(1)	6(1)	7(1)
C(13)	49(1)	54(1)	54(1)	2(1)	2(1)	5(1)
C(14)	49(1)	61(1)	58(1)	15(1)	3(1)	4(1)
C(15)	57(1)	73(1)	43(1)	10(1)	8(1)	8(1)
C(16)	52(1)	64(1)	44(1)	1(1)	5(1)	6(1)
C(17)	82(1)	69(1)	48(1)	-6(1)	13(1)	-4(1)
C(18)	84(2)	87(2)	74(1)	22(1)	8(1)	-15(1)
C(19)	101(2)	90(2)	48(1)	-8(1)	8(1)	-16(1)

Table 12. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2648.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	4290(20)	8370(20)	1542(8)	62(5)
H(1B)	3760(20)	7800(20)	797(8)	58(5)
H(2)	3040(20)	9800(20)	1036(9)	76(6)
H(4)	5561	11958	603	88
H(5)	8153	12317	430	96
H(6)	9910	10270	570	90
H(8)	10442	7315	890	89
H(9)	9495	4950	1220	86
H(10)	6885	4678	1408	70
H(13)	1734	2368	1064	63
H(15)	2184	4249	2757	69
H(17A)	2425	5306	243	99
H(17B)	2909	3462	262	99
H(17C)	4201	4813	393	99
H(18A)	98	1379	1854	122
H(18B)	429	2016	2542	122
H(18C)	1607	797	2269	122
H(19A)	3274	7891	2462	119
H(19B)	4884	6966	2594	119
H(19C)	3483	6585	2996	119

Table 13. Torsion angles [°] for wa2648.

C(1)-B(1)-B(2)-C(3)	-1.26(17)
C(11)-B(1)-B(2)-C(3)	179.22(18)
C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	-0.8(3)
B(2)-B(1)-C(1)-C(10)	179.66(17)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-178.94(15)
B(2)-B(1)-C(1)-C(2)	1.48(17)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-0.6(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	177.84(15)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	-179.64(15)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-1.2(2)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	-0.4(3)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	178.72(16)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	-178.85(16)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	0.2(2)
B(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-177.53(19)
B(1)-B(2)-C(3)-C(2)	0.70(19)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-0.1(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	178.0(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	0.4(3)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-0.2(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	179.44(16)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	0.4(2)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	0.5(2)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-178.49(16)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	-179.03(19)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-0.2(3)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	0.3(3)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.06(19)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-0.8(3)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.0(2)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-178.05(17)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	0.6(3)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	97.7(2)
B(2)-B(1)-C(11)-C(16)	-82.9(2)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-78.3(2)
B(2)-B(1)-C(11)-C(12)	101.1(2)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.5(2)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	175.60(15)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	177.91(16)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	-6.0(2)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.7(2)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	-177.77(17)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	-0.6(2)
C(12)-C(13)-C(14)-C(18)	179.39(17)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	0.3(3)
C(18)-C(14)-C(15)-C(16)	-179.67(18)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.1(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	179.61(18)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.3(2)

B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-175.78(16)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	-179.49(17)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	4.5(3)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.4 Struktur von 18

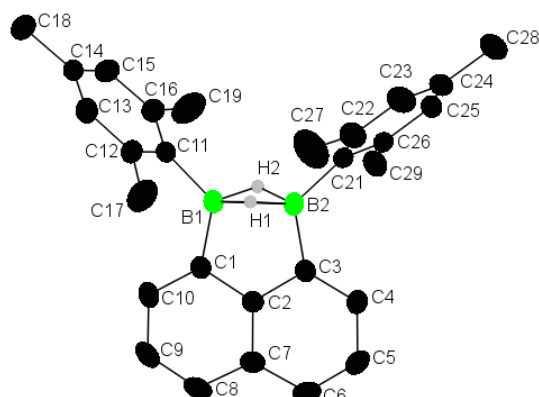


Abbildung A90: Struktur **18**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2729.

Identification code	wa2729	
Empirical formula	C ₂₈ H ₃₀ B ₂	
Formula weight	388.14	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 2 ₁ /n	
Unit cell dimensions	a = 8.0114(4) Å	α = 90°.
	b = 20.4702(10) Å	β = 102.299(4)°.
	c = 14.6659(7) Å	γ = 90°.
Volume	2349.9(2) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.097 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.060 mm ⁻¹	
F(000)	832	
Crystal size	0.240 x 0.210 x 0.110 mm ³	
Theta range for data collection	2.786 to 25.027°.	
Index ranges	-9 ≤ h ≤ 9, -24 ≤ k ≤ 24, -17 ≤ l ≤ 17	
Reflections collected	20881	
Independent reflections	4144 [R(int) = 0.0435]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.669	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4144 / 0 / 285	
Goodness-of-fit on F ²	1.146	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0571, wR2 = 0.1248	
R indices (all data)	R1 = 0.0686, wR2 = 0.1302	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.219 and -0.179 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2729. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	5908(3)	2662(1)	5910(1)	27(1)
B(2)	6605(3)	1808(1)	5834(1)	25(1)
C(1)	4949(2)	2603(1)	6741(1)	27(1)
C(2)	5009(2)	1958(1)	7099(1)	25(1)
C(3)	5884(2)	1495(1)	6652(1)	25(1)
C(4)	6018(2)	865(1)	6982(1)	31(1)
C(5)	5287(3)	687(1)	7740(2)	38(1)
C(6)	4438(3)	1133(1)	8171(1)	38(1)
C(7)	4262(2)	1788(1)	7856(1)	30(1)
C(8)	3393(3)	2286(1)	8241(1)	38(1)
C(9)	3309(3)	2906(1)	7883(2)	39(1)
C(10)	4086(3)	3069(1)	7139(1)	35(1)
C(11)	6194(2)	3310(1)	5384(1)	28(1)
C(12)	7438(3)	3762(1)	5820(1)	35(1)
C(13)	7612(3)	4357(1)	5389(1)	39(1)
C(14)	6579(3)	4532(1)	4542(1)	35(1)
C(15)	5362(3)	4084(1)	4116(1)	36(1)
C(16)	5162(2)	3479(1)	4515(1)	31(1)
C(17)	8579(4)	3618(1)	6762(2)	58(1)
C(18)	6783(3)	5186(1)	4106(2)	50(1)
C(19)	3816(3)	3012(1)	4007(2)	51(1)
C(21)	7568(2)	1417(1)	5176(1)	24(1)
C(22)	9341(2)	1466(1)	5241(1)	34(1)
C(23)	10140(2)	1054(1)	4712(2)	38(1)
C(24)	9256(3)	591(1)	4111(1)	34(1)
C(25)	7504(2)	549(1)	4036(1)	30(1)
C(26)	6650(2)	954(1)	4550(1)	24(1)
C(27)	10401(3)	1960(1)	5880(2)	61(1)
C(28)	10177(3)	148(1)	3560(2)	46(1)
C(29)	4739(2)	887(1)	4427(1)	33(1)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2729.

B(1)-C(11)	1.576(3)
B(1)-C(1)	1.578(3)
B(1)-B(2)	1.847(3)
B(1)-H(1)	1.32(2)
B(1)-H(2)	1.27(2)
B(2)-C(3)	1.574(3)
B(2)-C(21)	1.576(3)
B(2)-H(1)	1.28(2)
B(2)-H(2)	1.28(2)
C(1)-C(10)	1.379(3)
C(1)-C(2)	1.418(2)
C(2)-C(7)	1.412(3)
C(2)-C(3)	1.421(2)
C(3)-C(4)	1.374(3)
C(4)-C(5)	1.411(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.371(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.415(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.418(3)
C(8)-C(9)	1.370(3)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.407(3)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-C(16)	1.406(3)
C(11)-C(12)	1.409(3)
C(12)-C(13)	1.393(3)
C(12)-C(17)	1.514(3)
C(13)-C(14)	1.385(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.387(3)
C(14)-C(18)	1.507(3)
C(15)-C(16)	1.394(3)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.514(3)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(21)-C(22)	1.407(3)
C(21)-C(26)	1.412(2)
C(22)-C(23)	1.391(3)

C(22)-C(27)	1.511(3)
C(23)-C(24)	1.383(3)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.388(3)
C(24)-C(28)	1.508(3)
C(25)-C(26)	1.394(3)
C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-C(29)	1.509(2)
C(27)-H(27A)	0.9800
C(27)-H(27B)	0.9800
C(27)-H(27C)	0.9800
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
C(11)-B(1)-C(1)	126.05(16)
C(11)-B(1)-B(2)	133.67(16)
C(1)-B(1)-B(2)	100.20(14)
C(11)-B(1)-H(1)	110.1(9)
C(1)-B(1)-H(1)	107.4(9)
B(2)-B(1)-H(1)	43.9(9)
C(11)-B(1)-H(2)	115.3(9)
C(1)-B(1)-H(2)	105.4(9)
B(2)-B(1)-H(2)	43.7(9)
H(1)-B(1)-H(2)	84.8(12)
C(3)-B(2)-C(21)	124.57(15)
C(3)-B(2)-B(1)	100.04(14)
C(21)-B(2)-B(1)	135.36(16)
C(3)-B(2)-H(1)	106.7(9)
C(21)-B(2)-H(1)	113.6(9)
B(1)-B(2)-H(1)	45.5(9)
C(3)-B(2)-H(2)	105.9(9)
C(21)-B(2)-H(2)	113.2(9)
B(1)-B(2)-H(2)	43.3(9)
H(1)-B(2)-H(2)	85.9(13)
C(10)-C(1)-C(2)	117.88(17)
C(10)-C(1)-B(1)	130.11(17)
C(2)-C(1)-B(1)	112.00(15)
C(7)-C(2)-C(1)	122.31(17)
C(7)-C(2)-C(3)	122.16(16)
C(1)-C(2)-C(3)	115.52(16)
C(4)-C(3)-C(2)	118.25(17)
C(4)-C(3)-B(2)	129.52(17)
C(2)-C(3)-B(2)	112.23(15)
C(3)-C(4)-C(5)	120.35(18)
C(3)-C(4)-H(4)	119.8
C(5)-C(4)-H(4)	119.8
C(6)-C(5)-C(4)	121.45(18)

C(6)-C(5)-H(5)	119.3
C(4)-C(5)-H(5)	119.3
C(5)-C(6)-C(7)	120.37(18)
C(5)-C(6)-H(6)	119.8
C(7)-C(6)-H(6)	119.8
C(2)-C(7)-C(6)	117.42(18)
C(2)-C(7)-C(8)	117.51(18)
C(6)-C(7)-C(8)	125.07(18)
C(9)-C(8)-C(7)	120.12(19)
C(9)-C(8)-H(8)	119.9
C(7)-C(8)-H(8)	119.9
C(8)-C(9)-C(10)	121.53(18)
C(8)-C(9)-H(9)	119.2
C(10)-C(9)-H(9)	119.2
C(1)-C(10)-C(9)	120.61(19)
C(1)-C(10)-H(10)	119.7
C(9)-C(10)-H(10)	119.7
C(16)-C(11)-C(12)	118.22(17)
C(16)-C(11)-B(1)	122.13(17)
C(12)-C(11)-B(1)	119.49(16)
C(13)-C(12)-C(11)	119.79(18)
C(13)-C(12)-C(17)	119.04(18)
C(11)-C(12)-C(17)	121.16(18)
C(14)-C(13)-C(12)	122.37(19)
C(14)-C(13)-H(13)	118.8
C(12)-C(13)-H(13)	118.8
C(13)-C(14)-C(15)	117.48(18)
C(13)-C(14)-C(18)	120.8(2)
C(15)-C(14)-C(18)	121.7(2)
C(14)-C(15)-C(16)	122.06(19)
C(14)-C(15)-H(15)	119.0
C(16)-C(15)-H(15)	119.0
C(15)-C(16)-C(11)	120.07(18)
C(15)-C(16)-C(19)	119.23(18)
C(11)-C(16)-C(19)	120.69(17)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(14)-C(18)-H(18A)	109.5
C(14)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(14)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5

H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(22)-C(21)-C(26)	118.13(16)
C(22)-C(21)-B(2)	122.74(16)
C(26)-C(21)-B(2)	118.90(15)
C(23)-C(22)-C(21)	119.77(18)
C(23)-C(22)-C(27)	119.13(18)
C(21)-C(22)-C(27)	121.10(18)
C(24)-C(23)-C(22)	122.51(18)
C(24)-C(23)-H(23)	118.7
C(22)-C(23)-H(23)	118.7
C(23)-C(24)-C(25)	117.67(17)
C(23)-C(24)-C(28)	120.80(19)
C(25)-C(24)-C(28)	121.53(19)
C(24)-C(25)-C(26)	121.73(18)
C(24)-C(25)-H(25)	119.1
C(26)-C(25)-H(25)	119.1
C(25)-C(26)-C(21)	120.17(16)
C(25)-C(26)-C(29)	118.91(16)
C(21)-C(26)-C(29)	120.91(16)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(24)-C(28)-H(28A)	109.5
C(24)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(24)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(26)-C(29)-H(29A)	109.5
C(26)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(26)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2729. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	29(1)	24(1)	26(1)	-3(1)	2(1)	2(1)
B(2)	22(1)	22(1)	27(1)	-1(1)	0(1)	0(1)
C(1)	28(1)	26(1)	25(1)	-3(1)	2(1)	1(1)
C(2)	24(1)	27(1)	22(1)	-2(1)	2(1)	-3(1)
C(3)	22(1)	26(1)	25(1)	-3(1)	1(1)	-1(1)
C(4)	34(1)	25(1)	32(1)	0(1)	5(1)	2(1)
C(5)	49(1)	28(1)	37(1)	7(1)	8(1)	-5(1)
C(6)	45(1)	42(1)	29(1)	4(1)	12(1)	-9(1)
C(7)	30(1)	36(1)	26(1)	-2(1)	6(1)	-5(1)
C(8)	39(1)	49(1)	30(1)	-8(1)	15(1)	-5(1)
C(9)	42(1)	41(1)	37(1)	-12(1)	15(1)	4(1)
C(10)	42(1)	27(1)	36(1)	-6(1)	8(1)	5(1)
C(11)	34(1)	25(1)	26(1)	0(1)	10(1)	4(1)
C(12)	51(1)	25(1)	27(1)	-1(1)	6(1)	-2(1)
C(13)	58(1)	26(1)	35(1)	-6(1)	11(1)	-6(1)
C(14)	50(1)	25(1)	35(1)	3(1)	21(1)	7(1)
C(15)	40(1)	37(1)	32(1)	10(1)	8(1)	10(1)
C(16)	30(1)	32(1)	32(1)	4(1)	7(1)	6(1)
C(17)	84(2)	40(1)	39(1)	0(1)	-12(1)	-20(1)
C(18)	73(2)	33(1)	49(1)	10(1)	26(1)	4(1)
C(19)	42(1)	55(1)	46(1)	16(1)	-13(1)	-8(1)
C(21)	24(1)	23(1)	25(1)	2(1)	6(1)	1(1)
C(22)	25(1)	42(1)	34(1)	-4(1)	3(1)	-2(1)
C(23)	22(1)	53(1)	41(1)	0(1)	9(1)	5(1)
C(24)	35(1)	38(1)	30(1)	4(1)	12(1)	11(1)
C(25)	36(1)	27(1)	28(1)	-2(1)	8(1)	2(1)
C(26)	25(1)	23(1)	25(1)	2(1)	6(1)	-1(1)
C(27)	28(1)	80(2)	72(2)	-32(2)	5(1)	-12(1)
C(28)	48(1)	54(1)	42(1)	1(1)	19(1)	20(1)
C(29)	26(1)	36(1)	38(1)	-9(1)	7(1)	-4(1)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2729.

	x	y	z	U(eq)
H(1)	7360(30)	2339(10)	6151(14)	33(5)
H(2)	5420(30)	2174(9)	5388(14)	31(5)
H(4)	6607	547	6698	37
H(5)	5386	249	7958	46
H(6)	3965	1002	8684	46
H(8)	2868	2190	8748	46
H(9)	2711	3234	8143	47
H(10)	4016	3504	6908	42
H(13)	8470	4653	5687	47
H(15)	4642	4193	3533	43
H(17A)	9382	3269	6695	87
H(17B)	7877	3479	7198	87
H(17C)	9217	4012	7001	87
H(18A)	7219	5122	3537	74
H(18B)	7590	5454	4548	74
H(18C)	5674	5407	3951	74
H(19A)	3147	3226	3450	76
H(19B)	3058	2885	4420	76
H(19C)	4372	2622	3822	76
H(23)	11339	1092	4767	46
H(25)	6869	237	3624	36
H(27A)	11608	1906	5861	91
H(27B)	10254	1893	6520	91
H(27C)	10029	2402	5675	91
H(28A)	10699	411	3136	70
H(28B)	9361	-160	3196	70
H(28C)	11068	-94	3988	70
H(29A)	4466	741	5015	49
H(29B)	4314	566	3936	49
H(29C)	4195	1311	4250	49

Table 6. Torsion angles [°] for wa2729.

C(11)-B(1)-B(2)-C(3)	175.79(19)
C(1)-B(1)-B(2)-C(3)	-0.95(16)
C(11)-B(1)-B(2)-C(21)	-6.5(3)
C(1)-B(1)-B(2)-C(21)	176.80(19)
C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	4.6(3)
B(2)-B(1)-C(1)-C(10)	-178.28(19)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-176.18(17)
B(2)-B(1)-C(1)-C(2)	0.90(18)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-1.8(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	178.92(16)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	178.79(17)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-0.5(2)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	-0.9(3)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	178.56(16)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	-179.70(16)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-0.3(2)
C(21)-B(2)-C(3)-C(4)	4.0(3)
B(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-177.90(18)
C(21)-B(2)-C(3)-C(2)	-177.31(16)
B(1)-B(2)-C(3)-C(2)	0.78(18)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	0.5(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	179.16(18)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-0.4(3)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	0.5(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-178.43(17)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	1.0(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	1.7(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-178.93(17)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-0.8(3)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	179.1(2)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.4(3)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.7(2)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-0.7(3)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.6(3)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	179.77(19)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	0.6(3)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-99.8(2)
B(2)-B(1)-C(11)-C(16)	84.2(3)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	75.5(2)
B(2)-B(1)-C(11)-C(12)	-100.6(2)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	0.1(3)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	-175.33(18)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	179.2(2)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	3.7(3)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	1.1(3)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	-177.9(2)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	-1.3(3)
C(12)-C(13)-C(14)-C(18)	178.8(2)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	0.2(3)

C(18)-C(14)-C(15)-C(16)	-179.85(19)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	1.0(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	-179.5(2)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	-1.1(3)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	174.18(17)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	179.4(2)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	-5.3(3)
C(3)-B(2)-C(21)-C(22)	-106.7(2)
B(1)-B(2)-C(21)-C(22)	76.0(3)
C(3)-B(2)-C(21)-C(26)	67.5(2)
B(1)-B(2)-C(21)-C(26)	-109.8(2)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-1.5(3)
B(2)-C(21)-C(22)-C(23)	172.74(18)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	178.7(2)
B(2)-C(21)-C(22)-C(27)	-7.0(3)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	0.3(3)
C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	-179.9(2)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	0.6(3)
C(22)-C(23)-C(24)-C(28)	-179.2(2)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-0.4(3)
C(28)-C(24)-C(25)-C(26)	179.45(18)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-0.8(3)
C(24)-C(25)-C(26)-C(29)	179.38(18)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	1.7(3)
B(2)-C(21)-C(26)-C(25)	-172.76(16)
C(22)-C(21)-C(26)-C(29)	-178.42(18)
B(2)-C(21)-C(26)-C(29)	7.1(3)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.5 Struktur von 21

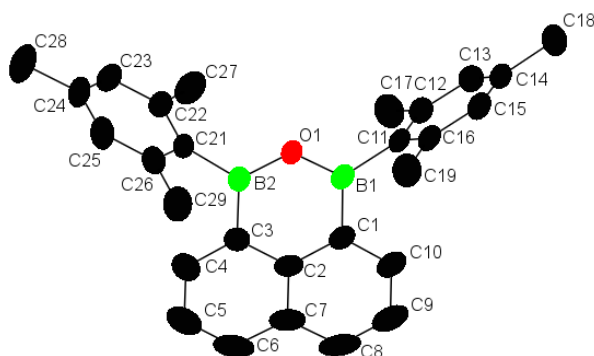


Abbildung A91: Struktur von 21.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2738.

Identification code	wa2738	
Empirical formula	C ₂₈ H ₂₈ B ₂ O	
Formula weight	402.12	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/n	
Unit cell dimensions	a = 8.7888(5) Å	α = 90°.
	b = 24.0199(12) Å	β = 108.501(5)°.
	c = 11.8661(7) Å	γ = 90°.
Volume	2375.5(2) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.124 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.065 mm ⁻¹	
F(000)	856	
Crystal size	0.400 x 0.100 x 0.060 mm ³	
Theta range for data collection	2.480 to 25.954°.	
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -29 ≤ k ≤ 29, -14 ≤ l ≤ 14	
Reflections collected	27037	
Independent reflections	4627 [R(int) = 0.0486]	
Completeness to theta = 25.000°	99.9 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.553	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4627 / 0 / 287	
Goodness-of-fit on F ²	1.199	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0662, wR2 = 0.1415	
R indices (all data)	R1 = 0.0835, wR2 = 0.1491	
Extinction coefficient	0.0064(11)	
Largest diff. peak and hole	0.209 and -0.152 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2738. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
B(1)	6546(3)	6345(1)	6857(2)	34(1)
B(2)	6335(3)	7347(1)	6514(2)	34(1)
O(1)	7210(2)	6855(1)	6730(1)	36(1)
C(1)	4760(3)	6318(1)	6805(2)	37(1)
C(2)	3815(2)	6812(1)	6557(2)	36(1)
C(3)	4526(2)	7329(1)	6417(2)	36(1)
C(4)	3570(3)	7798(1)	6152(2)	47(1)
C(5)	1919(3)	7775(1)	6021(2)	60(1)
C(6)	1233(3)	7279(1)	6154(2)	60(1)
C(7)	2146(3)	6785(1)	6427(2)	48(1)
C(8)	1484(3)	6264(1)	6582(2)	62(1)
C(9)	2406(3)	5799(1)	6842(3)	62(1)
C(10)	4036(3)	5824(1)	6943(2)	48(1)
C(11)	7627(2)	5808(1)	7008(2)	34(1)
C(12)	7535(3)	5468(1)	6024(2)	39(1)
C(13)	8491(3)	4995(1)	6173(2)	44(1)
C(14)	9538(3)	4844(1)	7271(2)	43(1)
C(15)	9619(3)	5180(1)	8238(2)	42(1)
C(16)	8684(3)	5656(1)	8123(2)	38(1)
C(17)	6425(3)	5623(1)	4801(2)	56(1)
C(18)	10598(3)	4335(1)	7409(3)	60(1)
C(19)	8801(3)	6015(1)	9195(2)	53(1)
C(21)	7181(2)	7898(1)	6310(2)	33(1)
C(22)	7384(3)	7997(1)	5208(2)	39(1)
C(23)	8033(3)	8501(1)	4996(2)	46(1)
C(24)	8473(3)	8914(1)	5854(2)	47(1)
C(25)	8276(3)	8810(1)	6942(2)	46(1)
C(26)	7647(3)	8312(1)	7192(2)	39(1)
C(27)	6883(4)	7570(1)	4220(2)	59(1)
C(28)	9148(4)	9464(1)	5605(3)	74(1)
C(29)	7488(3)	8215(1)	8404(2)	55(1)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2738.

B(1)-O(1)	1.385(3)
B(1)-C(1)	1.552(3)
B(1)-C(11)	1.579(3)
B(2)-O(1)	1.389(3)
B(2)-C(3)	1.557(3)
B(2)-C(21)	1.573(3)
C(1)-C(10)	1.382(3)
C(1)-C(2)	1.423(3)
C(2)-C(3)	1.425(3)
C(2)-C(7)	1.427(3)
C(3)-C(4)	1.380(3)
C(4)-C(5)	1.410(4)
C(4)-H(4)	0.9500

C(5)-C(6)	1.365(4)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.413(4)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.415(4)
C(8)-C(9)	1.357(4)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.400(4)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-C(16)	1.402(3)
C(11)-C(12)	1.405(3)
C(12)-C(13)	1.392(3)
C(12)-C(17)	1.516(3)
C(13)-C(14)	1.384(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.386(3)
C(14)-C(18)	1.515(3)
C(15)-C(16)	1.389(3)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.513(3)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(21)-C(22)	1.396(3)
C(21)-C(26)	1.408(3)
C(22)-C(23)	1.394(3)
C(22)-C(27)	1.514(3)
C(23)-C(24)	1.385(3)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.379(3)
C(24)-C(28)	1.516(3)
C(25)-C(26)	1.389(3)
C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-C(29)	1.507(3)
C(27)-H(27A)	0.9800
C(27)-H(27B)	0.9800
C(27)-H(27C)	0.9800
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800

O(1)-B(1)-C(1)	119.23(19)
O(1)-B(1)-C(11)	118.42(18)
C(1)-B(1)-C(11)	122.32(18)
O(1)-B(2)-C(3)	118.87(18)
O(1)-B(2)-C(21)	118.86(18)
C(3)-B(2)-C(21)	122.19(18)
B(1)-O(1)-B(2)	122.97(17)
C(10)-C(1)-C(2)	118.6(2)
C(10)-C(1)-B(1)	122.0(2)
C(2)-C(1)-B(1)	119.37(18)
C(1)-C(2)-C(3)	120.08(18)
C(1)-C(2)-C(7)	119.9(2)
C(3)-C(2)-C(7)	120.1(2)
C(4)-C(3)-C(2)	118.7(2)
C(4)-C(3)-B(2)	121.9(2)
C(2)-C(3)-B(2)	119.39(18)
C(3)-C(4)-C(5)	121.6(2)
C(3)-C(4)-H(4)	119.2
C(5)-C(4)-H(4)	119.2
C(6)-C(5)-C(4)	119.9(2)
C(6)-C(5)-H(5)	120.1
C(4)-C(5)-H(5)	120.1
C(5)-C(6)-C(7)	121.3(2)
C(5)-C(6)-H(6)	119.3
C(7)-C(6)-H(6)	119.3
C(6)-C(7)-C(8)	123.1(2)
C(6)-C(7)-C(2)	118.5(2)
C(8)-C(7)-C(2)	118.5(2)
C(9)-C(8)-C(7)	121.1(2)
C(9)-C(8)-H(8)	119.5
C(7)-C(8)-H(8)	119.5
C(8)-C(9)-C(10)	120.4(2)
C(8)-C(9)-H(9)	119.8
C(10)-C(9)-H(9)	119.8
C(1)-C(10)-C(9)	121.6(3)
C(1)-C(10)-H(10)	119.2
C(9)-C(10)-H(10)	119.2
C(16)-C(11)-C(12)	118.65(19)
C(16)-C(11)-B(1)	120.91(18)
C(12)-C(11)-B(1)	120.44(19)
C(13)-C(12)-C(11)	119.7(2)
C(13)-C(12)-C(17)	120.1(2)
C(11)-C(12)-C(17)	120.2(2)
C(14)-C(13)-C(12)	121.8(2)
C(14)-C(13)-H(13)	119.1
C(12)-C(13)-H(13)	119.1
C(13)-C(14)-C(15)	118.1(2)
C(13)-C(14)-C(18)	121.0(2)
C(15)-C(14)-C(18)	120.9(2)
C(14)-C(15)-C(16)	121.6(2)
C(14)-C(15)-H(15)	119.2

C(16)-C(15)-H(15)	119.2
C(15)-C(16)-C(11)	120.0(2)
C(15)-C(16)-C(19)	120.4(2)
C(11)-C(16)-C(19)	119.58(19)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(14)-C(18)-H(18A)	109.5
C(14)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(14)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(22)-C(21)-C(26)	118.74(19)
C(22)-C(21)-B(2)	119.75(18)
C(26)-C(21)-B(2)	121.38(18)
C(23)-C(22)-C(21)	120.0(2)
C(23)-C(22)-C(27)	119.0(2)
C(21)-C(22)-C(27)	121.08(19)
C(24)-C(23)-C(22)	121.6(2)
C(24)-C(23)-H(23)	119.2
C(22)-C(23)-H(23)	119.2
C(25)-C(24)-C(23)	118.1(2)
C(25)-C(24)-C(28)	120.9(2)
C(23)-C(24)-C(28)	121.1(2)
C(24)-C(25)-C(26)	122.1(2)
C(24)-C(25)-H(25)	118.9
C(26)-C(25)-H(25)	118.9
C(25)-C(26)-C(21)	119.5(2)
C(25)-C(26)-C(29)	120.1(2)
C(21)-C(26)-C(29)	120.39(19)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(24)-C(28)-H(28A)	109.5
C(24)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(24)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5

H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(26)-C(29)-H(29A)	109.5
C(26)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(26)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2738. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	39(1)	32(1)	30(1)	-1(1)	11(1)	-7(1)
B(2)	37(1)	33(1)	30(1)	3(1)	10(1)	1(1)
O(1)	31(1)	28(1)	50(1)	6(1)	14(1)	-3(1)
C(1)	41(1)	39(1)	34(1)	-5(1)	17(1)	-11(1)
C(2)	32(1)	50(1)	28(1)	-6(1)	12(1)	-6(1)
C(3)	35(1)	42(1)	30(1)	0(1)	11(1)	1(1)
C(4)	44(1)	51(1)	42(1)	2(1)	11(1)	11(1)
C(5)	46(1)	79(2)	56(2)	1(1)	14(1)	22(1)
C(6)	32(1)	101(2)	48(1)	-10(1)	15(1)	6(1)
C(7)	34(1)	75(2)	38(1)	-15(1)	17(1)	-9(1)
C(8)	41(1)	94(2)	60(2)	-26(2)	29(1)	-28(2)
C(9)	63(2)	66(2)	71(2)	-22(1)	40(2)	-35(2)
C(10)	54(1)	45(1)	55(1)	-10(1)	29(1)	-20(1)
C(11)	35(1)	28(1)	41(1)	2(1)	15(1)	-9(1)
C(12)	41(1)	35(1)	42(1)	1(1)	14(1)	-5(1)
C(13)	50(1)	34(1)	53(1)	-6(1)	22(1)	-6(1)
C(14)	41(1)	30(1)	60(2)	7(1)	22(1)	-3(1)
C(15)	42(1)	38(1)	47(1)	11(1)	14(1)	-3(1)
C(16)	40(1)	33(1)	41(1)	5(1)	14(1)	-7(1)
C(17)	67(2)	52(1)	45(1)	-4(1)	12(1)	6(1)
C(18)	60(2)	40(1)	84(2)	8(1)	27(2)	7(1)
C(19)	61(2)	51(1)	41(1)	-1(1)	8(1)	0(1)
C(21)	31(1)	29(1)	38(1)	7(1)	9(1)	2(1)
C(22)	38(1)	38(1)	40(1)	7(1)	11(1)	0(1)
C(23)	44(1)	47(1)	48(1)	16(1)	15(1)	-2(1)
C(24)	37(1)	35(1)	63(2)	14(1)	7(1)	-4(1)
C(25)	44(1)	32(1)	52(1)	-1(1)	1(1)	-4(1)
C(26)	37(1)	34(1)	41(1)	2(1)	6(1)	3(1)
C(27)	80(2)	57(2)	43(1)	-2(1)	25(1)	-15(1)
C(28)	64(2)	50(2)	100(2)	21(2)	16(2)	-17(1)
C(29)	72(2)	51(1)	39(1)	-1(1)	11(1)	0(1)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2738.

	x	y	z	U(eq)
H(4)	4035	8144	6056	56
H(5)	1286	8103	5841	73
H(6)	119	7267	6062	72
H(8)	376	6241	6503	74
H(9)	1943	5455	6956	74
H(10)	4658	5493	7111	58
H(13)	8423	4768	5502	53
H(15)	10332	5083	8998	51
H(17A)	6643	5382	4204	84
H(17B)	6608	6012	4632	84
H(17C)	5308	5576	4777	84
H(18A)	10547	4195	6622	90
H(18B)	10226	4045	7841	90
H(18C)	11708	4434	7853	90
H(19A)	9703	5888	9871	79
H(19B)	7803	5985	9394	79
H(19C)	8971	6403	9015	79
H(23)	8178	8563	4246	55
H(25)	8580	9089	7540	56
H(27A)	6884	7199	4563	88
H(27B)	7637	7578	3764	88
H(27C)	5802	7658	3694	88
H(28A)	8541	9771	5801	110
H(28B)	9063	9484	4762	110
H(28C)	10278	9493	6092	110
H(29A)	7756	8557	8873	83
H(29B)	8222	7917	8807	83
H(29C)	6383	8106	8320	83

Table 6. Torsion angles [°] for wa2738.

C(1)-B(1)-O(1)-B(2)	-2.4(3)
C(11)-B(1)-O(1)-B(2)	175.65(18)
C(3)-B(2)-O(1)-B(1)	0.4(3)
C(21)-B(2)-O(1)-B(1)	-176.45(18)
O(1)-B(1)-C(1)-C(10)	-179.0(2)
C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	3.0(3)
O(1)-B(1)-C(1)-C(2)	3.8(3)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-174.14(18)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	179.6(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-3.2(3)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-1.6(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	175.71(18)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	178.66(19)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	-0.2(3)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	1.2(3)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	-177.66(18)
O(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-177.1(2)
C(21)-B(2)-C(3)-C(4)	-0.3(3)
O(1)-B(2)-C(3)-C(2)	0.3(3)
C(21)-B(2)-C(3)-C(2)	177.03(19)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	0.2(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	177.6(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-0.2(4)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	0.2(4)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	179.4(2)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-0.3(4)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-178.6(2)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	0.3(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	1.7(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-179.5(2)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.9(2)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.4(4)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-1.0(4)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.1(3)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-177.0(2)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	1.2(4)
O(1)-B(1)-C(11)-C(16)	83.3(2)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-98.8(2)
O(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-97.3(2)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	80.6(3)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.3(3)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	-179.77(19)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	-179.0(2)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	1.5(3)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.2(3)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	178.9(2)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.0(3)
C(12)-C(13)-C(14)-C(18)	-178.5(2)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	0.0(3)

C(18)-C(14)-C(15)-C(16)	178.5(2)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.1(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	-179.9(2)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.3(3)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	179.71(19)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	-179.9(2)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	-0.5(3)
O(1)-B(2)-C(21)-C(22)	78.7(3)
C(3)-B(2)-C(21)-C(22)	-98.0(2)
O(1)-B(2)-C(21)-C(26)	-105.5(2)
C(3)-B(2)-C(21)-C(26)	77.7(3)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-0.2(3)
B(2)-C(21)-C(22)-C(23)	175.6(2)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	-179.1(2)
B(2)-C(21)-C(22)-C(27)	-3.2(3)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	-0.7(3)
C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	178.2(2)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	1.0(3)
C(22)-C(23)-C(24)-C(28)	-178.8(2)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-0.5(3)
C(28)-C(24)-C(25)-C(26)	179.4(2)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-0.4(3)
C(24)-C(25)-C(26)-C(29)	178.7(2)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	0.8(3)
B(2)-C(21)-C(26)-C(25)	-175.0(2)
C(22)-C(21)-C(26)-C(29)	-178.3(2)
B(2)-C(21)-C(26)-C(29)	5.9(3)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.6 Struktur von 22

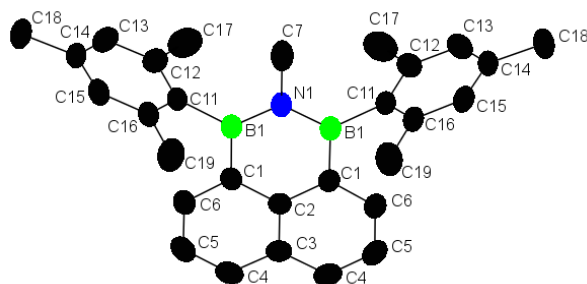


Abbildung A92: Struktur von 22.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2747.

Identification code	wa2747	
Empirical formula	C ₂₉ H ₃₁ B ₂ N	
Formula weight	415.17	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	P n m a	
Unit cell dimensions	a = 7.6310(4) Å	α = 90°
	b = 17.0502(9) Å	β = 90°
	c = 19.5937(8) Å	γ = 90°
Volume	2549.3(2) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.082 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.061 mm ⁻¹	
F(000)	888	
Crystal size	0.260 x 0.180 x 0.180 mm ³	
Theta range for data collection	3.340 to 25.625°	
Index ranges	-9 ≤ h ≤ 9, -20 ≤ k ≤ 20, -21 ≤ l ≤ 23	
Reflections collected	28940	
Independent reflections	2485 [R(int) = 0.0500]	
Completeness to theta = 25.000°	99.7 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.544	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	2485 / 0 / 155	
Goodness-of-fit on F ²	1.179	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0593, wR2 = 0.1279	
R indices (all data)	R1 = 0.0698, wR2 = 0.1328	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.141 and -0.168 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2747. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
N(1)	6655(3)	7500	6175(1)	41(1)
B(1)	7152(3)	6767(1)	5877(1)	35(1)
C(1)	8325(2)	6775(1)	5224(1)	34(1)
C(2)	8860(3)	7500	4924(1)	33(1)
C(3)	9919(3)	7500	4326(1)	40(1)
C(4)	10426(2)	6771(1)	4040(1)	48(1)
C(5)	9921(2)	6081(1)	4330(1)	48(1)
C(6)	8875(2)	6086(1)	4921(1)	40(1)
C(7)	5573(5)	7500	6802(2)	62(1)
C(11)	6530(2)	5955(1)	6181(1)	35(1)
C(12)	4943(2)	5618(1)	5966(1)	45(1)
C(13)	4477(3)	4875(1)	6199(1)	55(1)
C(14)	5529(3)	4451(1)	6637(1)	52(1)
C(15)	7063(3)	4797(1)	6862(1)	47(1)
C(16)	7578(2)	5538(1)	6641(1)	38(1)
C(17)	3767(3)	6052(2)	5475(1)	69(1)
C(18)	5016(4)	3628(1)	6850(2)	82(1)
C(19)	9284(3)	5885(1)	6894(1)	58(1)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2747.

N(1)-B(1)	1.431(2)
N(1)-B(1)#1	1.431(2)
N(1)-C(7)	1.480(3)
B(1)-C(1)	1.560(2)
B(1)-C(11)	1.581(2)
C(1)-C(6)	1.382(2)
C(1)-C(2)	1.4292(19)
C(2)-C(3)	1.424(3)
C(3)-C(4)	1.417(2)
C(3)-C(4)#1	1.417(2)
C(4)-C(5)	1.362(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.405(3)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-H(7A)	0.9800
C(7)-H(7B)	0.9800
C(7)-H(7C)	0.9800
C(7)-H(7A)#1	0.9799(18)
C(7)-H(7B)#1	0.98(2)
C(7)-H(7C)#1	0.980(18)
C(11)-C(16)	1.400(2)
C(11)-C(12)	1.406(2)
C(12)-C(13)	1.392(3)
C(12)-C(17)	1.510(3)
C(13)-C(14)	1.380(3)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.382(3)
C(14)-C(18)	1.517(3)
C(15)-C(16)	1.392(2)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.513(3)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(17)-H(17D)	0.9800
C(17)-H(17E)	0.9800
C(17)-H(17F)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(19)-H(19D)	0.9800
C(19)-H(19E)	0.9800
C(19)-H(19F)	0.9800
B(1)-N(1)-B(1)#1	121.7(2)

B(1)-N(1)-C(7)	119.15(10)
B(1)#1-N(1)-C(7)	119.15(10)
N(1)-B(1)-C(1)	118.66(15)
N(1)-B(1)-C(11)	122.07(15)
C(1)-B(1)-C(11)	119.27(14)
C(6)-C(1)-C(2)	118.12(15)
C(6)-C(1)-B(1)	121.30(15)
C(2)-C(1)-B(1)	120.57(15)
C(3)-C(2)-C(1)#1	120.09(10)
C(3)-C(2)-C(1)	120.09(10)
C(1)#1-C(2)-C(1)	119.8(2)
C(4)-C(3)-C(4)#1	122.6(2)
C(4)-C(3)-C(2)	118.68(11)
C(4)#1-C(3)-C(2)	118.68(11)
C(5)-C(4)-C(3)	121.01(17)
C(5)-C(4)-H(4)	119.5
C(3)-C(4)-H(4)	119.5
C(4)-C(5)-C(6)	119.97(16)
C(4)-C(5)-H(5)	120.0
C(6)-C(5)-H(5)	120.0
C(1)-C(6)-C(5)	122.11(16)
C(1)-C(6)-H(6)	118.9
C(5)-C(6)-H(6)	118.9
N(1)-C(7)-H(7A)	109.5
N(1)-C(7)-H(7B)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7B)	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7B)-C(7)-H(7C)	109.5
N(1)-C(7)-H(7A)#1	109.47(3)
H(7A)-C(7)-H(7A)#1	140.8
H(7B)-C(7)-H(7A)#1	52.0
H(7C)-C(7)-H(7A)#1	60.5
N(1)-C(7)-H(7B)#1	109.5(4)
H(7A)-C(7)-H(7B)#1	52.0
H(7B)-C(7)-H(7B)#1	60.4
H(7C)-C(7)-H(7B)#1	140.8
H(7A)#1-C(7)-H(7B)#1	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)#1	109.5(4)
H(7A)-C(7)-H(7C)#1	60.4
H(7B)-C(7)-H(7C)#1	140.8
H(7C)-C(7)-H(7C)#1	52.0
H(7A)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
H(7B)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	118.56(16)
C(16)-C(11)-B(1)	121.08(15)
C(12)-C(11)-B(1)	120.28(15)
C(13)-C(12)-C(11)	119.57(18)
C(13)-C(12)-C(17)	120.26(18)
C(11)-C(12)-C(17)	120.16(17)
C(14)-C(13)-C(12)	122.13(18)

C(14)-C(13)-H(13)	118.9
C(12)-C(13)-H(13)	118.9
C(13)-C(14)-C(15)	117.87(17)
C(13)-C(14)-C(18)	120.4(2)
C(15)-C(14)-C(18)	121.8(2)
C(14)-C(15)-C(16)	121.86(18)
C(14)-C(15)-H(15)	119.1
C(16)-C(15)-H(15)	119.1
C(15)-C(16)-C(11)	119.96(17)
C(15)-C(16)-C(19)	119.78(17)
C(11)-C(16)-C(19)	120.25(15)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(12)-C(17)-H(17D)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17D)	141.1
H(17B)-C(17)-H(17D)	56.3
H(17C)-C(17)-H(17D)	56.3
C(12)-C(17)-H(17E)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17E)	56.3
H(17B)-C(17)-H(17E)	141.1
H(17C)-C(17)-H(17E)	56.3
H(17D)-C(17)-H(17E)	109.5
C(12)-C(17)-H(17F)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17F)	56.3
H(17B)-C(17)-H(17F)	56.3
H(17C)-C(17)-H(17F)	141.1
H(17D)-C(17)-H(17F)	109.5
H(17E)-C(17)-H(17F)	109.5
C(14)-C(18)-H(18A)	109.5
C(14)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(14)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19D)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19D)	141.1
H(19B)-C(19)-H(19D)	56.3
H(19C)-C(19)-H(19D)	56.3
C(16)-C(19)-H(19E)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19E)	56.3
H(19B)-C(19)-H(19E)	141.1

H(19C)-C(19)-H(19E)	56.3
H(19D)-C(19)-H(19E)	109.5
C(16)-C(19)-H(19F)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19F)	56.3
H(19B)-C(19)-H(19F)	56.3
H(19C)-C(19)-H(19F)	141.1
H(19D)-C(19)-H(19F)	109.5
H(19E)-C(19)-H(19F)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2747. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
N(1)	55(1)	30(1)	38(1)	0	12(1)	0
B(1)	37(1)	32(1)	35(1)	0(1)	-5(1)	0(1)
C(1)	33(1)	34(1)	34(1)	-2(1)	-4(1)	2(1)
C(2)	28(1)	38(1)	33(1)	0	-3(1)	0
C(3)	33(1)	48(1)	38(1)	0	3(1)	0
C(4)	44(1)	57(1)	43(1)	-6(1)	11(1)	5(1)
C(5)	49(1)	45(1)	49(1)	-11(1)	7(1)	8(1)
C(6)	42(1)	35(1)	44(1)	-3(1)	0(1)	3(1)
C(7)	97(2)	36(1)	54(2)	0	36(2)	0
C(11)	43(1)	29(1)	33(1)	-5(1)	5(1)	0(1)
C(12)	42(1)	45(1)	48(1)	-5(1)	2(1)	-7(1)
C(13)	51(1)	48(1)	66(1)	-14(1)	11(1)	-17(1)
C(14)	65(1)	29(1)	61(1)	-5(1)	27(1)	-4(1)
C(15)	62(1)	33(1)	46(1)	4(1)	14(1)	9(1)
C(16)	49(1)	31(1)	36(1)	-3(1)	4(1)	3(1)
C(17)	49(1)	82(2)	75(2)	6(1)	-14(1)	-10(1)
C(18)	96(2)	33(1)	116(2)	0(1)	48(2)	-8(1)
C(19)	67(1)	51(1)	57(1)	5(1)	-19(1)	-4(1)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2747.

	x	y	z	U(eq)
H(4)	11130	6763	3640	57
H(5)	10275	5597	4134	57
H(6)	8534	5600	5118	48
H(7A)	5295	6959	6930	93
H(7B)	4485	7789	6718	93
H(7C)	6224	7752	7173	93
H(13)	3400	4653	6052	66
H(15)	7786	4521	7175	57
H(17A)	2807	5708	5331	103
H(17B)	4446	6213	5074	103
H(17C)	3284	6518	5700	103
H(17D)	4218	6585	5406	103
H(17E)	2578	6079	5663	103
H(17F)	3741	5775	5037	103
H(18A)	3736	3586	6867	122
H(18B)	5504	3514	7302	122
H(18C)	5476	3250	6518	122
H(19A)	9189	6458	6904	87
H(19B)	10237	5732	6586	87
H(19C)	9530	5690	7354	87
H(19D)	10115	5462	6992	87
H(19E)	9067	6188	7310	87
H(19F)	9774	6230	6542	87

Table 6. Torsion angles [°] for wa2747.

B(1)#1-N(1)-B(1)-C(1)	2.3(3)
C(7)-N(1)-B(1)-C(1)	-178.7(2)
B(1)#1-N(1)-B(1)-C(11)	-176.85(13)
C(7)-N(1)-B(1)-C(11)	2.2(3)
N(1)-B(1)-C(1)-C(6)	178.79(17)
C(11)-B(1)-C(1)-C(6)	-2.1(2)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	-1.3(3)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	177.88(16)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	0.4(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-179.53(18)
C(6)-C(1)-C(2)-C(1)#1	-179.73(14)
B(1)-C(1)-C(2)-C(1)#1	0.3(3)
C(1)#1-C(2)-C(3)-C(4)	-179.97(19)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	-0.1(3)
C(1)#1-C(2)-C(3)-C(4)#1	0.1(3)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)#1	179.97(19)
C(4)#1-C(3)-C(4)-C(5)	179.71(16)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-0.2(3)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	0.2(3)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	-0.4(3)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	179.52(16)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	0.1(3)
N(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-94.6(2)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	86.3(2)
N(1)-B(1)-C(11)-C(12)	88.7(2)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-90.4(2)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-1.6(2)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	175.12(16)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	179.42(18)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	-3.8(3)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	-0.2(3)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	178.74(19)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	2.0(3)
C(12)-C(13)-C(14)-C(18)	-176.83(19)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-2.0(3)
C(18)-C(14)-C(15)-C(16)	176.84(18)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	0.1(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	-179.05(17)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	1.7(2)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-175.07(15)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	-179.14(17)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	4.1(2)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

7.4.7 Struktur von 23

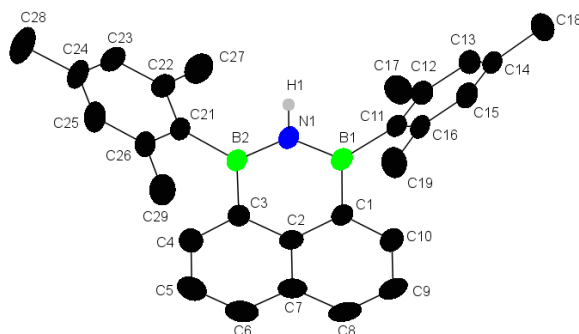


Abbildung A93: Struktur von **23**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2774.

Identification code	wa2774	
Empirical formula	C ₂₈ H ₂₉ B ₂ N	
Formula weight	401.14	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 2 ₁ /n	
Unit cell dimensions	a = 8.8118(8) Å	α = 90°.
	b = 24.1649(18) Å	β = 108.540(8)°.
	c = 11.8030(12) Å	γ = 90°.
Volume	2382.9(4) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.118 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.063 mm ⁻¹	
F(000)	856	
Crystal size	0.400 x 0.100 x 0.060 mm ³	
Theta range for data collection	3.372 to 25.026°.	
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -28 ≤ k ≤ 26, -13 ≤ l ≤ 14	
Reflections collected	9921	
Independent reflections	4189 [R(int) = 0.0589]	
Completeness to theta = 25.000°	99.6 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.354	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	4189 / 0 / 290	
Goodness-of-fit on F ²	1.124	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0747, wR2 = 0.1662	
R indices (all data)	R1 = 0.1065, wR2 = 0.1826	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.192 and -0.233 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2774. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	6513(4)	6349(1)	6919(3)	31(1)
B(2)	6289(4)	7379(1)	6549(3)	28(1)
N(1)	7186(3)	6880(1)	6848(2)	32(1)
C(1)	4693(3)	6333(1)	6788(2)	31(1)
C(2)	3753(3)	6824(1)	6515(2)	30(1)
C(3)	4464(3)	7345(1)	6401(2)	30(1)
C(4)	3500(3)	7805(1)	6112(3)	38(1)
C(5)	1841(4)	7780(2)	5917(3)	49(1)
C(6)	1156(4)	7282(2)	6007(3)	47(1)
C(7)	2074(3)	6796(1)	6312(3)	39(1)
C(8)	1393(4)	6274(2)	6432(3)	48(1)
C(9)	2312(4)	5812(1)	6729(3)	49(1)
C(10)	3953(4)	5840(1)	6891(3)	39(1)
C(11)	7565(3)	5810(1)	7059(2)	30(1)
C(12)	7482(3)	5482(1)	6059(3)	34(1)
C(13)	8455(3)	5017(1)	6185(3)	36(1)
C(14)	9522(3)	4865(1)	7273(3)	36(1)
C(15)	9595(3)	5189(1)	8260(3)	36(1)
C(16)	8639(3)	5653(1)	8170(3)	32(1)
C(17)	6362(4)	5635(1)	4843(3)	47(1)
C(18)	10610(4)	4369(1)	7382(3)	51(1)
C(19)	8741(4)	5990(1)	9267(3)	46(1)
C(21)	7088(3)	7933(1)	6306(2)	30(1)
C(22)	7258(3)	8025(1)	5180(3)	35(1)
C(23)	7922(4)	8517(1)	4957(3)	41(1)
C(24)	8404(3)	8929(1)	5804(3)	42(1)
C(25)	8226(4)	8836(1)	6910(3)	42(1)
C(26)	7595(3)	8346(1)	7183(2)	33(1)
C(27)	6696(4)	7600(1)	4197(3)	50(1)
C(28)	9101(5)	9468(2)	5540(4)	67(1)
C(29)	7450(4)	8258(1)	8404(3)	48(1)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2774.

B(1)-N(1)	1.427(4)
B(1)-C(1)	1.562(4)
B(1)-C(11)	1.576(4)
B(2)-N(1)	1.425(4)
B(2)-C(3)	1.564(4)
B(2)-C(21)	1.580(4)
N(1)-H(1)	0.93(3)
C(1)-C(10)	1.382(4)
C(1)-C(2)	1.424(4)
C(2)-C(7)	1.423(4)
C(2)-C(3)	1.432(4)
C(3)-C(4)	1.374(4)
C(4)-C(5)	1.407(4)

C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.366(5)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.407(5)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.422(4)
C(8)-C(9)	1.359(5)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.399(4)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-C(16)	1.404(4)
C(11)-C(12)	1.404(4)
C(12)-C(13)	1.394(4)
C(12)-C(17)	1.506(4)
C(13)-C(14)	1.378(4)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.389(4)
C(14)-C(18)	1.514(4)
C(15)-C(16)	1.385(4)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.508(4)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(21)-C(22)	1.402(4)
C(21)-C(26)	1.406(4)
C(22)-C(23)	1.387(4)
C(22)-C(27)	1.510(4)
C(23)-C(24)	1.379(5)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.382(4)
C(24)-C(28)	1.514(4)
C(25)-C(26)	1.388(4)
C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-C(29)	1.502(4)
C(27)-H(27A)	0.9800
C(27)-H(27B)	0.9800
C(27)-H(27C)	0.9800
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800

N(1)-B(1)-C(1)	116.7(2)
N(1)-B(1)-C(11)	120.5(2)
C(1)-B(1)-C(11)	122.7(2)
N(1)-B(2)-C(3)	116.9(2)
N(1)-B(2)-C(21)	121.2(2)
C(3)-B(2)-C(21)	121.8(2)
B(2)-N(1)-B(1)	124.6(2)
B(2)-N(1)-H(1)	118.5(19)
B(1)-N(1)-H(1)	116.6(19)
C(10)-C(1)-C(2)	118.8(3)
C(10)-C(1)-B(1)	120.7(3)
C(2)-C(1)-B(1)	120.4(2)
C(7)-C(2)-C(1)	119.9(3)
C(7)-C(2)-C(3)	119.2(3)
C(1)-C(2)-C(3)	120.9(2)
C(4)-C(3)-C(2)	118.7(2)
C(4)-C(3)-B(2)	121.2(2)
C(2)-C(3)-B(2)	120.1(2)
C(3)-C(4)-C(5)	122.4(3)
C(3)-C(4)-H(4)	118.8
C(5)-C(4)-H(4)	118.8
C(6)-C(5)-C(4)	119.1(3)
C(6)-C(5)-H(5)	120.5
C(4)-C(5)-H(5)	120.5
C(5)-C(6)-C(7)	121.6(3)
C(5)-C(6)-H(6)	119.2
C(7)-C(6)-H(6)	119.2
C(6)-C(7)-C(8)	122.6(3)
C(6)-C(7)-C(2)	119.1(3)
C(8)-C(7)-C(2)	118.3(3)
C(9)-C(8)-C(7)	121.2(3)
C(9)-C(8)-H(8)	119.4
C(7)-C(8)-H(8)	119.4
C(8)-C(9)-C(10)	120.1(3)
C(8)-C(9)-H(9)	119.9
C(10)-C(9)-H(9)	119.9
C(1)-C(10)-C(9)	121.7(3)
C(1)-C(10)-H(10)	119.2
C(9)-C(10)-H(10)	119.2
C(16)-C(11)-C(12)	118.2(2)
C(16)-C(11)-B(1)	121.4(2)
C(12)-C(11)-B(1)	120.4(3)
C(13)-C(12)-C(11)	119.9(3)
C(13)-C(12)-C(17)	119.6(3)
C(11)-C(12)-C(17)	120.4(3)
C(14)-C(13)-C(12)	122.0(3)
C(14)-C(13)-H(13)	119.0
C(12)-C(13)-H(13)	119.0
C(13)-C(14)-C(15)	117.8(3)
C(13)-C(14)-C(18)	121.1(3)

C(15)-C(14)-C(18)	121.1(3)
C(16)-C(15)-C(14)	121.9(3)
C(16)-C(15)-H(15)	119.1
C(14)-C(15)-H(15)	119.1
C(15)-C(16)-C(11)	120.2(3)
C(15)-C(16)-C(19)	120.2(3)
C(11)-C(16)-C(19)	119.6(3)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(14)-C(18)-H(18A)	109.5
C(14)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(14)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(22)-C(21)-C(26)	118.7(2)
C(22)-C(21)-B(2)	119.6(2)
C(26)-C(21)-B(2)	121.6(2)
C(23)-C(22)-C(21)	119.6(3)
C(23)-C(22)-C(27)	119.5(3)
C(21)-C(22)-C(27)	120.8(3)
C(24)-C(23)-C(22)	122.2(3)
C(24)-C(23)-H(23)	118.9
C(22)-C(23)-H(23)	118.9
C(23)-C(24)-C(25)	117.8(3)
C(23)-C(24)-C(28)	121.6(3)
C(25)-C(24)-C(28)	120.6(3)
C(24)-C(25)-C(26)	122.2(3)
C(24)-C(25)-H(25)	118.9
C(26)-C(25)-H(25)	118.9
C(25)-C(26)-C(21)	119.5(3)
C(25)-C(26)-C(29)	120.4(3)
C(21)-C(26)-C(29)	120.1(3)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(24)-C(28)-H(28A)	109.5
C(24)-C(28)-H(28B)	109.5

H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(24)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(26)-C(29)-H(29A)	109.5
C(26)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(26)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2774. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	35(2)	30(2)	28(2)	2(1)	12(1)	-3(1)
B(2)	30(2)	27(2)	25(2)	2(1)	8(1)	-2(1)
N(1)	26(1)	28(1)	43(1)	5(1)	11(1)	-2(1)
C(1)	38(2)	29(2)	30(1)	-3(1)	16(1)	-6(1)
C(2)	31(1)	36(2)	24(1)	-5(1)	13(1)	-4(1)
C(3)	33(2)	32(2)	27(1)	1(1)	11(1)	1(1)
C(4)	39(2)	38(2)	38(2)	4(1)	14(1)	4(1)
C(5)	41(2)	58(2)	50(2)	8(2)	19(2)	18(2)
C(6)	28(2)	71(2)	43(2)	-4(2)	14(1)	4(2)
C(7)	32(1)	52(2)	37(2)	-8(1)	18(1)	-5(1)
C(8)	34(2)	65(2)	52(2)	-18(2)	26(2)	-22(2)
C(9)	53(2)	48(2)	61(2)	-14(2)	38(2)	-23(2)
C(10)	46(2)	32(2)	44(2)	-6(1)	22(1)	-10(1)
C(11)	32(1)	26(1)	34(1)	-1(1)	13(1)	-7(1)
C(12)	34(1)	30(2)	36(2)	-1(1)	10(1)	-4(1)
C(13)	40(2)	28(2)	42(2)	-5(1)	16(1)	-5(1)
C(14)	36(2)	25(1)	53(2)	4(1)	21(1)	-3(1)
C(15)	36(2)	32(2)	39(2)	7(1)	9(1)	-2(1)
C(16)	37(2)	25(1)	35(2)	2(1)	14(1)	-6(1)
C(17)	54(2)	48(2)	36(2)	-5(1)	10(2)	5(2)
C(18)	52(2)	36(2)	69(2)	4(2)	25(2)	8(2)
C(19)	58(2)	40(2)	34(2)	-2(1)	8(2)	2(2)
C(21)	27(1)	27(1)	34(2)	7(1)	8(1)	1(1)
C(22)	31(1)	39(2)	35(2)	7(1)	10(1)	0(1)
C(23)	36(2)	44(2)	43(2)	15(2)	14(1)	-2(1)
C(24)	32(2)	33(2)	55(2)	14(2)	7(1)	-6(1)
C(25)	38(2)	30(2)	48(2)	2(1)	1(1)	-4(1)
C(26)	33(1)	28(1)	34(2)	3(1)	5(1)	0(1)
C(27)	65(2)	52(2)	35(2)	-1(2)	16(2)	-11(2)
C(28)	62(2)	46(2)	86(3)	19(2)	15(2)	-17(2)
C(29)	62(2)	44(2)	34(2)	0(1)	10(2)	0(2)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2774.

	x	y	z	U(eq)
H(1)	8270(40)	6888(13)	6930(30)	39(8)
H(4)	3970	8151	6042	46
H(5)	1206	8106	5724	58
H(6)	33	7264	5860	56
H(8)	274	6249	6301	57
H(9)	1839	5470	6827	59
H(10)	4575	5511	7078	47
H(13)	8381	4798	5502	43
H(15)	10320	5090	9018	44
H(17A)	6559	5393	4238	71
H(17B)	6548	6021	4665	71
H(17C)	5253	5592	4833	71
H(18A)	10552	4240	6583	76
H(18B)	10270	4072	7812	76
H(18C)	11714	4476	7822	76
H(19A)	9697	5882	9921	69
H(19B)	7786	5924	9503	69
H(19C)	8806	6384	9090	69
H(23)	8049	8572	4195	49
H(25)	8545	9116	7503	50
H(27A)	6938	7228	4538	76
H(27B)	7248	7659	3605	76
H(27C)	5539	7637	3811	76
H(28A)	8601	9779	5822	100
H(28B)	8895	9503	4677	100
H(28C)	10258	9473	5951	100
H(29A)	7669	8607	8852	71
H(29B)	8222	7977	8830	71
H(29C)	6363	8134	8327	71

Table 6. Torsion angles [°] for wa2774.

C(3)-B(2)-N(1)-B(1)	5.6(4)
C(21)-B(2)-N(1)-B(1)	-171.0(3)
C(1)-B(1)-N(1)-B(2)	-6.7(4)
C(11)-B(1)-N(1)-B(2)	170.5(2)
N(1)-B(1)-C(1)-C(10)	-177.5(3)
C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	5.5(4)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	4.9(4)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-172.1(2)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-2.3(4)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	175.4(2)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	179.8(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-2.5(4)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	0.8(4)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	178.7(2)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	-176.5(2)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	1.4(4)
N(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-179.9(2)
C(21)-B(2)-C(3)-C(4)	-3.4(4)
N(1)-B(2)-C(3)-C(2)	-2.7(4)
C(21)-B(2)-C(3)-C(2)	173.9(2)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-0.4(4)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	176.8(3)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-0.5(5)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	1.2(5)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	178.9(3)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-0.8(4)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-178.1(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	-0.1(4)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	2.2(4)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-179.9(2)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	-179.9(3)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.2(4)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-1.8(5)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.3(4)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-177.3(3)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	1.7(5)
N(1)-B(1)-C(11)-C(16)	79.4(3)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-103.7(3)
N(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-98.7(3)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	78.2(3)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.3(4)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	177.9(2)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	-179.4(3)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	-1.2(4)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	-0.4(4)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	178.7(3)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.6(4)
C(12)-C(13)-C(14)-C(18)	-177.7(3)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-0.2(4)

C(18)-C(14)-C(15)-C(16)	178.2(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.5(4)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	179.3(3)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.7(4)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-177.5(2)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	-179.0(2)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	2.8(4)
N(1)-B(2)-C(21)-C(22)	81.9(3)
C(3)-B(2)-C(21)-C(22)	-94.5(3)
N(1)-B(2)-C(21)-C(26)	-100.1(3)
C(3)-B(2)-C(21)-C(26)	83.5(3)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	0.2(4)
B(2)-C(21)-C(22)-C(23)	178.3(3)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	-178.5(3)
B(2)-C(21)-C(22)-C(27)	-0.4(4)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	-1.1(4)
C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	177.7(3)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	0.8(5)
C(22)-C(23)-C(24)-C(28)	-178.9(3)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	0.4(5)
C(28)-C(24)-C(25)-C(26)	-179.8(3)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-1.3(4)
C(24)-C(25)-C(26)-C(29)	178.9(3)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	0.9(4)
B(2)-C(21)-C(26)-C(25)	-177.1(3)
C(22)-C(21)-C(26)-C(29)	-179.2(3)
B(2)-C(21)-C(26)-C(29)	2.7(4)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.8 Struktur von 24

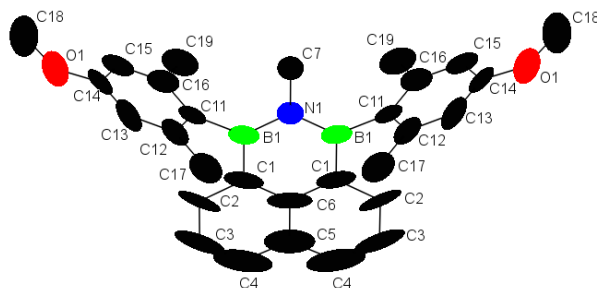


Abbildung A94: Struktur von **24**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2824.

Identification code	wa2824	
Empirical formula	C ₂₉ H ₃₁ B ₂ N O ₂	
Formula weight	447.17	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	P n m a	
Unit cell dimensions	a = 6.6967(5) Å	α = 90°.
	b = 18.1394(16) Å	β = 90°.
	c = 20.881(2) Å	γ = 90°.
Volume	2536.5(4) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.171 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.071 mm ⁻¹	
F(000)	952	
Crystal size	0.320 x 0.090 x 0.040 mm ³	
Theta range for data collection	3.135 to 25.027°.	
Index ranges	-7 ≤ h ≤ 7, -21 ≤ k ≤ 21, -24 ≤ l ≤ 24	
Reflections collected	23431	
Independent reflections	2301 [R(int) = 0.7383]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.691	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	2301 / 0 / 164	
Goodness-of-fit on F ²	1.268	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1806, wR2 = 0.2474	
R indices (all data)	R1 = 0.3208, wR2 = 0.3055	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.308 and -0.364 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2824. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	7275(13)	6817(7)	4224(4)	44(3)
N(1)	6680(14)	7500	3945(4)	43(3)
O(1)	5865(11)	4026(4)	2975(3)	72(2)
C(1)	8445(11)	6820(7)	4875(4)	55(3)
C(2)	8994(12)	6166(7)	5164(4)	69(4)
C(3)	10065(16)	6175(9)	5746(5)	94(5)
C(4)	10519(17)	6814(10)	6038(5)	113(6)
C(5)	10040(20)	7500	5749(6)	87(6)
C(6)	8979(18)	7500	5171(6)	65(5)
C(7)	5471(18)	7500	3342(5)	46(3)
C(11)	6820(11)	6055(5)	3878(3)	39(2)
C(12)	8108(12)	5788(5)	3394(4)	45(2)
C(13)	7710(15)	5105(5)	3111(4)	54(3)
C(14)	6072(14)	4692(6)	3292(4)	49(3)
C(15)	4818(12)	4965(6)	3762(4)	51(3)
C(16)	5166(13)	5636(6)	4055(4)	50(3)
C(17)	9893(13)	6230(5)	3183(4)	62(3)
C(18)	4240(17)	3574(6)	3171(5)	89(4)
C(19)	3764(12)	5897(6)	4570(4)	65(3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2824.

B(1)-N(1)	1.426(11)
B(1)-C(1)	1.569(11)
B(1)-C(11)	1.588(13)
N(1)-C(7)	1.497(12)
O(1)-C(14)	1.386(10)
O(1)-C(18)	1.422(11)
C(1)-C(2)	1.381(13)
C(1)-C(6)	1.426(11)
C(2)-C(3)	1.410(13)
C(2)-H(2)	0.9500
C(3)-C(4)	1.344(18)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.419(15)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.402(17)
C(7)-H(7A)	0.9800
C(7)-H(7B)	0.9800
C(7)-H(7C)	0.9800
C(7)-H(7A)#1	0.98(5)
C(7)-H(7B)#1	0.98(3)
C(7)-H(7C)#1	0.98(8)
C(11)-C(16)	1.393(11)
C(11)-C(12)	1.414(10)
C(12)-C(13)	1.397(12)
C(12)-C(17)	1.506(11)
C(13)-C(14)	1.381(12)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.383(11)
C(15)-C(16)	1.382(12)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.505(11)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
N(1)-B(1)-C(1)	119.3(10)
N(1)-B(1)-C(11)	121.2(7)
C(1)-B(1)-C(11)	119.5(9)
B(1)-N(1)-B(1)#1	120.8(11)
B(1)-N(1)-C(7)	119.6(5)
B(1)#1-N(1)-C(7)	119.6(5)
C(14)-O(1)-C(18)	116.2(8)
C(2)-C(1)-C(6)	119.1(8)

C(2)-C(1)-B(1)	120.6(10)
C(6)-C(1)-B(1)	120.3(11)
C(1)-C(2)-C(3)	120.2(12)
C(1)-C(2)-H(2)	119.9
C(3)-C(2)-H(2)	119.9
C(4)-C(3)-C(2)	121.0(13)
C(4)-C(3)-H(3)	119.5
C(2)-C(3)-H(3)	119.5
C(3)-C(4)-C(5)	120.9(11)
C(3)-C(4)-H(4)	119.6
C(5)-C(4)-H(4)	119.6
C(6)-C(5)-C(4)#1	118.6(9)
C(6)-C(5)-C(4)	118.6(9)
C(4)#1-C(5)-C(4)	122.7(17)
C(5)-C(6)-C(1)#1	120.1(6)
C(5)-C(6)-C(1)	120.1(6)
C(1)#1-C(6)-C(1)	119.8(12)
N(1)-C(7)-H(7A)	109.5
N(1)-C(7)-H(7B)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7B)	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7B)-C(7)-H(7C)	109.5
N(1)-C(7)-H(7A)#1	109.5(12)
H(7A)-C(7)-H(7A)#1	35.0
H(7B)-C(7)-H(7A)#1	77.1
H(7C)-C(7)-H(7A)#1	135.1
N(1)-C(7)-H(7B)#1	109.5(7)
H(7A)-C(7)-H(7B)#1	77.2
H(7B)-C(7)-H(7B)#1	135.1
H(7C)-C(7)-H(7B)#1	35.0
H(7A)#1-C(7)-H(7B)#1	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)#1	109.5(17)
H(7A)-C(7)-H(7C)#1	135.1
H(7B)-C(7)-H(7C)#1	35.0
H(7C)-C(7)-H(7C)#1	77.2
H(7A)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
H(7B)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	119.1(9)
C(16)-C(11)-B(1)	120.5(8)
C(12)-C(11)-B(1)	120.4(8)
C(13)-C(12)-C(11)	119.4(8)
C(13)-C(12)-C(17)	120.0(8)
C(11)-C(12)-C(17)	120.7(9)
C(14)-C(13)-C(12)	121.0(9)
C(14)-C(13)-H(13)	119.5
C(12)-C(13)-H(13)	119.5
C(13)-C(14)-C(15)	118.9(10)
C(13)-C(14)-O(1)	114.9(9)
C(15)-C(14)-O(1)	126.2(9)
C(16)-C(15)-C(14)	121.7(9)

C(16)-C(15)-H(15)	119.1
C(14)-C(15)-H(15)	119.1
C(15)-C(16)-C(11)	119.9(8)
C(15)-C(16)-C(19)	119.2(9)
C(11)-C(16)-C(19)	120.9(9)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
O(1)-C(18)-H(18A)	109.5
O(1)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
O(1)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2824. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	20(5)	76(8)	35(6)	5(6)	9(4)	5(6)
N(1)	44(7)	57(7)	28(5)	0	-4(5)	0
O(1)	85(5)	56(5)	74(5)	12(4)	20(4)	16(5)
C(1)	25(4)	121(10)	19(4)	8(6)	-1(4)	16(6)
C(2)	34(5)	139(11)	35(5)	30(6)	0(4)	47(7)
C(3)	42(7)	197(17)	44(7)	40(8)	4(6)	57(9)
C(4)	38(7)	270(20)	29(7)	21(9)	6(6)	33(11)
C(5)	49(10)	200(20)	15(8)	0	-3(7)	0
C(6)	21(7)	158(18)	16(7)	0	-1(6)	0
C(7)	60(9)	54(9)	25(6)	0	-20(6)	0
C(11)	28(5)	59(6)	29(4)	24(4)	-2(4)	12(5)
C(12)	46(5)	58(7)	33(5)	29(5)	20(4)	19(5)
C(13)	72(7)	52(7)	39(5)	26(5)	21(5)	29(6)
C(14)	49(6)	49(7)	47(6)	29(5)	3(5)	25(5)
C(15)	32(5)	81(8)	40(5)	25(5)	5(5)	18(6)
C(16)	42(6)	80(8)	28(5)	4(5)	1(4)	12(6)
C(17)	60(6)	84(8)	42(5)	18(5)	19(5)	16(6)
C(18)	119(11)	64(8)	85(8)	31(7)	22(8)	-11(8)
C(19)	51(6)	104(10)	39(5)	11(5)	11(5)	17(6)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2824.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	8650	5709	4971	83
H(3)	10473	5722	5934	113
H(4)	11165	6805	6443	136
H(7A)	6306	7338	2984	70
H(7B)	4977	7999	3258	70
H(7C)	4336	7163	3390	70
H(13)	8579	4923	2788	65
H(15)	3686	4683	3887	61
H(17A)	10534	5985	2819	93
H(17B)	10846	6268	3538	93
H(17C)	9460	6725	3056	93
H(18A)	2998	3858	3149	134
H(18B)	4459	3407	3612	134
H(18C)	4145	3145	2887	134
H(19A)	2404	5733	4471	97
H(19B)	3798	6436	4592	97
H(19C)	4177	5691	4983	97

Table 6. Torsion angles [$^\circ$] for wa2824.

C(1)-B(1)-N(1)-B(1)#1	5.1(15)
C(11)-B(1)-N(1)-B(1)#1	-173.4(6)
C(1)-B(1)-N(1)-C(7)	-176.8(8)
C(11)-B(1)-N(1)-C(7)	4.7(13)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	178.3(8)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-3.1(11)
N(1)-B(1)-C(1)-C(6)	-2.6(12)
C(11)-B(1)-C(1)-C(6)	176.0(9)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	0.1(12)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	179.3(8)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	2.0(15)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-4.0(19)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	4(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(4)#1	-179.2(9)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)#1	1.8(18)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)#1	178.8(12)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)	-178.8(12)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	-1.8(18)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	-0.1(15)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	-179.3(10)
C(2)-C(1)-C(6)-C(1)#1	179.2(7)
B(1)-C(1)-C(6)-C(1)#1	0.1(16)
N(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-97.6(10)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	83.9(9)
N(1)-B(1)-C(11)-C(12)	83.4(10)

C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-95.1(9)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.9(11)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	178.1(8)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	179.0(7)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	-2.0(11)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.5(12)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	-179.4(7)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.1(12)
C(12)-C(13)-C(14)-O(1)	-179.6(8)
C(18)-O(1)-C(14)-C(13)	177.4(7)
C(18)-O(1)-C(14)-C(15)	-2.2(12)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-0.3(12)
O(1)-C(14)-C(15)-C(16)	179.4(8)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.1(12)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	-179.0(7)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.7(11)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-178.3(8)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	179.6(7)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	0.6(11)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

7.4.9 Struktur von 25

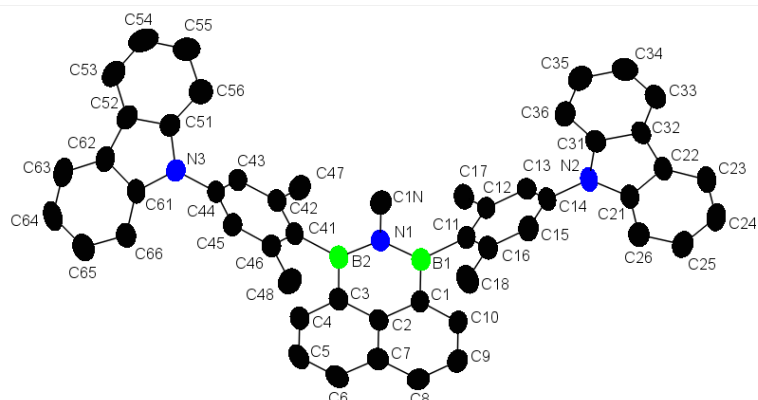


Abbildung A95: Struktur von 25.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2837.

Identification code	wa2837	
Empirical formula	C ₅₇ H ₅₅ B ₂ N ₃	
Formula weight	803.66	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21	
Unit cell dimensions	a = 9.1158(3) Å	α = 90°.
	b = 33.5461(11) Å	β = 99.038(2)°.
	c = 15.0896(4) Å	γ = 90°.
Volume	4557.1(2) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.171 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.067 mm ⁻¹	
F(000)	1712	
Crystal size	0.260 x 0.240 x 0.170 mm ³	
Theta range for data collection	1.828 to 25.091°.	
Index ranges	-10 ≤ h ≤ 10, -39 ≤ k ≤ 39, -17 ≤ l ≤ 17	
Reflections collected	42051	
Independent reflections	16018 [R(int) = 0.0361]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.705	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	16018 / 1 / 1155	
Goodness-of-fit on F ²	1.035	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0545, wR2 = 0.1377	
R indices (all data)	R1 = 0.0674, wR2 = 0.1468	
Absolute structure parameter	-2.1(10)	
Extinction coefficient	0.0102(11)	
Largest diff. peak and hole	0.214 and -0.179 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2837. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	2591(6)	6366(1)	5202(3)	43(1)
B(2)	3173(6)	6565(2)	6815(3)	46(1)
N(1)	2168(4)	6547(1)	5982(2)	46(1)
N(2)	-1676(4)	6113(1)	1955(2)	49(1)
N(3)	1253(4)	7192(1)	10031(2)	48(1)
C(1N)	660(5)	6716(2)	5933(3)	58(1)
C(1)	4212(5)	6216(1)	5236(2)	43(1)
C(2)	5250(5)	6256(1)	6048(3)	41(1)
C(3)	4795(5)	6415(1)	6837(3)	44(1)
C(4)	5833(5)	6446(1)	7606(3)	49(1)
C(5)	7312(5)	6317(1)	7631(3)	55(1)
C(6)	7753(6)	6165(2)	6879(3)	56(1)
C(7)	6745(5)	6130(1)	6073(3)	49(1)
C(8)	7185(6)	5970(2)	5281(3)	55(1)
C(9)	6177(5)	5934(2)	4509(3)	54(1)
C(10)	4694(5)	6055(1)	4493(3)	49(1)
C(11)	1411(5)	6304(1)	4317(3)	44(1)
C(12)	645(5)	5941(1)	4177(3)	42(1)
C(13)	-374(5)	5881(1)	3399(3)	44(1)
C(14)	-629(5)	6178(1)	2761(3)	46(1)
C(15)	125(5)	6536(1)	2883(3)	51(1)
C(16)	1146(5)	6602(1)	3662(3)	48(1)
C(17)	928(6)	5613(1)	4874(3)	50(1)
C(18)	1949(7)	6997(2)	3792(3)	66(1)
C(21)	-1342(5)	5947(1)	1165(3)	46(1)
C(22)	-2634(5)	5928(1)	525(3)	45(1)
C(23)	-2551(6)	5773(1)	-319(3)	53(1)
C(24)	-1212(6)	5637(1)	-507(3)	58(1)
C(25)	64(6)	5653(1)	139(3)	56(1)
C(26)	18(5)	5813(1)	985(3)	52(1)
C(31)	-3174(5)	6210(1)	1825(3)	48(1)
C(32)	-3828(5)	6098(1)	947(3)	47(1)
C(33)	-5310(6)	6181(2)	663(3)	57(1)
C(34)	-6132(6)	6365(2)	1244(3)	68(1)
C(35)	-5469(6)	6473(2)	2105(3)	66(1)
C(36)	-3996(6)	6399(2)	2405(3)	58(1)
C(41)	2656(5)	6733(1)	7692(3)	44(1)
C(42)	2046(5)	6480(1)	8279(3)	44(1)
C(43)	1590(5)	6633(1)	9051(3)	45(1)
C(44)	1730(5)	7035(1)	9241(3)	44(1)
C(45)	2347(5)	7285(1)	8675(3)	46(1)
C(46)	2815(5)	7143(1)	7906(3)	45(1)
C(47)	1914(6)	6039(1)	8093(3)	54(1)
C(48)	3454(6)	7423(1)	7278(3)	59(1)
C(51)	-168(5)	7153(1)	10260(3)	47(1)
C(52)	-222(5)	7361(1)	11053(3)	50(1)
C(53)	-1547(6)	7360(2)	11417(3)	59(1)
C(54)	-2759(7)	7155(2)	10977(4)	70(2)

C(55)	-2694(6)	6962(2)	10168(4)	63(1)
C(56)	-1403(6)	6956(1)	9792(3)	58(1)
C(61)	2105(5)	7429(1)	10684(3)	47(1)
C(62)	1213(5)	7540(1)	11328(3)	49(1)
C(63)	1838(6)	7778(1)	12047(3)	59(1)
C(64)	3288(7)	7892(2)	12115(3)	66(1)
C(65)	4157(7)	7777(2)	11480(3)	65(1)
C(66)	3567(5)	7542(2)	10747(3)	55(1)
B(1A)	7589(6)	4542(1)	7842(3)	44(1)
B(2A)	8251(5)	4351(1)	9461(3)	42(1)
N(1A)	7209(4)	4369(1)	8640(2)	44(1)
N(2A)	3347(4)	4730(1)	4570(2)	49(1)
N(3A)	6302(4)	3697(1)	12638(2)	48(1)
C(1NA)	5701(5)	4199(2)	8626(3)	62(1)
C(1A)	9200(5)	4702(1)	7855(3)	42(1)
C(2A)	10267(5)	4680(1)	8657(3)	43(1)
C(3A)	9847(5)	4515(1)	9453(3)	42(1)
C(4A)	10928(5)	4501(1)	10213(3)	49(1)
C(5A)	12363(5)	4644(2)	10216(3)	56(1)
C(6A)	12754(6)	4802(1)	9461(3)	53(1)
C(7A)	11724(5)	4826(1)	8651(3)	45(1)
C(8A)	12091(6)	4984(2)	7854(3)	52(1)
C(9A)	11083(6)	5002(2)	7091(3)	55(1)
C(10A)	9633(5)	4864(1)	7090(3)	47(1)
C(11A)	6409(5)	4584(1)	6956(3)	42(1)
C(12A)	6153(5)	4274(1)	6335(3)	47(1)
C(13A)	5146(5)	4326(1)	5544(3)	51(1)
C(14A)	4394(5)	4679(1)	5381(3)	46(1)
C(15A)	4655(5)	4993(1)	5988(3)	46(1)
C(16A)	5648(5)	4947(1)	6780(2)	43(1)
C(17A)	6962(7)	3879(2)	6513(4)	64(1)
C(18A)	5931(6)	5286(1)	7434(3)	51(1)
C(21A)	3646(5)	4912(1)	3793(3)	49(1)
C(22A)	2298(6)	4932(1)	3180(3)	53(1)
C(23A)	2341(7)	5110(2)	2343(3)	64(1)
C(24A)	3646(8)	5256(2)	2146(3)	70(2)
C(25A)	4953(7)	5228(2)	2761(3)	69(1)
C(26A)	4981(6)	5053(1)	3591(3)	57(1)
C(31A)	1848(6)	4633(1)	4462(3)	51(1)
C(32A)	1166(6)	4756(1)	3600(3)	51(1)
C(33A)	-358(6)	4680(2)	3339(4)	65(1)
C(34A)	-1127(7)	4494(2)	3925(4)	71(2)
C(35A)	-434(6)	4384(2)	4776(4)	69(1)
C(36A)	1057(6)	4451(2)	5062(3)	59(1)
C(41A)	7771(5)	4178(1)	10339(3)	44(1)
C(42A)	7932(5)	3770(1)	10535(3)	46(1)
C(43A)	7468(5)	3617(1)	11297(3)	48(1)
C(44A)	6823(5)	3860(1)	11871(3)	45(1)
C(45A)	6653(5)	4266(1)	11684(3)	45(1)
C(46A)	7115(5)	4425(1)	10929(3)	45(1)
C(47A)	8585(6)	3498(1)	9906(3)	57(1)
C(48A)	6969(6)	4866(1)	10745(3)	54(1)
C(51A)	4871(5)	3739(1)	12845(3)	48(1)

C(52A)	4800(5)	3533(1)	13654(3)	50(1)
C(53A)	3457(7)	3535(2)	13996(3)	61(1)
C(54A)	2262(6)	3730(2)	13535(3)	64(1)
C(55A)	2346(6)	3921(2)	12726(4)	62(1)
C(56A)	3651(6)	3929(1)	12374(3)	54(1)
C(61A)	7138(5)	3466(1)	13304(3)	47(1)
C(62A)	6234(6)	3360(1)	13941(3)	51(1)
C(63A)	6839(7)	3122(1)	14673(3)	60(1)
C(64A)	8304(7)	3012(2)	14765(3)	66(1)
C(65A)	9177(6)	3127(2)	14129(3)	62(1)
C(66A)	8615(6)	3355(1)	13389(3)	54(1)
C(71)	8253(12)	8795(3)	2810(6)	131(3)
C(72)	8400(30)	8473(5)	3461(10)	99(5)
C(73)	7350(20)	8146(6)	3389(10)	92(5)
C(74)	7680(30)	7768(5)	3944(11)	89(5)
C(75)	6540(20)	7458(4)	3863(10)	95(5)
C(72')	7350(20)	8506(5)	3114(14)	107(6)
C(73')	8030(20)	8114(5)	3510(12)	78(5)
C(74')	7000(20)	7815(5)	3803(12)	75(5)
C(75')	7660(20)	7431(5)	4180(13)	106(5)
C(76)	6718(13)	7126(3)	4484(6)	134(3)
C(81)	3168(14)	3447(3)	-356(6)	137(4)
C(82)	3595(9)	3178(2)	458(5)	99(2)
C(83)	2357(8)	3061(2)	926(4)	78(2)
C(84)	2745(7)	2811(2)	1752(4)	77(2)
C(85)	1486(9)	2695(2)	2226(5)	105(2)
C(86)	1914(13)	2448(2)	3043(6)	135(4)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2837.

B(1)-N(1)	1.430(6)
B(1)-C(1)	1.555(7)
B(1)-C(11)	1.592(6)
B(2)-N(1)	1.436(6)
B(2)-C(3)	1.558(7)
B(2)-C(41)	1.576(6)
N(1)-C(1N)	1.479(6)
N(2)-C(31)	1.388(6)
N(2)-C(21)	1.391(5)
N(2)-C(14)	1.440(5)
N(3)-C(51)	1.398(6)
N(3)-C(61)	1.402(5)
N(3)-C(44)	1.432(5)
C(1N)-H(1N1)	0.9800
C(1N)-H(1N2)	0.9800
C(1N)-H(1N3)	0.9800
C(1)-C(10)	1.377(6)
C(1)-C(2)	1.431(6)
C(2)-C(7)	1.422(7)
C(2)-C(3)	1.425(6)
C(3)-C(4)	1.380(6)
C(4)-C(5)	1.411(7)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.362(7)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.410(7)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.423(7)
C(8)-C(9)	1.371(7)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.408(7)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-C(16)	1.401(6)
C(11)-C(12)	1.403(6)
C(12)-C(13)	1.393(6)
C(12)-C(17)	1.517(6)
C(13)-C(14)	1.381(6)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.382(6)
C(15)-C(16)	1.398(6)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(18)	1.511(7)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800

C(21)-C(26)	1.385(7)
C(21)-C(22)	1.402(6)
C(22)-C(23)	1.389(6)
C(22)-C(32)	1.461(7)
C(23)-C(24)	1.374(7)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.396(7)
C(24)-H(24)	0.9500
C(25)-C(26)	1.393(6)
C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-H(26)	0.9500
C(31)-C(36)	1.390(7)
C(31)-C(32)	1.415(6)
C(32)-C(33)	1.380(7)
C(33)-C(34)	1.385(8)
C(33)-H(33)	0.9500
C(34)-C(35)	1.392(7)
C(34)-H(34)	0.9500
C(35)-C(36)	1.372(7)
C(35)-H(35)	0.9500
C(36)-H(36)	0.9500
C(41)-C(42)	1.403(6)
C(41)-C(46)	1.415(6)
C(42)-C(43)	1.395(6)
C(42)-C(47)	1.509(6)
C(43)-C(44)	1.379(6)
C(43)-H(43)	0.9500
C(44)-C(45)	1.379(6)
C(45)-C(46)	1.383(6)
C(45)-H(45)	0.9500
C(46)-C(48)	1.515(6)
C(47)-H(47A)	0.9800
C(47)-H(47B)	0.9800
C(47)-H(47C)	0.9800
C(48)-H(48A)	0.9800
C(48)-H(48B)	0.9800
C(48)-H(48C)	0.9800
C(51)-C(52)	1.394(6)
C(51)-C(56)	1.398(7)
C(52)-C(53)	1.403(7)
C(52)-C(62)	1.440(7)
C(53)-C(54)	1.380(8)
C(53)-H(53)	0.9500
C(54)-C(55)	1.392(8)
C(54)-H(54)	0.9500
C(55)-C(56)	1.385(7)
C(55)-H(55)	0.9500
C(56)-H(56)	0.9500
C(61)-C(66)	1.375(7)
C(61)-C(62)	1.412(6)
C(62)-C(63)	1.393(6)

C(63)-C(64)	1.365(8)
C(63)-H(63)	0.9500
C(64)-C(65)	1.391(8)
C(64)-H(64)	0.9500
C(65)-C(66)	1.394(6)
C(65)-H(65)	0.9500
C(66)-H(66)	0.9500
B(1A)-N(1A)	1.429(6)
B(1A)-C(1A)	1.561(7)
B(1A)-C(11A)	1.584(6)
B(2A)-N(1A)	1.439(6)
B(2A)-C(3A)	1.557(7)
B(2A)-C(41A)	1.570(6)
N(1A)-C(1NA)	1.484(6)
N(2A)-C(21A)	1.385(6)
N(2A)-C(31A)	1.390(6)
N(2A)-C(14A)	1.439(5)
N(3A)-C(61A)	1.395(5)
N(3A)-C(51A)	1.395(6)
N(3A)-C(44A)	1.428(5)
C(1NA)-H(1N4)	0.9800
C(1NA)-H(1N5)	0.9800
C(1NA)-H(1N6)	0.9800
C(1A)-C(10A)	1.386(6)
C(1A)-C(2A)	1.431(6)
C(2A)-C(7A)	1.416(6)
C(2A)-C(3A)	1.430(6)
C(3A)-C(4A)	1.391(6)
C(4A)-C(5A)	1.393(7)
C(4A)-H(4A)	0.9500
C(5A)-C(6A)	1.354(7)
C(5A)-H(5A)	0.9500
C(6A)-C(7A)	1.422(6)
C(6A)-H(6A)	0.9500
C(7A)-C(8A)	1.400(7)
C(8A)-C(9A)	1.358(7)
C(8A)-H(8A)	0.9500
C(9A)-C(10A)	1.401(7)
C(9A)-H(9A)	0.9500
C(10A)-H(10A)	0.9500
C(11A)-C(12A)	1.397(6)
C(11A)-C(16A)	1.404(6)
C(12A)-C(13A)	1.397(6)
C(12A)-C(17A)	1.519(7)
C(13A)-C(14A)	1.371(6)
C(13A)-H(13A)	0.9500
C(14A)-C(15A)	1.391(6)
C(15A)-C(16A)	1.390(5)
C(15A)-H(15A)	0.9500
C(16A)-C(18A)	1.503(6)
C(17A)-H(17D)	0.9800

C(17A)-H(17E)	0.9800
C(17A)-H(17F)	0.9800
C(18A)-H(18D)	0.9800
C(18A)-H(18E)	0.9800
C(18A)-H(18F)	0.9800
C(21A)-C(26A)	1.384(7)
C(21A)-C(22A)	1.419(7)
C(22A)-C(23A)	1.402(7)
C(22A)-C(32A)	1.423(7)
C(23A)-C(24A)	1.362(8)
C(23A)-H(23A)	0.9500
C(24A)-C(25A)	1.394(8)
C(24A)-H(24A)	0.9500
C(25A)-C(26A)	1.381(7)
C(25A)-H(25A)	0.9500
C(26A)-H(26A)	0.9500
C(31A)-C(36A)	1.383(7)
C(31A)-C(32A)	1.412(6)
C(32A)-C(33A)	1.406(8)
C(33A)-C(34A)	1.364(8)
C(33A)-H(33A)	0.9500
C(34A)-C(35A)	1.389(8)
C(34A)-H(34A)	0.9500
C(35A)-C(36A)	1.379(8)
C(35A)-H(35A)	0.9500
C(36A)-H(36A)	0.9500
C(41A)-C(42A)	1.406(6)
C(41A)-C(46A)	1.414(6)
C(42A)-C(43A)	1.383(6)
C(42A)-C(47A)	1.504(6)
C(43A)-C(44A)	1.385(6)
C(43A)-H(43A)	0.9500
C(44A)-C(45A)	1.395(6)
C(45A)-C(46A)	1.383(6)
C(45A)-H(45A)	0.9500
C(46A)-C(48A)	1.509(6)
C(47A)-H(47D)	0.9800
C(47A)-H(47E)	0.9800
C(47A)-H(47F)	0.9800
C(48A)-H(48D)	0.9800
C(48A)-H(48E)	0.9800
C(48A)-H(48F)	0.9800
C(51A)-C(56A)	1.377(7)
C(51A)-C(52A)	1.414(6)
C(52A)-C(53A)	1.401(7)
C(52A)-C(62A)	1.433(7)
C(53A)-C(54A)	1.364(8)
C(53A)-H(53A)	0.9500
C(54A)-C(55A)	1.392(7)
C(54A)-H(54A)	0.9500
C(55A)-C(56A)	1.377(7)

C(55A)-H(55A)	0.9500
C(56A)-H(56A)	0.9500
C(61A)-C(66A)	1.384(7)
C(61A)-C(62A)	1.408(6)
C(62A)-C(63A)	1.402(6)
C(63A)-C(64A)	1.373(8)
C(63A)-H(63A)	0.9500
C(64A)-C(65A)	1.394(8)
C(64A)-H(64A)	0.9500
C(65A)-C(66A)	1.383(6)
C(65A)-H(65A)	0.9500
C(66A)-H(66A)	0.9500
C(71)-C(72')	1.392(18)
C(71)-C(72)	1.451(17)
C(71)-H(71A)	0.9800
C(71)-H(71B)	0.9800
C(71)-H(71C)	0.9800
C(71)-H(71D)	0.9800
C(71)-H(71E)	0.9800
C(71)-H(71F)	0.9800
C(72)-C(73)	1.45(3)
C(72)-H(72A)	0.9900
C(72)-H(72B)	0.9900
C(73)-C(74)	1.52(2)
C(73)-H(73A)	0.9900
C(73)-H(73B)	0.9900
C(74)-C(75)	1.46(3)
C(74)-H(74A)	0.9900
C(74)-H(74B)	0.9900
C(75)-C(76)	1.449(17)
C(75)-H(75A)	0.9900
C(75)-H(75B)	0.9900
C(72')-C(73')	1.53(3)
C(72')-H(72C)	0.9900
C(72')-H(72D)	0.9900
C(73')-C(74')	1.49(2)
C(73')-H(73C)	0.9900
C(73')-H(73D)	0.9900
C(74')-C(75')	1.50(2)
C(74')-H(74C)	0.9900
C(74')-H(74D)	0.9900
C(75')-C(76)	1.456(19)
C(75')-H(75C)	0.9900
C(75')-H(75D)	0.9900
C(76)-H(76A)	0.9800
C(76)-H(76B)	0.9800
C(76)-H(76C)	0.9800
C(76)-H(76D)	0.9800
C(76)-H(76E)	0.9800
C(76)-H(76F)	0.9800
C(81)-C(82)	1.525(11)

C(81)-H(81A)	0.9800
C(81)-H(81B)	0.9800
C(81)-H(81C)	0.9800
C(82)-C(83)	1.476(10)
C(82)-H(82A)	0.9900
C(82)-H(82B)	0.9900
C(83)-C(84)	1.499(8)
C(83)-H(83A)	0.9900
C(83)-H(83B)	0.9900
C(84)-C(85)	1.495(9)
C(84)-H(84A)	0.9900
C(84)-H(84B)	0.9900
C(85)-C(86)	1.486(12)
C(85)-H(85A)	0.9900
C(85)-H(85B)	0.9900
C(86)-H(86A)	0.9800
C(86)-H(86B)	0.9800
C(86)-H(86C)	0.9800
N(1)-B(1)-C(1)	119.3(4)
N(1)-B(1)-C(11)	120.8(4)
C(1)-B(1)-C(11)	119.9(4)
N(1)-B(2)-C(3)	118.6(4)
N(1)-B(2)-C(41)	121.1(4)
C(3)-B(2)-C(41)	120.3(4)
B(1)-N(1)-B(2)	121.4(4)
B(1)-N(1)-C(1N)	119.5(3)
B(2)-N(1)-C(1N)	119.2(4)
C(31)-N(2)-C(21)	108.4(3)
C(31)-N(2)-C(14)	126.2(4)
C(21)-N(2)-C(14)	125.4(4)
C(51)-N(3)-C(61)	108.2(3)
C(51)-N(3)-C(44)	125.8(4)
C(61)-N(3)-C(44)	125.9(4)
N(1)-C(1N)-H(1N1)	109.5
N(1)-C(1N)-H(1N2)	109.5
H(1N1)-C(1N)-H(1N2)	109.5
N(1)-C(1N)-H(1N3)	109.5
H(1N1)-C(1N)-H(1N3)	109.5
H(1N2)-C(1N)-H(1N3)	109.5
C(10)-C(1)-C(2)	118.8(4)
C(10)-C(1)-B(1)	121.6(4)
C(2)-C(1)-B(1)	119.6(4)
C(7)-C(2)-C(3)	119.5(4)
C(7)-C(2)-C(1)	119.7(4)
C(3)-C(2)-C(1)	120.7(4)
C(4)-C(3)-C(2)	118.7(4)
C(4)-C(3)-B(2)	121.1(4)
C(2)-C(3)-B(2)	120.2(4)
C(3)-C(4)-C(5)	121.7(4)
C(3)-C(4)-H(4)	119.1

C(5)-C(4)-H(4)	119.1
C(6)-C(5)-C(4)	119.9(4)
C(6)-C(5)-H(5)	120.1
C(4)-C(5)-H(5)	120.1
C(5)-C(6)-C(7)	120.9(5)
C(5)-C(6)-H(6)	119.6
C(7)-C(6)-H(6)	119.6
C(6)-C(7)-C(2)	119.3(4)
C(6)-C(7)-C(8)	121.6(5)
C(2)-C(7)-C(8)	119.0(4)
C(9)-C(8)-C(7)	120.4(5)
C(9)-C(8)-H(8)	119.8
C(7)-C(8)-H(8)	119.8
C(8)-C(9)-C(10)	120.2(4)
C(8)-C(9)-H(9)	119.9
C(10)-C(9)-H(9)	119.9
C(1)-C(10)-C(9)	121.8(4)
C(1)-C(10)-H(10)	119.1
C(9)-C(10)-H(10)	119.1
C(16)-C(11)-C(12)	119.2(4)
C(16)-C(11)-B(1)	121.2(4)
C(12)-C(11)-B(1)	119.6(4)
C(13)-C(12)-C(11)	120.2(4)
C(13)-C(12)-C(17)	119.8(4)
C(11)-C(12)-C(17)	120.0(4)
C(14)-C(13)-C(12)	119.9(4)
C(14)-C(13)-H(13)	120.0
C(12)-C(13)-H(13)	120.0
C(13)-C(14)-C(15)	120.7(4)
C(13)-C(14)-N(2)	119.7(4)
C(15)-C(14)-N(2)	119.6(4)
C(14)-C(15)-C(16)	120.1(4)
C(14)-C(15)-H(15)	119.9
C(16)-C(15)-H(15)	119.9
C(15)-C(16)-C(11)	119.9(4)
C(15)-C(16)-C(18)	119.6(4)
C(11)-C(16)-C(18)	120.5(4)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
C(16)-C(18)-H(18A)	109.5
C(16)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(16)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(26)-C(21)-N(2)	128.3(4)
C(26)-C(21)-C(22)	122.1(4)

N(2)-C(21)-C(22)	109.6(4)
C(23)-C(22)-C(21)	119.2(5)
C(23)-C(22)-C(32)	134.3(4)
C(21)-C(22)-C(32)	106.5(4)
C(24)-C(23)-C(22)	119.5(4)
C(24)-C(23)-H(23)	120.3
C(22)-C(23)-H(23)	120.3
C(23)-C(24)-C(25)	120.8(4)
C(23)-C(24)-H(24)	119.6
C(25)-C(24)-H(24)	119.6
C(26)-C(25)-C(24)	120.9(5)
C(26)-C(25)-H(25)	119.5
C(24)-C(25)-H(25)	119.5
C(21)-C(26)-C(25)	117.5(4)
C(21)-C(26)-H(26)	121.3
C(25)-C(26)-H(26)	121.3
N(2)-C(31)-C(36)	129.3(4)
N(2)-C(31)-C(32)	109.3(4)
C(36)-C(31)-C(32)	121.4(4)
C(33)-C(32)-C(31)	119.0(4)
C(33)-C(32)-C(22)	134.7(4)
C(31)-C(32)-C(22)	106.2(4)
C(32)-C(33)-C(34)	119.6(4)
C(32)-C(33)-H(33)	120.2
C(34)-C(33)-H(33)	120.2
C(33)-C(34)-C(35)	120.5(5)
C(33)-C(34)-H(34)	119.7
C(35)-C(34)-H(34)	119.7
C(36)-C(35)-C(34)	121.3(5)
C(36)-C(35)-H(35)	119.3
C(34)-C(35)-H(35)	119.3
C(35)-C(36)-C(31)	118.1(5)
C(35)-C(36)-H(36)	120.9
C(31)-C(36)-H(36)	120.9
C(42)-C(41)-C(46)	118.6(4)
C(42)-C(41)-B(2)	121.0(4)
C(46)-C(41)-B(2)	120.4(4)
C(43)-C(42)-C(41)	120.3(4)
C(43)-C(42)-C(47)	119.4(4)
C(41)-C(42)-C(47)	120.3(4)
C(44)-C(43)-C(42)	120.2(4)
C(44)-C(43)-H(43)	119.9
C(42)-C(43)-H(43)	119.9
C(45)-C(44)-C(43)	120.0(4)
C(45)-C(44)-N(3)	119.8(4)
C(43)-C(44)-N(3)	120.2(4)
C(44)-C(45)-C(46)	121.3(4)
C(44)-C(45)-H(45)	119.4
C(46)-C(45)-H(45)	119.4
C(45)-C(46)-C(41)	119.6(4)
C(45)-C(46)-C(48)	120.7(4)

C(41)-C(46)-C(48)	119.7(4)
C(42)-C(47)-H(47A)	109.5
C(42)-C(47)-H(47B)	109.5
H(47A)-C(47)-H(47B)	109.5
C(42)-C(47)-H(47C)	109.5
H(47A)-C(47)-H(47C)	109.5
H(47B)-C(47)-H(47C)	109.5
C(46)-C(48)-H(48A)	109.5
C(46)-C(48)-H(48B)	109.5
H(48A)-C(48)-H(48B)	109.5
C(46)-C(48)-H(48C)	109.5
H(48A)-C(48)-H(48C)	109.5
H(48B)-C(48)-H(48C)	109.5
C(52)-C(51)-C(56)	122.5(4)
C(52)-C(51)-N(3)	108.9(4)
C(56)-C(51)-N(3)	128.5(4)
C(51)-C(52)-C(53)	118.9(5)
C(51)-C(52)-C(62)	107.6(4)
C(53)-C(52)-C(62)	133.4(4)
C(54)-C(53)-C(52)	119.1(5)
C(54)-C(53)-H(53)	120.5
C(52)-C(53)-H(53)	120.5
C(53)-C(54)-C(55)	120.9(5)
C(53)-C(54)-H(54)	119.5
C(55)-C(54)-H(54)	119.5
C(56)-C(55)-C(54)	121.5(5)
C(56)-C(55)-H(55)	119.3
C(54)-C(55)-H(55)	119.3
C(55)-C(56)-C(51)	117.1(5)
C(55)-C(56)-H(56)	121.5
C(51)-C(56)-H(56)	121.5
C(66)-C(61)-N(3)	129.0(4)
C(66)-C(61)-C(62)	122.4(4)
N(3)-C(61)-C(62)	108.6(4)
C(63)-C(62)-C(61)	118.6(5)
C(63)-C(62)-C(52)	134.8(4)
C(61)-C(62)-C(52)	106.7(4)
C(64)-C(63)-C(62)	119.5(5)
C(64)-C(63)-H(63)	120.3
C(62)-C(63)-H(63)	120.3
C(63)-C(64)-C(65)	121.3(4)
C(63)-C(64)-H(64)	119.4
C(65)-C(64)-H(64)	119.4
C(64)-C(65)-C(66)	120.9(5)
C(64)-C(65)-H(65)	119.6
C(66)-C(65)-H(65)	119.6
C(61)-C(66)-C(65)	117.4(5)
C(61)-C(66)-H(66)	121.3
C(65)-C(66)-H(66)	121.3
N(1A)-B(1A)-C(1A)	118.8(4)
N(1A)-B(1A)-C(11A)	121.7(4)

C(1A)-B(1A)-C(11A)	119.5(4)
N(1A)-B(2A)-C(3A)	118.1(4)
N(1A)-B(2A)-C(41A)	120.5(4)
C(3A)-B(2A)-C(41A)	121.4(4)
B(1A)-N(1A)-B(2A)	121.8(4)
B(1A)-N(1A)-C(1NA)	119.4(3)
B(2A)-N(1A)-C(1NA)	118.8(3)
C(21A)-N(2A)-C(31A)	109.0(4)
C(21A)-N(2A)-C(14A)	125.5(4)
C(31A)-N(2A)-C(14A)	125.4(4)
C(61A)-N(3A)-C(51A)	108.7(3)
C(61A)-N(3A)-C(44A)	125.6(4)
C(51A)-N(3A)-C(44A)	125.7(4)
N(1A)-C(1NA)-H(1N4)	109.5
N(1A)-C(1NA)-H(1N5)	109.5
H(1N4)-C(1NA)-H(1N5)	109.5
N(1A)-C(1NA)-H(1N6)	109.5
H(1N4)-C(1NA)-H(1N6)	109.5
H(1N5)-C(1NA)-H(1N6)	109.5
C(10A)-C(1A)-C(2A)	118.6(4)
C(10A)-C(1A)-B(1A)	120.9(4)
C(2A)-C(1A)-B(1A)	120.4(4)
C(7A)-C(2A)-C(3A)	121.0(4)
C(7A)-C(2A)-C(1A)	119.4(4)
C(3A)-C(2A)-C(1A)	119.6(4)
C(4A)-C(3A)-C(2A)	117.2(4)
C(4A)-C(3A)-B(2A)	121.6(4)
C(2A)-C(3A)-B(2A)	121.2(4)
C(3A)-C(4A)-C(5A)	122.3(4)
C(3A)-C(4A)-H(4A)	118.9
C(5A)-C(4A)-H(4A)	118.9
C(6A)-C(5A)-C(4A)	120.3(4)
C(6A)-C(5A)-H(5A)	119.9
C(4A)-C(5A)-H(5A)	119.9
C(5A)-C(6A)-C(7A)	121.3(5)
C(5A)-C(6A)-H(6A)	119.3
C(7A)-C(6A)-H(6A)	119.3
C(8A)-C(7A)-C(2A)	119.1(4)
C(8A)-C(7A)-C(6A)	123.0(4)
C(2A)-C(7A)-C(6A)	117.9(4)
C(9A)-C(8A)-C(7A)	121.6(5)
C(9A)-C(8A)-H(8A)	119.2
C(7A)-C(8A)-H(8A)	119.2
C(8A)-C(9A)-C(10A)	119.8(4)
C(8A)-C(9A)-H(9A)	120.1
C(10A)-C(9A)-H(9A)	120.1
C(1A)-C(10A)-C(9A)	121.4(4)
C(1A)-C(10A)-H(10A)	119.3
C(9A)-C(10A)-H(10A)	119.3
C(12A)-C(11A)-C(16A)	119.6(4)
C(12A)-C(11A)-B(1A)	121.3(4)

C(16A)-C(11A)-B(1A)	119.1(3)
C(13A)-C(12A)-C(11A)	119.8(4)
C(13A)-C(12A)-C(17A)	119.7(4)
C(11A)-C(12A)-C(17A)	120.4(4)
C(14A)-C(13A)-C(12A)	120.3(4)
C(14A)-C(13A)-H(13A)	119.8
C(12A)-C(13A)-H(13A)	119.8
C(13A)-C(14A)-C(15A)	120.4(4)
C(13A)-C(14A)-N(2A)	120.2(4)
C(15A)-C(14A)-N(2A)	119.4(4)
C(16A)-C(15A)-C(14A)	120.2(4)
C(16A)-C(15A)-H(15A)	119.9
C(14A)-C(15A)-H(15A)	119.9
C(15A)-C(16A)-C(11A)	119.7(4)
C(15A)-C(16A)-C(18A)	120.2(4)
C(11A)-C(16A)-C(18A)	120.2(3)
C(12A)-C(17A)-H(17D)	109.5
C(12A)-C(17A)-H(17E)	109.5
H(17D)-C(17A)-H(17E)	109.5
C(12A)-C(17A)-H(17F)	109.5
H(17D)-C(17A)-H(17F)	109.5
H(17E)-C(17A)-H(17F)	109.5
C(16A)-C(18A)-H(18D)	109.5
C(16A)-C(18A)-H(18E)	109.5
H(18D)-C(18A)-H(18E)	109.5
C(16A)-C(18A)-H(18F)	109.5
H(18D)-C(18A)-H(18F)	109.5
H(18E)-C(18A)-H(18F)	109.5
C(26A)-C(21A)-N(2A)	129.3(4)
C(26A)-C(21A)-C(22A)	122.7(4)
N(2A)-C(21A)-C(22A)	108.0(4)
C(23A)-C(22A)-C(21A)	117.7(5)
C(23A)-C(22A)-C(32A)	134.7(5)
C(21A)-C(22A)-C(32A)	107.6(4)
C(24A)-C(23A)-C(22A)	119.9(5)
C(24A)-C(23A)-H(23A)	120.0
C(22A)-C(23A)-H(23A)	120.0
C(23A)-C(24A)-C(25A)	120.9(5)
C(23A)-C(24A)-H(24A)	119.5
C(25A)-C(24A)-H(24A)	119.5
C(26A)-C(25A)-C(24A)	121.7(6)
C(26A)-C(25A)-H(25A)	119.2
C(24A)-C(25A)-H(25A)	119.2
C(25A)-C(26A)-C(21A)	117.0(5)
C(25A)-C(26A)-H(26A)	121.5
C(21A)-C(26A)-H(26A)	121.5
C(36A)-C(31A)-N(2A)	129.1(4)
C(36A)-C(31A)-C(32A)	122.1(5)
N(2A)-C(31A)-C(32A)	108.8(4)
C(33A)-C(32A)-C(31A)	118.6(5)
C(33A)-C(32A)-C(22A)	134.7(4)

C(31A)-C(32A)-C(22A)	106.7(4)
C(34A)-C(33A)-C(32A)	119.1(5)
C(34A)-C(33A)-H(33A)	120.5
C(32A)-C(33A)-H(33A)	120.5
C(33A)-C(34A)-C(35A)	121.1(5)
C(33A)-C(34A)-H(34A)	119.5
C(35A)-C(34A)-H(34A)	119.5
C(36A)-C(35A)-C(34A)	121.9(6)
C(36A)-C(35A)-H(35A)	119.1
C(34A)-C(35A)-H(35A)	119.1
C(35A)-C(36A)-C(31A)	117.2(5)
C(35A)-C(36A)-H(36A)	121.4
C(31A)-C(36A)-H(36A)	121.4
C(42A)-C(41A)-C(46A)	118.6(4)
C(42A)-C(41A)-B(2A)	120.3(4)
C(46A)-C(41A)-B(2A)	121.1(4)
C(43A)-C(42A)-C(41A)	120.1(4)
C(43A)-C(42A)-C(47A)	120.1(4)
C(41A)-C(42A)-C(47A)	119.8(4)
C(42A)-C(43A)-C(44A)	121.1(4)
C(42A)-C(43A)-H(43A)	119.4
C(44A)-C(43A)-H(43A)	119.4
C(43A)-C(44A)-C(45A)	119.5(4)
C(43A)-C(44A)-N(3A)	120.7(4)
C(45A)-C(44A)-N(3A)	119.8(4)
C(46A)-C(45A)-C(44A)	120.3(4)
C(46A)-C(45A)-H(45A)	119.9
C(44A)-C(45A)-H(45A)	119.9
C(45A)-C(46A)-C(41A)	120.5(4)
C(45A)-C(46A)-C(48A)	120.0(4)
C(41A)-C(46A)-C(48A)	119.5(4)
C(42A)-C(47A)-H(47D)	109.5
C(42A)-C(47A)-H(47E)	109.5
H(47D)-C(47A)-H(47E)	109.5
C(42A)-C(47A)-H(47F)	109.5
H(47D)-C(47A)-H(47F)	109.5
H(47E)-C(47A)-H(47F)	109.5
C(46A)-C(48A)-H(48D)	109.5
C(46A)-C(48A)-H(48E)	109.5
H(48D)-C(48A)-H(48E)	109.5
C(46A)-C(48A)-H(48F)	109.5
H(48D)-C(48A)-H(48F)	109.5
H(48E)-C(48A)-H(48F)	109.5
C(56A)-C(51A)-N(3A)	129.7(4)
C(56A)-C(51A)-C(52A)	121.9(4)
N(3A)-C(51A)-C(52A)	108.3(4)
C(53A)-C(52A)-C(51A)	118.4(5)
C(53A)-C(52A)-C(62A)	134.4(4)
C(51A)-C(52A)-C(62A)	107.2(4)
C(54A)-C(53A)-C(52A)	119.3(5)
C(54A)-C(53A)-H(53A)	120.4

C(52A)-C(53A)-H(53A)	120.4
C(53A)-C(54A)-C(55A)	121.3(5)
C(53A)-C(54A)-H(54A)	119.4
C(55A)-C(54A)-H(54A)	119.4
C(56A)-C(55A)-C(54A)	121.1(5)
C(56A)-C(55A)-H(55A)	119.5
C(54A)-C(55A)-H(55A)	119.5
C(55A)-C(56A)-C(51A)	118.0(5)
C(55A)-C(56A)-H(56A)	121.0
C(51A)-C(56A)-H(56A)	121.0
C(66A)-C(61A)-N(3A)	129.0(4)
C(66A)-C(61A)-C(62A)	122.3(4)
N(3A)-C(61A)-C(62A)	108.7(4)
C(63A)-C(62A)-C(61A)	118.8(5)
C(63A)-C(62A)-C(52A)	134.0(5)
C(61A)-C(62A)-C(52A)	107.2(4)
C(64A)-C(63A)-C(62A)	119.3(5)
C(64A)-C(63A)-H(63A)	120.3
C(62A)-C(63A)-H(63A)	120.3
C(63A)-C(64A)-C(65A)	120.4(4)
C(63A)-C(64A)-H(64A)	119.8
C(65A)-C(64A)-H(64A)	119.8
C(66A)-C(65A)-C(64A)	122.1(5)
C(66A)-C(65A)-H(65A)	119.0
C(64A)-C(65A)-H(65A)	119.0
C(65A)-C(66A)-C(61A)	117.1(5)
C(65A)-C(66A)-H(66A)	121.5
C(61A)-C(66A)-H(66A)	121.5
C(72)-C(71)-H(71A)	109.5
C(72)-C(71)-H(71B)	109.5
H(71A)-C(71)-H(71B)	109.5
C(72)-C(71)-H(71C)	109.5
H(71A)-C(71)-H(71C)	109.5
H(71B)-C(71)-H(71C)	109.5
C(72)-C(71)-H(71D)	109.5
C(72)-C(71)-H(71E)	109.5
H(71D)-C(71)-H(71E)	109.5
C(72)-C(71)-H(71F)	109.5
H(71D)-C(71)-H(71F)	109.5
H(71E)-C(71)-H(71F)	109.5
C(71)-C(72)-C(73)	121.4(16)
C(71)-C(72)-H(72A)	107.0
C(73)-C(72)-H(72A)	107.0
C(71)-C(72)-H(72B)	107.0
C(73)-C(72)-H(72B)	107.0
H(72A)-C(72)-H(72B)	106.7
C(72)-C(73)-C(74)	121.1(18)
C(72)-C(73)-H(73A)	107.1
C(74)-C(73)-H(73A)	107.1
C(72)-C(73)-H(73B)	107.1
C(74)-C(73)-H(73B)	107.1

H(73A)-C(73)-H(73B)	106.8
C(75)-C(74)-C(73)	118.1(18)
C(75)-C(74)-H(74A)	107.8
C(73)-C(74)-H(74A)	107.8
C(75)-C(74)-H(74B)	107.8
C(73)-C(74)-H(74B)	107.8
H(74A)-C(74)-H(74B)	107.1
C(76)-C(75)-C(74)	119.4(16)
C(76)-C(75)-H(75A)	107.5
C(74)-C(75)-H(75A)	107.5
C(76)-C(75)-H(75B)	107.5
C(74)-C(75)-H(75B)	107.5
H(75A)-C(75)-H(75B)	107.0
C(71)-C(72)-C(73)	120.3(17)
C(71)-C(72)-H(72C)	107.2
C(73)-C(72)-H(72C)	107.2
C(71)-C(72)-H(72D)	107.2
C(73)-C(72)-H(72D)	107.2
H(72C)-C(72)-H(72D)	106.9
C(74)-C(73)-C(72)	117.5(17)
C(74)-C(73)-H(73C)	107.9
C(72)-C(73)-H(73C)	107.9
C(74)-C(73)-H(73D)	107.9
C(72)-C(73)-H(73D)	107.9
H(73C)-C(73)-H(73D)	107.2
C(73)-C(74)-C(75)	117.4(16)
C(73)-C(74)-H(74C)	108.0
C(75)-C(74)-H(74C)	108.0
C(73)-C(74)-H(74D)	108.0
C(75)-C(74)-H(74D)	108.0
H(74C)-C(74)-H(74D)	107.2
C(76)-C(75)-C(74)	120.2(16)
C(76)-C(75)-H(75C)	107.3
C(74)-C(75)-H(75C)	107.3
C(76)-C(75)-H(75D)	107.3
C(74)-C(75)-H(75D)	107.3
H(75C)-C(75)-H(75D)	106.9
C(75)-C(76)-H(76A)	109.5
C(75)-C(76)-H(76B)	109.5
H(76A)-C(76)-H(76B)	109.5
C(75)-C(76)-H(76C)	109.5
H(76A)-C(76)-H(76C)	109.5
H(76B)-C(76)-H(76C)	109.5
C(75)-C(76)-H(76D)	109.5
C(75)-C(76)-H(76E)	109.5
H(76D)-C(76)-H(76E)	109.5
C(75)-C(76)-H(76F)	109.5
H(76D)-C(76)-H(76F)	109.5
H(76E)-C(76)-H(76F)	109.5
C(82)-C(81)-H(81A)	109.5
C(82)-C(81)-H(81B)	109.5

H(81A)-C(81)-H(81B)	109.5
C(82)-C(81)-H(81C)	109.5
H(81A)-C(81)-H(81C)	109.5
H(81B)-C(81)-H(81C)	109.5
C(83)-C(82)-C(81)	115.1(7)
C(83)-C(82)-H(82A)	108.5
C(81)-C(82)-H(82A)	108.5
C(83)-C(82)-H(82B)	108.5
C(81)-C(82)-H(82B)	108.5
H(82A)-C(82)-H(82B)	107.5
C(82)-C(83)-C(84)	116.6(6)
C(82)-C(83)-H(83A)	108.1
C(84)-C(83)-H(83A)	108.1
C(82)-C(83)-H(83B)	108.1
C(84)-C(83)-H(83B)	108.1
H(83A)-C(83)-H(83B)	107.3
C(85)-C(84)-C(83)	116.4(6)
C(85)-C(84)-H(84A)	108.2
C(83)-C(84)-H(84A)	108.2
C(85)-C(84)-H(84B)	108.2
C(83)-C(84)-H(84B)	108.2
H(84A)-C(84)-H(84B)	107.3
C(86)-C(85)-C(84)	114.9(8)
C(86)-C(85)-H(85A)	108.5
C(84)-C(85)-H(85A)	108.5
C(86)-C(85)-H(85B)	108.5
C(84)-C(85)-H(85B)	108.5
H(85A)-C(85)-H(85B)	107.5
C(85)-C(86)-H(86A)	109.5
C(85)-C(86)-H(86B)	109.5
H(86A)-C(86)-H(86B)	109.5
C(85)-C(86)-H(86C)	109.5
H(86A)-C(86)-H(86C)	109.5
H(86B)-C(86)-H(86C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2837. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
B(1)	51(3)	40(2)	37(2)	2(2)	3(2)	0(2)
B(2)	54(3)	44(2)	37(2)	-2(2)	2(2)	-2(2)
N(1)	42(2)	56(2)	37(2)	-4(2)	1(2)	3(2)
N(2)	49(2)	60(2)	33(2)	-3(2)	-6(2)	8(2)
N(3)	51(2)	52(2)	40(2)	-7(2)	9(2)	-1(2)
C(1N)	53(3)	74(3)	48(2)	-6(2)	7(2)	9(2)
C(1)	48(2)	48(2)	34(2)	-2(2)	3(2)	0(2)
C(2)	44(3)	42(2)	36(2)	4(2)	0(2)	-1(2)
C(3)	50(3)	42(2)	38(2)	2(2)	1(2)	-1(2)
C(4)	49(3)	56(3)	38(2)	0(2)	-2(2)	3(2)

C(5)	51(3)	60(3)	47(2)	0(2)	-12(2)	-1(2)
C(6)	43(3)	65(3)	55(3)	1(2)	-5(2)	-1(2)
C(7)	48(3)	50(2)	48(2)	1(2)	4(2)	0(2)
C(8)	46(3)	65(3)	57(3)	-6(2)	13(2)	1(2)
C(9)	52(3)	65(3)	45(2)	-7(2)	10(2)	5(2)
C(10)	55(3)	56(2)	35(2)	-1(2)	6(2)	-2(2)
C(11)	48(2)	49(2)	34(2)	-4(2)	3(2)	6(2)
C(12)	43(2)	48(2)	34(2)	-2(2)	2(2)	6(2)
C(13)	43(2)	49(2)	40(2)	-2(2)	2(2)	3(2)
C(14)	47(2)	52(2)	34(2)	-3(2)	-4(2)	5(2)
C(15)	62(3)	51(2)	38(2)	5(2)	0(2)	7(2)
C(16)	54(3)	50(2)	39(2)	-1(2)	1(2)	0(2)
C(17)	58(3)	51(2)	39(2)	4(2)	-4(2)	7(2)
C(18)	82(4)	58(3)	52(3)	3(2)	-6(3)	-13(3)
C(21)	54(3)	46(2)	35(2)	2(2)	-2(2)	2(2)
C(22)	53(3)	45(2)	34(2)	2(2)	-3(2)	-1(2)
C(23)	68(3)	50(2)	38(2)	0(2)	-2(2)	-2(2)
C(24)	81(4)	55(3)	38(2)	-2(2)	7(2)	0(2)
C(25)	72(3)	53(3)	44(2)	3(2)	10(2)	7(2)
C(26)	55(3)	54(3)	44(2)	3(2)	1(2)	7(2)
C(31)	47(3)	52(2)	42(2)	5(2)	-1(2)	-1(2)
C(32)	48(3)	50(2)	38(2)	5(2)	-6(2)	-4(2)
C(33)	54(3)	68(3)	43(2)	7(2)	-5(2)	-6(2)
C(34)	49(3)	92(4)	61(3)	15(3)	2(2)	-1(3)
C(35)	60(3)	87(4)	52(3)	7(3)	11(2)	9(3)
C(36)	60(3)	74(3)	39(2)	3(2)	3(2)	5(2)
C(41)	49(2)	46(2)	33(2)	-2(2)	0(2)	0(2)
C(42)	50(3)	42(2)	38(2)	-5(2)	2(2)	-1(2)
C(43)	47(3)	50(2)	36(2)	-1(2)	2(2)	0(2)
C(44)	47(3)	51(2)	32(2)	-4(2)	2(2)	1(2)
C(45)	54(3)	44(2)	39(2)	-4(2)	6(2)	2(2)
C(46)	52(3)	45(2)	37(2)	2(2)	3(2)	0(2)
C(47)	70(3)	43(2)	50(2)	-3(2)	15(2)	0(2)
C(48)	77(3)	48(2)	54(3)	4(2)	18(2)	-2(2)
C(51)	53(3)	45(2)	43(2)	-1(2)	10(2)	2(2)
C(52)	61(3)	48(2)	41(2)	5(2)	14(2)	8(2)
C(53)	70(3)	64(3)	48(2)	8(2)	18(2)	15(3)
C(54)	62(3)	76(3)	76(3)	28(3)	25(3)	13(3)
C(55)	58(3)	59(3)	74(3)	7(2)	16(3)	0(2)
C(56)	64(3)	51(3)	60(3)	-1(2)	11(2)	1(2)
C(61)	58(3)	44(2)	36(2)	-4(2)	1(2)	1(2)
C(62)	66(3)	45(2)	35(2)	1(2)	6(2)	8(2)
C(63)	84(4)	53(3)	39(2)	-6(2)	8(2)	13(3)
C(64)	78(4)	66(3)	46(3)	-13(2)	-11(2)	0(3)
C(65)	68(3)	65(3)	58(3)	-11(2)	-2(2)	-2(3)
C(66)	56(3)	62(3)	47(2)	-13(2)	3(2)	2(2)
B(1A)	49(3)	46(2)	35(2)	-1(2)	3(2)	4(2)
B(2A)	42(3)	45(2)	36(2)	1(2)	2(2)	6(2)
N(1A)	41(2)	54(2)	34(2)	4(1)	2(1)	-4(2)
N(2A)	50(2)	56(2)	37(2)	0(2)	-6(2)	2(2)
N(3A)	54(2)	54(2)	37(2)	8(2)	8(2)	1(2)
C(1NA)	48(3)	84(3)	50(3)	7(2)	-1(2)	-10(2)
C(1A)	45(2)	43(2)	37(2)	-1(2)	3(2)	2(2)

C(2A)	45(2)	47(2)	36(2)	-2(2)	3(2)	3(2)
C(3A)	44(3)	47(2)	34(2)	0(2)	1(2)	2(2)
C(4A)	55(3)	50(2)	38(2)	4(2)	-1(2)	3(2)
C(5A)	48(3)	70(3)	44(2)	-1(2)	-5(2)	2(2)
C(6A)	44(3)	57(3)	57(3)	-4(2)	2(2)	0(2)
C(7A)	40(2)	49(2)	46(2)	-5(2)	2(2)	-2(2)
C(8A)	46(3)	57(3)	53(3)	-2(2)	6(2)	-5(2)
C(9A)	60(3)	62(3)	45(2)	6(2)	14(2)	-5(2)
C(10A)	51(3)	53(2)	37(2)	4(2)	1(2)	-3(2)
C(11A)	44(2)	46(2)	34(2)	1(2)	3(2)	-2(2)
C(12A)	57(3)	42(2)	39(2)	-1(2)	0(2)	2(2)
C(13A)	64(3)	46(2)	40(2)	-5(2)	-2(2)	1(2)
C(14A)	47(2)	52(2)	36(2)	2(2)	0(2)	0(2)
C(15A)	49(3)	45(2)	40(2)	2(2)	-3(2)	3(2)
C(16A)	42(2)	48(2)	36(2)	0(2)	0(2)	-2(2)
C(17A)	80(4)	48(3)	60(3)	-1(2)	-2(3)	11(2)
C(18A)	55(3)	51(2)	44(2)	-6(2)	-2(2)	3(2)
C(21A)	61(3)	48(2)	36(2)	-4(2)	2(2)	3(2)
C(22A)	71(3)	50(3)	33(2)	-5(2)	-4(2)	11(2)
C(23A)	90(4)	58(3)	41(2)	2(2)	-3(2)	12(3)
C(24A)	105(5)	64(3)	38(2)	4(2)	6(3)	1(3)
C(25A)	92(4)	65(3)	52(3)	-5(2)	20(3)	-9(3)
C(26A)	69(3)	60(3)	41(2)	-2(2)	4(2)	-4(2)
C(31A)	55(3)	54(2)	41(2)	-6(2)	-2(2)	6(2)
C(32A)	59(3)	50(2)	38(2)	-7(2)	-9(2)	11(2)
C(33A)	61(3)	68(3)	58(3)	-9(2)	-15(3)	10(3)
C(34A)	54(3)	84(4)	70(3)	-14(3)	-4(3)	0(3)
C(35A)	63(3)	83(4)	62(3)	-9(3)	8(3)	-5(3)
C(36A)	66(3)	64(3)	43(3)	-4(2)	-2(2)	0(3)
C(41A)	46(2)	50(2)	35(2)	1(2)	1(2)	-2(2)
C(42A)	44(2)	49(2)	43(2)	-2(2)	2(2)	0(2)
C(43A)	56(3)	43(2)	43(2)	2(2)	4(2)	2(2)
C(44A)	51(3)	45(2)	38(2)	4(2)	6(2)	-6(2)
C(45A)	53(3)	45(2)	37(2)	-3(2)	7(2)	1(2)
C(46A)	53(3)	45(2)	36(2)	0(2)	4(2)	0(2)
C(47A)	70(3)	54(3)	49(2)	-5(2)	13(2)	4(2)
C(48A)	66(3)	47(2)	49(2)	5(2)	11(2)	1(2)
C(51A)	52(3)	49(2)	44(2)	-6(2)	12(2)	-7(2)
C(52A)	60(3)	49(2)	41(2)	-7(2)	13(2)	-13(2)
C(53A)	78(4)	57(3)	51(3)	-13(2)	24(3)	-18(3)
C(54A)	63(3)	70(3)	65(3)	-17(3)	22(3)	-12(3)
C(55A)	54(3)	62(3)	69(3)	-15(2)	12(2)	-1(2)
C(56A)	58(3)	52(2)	53(3)	-3(2)	10(2)	1(2)
C(61A)	56(3)	45(2)	38(2)	1(2)	4(2)	-2(2)
C(62A)	69(3)	46(2)	39(2)	-2(2)	10(2)	-10(2)
C(63A)	85(4)	55(3)	37(2)	6(2)	5(2)	-11(3)
C(64A)	88(4)	56(3)	48(3)	12(2)	-4(3)	-4(3)
C(65A)	63(3)	64(3)	54(3)	7(2)	-5(2)	1(2)
C(66A)	58(3)	58(3)	46(2)	6(2)	4(2)	0(2)
C(71)	183(10)	101(6)	97(5)	0(5)	-19(6)	-38(6)
C(72)	118(15)	82(10)	86(9)	-12(7)	-22(9)	-6(9)
C(73)	86(12)	110(14)	69(8)	-27(8)	-18(8)	5(10)
C(74)	95(13)	90(12)	74(9)	-33(8)	-17(9)	6(10)

C(75)	99(12)	79(9)	94(10)	1(7)	-23(9)	4(8)
C(72')	92(12)	75(10)	144(15)	7(9)	-14(11)	-15(8)
C(75')	92(13)	86(11)	136(14)	31(9)	2(10)	3(9)
C(76)	182(10)	118(7)	95(5)	-15(5)	-3(6)	-41(7)
C(81)	207(11)	100(6)	118(6)	18(5)	70(7)	6(6)
C(82)	106(6)	95(5)	100(5)	-20(4)	30(4)	-17(4)
C(83)	89(5)	70(4)	73(4)	-23(3)	6(3)	-3(3)
C(84)	78(4)	80(4)	75(4)	-24(3)	16(3)	-10(3)
C(85)	109(6)	105(5)	112(6)	-32(5)	48(5)	-32(4)
C(86)	211(11)	77(5)	137(7)	-1(5)	92(7)	-19(6)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2837.

	x	y	z	U(eq)
H(1N1)	645	6988	5694	87
H(1N2)	384	6722	6535	87
H(1N3)	-51	6551	5539	87
H(4)	5543	6556	8132	58
H(5)	8000	6337	8172	66
H(6)	8753	6081	6898	67
H(8)	8184	5887	5288	66
H(9)	6479	5826	3984	64
H(10)	4007	6025	3955	59
H(13)	-893	5635	3307	53
H(15)	-52	6738	2436	61
H(17A)	1915	5498	4865	76
H(17B)	173	5405	4736	76
H(17C)	880	5723	5469	76
H(18A)	1454	7169	4180	99
H(18B)	1933	7127	3208	99
H(18C)	2980	6952	4071	99
H(23)	-3413	5761	-763	64
H(24)	-1153	5530	-1084	70
H(25)	975	5553	-1	67
H(26)	887	5830	1423	62
H(33)	-5764	6112	73	68
H(34)	-7157	6419	1053	82
H(35)	-6050	6600	2493	79
H(36)	-3549	6474	2992	70
H(43)	1183	6460	9448	54
H(45)	2452	7561	8817	55
H(47A)	1509	5995	7460	81
H(47B)	1250	5919	8471	81
H(47C)	2897	5915	8229	81
H(48A)	3808	7667	7603	88
H(48B)	2684	7492	6773	88
H(48C)	4285	7293	7054	88
H(53)	-1609	7498	11960	71
H(54)	-3650	7146	11229	84
H(55)	-3555	6831	9867	76
H(56)	-1358	6823	9240	70
H(63)	1259	7859	12486	71
H(64)	3712	8054	12605	79
H(65)	5166	7858	11547	78
H(66)	4152	7464	10308	66
H(1N4)	5023	4311	8119	92
H(1N5)	5344	4266	9188	92
H(1N6)	5742	3909	8562	92
H(4A)	10679	4389	10749	58
H(5A)	13070	4631	10749	67
H(6A)	13736	4898	9472	64

H(8A)	13070	5080	7848	63
H(9A)	11361	5109	6558	66
H(10A)	8932	4880	6555	57
H(13A)	4982	4116	5118	61
H(15A)	4154	5239	5860	55
H(17D)	7983	3907	6393	96
H(17E)	6447	3673	6120	96
H(17F)	6978	3802	7141	96
H(18D)	5796	5194	8032	76
H(18E)	5232	5503	7244	76
H(18F)	6951	5383	7453	76
H(23A)	1462	5128	1915	77
H(24A)	3665	5379	1581	84
H(25A)	5848	5333	2605	82
H(26A)	5877	5030	4005	69
H(33A)	-845	4759	2762	78
H(34A)	-2153	4438	3748	85
H(35A)	-1004	4258	5172	83
H(36A)	1522	4376	5646	71
H(43A)	7595	3341	11428	57
H(45A)	6218	4434	12078	54
H(47D)	7947	3497	9320	86
H(47E)	8657	3227	10152	86
H(47F)	9578	3593	9838	86
H(48D)	6143	4973	11017	80
H(48E)	6776	4912	10095	80
H(48F)	7891	5001	11003	80
H(53A)	3378	3402	14542	73
H(54A)	1356	3736	13772	77
H(55A)	1488	4048	12410	74
H(56A)	3709	4061	11824	65
H(63A)	6241	3039	15101	71
H(64A)	8727	2855	15266	79
H(65A)	10188	3047	14206	74
H(66A)	9217	3432	12958	65
H(71A)	9064	8986	2970	197
H(71B)	8296	8686	2212	197
H(71C)	7299	8930	2809	197
H(71D)	7644	9024	2580	197
H(71E)	9012	8881	3307	197
H(71F)	8736	8683	2329	197
H(72A)	8408	8597	4058	119
H(72B)	9398	8355	3466	119
H(73A)	7160	8064	2751	110
H(73B)	6400	8255	3529	110
H(74A)	8595	7649	3786	107
H(74B)	7895	7847	4584	107
H(75A)	5585	7588	3912	114
H(75B)	6455	7347	3249	114
H(72C)	6574	8437	2605	128
H(72D)	6849	8633	3576	128
H(73C)	8553	7987	3057	93
H(73D)	8789	8180	4034	93

H(74C)	6236	7751	3281	90
H(74D)	6487	7941	4261	90
H(75C)	8175	7307	3717	128
H(75D)	8437	7498	4695	128
H(76A)	5871	6944	4342	201
H(76B)	7638	6983	4432	201
H(76C)	6763	7225	5098	201
H(76D)	7326	6895	4710	201
H(76E)	6229	7234	4966	201
H(76F)	5965	7042	3982	201
H(81A)	4054	3509	-623	206
H(81B)	2439	3311	-800	206
H(81C)	2736	3695	-169	206
H(82A)	4058	2933	261	119
H(82B)	4355	3317	891	119
H(83A)	1619	2914	496	94
H(83B)	1867	3307	1094	94
H(84A)	3229	2564	1583	93
H(84B)	3485	2957	2181	93
H(85A)	997	2940	2396	126
H(85B)	747	2545	1801	126
H(86A)	1027	2386	3310	202
H(86B)	2373	2200	2882	202
H(86C)	2624	2596	3477	202

Table 6. Torsion angles [°] for wa2837.

C(1)-B(1)-N(1)-B(2)	-4.9(6)
C(11)-B(1)-N(1)-B(2)	173.0(4)
C(1)-B(1)-N(1)-C(1N)	175.7(4)
C(11)-B(1)-N(1)-C(1N)	-6.3(6)
C(3)-B(2)-N(1)-B(1)	5.2(6)
C(41)-B(2)-N(1)-B(1)	-174.8(4)
C(3)-B(2)-N(1)-C(1N)	-175.4(4)
C(41)-B(2)-N(1)-C(1N)	4.6(6)
N(1)-B(1)-C(1)-C(10)	-177.2(4)
C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	4.9(6)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	0.7(6)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-177.2(4)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-0.2(6)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	-178.1(4)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	-179.0(4)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	3.0(6)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	0.7(6)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	179.5(4)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	178.4(4)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-2.7(6)
N(1)-B(2)-C(3)-C(4)	176.4(4)
C(41)-B(2)-C(3)-C(4)	-3.6(6)
N(1)-B(2)-C(3)-C(2)	-1.3(6)
C(41)-B(2)-C(3)-C(2)	178.7(4)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-1.2(7)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-178.9(4)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	1.2(7)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-0.7(7)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	0.2(7)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	-179.8(5)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	-0.2(6)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-179.0(4)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	179.8(4)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	0.9(6)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	179.1(5)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-0.8(7)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	0.0(7)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	-0.6(7)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	177.3(4)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	0.7(7)
N(1)-B(1)-C(11)-C(16)	87.9(5)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-94.2(5)
N(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-93.7(5)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	84.3(5)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.5(6)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	-179.0(4)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	179.3(4)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	0.8(6)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.2(6)

C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	-179.6(4)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.4(7)
C(12)-C(13)-C(14)-N(2)	179.6(4)
C(31)-N(2)-C(14)-C(13)	92.4(6)
C(21)-N(2)-C(14)-C(13)	-88.9(5)
C(31)-N(2)-C(14)-C(15)	-88.3(6)
C(21)-N(2)-C(14)-C(15)	90.3(5)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-0.7(7)
N(2)-C(14)-C(15)-C(16)	-179.9(4)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	0.4(7)
C(14)-C(15)-C(16)-C(18)	-179.3(5)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.2(7)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	178.7(4)
C(12)-C(11)-C(16)-C(18)	179.9(4)
B(1)-C(11)-C(16)-C(18)	-1.7(7)
C(31)-N(2)-C(21)-C(26)	178.9(4)
C(14)-N(2)-C(21)-C(26)	0.1(7)
C(31)-N(2)-C(21)-C(22)	-1.4(5)
C(14)-N(2)-C(21)-C(22)	179.8(4)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-0.4(7)
N(2)-C(21)-C(22)-C(23)	179.8(4)
C(26)-C(21)-C(22)-C(32)	-179.4(4)
N(2)-C(21)-C(22)-C(32)	0.9(5)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	0.8(7)
C(32)-C(22)-C(23)-C(24)	179.4(5)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	0.0(7)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-1.1(7)
N(2)-C(21)-C(26)-C(25)	179.1(4)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	-0.6(7)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	1.4(7)
C(21)-N(2)-C(31)-C(36)	-176.6(5)
C(14)-N(2)-C(31)-C(36)	2.2(8)
C(21)-N(2)-C(31)-C(32)	1.3(5)
C(14)-N(2)-C(31)-C(32)	-179.8(4)
N(2)-C(31)-C(32)-C(33)	-177.8(4)
C(36)-C(31)-C(32)-C(33)	0.4(7)
N(2)-C(31)-C(32)-C(22)	-0.8(5)
C(36)-C(31)-C(32)-C(22)	177.4(4)
C(23)-C(22)-C(32)-C(33)	-2.5(9)
C(21)-C(22)-C(32)-C(33)	176.2(5)
C(23)-C(22)-C(32)-C(31)	-178.8(5)
C(21)-C(22)-C(32)-C(31)	0.0(5)
C(31)-C(32)-C(33)-C(34)	-1.0(7)
C(22)-C(32)-C(33)-C(34)	-176.9(5)
C(32)-C(33)-C(34)-C(35)	1.0(8)
C(33)-C(34)-C(35)-C(36)	-0.3(9)
C(34)-C(35)-C(36)-C(31)	-0.3(8)
N(2)-C(31)-C(36)-C(35)	178.0(5)
C(32)-C(31)-C(36)-C(35)	0.3(7)
N(1)-B(2)-C(41)-C(42)	90.0(5)
C(3)-B(2)-C(41)-C(42)	-90.0(5)

N(1)-B(2)-C(41)-C(46)	-90.7(5)
C(3)-B(2)-C(41)-C(46)	89.3(5)
C(46)-C(41)-C(42)-C(43)	0.9(6)
B(2)-C(41)-C(42)-C(43)	-179.8(4)
C(46)-C(41)-C(42)-C(47)	-177.6(4)
B(2)-C(41)-C(42)-C(47)	1.7(6)
C(41)-C(42)-C(43)-C(44)	0.3(6)
C(47)-C(42)-C(43)-C(44)	178.8(4)
C(42)-C(43)-C(44)-C(45)	-1.2(7)
C(42)-C(43)-C(44)-N(3)	179.6(4)
C(51)-N(3)-C(44)-C(45)	125.0(5)
C(61)-N(3)-C(44)-C(45)	-51.6(6)
C(51)-N(3)-C(44)-C(43)	-55.8(6)
C(61)-N(3)-C(44)-C(43)	127.5(5)
C(43)-C(44)-C(45)-C(46)	1.0(7)
N(3)-C(44)-C(45)-C(46)	-179.8(4)
C(44)-C(45)-C(46)-C(41)	0.2(6)
C(44)-C(45)-C(46)-C(48)	178.4(4)
C(42)-C(41)-C(46)-C(45)	-1.1(6)
B(2)-C(41)-C(46)-C(45)	179.6(4)
C(42)-C(41)-C(46)-C(48)	-179.3(4)
B(2)-C(41)-C(46)-C(48)	1.3(6)
C(61)-N(3)-C(51)-C(52)	-0.2(5)
C(44)-N(3)-C(51)-C(52)	-177.3(4)
C(61)-N(3)-C(51)-C(56)	177.6(4)
C(44)-N(3)-C(51)-C(56)	0.5(7)
C(56)-C(51)-C(52)-C(53)	2.6(6)
N(3)-C(51)-C(52)-C(53)	-179.4(4)
C(56)-C(51)-C(52)-C(62)	-177.5(4)
N(3)-C(51)-C(52)-C(62)	0.5(5)
C(51)-C(52)-C(53)-C(54)	-0.4(7)
C(62)-C(52)-C(53)-C(54)	179.8(5)
C(52)-C(53)-C(54)-C(55)	-2.0(7)
C(53)-C(54)-C(55)-C(56)	2.3(8)
C(54)-C(55)-C(56)-C(51)	-0.1(7)
C(52)-C(51)-C(56)-C(55)	-2.3(7)
N(3)-C(51)-C(56)-C(55)	-179.9(4)
C(51)-N(3)-C(61)-C(66)	178.9(5)
C(44)-N(3)-C(61)-C(66)	-4.0(7)
C(51)-N(3)-C(61)-C(62)	-0.2(5)
C(44)-N(3)-C(61)-C(62)	176.9(4)
C(66)-C(61)-C(62)-C(63)	0.8(6)
N(3)-C(61)-C(62)-C(63)	179.9(4)
C(66)-C(61)-C(62)-C(52)	-178.7(4)
N(3)-C(61)-C(62)-C(52)	0.4(5)
C(51)-C(52)-C(62)-C(63)	-179.9(5)
C(53)-C(52)-C(62)-C(63)	-0.1(9)
C(51)-C(52)-C(62)-C(61)	-0.6(5)
C(53)-C(52)-C(62)-C(61)	179.2(5)
C(61)-C(62)-C(63)-C(64)	-0.7(7)
C(52)-C(62)-C(63)-C(64)	178.6(5)

C(62)-C(63)-C(64)-C(65)	0.0(8)
C(63)-C(64)-C(65)-C(66)	0.6(8)
N(3)-C(61)-C(66)-C(65)	-179.1(4)
C(62)-C(61)-C(66)-C(65)	-0.2(7)
C(64)-C(65)-C(66)-C(61)	-0.5(8)
C(1A)-B(1A)-N(1A)-B(2A)	2.4(6)
C(11A)-B(1A)-N(1A)-B(2A)	-176.3(4)
C(1A)-B(1A)-N(1A)-C(1NA)	-177.3(4)
C(11A)-B(1A)-N(1A)-C(1NA)	4.0(6)
C(3A)-B(2A)-N(1A)-B(1A)	-2.1(6)
C(41A)-B(2A)-N(1A)-B(1A)	176.8(4)
C(3A)-B(2A)-N(1A)-C(1NA)	177.6(4)
C(41A)-B(2A)-N(1A)-C(1NA)	-3.5(6)
N(1A)-B(1A)-C(1A)-C(10A)	178.2(4)
C(11A)-B(1A)-C(1A)-C(10A)	-3.1(6)
N(1A)-B(1A)-C(1A)-C(2A)	-0.9(6)
C(11A)-B(1A)-C(1A)-C(2A)	177.8(4)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	0.6(6)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	179.8(4)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-179.9(4)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-0.7(6)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	-0.5(6)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	180.0(4)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-B(2A)	-179.5(4)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-B(2A)	1.0(6)
N(1A)-B(2A)-C(3A)-C(4A)	-178.5(4)
C(41A)-B(2A)-C(3A)-C(4A)	2.5(6)
N(1A)-B(2A)-C(3A)-C(2A)	0.4(6)
C(41A)-B(2A)-C(3A)-C(2A)	-178.5(4)
C(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	0.7(7)
B(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	179.7(4)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(6A)	-0.4(7)
C(4A)-C(5A)-C(6A)-C(7A)	0.0(7)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	179.6(4)
C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	-0.9(6)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	0.1(6)
C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	179.7(4)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(8A)	-179.3(5)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(2A)	0.1(7)
C(2A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	0.5(7)
C(6A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	179.9(5)
C(7A)-C(8A)-C(9A)-C(10A)	0.3(8)
C(2A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	0.2(7)
B(1A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	-178.9(4)
C(8A)-C(9A)-C(10A)-C(1A)	-0.7(7)
N(1A)-B(1A)-C(11A)-C(12A)	-86.2(5)
C(1A)-B(1A)-C(11A)-C(12A)	95.1(5)
N(1A)-B(1A)-C(11A)-C(16A)	96.1(5)
C(1A)-B(1A)-C(11A)-C(16A)	-82.5(5)
C(16A)-C(11A)-C(12A)-C(13A)	0.1(7)
B(1A)-C(11A)-C(12A)-C(13A)	-177.6(4)

C(16A)-C(11A)-C(12A)-C(17A)	-179.9(4)
B(1A)-C(11A)-C(12A)-C(17A)	2.5(7)
C(11A)-C(12A)-C(13A)-C(14A)	-0.8(7)
C(17A)-C(12A)-C(13A)-C(14A)	179.1(5)
C(12A)-C(13A)-C(14A)-C(15A)	1.9(7)
C(12A)-C(13A)-C(14A)-N(2A)	-179.4(4)
C(21A)-N(2A)-C(14A)-C(13A)	-96.5(5)
C(31A)-N(2A)-C(14A)-C(13A)	88.4(6)
C(21A)-N(2A)-C(14A)-C(15A)	82.2(6)
C(31A)-N(2A)-C(14A)-C(15A)	-92.9(5)
C(13A)-C(14A)-C(15A)-C(16A)	-2.1(7)
N(2A)-C(14A)-C(15A)-C(16A)	179.2(4)
C(14A)-C(15A)-C(16A)-C(11A)	1.3(6)
C(14A)-C(15A)-C(16A)-C(18A)	179.9(4)
C(12A)-C(11A)-C(16A)-C(15A)	-0.3(6)
B(1A)-C(11A)-C(16A)-C(15A)	177.4(4)
C(12A)-C(11A)-C(16A)-C(18A)	-178.9(4)
B(1A)-C(11A)-C(16A)-C(18A)	-1.2(6)
C(31A)-N(2A)-C(21A)-C(26A)	-178.9(4)
C(14A)-N(2A)-C(21A)-C(26A)	5.4(7)
C(31A)-N(2A)-C(21A)-C(22A)	0.5(5)
C(14A)-N(2A)-C(21A)-C(22A)	-175.2(4)
C(26A)-C(21A)-C(22A)-C(23A)	-1.1(7)
N(2A)-C(21A)-C(22A)-C(23A)	179.5(4)
C(26A)-C(21A)-C(22A)-C(32A)	179.0(4)
N(2A)-C(21A)-C(22A)-C(32A)	-0.4(5)
C(21A)-C(22A)-C(23A)-C(24A)	-0.2(7)
C(32A)-C(22A)-C(23A)-C(24A)	179.6(5)
C(22A)-C(23A)-C(24A)-C(25A)	0.8(8)
C(23A)-C(24A)-C(25A)-C(26A)	-0.1(8)
C(24A)-C(25A)-C(26A)-C(21A)	-1.1(7)
N(2A)-C(21A)-C(26A)-C(25A)	-178.9(4)
C(22A)-C(21A)-C(26A)-C(25A)	1.7(7)
C(21A)-N(2A)-C(31A)-C(36A)	-179.5(5)
C(14A)-N(2A)-C(31A)-C(36A)	-3.7(7)
C(21A)-N(2A)-C(31A)-C(32A)	-0.4(5)
C(14A)-N(2A)-C(31A)-C(32A)	175.4(4)
C(36A)-C(31A)-C(32A)-C(33A)	-1.8(7)
N(2A)-C(31A)-C(32A)-C(33A)	179.0(4)
C(36A)-C(31A)-C(32A)-C(22A)	179.3(4)
N(2A)-C(31A)-C(32A)-C(22A)	0.1(5)
C(23A)-C(22A)-C(32A)-C(33A)	1.6(10)
C(21A)-C(22A)-C(32A)-C(33A)	-178.5(5)
C(23A)-C(22A)-C(32A)-C(31A)	-179.7(5)
C(21A)-C(22A)-C(32A)-C(31A)	0.2(5)
C(31A)-C(32A)-C(33A)-C(34A)	0.3(7)
C(22A)-C(32A)-C(33A)-C(34A)	178.9(5)
C(32A)-C(33A)-C(34A)-C(35A)	1.1(8)
C(33A)-C(34A)-C(35A)-C(36A)	-1.1(9)
C(34A)-C(35A)-C(36A)-C(31A)	-0.3(8)
N(2A)-C(31A)-C(36A)-C(35A)	-179.2(5)

C(32A)-C(31A)-C(36A)-C(35A)	1.8(7)
N(1A)-B(2A)-C(41A)-C(42A)	89.9(5)
C(3A)-B(2A)-C(41A)-C(42A)	-91.2(5)
N(1A)-B(2A)-C(41A)-C(46A)	-87.6(5)
C(3A)-B(2A)-C(41A)-C(46A)	91.3(5)
C(46A)-C(41A)-C(42A)-C(43A)	-0.7(6)
B(2A)-C(41A)-C(42A)-C(43A)	-178.2(4)
C(46A)-C(41A)-C(42A)-C(47A)	178.3(4)
B(2A)-C(41A)-C(42A)-C(47A)	0.8(6)
C(41A)-C(42A)-C(43A)-C(44A)	0.9(7)
C(47A)-C(42A)-C(43A)-C(44A)	-178.1(4)
C(42A)-C(43A)-C(44A)-C(45A)	-0.8(7)
C(42A)-C(43A)-C(44A)-N(3A)	177.8(4)
C(61A)-N(3A)-C(44A)-C(43A)	54.0(6)
C(51A)-N(3A)-C(44A)-C(43A)	-125.4(5)
C(61A)-N(3A)-C(44A)-C(45A)	-127.3(5)
C(51A)-N(3A)-C(44A)-C(45A)	53.2(6)
C(43A)-C(44A)-C(45A)-C(46A)	0.5(7)
N(3A)-C(44A)-C(45A)-C(46A)	-178.2(4)
C(44A)-C(45A)-C(46A)-C(41A)	-0.3(7)
C(44A)-C(45A)-C(46A)-C(48A)	-178.3(4)
C(42A)-C(41A)-C(46A)-C(45A)	0.4(6)
B(2A)-C(41A)-C(46A)-C(45A)	177.9(4)
C(42A)-C(41A)-C(46A)-C(48A)	178.4(4)
B(2A)-C(41A)-C(46A)-C(48A)	-4.1(6)
C(61A)-N(3A)-C(51A)-C(56A)	-177.7(4)
C(44A)-N(3A)-C(51A)-C(56A)	1.9(7)
C(61A)-N(3A)-C(51A)-C(52A)	0.2(5)
C(44A)-N(3A)-C(51A)-C(52A)	179.7(4)
C(56A)-C(51A)-C(52A)-C(53A)	-2.1(6)
N(3A)-C(51A)-C(52A)-C(53A)	179.8(4)
C(56A)-C(51A)-C(52A)-C(62A)	177.8(4)
N(3A)-C(51A)-C(52A)-C(62A)	-0.3(5)
C(51A)-C(52A)-C(53A)-C(54A)	0.8(6)
C(62A)-C(52A)-C(53A)-C(54A)	-179.1(5)
C(52A)-C(53A)-C(54A)-C(55A)	1.2(7)
C(53A)-C(54A)-C(55A)-C(56A)	-1.9(8)
C(54A)-C(55A)-C(56A)-C(51A)	0.5(7)
N(3A)-C(51A)-C(56A)-C(55A)	179.0(4)
C(52A)-C(51A)-C(56A)-C(55A)	1.5(7)
C(51A)-N(3A)-C(61A)-C(66A)	-178.5(4)
C(44A)-N(3A)-C(61A)-C(66A)	2.0(7)
C(51A)-N(3A)-C(61A)-C(62A)	0.0(5)
C(44A)-N(3A)-C(61A)-C(62A)	-179.5(4)
C(66A)-C(61A)-C(62A)-C(63A)	-2.0(6)
N(3A)-C(61A)-C(62A)-C(63A)	179.4(4)
C(66A)-C(61A)-C(62A)-C(52A)	178.4(4)
N(3A)-C(61A)-C(62A)-C(52A)	-0.2(5)
C(53A)-C(52A)-C(62A)-C(63A)	0.6(9)
C(51A)-C(52A)-C(62A)-C(63A)	-179.2(5)
C(53A)-C(52A)-C(62A)-C(61A)	-179.8(5)

C(51A)-C(52A)-C(62A)-C(61A)	0.3(5)
C(61A)-C(62A)-C(63A)-C(64A)	2.1(7)
C(52A)-C(62A)-C(63A)-C(64A)	-178.4(5)
C(62A)-C(63A)-C(64A)-C(65A)	-1.2(7)
C(63A)-C(64A)-C(65A)-C(66A)	0.0(8)
C(64A)-C(65A)-C(66A)-C(61A)	0.2(7)
N(3A)-C(61A)-C(66A)-C(65A)	179.1(5)
C(62A)-C(61A)-C(66A)-C(65A)	0.8(7)
C(71)-C(72)-C(73)-C(74)	166.8(14)
C(72)-C(73)-C(74)-C(75)	177.7(18)
C(73)-C(74)-C(75)-C(76)	-170.0(13)
C(71)-C(72)-C(73)-C(74')	-178.6(14)
C(72)-C(73)-C(74)-C(75')	179.4(18)
C(73)-C(74)-C(75)-C(76)	179.6(14)
C(81)-C(82)-C(83)-C(84)	-177.6(6)
C(82)-C(83)-C(84)-C(85)	179.8(6)
C(83)-C(84)-C(85)-C(86)	-179.7(6)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.10 Struktur von 27

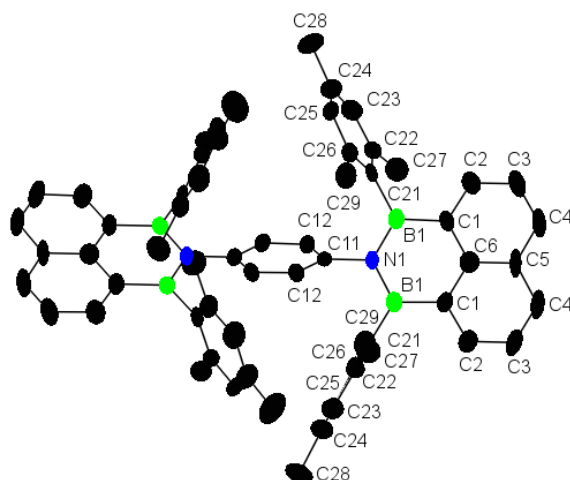


Abbildung A96: Struktur von 27.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2769.

Identification code	wa2769	
Empirical formula	C ₇₄ H ₈₄ B ₄ N ₂	
Formula weight	1044.67	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	C c c a	
Unit cell dimensions	a = 25.514(4) Å	α = 90°.
	b = 16.100(3) Å	β = 90°.
	c = 15.3944(18) Å	γ = 90°.
Volume	6323.6(17) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.097 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.061 mm ⁻¹	
F(000)	2248	
Crystal size	0.080 x 0.070 x 0.070 mm ³	
Theta range for data collection	3.272 to 25.703°.	
Index ranges	-31 ≤ h ≤ 29, -19 ≤ k ≤ 19, -18 ≤ l ≤ 18	
Reflections collected	21435	
Independent reflections	3001 [R(int) = 0.2351]	
Completeness to theta = 25.000°	99.7 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.923	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	3001 / 24 / 202	
Goodness-of-fit on F ²	1.275	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1577, wR2 = 0.2281	
R indices (all data)	R1 = 0.2577, wR2 = 0.2613	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.175 and -0.208 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2769. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	1391(2)	7192(4)	6746(5)	31(2)
N(1)	1115(2)	7500	7500	29(2)
C(1)	2001(2)	7215(4)	6759(4)	37(2)
C(2)	2285(3)	6957(4)	6047(5)	50(2)
C(3)	2839(3)	6972(5)	6038(6)	61(2)
C(4)	3111(3)	7234(5)	6746(6)	59(2)
C(5)	2838(3)	7500	7500	50(3)
C(6)	2283(3)	7500	7500	40(2)
C(11)	541(3)	7500	7500	33(2)
C(12)	269(2)	6758(3)	7506(4)	30(1)
C(21)	1079(2)	6829(4)	5932(4)	31(1)
C(22)	1019(2)	5969(4)	5809(5)	41(2)
C(23)	755(3)	5676(5)	5089(6)	55(2)
C(24)	569(3)	6194(5)	4435(5)	57(2)
C(25)	634(2)	7027(5)	4557(4)	45(2)
C(26)	877(2)	7361(3)	5293(4)	32(1)
C(27)	1240(3)	5351(4)	6462(5)	51(2)
C(28)	308(4)	5849(7)	3630(6)	91(3)
C(29)	913(3)	8291(4)	5396(5)	55(2)
C(31)	2500	5000	7809(8)	81(4)
C(32)	2886(9)	5501(12)	8283(15)	65(6)
C(33)	2979(8)	5035(16)	9205(16)	91(6)
C(32')	1979(10)	4848(17)	8360(20)	98(8)
C(33')	2117(8)	4376(13)	9128(14)	79(5)
C(34)	2500	5000	9678(9)	106(5)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2769.

B(1)-N(1)	1.445(8)
B(1)-C(1)	1.557(8)
B(1)-C(21)	1.596(9)
N(1)-C(11)	1.465(10)
C(1)-C(2)	1.378(9)
C(1)-C(6)	1.424(8)
C(2)-C(3)	1.415(9)
C(2)-H(2)	0.9500
C(3)-C(4)	1.360(10)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.420(9)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.418(12)
C(11)-C(12)	1.383(6)
C(11)-C(12)#1	1.383(6)
C(12)-C(12)#2	1.371(11)
C(12)-H(12)	0.9500
C(21)-C(26)	1.402(8)
C(21)-C(22)	1.406(8)
C(22)-C(23)	1.380(10)
C(22)-C(27)	1.522(9)
C(23)-C(24)	1.390(11)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.365(10)
C(24)-C(28)	1.513(10)
C(25)-C(26)	1.399(9)
C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-C(29)	1.509(8)
C(27)-H(27A)	0.9800
C(27)-H(27B)	0.9800
C(27)-H(27C)	0.9800
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
C(31)-C(32)	1.47(2)
C(31)-C(32')	1.60(3)
C(31)-H(31A)	0.9330
C(31)-H(31B)	0.9535
C(31)-H(31A)#3	0.9330
C(31)-H(31B)#3	0.9534
C(32)-C(33)	1.62(3)
C(32)-H(32A)	0.9900
C(32)-H(32B)	0.9900
C(33)-C(34)	1.42(2)
C(33)-H(33A)	0.9900
C(33)-H(33B)	0.9900

C(33)-H(34A)#3	1.48(2)
C(32')-C(33')	1.45(3)
C(32')-H(32C)	0.9900
C(32')-H(32D)	0.9900
C(33')-C(34)	1.64(2)
C(33')-H(33C)	0.9900
C(33')-H(33D)	0.9900
C(34)-H(34A)	0.9899
C(34)-H(34B)	0.9895
C(34)-H(34A)#3	0.9899
C(34)-H(34B)#3	0.9895
N(1)-B(1)-C(1)	117.9(6)
N(1)-B(1)-C(21)	120.9(5)
C(1)-B(1)-C(21)	121.2(6)
B(1)#1-N(1)-B(1)	121.8(7)
B(1)#1-N(1)-C(11)	119.1(3)
B(1)-N(1)-C(11)	119.1(3)
C(2)-C(1)-C(6)	118.0(6)
C(2)-C(1)-B(1)	120.5(6)
C(6)-C(1)-B(1)	121.5(6)
C(1)-C(2)-C(3)	121.8(7)
C(1)-C(2)-H(2)	119.1
C(3)-C(2)-H(2)	119.1
C(4)-C(3)-C(2)	120.5(8)
C(4)-C(3)-H(3)	119.7
C(2)-C(3)-H(3)	119.7
C(3)-C(4)-C(5)	119.9(6)
C(3)-C(4)-H(4)	120.0
C(5)-C(4)-H(4)	120.0
C(6)-C(5)-C(4)	119.4(4)
C(6)-C(5)-C(4)#1	119.4(4)
C(4)-C(5)-C(4)#1	121.3(9)
C(5)-C(6)-C(1)#1	120.3(4)
C(5)-C(6)-C(1)	120.3(4)
C(1)#1-C(6)-C(1)	119.4(8)
C(12)-C(11)-C(12)#1	119.6(7)
C(12)-C(11)-N(1)	120.2(4)
C(12)#1-C(11)-N(1)	120.2(4)
C(12)#2-C(12)-C(11)	120.2(4)
C(12)#2-C(12)-H(12)	119.9
C(11)-C(12)-H(12)	119.9
C(26)-C(21)-C(22)	117.8(6)
C(26)-C(21)-B(1)	120.7(5)
C(22)-C(21)-B(1)	121.4(6)
C(23)-C(22)-C(21)	119.8(7)
C(23)-C(22)-C(27)	119.2(6)
C(21)-C(22)-C(27)	121.0(6)
C(22)-C(23)-C(24)	122.9(7)
C(22)-C(23)-H(23)	118.5
C(24)-C(23)-H(23)	118.5

C(25)-C(24)-C(23)	116.6(7)
C(25)-C(24)-C(28)	121.8(8)
C(23)-C(24)-C(28)	121.6(8)
C(24)-C(25)-C(26)	122.9(7)
C(24)-C(25)-H(25)	118.5
C(26)-C(25)-H(25)	118.5
C(25)-C(26)-C(21)	119.8(6)
C(25)-C(26)-C(29)	119.6(6)
C(21)-C(26)-C(29)	120.6(6)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(24)-C(28)-H(28A)	109.5
C(24)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(24)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(26)-C(29)-H(29A)	109.5
C(26)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(26)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5
C(32)-C(31)-C(32')	112.1(12)
C(32)-C(31)-H(31A)	120.8
C(32')-C(31)-H(31A)	126.1
C(32)-C(31)-H(31B)	83.8
C(32')-C(31)-H(31B)	83.3
H(31A)-C(31)-H(31B)	110.7
C(32)-C(31)-H(31A)#3	109.6(8)
C(32')-C(31)-H(31A)#3	108.6(10)
H(31A)-C(31)-H(31A)#3	63.3
H(31B)-C(31)-H(31A)#3	47.5
C(32)-C(31)-H(31B)#3	107.2(9)
C(32')-C(31)-H(31B)#3	108.6(10)
H(31A)-C(31)-H(31B)#3	47.5
H(31B)-C(31)-H(31B)#3	158.2
H(31A)#3-C(31)- H(31B)#3	110.7
C(31)-C(32)-C(33)	106.3(14)
C(31)-C(32)-H(32A)	110.5
C(33)-C(32)-H(32A)	110.5
C(31)-C(32)-H(32B)	110.5
C(33)-C(32)-H(32B)	110.5
H(32A)-C(32)-H(32B)	108.7
C(34)-C(33)-C(32)	109.8(16)
C(34)-C(33)-H(33A)	109.7

C(32)-C(33)-H(33A)	109.7
C(34)-C(33)-H(33B)	109.7
C(32)-C(33)-H(33B)	109.7
H(33A)-C(33)-H(33B)	108.2
C(34)-C(33)-H(34A)#3	39.8(6)
C(32)-C(33)-H(34A)#3	133.7(16)
H(33A)-C(33)-H(34A)#3	71.2
H(33B)-C(33)-H(34A)#3	113.7
C(33')-C(32')-C(31)	108.2(18)
C(33')-C(32')-H(32C)	110.1
C(31)-C(32')-H(32C)	110.1
C(33')-C(32')-H(32D)	110.1
C(31)-C(32')-H(32D)	110.1
H(32C)-C(32')-H(32D)	108.4
C(32')-C(33')-C(34)	104.1(17)
C(32')-C(33')-H(33C)	110.9
C(34)-C(33')-H(33C)	110.9
C(32')-C(33')-H(33D)	110.9
C(34)-C(33')-H(33D)	110.9
H(33C)-C(33')-H(33D)	109.0
C(33)-C(34)-C(33')	105.8(12)
C(33)-C(34)-H(34A)	111.6
C(33')-C(34)-H(34A)	109.9
C(33)-C(34)-H(34B)	109.4
C(33')-C(34)-H(34B)	111.2
H(34A)-C(34)-H(34B)	108.9
C(33)-C(34)-H(34A)#3	73.2(10)
C(33')-C(34)-H(34A)#3	74.9(8)
H(34A)-C(34)-H(34A)#3	171.1
H(34B)-C(34)-H(34A)#3	62.2
C(33)-C(34)-H(34B)#3	127.3(10)
C(33')-C(34)-H(34B)#3	126.0(8)
H(34A)-C(34)-H(34B)#3	62.2
H(34B)-C(34)-H(34B)#3	46.7
H(34A)#3-C(34)- H(34B)#3	108.9

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,-z+3/2 #2 -x,y,-z+3/2 #3 -x+1/2,-y+1,z

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2769. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	27(4)	27(3)	39(5)	7(3)	-1(3)	1(3)
N(1)	17(3)	35(4)	35(4)	0(3)	0	0
C(1)	24(3)	43(4)	44(4)	-3(3)	3(3)	8(3)
C(2)	37(4)	59(5)	55(5)	-6(4)	7(3)	3(3)
C(3)	29(4)	83(6)	73(6)	-3(5)	16(4)	2(4)
C(4)	19(3)	72(5)	86(6)	3(5)	7(4)	2(3)
C(5)	13(4)	57(6)	80(8)	12(6)	0	0
C(6)	40(5)	33(5)	47(6)	2(4)	0	0
C(11)	24(4)	49(5)	24(5)	-7(4)	0	0
C(12)	25(3)	29(3)	36(4)	-1(3)	-4(3)	4(3)
C(21)	15(3)	39(3)	39(4)	-5(3)	7(3)	2(2)
C(22)	33(3)	49(4)	40(4)	-15(3)	2(3)	4(3)
C(23)	50(4)	56(4)	60(5)	-25(4)	1(4)	4(4)
C(24)	49(4)	73(6)	47(5)	-18(4)	-8(4)	7(4)
C(25)	27(3)	79(5)	31(4)	0(4)	-5(3)	9(3)
C(26)	28(3)	32(4)	36(4)	6(3)	1(3)	5(3)
C(27)	59(5)	30(3)	65(5)	-5(3)	-5(4)	10(3)
C(28)	71(6)	142(9)	60(6)	-40(6)	-23(5)	5(6)
C(29)	45(4)	66(5)	53(5)	19(4)	1(4)	2(4)
C(31)	78(9)	112(10)	53(8)	0	0	20(9)
C(32)	74(9)	59(9)	62(9)	17(7)	-5(7)	-6(7)
C(33)	86(9)	97(9)	90(10)	-8(9)	-13(8)	-2(8)
C(32')	88(11)	106(12)	101(12)	6(9)	-11(9)	8(9)
C(33')	74(9)	84(9)	77(9)	12(8)	5(7)	-5(8)
C(34)	152(16)	117(12)	49(9)	0	0	-13(12)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2769.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	2103	6763	5548	60
H(3)	3023	6797	5533	74
H(4)	3483	7240	6736	71
H(12)	454	6246	7519	36
H(23)	698	5095	5037	66
H(25)	510	7397	4122	55
H(27A)	1415	5653	6933	77
H(27B)	953	5016	6702	77
H(27C)	1493	4987	6172	77
H(28A)	298	5241	3664	137
H(28B)	-51	6065	3588	137
H(28C)	507	6017	3115	137
H(29A)	1093	8422	5942	83
H(29B)	1111	8525	4909	83
H(29C)	560	8529	5406	83
H(31A)	2591	4732	7293	97
H(31B)	2341	5524	7692	97
H(32A)	2751	6070	8377	78
H(32B)	3218	5536	7952	78
H(33A)	3111	4465	9102	109
H(33B)	3246	5340	9547	109
H(32C)	1822	5387	8533	118
H(32D)	1719	4539	8012	118
H(33C)	2303	3858	8969	94
H(33D)	1801	4231	9469	94
H(34A)	2336	5555	9728	127
H(34B)	2568	4782	10268	127

Table 6. Torsion angles [°] for wa2769.

C(1)-B(1)-N(1)-B(1)#1	-1.1(4)
C(21)-B(1)-N(1)-B(1)#1	178.1(6)
C(1)-B(1)-N(1)-C(11)	178.9(4)
C(21)-B(1)-N(1)-C(11)	-1.9(6)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	-177.7(5)
C(21)-B(1)-C(1)-C(2)	3.0(10)
N(1)-B(1)-C(1)-C(6)	2.4(9)
C(21)-B(1)-C(1)-C(6)	-176.8(5)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	-0.2(10)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	179.9(7)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	0.9(13)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-0.3(12)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-1.0(8)
C(3)-C(4)-C(5)-C(4)#1	179.0(8)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)#1	-178.3(5)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)#1	1.7(5)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	1.7(5)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)	-178.3(5)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	-1.1(7)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	178.8(4)
C(2)-C(1)-C(6)-C(1)#1	178.9(7)
B(1)-C(1)-C(6)-C(1)#1	-1.2(4)
B(1)#1-N(1)-C(11)-C(12)	-112.7(4)
B(1)-N(1)-C(11)-C(12)	67.3(4)
B(1)#1-N(1)-C(11)-C(12)#1	67.3(4)
B(1)-N(1)-C(11)-C(12)#1	-112.7(4)
C(12)#1-C(11)-C(12)-C(12)#2	0.9(6)
N(1)-C(11)-C(12)-C(12)#2	-179.1(6)
N(1)-B(1)-C(21)-C(26)	83.2(7)
C(1)-B(1)-C(21)-C(26)	-97.6(7)
N(1)-B(1)-C(21)-C(22)	-99.9(7)
C(1)-B(1)-C(21)-C(22)	79.3(8)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-1.9(9)
B(1)-C(21)-C(22)-C(23)	-178.8(6)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	178.4(6)
B(1)-C(21)-C(22)-C(27)	1.5(9)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	4.2(11)
C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	-176.1(7)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	-3.4(11)
C(22)-C(23)-C(24)-C(28)	176.5(7)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	0.2(11)
C(28)-C(24)-C(25)-C(26)	-179.6(7)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	2.0(10)
C(24)-C(25)-C(26)-C(29)	-177.3(7)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	-1.1(8)
B(1)-C(21)-C(26)-C(25)	175.9(5)
C(22)-C(21)-C(26)-C(29)	178.2(6)
B(1)-C(21)-C(26)-C(29)	-4.9(9)
C(32')-C(31)-C(32)-C(33)	54(2)

C(31)-C(32)-C(33)-C(34)	-61(2)
C(32)-C(31)-C(32')-C(33')	-63(2)
C(31)-C(32')-C(33')-C(34)	65(2)
C(32)-C(33)-C(34)-C(33')	67.3(18)
C(32')-C(33')-C(34)-C(33)	-71.6(19)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 $x, -y+3/2, -z+3/2$ #2 $-x, y, -z+3/2$ #3 $-x+1/2, -y+1, z$

7.4.11 Struktur von 28

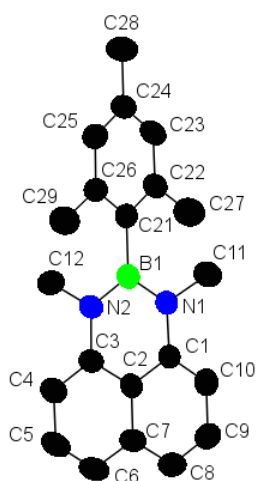


Abbildung A97: Struktur von 28.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2824.

Identification code	wa2824	
Empirical formula	C ₂₉ H ₃₁ B ₂ N ₂ O ₂	
Formula weight	447.17	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	P n m a	
Unit cell dimensions	a = 6.6967(5) Å	α = 90°.
	b = 18.1394(16) Å	β = 90°.
	c = 20.881(2) Å	γ = 90°.
Volume	2536.5(4) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.171 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.071 mm ⁻¹	
F(000)	952	
Crystal size	0.320 x 0.090 x 0.040 mm ³	
Theta range for data collection	3.135 to 25.027°.	
Index ranges	-7 ≤ h ≤ 7, -21 ≤ k ≤ 21, -24 ≤ l ≤ 24	
Reflections collected	23431	
Independent reflections	2301 [R(int) = 0.7383]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.691	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	2301 / 0 / 164	
Goodness-of-fit on F ²	1.268	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1806, wR2 = 0.2474	
R indices (all data)	R1 = 0.3208, wR2 = 0.3055	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.308 and -0.364 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2824. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	7275(13)	6817(7)	4224(4)	44(3)
N(1)	6680(14)	7500	3945(4)	43(3)
O(1)	5865(11)	4026(4)	2975(3)	72(2)
C(1)	8445(11)	6820(7)	4875(4)	55(3)
C(2)	8994(12)	6166(7)	5164(4)	69(4)
C(3)	10065(16)	6175(9)	5746(5)	94(5)
C(4)	10519(17)	6814(10)	6038(5)	113(6)
C(5)	10040(20)	7500	5749(6)	87(6)
C(6)	8979(18)	7500	5171(6)	65(5)
C(7)	5471(18)	7500	3342(5)	46(3)
C(11)	6820(11)	6055(5)	3878(3)	39(2)
C(12)	8108(12)	5788(5)	3394(4)	45(2)
C(13)	7710(15)	5105(5)	3111(4)	54(3)
C(14)	6072(14)	4692(6)	3292(4)	49(3)
C(15)	4818(12)	4965(6)	3762(4)	51(3)
C(16)	5166(13)	5636(6)	4055(4)	50(3)
C(17)	9893(13)	6230(5)	3183(4)	62(3)
C(18)	4240(17)	3574(6)	3171(5)	89(4)
C(19)	3764(12)	5897(6)	4570(4)	65(3)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2824.

B(1)-N(1)	1.426(11)
B(1)-C(1)	1.569(11)
B(1)-C(11)	1.588(13)
N(1)-C(7)	1.497(12)
O(1)-C(14)	1.386(10)
O(1)-C(18)	1.422(11)
C(1)-C(2)	1.381(13)
C(1)-C(6)	1.426(11)
C(2)-C(3)	1.410(13)
C(2)-H(2)	0.9500
C(3)-C(4)	1.344(18)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.419(15)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.402(17)
C(7)-H(7A)	0.9800
C(7)-H(7B)	0.9800
C(7)-H(7C)	0.9800
C(7)-H(7A)#1	0.98(5)
C(7)-H(7B)#1	0.98(3)
C(7)-H(7C)#1	0.98(8)
C(11)-C(16)	1.393(11)
C(11)-C(12)	1.414(10)
C(12)-C(13)	1.397(12)
C(12)-C(17)	1.506(11)
C(13)-C(14)	1.381(12)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.383(11)
C(15)-C(16)	1.382(12)
C(15)-H(15)	0.9500
C(16)-C(19)	1.505(11)
C(17)-H(17A)	0.9800
C(17)-H(17B)	0.9800
C(17)-H(17C)	0.9800
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
N(1)-B(1)-C(1)	119.3(10)
N(1)-B(1)-C(11)	121.2(7)
C(1)-B(1)-C(11)	119.5(9)
B(1)-N(1)-B(1)#1	120.8(11)
B(1)-N(1)-C(7)	119.6(5)
B(1)#1-N(1)-C(7)	119.6(5)
C(14)-O(1)-C(18)	116.2(8)
C(2)-C(1)-C(6)	119.1(8)

C(2)-C(1)-B(1)	120.6(10)
C(6)-C(1)-B(1)	120.3(11)
C(1)-C(2)-C(3)	120.2(12)
C(1)-C(2)-H(2)	119.9
C(3)-C(2)-H(2)	119.9
C(4)-C(3)-C(2)	121.0(13)
C(4)-C(3)-H(3)	119.5
C(2)-C(3)-H(3)	119.5
C(3)-C(4)-C(5)	120.9(11)
C(3)-C(4)-H(4)	119.6
C(5)-C(4)-H(4)	119.6
C(6)-C(5)-C(4)#1	118.6(9)
C(6)-C(5)-C(4)	118.6(9)
C(4)#1-C(5)-C(4)	122.7(17)
C(5)-C(6)-C(1)#1	120.1(6)
C(5)-C(6)-C(1)	120.1(6)
C(1)#1-C(6)-C(1)	119.8(12)
N(1)-C(7)-H(7A)	109.5
N(1)-C(7)-H(7B)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7B)	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7A)-C(7)-H(7C)	109.5
H(7B)-C(7)-H(7C)	109.5
N(1)-C(7)-H(7A)#1	109.5(12)
H(7A)-C(7)-H(7A)#1	35.0
H(7B)-C(7)-H(7A)#1	77.1
H(7C)-C(7)-H(7A)#1	135.1
N(1)-C(7)-H(7B)#1	109.5(7)
H(7A)-C(7)-H(7B)#1	77.2
H(7B)-C(7)-H(7B)#1	135.1
H(7C)-C(7)-H(7B)#1	35.0
H(7A)#1-C(7)-H(7B)#1	109.5
N(1)-C(7)-H(7C)#1	109.5(17)
H(7A)-C(7)-H(7C)#1	135.1
H(7B)-C(7)-H(7C)#1	35.0
H(7C)-C(7)-H(7C)#1	77.2
H(7A)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
H(7B)#1-C(7)-H(7C)#1	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	119.1(9)
C(16)-C(11)-B(1)	120.5(8)
C(12)-C(11)-B(1)	120.4(8)
C(13)-C(12)-C(11)	119.4(8)
C(13)-C(12)-C(17)	120.0(8)
C(11)-C(12)-C(17)	120.7(9)
C(14)-C(13)-C(12)	121.0(9)
C(14)-C(13)-H(13)	119.5
C(12)-C(13)-H(13)	119.5
C(13)-C(14)-C(15)	118.9(10)
C(13)-C(14)-O(1)	114.9(9)
C(15)-C(14)-O(1)	126.2(9)
C(16)-C(15)-C(14)	121.7(9)

C(16)-C(15)-H(15)	119.1
C(14)-C(15)-H(15)	119.1
C(15)-C(16)-C(11)	119.9(8)
C(15)-C(16)-C(19)	119.2(9)
C(11)-C(16)-C(19)	120.9(9)
C(12)-C(17)-H(17A)	109.5
C(12)-C(17)-H(17B)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17B)	109.5
C(12)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17A)-C(17)-H(17C)	109.5
H(17B)-C(17)-H(17C)	109.5
O(1)-C(18)-H(18A)	109.5
O(1)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
O(1)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(16)-C(19)-H(19A)	109.5
C(16)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(16)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2824. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
B(1)	20(5)	76(8)	35(6)	5(6)	9(4)	5(6)
N(1)	44(7)	57(7)	28(5)	0	-4(5)	0
O(1)	85(5)	56(5)	74(5)	12(4)	20(4)	16(5)
C(1)	25(4)	121(10)	19(4)	8(6)	-1(4)	16(6)
C(2)	34(5)	139(11)	35(5)	30(6)	0(4)	47(7)
C(3)	42(7)	197(17)	44(7)	40(8)	4(6)	57(9)
C(4)	38(7)	270(20)	29(7)	21(9)	6(6)	33(11)
C(5)	49(10)	200(20)	15(8)	0	-3(7)	0
C(6)	21(7)	158(18)	16(7)	0	-1(6)	0
C(7)	60(9)	54(9)	25(6)	0	-20(6)	0
C(11)	28(5)	59(6)	29(4)	24(4)	-2(4)	12(5)
C(12)	46(5)	58(7)	33(5)	29(5)	20(4)	19(5)
C(13)	72(7)	52(7)	39(5)	26(5)	21(5)	29(6)
C(14)	49(6)	49(7)	47(6)	29(5)	3(5)	25(5)
C(15)	32(5)	81(8)	40(5)	25(5)	5(5)	18(6)
C(16)	42(6)	80(8)	28(5)	4(5)	1(4)	12(6)
C(17)	60(6)	84(8)	42(5)	18(5)	19(5)	16(6)
C(18)	119(11)	64(8)	85(8)	31(7)	22(8)	-11(8)
C(19)	51(6)	104(10)	39(5)	11(5)	11(5)	17(6)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2824.

	x	y	z	U(eq)
H(2)	8650	5709	4971	83
H(3)	10473	5722	5934	113
H(4)	11165	6805	6443	136
H(7A)	6306	7338	2984	70
H(7B)	4977	7999	3258	70
H(7C)	4336	7163	3390	70
H(13)	8579	4923	2788	65
H(15)	3686	4683	3887	61
H(17A)	10534	5985	2819	93
H(17B)	10846	6268	3538	93
H(17C)	9460	6725	3056	93
H(18A)	2998	3858	3149	134
H(18B)	4459	3407	3612	134
H(18C)	4145	3145	2887	134
H(19A)	2404	5733	4471	97
H(19B)	3798	6436	4592	97
H(19C)	4177	5691	4983	97

Table 6. Torsion angles [°] for wa2824.

C(1)-B(1)-N(1)-B(1)#1	5.1(15)
C(11)-B(1)-N(1)-B(1)#1	-173.4(6)
C(1)-B(1)-N(1)-C(7)	-176.8(8)
C(11)-B(1)-N(1)-C(7)	4.7(13)
N(1)-B(1)-C(1)-C(2)	178.3(8)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-3.1(11)
N(1)-B(1)-C(1)-C(6)	-2.6(12)
C(11)-B(1)-C(1)-C(6)	176.0(9)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	0.1(12)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	179.3(8)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	2.0(15)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-4.0(19)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	4(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(4)#1	-179.2(9)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)#1	1.8(18)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)#1	178.8(12)
C(4)#1-C(5)-C(6)-C(1)	-178.8(12)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	-1.8(18)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	-0.1(15)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	-179.3(10)
C(2)-C(1)-C(6)-C(1)#1	179.2(7)
B(1)-C(1)-C(6)-C(1)#1	0.1(16)
N(1)-B(1)-C(11)-C(16)	-97.6(10)
C(1)-B(1)-C(11)-C(16)	83.9(9)
N(1)-B(1)-C(11)-C(12)	83.4(10)
C(1)-B(1)-C(11)-C(12)	-95.1(9)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.9(11)
B(1)-C(11)-C(12)-C(13)	178.1(8)
C(16)-C(11)-C(12)-C(17)	179.0(7)
B(1)-C(11)-C(12)-C(17)	-2.0(11)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.5(12)
C(17)-C(12)-C(13)-C(14)	-179.4(7)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.1(12)
C(12)-C(13)-C(14)-O(1)	-179.6(8)
C(18)-O(1)-C(14)-C(13)	177.4(7)
C(18)-O(1)-C(14)-C(15)	-2.2(12)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-0.3(12)
O(1)-C(14)-C(15)-C(16)	179.4(8)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.1(12)
C(14)-C(15)-C(16)-C(19)	-179.0(7)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.7(11)
B(1)-C(11)-C(16)-C(15)	-178.3(8)
C(12)-C(11)-C(16)-C(19)	179.6(7)
B(1)-C(11)-C(16)-C(19)	0.6(11)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 x,-y+3/2,z

7.4.12 Struktur von 31

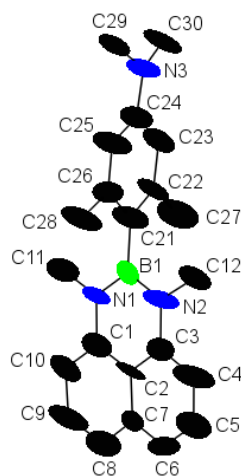


Abbildung A98: Struktur von **31**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2858.

Identification code	wa2858	
Empirical formula	C ₂₂ H ₂₆ B N ₃	
Formula weight	343.27	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Triclinic	
Space group	P -1	
Unit cell dimensions	a = 9.951(4) Å	α = 63.75(4)°.
	b = 14.509(8) Å	β = 73.13(3)°.
	c = 15.596(7) Å	γ = 78.65(4)°.
Volume	1926.5(17) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.184 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.069 mm ⁻¹	
F(000)	736	
Crystal size	0.160 x 0.030 x 0.020 mm ³	
Theta range for data collection	3.209 to 25.027°.	
Index ranges	-11 ≤ h ≤ 11, -17 ≤ k ≤ 17, -18 ≤ l ≤ 18	
Reflections collected	12678	
Independent reflections	6734 [R(int) = 0.2631]	
Completeness to theta = 25.000°	99.0 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.338	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	6734 / 0 / 481	
Goodness-of-fit on F ²	1.495	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1992, wR2 = 0.2864	
R indices (all data)	R1 = 0.4272, wR2 = 0.3506	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.478 and -0.529 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2858. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
B(1)	3022(12)	8243(11)	2121(9)	49(3)
N(1)	2236(7)	7850(7)	3108(6)	51(2)
N(2)	2436(7)	9087(8)	1376(6)	62(3)
N(3)	8922(9)	6905(10)	927(9)	108(5)
C(1)	844(10)	8264(10)	3354(9)	60(3)
C(2)	285(8)	9113(9)	2617(8)	49(3)
C(3)	1024(10)	9483(9)	1645(9)	56(3)
C(4)	429(10)	10333(12)	945(9)	88(5)
C(5)	-939(11)	10726(11)	1202(10)	83(4)
C(6)	-1670(10)	10346(10)	2144(10)	66(4)
C(7)	-1106(10)	9553(9)	2843(9)	54(3)
C(8)	-1867(12)	9199(12)	3813(10)	80(4)
C(9)	-1335(11)	8335(13)	4544(11)	94(5)
C(10)	50(9)	7870(10)	4343(8)	67(4)
C(11)	2801(9)	7018(9)	3901(7)	67(4)
C(12)	3196(9)	9541(9)	341(7)	67(4)
C(21)	4613(9)	7857(10)	1843(7)	64(4)
C(22)	5728(9)	8154(9)	2037(8)	65(4)
C(23)	7159(10)	7861(11)	1695(8)	78(4)
C(24)	7479(11)	7159(11)	1260(9)	78(4)
C(25)	6413(10)	6821(11)	1088(8)	85(4)
C(26)	4990(9)	7132(9)	1386(7)	55(3)
C(27)	5396(11)	8916(11)	2520(9)	92(5)
C(28)	3875(9)	6745(10)	1186(8)	89(5)
C(29)	9213(10)	6070(12)	651(11)	109(5)
C(30)	10002(9)	7146(11)	1265(9)	124(6)
B(1A)	2931(12)	6547(12)	6983(10)	65(4)
N(1A)	1387(7)	6788(8)	7224(7)	68(3)
N(2A)	3416(7)	5736(7)	6694(6)	56(3)
N(3A)	6796(9)	8754(9)	7497(8)	76(3)
C(1A)	498(9)	6324(10)	7005(8)	61(4)
C(2A)	1033(9)	5561(10)	6662(7)	66(4)
C(3A)	2591(9)	5300(9)	6440(8)	54(3)
C(4A)	3070(10)	4517(11)	6123(8)	70(4)
C(5A)	2172(9)	4070(10)	5888(7)	71(4)
C(6A)	750(9)	4331(10)	6032(8)	68(4)
C(7A)	170(9)	5060(10)	6429(8)	70(4)
C(8A)	-1306(9)	5362(10)	6609(10)	82(4)
C(9A)	-1794(10)	6066(11)	6992(9)	77(4)
C(10A)	-952(7)	6531(9)	7214(7)	69(4)
C(11A)	780(9)	7610(11)	7560(10)	103(5)
C(12A)	4922(8)	5443(10)	6516(8)	80(4)
C(21A)	3902(9)	7165(9)	7173(8)	48(3)
C(22A)	4633(10)	8020(11)	6346(8)	71(4)
C(23A)	5527(10)	8535(10)	6476(8)	68(4)
C(24A)	5820(10)	8239(11)	7421(10)	76(4)
C(25A)	5095(10)	7445(11)	8219(9)	75(4)

C(26A)	4147(10)	6947(10)	8069(8)	71(4)
C(27A)	4396(12)	8334(10)	5346(8)	89(4)
C(28A)	3449(11)	6068(11)	8976(9)	103(5)
C(29A)	6963(10)	8476(10)	8496(8)	82(4)
C(30A)	7619(11)	9526(11)	6663(10)	95(5)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2858.

B(1)-N(2)	1.430(14)
B(1)-N(1)	1.417(13)
B(1)-C(21)	1.574(14)
N(1)-C(1)	1.412(12)
N(1)-C(11)	1.455(11)
N(2)-C(3)	1.426(12)
N(2)-C(12)	1.469(11)
N(3)-C(29)	1.411(15)
N(3)-C(24)	1.413(13)
N(3)-C(30)	1.480(15)
C(1)-C(10)	1.422(14)
C(1)-C(2)	1.414(13)
C(2)-C(3)	1.383(13)
C(2)-C(7)	1.420(12)
C(3)-C(4)	1.401(15)
C(4)-C(5)	1.386(14)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.346(14)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.349(13)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.388(14)
C(8)-C(9)	1.407(16)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.422(13)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
C(11)-H(11A)	0.9800
C(11)-H(11B)	0.9800
C(11)-H(11C)	0.9800
C(12)-H(12A)	0.9800
C(12)-H(12B)	0.9800
C(12)-H(12C)	0.9800
C(21)-C(22)	1.418(12)
C(21)-C(26)	1.450(14)
C(22)-C(23)	1.419(13)
C(22)-C(27)	1.532(14)
C(23)-C(24)	1.398(16)
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.387(15)
C(25)-C(26)	1.406(12)

C(25)-H(25)	0.9500
C(26)-C(28)	1.500(13)
C(27)-H(27A)	0.9800
C(27)-H(27B)	0.9800
C(27)-H(27C)	0.9800
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
C(30)-H(30A)	0.9800
C(30)-H(30B)	0.9800
C(30)-H(30C)	0.9800
B(1A)-N(2A)	1.392(15)
B(1A)-N(1A)	1.481(13)
B(1A)-C(21A)	1.603(16)
N(1A)-C(1A)	1.403(12)
N(1A)-C(11A)	1.465(12)
N(2A)-C(3A)	1.359(12)
N(2A)-C(12A)	1.454(10)
N(3A)-C(24A)	1.395(14)
N(3A)-C(30A)	1.440(14)
N(3A)-C(29A)	1.479(12)
C(1A)-C(2A)	1.386(14)
C(1A)-C(10A)	1.386(11)
C(2A)-C(7A)	1.436(13)
C(2A)-C(3A)	1.496(12)
C(3A)-C(4A)	1.382(14)
C(4A)-C(5A)	1.408(13)
C(4A)-H(4A)	0.9500
C(5A)-C(6A)	1.370(11)
C(5A)-H(5A)	0.9500
C(6A)-C(7A)	1.401(14)
C(6A)-H(6A)	0.9500
C(7A)-C(8A)	1.429(12)
C(8A)-C(9A)	1.347(14)
C(8A)-H(8A)	0.9500
C(9A)-C(10A)	1.370(14)
C(9A)-H(9A)	0.9500
C(10A)-H(10A)	0.9500
C(11A)-H(11D)	0.9800
C(11A)-H(11E)	0.9800
C(11A)-H(11F)	0.9800
C(12A)-H(12D)	0.9800
C(12A)-H(12E)	0.9800
C(12A)-H(12F)	0.9800
C(21A)-C(26A)	1.375(13)
C(21A)-C(22A)	1.458(14)
C(22A)-C(23A)	1.375(14)
C(22A)-C(27A)	1.497(13)

C(23A)-C(24A)	1.443(13)
C(23A)-H(23A)	0.9500
C(24A)-C(25A)	1.391(15)
C(25A)-C(26A)	1.419(14)
C(25A)-H(25A)	0.9500
C(26A)-C(28A)	1.514(15)
C(27A)-H(27D)	0.9800
C(27A)-H(27E)	0.9800
C(27A)-H(27F)	0.9800
C(28A)-H(28D)	0.9800
C(28A)-H(28E)	0.9800
C(28A)-H(28F)	0.9800
C(29A)-H(29D)	0.9800
C(29A)-H(29E)	0.9800
C(29A)-H(29F)	0.9800
C(30A)-H(30D)	0.9800
C(30A)-H(30E)	0.9800
C(30A)-H(30F)	0.9800
N(2)-B(1)-N(1)	120.4(10)
N(2)-B(1)-C(21)	118.3(10)
N(1)-B(1)-C(21)	120.9(10)
B(1)-N(1)-C(1)	120.0(10)
B(1)-N(1)-C(11)	122.6(8)
C(1)-N(1)-C(11)	117.4(9)
B(1)-N(2)-C(3)	118.2(9)
B(1)-N(2)-C(12)	123.3(8)
C(3)-N(2)-C(12)	118.4(9)
C(29)-N(3)-C(24)	115.1(12)
C(29)-N(3)-C(30)	119.1(10)
C(24)-N(3)-C(30)	120.2(13)
C(10)-C(1)-C(2)	120.6(10)
C(10)-C(1)-N(1)	120.2(11)
C(2)-C(1)-N(1)	119.2(10)
C(3)-C(2)-C(7)	118.1(11)
C(3)-C(2)-C(1)	121.2(9)
C(7)-C(2)-C(1)	120.4(10)
C(4)-C(3)-C(2)	119.0(10)
C(4)-C(3)-N(2)	120.0(11)
C(2)-C(3)-N(2)	120.6(10)
C(3)-C(4)-C(5)	120.3(12)
C(3)-C(4)-H(4)	119.8
C(5)-C(4)-H(4)	119.8
C(6)-C(5)-C(4)	120.2(12)
C(6)-C(5)-H(5)	119.9
C(4)-C(5)-H(5)	119.9
C(5)-C(6)-C(7)	120.7(11)
C(5)-C(6)-H(6)	119.6
C(7)-C(6)-H(6)	119.6
C(6)-C(7)-C(8)	119.4(11)
C(6)-C(7)-C(2)	121.3(11)

C(8)-C(7)-C(2)	119.2(11)
C(9)-C(8)-C(7)	120.3(12)
C(9)-C(8)-H(8)	119.9
C(7)-C(8)-H(8)	119.9
C(8)-C(9)-C(10)	121.6(12)
C(8)-C(9)-H(9)	119.2
C(10)-C(9)-H(9)	119.2
C(1)-C(10)-C(9)	117.4(11)
C(1)-C(10)-H(10)	121.3
C(9)-C(10)-H(10)	121.3
N(1)-C(11)-H(11A)	109.5
N(1)-C(11)-H(11B)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11B)	109.5
N(1)-C(11)-H(11C)	109.5
H(11A)-C(11)-H(11C)	109.5
H(11B)-C(11)-H(11C)	109.5
N(2)-C(12)-H(12A)	109.5
N(2)-C(12)-H(12B)	109.5
H(12A)-C(12)-H(12B)	109.5
N(2)-C(12)-H(12C)	109.5
H(12A)-C(12)-H(12C)	109.5
H(12B)-C(12)-H(12C)	109.5
C(22)-C(21)-C(26)	116.7(9)
C(22)-C(21)-B(1)	123.6(11)
C(26)-C(21)-B(1)	119.7(9)
C(23)-C(22)-C(21)	121.7(12)
C(23)-C(22)-C(27)	118.8(10)
C(21)-C(22)-C(27)	119.2(9)
C(24)-C(23)-C(22)	119.4(11)
C(24)-C(23)-H(23)	120.3
C(22)-C(23)-H(23)	120.3
C(23)-C(24)-C(25)	120.2(10)
C(23)-C(24)-N(3)	116.7(12)
C(25)-C(24)-N(3)	122.8(13)
C(24)-C(25)-C(26)	121.2(12)
C(24)-C(25)-H(25)	119.4
C(26)-C(25)-H(25)	119.4
C(25)-C(26)-C(21)	120.3(10)
C(25)-C(26)-C(28)	119.3(11)
C(21)-C(26)-C(28)	120.4(8)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(26)-C(28)-H(28A)	109.5
C(26)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(26)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5

H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
N(3)-C(29)-H(29A)	109.5
N(3)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
N(3)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5
N(3)-C(30)-H(30A)	109.5
N(3)-C(30)-H(30B)	109.5
H(30A)-C(30)-H(30B)	109.5
N(3)-C(30)-H(30C)	109.5
H(30A)-C(30)-H(30C)	109.5
H(30B)-C(30)-H(30C)	109.5
N(2A)-B(1A)-N(1A)	117.3(11)
N(2A)-B(1A)-C(21A)	124.9(9)
N(1A)-B(1A)-C(21A)	117.4(12)
C(1A)-N(1A)-C(11A)	118.7(8)
C(1A)-N(1A)-B(1A)	119.6(10)
C(11A)-N(1A)-B(1A)	121.1(10)
C(3A)-N(2A)-B(1A)	123.3(9)
C(3A)-N(2A)-C(12A)	117.8(9)
B(1A)-N(2A)-C(12A)	118.2(9)
C(24A)-N(3A)-C(30A)	123.4(10)
C(24A)-N(3A)-C(29A)	116.8(10)
C(30A)-N(3A)-C(29A)	119.8(9)
C(2A)-C(1A)-C(10A)	117.5(10)
C(2A)-C(1A)-N(1A)	120.6(9)
C(10A)-C(1A)-N(1A)	121.5(11)
C(1A)-C(2A)-C(7A)	122.9(9)
C(1A)-C(2A)-C(3A)	119.4(10)
C(7A)-C(2A)-C(3A)	117.6(11)
N(2A)-C(3A)-C(4A)	123.9(9)
N(2A)-C(3A)-C(2A)	118.2(11)
C(4A)-C(3A)-C(2A)	117.2(10)
C(5A)-C(4A)-C(3A)	122.1(9)
C(5A)-C(4A)-H(4A)	118.9
C(3A)-C(4A)-H(4A)	118.9
C(6A)-C(5A)-C(4A)	121.8(11)
C(6A)-C(5A)-H(5A)	119.1
C(4A)-C(5A)-H(5A)	119.1
C(5A)-C(6A)-C(7A)	119.2(10)
C(5A)-C(6A)-H(6A)	120.4
C(7A)-C(6A)-H(6A)	120.4
C(6A)-C(7A)-C(2A)	121.7(9)
C(6A)-C(7A)-C(8A)	122.3(10)
C(2A)-C(7A)-C(8A)	116.0(11)
C(9A)-C(8A)-C(7A)	119.2(11)
C(9A)-C(8A)-H(8A)	120.4
C(7A)-C(8A)-H(8A)	120.4
C(8A)-C(9A)-C(10A)	123.8(10)
C(8A)-C(9A)-H(9A)	118.1

C(10A)-C(9A)-H(9A)	118.1
C(9A)-C(10A)-C(1A)	120.3(11)
C(9A)-C(10A)-H(10A)	119.9
C(1A)-C(10A)-H(10A)	119.9
N(1A)-C(11A)-H(11D)	109.5
N(1A)-C(11A)-H(11E)	109.5
H(11D)-C(11A)-H(11E)	109.5
N(1A)-C(11A)-H(11F)	109.5
H(11D)-C(11A)-H(11F)	109.5
H(11E)-C(11A)-H(11F)	109.5
N(2A)-C(12A)-H(12D)	109.5
N(2A)-C(12A)-H(12E)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12E)	109.5
N(2A)-C(12A)-H(12F)	109.5
H(12D)-C(12A)-H(12F)	109.5
H(12E)-C(12A)-H(12F)	109.5
C(26A)-C(21A)-C(22A)	115.2(9)
C(26A)-C(21A)-B(1A)	125.3(11)
C(22A)-C(21A)-B(1A)	119.5(9)
C(23A)-C(22A)-C(21A)	121.0(10)
C(23A)-C(22A)-C(27A)	120.1(12)
C(21A)-C(22A)-C(27A)	118.9(10)
C(22A)-C(23A)-C(24A)	122.0(12)
C(22A)-C(23A)-H(23A)	119.0
C(24A)-C(23A)-H(23A)	119.0
C(25A)-C(24A)-N(3A)	123.2(11)
C(25A)-C(24A)-C(23A)	117.4(11)
N(3A)-C(24A)-C(23A)	119.4(12)
C(24A)-C(25A)-C(26A)	119.4(10)
C(24A)-C(25A)-H(25A)	120.3
C(26A)-C(25A)-H(25A)	120.3
C(21A)-C(26A)-C(25A)	124.9(11)
C(21A)-C(26A)-C(28A)	119.5(10)
C(25A)-C(26A)-C(28A)	115.4(10)
C(22A)-C(27A)-H(27D)	109.5
C(22A)-C(27A)-H(27E)	109.5
H(27D)-C(27A)-H(27E)	109.5
C(22A)-C(27A)-H(27F)	109.5
H(27D)-C(27A)-H(27F)	109.5
H(27E)-C(27A)-H(27F)	109.5
C(26A)-C(28A)-H(28D)	109.5
C(26A)-C(28A)-H(28E)	109.5
H(28D)-C(28A)-H(28E)	109.5
C(26A)-C(28A)-H(28F)	109.5
H(28D)-C(28A)-H(28F)	109.5
H(28E)-C(28A)-H(28F)	109.5
N(3A)-C(29A)-H(29D)	109.5
N(3A)-C(29A)-H(29E)	109.5
H(29D)-C(29A)-H(29E)	109.5
N(3A)-C(29A)-H(29F)	109.5
H(29D)-C(29A)-H(29F)	109.5

H(29E)-C(29A)-H(29F)	109.5
N(3A)-C(30A)-H(30D)	109.5
N(3A)-C(30A)-H(30E)	109.5
H(30D)-C(30A)-H(30E)	109.5
N(3A)-C(30A)-H(30F)	109.5
H(30D)-C(30A)-H(30F)	109.5
H(30E)-C(30A)-H(30F)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2858. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	46(7)	56(11)	41(8)	-24(8)	10(6)	-18(7)
N(1)	22(4)	78(8)	54(6)	-37(6)	9(4)	-10(4)
N(2)	25(4)	123(10)	57(6)	-62(7)	1(4)	-3(5)
N(3)	31(6)	108(12)	145(11)	-45(9)	22(6)	0(6)
C(1)	46(6)	86(11)	69(8)	-52(8)	-1(6)	-14(7)
C(2)	15(5)	95(10)	48(7)	-45(7)	13(5)	-20(6)
C(3)	42(6)	66(10)	81(9)	-44(8)	-18(6)	-8(6)
C(4)	38(6)	165(15)	83(10)	-80(11)	0(6)	-6(8)
C(5)	52(7)	124(13)	76(10)	-44(10)	-13(7)	-12(8)
C(6)	38(6)	82(11)	93(10)	-60(9)	-11(7)	12(7)
C(7)	34(6)	48(9)	80(9)	-31(8)	2(6)	-13(6)
C(8)	56(7)	112(14)	95(11)	-75(10)	4(8)	-10(8)
C(9)	44(7)	161(17)	90(11)	-84(12)	28(7)	-25(8)
C(10)	49(6)	104(12)	51(8)	-39(8)	11(6)	-29(7)
C(11)	43(6)	103(11)	53(7)	-31(8)	-11(5)	-4(7)
C(12)	40(5)	108(11)	58(8)	-45(8)	7(5)	-19(6)
C(21)	38(5)	127(12)	47(7)	-58(8)	-1(5)	-6(6)
C(22)	21(5)	110(11)	71(8)	-40(8)	-4(5)	-25(6)
C(23)	32(6)	111(13)	75(9)	-15(9)	-16(6)	-19(7)
C(24)	42(7)	100(13)	81(10)	-42(9)	8(6)	-1(7)
C(25)	37(6)	145(14)	87(10)	-71(10)	1(6)	-5(7)
C(26)	38(5)	82(10)	53(7)	-32(7)	-24(5)	6(6)
C(27)	62(7)	160(15)	92(10)	-89(11)	-5(7)	-15(8)
C(28)	37(6)	161(14)	108(10)	-101(10)	12(6)	-21(7)
C(29)	33(7)	99(14)	163(15)	-52(12)	29(7)	-17(7)
C(30)	16(5)	166(16)	129(12)	-1(11)	-17(6)	-20(7)
B(1A)	41(7)	97(14)	70(10)	-40(10)	-24(7)	-3(8)
N(1A)	26(4)	120(9)	98(8)	-90(7)	2(4)	-4(5)
N(2A)	32(4)	90(9)	80(7)	-65(7)	-3(4)	-16(5)
N(3A)	42(5)	130(11)	91(8)	-76(8)	-6(5)	-23(6)
C(1A)	35(6)	101(11)	75(8)	-62(8)	-12(5)	0(6)
C(2A)	26(5)	131(13)	61(8)	-60(8)	-4(5)	-8(6)
C(3A)	30(5)	83(10)	62(7)	-39(7)	-7(5)	-14(6)
C(4A)	35(6)	123(12)	75(8)	-59(9)	-20(6)	-1(7)
C(5A)	42(6)	126(12)	71(8)	-72(9)	6(5)	-14(7)
C(6A)	31(5)	129(12)	81(9)	-76(9)	-5(5)	-15(6)
C(7A)	35(6)	147(13)	69(8)	-84(9)	-5(5)	-13(7)
C(8A)	23(5)	122(13)	132(12)	-76(11)	-23(6)	-5(7)
C(9A)	20(5)	126(13)	117(11)	-85(10)	-12(6)	2(6)
C(10A)	6(4)	142(12)	79(8)	-70(8)	6(4)	-14(6)
C(11A)	34(6)	187(16)	166(13)	-149(13)	-24(7)	11(8)
C(12A)	14(5)	167(14)	83(8)	-86(9)	7(5)	-2(6)
C(21A)	32(5)	75(10)	50(7)	-37(7)	-6(5)	-13(6)
C(22A)	34(5)	123(13)	64(8)	-43(9)	-14(6)	-8(7)
C(23A)	37(6)	105(12)	75(9)	-55(8)	-11(6)	8(7)
C(24A)	33(6)	136(14)	83(10)	-74(10)	-8(6)	4(7)
C(25A)	35(5)	162(14)	62(8)	-75(9)	1(6)	-27(8)
C(26A)	43(6)	108(12)	48(8)	-23(8)	15(5)	-37(7)

C(27A)	98(9)	105(12)	66(9)	-35(8)	-22(7)	-8(8)
C(28A)	82(8)	188(17)	91(11)	-98(12)	-10(8)	-36(10)
C(29A)	61(7)	134(13)	80(9)	-63(9)	-20(7)	-21(8)
C(30A)	43(6)	160(16)	123(12)	-92(12)	-16(7)	-18(8)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2858.

	x	y	z	U(eq)
H(4)	967	10642	290	106
H(5)	-1363	11266	713	100
H(6)	-2592	10641	2319	79
H(8)	-2752	9543	3984	96
H(9)	-1914	8056	5189	112
H(10)	429	7317	4850	80
H(11A)	2573	7190	4470	101
H(11B)	3826	6923	3681	101
H(11C)	2384	6379	4085	101
H(12A)	4163	9222	270	101
H(12B)	3214	10285	125	101
H(12C)	2717	9419	-63	101
H(23)	7893	8138	1761	94
H(25)	6648	6372	762	102
H(27A)	4955	9564	2103	138
H(27B)	6270	9050	2599	138
H(27C)	4750	8623	3165	138
H(28A)	3708	7211	536	133
H(28B)	3000	6715	1688	133
H(28C)	4186	6053	1205	133
H(29A)	8960	5432	1234	163
H(29B)	10219	6008	349	163
H(29C)	8661	6188	178	163
H(30A)	10021	7896	1003	186
H(30B)	10927	6845	1030	186
H(30C)	9771	6857	1984	186
H(4A)	4036	4272	6062	84
H(5A)	2563	3573	5622	85
H(6A)	164	4023	5864	82
H(8A)	-1935	5069	6460	99
H(9A)	-2779	6251	7115	92
H(10A)	-1363	6998	7513	83
H(11D)	409	8196	7038	154
H(11E)	1511	7831	7720	154
H(11F)	15	7353	8146	154
H(12D)	5087	4699	6886	120
H(12E)	5390	5813	6728	120
H(12F)	5303	5620	5813	120
H(23A)	5966	9102	5927	82
H(25A)	5234	7237	8859	90
H(27D)	4932	8929	4874	134
H(27E)	3391	8521	5361	134
H(27F)	4711	7759	5147	134
H(28D)	2473	6297	9210	155
H(28E)	3964	5851	9492	155
H(28F)	3457	5487	8813	155
H(29D)	6090	8684	8880	123

H(29E)	7739	8831	8452	123
H(29F)	7172	7729	8818	123
H(30D)	8032	9274	6147	143
H(30E)	8373	9672	6863	143
H(30F)	7013	10158	6412	143

Table 6. Torsion angles [°] for wa2858.

N(2)-B(1)-N(1)-C(1)	2.5(16)
C(21)-B(1)-N(1)-C(1)	175.0(10)
N(2)-B(1)-N(1)-C(11)	-177.7(10)
C(21)-B(1)-N(1)-C(11)	-5.2(17)
N(1)-B(1)-N(2)-C(3)	-3.0(16)
C(21)-B(1)-N(2)-C(3)	-175.7(10)
N(1)-B(1)-N(2)-C(12)	179.3(10)
C(21)-B(1)-N(2)-C(12)	6.5(16)
B(1)-N(1)-C(1)-C(10)	179.8(10)
C(11)-N(1)-C(1)-C(10)	0.0(15)
B(1)-N(1)-C(1)-C(2)	-3.8(15)
C(11)-N(1)-C(1)-C(2)	176.3(9)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	-177.7(10)
N(1)-C(1)-C(2)-C(3)	6.0(15)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-3.1(16)
N(1)-C(1)-C(2)-C(7)	-179.4(9)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	6.0(15)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	-179.3(11)
C(7)-C(2)-C(3)-N(2)	178.6(10)
C(1)-C(2)-C(3)-N(2)	-6.6(15)
B(1)-N(2)-C(3)-C(4)	177.6(11)
C(12)-N(2)-C(3)-C(4)	-4.5(15)
B(1)-N(2)-C(3)-C(2)	5.0(15)
C(12)-N(2)-C(3)-C(2)	-177.1(10)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-6.9(17)
N(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-179.6(11)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	5(2)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-3(2)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	178.0(12)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	1.9(18)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	-3.6(16)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-178.4(11)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-179.6(10)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	5.6(16)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	176.3(12)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-7.6(18)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	7.2(19)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	2.5(16)
N(1)-C(1)-C(10)-C(9)	178.8(10)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	-4.5(18)
N(2)-B(1)-C(21)-C(22)	97.9(13)
N(1)-B(1)-C(21)-C(22)	-74.8(16)
N(2)-B(1)-C(21)-C(26)	-83.9(15)
N(1)-B(1)-C(21)-C(26)	103.4(13)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	7.5(17)
B(1)-C(21)-C(22)-C(23)	-174.3(11)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	-179.9(10)
B(1)-C(21)-C(22)-C(27)	-1.7(17)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	-7.9(18)

C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	179.5(11)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	5.5(19)
C(22)-C(23)-C(24)-N(3)	179.5(11)
C(29)-N(3)-C(24)-C(23)	169.5(13)
C(30)-N(3)-C(24)-C(23)	15.9(18)
C(29)-N(3)-C(24)-C(25)	-16.8(19)
C(30)-N(3)-C(24)-C(25)	-170.3(12)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-3(2)
N(3)-C(24)-C(25)-C(26)	-176.7(12)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	2.9(18)
C(24)-C(25)-C(26)-C(28)	-179.8(11)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	-5.0(16)
B(1)-C(21)-C(26)-C(25)	176.7(11)
C(22)-C(21)-C(26)-C(28)	177.8(10)
B(1)-C(21)-C(26)-C(28)	-0.5(16)
N(2A)-B(1A)-N(1A)-C(1A)	-10.4(17)
C(21A)-B(1A)-N(1A)-C(1A)	175.3(10)
N(2A)-B(1A)-N(1A)-C(11A)	178.4(11)
C(21A)-B(1A)-N(1A)-C(11A)	4.1(17)
N(1A)-B(1A)-N(2A)-C(3A)	13.3(17)
C(21A)-B(1A)-N(2A)-C(3A)	-172.9(11)
N(1A)-B(1A)-N(2A)-C(12A)	-176.0(10)
C(21A)-B(1A)-N(2A)-C(12A)	-2.2(18)
C(11A)-N(1A)-C(1A)-C(2A)	178.4(12)
B(1A)-N(1A)-C(1A)-C(2A)	6.9(17)
C(11A)-N(1A)-C(1A)-C(10A)	-8.2(17)
B(1A)-N(1A)-C(1A)-C(10A)	-179.7(11)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	6.2(18)
N(1A)-C(1A)-C(2A)-C(7A)	179.8(11)
C(10A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-179.1(10)
N(1A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-5.4(17)
B(1A)-N(2A)-C(3A)-C(4A)	177.9(12)
C(12A)-N(2A)-C(3A)-C(4A)	7.2(16)
B(1A)-N(2A)-C(3A)-C(2A)	-11.9(16)
C(12A)-N(2A)-C(3A)-C(2A)	177.3(10)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-N(2A)	7.6(16)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-N(2A)	-177.3(10)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	178.4(11)
C(7A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	-6.5(15)
N(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	178.6(11)
C(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	8.4(17)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(6A)	-5.1(18)
C(4A)-C(5A)-C(6A)-C(7A)	-0.3(18)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(2A)	1.9(18)
C(5A)-C(6A)-C(7A)-C(8A)	-179.3(11)
C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	176.4(12)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(6A)	1.6(16)
C(1A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	-2.5(17)
C(3A)-C(2A)-C(7A)-C(8A)	-177.3(11)
C(6A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	180.0(13)
C(2A)-C(7A)-C(8A)-C(9A)	-1.1(18)

C(7A)-C(8A)-C(9A)-C(10A)	1(2)
C(8A)-C(9A)-C(10A)-C(1A)	3(2)
C(2A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	-6.4(17)
N(1A)-C(1A)-C(10A)-C(9A)	-179.9(11)
N(2A)-B(1A)-C(21A)-C(26A)	-94.1(15)
N(1A)-B(1A)-C(21A)-C(26A)	79.7(15)
N(2A)-B(1A)-C(21A)-C(22A)	84.3(15)
N(1A)-B(1A)-C(21A)-C(22A)	-101.9(13)
C(26A)-C(21A)-C(22A)-C(23A)	1.7(15)
B(1A)-C(21A)-C(22A)-C(23A)	-176.8(10)
C(26A)-C(21A)-C(22A)-C(27A)	-178.2(10)
B(1A)-C(21A)-C(22A)-C(27A)	3.2(15)
C(21A)-C(22A)-C(23A)-C(24A)	1.9(16)
C(27A)-C(22A)-C(23A)-C(24A)	-178.1(10)
C(30A)-N(3A)-C(24A)-C(25A)	175.5(11)
C(29A)-N(3A)-C(24A)-C(25A)	-4.7(16)
C(30A)-N(3A)-C(24A)-C(23A)	-4.7(16)
C(29A)-N(3A)-C(24A)-C(23A)	175.1(9)
C(22A)-C(23A)-C(24A)-C(25A)	-3.7(16)
C(22A)-C(23A)-C(24A)-N(3A)	176.5(10)
N(3A)-C(24A)-C(25A)-C(26A)	-178.4(10)
C(23A)-C(24A)-C(25A)-C(26A)	1.8(16)
C(22A)-C(21A)-C(26A)-C(25A)	-3.8(16)
B(1A)-C(21A)-C(26A)-C(25A)	174.7(11)
C(22A)-C(21A)-C(26A)-C(28A)	-179.5(10)
B(1A)-C(21A)-C(26A)-C(28A)	-1.1(17)
C(24A)-C(25A)-C(26A)-C(21A)	2.0(18)
C(24A)-C(25A)-C(26A)-C(28A)	177.9(10)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.13 Struktur von 12

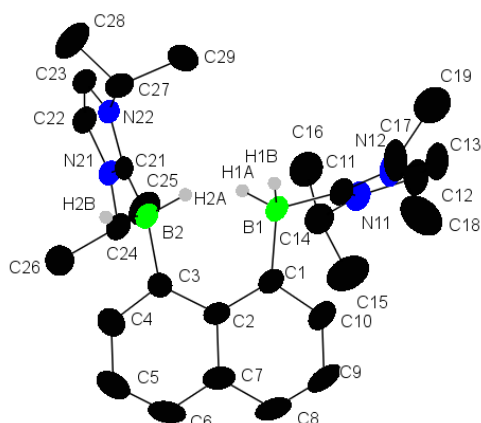


Abbildung A99: Struktur von **12**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2465.

Identification code	wa2465	
Empirical formula	C ₂₈ H ₄₂ B ₂ N ₄	
Formula weight	456.27	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/n	
Unit cell dimensions	a = 11.1648(6) Å	α = 90°.
	b = 14.6132(10) Å	β = 99.810(4)°.
	c = 17.7975(10) Å	γ = 90°.
Volume	2861.3(3) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.059 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.061 mm ⁻¹	
F(000)	992	
Crystal size	0.180 x 0.130 x 0.070 mm ³	
Theta range for data collection	3.347 to 25.631°.	
Index ranges	-13 ≤ h ≤ 12, -17 ≤ k ≤ 17, -21 ≤ l ≤ 21	
Reflections collected	20676	
Independent reflections	5367 [R(int) = 0.0496]	
Completeness to theta = 25.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.656	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	5367 / 0 / 342	
Goodness-of-fit on F ²	1.024	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0558, wR2 = 0.1388	
R indices (all data)	R1 = 0.0768, wR2 = 0.1491	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.247 and -0.210 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2465. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	2187(2)	6431(1)	6097(1)	31(1)
B(2)	3213(2)	5987(1)	7839(1)	28(1)
C(1)	3590(2)	6777(1)	6140(1)	29(1)
C(2)	4579(2)	6619(1)	6773(1)	29(1)
C(3)	4446(2)	6177(1)	7490(1)	30(1)
C(4)	5497(2)	5999(1)	8000(1)	43(1)
C(5)	6670(2)	6251(2)	7894(2)	58(1)
C(6)	6797(2)	6728(2)	7256(2)	56(1)
C(7)	5784(2)	6917(1)	6689(1)	41(1)
C(8)	5978(2)	7403(1)	6030(2)	50(1)
C(9)	5042(2)	7568(1)	5454(1)	48(1)
C(10)	3876(2)	7246(1)	5513(1)	39(1)
N(11)	1444(2)	6086(1)	4618(1)	37(1)
N(12)	616(2)	7282(1)	5013(1)	40(1)
C(11)	1419(2)	6599(1)	5248(1)	33(1)
C(12)	669(2)	6442(1)	4000(1)	47(1)
C(13)	157(2)	7188(1)	4240(1)	48(1)
C(14)	2215(2)	5266(1)	4588(1)	42(1)
C(15)	3068(3)	5409(2)	4015(2)	70(1)
C(16)	1426(2)	4425(2)	4418(2)	55(1)
C(17)	325(2)	8051(1)	5495(1)	52(1)
C(18)	1142(3)	8856(2)	5416(2)	73(1)
C(19)	-1007(3)	8304(2)	5297(2)	66(1)
N(21)	2797(1)	4212(1)	7396(1)	27(1)
N(22)	1560(1)	4814(1)	8056(1)	26(1)
C(21)	2534(2)	5009(1)	7725(1)	24(1)
C(22)	2005(2)	3528(1)	7537(1)	32(1)
C(23)	1226(2)	3903(1)	7945(1)	31(1)
C(24)	3792(2)	4073(1)	6950(1)	32(1)
C(25)	3325(2)	3524(1)	6231(1)	48(1)
C(26)	4870(2)	3619(2)	7446(1)	49(1)
C(27)	925(2)	5497(1)	8456(1)	35(1)
C(28)	404(5)	5078(2)	9097(2)	59(1)
C(29)	-66(3)	5957(2)	7860(2)	46(1)
C(28')	-380(20)	5490(20)	8250(20)	120(15)
C(29')	1310(30)	5183(10)	9401(11)	65(7)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2465.

B(1)-C(11)	1.624(3)
B(1)-C(1)	1.636(3)
B(1)-H(1A)	1.13(2)
B(1)-H(1B)	1.17(2)
B(2)-C(21)	1.614(2)
B(2)-C(3)	1.628(3)
B(2)-H(2A)	1.13(2)

B(2)-H(2B)	1.17(2)
C(1)-C(10)	1.393(3)
C(1)-C(2)	1.455(3)
C(2)-C(7)	1.445(3)
C(2)-C(3)	1.461(3)
C(3)-C(4)	1.380(3)
C(4)-C(5)	1.404(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.361(4)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-C(7)	1.408(3)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.419(3)
C(8)-C(9)	1.355(4)
C(8)-H(8)	0.9500
C(9)-C(10)	1.405(3)
C(9)-H(9)	0.9500
C(10)-H(10)	0.9500
N(11)-C(11)	1.353(2)
N(11)-C(12)	1.380(3)
N(11)-C(14)	1.481(3)
N(12)-C(11)	1.359(3)
N(12)-C(13)	1.389(3)
N(12)-C(17)	1.484(3)
C(12)-C(13)	1.335(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(16)	1.512(3)
C(14)-C(15)	1.524(3)
C(14)-H(14)	1.0000
C(15)-H(15A)	0.9800
C(15)-H(15B)	0.9800
C(15)-H(15C)	0.9800
C(16)-H(16A)	0.9800
C(16)-H(16B)	0.9800
C(16)-H(16C)	0.9800
C(17)-C(18)	1.509(4)
C(17)-C(19)	1.515(4)
C(17)-H(17)	1.0000
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
N(21)-C(21)	1.359(2)
N(21)-C(22)	1.386(2)
N(21)-C(24)	1.484(2)
N(22)-C(21)	1.353(2)
N(22)-C(23)	1.387(2)
N(22)-C(27)	1.476(2)

C(22)-C(23)	1.340(3)
C(22)-H(22)	0.9500
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(26)	1.518(3)
C(24)-C(25)	1.525(3)
C(24)-H(24)	1.0000
C(25)-H(25A)	0.9800
C(25)-H(25B)	0.9800
C(25)-H(25C)	0.9800
C(26)-H(26A)	0.9800
C(26)-H(26B)	0.9800
C(26)-H(26C)	0.9800
C(27)-C(28')	1.44(2)
C(27)-C(28)	1.498(3)
C(27)-C(29)	1.549(4)
C(27)-C(29')	1.727(19)
C(27)-H(27)	1.0000
C(27)-H(27')	1.0000
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
C(28')-H(28D)	0.9800
C(28')-H(28E)	0.9800
C(28')-H(28F)	0.9800
C(29')-H(29D)	0.9800
C(29')-H(29E)	0.9800
C(29')-H(29F)	0.9800
C(11)-B(1)-C(1)	110.25(15)
C(11)-B(1)-H(1A)	105.1(11)
C(1)-B(1)-H(1A)	111.8(11)
C(11)-B(1)-H(1B)	105.6(11)
C(1)-B(1)-H(1B)	112.6(11)
H(1A)-B(1)-H(1B)	111.0(15)
C(21)-B(2)-C(3)	120.82(14)
C(21)-B(2)-H(2A)	107.0(11)
C(3)-B(2)-H(2A)	113.0(11)
C(21)-B(2)-H(2B)	101.2(11)
C(3)-B(2)-H(2B)	105.8(11)
H(2A)-B(2)-H(2B)	107.6(15)
C(10)-C(1)-C(2)	116.82(17)
C(10)-C(1)-B(1)	117.59(17)
C(2)-C(1)-B(1)	125.57(15)
C(7)-C(2)-C(1)	118.01(17)
C(7)-C(2)-C(3)	117.23(18)
C(1)-C(2)-C(3)	124.76(16)
C(4)-C(3)-C(2)	117.18(17)
C(4)-C(3)-B(2)	113.37(16)

C(2)-C(3)-B(2)	128.82(16)
C(3)-C(4)-C(5)	124.7(2)
C(3)-C(4)-H(4)	117.6
C(5)-C(4)-H(4)	117.6
C(6)-C(5)-C(4)	118.6(2)
C(6)-C(5)-H(5)	120.7
C(4)-C(5)-H(5)	120.7
C(5)-C(6)-C(7)	120.9(2)
C(5)-C(6)-H(6)	119.6
C(7)-C(6)-H(6)	119.6
C(6)-C(7)-C(8)	118.2(2)
C(6)-C(7)-C(2)	121.0(2)
C(8)-C(7)-C(2)	120.7(2)
C(9)-C(8)-C(7)	120.5(2)
C(9)-C(8)-H(8)	119.7
C(7)-C(8)-H(8)	119.7
C(8)-C(9)-C(10)	119.25(19)
C(8)-C(9)-H(9)	120.4
C(10)-C(9)-H(9)	120.4
C(1)-C(10)-C(9)	124.5(2)
C(1)-C(10)-H(10)	117.7
C(9)-C(10)-H(10)	117.7
C(11)-N(11)-C(12)	110.63(17)
C(11)-N(11)-C(14)	124.86(16)
C(12)-N(11)-C(14)	124.50(16)
C(11)-N(12)-C(13)	110.16(16)
C(11)-N(12)-C(17)	125.15(16)
C(13)-N(12)-C(17)	124.58(17)
N(11)-C(11)-N(12)	104.93(16)
N(11)-C(11)-B(1)	127.22(17)
N(12)-C(11)-B(1)	127.85(16)
C(13)-C(12)-N(11)	107.27(17)
C(13)-C(12)-H(12)	126.4
N(11)-C(12)-H(12)	126.4
C(12)-C(13)-N(12)	107.00(19)
C(12)-C(13)-H(13)	126.5
N(12)-C(13)-H(13)	126.5
N(11)-C(14)-C(16)	109.99(18)
N(11)-C(14)-C(15)	110.23(18)
C(16)-C(14)-C(15)	112.70(19)
N(11)-C(14)-H(14)	107.9
C(16)-C(14)-H(14)	107.9
C(15)-C(14)-H(14)	107.9
C(14)-C(15)-H(15A)	109.5
C(14)-C(15)-H(15B)	109.5
H(15A)-C(15)-H(15B)	109.5
C(14)-C(15)-H(15C)	109.5
H(15A)-C(15)-H(15C)	109.5
H(15B)-C(15)-H(15C)	109.5
C(14)-C(16)-H(16A)	109.5
C(14)-C(16)-H(16B)	109.5

H(16A)-C(16)-H(16B)	109.5
C(14)-C(16)-H(16C)	109.5
H(16A)-C(16)-H(16C)	109.5
H(16B)-C(16)-H(16C)	109.5
N(12)-C(17)-C(18)	110.0(2)
N(12)-C(17)-C(19)	110.7(2)
C(18)-C(17)-C(19)	111.90(19)
N(12)-C(17)-H(17)	108.0
C(18)-C(17)-H(17)	108.0
C(19)-C(17)-H(17)	108.0
C(17)-C(18)-H(18A)	109.5
C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(17)-C(19)-H(19A)	109.5
C(17)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(17)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(21)-N(21)-C(22)	110.37(14)
C(21)-N(21)-C(24)	125.74(14)
C(22)-N(21)-C(24)	123.89(14)
C(21)-N(22)-C(23)	110.90(14)
C(21)-N(22)-C(27)	123.72(13)
C(23)-N(22)-C(27)	125.35(15)
N(22)-C(21)-N(21)	104.81(13)
N(22)-C(21)-B(2)	121.79(14)
N(21)-C(21)-B(2)	133.04(15)
C(23)-C(22)-N(21)	107.29(15)
C(23)-C(22)-H(22)	126.4
N(21)-C(22)-H(22)	126.4
C(22)-C(23)-N(22)	106.62(15)
C(22)-C(23)-H(23)	126.7
N(22)-C(23)-H(23)	126.7
N(21)-C(24)-C(26)	109.88(15)
N(21)-C(24)-C(25)	109.93(17)
C(26)-C(24)-C(25)	112.48(17)
N(21)-C(24)-H(24)	108.1
C(26)-C(24)-H(24)	108.1
C(25)-C(24)-H(24)	108.1
C(24)-C(25)-H(25A)	109.5
C(24)-C(25)-H(25B)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25B)	109.5
C(24)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25B)-C(25)-H(25C)	109.5
C(24)-C(26)-H(26A)	109.5
C(24)-C(26)-H(26B)	109.5

H(26A)-C(26)-H(26B)	109.5
C(24)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26A)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26B)-C(26)-H(26C)	109.5
C(28')-C(27)-N(22)	114.7(9)
N(22)-C(27)-C(28)	111.83(18)
N(22)-C(27)-C(29)	108.04(17)
C(28)-C(27)-C(29)	112.0(3)
C(28')-C(27)-C(29')	108.8(17)
N(22)-C(27)-C(29')	103.2(5)
N(22)-C(27)-H(27)	108.3
C(28)-C(27)-H(27)	108.3
C(29)-C(27)-H(27)	108.3
C(28')-C(27)-H(27')	110.0
N(22)-C(27)-H(27')	110.0
C(29')-C(27)-H(27')	110.0
C(27)-C(28)-H(28A)	109.5
C(27)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(27)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(27)-C(29)-H(29A)	109.5
C(27)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(27)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5
C(27)-C(28')-H(28D)	109.5
C(27)-C(28')-H(28E)	109.5
H(28D)-C(28')-H(28E)	109.5
C(27)-C(28')-H(28F)	109.5
H(28D)-C(28')-H(28F)	109.5
H(28E)-C(28')-H(28F)	109.5
C(27)-C(29')-H(29D)	109.5
C(27)-C(29')-H(29E)	109.5
H(29D)-C(29')-H(29E)	109.5
C(27)-C(29')-H(29F)	109.5
H(29D)-C(29')-H(29F)	109.5
H(29E)-C(29')-H(29F)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2465. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	39(1)	30(1)	25(1)	2(1)	6(1)	-5(1)
B(2)	38(1)	22(1)	25(1)	-2(1)	8(1)	-2(1)
C(1)	39(1)	20(1)	32(1)	-4(1)	15(1)	-1(1)
C(2)	31(1)	19(1)	40(1)	-5(1)	15(1)	0(1)
C(3)	32(1)	21(1)	35(1)	-5(1)	5(1)	1(1)
C(4)	39(1)	44(1)	45(1)	0(1)	2(1)	3(1)
C(5)	32(1)	67(2)	70(2)	0(1)	-2(1)	6(1)
C(6)	27(1)	57(1)	88(2)	-5(1)	16(1)	-2(1)
C(7)	35(1)	29(1)	64(1)	-5(1)	23(1)	1(1)
C(8)	44(1)	37(1)	77(2)	0(1)	38(1)	-3(1)
C(9)	64(2)	32(1)	59(1)	2(1)	42(1)	-5(1)
C(10)	55(1)	28(1)	37(1)	-1(1)	18(1)	-4(1)
N(11)	51(1)	32(1)	28(1)	-2(1)	5(1)	-6(1)
N(12)	59(1)	30(1)	26(1)	1(1)	1(1)	2(1)
C(11)	45(1)	26(1)	29(1)	0(1)	6(1)	-7(1)
C(12)	71(2)	44(1)	24(1)	-1(1)	-4(1)	-6(1)
C(13)	72(2)	41(1)	27(1)	3(1)	-4(1)	2(1)
C(14)	54(1)	37(1)	37(1)	-7(1)	12(1)	-2(1)
C(15)	87(2)	56(1)	78(2)	-15(1)	44(2)	-8(1)
C(16)	70(2)	35(1)	59(1)	-7(1)	10(1)	-7(1)
C(17)	86(2)	36(1)	30(1)	-2(1)	0(1)	18(1)
C(18)	67(2)	45(1)	98(2)	-32(1)	-13(2)	5(1)
C(19)	78(2)	56(1)	71(2)	-2(1)	28(2)	4(1)
N(21)	35(1)	20(1)	28(1)	0(1)	8(1)	2(1)
N(22)	30(1)	21(1)	28(1)	1(1)	7(1)	2(1)
C(21)	28(1)	21(1)	21(1)	2(1)	3(1)	3(1)
C(22)	43(1)	19(1)	33(1)	0(1)	8(1)	-2(1)
C(23)	36(1)	21(1)	36(1)	2(1)	8(1)	-3(1)
C(24)	43(1)	25(1)	32(1)	-1(1)	16(1)	4(1)
C(25)	72(2)	38(1)	38(1)	-8(1)	22(1)	-3(1)
C(26)	47(1)	51(1)	53(1)	6(1)	21(1)	18(1)
C(27)	39(1)	26(1)	46(1)	-3(1)	19(1)	2(1)
C(28)	89(4)	44(2)	58(2)	5(1)	49(2)	7(2)
C(29)	33(2)	40(2)	65(2)	0(1)	11(1)	9(1)
C(28')	57(12)	130(20)	170(30)	-60(20)	3(15)	46(14)
C(29')	105(17)	37(7)	65(10)	-2(6)	54(12)	22(9)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2465.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	2135(19)	5667(14)	6196(12)	38(5)
H(1B)	1670(20)	6836(14)	6510(12)	43(6)
H(2A)	2500(20)	6529(14)	7676(12)	40(5)
H(2B)	3500(20)	6008(15)	8502(13)	50(6)

H(4)	5421	5684	8457	52
H(5)	7361	6091	8260	69
H(6)	7579	6936	7191	68
H(8)	6770	7614	5993	59
H(9)	5173	7897	5015	57
H(10)	3239	7356	5096	46
H(12)	526	6200	3497	57
H(13)	-413	7580	3941	58
H(14)	2725	5185	5103	51
H(15A)	3572	4863	4001	105
H(15B)	2588	5517	3508	105
H(15C)	3590	5939	4167	105
H(16A)	1943	3886	4400	82
H(16B)	933	4343	4819	82
H(16C)	891	4501	3925	82
H(17)	490	7846	6039	62
H(18A)	944	9361	5737	109
H(18B)	1992	8676	5579	109
H(18C)	1019	9054	4883	109
H(19A)	-1181	8813	5621	99
H(19B)	-1196	8489	4761	99
H(19C)	-1506	7775	5382	99
H(22)	2012	2909	7375	38
H(23)	573	3603	8123	37
H(24)	4057	4687	6793	39
H(25A)	3986	3435	5939	72
H(25B)	3031	2927	6372	72
H(25C)	2658	3858	5918	72
H(26A)	5523	3529	7149	73
H(26B)	5162	4010	7887	73
H(26C)	4620	3025	7623	73
H(27)	1525	5976	8673	42
H(27')	1242	6124	8378	42
H(28A)	-9	5551	9348	89
H(28B)	-180	4600	8896	89
H(28C)	1060	4809	9467	89
H(29A)	-500	6415	8114	69
H(29B)	317	6256	7469	69
H(29C)	-640	5493	7622	69
H(28D)	-728	5957	8539	181
H(28E)	-608	5609	7702	181
H(28F)	-688	4884	8366	181
H(29D)	2201	5188	9548	97
H(29E)	957	5616	9720	97
H(29F)	1007	4566	9471	97

Table 6. Torsion angles [°] for wa2465.

C(11)-B(1)-C(1)-C(10)	7.6(2)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-170.89(15)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-3.0(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	175.55(16)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	177.17(15)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-4.3(3)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	-6.1(2)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	173.71(16)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	164.10(16)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-16.0(3)
C(21)-B(2)-C(3)-C(4)	-93.0(2)
C(21)-B(2)-C(3)-C(2)	96.5(2)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	3.2(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-168.6(2)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	2.0(4)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-3.9(4)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	-178.9(2)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	0.7(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-175.41(18)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	4.5(3)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	4.1(2)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-176.04(16)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	177.2(2)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-2.4(3)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-0.5(3)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	0.2(3)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-178.43(17)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	1.6(3)
C(12)-N(11)-C(11)-N(12)	-0.1(2)
C(14)-N(11)-C(11)-N(12)	178.73(17)
C(12)-N(11)-C(11)-B(1)	-179.98(19)
C(14)-N(11)-C(11)-B(1)	-1.2(3)
C(13)-N(12)-C(11)-N(11)	-0.3(2)
C(17)-N(12)-C(11)-N(11)	-176.71(19)
C(13)-N(12)-C(11)-B(1)	179.62(19)
C(17)-N(12)-C(11)-B(1)	3.2(3)
C(1)-B(1)-C(11)-N(11)	78.1(2)
C(1)-B(1)-C(11)-N(12)	-101.8(2)
C(11)-N(11)-C(12)-C(13)	0.4(3)
C(14)-N(11)-C(12)-C(13)	-178.39(19)
N(11)-C(12)-C(13)-N(12)	-0.6(3)
C(11)-N(12)-C(13)-C(12)	0.6(3)
C(17)-N(12)-C(13)-C(12)	177.0(2)
C(11)-N(11)-C(14)-C(16)	115.1(2)
C(12)-N(11)-C(14)-C(16)	-66.3(3)
C(11)-N(11)-C(14)-C(15)	-120.0(2)
C(12)-N(11)-C(14)-C(15)	58.6(3)
C(11)-N(12)-C(17)-C(18)	92.0(2)
C(13)-N(12)-C(17)-C(18)	-83.9(3)

C(11)-N(12)-C(17)-C(19)	-143.9(2)
C(13)-N(12)-C(17)-C(19)	40.3(3)
C(23)-N(22)-C(21)-N(21)	0.78(18)
C(27)-N(22)-C(21)-N(21)	-177.22(15)
C(23)-N(22)-C(21)-B(2)	-173.21(15)
C(27)-N(22)-C(21)-B(2)	8.8(2)
C(22)-N(21)-C(21)-N(22)	-1.18(18)
C(24)-N(21)-C(21)-N(22)	179.23(15)
C(22)-N(21)-C(21)-B(2)	171.83(17)
C(24)-N(21)-C(21)-B(2)	-7.8(3)
C(3)-B(2)-C(21)-N(22)	175.11(15)
C(3)-B(2)-C(21)-N(21)	3.1(3)
C(21)-N(21)-C(22)-C(23)	1.2(2)
C(24)-N(21)-C(22)-C(23)	-179.24(16)
N(21)-C(22)-C(23)-N(22)	-0.6(2)
C(21)-N(22)-C(23)-C(22)	-0.1(2)
C(27)-N(22)-C(23)-C(22)	177.86(16)
C(21)-N(21)-C(24)-C(26)	100.1(2)
C(22)-N(21)-C(24)-C(26)	-79.5(2)
C(21)-N(21)-C(24)-C(25)	-135.63(17)
C(22)-N(21)-C(24)-C(25)	44.8(2)
C(21)-N(22)-C(27)-C(28')	133(2)
C(23)-N(22)-C(27)-C(28')	-45(2)
C(21)-N(22)-C(27)-C(28)	-148.4(3)
C(23)-N(22)-C(27)-C(28)	33.9(3)
C(21)-N(22)-C(27)-C(29)	87.9(2)
C(23)-N(22)-C(27)-C(29)	-89.8(2)
C(21)-N(22)-C(27)-C(29')	-109.2(10)
C(23)-N(22)-C(27)-C(29')	73.1(10)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.14 Struktur von 19

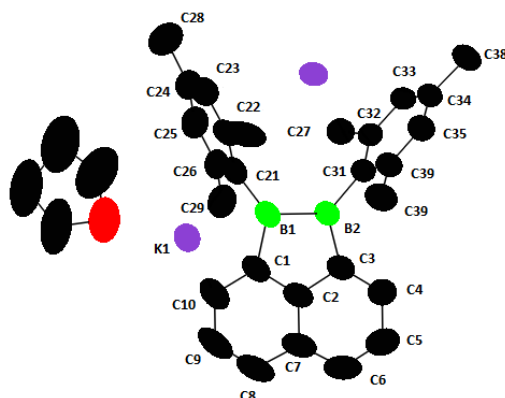


Abbildung A100: Struktur von 19.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2683.

Identification code	wa2683	
Empirical formula	C ₃₂ H ₃₈ B ₂ K ₂ O	
Formula weight	538.44	
Temperature	220(2) K	
Wavelength	1.54186 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/n	
Unit cell dimensions	a = 13.5914(3) Å	$\alpha = 90^\circ$.
	b = 12.2647(2) Å	$\beta = 96.548(2)^\circ$.
	c = 18.8661(4) Å	$\gamma = 90^\circ$.
Volume	3124.36(11) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.145 Mg/m ³	
Absorption coefficient	2.828 mm ⁻¹	
F(000)	1144	
Crystal size	0.339 x 0.252 x 0.205 mm ³	
Theta range for data collection	4.248 to 74.862°.	
Index ranges	-16 ≤ h ≤ 16, -14 ≤ k ≤ 7, -23 ≤ l ≤ 23	
Reflections collected	32209	
Independent reflections	6292 [R(int) = 0.0308]	
Completeness to theta = 68.000°	99.8 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.319	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	6292 / 113 / 376	
Goodness-of-fit on F ²	1.040	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0450, wR2 = 0.1233	
R indices (all data)	R1 = 0.0600, wR2 = 0.1348	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.201 and -0.244 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2683. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
K(1)	953(1)	5853(1)	4411(1)	65(1)
K(2)	2730(1)	6863(1)	7467(1)	68(1)
B(1)	1791(2)	4672(2)	5809(1)	62(1)
B(2)	1796(2)	3885(2)	6638(1)	55(1)
C(1)	1532(2)	3651(2)	5268(1)	66(1)
C(2)	974(2)	2860(2)	5595(1)	61(1)
C(3)	942(2)	3015(2)	6352(1)	58(1)
C(4)	279(2)	2369(2)	6662(1)	67(1)
C(5)	-291(2)	1557(2)	6268(2)	80(1)
C(6)	-185(2)	1355(2)	5574(2)	83(1)
C(7)	462(2)	1992(2)	5215(1)	72(1)
C(8)	633(3)	1850(2)	4493(2)	91(1)
C(9)	1234(3)	2544(3)	4190(1)	96(1)
C(10)	1679(2)	3452(2)	4558(1)	85(1)
C(21)	2720(2)	5471(2)	5773(1)	66(1)
C(22)	2641(2)	6613(2)	5888(1)	73(1)
C(23)	3471(3)	7284(2)	5971(1)	86(1)
C(24)	4420(3)	6901(2)	5943(2)	94(1)
C(25)	4507(3)	5781(2)	5809(2)	90(1)
C(26)	3692(2)	5094(2)	5720(1)	76(1)
C(27)	1647(2)	7146(2)	5965(2)	98(1)
C(28)	5330(3)	7635(3)	6058(2)	132(2)
C(29)	3894(2)	3901(2)	5596(2)	87(1)
C(31)	1825(2)	4464(2)	7409(1)	52(1)
C(32)	2726(2)	4549(2)	7876(1)	53(1)
C(33)	2742(2)	5014(2)	8557(1)	56(1)
C(34)	1900(2)	5423(2)	8810(1)	60(1)
C(35)	1036(2)	5407(2)	8347(1)	62(1)
C(36)	984(2)	4952(2)	7666(1)	58(1)
C(37)	3714(2)	4226(2)	7644(1)	65(1)
C(38)	1924(2)	5867(2)	9558(1)	80(1)
C(39)	11(2)	5026(2)	7196(1)	73(1)
O(41)	2401(2)	6246(3)	3609(2)	144(1)
C(42)	2402(12)	6727(18)	2905(7)	198(6)
C(43)	3213(18)	7450(20)	2858(8)	228(7)
C(44)	3291(16)	8044(13)	3615(11)	243(8)
C(45)	3083(5)	6992(7)	3914(4)	226(3)
C(42')	2770(6)	5587(10)	3044(5)	185(4)
C(43')	3615(7)	6104(11)	2833(6)	215(5)
C(44')	3670(8)	7234(13)	3263(7)	213(5)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2683.

K(1)-O(41)	2.660(2)
K(1)-C(2)#1	3.057(2)
K(1)-C(10)	3.108(3)
K(1)-B(1)	3.110(2)

K(1)-C(3)#1	3.1275(19)
K(1)-C(1)	3.200(2)
K(1)-C(4)#1	3.299(2)
K(1)-C(39)#1	3.340(2)
K(1)-C(21)	3.344(2)
K(1)-C(7)#1	3.390(2)
K(1)-C(45)	3.440(6)
K(1)-C(5)#1	3.503(3)
K(1)-H(1)	2.68(2)
K(2)-C(32)	2.9416(19)
K(2)-C(22)	2.983(2)
K(2)-B(2)#2	3.028(2)
K(2)-C(3)#2	3.0506(19)
K(2)-C(33)	3.0612(19)
K(2)-C(4)#2	3.064(2)
K(2)-C(23)	3.146(3)
K(2)-C(31)	3.187(2)
K(2)-C(31)#2	3.2498(19)
K(2)-C(36)	3.386(2)
K(2)-C(34)	3.387(2)
K(2)-C(32)#2	3.400(2)
B(1)-C(21)	1.606(4)
B(1)-C(1)	1.629(3)
B(1)-B(2)	1.837(3)
B(1)-H(1)	1.17(2)
B(2)-C(31)	1.616(3)
B(2)-C(3)	1.623(3)
B(2)-H(2)	1.17(2)
C(1)-C(10)	1.397(3)
C(1)-C(2)	1.416(3)
C(2)-C(7)	1.421(3)
C(2)-C(3)	1.445(3)
C(3)-C(4)	1.381(3)
C(4)-C(5)	1.418(3)
C(4)-H(4)	0.9400
C(5)-C(6)	1.357(4)
C(5)-H(5)	0.9400
C(6)-C(7)	1.406(4)
C(6)-H(6)	0.9400
C(7)-C(8)	1.418(4)
C(8)-C(9)	1.351(5)
C(8)-H(8)	0.9400
C(9)-C(10)	1.412(4)
C(9)-H(9)	0.9400
C(10)-H(10)	0.9400
C(21)-C(26)	1.414(4)
C(21)-C(22)	1.423(3)
C(22)-C(23)	1.390(4)
C(22)-C(27)	1.523(4)
C(23)-C(24)	1.380(4)
C(23)-H(23)	0.9400

C(24)-C(25)	1.405(4)
C(24)-C(28)	1.524(4)
C(25)-C(26)	1.387(4)
C(25)-H(25)	0.9400
C(26)-C(29)	1.511(3)
C(27)-H(27A)	0.9700
C(27)-H(27B)	0.9700
C(27)-H(27C)	0.9700
C(28)-H(28A)	0.9700
C(28)-H(28B)	0.9700
C(28)-H(28C)	0.9700
C(29)-H(29A)	0.9700
C(29)-H(29B)	0.9700
C(29)-H(29C)	0.9700
C(31)-C(36)	1.423(3)
C(31)-C(32)	1.428(3)
C(32)-C(33)	1.404(3)
C(32)-C(37)	1.513(3)
C(33)-C(34)	1.383(3)
C(33)-H(33)	0.9400
C(34)-C(35)	1.382(3)
C(34)-C(38)	1.510(3)
C(35)-C(36)	1.395(3)
C(35)-H(35)	0.9400
C(36)-C(39)	1.509(3)
C(37)-H(37A)	0.9700
C(37)-H(37B)	0.9700
C(37)-H(37C)	0.9700
C(38)-H(38A)	0.9700
C(38)-H(38B)	0.9700
C(38)-H(38C)	0.9700
C(39)-H(39A)	0.9700
C(39)-H(39B)	0.9700
C(39)-H(39C)	0.9700
O(41)-C(45)	1.381(6)
O(41)-C(42)	1.455(11)
O(41)-C(42')	1.470(8)
C(42)-C(43)	1.425(14)
C(42)-H(42A)	0.9800
C(42)-H(42B)	0.9800
C(43)-C(44)	1.60(2)
C(43)-H(43A)	0.9800
C(43)-H(43B)	0.9800
C(44)-C(45)	1.449(13)
C(44)-H(44A)	0.9800
C(44)-H(44B)	0.9800
C(45)-C(44')	1.566(10)
C(45)-H(45A)	0.9800
C(45)-H(45B)	0.9800
C(45)-H(45C)	0.9800
C(45)-H(45D)	0.9800

C(42')-C(43')	1.409(10)
C(42')-H(42C)	0.9800
C(42')-H(42D)	0.9800
C(43')-C(44')	1.603(18)
C(43')-H(43C)	0.9800
C(43')-H(43D)	0.9800
C(44')-H(44C)	0.9800
C(44')-H(44D)	0.9800
O(41)-K(1)-C(2)#1	126.42(9)
O(41)-K(1)-C(10)	88.54(10)
C(2)#1-K(1)-C(10)	138.83(8)
O(41)-K(1)-B(1)	110.08(9)
C(2)#1-K(1)-B(1)	118.34(7)
C(10)-K(1)-B(1)	53.19(6)
O(41)-K(1)-C(3)#1	106.39(8)
C(2)#1-K(1)-C(3)#1	26.99(5)
C(10)-K(1)-C(3)#1	134.26(7)
B(1)-K(1)-C(3)#1	143.10(7)
O(41)-K(1)-C(1)	106.55(9)
C(2)#1-K(1)-C(1)	126.81(6)
C(10)-K(1)-C(1)	25.54(6)
B(1)-K(1)-C(1)	29.88(6)
C(3)#1-K(1)-C(1)	138.52(7)
O(41)-K(1)-C(4)#1	83.56(8)
C(2)#1-K(1)-C(4)#1	44.09(6)
C(10)-K(1)-C(4)#1	144.58(6)
B(1)-K(1)-C(4)#1	160.01(7)
C(3)#1-K(1)-C(4)#1	24.62(6)
C(1)-K(1)-C(4)#1	161.17(6)
O(41)-K(1)-C(39)#1	77.39(9)
C(2)#1-K(1)-C(39)#1	85.19(6)
C(10)-K(1)-C(39)#1	82.13(6)
B(1)-K(1)-C(39)#1	133.41(7)
C(3)#1-K(1)-C(39)#1	60.59(5)
C(1)-K(1)-C(39)#1	103.56(6)
C(4)#1-K(1)-C(39)#1	62.46(6)
O(41)-K(1)-C(21)	87.07(8)
C(2)#1-K(1)-C(21)	127.97(6)
C(10)-K(1)-C(21)	66.77(6)
B(1)-K(1)-C(21)	28.52(7)
C(3)#1-K(1)-C(21)	153.78(6)
C(1)-K(1)-C(21)	51.67(6)
C(4)#1-K(1)-C(21)	146.49(6)
C(39)#1-K(1)-C(21)	145.58(6)
O(41)-K(1)-C(7)#1	116.84(10)
C(2)#1-K(1)-C(7)#1	24.77(6)
C(10)-K(1)-C(7)#1	154.40(8)
B(1)-K(1)-C(7)#1	110.37(6)
C(3)#1-K(1)-C(7)#1	45.01(5)
C(1)-K(1)-C(7)#1	131.72(6)

C(4)#1-K(1)-C(7)#1	49.64(6)
C(39)#1-K(1)-C(7)#1	105.53(6)
C(21)-K(1)-C(7)#1	108.90(5)
O(41)-K(1)-C(45)	21.71(14)
C(2)#1-K(1)-C(45)	122.46(14)
C(10)-K(1)-C(45)	98.08(15)
B(1)-K(1)-C(45)	100.46(13)
C(3)#1-K(1)-C(45)	111.67(13)
C(1)-K(1)-C(45)	108.30(14)
C(4)#1-K(1)-C(45)	87.04(13)
C(39)#1-K(1)-C(45)	98.00(13)
C(21)-K(1)-C(45)	73.31(12)
C(7)#1-K(1)-C(45)	104.80(15)
O(41)-K(1)-C(5)#1	78.68(10)
C(2)#1-K(1)-C(5)#1	49.17(7)
C(10)-K(1)-C(5)#1	163.20(7)
B(1)-K(1)-C(5)#1	141.85(7)
C(3)#1-K(1)-C(5)#1	42.77(6)
C(1)-K(1)-C(5)#1	171.14(6)
C(4)#1-K(1)-C(5)#1	23.82(6)
C(39)#1-K(1)-C(5)#1	84.44(6)
C(21)-K(1)-C(5)#1	122.68(6)
C(7)#1-K(1)-C(5)#1	40.65(7)
C(45)-K(1)-C(5)#1	73.83(14)
O(41)-K(1)-H(1)	129.8(5)
C(2)#1-K(1)-H(1)	96.7(5)
C(10)-K(1)-H(1)	68.5(5)
B(1)-K(1)-H(1)	21.7(5)
C(3)#1-K(1)-H(1)	121.8(5)
C(1)-K(1)-H(1)	43.0(5)
C(4)#1-K(1)-H(1)	139.5(5)
C(39)#1-K(1)-H(1)	137.2(5)
C(21)-K(1)-H(1)	43.2(5)
C(7)#1-K(1)-H(1)	90.9(5)
C(45)-K(1)-H(1)	115.9(5)
C(5)#1-K(1)-H(1)	128.2(5)
C(32)-K(2)-C(22)	99.32(6)
C(32)-K(2)-B(2)#2	130.58(6)
C(22)-K(2)-B(2)#2	128.53(7)
C(32)-K(2)-C(3)#2	105.91(5)
C(22)-K(2)-C(3)#2	136.94(7)
B(2)#2-K(2)-C(3)#2	30.97(6)
C(32)-K(2)-C(33)	26.96(5)
C(22)-K(2)-C(33)	126.27(6)
B(2)#2-K(2)-C(33)	104.33(6)
C(3)#2-K(2)-C(33)	83.97(5)
C(32)-K(2)-C(4)#2	94.75(6)
C(22)-K(2)-C(4)#2	119.27(8)
B(2)#2-K(2)-C(4)#2	54.32(7)
C(3)#2-K(2)-C(4)#2	26.10(6)
C(33)-K(2)-C(4)#2	81.56(6)

C(32)-K(2)-C(23)	113.86(7)
C(22)-K(2)-C(23)	26.05(7)
B(2)#2-K(2)-C(23)	107.25(7)
C(3)#2-K(2)-C(23)	110.89(7)
C(33)-K(2)-C(23)	138.35(7)
C(4)#2-K(2)-C(23)	95.42(8)
C(32)-K(2)-C(31)	26.56(5)
C(22)-K(2)-C(31)	84.23(6)
B(2)#2-K(2)-C(31)	146.31(6)
C(3)#2-K(2)-C(31)	130.29(5)
C(33)-K(2)-C(31)	46.45(5)
C(4)#2-K(2)-C(31)	121.27(6)
C(23)-K(2)-C(31)	106.43(6)
C(32)-K(2)-C(31)#2	159.08(5)
C(22)-K(2)-C(31)#2	99.12(6)
B(2)#2-K(2)-C(31)#2	29.56(5)
C(3)#2-K(2)-C(31)#2	53.35(5)
C(33)-K(2)-C(31)#2	133.81(5)
C(4)#2-K(2)-C(31)#2	67.50(6)
C(23)-K(2)-C(31)#2	80.06(6)
C(31)-K(2)-C(31)#2	167.61(3)
C(32)-K(2)-C(36)	44.01(5)
C(22)-K(2)-C(36)	95.19(6)
B(2)#2-K(2)-C(36)	127.73(6)
C(3)#2-K(2)-C(36)	127.10(5)
C(33)-K(2)-C(36)	50.41(5)
C(4)#2-K(2)-C(36)	131.90(6)
C(23)-K(2)-C(36)	120.87(6)
C(31)-K(2)-C(36)	24.78(5)
C(31)#2-K(2)-C(36)	142.95(5)
C(32)-K(2)-C(34)	44.72(5)
C(22)-K(2)-C(34)	135.62(6)
B(2)#2-K(2)-C(34)	94.44(6)
C(3)#2-K(2)-C(34)	85.10(5)
C(33)-K(2)-C(34)	24.10(6)
C(4)#2-K(2)-C(34)	93.07(6)
C(23)-K(2)-C(34)	157.70(6)
C(31)-K(2)-C(34)	51.95(5)
C(31)#2-K(2)-C(34)	122.22(5)
C(36)-K(2)-C(34)	42.15(5)
C(32)-K(2)-C(32)#2	168.20(2)
C(22)-K(2)-C(32)#2	85.62(6)
B(2)#2-K(2)-C(32)#2	48.34(5)
C(3)#2-K(2)-C(32)#2	76.71(5)
C(33)-K(2)-C(32)#2	146.37(5)
C(4)#2-K(2)-C(32)#2	92.10(6)
C(23)-K(2)-C(32)#2	74.93(6)
C(31)-K(2)-C(32)#2	145.78(5)
C(31)#2-K(2)-C(32)#2	24.66(5)
C(36)-K(2)-C(32)#2	125.21(5)
C(34)-K(2)-C(32)#2	125.35(5)

C(21)-B(1)-C(1)	123.9(2)
C(21)-B(1)-B(2)	115.51(18)
C(1)-B(1)-B(2)	96.26(16)
C(21)-B(1)-K(1)	83.88(12)
C(1)-B(1)-K(1)	78.12(11)
B(2)-B(1)-K(1)	158.77(17)
C(21)-B(1)-H(1)	111.3(12)
C(1)-B(1)-H(1)	103.1(12)
B(2)-B(1)-H(1)	104.2(12)
K(1)-B(1)-H(1)	58.2(12)
C(31)-B(2)-C(3)	122.12(19)
C(31)-B(2)-B(1)	122.23(17)
C(3)-B(2)-B(1)	97.43(16)
C(31)-B(2)-K(2)#3	82.84(11)
C(3)-B(2)-K(2)#3	75.28(10)
B(1)-B(2)-K(2)#3	152.25(14)
C(31)-B(2)-H(2)	107.1(10)
C(3)-B(2)-H(2)	101.9(10)
B(1)-B(2)-H(2)	103.0(10)
K(2)#3-B(2)-H(2)	54.2(10)
C(10)-C(1)-C(2)	116.1(2)
C(10)-C(1)-B(1)	133.7(2)
C(2)-C(1)-B(1)	109.99(18)
C(10)-C(1)-K(1)	73.57(13)
C(2)-C(1)-K(1)	133.30(15)
B(1)-C(1)-K(1)	72.01(11)
C(1)-C(2)-C(7)	123.3(2)
C(1)-C(2)-C(3)	114.71(19)
C(7)-C(2)-C(3)	122.0(2)
C(1)-C(2)-K(1)#1	98.37(13)
C(7)-C(2)-K(1)#1	90.86(14)
C(3)-C(2)-K(1)#1	79.23(12)
C(4)-C(3)-C(2)	116.0(2)
C(4)-C(3)-B(2)	135.47(19)
C(2)-C(3)-B(2)	108.33(19)
C(4)-C(3)-K(2)#3	77.51(12)
C(2)-C(3)-K(2)#3	125.33(13)
B(2)-C(3)-K(2)#3	73.76(10)
C(4)-C(3)-K(1)#1	84.67(13)
C(2)-C(3)-K(1)#1	73.78(11)
B(2)-C(3)-K(1)#1	112.43(12)
K(2)#3-C(3)-K(1)#1	158.29(8)
C(3)-C(4)-C(5)	121.6(2)
C(3)-C(4)-K(2)#3	76.40(12)
C(5)-C(4)-K(2)#3	122.34(16)
C(3)-C(4)-K(1)#1	70.70(12)
C(5)-C(4)-K(1)#1	86.18(14)
K(2)#3-C(4)-K(1)#1	144.88(8)
C(3)-C(4)-H(4)	119.2
C(5)-C(4)-H(4)	119.2
K(2)#3-C(4)-H(4)	72.1

K(1)#1-C(4)-H(4)	114.0
C(6)-C(5)-C(4)	121.5(3)
C(6)-C(5)-K(1)#1	82.16(16)
C(4)-C(5)-K(1)#1	69.99(13)
C(6)-C(5)-H(5)	119.2
C(4)-C(5)-H(5)	119.2
K(1)#1-C(5)-H(5)	119.3
C(5)-C(6)-C(7)	120.3(2)
C(5)-C(6)-H(6)	119.8
C(7)-C(6)-H(6)	119.8
C(6)-C(7)-C(8)	125.0(2)
C(6)-C(7)-C(2)	118.0(2)
C(8)-C(7)-C(2)	116.9(3)
C(6)-C(7)-K(1)#1	86.08(16)
C(8)-C(7)-K(1)#1	117.04(16)
C(2)-C(7)-K(1)#1	64.36(12)
C(9)-C(8)-C(7)	120.1(3)
C(9)-C(8)-H(8)	119.9
C(7)-C(8)-H(8)	119.9
C(8)-C(9)-C(10)	122.3(3)
C(8)-C(9)-H(9)	118.8
C(10)-C(9)-H(9)	118.8
C(1)-C(10)-C(9)	120.6(3)
C(1)-C(10)-K(1)	80.90(14)
C(9)-C(10)-K(1)	126.12(18)
C(1)-C(10)-H(10)	119.7
C(9)-C(10)-H(10)	119.7
K(1)-C(10)-H(10)	64.2
C(26)-C(21)-C(22)	114.9(2)
C(26)-C(21)-B(1)	123.3(2)
C(22)-C(21)-B(1)	121.4(2)
C(26)-C(21)-K(1)	125.89(15)
C(22)-C(21)-K(1)	85.37(14)
B(1)-C(21)-K(1)	67.60(11)
C(23)-C(22)-C(21)	121.7(3)
C(23)-C(22)-C(27)	116.9(2)
C(21)-C(22)-C(27)	121.3(3)
C(23)-C(22)-K(2)	83.51(14)
C(21)-C(22)-K(2)	104.97(13)
C(27)-C(22)-K(2)	78.25(14)
C(23)-C(22)-K(1)	133.73(16)
C(21)-C(22)-K(1)	70.92(13)
C(27)-C(22)-K(1)	71.59(13)
K(2)-C(22)-K(1)	139.89(10)
C(24)-C(23)-C(22)	123.0(3)
C(24)-C(23)-K(2)	111.97(19)
C(22)-C(23)-K(2)	70.44(14)
C(24)-C(23)-H(23)	118.5
C(22)-C(23)-H(23)	118.5
K(2)-C(23)-H(23)	87.6
C(23)-C(24)-C(25)	115.9(3)

C(23)-C(24)-C(28)	122.8(3)
C(25)-C(24)-C(28)	121.3(3)
C(26)-C(25)-C(24)	122.3(3)
C(26)-C(25)-H(25)	118.9
C(24)-C(25)-H(25)	118.9
C(25)-C(26)-C(21)	122.1(2)
C(25)-C(26)-C(29)	116.8(3)
C(21)-C(26)-C(29)	121.0(2)
C(22)-C(27)-H(27A)	109.5
C(22)-C(27)-H(27B)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27B)	109.5
C(22)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27A)-C(27)-H(27C)	109.5
H(27B)-C(27)-H(27C)	109.5
C(24)-C(28)-H(28A)	109.5
C(24)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(24)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(26)-C(29)-H(29A)	109.5
C(26)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(26)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5
C(36)-C(31)-C(32)	115.12(17)
C(36)-C(31)-B(2)	123.58(18)
C(32)-C(31)-B(2)	121.27(18)
C(36)-C(31)-K(2)	85.49(12)
C(32)-C(31)-K(2)	67.11(10)
B(2)-C(31)-K(2)	113.95(12)
C(36)-C(31)-K(2)#3	122.61(13)
C(32)-C(31)-K(2)#3	83.58(11)
B(2)-C(31)-K(2)#3	67.60(10)
K(2)-C(31)-K(2)#3	146.72(7)
C(33)-C(32)-C(31)	121.15(19)
C(33)-C(32)-C(37)	116.72(18)
C(31)-C(32)-C(37)	121.97(18)
C(33)-C(32)-K(2)	81.27(11)
C(31)-C(32)-K(2)	86.33(11)
C(37)-C(32)-K(2)	98.50(13)
C(33)-C(32)-K(2)#3	123.43(13)
C(31)-C(32)-K(2)#3	71.76(11)
C(37)-C(32)-K(2)#3	80.80(12)
K(2)-C(32)-K(2)#3	152.95(7)
C(34)-C(33)-C(32)	122.41(19)
C(34)-C(33)-K(2)	91.25(12)
C(32)-C(33)-K(2)	71.77(11)
C(34)-C(33)-H(33)	118.8
C(32)-C(33)-H(33)	118.8

K(2)-C(33)-H(33)	107.6
C(35)-C(34)-C(33)	116.93(18)
C(35)-C(34)-C(38)	121.5(2)
C(33)-C(34)-C(38)	121.6(2)
C(35)-C(34)-K(2)	82.25(13)
C(33)-C(34)-K(2)	64.65(11)
C(38)-C(34)-K(2)	122.57(15)
C(34)-C(35)-C(36)	122.6(2)
C(34)-C(35)-K(2)	74.59(13)
C(36)-C(35)-K(2)	74.50(13)
C(34)-C(35)-H(35)	118.7
C(36)-C(35)-H(35)	118.7
K(2)-C(35)-H(35)	123.7
C(35)-C(36)-C(31)	121.53(19)
C(35)-C(36)-C(39)	117.8(2)
C(31)-C(36)-C(39)	120.61(18)
C(35)-C(36)-K(2)	82.11(13)
C(31)-C(36)-K(2)	69.74(11)
C(39)-C(36)-K(2)	118.16(15)
C(32)-C(37)-H(37A)	109.5
C(32)-C(37)-H(37B)	109.5
H(37A)-C(37)-H(37B)	109.5
C(32)-C(37)-H(37C)	109.5
H(37A)-C(37)-H(37C)	109.5
H(37B)-C(37)-H(37C)	109.5
C(34)-C(38)-H(38A)	109.5
C(34)-C(38)-H(38B)	109.5
H(38A)-C(38)-H(38B)	109.5
C(34)-C(38)-H(38C)	109.5
H(38A)-C(38)-H(38C)	109.5
H(38B)-C(38)-H(38C)	109.5
C(36)-C(39)-H(39A)	109.5
C(36)-C(39)-H(39B)	109.5
H(39A)-C(39)-H(39B)	109.5
C(36)-C(39)-H(39C)	109.5
H(39A)-C(39)-H(39C)	109.5
H(39B)-C(39)-H(39C)	109.5
C(45)-O(41)-C(42)	92.4(7)
C(45)-O(41)-C(42')	113.5(5)
C(45)-O(41)-K(1)	112.9(3)
C(42)-O(41)-K(1)	132.1(7)
C(42')-O(41)-K(1)	130.4(4)
C(43)-C(42)-O(41)	113.0(11)
C(43)-C(42)-H(42A)	109.0
O(41)-C(42)-H(42A)	109.0
C(43)-C(42)-H(42B)	109.0
O(41)-C(42)-H(42B)	109.0
H(42A)-C(42)-H(42B)	107.8
C(42)-C(43)-C(44)	101.6(13)
C(42)-C(43)-H(43A)	111.5
C(44)-C(43)-H(43A)	111.5

C(42)-C(43)-H(43B)	111.5
C(44)-C(43)-H(43B)	111.5
H(43A)-C(43)-H(43B)	109.3
C(45)-C(44)-C(43)	86.9(10)
C(45)-C(44)-H(44A)	114.2
C(43)-C(44)-H(44A)	114.2
C(45)-C(44)-H(44B)	114.2
C(43)-C(44)-H(44B)	114.2
H(44A)-C(44)-H(44B)	111.3
O(41)-C(45)-C(44)	125.4(10)
O(41)-C(45)-C(44')	100.2(7)
O(41)-C(45)-K(1)	45.4(2)
C(44)-C(45)-K(1)	132.4(10)
C(44')-C(45)-K(1)	144.1(6)
O(41)-C(45)-H(45A)	106.0
C(44)-C(45)-H(45A)	106.0
K(1)-C(45)-H(45A)	121.6
O(41)-C(45)-H(45B)	106.0
C(44)-C(45)-H(45B)	106.0
K(1)-C(45)-H(45B)	60.8
H(45A)-C(45)-H(45B)	106.3
O(41)-C(45)-H(45C)	111.7
C(44')-C(45)-H(45C)	111.7
K(1)-C(45)-H(45C)	94.2
O(41)-C(45)-H(45D)	111.7
C(44')-C(45)-H(45D)	111.7
K(1)-C(45)-H(45D)	80.2
H(45C)-C(45)-H(45D)	109.5
C(43')-C(42')-O(41)	108.3(8)
C(43')-C(42')-H(42C)	110.0
O(41)-C(42')-H(42C)	110.0
C(43')-C(42')-H(42D)	110.0
O(41)-C(42')-H(42D)	110.0
H(42C)-C(42')-H(42D)	108.4
C(42')-C(43')-C(44')	103.8(8)
C(42')-C(43')-H(43C)	111.0
C(44')-C(43')-H(43C)	111.0
C(42')-C(43')-H(43D)	111.0
C(44')-C(43')-H(43D)	111.0
H(43C)-C(43')-H(43D)	109.0
C(45)-C(44')-C(43')	103.5(7)
C(45)-C(44')-H(44C)	111.1
C(43')-C(44')-H(44C)	111.1
C(45)-C(44')-H(44D)	111.1
C(43')-C(44')-H(44D)	111.1
H(44C)-C(44')-H(44D)	109.0

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x,-y+1,-z+1 #2 -x+1/2,y+1/2,-z+3/2 #3 -x+1/2,y-1/2,-z+3/2

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2683. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
K(1)	72(1)	67(1)	56(1)	8(1)	0(1)	4(1)
K(2)	93(1)	48(1)	59(1)	0(1)	-10(1)	-5(1)
B(1)	95(2)	45(1)	44(1)	1(1)	4(1)	10(1)
B(2)	70(1)	46(1)	46(1)	1(1)	0(1)	5(1)
C(1)	97(2)	50(1)	46(1)	-3(1)	-5(1)	17(1)
C(2)	78(1)	46(1)	55(1)	-5(1)	-11(1)	15(1)
C(3)	71(1)	46(1)	52(1)	0(1)	-10(1)	12(1)
C(4)	75(1)	56(1)	68(1)	5(1)	-4(1)	2(1)
C(5)	74(2)	60(1)	100(2)	4(1)	-12(1)	-2(1)
C(6)	86(2)	56(1)	97(2)	-11(1)	-28(2)	3(1)
C(7)	88(2)	53(1)	69(1)	-12(1)	-24(1)	18(1)
C(8)	128(2)	68(2)	68(2)	-21(1)	-30(2)	23(2)
C(9)	159(3)	74(2)	50(1)	-14(1)	-11(2)	33(2)
C(10)	140(2)	61(1)	51(1)	-2(1)	4(1)	23(2)
C(21)	106(2)	49(1)	45(1)	1(1)	11(1)	7(1)
C(22)	118(2)	52(1)	48(1)	-4(1)	0(1)	3(1)
C(23)	138(3)	56(1)	68(1)	-8(1)	25(2)	-7(2)
C(24)	136(3)	73(2)	80(2)	-13(1)	45(2)	-27(2)
C(25)	115(2)	74(2)	87(2)	-9(1)	46(2)	-10(2)
C(26)	110(2)	56(1)	66(1)	1(1)	34(1)	-5(1)
C(27)	127(2)	57(2)	96(2)	-23(1)	-42(2)	26(2)
C(28)	156(3)	106(3)	150(3)	-42(2)	81(3)	-49(2)
C(29)	111(2)	59(2)	99(2)	-2(1)	47(2)	6(1)
C(31)	67(1)	39(1)	48(1)	1(1)	0(1)	0(1)
C(32)	66(1)	39(1)	52(1)	3(1)	0(1)	-1(1)
C(33)	72(1)	44(1)	49(1)	3(1)	-6(1)	-6(1)
C(34)	84(2)	46(1)	49(1)	-4(1)	5(1)	-5(1)
C(35)	73(1)	52(1)	63(1)	-7(1)	10(1)	6(1)
C(36)	69(1)	50(1)	54(1)	-2(1)	0(1)	3(1)
C(37)	68(1)	64(1)	64(1)	-1(1)	2(1)	-1(1)
C(38)	110(2)	74(2)	57(1)	-18(1)	9(1)	-7(1)
C(39)	71(1)	71(2)	74(1)	-10(1)	-5(1)	13(1)
O(41)	98(2)	225(3)	113(2)	34(2)	24(2)	-27(2)
C(42)	158(10)	286(13)	160(9)	77(10)	56(8)	-33(10)
C(43)	241(14)	289(15)	162(12)	90(12)	56(11)	-55(13)
C(44)	219(14)	300(17)	231(14)	23(14)	122(11)	-58(13)
C(45)	167(5)	285(8)	225(7)	67(6)	18(5)	-91(5)
C(42')	136(6)	278(12)	153(7)	-8(7)	70(5)	-2(7)
C(43')	162(7)	303(12)	196(8)	89(9)	89(6)	5(8)
C(44')	142(7)	249(10)	254(11)	130(9)	43(7)	-44(8)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2683.

	x	y	z	U(eq)
H(1)	1049(17)	5160(20)	5766(13)	73(7)
H(2)	2515(15)	3358(18)	6648(11)	57(6)
H(4)	203	2468	7147	80
H(5)	-752	1150	6493	95
H(6)	-546	787	5331	99
H(8)	327	1272	4224	109
H(9)	1360	2418	3717	116
H(10)	2078	3927	4324	102
H(23)	3381	8033	6049	103
H(25)	5139	5487	5778	108
H(27A)	1753	7883	6143	147
H(27B)	1302	6727	6297	147
H(27C)	1250	7166	5504	147
H(28A)	5547	7817	5600	198
H(28B)	5858	7255	6348	198
H(28C)	5165	8297	6299	198
H(29A)	4602	3785	5613	130
H(29B)	3571	3684	5133	130
H(29C)	3638	3468	5964	130
H(33)	3347	5048	8853	67
H(35)	461	5715	8496	75
H(37A)	4241	4439	8008	98
H(37B)	3804	4590	7199	98
H(37C)	3732	3443	7576	98
H(38A)	1321	6274	9600	120
H(38B)	2491	6344	9660	120
H(38C)	1973	5267	9896	120
H(39A)	-286	4307	7142	109
H(39B)	125	5305	6731	109
H(39C)	-432	5513	7412	109
H(42A)	2427	6143	2553	238
H(42B)	1781	7128	2784	238
H(43A)	3072	7971	2465	274
H(43B)	3821	7050	2795	274
H(44A)	3951	8331	3778	291
H(44B)	2776	8593	3656	291
H(45A)	3719	6606	3984	272
H(45B)	2899	7140	4392	272
H(45C)	3511	6676	4315	272
H(45D)	2762	7648	4074	272
H(42C)	2940	4853	3223	222
H(42D)	2258	5523	2637	222
H(43C)	3541	6232	2317	258
H(43D)	4210	5665	2964	258
H(44C)	4357	7434	3423	256
H(44D)	3357	7825	2968	256

Table 6. Torsion angles [°] for wa2683.

C(21)-B(1)-B(2)-C(31)	58.6(3)
C(1)-B(1)-B(2)-C(31)	-169.1(2)
K(1)-B(1)-B(2)-C(31)	-95.9(4)
C(21)-B(1)-B(2)-C(3)	-165.70(19)
C(1)-B(1)-B(2)-C(3)	-33.3(2)
K(1)-B(1)-B(2)-C(3)	39.8(4)
C(21)-B(1)-B(2)-K(2)#3	-93.3(3)
C(1)-B(1)-B(2)-K(2)#3	39.1(4)
K(1)-B(1)-B(2)-K(2)#3	112.2(4)
C(21)-B(1)-C(1)-C(10)	-30.4(4)
B(2)-B(1)-C(1)-C(10)	-156.9(3)
K(1)-B(1)-C(1)-C(10)	43.8(3)
C(21)-B(1)-C(1)-C(2)	155.3(2)
B(2)-B(1)-C(1)-C(2)	28.8(2)
K(1)-B(1)-C(1)-C(2)	-130.48(17)
C(21)-B(1)-C(1)-K(1)	-74.19(19)
B(2)-B(1)-C(1)-K(1)	159.25(16)
C(10)-C(1)-C(2)-C(7)	-9.0(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(7)	166.4(2)
K(1)-C(1)-C(2)-C(7)	82.7(3)
C(10)-C(1)-C(2)-C(3)	172.5(2)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-12.1(3)
K(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-95.8(2)
C(10)-C(1)-C(2)-K(1)#1	-105.6(2)
B(1)-C(1)-C(2)-K(1)#1	69.85(17)
K(1)-C(1)-C(2)-K(1)#1	-13.90(19)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	169.88(19)
C(7)-C(2)-C(3)-C(4)	-8.7(3)
K(1)#1-C(2)-C(3)-C(4)	75.56(17)
C(1)-C(2)-C(3)-B(2)	-14.5(2)
C(7)-C(2)-C(3)-B(2)	166.99(19)
K(1)#1-C(2)-C(3)-B(2)	-108.79(14)
C(1)-C(2)-C(3)-K(2)#3	-97.2(2)
C(7)-C(2)-C(3)-K(2)#3	84.3(2)
K(1)#1-C(2)-C(3)-K(2)#3	168.46(14)
C(1)-C(2)-C(3)-K(1)#1	94.33(17)
C(7)-C(2)-C(3)-K(1)#1	-84.21(19)
C(31)-B(2)-C(3)-C(4)	-19.6(4)
B(1)-B(2)-C(3)-C(4)	-155.4(2)
K(2)#3-B(2)-C(3)-C(4)	51.9(2)
C(31)-B(2)-C(3)-C(2)	165.94(18)
B(1)-B(2)-C(3)-C(2)	30.1(2)
K(2)#3-B(2)-C(3)-C(2)	-122.55(14)
C(31)-B(2)-C(3)-K(2)#3	-71.51(17)
B(1)-B(2)-C(3)-K(2)#3	152.69(14)
C(31)-B(2)-C(3)-K(1)#1	86.40(19)
B(1)-B(2)-C(3)-K(1)#1	-49.40(17)
K(2)#3-B(2)-C(3)-K(1)#1	157.91(10)

C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	3.6(3)
B(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-170.5(2)
K(2)#3-C(3)-C(4)-C(5)	-119.8(2)
K(1)#1-C(3)-C(4)-C(5)	72.7(2)
C(2)-C(3)-C(4)-K(2)#3	123.43(17)
B(2)-C(3)-C(4)-K(2)#3	-50.7(2)
K(1)#1-C(3)-C(4)-K(2)#3	-167.52(6)
C(2)-C(3)-C(4)-K(1)#1	-69.05(15)
B(2)-C(3)-C(4)-K(1)#1	116.8(2)
K(2)#3-C(3)-C(4)-K(1)#1	167.52(6)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	2.3(4)
K(2)#3-C(4)-C(5)-C(6)	-91.3(3)
K(1)#1-C(4)-C(5)-C(6)	66.8(2)
C(3)-C(4)-C(5)-K(1)#1	-64.54(19)
K(2)#3-C(4)-C(5)-K(1)#1	-158.13(18)
C(4)-C(5)-C(6)-C(7)	-3.4(4)
K(1)#1-C(5)-C(6)-C(7)	57.3(2)
C(5)-C(6)-C(7)-C(8)	179.7(2)
C(5)-C(6)-C(7)-C(2)	-1.6(4)
C(5)-C(6)-C(7)-K(1)#1	-59.7(2)
C(1)-C(2)-C(7)-C(6)	-170.7(2)
C(3)-C(2)-C(7)-C(6)	7.8(3)
K(1)#1-C(2)-C(7)-C(6)	-70.1(2)
C(1)-C(2)-C(7)-C(8)	8.2(3)
C(3)-C(2)-C(7)-C(8)	-173.4(2)
K(1)#1-C(2)-C(7)-C(8)	108.8(2)
C(1)-C(2)-C(7)-K(1)#1	-100.6(2)
C(3)-C(2)-C(7)-K(1)#1	77.82(19)
C(6)-C(7)-C(8)-C(9)	176.6(3)
C(2)-C(7)-C(8)-C(9)	-2.1(4)
K(1)#1-C(7)-C(8)-C(9)	71.3(3)
C(7)-C(8)-C(9)-C(10)	-2.7(4)
C(2)-C(1)-C(10)-C(9)	3.9(4)
B(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-170.2(3)
K(1)-C(1)-C(10)-C(9)	-126.8(3)
C(2)-C(1)-C(10)-K(1)	130.67(19)
B(1)-C(1)-C(10)-K(1)	-43.4(3)
C(8)-C(9)-C(10)-C(1)	1.8(4)
C(8)-C(9)-C(10)-K(1)	-100.0(3)
C(1)-B(1)-C(21)-C(26)	-48.0(3)
B(2)-B(1)-C(21)-C(26)	69.8(3)
K(1)-B(1)-C(21)-C(26)	-119.2(2)
C(1)-B(1)-C(21)-C(22)	140.5(2)
B(2)-B(1)-C(21)-C(22)	-101.7(2)
K(1)-B(1)-C(21)-C(22)	69.29(18)
C(1)-B(1)-C(21)-K(1)	71.25(18)
B(2)-B(1)-C(21)-K(1)	-170.97(19)
C(26)-C(21)-C(22)-C(23)	-2.6(3)
B(1)-C(21)-C(22)-C(23)	169.6(2)
K(1)-C(21)-C(22)-C(23)	-130.2(2)
C(26)-C(21)-C(22)-C(27)	-179.4(2)

B(1)-C(21)-C(22)-C(27)	-7.2(3)
K(1)-C(21)-C(22)-C(27)	53.0(2)
C(26)-C(21)-C(22)-K(2)	-94.2(2)
B(1)-C(21)-C(22)-K(2)	78.0(2)
K(1)-C(21)-C(22)-K(2)	138.18(10)
C(26)-C(21)-C(22)-K(1)	127.65(19)
B(1)-C(21)-C(22)-K(1)	-60.19(17)
C(21)-C(22)-C(23)-C(24)	0.4(4)
C(27)-C(22)-C(23)-C(24)	177.3(3)
K(2)-C(22)-C(23)-C(24)	104.1(3)
K(1)-C(22)-C(23)-C(24)	-92.9(3)
C(21)-C(22)-C(23)-K(2)	-103.6(2)
C(27)-C(22)-C(23)-K(2)	73.29(19)
K(1)-C(22)-C(23)-K(2)	163.0(2)
C(22)-C(23)-C(24)-C(25)	1.4(4)
K(2)-C(23)-C(24)-C(25)	81.7(3)
C(22)-C(23)-C(24)-C(28)	-178.0(3)
K(2)-C(23)-C(24)-C(28)	-97.7(3)
C(23)-C(24)-C(25)-C(26)	-0.9(4)
C(28)-C(24)-C(25)-C(26)	178.4(3)
C(24)-C(25)-C(26)-C(21)	-1.4(4)
C(24)-C(25)-C(26)-C(29)	-178.5(3)
C(22)-C(21)-C(26)-C(25)	3.0(3)
B(1)-C(21)-C(26)-C(25)	-169.0(2)
K(1)-C(21)-C(26)-C(25)	106.1(3)
C(22)-C(21)-C(26)-C(29)	-179.9(2)
B(1)-C(21)-C(26)-C(29)	8.1(3)
K(1)-C(21)-C(26)-C(29)	-76.9(3)
C(3)-B(2)-C(31)-C(36)	-47.6(3)
B(1)-B(2)-C(31)-C(36)	77.6(3)
K(2)#3-B(2)-C(31)-C(36)	-115.21(18)
C(3)-B(2)-C(31)-C(32)	134.5(2)
B(1)-B(2)-C(31)-C(32)	-100.3(2)
K(2)#3-B(2)-C(31)-C(32)	66.94(17)
C(3)-B(2)-C(31)-K(2)	-148.67(14)
B(1)-B(2)-C(31)-K(2)	-23.5(3)
K(2)#3-B(2)-C(31)-K(2)	143.74(8)
C(3)-B(2)-C(31)-K(2)#3	67.59(16)
B(1)-B(2)-C(31)-K(2)#3	-167.2(2)
C(36)-C(31)-C(32)-C(33)	4.5(3)
B(2)-C(31)-C(32)-C(33)	-177.47(18)
K(2)-C(31)-C(32)-C(33)	77.51(17)
K(2)#3-C(31)-C(32)-C(33)	-118.60(17)
C(36)-C(31)-C(32)-C(37)	-170.74(18)
B(2)-C(31)-C(32)-C(37)	7.3(3)
K(2)-C(31)-C(32)-C(37)	-97.74(18)
K(2)#3-C(31)-C(32)-C(37)	66.16(18)
C(36)-C(31)-C(32)-K(2)	-73.00(16)
B(2)-C(31)-C(32)-K(2)	105.02(17)
K(2)#3-C(31)-C(32)-K(2)	163.90(5)
C(36)-C(31)-C(32)-K(2)#3	123.10(17)

B(2)-C(31)-C(32)-K(2)#3	-58.87(16)
K(2)-C(31)-C(32)-K(2)#3	-163.90(5)
C(31)-C(32)-C(33)-C(34)	-0.8(3)
C(37)-C(32)-C(33)-C(34)	174.69(19)
K(2)-C(32)-C(33)-C(34)	79.52(18)
K(2)#3-C(32)-C(33)-C(34)	-88.5(2)
C(31)-C(32)-C(33)-K(2)	-80.31(17)
C(37)-C(32)-C(33)-K(2)	95.18(17)
K(2)#3-C(32)-C(33)-K(2)	-168.06(13)
C(32)-C(33)-C(34)-C(35)	-3.2(3)
K(2)-C(33)-C(34)-C(35)	65.91(19)
C(32)-C(33)-C(34)-C(38)	176.8(2)
K(2)-C(33)-C(34)-C(38)	-114.1(2)
C(32)-C(33)-C(34)-K(2)	-69.09(17)
C(33)-C(34)-C(35)-C(36)	3.3(3)
C(38)-C(34)-C(35)-C(36)	-176.7(2)
K(2)-C(34)-C(35)-C(36)	59.6(2)
C(33)-C(34)-C(35)-K(2)	-56.37(17)
C(38)-C(34)-C(35)-K(2)	123.6(2)
C(34)-C(35)-C(36)-C(31)	0.6(3)
K(2)-C(35)-C(36)-C(31)	60.31(18)
C(34)-C(35)-C(36)-C(39)	-177.4(2)
K(2)-C(35)-C(36)-C(39)	-117.7(2)
C(34)-C(35)-C(36)-K(2)	-59.7(2)
C(32)-C(31)-C(36)-C(35)	-4.4(3)
B(2)-C(31)-C(36)-C(35)	177.6(2)
K(2)-C(31)-C(36)-C(35)	-66.5(2)
K(2)#3-C(31)-C(36)-C(35)	94.4(2)
C(32)-C(31)-C(36)-C(39)	173.6(2)
B(2)-C(31)-C(36)-C(39)	-4.4(3)
K(2)-C(31)-C(36)-C(39)	111.5(2)
K(2)#3-C(31)-C(36)-C(39)	-87.6(2)
C(32)-C(31)-C(36)-K(2)	62.09(15)
B(2)-C(31)-C(36)-K(2)	-115.88(18)
K(2)#3-C(31)-C(36)-K(2)	160.92(12)
C(45)-O(41)-C(42)-C(43)	15(2)
K(1)-O(41)-C(42)-C(43)	138.9(15)
O(41)-C(42)-C(43)-C(44)	-39(2)
C(42)-C(43)-C(44)-C(45)	39.7(19)
C(42)-O(41)-C(45)-C(44)	20.7(14)
K(1)-O(41)-C(45)-C(44)	-117.5(11)
C(42')-O(41)-C(45)-C(44')	30.3(9)
K(1)-O(41)-C(45)-C(44')	-168.0(6)
C(42)-O(41)-C(45)-K(1)	138.2(10)
C(42')-O(41)-C(45)-K(1)	-161.7(7)
C(43)-C(44)-C(45)-O(41)	-40.7(17)
C(43)-C(44)-C(45)-K(1)	-99.6(13)
C(45)-O(41)-C(42')-C(43')	-16.4(11)
K(1)-O(41)-C(42')-C(43')	-174.1(6)
O(41)-C(42')-C(43')-C(44')	-6.2(13)
O(41)-C(45)-C(44')-C(43')	-31.6(10)

K(1)-C(45)-C(44')-C(43')	-46.2(16)
C(42')-C(43')-C(44')-C(45)	23.3(12)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 $-x, -y+1, -z+1$ #2 $-x+1/2, y+1/2, -z+3/2$ #3 $-x+1/2, y-1/2, -z+3/2$

7.4.15 Struktur von 13

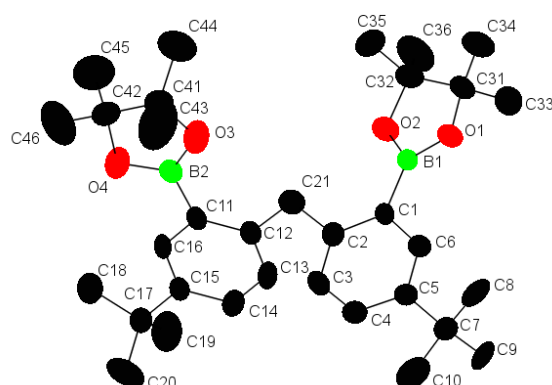


Abbildung A101: Struktur von 13.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2501.

Identification code	wa2501	
Empirical formula	C ₃₃ H ₅₀ B ₂ O ₄	
Formula weight	532.35	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 21/c	
Unit cell dimensions	a = 10.5203(9) Å	α = 90°.
	b = 15.2605(18) Å	β = 92.045(7)°.
	c = 20.2784(17) Å	γ = 90°.
Volume	3253.5(5) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.087 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.068 mm ⁻¹	
F(000)	1160	
Crystal size	0.260 x 0.260 x 0.240 mm ³	
Theta range for data collection	3.342 to 25.617°.	
Index ranges	-11 ≤ h ≤ 12, -16 ≤ k ≤ 18, -24 ≤ l ≤ 24	
Reflections collected	12266	
Independent reflections	6061 [R(int) = 0.0399]	
Completeness to theta = 25.000°	99.2 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.562	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	6061 / 36 / 380	
Goodness-of-fit on F ²	1.156	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0934, wR2 = 0.2244	
R indices (all data)	R1 = 0.1397, wR2 = 0.2439	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.483 and -0.252 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2501. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	6562(4)	8113(2)	5514(2)	31(1)
B(2)	8290(4)	4406(3)	5707(2)	36(1)
O(1)	5835(3)	8711(2)	5183(1)	47(1)
O(2)	7658(3)	7924(2)	5192(1)	49(1)
O(3)	7458(3)	4698(2)	5241(2)	70(1)
O(4)	8603(3)	3554(2)	5610(2)	62(1)
C(1)	6130(3)	7658(2)	6154(2)	30(1)
C(2)	6585(4)	6862(2)	6421(2)	40(1)
C(3)	6046(4)	6533(2)	6992(2)	43(1)
C(4)	5093(4)	6984(2)	7304(2)	42(1)
C(5)	4627(4)	7771(2)	7071(2)	35(1)
C(6)	5146(3)	8084(2)	6501(2)	34(1)
C(7)	3613(4)	8277(2)	7442(2)	43(1)
C(8)	2630(30)	8620(30)	6948(12)	61(9)
C(9)	4380(30)	9028(19)	7826(19)	57(8)
C(10)	3030(50)	7630(20)	7950(20)	78(11)
C(8')	3038(8)	9058(6)	7056(4)	53(2)
C(9')	4262(10)	8676(9)	8079(5)	81(3)
C(10')	2521(10)	7668(5)	7626(8)	80(3)
C(11)	8828(3)	4930(2)	6325(2)	34(1)
C(12)	8459(4)	5782(2)	6493(2)	42(1)
C(13)	9026(4)	6160(3)	7055(2)	51(1)
C(14)	9935(4)	5732(2)	7444(2)	45(1)
C(15)	10335(3)	4890(2)	7280(2)	33(1)
C(16)	9764(3)	4512(2)	6719(2)	32(1)
C(17)	11332(4)	4406(2)	7717(2)	40(1)
C(18)	11923(5)	3641(3)	7345(2)	63(1)
C(19)	12419(5)	5019(3)	7922(3)	77(2)
C(20)	10689(5)	4038(4)	8324(2)	78(2)
C(21)	7552(5)	6325(3)	6069(2)	66(2)
C(31)	6567(4)	9037(3)	4631(2)	48(1)
C(32)	7544(5)	8308(3)	4535(2)	55(1)
C(33)	7121(6)	9907(3)	4836(2)	67(1)
C(34)	5631(5)	9153(4)	4047(2)	67(1)
C(35)	7051(7)	7564(4)	4091(2)	84(2)
C(36)	8846(6)	8623(4)	4333(3)	94(2)
C(41)	7105(4)	4007(3)	4791(2)	51(1)
C(42)	8089(4)	3277(3)	4972(2)	46(1)
C(43)	5781(6)	3774(5)	4982(4)	112(3)
C(44)	7095(9)	4313(5)	4093(3)	126(3)
C(45)	9192(6)	3253(5)	4523(3)	97(2)
C(46)	7536(7)	2382(4)	5045(4)	99(2)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2501.

B(1)-O(1)	1.353(5)
B(1)-O(2)	1.376(5)

B(1)-C(1)	1.554(5)
B(2)-O(3)	1.341(5)
B(2)-O(4)	1.356(5)
B(2)-C(11)	1.576(6)
O(1)-C(31)	1.468(5)
O(2)-C(32)	1.457(5)
O(3)-C(41)	1.435(5)
O(4)-C(42)	1.449(5)
C(1)-C(2)	1.407(5)
C(1)-C(6)	1.429(5)
C(2)-C(3)	1.401(5)
C(2)-C(21)	1.506(5)
C(3)-C(4)	1.387(5)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.375(5)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.380(5)
C(5)-C(7)	1.535(5)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.51(3)
C(7)-C(10')	1.534(9)
C(7)-C(8')	1.539(7)
C(7)-C(9')	1.563(9)
C(7)-C(9)	1.59(3)
C(7)-C(10)	1.57(3)
C(8)-H(8A)	0.9800
C(8)-H(8B)	0.9800
C(8)-H(8C)	0.9800
C(9)-H(9A)	0.9800
C(9)-H(9B)	0.9800
C(9)-H(9C)	0.9800
C(10)-H(10A)	0.9800
C(10)-H(10B)	0.9800
C(10)-H(10C)	0.9800
C(8')-H(8'1)	0.9800
C(8')-H(8'2)	0.9800
C(8')-H(8'3)	0.9800
C(9')-H(9'1)	0.9800
C(9')-H(9'2)	0.9800
C(9')-H(9'3)	0.9800
C(10')-H(10D)	0.9800
C(10')-H(10E)	0.9800
C(10')-H(10F)	0.9800
C(11)-C(16)	1.400(5)
C(11)-C(12)	1.403(5)
C(12)-C(13)	1.393(6)
C(12)-C(21)	1.508(6)
C(13)-C(14)	1.381(6)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.396(5)
C(14)-H(14)	0.9500

C(15)-C(16)	1.393(5)
C(15)-C(17)	1.538(5)
C(16)-H(16)	0.9500
C(17)-C(19)	1.524(6)
C(17)-C(18)	1.533(5)
C(17)-C(20)	1.531(6)
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(20)-H(20A)	0.9800
C(20)-H(20B)	0.9800
C(20)-H(20C)	0.9800
C(21)-H(21A)	0.9900
C(21)-H(21B)	0.9900
C(31)-C(33)	1.504(6)
C(31)-C(34)	1.524(6)
C(31)-C(32)	1.532(6)
C(32)-C(36)	1.521(7)
C(32)-C(35)	1.528(7)
C(33)-H(33A)	0.9800
C(33)-H(33B)	0.9800
C(33)-H(33C)	0.9800
C(34)-H(34A)	0.9800
C(34)-H(34B)	0.9800
C(34)-H(34C)	0.9800
C(35)-H(35A)	0.9800
C(35)-H(35B)	0.9800
C(35)-H(35C)	0.9800
C(36)-H(36A)	0.9800
C(36)-H(36B)	0.9800
C(36)-H(36C)	0.9800
C(41)-C(44)	1.490(7)
C(41)-C(43)	1.502(8)
C(41)-C(42)	1.555(6)
C(42)-C(46)	1.494(7)
C(42)-C(45)	1.500(6)
C(43)-H(43A)	0.9800
C(43)-H(43B)	0.9800
C(43)-H(43C)	0.9800
C(44)-H(44A)	0.9800
C(44)-H(44B)	0.9800
C(44)-H(44C)	0.9800
C(45)-H(45A)	0.9800
C(45)-H(45B)	0.9800
C(45)-H(45C)	0.9800
C(46)-H(46A)	0.9800
C(46)-H(46B)	0.9800
C(46)-H(46C)	0.9800

O(1)-B(1)-O(2)	112.0(3)
O(1)-B(1)-C(1)	122.6(3)
O(2)-B(1)-C(1)	125.3(3)
O(3)-B(2)-O(4)	111.9(4)
O(3)-B(2)-C(11)	126.7(3)
O(4)-B(2)-C(11)	121.3(3)
B(1)-O(1)-C(31)	107.7(3)
B(1)-O(2)-C(32)	107.9(3)
B(2)-O(3)-C(41)	110.5(3)
B(2)-O(4)-C(42)	108.9(3)
C(2)-C(1)-C(6)	116.5(3)
C(2)-C(1)-B(1)	127.0(3)
C(6)-C(1)-B(1)	116.6(3)
C(3)-C(2)-C(1)	119.1(3)
C(3)-C(2)-C(21)	119.7(3)
C(1)-C(2)-C(21)	121.0(3)
C(4)-C(3)-C(2)	121.3(3)
C(4)-C(3)-H(3)	119.4
C(2)-C(3)-H(3)	119.4
C(5)-C(4)-C(3)	122.1(3)
C(5)-C(4)-H(4)	118.9
C(3)-C(4)-H(4)	118.9
C(4)-C(5)-C(6)	116.3(3)
C(4)-C(5)-C(7)	121.1(3)
C(6)-C(5)-C(7)	122.6(3)
C(5)-C(6)-C(1)	124.8(3)
C(5)-C(6)-H(6)	117.6
C(1)-C(6)-H(6)	117.6
C(8)-C(7)-C(5)	108.9(9)
C(10')-C(7)-C(5)	110.8(4)
C(10')-C(7)-C(8)	108.0(5)
C(5)-C(7)-C(8)	114.1(4)
C(10')-C(7)-C(9)	110.1(6)
C(5)-C(7)-C(9)	108.1(4)
C(8')-C(7)-C(9)	105.7(5)
C(8)-C(7)-C(9)	113.5(17)
C(5)-C(7)-C(9)	104.6(12)
C(8)-C(7)-C(10)	112(2)
C(5)-C(7)-C(10)	107.7(14)
C(9)-C(7)-C(10)	109.2(17)
C(7)-C(8)-H(8A)	109.5
C(7)-C(8)-H(8B)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8B)	109.5
C(7)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8B)-C(8)-H(8C)	109.5
C(7)-C(9)-H(9A)	109.5
C(7)-C(9)-H(9B)	109.5
H(9A)-C(9)-H(9B)	109.5
C(7)-C(9)-H(9C)	109.5

H(9A)-C(9)-H(9C)	109.5
H(9B)-C(9)-H(9C)	109.5
C(7)-C(10)-H(10A)	109.5
C(7)-C(10)-H(10B)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10B)	109.5
C(7)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10B)-C(10)-H(10C)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'1)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'2)	109.5
H(8'1)-C(8')-H(8'2)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'3)	109.5
H(8'1)-C(8')-H(8'3)	109.5
H(8'2)-C(8')-H(8'3)	109.5
C(7)-C(9')-H(9'1)	109.5
C(7)-C(9')-H(9'2)	109.5
H(9'1)-C(9')-H(9'2)	109.5
C(7)-C(9')-H(9'3)	109.5
H(9'1)-C(9')-H(9'3)	109.5
H(9'2)-C(9')-H(9'3)	109.5
C(7)-C(10')-H(10D)	109.5
C(7)-C(10')-H(10E)	109.5
H(10D)-C(10')-H(10E)	109.5
C(7)-C(10')-H(10F)	109.5
H(10D)-C(10')-H(10F)	109.5
H(10E)-C(10')-H(10F)	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	118.7(3)
C(16)-C(11)-B(2)	116.6(3)
C(12)-C(11)-B(2)	124.7(3)
C(13)-C(12)-C(11)	117.9(3)
C(13)-C(12)-C(21)	118.9(4)
C(11)-C(12)-C(21)	123.1(4)
C(14)-C(13)-C(12)	122.7(3)
C(14)-C(13)-H(13)	118.7
C(12)-C(13)-H(13)	118.7
C(13)-C(14)-C(15)	120.5(4)
C(13)-C(14)-H(14)	119.8
C(15)-C(14)-H(14)	119.8
C(16)-C(15)-C(14)	116.8(3)
C(16)-C(15)-C(17)	122.4(3)
C(14)-C(15)-C(17)	120.7(3)
C(15)-C(16)-C(11)	123.4(3)
C(15)-C(16)-H(16)	118.3
C(11)-C(16)-H(16)	118.3
C(19)-C(17)-C(18)	106.8(4)
C(19)-C(17)-C(20)	110.8(4)
C(18)-C(17)-C(20)	108.4(4)
C(19)-C(17)-C(15)	110.5(3)
C(18)-C(17)-C(15)	111.3(3)
C(20)-C(17)-C(15)	109.1(3)
C(17)-C(18)-H(18A)	109.5

C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(17)-C(19)-H(19A)	109.5
C(17)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(17)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(17)-C(20)-H(20A)	109.5
C(17)-C(20)-H(20B)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20B)	109.5
C(17)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20B)-C(20)-H(20C)	109.5
C(12)-C(21)-C(2)	117.0(3)
C(12)-C(21)-H(21A)	108.1
C(2)-C(21)-H(21A)	108.1
C(12)-C(21)-H(21B)	108.1
C(2)-C(21)-H(21B)	108.1
H(21A)-C(21)-H(21B)	107.3
O(1)-C(31)-C(33)	107.2(3)
O(1)-C(31)-C(34)	106.9(4)
C(33)-C(31)-C(34)	110.2(4)
O(1)-C(31)-C(32)	102.9(3)
C(33)-C(31)-C(32)	114.9(4)
C(34)-C(31)-C(32)	113.8(4)
O(2)-C(32)-C(36)	109.1(4)
O(2)-C(32)-C(35)	104.8(4)
C(36)-C(32)-C(35)	111.6(4)
O(2)-C(32)-C(31)	102.1(3)
C(36)-C(32)-C(31)	114.7(4)
C(35)-C(32)-C(31)	113.5(4)
C(31)-C(33)-H(33A)	109.5
C(31)-C(33)-H(33B)	109.5
H(33A)-C(33)-H(33B)	109.5
C(31)-C(33)-H(33C)	109.5
H(33A)-C(33)-H(33C)	109.5
H(33B)-C(33)-H(33C)	109.5
C(31)-C(34)-H(34A)	109.5
C(31)-C(34)-H(34B)	109.5
H(34A)-C(34)-H(34B)	109.5
C(31)-C(34)-H(34C)	109.5
H(34A)-C(34)-H(34C)	109.5
H(34B)-C(34)-H(34C)	109.5
C(32)-C(35)-H(35A)	109.5
C(32)-C(35)-H(35B)	109.5
H(35A)-C(35)-H(35B)	109.5
C(32)-C(35)-H(35C)	109.5

H(35A)-C(35)-H(35C)	109.5
H(35B)-C(35)-H(35C)	109.5
C(32)-C(36)-H(36A)	109.5
C(32)-C(36)-H(36B)	109.5
H(36A)-C(36)-H(36B)	109.5
C(32)-C(36)-H(36C)	109.5
H(36A)-C(36)-H(36C)	109.5
H(36B)-C(36)-H(36C)	109.5
O(3)-C(41)-C(44)	111.5(5)
O(3)-C(41)-C(43)	103.4(4)
C(44)-C(41)-C(43)	110.1(6)
O(3)-C(41)-C(42)	102.8(3)
C(44)-C(41)-C(42)	115.5(4)
C(43)-C(41)-C(42)	112.7(4)
O(4)-C(42)-C(46)	108.2(4)
O(4)-C(42)-C(45)	106.1(4)
C(46)-C(42)-C(45)	110.5(5)
O(4)-C(42)-C(41)	103.0(3)
C(46)-C(42)-C(41)	114.8(4)
C(45)-C(42)-C(41)	113.4(4)
C(41)-C(43)-H(43A)	109.5
C(41)-C(43)-H(43B)	109.5
H(43A)-C(43)-H(43B)	109.5
C(41)-C(43)-H(43C)	109.5
H(43A)-C(43)-H(43C)	109.5
H(43B)-C(43)-H(43C)	109.5
C(41)-C(44)-H(44A)	109.5
C(41)-C(44)-H(44B)	109.5
H(44A)-C(44)-H(44B)	109.5
C(41)-C(44)-H(44C)	109.5
H(44A)-C(44)-H(44C)	109.5
H(44B)-C(44)-H(44C)	109.5
C(42)-C(45)-H(45A)	109.5
C(42)-C(45)-H(45B)	109.5
H(45A)-C(45)-H(45B)	109.5
C(42)-C(45)-H(45C)	109.5
H(45A)-C(45)-H(45C)	109.5
H(45B)-C(45)-H(45C)	109.5
C(42)-C(46)-H(46A)	109.5
C(42)-C(46)-H(46B)	109.5
H(46A)-C(46)-H(46B)	109.5
C(42)-C(46)-H(46C)	109.5
H(46A)-C(46)-H(46C)	109.5
H(46B)-C(46)-H(46C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2501. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
B(1)	31(2)	31(2)	30(2)	0(2)	-2(2)	3(2)
B(2)	30(2)	40(2)	37(2)	5(2)	1(2)	4(2)
O(1)	51(2)	52(2)	38(1)	11(1)	10(1)	15(1)
O(2)	48(2)	55(2)	44(2)	12(1)	16(1)	9(1)
O(3)	84(2)	56(2)	67(2)	-15(2)	-43(2)	27(2)
O(4)	73(2)	49(2)	60(2)	-15(1)	-35(2)	18(2)
C(1)	31(2)	27(2)	31(2)	1(1)	-6(1)	2(1)
C(2)	42(2)	40(2)	39(2)	0(2)	-2(2)	12(2)
C(3)	50(2)	39(2)	41(2)	10(2)	0(2)	10(2)
C(4)	44(2)	44(2)	36(2)	2(2)	5(2)	1(2)
C(5)	34(2)	39(2)	31(2)	0(2)	-1(2)	0(2)
C(6)	29(2)	38(2)	33(2)	2(2)	-2(2)	0(2)
C(7)	46(2)	45(2)	38(2)	-1(2)	6(2)	10(2)
C(8)	59(14)	73(16)	51(11)	-24(11)	1(10)	39(12)
C(9)	74(14)	42(12)	54(15)	-23(10)	3(12)	16(11)
C(10)	80(18)	80(16)	77(16)	-14(13)	45(14)	4(14)
C(8')	62(4)	47(4)	50(4)	5(3)	19(3)	21(3)
C(9')	81(6)	107(8)	55(5)	-33(5)	-5(4)	37(6)
C(10')	52(5)	63(4)	129(8)	26(5)	45(5)	5(4)
C(11)	32(2)	31(2)	37(2)	6(2)	-1(2)	6(2)
C(12)	49(2)	39(2)	38(2)	5(2)	1(2)	18(2)
C(13)	68(3)	35(2)	51(2)	-2(2)	-2(2)	22(2)
C(14)	50(2)	37(2)	47(2)	-6(2)	-6(2)	7(2)
C(15)	32(2)	30(2)	37(2)	3(1)	-1(2)	4(1)
C(16)	33(2)	23(2)	40(2)	2(1)	-2(2)	5(1)
C(17)	40(2)	39(2)	41(2)	-2(2)	-11(2)	9(2)
C(18)	69(3)	59(3)	59(3)	-3(2)	-24(2)	31(2)
C(19)	61(3)	66(3)	101(4)	-12(3)	-40(3)	6(3)
C(20)	63(3)	112(4)	57(3)	35(3)	-6(2)	28(3)
C(21)	88(4)	68(3)	43(2)	8(2)	8(2)	46(3)
C(31)	60(3)	46(2)	38(2)	12(2)	5(2)	5(2)
C(32)	61(3)	65(3)	40(2)	9(2)	12(2)	18(2)
C(33)	95(4)	48(2)	60(3)	5(2)	14(3)	-5(3)
C(34)	73(3)	81(3)	46(2)	17(2)	3(2)	13(3)
C(35)	133(6)	69(3)	52(3)	-10(2)	17(3)	25(3)
C(36)	75(4)	110(5)	99(4)	48(4)	48(4)	28(3)
C(41)	47(3)	62(3)	42(2)	-5(2)	-14(2)	3(2)
C(42)	41(2)	58(2)	38(2)	-8(2)	-5(2)	1(2)
C(43)	48(3)	113(5)	173(7)	-37(5)	-17(4)	11(3)
C(44)	190(9)	128(6)	59(3)	17(4)	-18(4)	62(6)
C(45)	71(4)	134(6)	87(4)	3(4)	25(3)	26(4)
C(46)	95(5)	72(4)	125(5)	26(4)	-41(4)	-23(3)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2501.

	x	y	z	U(eq)
H(3)	6339	5990	7169	52
H(4)	4752	6741	7691	50
H(6)	4826	8622	6328	40
H(8A)	1973	8946	7180	91
H(8B)	3034	9014	6636	91
H(8C)	2229	8131	6707	91
H(9A)	5004	8762	8137	85
H(9B)	4826	9392	7509	85
H(9C)	3790	9392	8068	85
H(10A)	3705	7429	8263	118
H(10B)	2380	7941	8199	118
H(10C)	2648	7132	7721	118
H(8'1)	3720	9457	6932	79
H(8'2)	2586	8845	6656	79
H(8'3)	2442	9371	7333	79
H(9'1)	4958	9063	7956	122
H(9'2)	3634	9012	8319	122
H(9'3)	4601	8202	8360	122
H(10D)	1885	8003	7862	120
H(10E)	2126	7417	7224	120
H(10F)	2855	7196	7910	120
H(13)	8778	6735	7176	61
H(14)	10291	6014	7826	54
H(16)	10023	3939	6598	39
H(18A)	11254	3228	7204	94
H(18B)	12348	3865	6957	94
H(18C)	12546	3341	7637	94
H(19A)	12082	5520	8162	116
H(19B)	13036	4704	8207	116
H(19C)	12838	5229	7527	116
H(20A)	9995	3646	8181	116
H(20B)	11314	3711	8596	116
H(20C)	10347	4521	8581	116
H(21A)	7090	5925	5760	79
H(21B)	8062	6727	5801	79
H(33A)	7618	10145	4478	101
H(33B)	6432	10314	4934	101
H(33C)	7675	9830	5231	101
H(34A)	6083	9371	3666	100
H(34B)	5233	8589	3936	100
H(34C)	4973	9576	4162	100
H(35A)	6950	7775	3636	127
H(35B)	7659	7077	4109	127
H(35C)	6227	7362	4243	127
H(36A)	8775	8883	3891	140
H(36B)	9165	9065	4649	140
H(36C)	9436	8127	4330	140

H(43A)	5453	3300	4697	168
H(43B)	5796	3581	5443	168
H(43C)	5230	4289	4929	168
H(44A)	6851	3827	3799	189
H(44B)	6481	4792	4034	189
H(44C)	7945	4521	3987	189
H(45A)	8894	3068	4081	145
H(45B)	9571	3838	4498	145
H(45C)	9830	2837	4696	145
H(46A)	7183	2182	4618	148
H(46B)	8203	1976	5201	148
H(46C)	6860	2401	5365	148

Table 6. Torsion angles [$^{\circ}$] for wa2501.

O(2)-B(1)-O(1)-C(31)	-7.3(4)
C(1)-B(1)-O(1)-C(31)	176.8(3)
O(1)-B(1)-O(2)-C(32)	-11.0(4)
C(1)-B(1)-O(2)-C(32)	164.7(4)
O(4)-B(2)-O(3)-C(41)	2.3(5)
C(11)-B(2)-O(3)-C(41)	-174.6(4)
O(3)-B(2)-O(4)-C(42)	9.2(5)
C(11)-B(2)-O(4)-C(42)	-173.7(3)
O(1)-B(1)-C(1)-C(2)	158.9(4)
O(2)-B(1)-C(1)-C(2)	-16.4(6)
O(1)-B(1)-C(1)-C(6)	-19.7(5)
O(2)-B(1)-C(1)-C(6)	164.9(3)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	1.1(5)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-177.5(4)
C(6)-C(1)-C(2)-C(21)	175.5(4)
B(1)-C(1)-C(2)-C(21)	-3.1(6)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	-1.2(6)
C(21)-C(2)-C(3)-C(4)	-175.7(4)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	0.2(6)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	1.0(6)
C(3)-C(4)-C(5)-C(7)	-177.3(4)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	-1.1(5)
C(7)-C(5)-C(6)-C(1)	177.2(3)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	0.1(5)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	178.9(3)
C(4)-C(5)-C(7)-C(8)	-137(2)
C(6)-C(5)-C(7)-C(8)	45(2)
C(4)-C(5)-C(7)-C(10')	-48.0(8)
C(6)-C(5)-C(7)-C(10')	133.7(7)
C(4)-C(5)-C(7)-C(8')	-170.2(6)
C(6)-C(5)-C(7)-C(8')	11.6(7)
C(4)-C(5)-C(7)-C(9')	72.6(8)
C(6)-C(5)-C(7)-C(9')	-105.6(7)
C(4)-C(5)-C(7)-C(9)	101.3(15)
C(6)-C(5)-C(7)-C(9)	-76.9(15)
C(4)-C(5)-C(7)-C(10)	-15(2)

C(6)-C(5)-C(7)-C(10)	167(2)
O(3)-B(2)-C(11)-C(16)	-175.3(4)
O(4)-B(2)-C(11)-C(16)	8.0(5)
O(3)-B(2)-C(11)-C(12)	3.0(6)
O(4)-B(2)-C(11)-C(12)	-173.6(4)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-1.4(6)
B(2)-C(11)-C(12)-C(13)	-179.8(4)
C(16)-C(11)-C(12)-C(21)	174.1(4)
B(2)-C(11)-C(12)-C(21)	-4.2(6)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	0.5(7)
C(21)-C(12)-C(13)-C(14)	-175.2(4)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.6(7)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-0.8(6)
C(13)-C(14)-C(15)-C(17)	-179.1(4)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-0.2(5)
C(17)-C(15)-C(16)-C(11)	178.1(3)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	1.3(5)
B(2)-C(11)-C(16)-C(15)	179.7(3)
C(16)-C(15)-C(17)-C(19)	137.9(4)
C(14)-C(15)-C(17)-C(19)	-43.9(5)
C(16)-C(15)-C(17)-C(18)	19.5(5)
C(14)-C(15)-C(17)-C(18)	-162.3(4)
C(16)-C(15)-C(17)-C(20)	-100.0(4)
C(14)-C(15)-C(17)-C(20)	78.2(5)
C(13)-C(12)-C(21)-C(2)	-44.7(7)
C(11)-C(12)-C(21)-C(2)	139.8(4)
C(3)-C(2)-C(21)-C(12)	-35.9(7)
C(1)-C(2)-C(21)-C(12)	149.7(4)
B(1)-O(1)-C(31)-C(33)	-100.3(4)
B(1)-O(1)-C(31)-C(34)	141.6(4)
B(1)-O(1)-C(31)-C(32)	21.3(4)
B(1)-O(2)-C(32)-C(36)	145.1(4)
B(1)-O(2)-C(32)-C(35)	-95.3(4)
B(1)-O(2)-C(32)-C(31)	23.3(4)
O(1)-C(31)-C(32)-O(2)	-26.5(4)
C(33)-C(31)-C(32)-O(2)	89.7(4)
C(34)-C(31)-C(32)-O(2)	-141.8(4)
O(1)-C(31)-C(32)-C(36)	-144.4(4)
C(33)-C(31)-C(32)-C(36)	-28.2(6)
C(34)-C(31)-C(32)-C(36)	100.3(5)
O(1)-C(31)-C(32)-C(35)	85.6(4)
C(33)-C(31)-C(32)-C(35)	-158.1(4)
C(34)-C(31)-C(32)-C(35)	-29.6(5)
B(2)-O(3)-C(41)-C(44)	-136.0(5)
B(2)-O(3)-C(41)-C(43)	105.8(5)
B(2)-O(3)-C(41)-C(42)	-11.6(5)
B(2)-O(4)-C(42)-C(46)	-137.5(4)
B(2)-O(4)-C(42)-C(45)	103.8(5)
B(2)-O(4)-C(42)-C(41)	-15.6(4)
O(3)-C(41)-C(42)-O(4)	16.0(4)
C(44)-C(41)-C(42)-O(4)	137.7(5)

C(43)-C(41)-C(42)-O(4)	-94.6(5)
O(3)-C(41)-C(42)-C(46)	133.4(5)
C(44)-C(41)-C(42)-C(46)	-104.9(6)
C(43)-C(41)-C(42)-C(46)	22.8(6)
O(3)-C(41)-C(42)-C(45)	-98.2(5)
C(44)-C(41)-C(42)-C(45)	23.5(7)
C(43)-C(41)-C(42)-C(45)	151.2(5)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.16 Struktur von 14

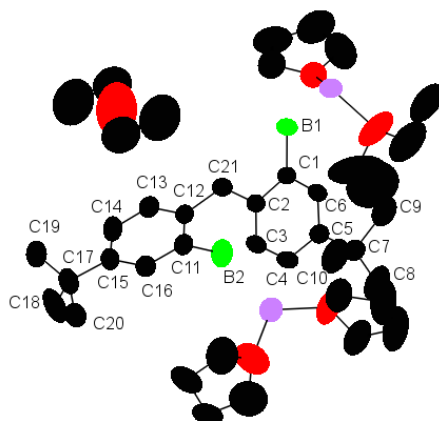


Abbildung A102: Struktur von 14.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2492.		
Identification code	wa2492	
Empirical formula	C ₃₉ H ₇₁ B ₂ Li ₂ O _{4.50}	
Formula weight	647.45	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Triclinic	
Space group	P -1	
Unit cell dimensions	a = 10.5814(11) Å	α = 67.622(7)°.
	b = 13.9380(14) Å	β = 83.311(8)°.
	c = 15.7545(15) Å	γ = 79.683(8)°.
Volume	2110.8(4) Å ³	
Z	2	
Density (calculated)	1.019 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.062 mm ⁻¹	
F(000)	714	
Crystal size	0.210 x 0.150 x 0.110 mm ³	
Theta range for data collection	3.254 to 25.026°.	
Index ranges	-12 ≤ h ≤ 12, -16 ≤ k ≤ 16, -18 ≤ l ≤ 18	
Reflections collected	19465	
Independent reflections	7435 [R(int) = 0.0457]	
Completeness to theta = 25.000°	99.6 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.679	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	7435 / 142 / 538	
Goodness-of-fit on F ²	1.796	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0989, wR2 = 0.2040	
R indices (all data)	R1 = 0.1524, wR2 = 0.2163	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.403 and -0.306 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates (× 10⁴) and equivalent isotropic displacement parameters (Å² × 10³)

for wa2492. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
Li(1)	3819(6)	887(4)	9572(4)	58(1)
Li(2)	5722(7)	5599(5)	5387(4)	72(2)
B(1)	6153(4)	863(3)	9173(2)	52(1)
B(2)	6206(5)	3754(4)	5527(3)	68(1)
C(1)	6993(3)	1815(2)	8774(2)	41(1)
C(2)	7464(3)	2208(2)	7850(2)	40(1)
C(3)	8231(3)	2994(2)	7559(2)	47(1)
C(4)	8523(3)	3441(2)	8154(2)	51(1)
C(5)	8057(3)	3097(2)	9068(2)	45(1)
C(6)	7323(3)	2287(2)	9349(2)	44(1)
C(7)	8373(4)	3572(3)	9747(2)	58(1)
C(8)	7890(50)	4680(30)	9420(20)	118(13)
C(9)	7820(40)	2920(30)	10792(18)	91(10)
C(10)	9790(40)	3140(40)	9980(30)	90(11)
C(8')	8842(7)	4640(4)	9250(3)	72(2)
C(9')	7146(8)	3771(7)	10320(5)	108(3)
C(10')	9402(11)	2816(6)	10374(6)	113(4)
C(11)	7452(3)	2916(2)	5492(2)	47(1)
C(12)	7841(3)	2014(2)	6255(2)	43(1)
C(13)	8888(3)	1300(3)	6148(2)	52(1)
C(14)	9562(4)	1449(3)	5310(2)	61(1)
C(15)	9218(3)	2327(3)	4535(2)	56(1)
C(16)	8182(3)	3036(3)	4656(2)	55(1)
C(17)	9901(4)	2456(3)	3588(3)	77(1)
C(18)	11317(10)	2527(16)	3620(8)	122(5)
C(19)	9746(18)	1660(14)	3251(12)	93(5)
C(20)	9305(18)	3557(11)	2823(9)	91(4)
C(18')	11290(13)	1716(17)	3712(9)	102(6)
C(19')	9150(20)	1760(20)	3233(15)	84(6)
C(20')	9990(20)	3470(17)	2998(15)	94(6)
C(21)	7098(3)	1762(2)	7176(2)	46(1)
O(21)	3308(4)	2321(3)	9602(3)	128(1)
C(22)	3676(9)	3141(6)	8642(7)	218(4)
C(23)	2795(11)	3898(8)	8277(7)	243(5)
C(24)	3556(8)	2715(7)	10229(8)	199(3)
C(25)	3163(11)	1952(6)	11120(6)	195(4)
O(31)	2566(3)	894(2)	8732(2)	72(1)
C(32)	2898(4)	311(4)	8151(3)	82(1)
C(33)	1634(6)	134(5)	7910(4)	115(2)
C(34)	688(6)	323(5)	8605(6)	136(2)
C(35)	1240(5)	867(5)	9045(4)	116(2)
O(41)	7323(4)	6206(3)	4974(3)	122(1)
C(42)	7428(8)	7172(6)	4251(5)	163(3)
C(43)	8678(11)	6944(7)	3736(8)	121(4)
C(44)	9157(15)	5798(9)	4122(9)	129(5)
C(43')	7450(30)	6800(20)	3490(18)	214(12)
C(44')	8410(20)	6118(14)	3714(11)	123(6)
C(45)	8506(7)	5576(6)	4994(6)	156(3)
O(51)	5261(3)	5969(2)	6480(2)	94(1)

C(52)	5941(5)	5482(4)	7294(3)	101(2)
C(53)	5419(7)	6044(6)	7898(4)	147(3)
C(54)	4681(8)	7048(6)	7298(4)	147(3)
C(55)	4814(6)	7036(4)	6359(4)	112(2)
O(61)	5000	0	5000	252(5)
C(62)	6165(16)	259(12)	5294(11)	153(5)
C(62')	4600(20)	31(16)	5840(15)	197(7)
C(63)	5687(12)	174(9)	6213(8)	237(5)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2492.

Li(1)-O(31)	1.975(6)
Li(1)-O(21)	1.991(6)
Li(1)-B(1)	2.474(7)
Li(1)-B(1)#1	2.486(7)
Li(1)-Li(1)#1	3.197(12)
Li(1)-H(1A)	2.07(3)
Li(1)-H(1C)	2.01(3)
Li(2)-O(51)	1.965(6)
Li(2)-O(41)	1.962(8)
Li(2)-B(2)	2.459(8)
Li(2)-B(2)#2	2.467(8)
Li(2)-Li(2)#2	3.083(13)
Li(2)-H(2A)	1.94(3)
Li(2)-H(2B)	2.11(3)
B(1)-C(1)	1.613(4)
B(1)-H(1A)	1.19(3)
B(1)-H(1B)	1.22(3)
B(1)-H(1C)	1.20(3)
B(2)-C(11)	1.608(5)
B(2)-H(2A)	1.17(3)
B(2)-H(2B)	1.14(3)
B(2)-H(2C)	1.21(6)
C(1)-C(6)	1.408(4)
C(1)-C(2)	1.410(4)
C(2)-C(3)	1.385(4)
C(2)-C(21)	1.532(4)
C(3)-C(4)	1.392(4)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.393(4)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.389(4)
C(5)-C(7)	1.548(4)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.44(3)
C(7)-C(10')	1.523(9)
C(7)-C(10)	1.55(4)
C(7)-C(9')	1.538(7)
C(7)-C(8')	1.537(6)
C(7)-C(9)	1.65(3)
C(8)-H(8A)	0.9800
C(8)-H(8B)	0.9800
C(8)-H(8C)	0.9800
C(9)-H(9A)	0.9800
C(9)-H(9B)	0.9800
C(9)-H(9C)	0.9800
C(10)-H(10A)	0.9800
C(10)-H(10B)	0.9800
C(10)-H(10C)	0.9800
C(8')-H(8'1)	0.9800

C(8')-H(8'2)	0.9800
C(8')-H(8'3)	0.9800
C(9')-H(9'1)	0.9800
C(9')-H(9'2)	0.9800
C(9')-H(9'3)	0.9800
C(10')-H(10D)	0.9800
C(10')-H(10E)	0.9800
C(10')-H(10F)	0.9800
C(11)-C(12)	1.405(4)
C(11)-C(16)	1.415(4)
C(12)-C(13)	1.391(4)
C(12)-C(21)	1.514(4)
C(13)-C(14)	1.386(4)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.388(5)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-C(16)	1.385(5)
C(15)-C(17)	1.539(4)
C(16)-H(16)	0.9500
C(17)-C(20')	1.38(2)
C(17)-C(19)	1.440(18)
C(17)-C(18)	1.527(11)
C(17)-C(19')	1.64(3)
C(17)-C(18')	1.622(15)
C(17)-C(20)	1.622(16)
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(20)-H(20A)	0.9800
C(20)-H(20B)	0.9800
C(20)-H(20C)	0.9800
C(18')-H(18D)	0.9800
C(18')-H(18E)	0.9800
C(18')-H(18F)	0.9800
C(19')-H(19D)	0.9800
C(19')-H(19E)	0.9800
C(19')-H(19F)	0.9800
C(20')-H(20D)	0.9800
C(20')-H(20E)	0.9800
C(20')-H(20F)	0.9800
C(21)-H(21A)	0.9900
C(21)-H(21B)	0.9900
O(21)-C(24)	1.370(8)
O(21)-C(22)	1.566(9)
C(22)-C(23)	1.274(10)
C(22)-H(22A)	0.9900
C(22)-H(22B)	0.9900
C(23)-H(23A)	0.9800

C(23)-H(23B)	0.9800
C(23)-H(23C)	0.9800
C(24)-C(25)	1.469(10)
C(24)-H(24A)	0.9900
C(24)-H(24B)	0.9900
C(25)-H(25A)	0.9800
C(25)-H(25B)	0.9800
C(25)-H(25C)	0.9800
O(31)-C(32)	1.419(5)
O(31)-C(35)	1.435(5)
C(32)-C(33)	1.516(6)
C(32)-H(32A)	0.9900
C(32)-H(32B)	0.9900
C(33)-C(34)	1.464(8)
C(33)-H(33A)	0.9900
C(33)-H(33B)	0.9900
C(34)-C(35)	1.431(8)
C(34)-H(34A)	0.9900
C(34)-H(34B)	0.9900
C(35)-H(35A)	0.9900
C(35)-H(35B)	0.9900
O(41)-C(45)	1.390(8)
O(41)-C(42)	1.407(7)
C(42)-C(43)	1.518(11)
C(42)-C(43')	1.48(2)
C(42)-H(42A)	0.9900
C(42)-H(42B)	0.9900
C(42)-H(42C)	0.9900
C(42)-H(42D)	0.9900
C(43)-C(44)	1.490(15)
C(43)-H(43A)	0.9900
C(43)-H(43B)	0.9900
C(44)-C(45)	1.411(11)
C(44)-H(44A)	0.9900
C(44)-H(44B)	0.9900
C(43')-C(44')	1.24(3)
C(43')-H(43C)	0.9900
C(43')-H(43D)	0.9900
C(44')-C(45)	1.873(18)
C(44')-H(44C)	0.9900
C(44')-H(44D)	0.9900
C(45)-H(45A)	0.9900
C(45)-H(45B)	0.9900
C(45)-H(45C)	0.9900
C(45)-H(45D)	0.9900
O(51)-C(52)	1.414(5)
O(51)-C(55)	1.424(5)
C(52)-C(53)	1.454(6)
C(52)-H(52A)	0.9900
C(52)-H(52B)	0.9900
C(53)-C(54)	1.495(8)

C(53)-H(53A)	0.9900
C(53)-H(53B)	0.9900
C(54)-C(55)	1.475(7)
C(54)-H(54A)	0.9900
C(54)-H(54B)	0.9900
C(55)-H(55A)	0.9900
C(55)-H(55B)	0.9900
O(61)-C(62')	1.35(2)
O(61)-C(62')#3	1.35(2)
O(61)-C(62)#3	1.511(17)
O(61)-C(62)	1.511(17)
C(62)-C(63)	1.443(16)
C(62)-H(62A)	0.9900
C(62)-H(62B)	0.9900
C(62')-C(63)	1.42(2)
C(62')-H(62C)	0.9900
C(62')-H(62D)	0.9900
C(63)-H(63A)	0.9800
C(63)-H(63B)	0.9800
C(63)-H(63C)	0.9800
C(63)-H(63D)	0.9800
C(63)-H(63E)	0.9800
C(63)-H(63F)	0.9800
O(31)-Li(1)-O(21)	100.7(3)
O(31)-Li(1)-B(1)	123.5(3)
O(21)-Li(1)-B(1)	101.4(3)
O(31)-Li(1)-B(1)#1	103.8(2)
O(21)-Li(1)-B(1)#1	130.5(3)
B(1)-Li(1)-B(1)#1	99.7(2)
O(31)-Li(1)-Li(1)#1	127.8(3)
O(21)-Li(1)-Li(1)#1	131.1(3)
B(1)-Li(1)-Li(1)#1	50.03(19)
B(1)#1-Li(1)-Li(1)#1	49.71(18)
O(31)-Li(1)-H(1A)	151.7(8)
O(21)-Li(1)-H(1A)	93.6(8)
B(1)-Li(1)-H(1A)	28.6(8)
B(1)#1-Li(1)-H(1A)	84.5(8)
Li(1)#1-Li(1)-H(1A)	41.0(8)
O(31)-Li(1)-H(1C)	95.2(10)
O(21)-Li(1)-H(1C)	104.9(10)
B(1)-Li(1)-H(1C)	28.8(10)
B(1)#1-Li(1)-H(1C)	114.8(10)
Li(1)#1-Li(1)-H(1C)	69.3(10)
H(1A)-Li(1)-H(1C)	57.3(12)
O(51)-Li(2)-O(41)	99.3(3)
O(51)-Li(2)-B(2)	120.8(3)
O(41)-Li(2)-B(2)	107.4(3)
O(51)-Li(2)-B(2)#2	105.6(3)
O(41)-Li(2)-B(2)#2	122.6(4)
B(2)-Li(2)-B(2)#2	102.5(3)

O(51)-Li(2)-Li(2)#2	128.6(4)
O(41)-Li(2)-Li(2)#2	132.0(4)
B(2)-Li(2)-Li(2)#2	51.4(2)
B(2)#2-Li(2)-Li(2)#2	51.1(2)
O(51)-Li(2)-H(2A)	94.1(10)
O(41)-Li(2)-H(2A)	107.3(10)
B(2)-Li(2)-H(2A)	27.9(10)
B(2)#2-Li(2)-H(2A)	121.0(11)
Li(2)#2-Li(2)-H(2A)	73.0(10)
O(51)-Li(2)-H(2B)	148.0(9)
O(41)-Li(2)-H(2B)	98.5(9)
B(2)-Li(2)-H(2B)	27.5(8)
B(2)#2-Li(2)-H(2B)	86.5(9)
Li(2)#2-Li(2)-H(2B)	40.8(8)
H(2A)-Li(2)-H(2B)	55.1(13)
C(1)-B(1)-Li(1)	130.1(3)
C(1)-B(1)-Li(1)#1	139.5(3)
Li(1)-B(1)-Li(1)#1	80.3(2)
C(1)-B(1)-H(1A)	111.5(14)
Li(1)-B(1)-H(1A)	56.6(14)
Li(1)#1-B(1)-H(1A)	58.6(14)
C(1)-B(1)-H(1B)	108.0(16)
Li(1)-B(1)-H(1B)	121.8(16)
Li(1)#1-B(1)-H(1B)	53.5(16)
H(1A)-B(1)-H(1B)	110(2)
C(1)-B(1)-H(1C)	109.6(16)
Li(1)-B(1)-H(1C)	53.5(15)
Li(1)#1-B(1)-H(1C)	110.5(16)
H(1A)-B(1)-H(1C)	110(2)
H(1B)-B(1)-H(1C)	108(2)
C(11)-B(2)-Li(2)	138.0(4)
C(11)-B(2)-Li(2)#2	131.1(3)
Li(2)-B(2)-Li(2)#2	77.5(3)
C(11)-B(2)-H(2A)	115.4(17)
Li(2)-B(2)-H(2A)	50.6(16)
Li(2)#2-B(2)-H(2A)	113.5(16)
C(11)-B(2)-H(2B)	108.7(15)
Li(2)-B(2)-H(2B)	59.0(14)
Li(2)#2-B(2)-H(2B)	54.4(15)
H(2A)-B(2)-H(2B)	109(2)
C(11)-B(2)-H(2C)	111(3)
Li(2)-B(2)-H(2C)	111(3)
Li(2)#2-B(2)-H(2C)	51(3)
H(2A)-B(2)-H(2C)	108(3)
H(2B)-B(2)-H(2C)	104(3)
C(6)-C(1)-C(2)	116.1(3)
C(6)-C(1)-B(1)	121.0(2)
C(2)-C(1)-B(1)	122.9(2)
C(3)-C(2)-C(1)	120.2(2)
C(3)-C(2)-C(21)	120.9(2)
C(1)-C(2)-C(21)	118.9(2)

C(2)-C(3)-C(4)	121.5(3)
C(2)-C(3)-H(3)	119.2
C(4)-C(3)-H(3)	119.2
C(5)-C(4)-C(3)	120.5(3)
C(5)-C(4)-H(4)	119.8
C(3)-C(4)-H(4)	119.8
C(4)-C(5)-C(6)	116.8(2)
C(4)-C(5)-C(7)	121.7(3)
C(6)-C(5)-C(7)	121.5(3)
C(5)-C(6)-C(1)	124.8(3)
C(5)-C(6)-H(6)	117.6
C(1)-C(6)-H(6)	117.6
C(8)-C(7)-C(10)	122(2)
C(10')-C(7)-C(9')	110.2(5)
C(8)-C(7)-C(5)	109.3(14)
C(10')-C(7)-C(5)	109.4(4)
C(10)-C(7)-C(5)	106.9(13)
C(9')-C(7)-C(5)	109.4(3)
C(10')-C(7)-C(8')	109.3(5)
C(9')-C(7)-C(8')	106.2(4)
C(5)-C(7)-C(8')	112.3(3)
C(8)-C(7)-C(9)	113.4(19)
C(10)-C(7)-C(9)	93.6(18)
C(5)-C(7)-C(9)	110.3(8)
C(7)-C(8)-H(8A)	109.5
C(7)-C(8)-H(8B)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8B)	109.5
C(7)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8B)-C(8)-H(8C)	109.5
C(7)-C(9)-H(9A)	109.5
C(7)-C(9)-H(9B)	109.5
H(9A)-C(9)-H(9B)	109.5
C(7)-C(9)-H(9C)	109.5
H(9A)-C(9)-H(9C)	109.5
H(9B)-C(9)-H(9C)	109.5
C(7)-C(10)-H(10A)	109.5
C(7)-C(10)-H(10B)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10B)	109.5
C(7)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10B)-C(10)-H(10C)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'1)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'2)	109.5
H(8'1)-C(8')-H(8'2)	109.5
C(7)-C(8')-H(8'3)	109.5
H(8'1)-C(8')-H(8'3)	109.5
H(8'2)-C(8')-H(8'3)	109.5
C(7)-C(9')-H(9'1)	109.5
C(7)-C(9')-H(9'2)	109.5
H(9'1)-C(9')-H(9'2)	109.5

C(7)-C(9')-H(9'3)	109.5
H(9'1)-C(9')-H(9'3)	109.5
H(9'2)-C(9')-H(9'3)	109.5
C(7)-C(10')-H(10D)	109.5
C(7)-C(10')-H(10E)	109.5
H(10D)-C(10')-H(10E)	109.5
C(7)-C(10')-H(10F)	109.5
H(10D)-C(10')-H(10F)	109.5
H(10E)-C(10')-H(10F)	109.5
C(12)-C(11)-C(16)	116.4(3)
C(12)-C(11)-B(2)	123.1(3)
C(16)-C(11)-B(2)	120.4(3)
C(13)-C(12)-C(11)	119.2(3)
C(13)-C(12)-C(21)	119.0(3)
C(11)-C(12)-C(21)	121.7(3)
C(14)-C(13)-C(12)	122.1(3)
C(14)-C(13)-H(13)	119.0
C(12)-C(13)-H(13)	119.0
C(15)-C(14)-C(13)	121.0(3)
C(15)-C(14)-H(14)	119.5
C(13)-C(14)-H(14)	119.5
C(16)-C(15)-C(14)	116.2(3)
C(16)-C(15)-C(17)	122.6(3)
C(14)-C(15)-C(17)	121.2(3)
C(15)-C(16)-C(11)	125.1(3)
C(15)-C(16)-H(16)	117.4
C(11)-C(16)-H(16)	117.4
C(19)-C(17)-C(18)	111.8(7)
C(20')-C(17)-C(15)	116.1(9)
C(19)-C(17)-C(15)	114.0(7)
C(18)-C(17)-C(15)	109.4(4)
C(20')-C(17)-C(19')	116.9(14)
C(15)-C(17)-C(19')	102.4(7)
C(20')-C(17)-C(18')	112.0(9)
C(15)-C(17)-C(18')	110.1(5)
C(19')-C(17)-C(18')	97.4(10)
C(19)-C(17)-C(20)	105.3(9)
C(18)-C(17)-C(20)	106.0(7)
C(15)-C(17)-C(20)	109.9(6)
C(17)-C(18)-H(18A)	109.5
C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(17)-C(19)-H(19A)	109.5
C(17)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(17)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5

C(17)-C(20)-H(20A)	109.5
C(17)-C(20)-H(20B)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20B)	109.5
C(17)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20B)-C(20)-H(20C)	109.5
C(17)-C(18')-H(18D)	109.5
C(17)-C(18')-H(18E)	109.5
H(18D)-C(18')-H(18E)	109.5
C(17)-C(18')-H(18F)	109.5
H(18D)-C(18')-H(18F)	109.5
H(18E)-C(18')-H(18F)	109.5
C(17)-C(19')-H(19D)	109.5
C(17)-C(19')-H(19E)	109.5
H(19D)-C(19')-H(19E)	109.5
C(17)-C(19')-H(19F)	109.5
H(19D)-C(19')-H(19F)	109.5
H(19E)-C(19')-H(19F)	109.5
C(17)-C(20')-H(20D)	109.5
C(17)-C(20')-H(20E)	109.5
H(20D)-C(20')-H(20E)	109.5
C(17)-C(20')-H(20F)	109.5
H(20D)-C(20')-H(20F)	109.5
H(20E)-C(20')-H(20F)	109.5
C(12)-C(21)-C(2)	117.7(2)
C(12)-C(21)-H(21A)	107.9
C(2)-C(21)-H(21A)	107.9
C(12)-C(21)-H(21B)	107.9
C(2)-C(21)-H(21B)	107.9
H(21A)-C(21)-H(21B)	107.2
C(24)-O(21)-C(22)	105.1(6)
C(24)-O(21)-Li(1)	129.8(5)
C(22)-O(21)-Li(1)	108.7(5)
C(23)-C(22)-O(21)	116.0(9)
C(23)-C(22)-H(22A)	108.3
O(21)-C(22)-H(22A)	108.3
C(23)-C(22)-H(22B)	108.3
O(21)-C(22)-H(22B)	108.3
H(22A)-C(22)-H(22B)	107.4
C(22)-C(23)-H(23A)	109.5
C(22)-C(23)-H(23B)	109.5
H(23A)-C(23)-H(23B)	109.5
C(22)-C(23)-H(23C)	109.5
H(23A)-C(23)-H(23C)	109.5
H(23B)-C(23)-H(23C)	109.5
O(21)-C(24)-C(25)	104.1(6)
O(21)-C(24)-H(24A)	110.9
C(25)-C(24)-H(24A)	110.9
O(21)-C(24)-H(24B)	110.9
C(25)-C(24)-H(24B)	110.9
H(24A)-C(24)-H(24B)	109.0

C(24)-C(25)-H(25A)	109.5
C(24)-C(25)-H(25B)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25B)	109.5
C(24)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25B)-C(25)-H(25C)	109.5
C(32)-O(31)-C(35)	109.5(3)
C(32)-O(31)-Li(1)	120.6(3)
C(35)-O(31)-Li(1)	119.1(3)
O(31)-C(32)-C(33)	105.9(4)
O(31)-C(32)-H(32A)	110.6
C(33)-C(32)-H(32A)	110.6
O(31)-C(32)-H(32B)	110.6
C(33)-C(32)-H(32B)	110.6
H(32A)-C(32)-H(32B)	108.7
C(34)-C(33)-C(32)	104.9(4)
C(34)-C(33)-H(33A)	110.8
C(32)-C(33)-H(33A)	110.8
C(34)-C(33)-H(33B)	110.8
C(32)-C(33)-H(33B)	110.8
H(33A)-C(33)-H(33B)	108.8
C(35)-C(34)-C(33)	108.0(5)
C(35)-C(34)-H(34A)	110.1
C(33)-C(34)-H(34A)	110.1
C(35)-C(34)-H(34B)	110.1
C(33)-C(34)-H(34B)	110.1
H(34A)-C(34)-H(34B)	108.4
C(34)-C(35)-O(31)	108.4(5)
C(34)-C(35)-H(35A)	110.0
O(31)-C(35)-H(35A)	110.0
C(34)-C(35)-H(35B)	110.0
O(31)-C(35)-H(35B)	110.0
H(35A)-C(35)-H(35B)	108.4
C(45)-O(41)-C(42)	106.8(5)
C(45)-O(41)-Li(2)	121.3(5)
C(42)-O(41)-Li(2)	124.4(5)
O(41)-C(42)-C(43)	103.3(6)
O(41)-C(42)-C(43')	97.1(13)
O(41)-C(42)-H(42A)	111.1
C(43)-C(42)-H(42A)	111.1
O(41)-C(42)-H(42B)	111.1
C(43)-C(42)-H(42B)	111.1
H(42A)-C(42)-H(42B)	109.1
O(41)-C(42)-H(42C)	112.3
C(43')-C(42)-H(42C)	112.3
O(41)-C(42)-H(42D)	112.3
C(43')-C(42)-H(42D)	112.3
H(42C)-C(42)-H(42D)	109.9
C(42)-C(43)-C(44)	109.2(7)
C(42)-C(43)-H(43A)	109.8
C(44)-C(43)-H(43A)	109.8

C(42)-C(43)-H(43B)	109.8
C(44)-C(43)-H(43B)	109.8
H(43A)-C(43)-H(43B)	108.3
C(45)-C(44)-C(43)	97.5(9)
C(45)-C(44)-H(44A)	112.3
C(43)-C(44)-H(44A)	112.3
C(45)-C(44)-H(44B)	112.3
C(43)-C(44)-H(44B)	112.3
H(44A)-C(44)-H(44B)	109.9
C(44')-C(43')-C(42)	97(2)
C(44')-C(43')-H(43C)	112.4
C(42)-C(43')-H(43C)	112.4
C(44')-C(43')-H(43D)	112.4
C(42)-C(43')-H(43D)	112.4
H(43C)-C(43')-H(43D)	110.0
C(43')-C(44')-C(45)	109.9(16)
C(43')-C(44')-H(44C)	109.7
C(45)-C(44')-H(44C)	109.7
C(43')-C(44')-H(44D)	109.7
C(45)-C(44')-H(44D)	109.7
H(44C)-C(44')-H(44D)	108.2
O(41)-C(45)-C(44)	113.2(9)
O(41)-C(45)-C(44')	83.8(8)
O(41)-C(45)-H(45A)	108.9
C(44)-C(45)-H(45A)	108.9
O(41)-C(45)-H(45B)	108.9
C(44)-C(45)-H(45B)	108.9
H(45A)-C(45)-H(45B)	107.7
O(41)-C(45)-H(45C)	114.7
C(44')-C(45)-H(45C)	114.7
O(41)-C(45)-H(45D)	114.7
C(44')-C(45)-H(45D)	114.7
H(45C)-C(45)-H(45D)	111.8
C(52)-O(51)-C(55)	109.0(3)
C(52)-O(51)-Li(2)	122.9(3)
C(55)-O(51)-Li(2)	118.8(3)
O(51)-C(52)-C(53)	106.8(4)
O(51)-C(52)-H(52A)	110.4
C(53)-C(52)-H(52A)	110.4
O(51)-C(52)-H(52B)	110.4
C(53)-C(52)-H(52B)	110.4
H(52A)-C(52)-H(52B)	108.6
C(52)-C(53)-C(54)	105.4(5)
C(52)-C(53)-H(53A)	110.7
C(54)-C(53)-H(53A)	110.7
C(52)-C(53)-H(53B)	110.7
C(54)-C(53)-H(53B)	110.7
H(53A)-C(53)-H(53B)	108.8
C(55)-C(54)-C(53)	106.9(4)
C(55)-C(54)-H(54A)	110.3
C(53)-C(54)-H(54A)	110.3

C(55)-C(54)-H(54B)	110.3
C(53)-C(54)-H(54B)	110.3
H(54A)-C(54)-H(54B)	108.6
O(51)-C(55)-C(54)	104.5(4)
O(51)-C(55)-H(55A)	110.8
C(54)-C(55)-H(55A)	110.8
O(51)-C(55)-H(55B)	110.8
C(54)-C(55)-H(55B)	110.8
H(55A)-C(55)-H(55B)	108.9
C(62')-O(61)-C(62')#3	180.0(18)
C(62)#3-O(61)-C(62)	180.0
C(63)-C(62)-O(61)	98.0(11)
C(63)-C(62)-H(62A)	112.2
O(61)-C(62)-H(62A)	112.2
C(63)-C(62)-H(62B)	112.2
O(61)-C(62)-H(62B)	112.2
H(62A)-C(62)-H(62B)	109.8
O(61)-C(62')-C(63)	106.8(15)
O(61)-C(62')-H(62C)	110.4
C(63)-C(62')-H(62C)	110.4
O(61)-C(62')-H(62D)	110.4
C(63)-C(62')-H(62D)	110.4
H(62C)-C(62')-H(62D)	108.6
C(62)-C(63)-H(63A)	109.5
C(62)-C(63)-H(63B)	109.5
H(63A)-C(63)-H(63B)	109.5
C(62)-C(63)-H(63C)	109.5
H(63A)-C(63)-H(63C)	109.5
H(63B)-C(63)-H(63C)	109.5
C(62')-C(63)-H(63D)	109.5
C(62')-C(63)-H(63E)	109.5
H(63D)-C(63)-H(63E)	109.5
C(62')-C(63)-H(63F)	109.5
H(63D)-C(63)-H(63F)	109.5
H(63E)-C(63)-H(63F)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,-y,-z+2 #2 -x+1,-y+1,-z+1 #3 -x+1,-y,-z+1

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2492. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
Li(1)	74(4)	55(3)	52(3)	-20(3)	1(3)	-26(3)
Li(2)	81(5)	70(4)	71(4)	-33(3)	2(3)	-16(3)
B(1)	70(3)	52(2)	40(2)	-18(2)	7(2)	-31(2)
B(2)	84(3)	66(3)	48(2)	-21(2)	-13(2)	13(2)
C(1)	48(2)	38(2)	37(2)	-14(1)	-1(1)	-11(1)
C(2)	47(2)	40(2)	34(2)	-13(1)	-2(1)	-10(1)
C(3)	57(2)	50(2)	34(2)	-13(1)	4(1)	-21(2)
C(4)	62(2)	55(2)	44(2)	-19(2)	6(2)	-32(2)

C(5)	52(2)	47(2)	42(2)	-20(1)	-2(1)	-15(2)
C(6)	58(2)	47(2)	31(1)	-13(1)	3(1)	-19(2)
C(7)	78(2)	60(2)	49(2)	-28(2)	-1(2)	-27(2)
C(8)	160(20)	113(18)	122(18)	-89(15)	-6(16)	-23(16)
C(9)	135(19)	98(17)	76(14)	-62(13)	-12(12)	-34(13)
C(10)	84(16)	120(20)	110(20)	-80(16)	-44(13)	-9(14)
C(8')	104(5)	62(3)	69(3)	-31(2)	-14(3)	-37(3)
C(9')	127(6)	144(7)	115(5)	-107(5)	54(4)	-81(5)
C(10')	184(10)	84(5)	83(5)	-30(4)	-74(6)	-12(5)
C(11)	59(2)	46(2)	40(2)	-19(2)	-5(1)	-4(2)
C(12)	52(2)	46(2)	38(2)	-21(2)	-2(1)	-12(2)
C(13)	64(2)	46(2)	44(2)	-17(2)	-6(2)	-4(2)
C(14)	64(2)	62(2)	60(2)	-32(2)	3(2)	1(2)
C(15)	70(2)	58(2)	46(2)	-26(2)	10(2)	-14(2)
C(16)	79(2)	49(2)	36(2)	-14(2)	-1(2)	-9(2)
C(17)	97(3)	85(3)	54(2)	-35(2)	22(2)	-20(2)
C(18)	103(7)	187(14)	105(7)	-88(8)	56(5)	-58(8)
C(19)	131(12)	84(7)	76(6)	-48(5)	32(8)	-27(8)
C(20)	150(11)	78(6)	51(5)	-31(4)	33(7)	-39(8)
C(18')	90(9)	121(12)	97(8)	-52(8)	38(6)	-22(8)
C(19')	113(13)	101(10)	44(6)	-42(6)	30(8)	-13(10)
C(20')	110(13)	85(9)	68(10)	-20(7)	50(9)	-22(10)
C(21)	57(2)	49(2)	39(2)	-19(1)	-1(1)	-20(2)
O(21)	128(3)	88(2)	202(4)	-87(3)	-45(3)	0(2)
C(22)	182(8)	74(5)	327(8)	18(6)	-52(8)	-21(4)
C(23)	233(11)	194(9)	275(11)	-54(8)	-84(9)	7(8)
C(24)	157(7)	178(7)	346(8)	-187(7)	19(8)	-51(6)
C(25)	311(12)	124(6)	192(6)	-108(6)	9(8)	-40(7)
O(31)	68(2)	82(2)	74(2)	-32(1)	-13(1)	-19(1)
C(32)	88(3)	96(3)	77(3)	-41(2)	-19(2)	-19(2)
C(33)	145(5)	106(4)	103(4)	-22(3)	-50(4)	-51(4)
C(34)	84(4)	126(5)	223(8)	-83(5)	-23(4)	-25(4)
C(35)	67(3)	177(6)	111(4)	-60(4)	-8(3)	-21(3)
O(41)	104(3)	123(3)	106(3)	-10(2)	9(2)	-12(2)
C(42)	182(8)	121(6)	149(6)	-19(5)	3(5)	-5(5)
C(43)	114(7)	86(6)	147(7)	-32(5)	62(6)	-47(5)
C(44)	125(8)	112(7)	123(8)	-23(6)	57(6)	-38(6)
C(43')	219(15)	227(14)	194(13)	-94(10)	-2(9)	7(9)
C(44')	138(10)	124(10)	121(9)	-72(7)	-29(7)	20(7)
C(45)	127(6)	171(7)	200(8)	-108(6)	31(5)	-36(5)
O(51)	118(3)	93(2)	91(2)	-61(2)	-33(2)	16(2)
C(52)	126(4)	104(4)	79(3)	-46(3)	-21(3)	3(3)
C(53)	180(7)	162(6)	107(4)	-82(4)	-28(4)	45(5)
C(54)	179(6)	157(6)	124(5)	-94(5)	-28(4)	35(5)
C(55)	140(5)	104(4)	114(4)	-68(3)	-30(3)	4(3)
O(61)	261(12)	360(15)	226(10)	-197(11)	-24(9)	-67(10)
C(62)	167(9)	144(8)	151(8)	-53(7)	-31(7)	-25(7)
C(62')	208(11)	183(10)	205(11)	-81(9)	-12(9)	-23(8)
C(63)	244(12)	302(13)	276(12)	-202(11)	15(9)	-122(10)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2492.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	5690(30)	770(20)	9918(19)	49(8)
H(1B)	6860(30)	60(30)	9200(20)	72(10)
H(1C)	5330(30)	1010(20)	8660(20)	65(9)
H(2A)	6190(30)	4120(30)	6090(20)	69(10)
H(2B)	6130(30)	4410(20)	4830(20)	52(8)
H(2C)	5230(60)	3370(40)	5640(40)	150(20)
H(3)	8566	3234	6940	56
H(4)	9044	3984	7934	61
H(6)	7020	2032	9975	53
H(8A)	6971	4780	9312	178
H(8B)	8007	4964	9876	178
H(8C)	8358	5034	8840	178
H(9A)	8180	2181	10976	136
H(9B)	8060	3210	11220	136
H(9C)	6877	2998	10803	136
H(10A)	9926	2376	10192	135
H(10B)	10355	3426	9431	135
H(10C)	10004	3356	10467	135
H(8'1)	8182	5128	8846	108
H(8'2)	9007	4920	9704	108
H(8'3)	9637	4553	8883	108
H(9'1)	6491	4258	9909	162
H(9'2)	6821	3106	10667	162
H(9'3)	7344	4075	10747	162
H(10D)	10179	2695	10002	169
H(10E)	9607	3118	10802	169
H(10F)	9084	2148	10721	169
H(13)	9149	692	6666	62
H(14)	10270	942	5265	73
H(16)	7944	3649	4137	66
H(18A)	11384	3075	3852	182
H(18B)	11748	1852	4028	182
H(18C)	11728	2700	3000	182
H(19A)	8828	1638	3241	140
H(19B)	10143	1824	2628	140
H(19C)	10163	977	3656	140
H(20A)	9381	4137	3012	137
H(20B)	9777	3653	2230	137
H(20C)	8396	3548	2763	137
H(18D)	11187	1003	4136	153
H(18E)	11643	1698	3114	153
H(18F)	11879	1999	3961	153
H(19D)	9151	1053	3708	126
H(19E)	8262	2097	3110	126
H(19F)	9592	1697	2668	126
H(20D)	10437	3463	2419	140
H(20E)	9122	3866	2875	140

H(20F)	10467	3803	3278	140
H(21A)	7193	990	7484	55
H(21B)	6176	2016	7060	55
H(22A)	4425	3438	8709	261
H(22B)	3952	2768	8213	261
H(23A)	3123	4363	7683	365
H(23B)	2055	3621	8186	365
H(23C)	2529	4293	8683	365
H(24A)	3050	3418	10119	239
H(24B)	4482	2768	10202	239
H(25A)	3310	2176	11614	292
H(25B)	2247	1907	11128	292
H(25C)	3669	1262	11210	292
H(32A)	3431	-367	8473	99
H(32B)	3385	708	7588	99
H(33A)	1403	627	7286	138
H(33B)	1689	-593	7934	138
H(34A)	-109	750	8313	164
H(34B)	470	-352	9063	164
H(35A)	1170	503	9720	139
H(35B)	775	1591	8889	139
H(42A)	7470	7728	4489	196
H(42B)	6692	7391	3851	196
H(42C)	8232	7439	4255	196
H(42D)	6677	7711	4248	196
H(43A)	9326	7341	3800	145
H(43B)	8534	7167	3075	145
H(44A)	8886	5419	3771	155
H(44B)	10103	5649	4162	155
H(43C)	6661	6497	3503	257
H(43D)	7579	7353	2881	257
H(44C)	9193	6428	3419	147
H(44D)	8351	5546	3499	147
H(45A)	8369	4832	5243	187
H(45B)	9054	5671	5415	187
H(45C)	8475	4813	5290	187
H(45D)	9209	5784	5217	187
H(52A)	6871	5521	7154	121
H(52B)	5825	4734	7589	121
H(53A)	6120	6184	8180	177
H(53B)	4846	5632	8394	177
H(54A)	3764	7099	7514	176
H(54B)	5032	7655	7309	176
H(55A)	3976	7277	6068	134
H(55B)	5441	7494	5972	134
H(62A)	6941	-258	5295	183
H(62B)	6346	975	4911	183
H(62C)	4291	-632	6242	236
H(62D)	3897	618	5785	236
H(63A)	6341	322	6519	355
H(63B)	4904	680	6181	355
H(63C)	5492	-538	6561	355
H(63D)	5441	200	6823	355

H(63E)	6379	-413	6263	355
H(63F)	5987	832	5808	355

Table 6. Torsion angles [°] for wa2492.

Li(1)-B(1)-C(1)-C(6)	76.5(4)
Li(1)#1-B(1)-C(1)-C(6)	-53.7(5)
Li(1)-B(1)-C(1)-C(2)	-104.9(4)
Li(1)#1-B(1)-C(1)-C(2)	124.9(4)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	1.7(4)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-177.0(3)
C(6)-C(1)-C(2)-C(21)	-177.6(3)
B(1)-C(1)-C(2)-C(21)	3.8(4)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	-2.2(5)
C(21)-C(2)-C(3)-C(4)	177.0(3)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	0.7(5)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	1.2(5)
C(3)-C(4)-C(5)-C(7)	179.6(3)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	-1.7(5)
C(7)-C(5)-C(6)-C(1)	179.9(3)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	0.3(5)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	178.9(3)
C(4)-C(5)-C(7)-C(8)	61(2)
C(6)-C(5)-C(7)-C(8)	-121(2)
C(4)-C(5)-C(7)-C(10')	-103.2(6)
C(6)-C(5)-C(7)-C(10')	75.1(6)
C(4)-C(5)-C(7)-C(10)	-73.7(19)
C(6)-C(5)-C(7)-C(10)	104.6(19)
C(4)-C(5)-C(7)-C(9')	136.0(5)
C(6)-C(5)-C(7)-C(9')	-45.7(6)
C(4)-C(5)-C(7)-C(8')	18.3(6)
C(6)-C(5)-C(7)-C(8')	-163.4(4)
C(4)-C(5)-C(7)-C(9)	-174.1(16)
C(6)-C(5)-C(7)-C(9)	4.2(16)
Li(2)-B(2)-C(11)-C(12)	114.4(5)
Li(2)#2-B(2)-C(11)-C(12)	-122.8(4)
Li(2)-B(2)-C(11)-C(16)	-68.8(5)
Li(2)#2-B(2)-C(11)-C(16)	54.0(6)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-0.6(4)
B(2)-C(11)-C(12)-C(13)	176.3(3)
C(16)-C(11)-C(12)-C(21)	-176.6(3)
B(2)-C(11)-C(12)-C(21)	0.3(5)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	-0.1(5)
C(21)-C(12)-C(13)-C(14)	176.0(3)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	0.2(5)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	0.5(5)
C(13)-C(14)-C(15)-C(17)	-175.5(3)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	-1.3(5)
C(17)-C(15)-C(16)-C(11)	174.6(3)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	1.4(5)
B(2)-C(11)-C(16)-C(15)	-175.6(4)
C(16)-C(15)-C(17)-C(20')	35.1(14)
C(14)-C(15)-C(17)-C(20')	-149.2(13)
C(16)-C(15)-C(17)-C(19)	-113.3(10)

C(14)-C(15)-C(17)-C(19)	62.5(10)
C(16)-C(15)-C(17)-C(18)	120.7(9)
C(14)-C(15)-C(17)-C(18)	-63.5(9)
C(16)-C(15)-C(17)-C(19')	-93.5(10)
C(14)-C(15)-C(17)-C(19')	82.2(10)
C(16)-C(15)-C(17)-C(18')	163.7(9)
C(14)-C(15)-C(17)-C(18')	-20.6(10)
C(16)-C(15)-C(17)-C(20)	4.7(8)
C(14)-C(15)-C(17)-C(20)	-179.5(7)
C(13)-C(12)-C(21)-C(2)	95.1(3)
C(11)-C(12)-C(21)-C(2)	-88.9(4)
C(3)-C(2)-C(21)-C(12)	14.1(4)
C(1)-C(2)-C(21)-C(12)	-166.7(3)
C(24)-O(21)-C(22)-C(23)	-87.1(11)
Li(1)-O(21)-C(22)-C(23)	130.6(9)
C(22)-O(21)-C(24)-C(25)	178.2(7)
Li(1)-O(21)-C(24)-C(25)	-50.8(9)
C(35)-O(31)-C(32)-C(33)	13.9(5)
Li(1)-O(31)-C(32)-C(33)	157.9(3)
O(31)-C(32)-C(33)-C(34)	-18.2(6)
C(32)-C(33)-C(34)-C(35)	16.0(7)
C(33)-C(34)-C(35)-O(31)	-7.9(7)
C(32)-O(31)-C(35)-C(34)	-4.1(6)
Li(1)-O(31)-C(35)-C(34)	-148.7(5)
C(45)-O(41)-C(42)-C(43)	11.9(9)
Li(2)-O(41)-C(42)-C(43)	-137.9(7)
C(45)-O(41)-C(42)-C(43')	71.5(14)
Li(2)-O(41)-C(42)-C(43')	-78.3(14)
O(41)-C(42)-C(43)-C(44)	7.6(13)
C(42)-C(43)-C(44)-C(45)	-22.9(14)
O(41)-C(42)-C(43')-C(44')	-58(2)
C(42)-C(43')-C(44')-C(45)	31(2)
C(42)-O(41)-C(45)-C(44)	-30.2(10)
Li(2)-O(41)-C(45)-C(44)	120.8(8)
C(42)-O(41)-C(45)-C(44')	-42.9(8)
Li(2)-O(41)-C(45)-C(44')	108.1(7)
C(43)-C(44)-C(45)-O(41)	32.4(12)
C(43')-C(44')-C(45)-O(41)	5(2)
C(55)-O(51)-C(52)-C(53)	27.1(7)
Li(2)-O(51)-C(52)-C(53)	173.4(5)
O(51)-C(52)-C(53)-C(54)	-15.6(8)
C(52)-C(53)-C(54)-C(55)	-0.6(8)
C(52)-O(51)-C(55)-C(54)	-26.9(6)
Li(2)-O(51)-C(55)-C(54)	-174.7(5)
C(53)-C(54)-C(55)-O(51)	16.2(7)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

#1 -x+1,-y,-z+2 #2 -x+1,-y+1,-z+1 #3 -x+1,-y,-z+1

7.4.17 Struktur von 16

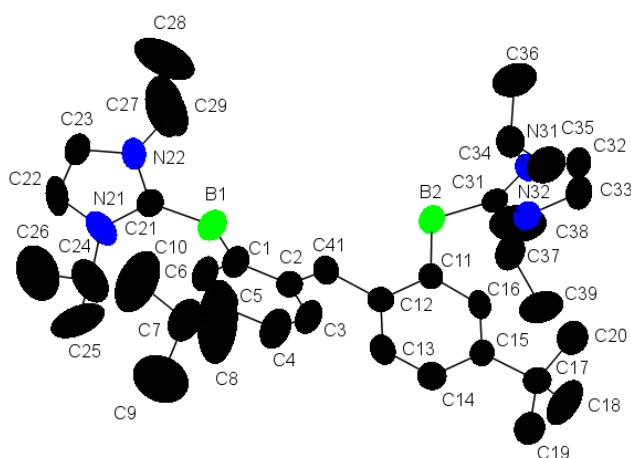


Abbildung A103: Struktur von 16.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2514.		
Identification code	wa2514	
Empirical formula	C ₃₉ H ₆₂ B ₂ N ₄	
Formula weight	608.54	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 2 ₁ /n	
Unit cell dimensions	a = 14.6719(9) Å	α = 90°.
	b = 18.4780(7) Å	β = 97.999(5)°.
	c = 29.6336(17) Å	γ = 90°.
Volume	7955.7(7) Å ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.016 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.058 mm ⁻¹	
F(000)	2672	
Crystal size	0.190 x 0.180 x 0.180 mm ³	
Theta range for data collection	1.983 to 25.024°.	
Index ranges	-17 ≤ h ≤ 17, -21 ≤ k ≤ 21, -35 ≤ l ≤ 35	
Reflections collected	78152	
Independent reflections	14041 [R(int) = 0.1314]	
Completeness to theta = 25.000°	99.9 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.636	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	14041 / 102 / 899	
Goodness-of-fit on F ²	1.790	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1487, wR2 = 0.3611	
R indices (all data)	R1 = 0.1874, wR2 = 0.3795	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	1.659 and -0.483 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2514. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	6570(5)	7160(5)	7281(2)	66(2)
B(2)	5129(4)	4737(3)	6422(2)	45(1)
C(1)	6835(4)	6962(4)	6779(2)	62(2)
C(2)	6188(3)	6604(3)	6459(2)	52(1)
C(3)	6399(4)	6463(4)	6029(2)	67(2)
C(4)	7236(4)	6670(4)	5906(2)	79(2)
C(5)	7907(4)	7006(4)	6210(2)	74(2)
C(6)	7680(4)	7136(4)	6638(2)	71(2)
C(7)	8842(5)	7245(5)	6073(2)	91(2)
C(8)	9189(7)	6707(9)	5776(6)	207(8)
C(9)	8695(8)	7952(8)	5788(5)	162(5)
C(10)	9556(6)	7410(9)	6471(4)	170(6)
C(11)	4409(3)	5322(3)	6169(2)	40(1)
C(12)	4526(3)	6073(3)	6246(2)	47(1)
C(13)	3895(4)	6550(3)	6004(2)	52(1)
C(14)	3152(3)	6313(3)	5705(2)	53(1)
C(15)	2989(3)	5576(3)	5637(2)	45(1)
C(16)	3630(3)	5111(3)	5864(2)	43(1)
C(17)	2142(3)	5302(3)	5321(2)	54(1)
C(18)	2423(8)	4963(12)	4907(5)	93(5)
C(19)	1460(10)	5912(7)	5167(6)	81(4)
C(20)	1592(9)	4792(9)	5601(5)	90(5)
C(18')	2290(20)	5400(20)	4817(8)	83(8)
C(19')	1320(20)	5670(20)	5353(13)	92(10)
C(20')	2006(16)	4448(13)	5372(9)	73(8)
C(21)	7400(3)	7565(3)	7601(2)	51(1)
N(21)	7579(3)	8287(3)	7638(2)	88(2)
N(22)	8016(3)	7285(2)	7923(2)	58(1)
C(22)	8293(4)	8439(3)	7964(2)	67(2)
C(23)	8583(4)	7805(4)	8138(2)	69(2)
C(24)	7012(8)	8930(6)	7437(4)	132(4)
C(25)	7601(11)	9110(8)	7035(3)	184(6)
C(26)	6998(8)	9582(6)	7811(5)	145(4)
C(27)	8145(5)	6488(4)	8003(5)	121(4)
C(28)	8113(11)	6316(8)	8473(6)	205(7)
C(29)	9036(7)	6251(5)	7845(6)	164(5)
N(31)	4234(3)	3500(2)	6514(1)	44(1)
N(32)	4962(3)	3516(2)	5937(1)	45(1)
C(31)	4784(3)	3919(3)	6295(2)	39(1)
C(32)	4063(3)	2856(3)	6296(2)	52(1)
C(33)	4519(3)	2858(3)	5932(2)	55(1)
C(34)	3835(4)	3720(3)	6927(2)	54(1)
C(35)	2789(4)	3747(4)	6812(2)	77(2)
C(36)	4148(5)	3209(5)	7310(2)	91(2)
C(37)	5530(4)	3744(4)	5590(2)	61(2)
C(38)	6294(6)	3210(6)	5569(3)	113(3)
C(39)	4939(5)	3848(5)	5130(2)	88(2)

C(41)	5270(3)	6370(3)	6603(2)	51(1)
B(1A)	4255(4)	272(3)	5886(2)	48(1)
B(2A)	2344(5)	1221(4)	6676(2)	56(2)
C(1A)	3193(3)	179(3)	5640(2)	46(1)
C(2A)	2547(3)	750(3)	5573(2)	42(1)
C(3A)	1670(3)	609(3)	5346(2)	54(1)
C(4A)	1388(3)	-68(3)	5193(2)	57(1)
C(5A)	1991(3)	-655(3)	5264(2)	56(1)
C(6A)	2876(3)	-505(3)	5478(2)	50(1)
C(7A)	1696(4)	-1433(4)	5126(3)	73(2)
C(8A)	1763(6)	-1903(4)	5573(4)	113(3)
C(9A)	2344(6)	-1766(6)	4842(4)	143(5)
C(10A)	707(5)	-1484(4)	4912(3)	92(2)
C(11A)	1798(3)	1812(3)	6335(2)	46(1)
C(12A)	2037(3)	1942(3)	5905(2)	48(1)
C(13A)	1579(4)	2475(3)	5633(2)	52(1)
C(14A)	873(3)	2884(3)	5773(2)	50(1)
C(15A)	618(3)	2776(3)	6205(2)	50(1)
C(16A)	1091(3)	2248(3)	6468(2)	48(1)
C(17A)	-157(3)	3217(3)	6375(2)	56(1)
C(18A)	-679(8)	3691(7)	5991(4)	80(4)
C(19A)	244(8)	3674(8)	6760(5)	81(4)
C(20A)	-936(8)	2695(7)	6493(5)	81(4)
C(18")	91(13)	4069(9)	6338(8)	91(6)
C(19")	-207(15)	3096(13)	6889(6)	97(7)
C(20")	-1021(11)	3074(11)	6105(6)	79(6)
N(31A)	909(3)	560(3)	6939(2)	58(1)
N(32A)	1886(3)	931(2)	7499(2)	53(1)
C(31A)	1723(4)	925(3)	7042(2)	51(1)
C(32A)	571(4)	374(4)	7330(2)	70(2)
C(33A)	1169(4)	599(3)	7682(2)	62(2)
C(34A)	468(4)	379(4)	6471(2)	72(2)
C(35A)	599(7)	-422(5)	6386(3)	110(3)
C(36A)	-539(6)	603(6)	6408(4)	121(3)
C(37A)	2664(4)	1299(3)	7779(2)	64(2)
C(38A)	3035(6)	859(4)	8191(2)	87(2)
C(39A)	2360(6)	2056(4)	7902(3)	91(2)
N(21A)	5274(3)	-945(2)	5932(2)	54(1)
N(22A)	4424(3)	-814(3)	6463(2)	58(1)
C(21A)	4650(3)	-487(3)	6085(2)	46(1)
C(22A)	5411(4)	-1543(3)	6213(2)	68(2)
C(23A)	4887(5)	-1462(4)	6540(2)	73(2)
C(24A)	5691(4)	-832(4)	5515(2)	66(2)
C(25A)	5601(6)	-1507(4)	5224(3)	93(2)
C(26A)	6672(5)	-561(6)	5639(3)	113(3)
C(27A)	3739(4)	-528(4)	6737(2)	68(2)
C(28A)	4173(6)	-213(5)	7164(3)	97(2)
C(29A)	3051(6)	-1110(6)	6833(4)	120(3)
C(41A)	2802(3)	1511(3)	5729(2)	47(1)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for wa2514.

B(1)-C(21)	1.619(8)
B(1)-C(1)	1.631(9)
B(1)-H(1A)	1.00(6)
B(1)-H(1B)	1.16(6)
B(2)-C(11)	1.621(7)
B(2)-C(31)	1.621(8)
B(2)-H(2A)	1.20(5)
B(2)-H(2B)	1.05(4)
C(1)-C(6)	1.400(8)
C(1)-C(2)	1.410(7)
C(2)-C(3)	1.379(8)
C(2)-C(41)	1.530(7)
C(3)-C(4)	1.383(8)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.386(9)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.376(9)
C(5)-C(7)	1.548(9)
C(6)-H(6)	0.9500
C(7)-C(8)	1.465(14)
C(7)-C(10)	1.495(12)
C(7)-C(9)	1.555(15)
C(8)-H(8A)	0.9800
C(8)-H(8B)	0.9800
C(8)-H(8C)	0.9800
C(9)-H(9A)	0.9800
C(9)-H(9B)	0.9800
C(9)-H(9C)	0.9800
C(10)-H(10A)	0.9800
C(10)-H(10B)	0.9800
C(10)-H(10C)	0.9800
C(11)-C(16)	1.409(7)
C(11)-C(12)	1.413(7)
C(12)-C(13)	1.402(7)
C(12)-C(41)	1.512(7)
C(13)-C(14)	1.378(8)
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.391(7)
C(14)-H(14)	0.9500
C(15)-C(16)	1.380(7)
C(15)-C(17)	1.534(7)
C(16)-H(16)	0.9500
C(17)-C(19')	1.40(3)
C(17)-C(18)	1.488(14)
C(17)-C(19)	1.533(14)
C(17)-C(18')	1.55(3)
C(17)-C(20)	1.553(13)
C(17)-C(20')	1.60(2)
C(18)-H(18A)	0.9800

C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
C(20)-H(20A)	0.9800
C(20)-H(20B)	0.9800
C(20)-H(20C)	0.9800
C(18')-H(18D)	0.9800
C(18')-H(18E)	0.9800
C(18')-H(18F)	0.9800
C(19')-H(19D)	0.9800
C(19')-H(19E)	0.9800
C(19')-H(19F)	0.9800
C(20')-H(20D)	0.9800
C(20')-H(20E)	0.9800
C(20')-H(20F)	0.9800
C(21)-N(22)	1.325(7)
C(21)-N(21)	1.360(8)
N(21)-C(22)	1.352(8)
N(21)-C(24)	1.524(12)
N(22)-C(23)	1.369(7)
N(22)-C(27)	1.499(9)
C(22)-C(23)	1.326(9)
C(22)-H(22)	0.9500
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.601(17)
C(24)-C(26)	1.639(16)
C(24)-H(24)	1.0000
C(25)-H(25A)	0.9800
C(25)-H(25B)	0.9800
C(25)-H(25C)	0.9800
C(26)-H(26A)	0.9800
C(26)-H(26B)	0.9800
C(26)-H(26C)	0.9800
C(27)-C(28)	1.435(18)
C(27)-C(29)	1.513(15)
C(27)-H(27)	1.0000
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
N(31)-C(31)	1.349(6)
N(31)-C(32)	1.363(7)
N(31)-C(34)	1.484(6)
N(32)-C(31)	1.351(6)
N(32)-C(33)	1.377(7)
N(32)-C(37)	1.472(7)
C(32)-C(33)	1.346(8)

C(32)-H(32)	0.9500
C(33)-H(33)	0.9500
C(34)-C(36)	1.497(9)
C(34)-C(35)	1.525(8)
C(34)-H(34)	1.0000
C(35)-H(35A)	0.9800
C(35)-H(35B)	0.9800
C(35)-H(35C)	0.9800
C(36)-H(36A)	0.9800
C(36)-H(36B)	0.9800
C(36)-H(36C)	0.9800
C(37)-C(38)	1.501(9)
C(37)-C(39)	1.523(9)
C(37)-H(37)	1.0000
C(38)-H(38A)	0.9800
C(38)-H(38B)	0.9800
C(38)-H(38C)	0.9800
C(39)-H(39A)	0.9800
C(39)-H(39B)	0.9800
C(39)-H(39C)	0.9800
C(41)-H(41A)	0.9900
C(41)-H(41B)	0.9900
B(1A)-C(21A)	1.600(8)
B(1A)-C(1A)	1.635(7)
B(1A)-H(1AA)	1.25(5)
B(1A)-H(1AB)	1.06(5)
B(2A)-C(31A)	1.604(8)
B(2A)-C(11A)	1.622(8)
B(2A)-H(2AA)	1.15(5)
B(2A)-H(2AB)	1.06(6)
C(1A)-C(6A)	1.407(7)
C(1A)-C(2A)	1.413(7)
C(2A)-C(3A)	1.391(7)
C(2A)-C(41A)	1.512(7)
C(3A)-C(4A)	1.373(8)
C(3A)-H(3A)	0.9500
C(4A)-C(5A)	1.397(7)
C(4A)-H(4A)	0.9500
C(5A)-C(6A)	1.392(7)
C(5A)-C(7A)	1.541(8)
C(6A)-H(6A)	0.9500
C(7A)-C(9A)	1.488(10)
C(7A)-C(10A)	1.504(9)
C(7A)-C(8A)	1.573(12)
C(8A)-H(8A1)	0.9800
C(8A)-H(8A2)	0.9800
C(8A)-H(8A3)	0.9800
C(9A)-H(9A1)	0.9800
C(9A)-H(9A2)	0.9800
C(9A)-H(9A3)	0.9800
C(10A)-H(10D)	0.9800

C(10A)-H(10E)	0.9800
C(10A)-H(10F)	0.9800
C(11A)-C(12A)	1.389(7)
C(11A)-C(16A)	1.411(7)
C(12A)-C(13A)	1.385(7)
C(12A)-C(41A)	1.527(7)
C(13A)-C(14A)	1.391(7)
C(13A)-H(13A)	0.9500
C(14A)-C(15A)	1.397(7)
C(14A)-H(14A)	0.9500
C(15A)-C(16A)	1.375(7)
C(15A)-C(17A)	1.541(7)
C(16A)-H(16A)	0.9500
C(17A)-C(20")	1.425(18)
C(17A)-C(19A)	1.474(13)
C(17A)-C(19")	1.550(18)
C(17A)-C(18A)	1.552(13)
C(17A)-C(20A)	1.571(13)
C(17A)-C(18")	1.623(19)
C(18A)-H(18G)	0.9800
C(18A)-H(18H)	0.9800
C(18A)-H(18I)	0.9800
C(19A)-H(19G)	0.9800
C(19A)-H(19H)	0.9800
C(19A)-H(19I)	0.9800
C(20A)-H(20G)	0.9800
C(20A)-H(20H)	0.9800
C(20A)-H(20I)	0.9800
C(18")-H(18J)	0.9800
C(18")-H(18K)	0.9800
C(18")-H(18L)	0.9800
C(19")-H(19J)	0.9800
C(19")-H(19K)	0.9800
C(19")-H(19L)	0.9800
C(20")-H(20J)	0.9800
C(20")-H(20K)	0.9800
C(20")-H(20L)	0.9800
N(31A)-C(32A)	1.366(7)
N(31A)-C(31A)	1.369(7)
N(31A)-C(34A)	1.485(8)
N(32A)-C(31A)	1.343(7)
N(32A)-C(33A)	1.392(7)
N(32A)-C(37A)	1.481(8)
C(32A)-C(33A)	1.333(9)
C(32A)-H(32A)	0.9500
C(33A)-H(33A)	0.9500
C(34A)-C(36A)	1.521(10)
C(34A)-C(35A)	1.519(11)
C(34A)-H(34A)	1.0000
C(35A)-H(35D)	0.9800
C(35A)-H(35E)	0.9800

C(35A)-H(35F)	0.9800
C(36A)-H(36D)	0.9800
C(36A)-H(36E)	0.9800
C(36A)-H(36F)	0.9800
C(37A)-C(38A)	1.505(9)
C(37A)-C(39A)	1.528(9)
C(37A)-H(37A)	1.0000
C(38A)-H(38D)	0.9800
C(38A)-H(38E)	0.9800
C(38A)-H(38F)	0.9800
C(39A)-H(39D)	0.9800
C(39A)-H(39E)	0.9800
C(39A)-H(39F)	0.9800
N(21A)-C(21A)	1.369(6)
N(21A)-C(22A)	1.382(8)
N(21A)-C(24A)	1.469(7)
N(22A)-C(21A)	1.354(7)
N(22A)-C(23A)	1.380(8)
N(22A)-C(27A)	1.476(7)
C(22A)-C(23A)	1.325(9)
C(22A)-H(22A)	0.9500
C(23A)-H(23A)	0.9500
C(24A)-C(25A)	1.512(10)
C(24A)-C(26A)	1.519(10)
C(24A)-H(24A)	1.0000
C(25A)-H(25D)	0.9800
C(25A)-H(25E)	0.9800
C(25A)-H(25F)	0.9800
C(26A)-H(26D)	0.9800
C(26A)-H(26E)	0.9800
C(26A)-H(26F)	0.9800
C(27A)-C(28A)	1.457(10)
C(27A)-C(29A)	1.529(11)
C(27A)-H(27A)	1.0000
C(28A)-H(28D)	0.9800
C(28A)-H(28E)	0.9800
C(28A)-H(28F)	0.9800
C(29A)-H(29D)	0.9800
C(29A)-H(29E)	0.9800
C(29A)-H(29F)	0.9800
C(41A)-H(41C)	0.9900
C(41A)-H(41D)	0.9900
C(21)-B(1)-C(1)	112.5(5)
C(21)-B(1)-H(1A)	114(3)
C(1)-B(1)-H(1A)	111(3)
C(21)-B(1)-H(1B)	103(3)
C(1)-B(1)-H(1B)	117(3)
H(1A)-B(1)-H(1B)	99(4)
C(11)-B(2)-C(31)	110.5(4)
C(11)-B(2)-H(2A)	105(2)

C(31)-B(2)-H(2A)	110(3)
C(11)-B(2)-H(2B)	110(2)
C(31)-B(2)-H(2B)	112(2)
H(2A)-B(2)-H(2B)	109(3)
C(6)-C(1)-C(2)	116.6(5)
C(6)-C(1)-B(1)	123.7(5)
C(2)-C(1)-B(1)	119.6(5)
C(3)-C(2)-C(1)	119.6(5)
C(3)-C(2)-C(41)	121.5(5)
C(1)-C(2)-C(41)	118.9(5)
C(2)-C(3)-C(4)	120.9(5)
C(2)-C(3)-H(3)	119.6
C(4)-C(3)-H(3)	119.6
C(5)-C(4)-C(3)	121.9(6)
C(5)-C(4)-H(4)	119.0
C(3)-C(4)-H(4)	119.0
C(6)-C(5)-C(4)	115.8(5)
C(6)-C(5)-C(7)	121.9(5)
C(4)-C(5)-C(7)	122.2(6)
C(5)-C(6)-C(1)	125.0(5)
C(5)-C(6)-H(6)	117.5
C(1)-C(6)-H(6)	117.5
C(8)-C(7)-C(10)	110.4(10)
C(8)-C(7)-C(5)	111.0(7)
C(10)-C(7)-C(5)	113.6(6)
C(8)-C(7)-C(9)	106.1(10)
C(10)-C(7)-C(9)	106.6(10)
C(5)-C(7)-C(9)	108.7(7)
C(7)-C(8)-H(8A)	109.5
C(7)-C(8)-H(8B)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8B)	109.5
C(7)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8A)-C(8)-H(8C)	109.5
H(8B)-C(8)-H(8C)	109.5
C(7)-C(9)-H(9A)	109.5
C(7)-C(9)-H(9B)	109.5
H(9A)-C(9)-H(9B)	109.5
C(7)-C(9)-H(9C)	109.5
H(9A)-C(9)-H(9C)	109.5
H(9B)-C(9)-H(9C)	109.5
C(7)-C(10)-H(10A)	109.5
C(7)-C(10)-H(10B)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10B)	109.5
C(7)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10A)-C(10)-H(10C)	109.5
H(10B)-C(10)-H(10C)	109.5
C(16)-C(11)-C(12)	116.5(4)
C(16)-C(11)-B(2)	122.0(4)
C(12)-C(11)-B(2)	121.5(4)
C(13)-C(12)-C(11)	118.5(4)
C(13)-C(12)-C(41)	119.3(5)

C(11)-C(12)-C(41)	122.0(4)
C(14)-C(13)-C(12)	122.4(5)
C(14)-C(13)-H(13)	118.8
C(12)-C(13)-H(13)	118.8
C(13)-C(14)-C(15)	120.7(5)
C(13)-C(14)-H(14)	119.7
C(15)-C(14)-H(14)	119.7
C(16)-C(15)-C(14)	116.5(4)
C(16)-C(15)-C(17)	122.1(4)
C(14)-C(15)-C(17)	121.4(4)
C(15)-C(16)-C(11)	125.2(4)
C(15)-C(16)-H(16)	117.4
C(11)-C(16)-H(16)	117.4
C(18)-C(17)-C(19)	107.9(9)
C(19')-C(17)-C(15)	115.6(13)
C(18)-C(17)-C(15)	110.4(6)
C(19)-C(17)-C(15)	112.2(6)
C(19')-C(17)-C(18')	104.4(19)
C(15)-C(17)-C(18')	109.7(11)
C(18)-C(17)-C(20)	114.2(10)
C(19)-C(17)-C(20)	103.9(8)
C(15)-C(17)-C(20)	108.2(6)
C(19')-C(17)-C(20')	110.7(17)
C(15)-C(17)-C(20')	111.6(8)
C(18')-C(17)-C(20')	103.9(15)
C(17)-C(18)-H(18A)	109.5
C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(17)-C(19)-H(19A)	109.5
C(17)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(17)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(17)-C(20)-H(20A)	109.5
C(17)-C(20)-H(20B)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20B)	109.5
C(17)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20A)-C(20)-H(20C)	109.5
H(20B)-C(20)-H(20C)	109.5
C(17)-C(18')-H(18D)	109.5
C(17)-C(18')-H(18E)	109.5
H(18D)-C(18')-H(18E)	109.5
C(17)-C(18')-H(18F)	109.5
H(18D)-C(18')-H(18F)	109.5
H(18E)-C(18')-H(18F)	109.5
C(17)-C(19')-H(19D)	109.5
C(17)-C(19')-H(19E)	109.5

H(19D)-C(19')-H(19E)	109.5
C(17)-C(19')-H(19F)	109.5
H(19D)-C(19')-H(19F)	109.5
H(19E)-C(19')-H(19F)	109.5
C(17)-C(20')-H(20D)	109.5
C(17)-C(20')-H(20E)	109.5
H(20D)-C(20')-H(20E)	109.5
C(17)-C(20')-H(20F)	109.5
H(20D)-C(20')-H(20F)	109.5
H(20E)-C(20')-H(20F)	109.5
N(22)-C(21)-N(21)	102.8(4)
N(22)-C(21)-B(1)	128.5(5)
N(21)-C(21)-B(1)	128.4(5)
C(22)-N(21)-C(21)	112.5(5)
C(22)-N(21)-C(24)	116.3(6)
C(21)-N(21)-C(24)	130.1(6)
C(21)-N(22)-C(23)	111.7(5)
C(21)-N(22)-C(27)	123.8(5)
C(23)-N(22)-C(27)	124.1(5)
C(23)-C(22)-N(21)	105.6(5)
C(23)-C(22)-H(22)	127.2
N(21)-C(22)-H(22)	127.2
C(22)-C(23)-N(22)	107.3(5)
C(22)-C(23)-H(23)	126.3
N(22)-C(23)-H(23)	126.3
N(21)-C(24)-C(25)	97.5(9)
N(21)-C(24)-C(26)	111.5(9)
C(25)-C(24)-C(26)	114.2(8)
N(21)-C(24)-H(24)	111.0
C(25)-C(24)-H(24)	111.0
C(26)-C(24)-H(24)	111.0
C(24)-C(25)-H(25A)	109.5
C(24)-C(25)-H(25B)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25B)	109.5
C(24)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25B)-C(25)-H(25C)	109.5
C(24)-C(26)-H(26A)	109.5
C(24)-C(26)-H(26B)	109.5
H(26A)-C(26)-H(26B)	109.5
C(24)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26A)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26B)-C(26)-H(26C)	109.5
C(28)-C(27)-N(22)	110.6(10)
C(28)-C(27)-C(29)	112.5(11)
N(22)-C(27)-C(29)	109.4(8)
C(28)-C(27)-H(27)	108.1
N(22)-C(27)-H(27)	108.1
C(29)-C(27)-H(27)	108.1
C(27)-C(28)-H(28A)	109.5
C(27)-C(28)-H(28B)	109.5

H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(27)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(27)-C(29)-H(29A)	109.5
C(27)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(27)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5
C(31)-N(31)-C(32)	110.8(4)
C(31)-N(31)-C(34)	124.9(4)
C(32)-N(31)-C(34)	124.3(4)
C(31)-N(32)-C(33)	110.6(4)
C(31)-N(32)-C(37)	125.5(4)
C(33)-N(32)-C(37)	123.9(4)
N(31)-C(31)-N(32)	104.8(4)
N(31)-C(31)-B(2)	127.7(4)
N(32)-C(31)-B(2)	127.5(4)
C(33)-C(32)-N(31)	107.4(5)
C(33)-C(32)-H(32)	126.3
N(31)-C(32)-H(32)	126.3
C(32)-C(33)-N(32)	106.3(5)
C(32)-C(33)-H(33)	126.8
N(32)-C(33)-H(33)	126.8
N(31)-C(34)-C(36)	109.8(5)
N(31)-C(34)-C(35)	109.0(5)
C(36)-C(34)-C(35)	112.5(5)
N(31)-C(34)-H(34)	108.5
C(36)-C(34)-H(34)	108.5
C(35)-C(34)-H(34)	108.5
C(34)-C(35)-H(35A)	109.5
C(34)-C(35)-H(35B)	109.5
H(35A)-C(35)-H(35B)	109.5
C(34)-C(35)-H(35C)	109.5
H(35A)-C(35)-H(35C)	109.5
H(35B)-C(35)-H(35C)	109.5
C(34)-C(36)-H(36A)	109.5
C(34)-C(36)-H(36B)	109.5
H(36A)-C(36)-H(36B)	109.5
C(34)-C(36)-H(36C)	109.5
H(36A)-C(36)-H(36C)	109.5
H(36B)-C(36)-H(36C)	109.5
N(32)-C(37)-C(38)	109.8(6)
N(32)-C(37)-C(39)	110.7(5)
C(38)-C(37)-C(39)	112.4(6)
N(32)-C(37)-H(37)	107.9
C(38)-C(37)-H(37)	107.9
C(39)-C(37)-H(37)	107.9
C(37)-C(38)-H(38A)	109.5
C(37)-C(38)-H(38B)	109.5

H(38A)-C(38)-H(38B)	109.5
C(37)-C(38)-H(38C)	109.5
H(38A)-C(38)-H(38C)	109.5
H(38B)-C(38)-H(38C)	109.5
C(37)-C(39)-H(39A)	109.5
C(37)-C(39)-H(39B)	109.5
H(39A)-C(39)-H(39B)	109.5
C(37)-C(39)-H(39C)	109.5
H(39A)-C(39)-H(39C)	109.5
H(39B)-C(39)-H(39C)	109.5
C(12)-C(41)-C(2)	119.1(4)
C(12)-C(41)-H(41A)	107.5
C(2)-C(41)-H(41A)	107.5
C(12)-C(41)-H(41B)	107.5
C(2)-C(41)-H(41B)	107.5
H(41A)-C(41)-H(41B)	107.0
C(21A)-B(1A)-C(1A)	110.3(4)
C(21A)-B(1A)-H(1AA)	111(2)
C(1A)-B(1A)-H(1AA)	108(2)
C(21A)-B(1A)-H(1AB)	110(3)
C(1A)-B(1A)-H(1AB)	111(3)
H(1AA)-B(1A)-H(1AB)	106(4)
C(31A)-B(2A)-C(11A)	111.9(4)
C(31A)-B(2A)-H(2AA)	112(3)
C(11A)-B(2A)-H(2AA)	106(3)
C(31A)-B(2A)-H(2AB)	106(3)
C(11A)-B(2A)-H(2AB)	108(3)
H(2AA)-B(2A)-H(2AB)	113(4)
C(6A)-C(1A)-C(2A)	116.0(4)
C(6A)-C(1A)-B(1A)	119.7(4)
C(2A)-C(1A)-B(1A)	124.2(5)
C(3A)-C(2A)-C(1A)	119.0(5)
C(3A)-C(2A)-C(41A)	119.6(4)
C(1A)-C(2A)-C(41A)	121.3(4)
C(4A)-C(3A)-C(2A)	123.1(5)
C(4A)-C(3A)-H(3A)	118.5
C(2A)-C(3A)-H(3A)	118.5
C(3A)-C(4A)-C(5A)	120.1(5)
C(3A)-C(4A)-H(4A)	119.9
C(5A)-C(4A)-H(4A)	119.9
C(6A)-C(5A)-C(4A)	116.4(5)
C(6A)-C(5A)-C(7A)	121.1(5)
C(4A)-C(5A)-C(7A)	122.5(5)
C(5A)-C(6A)-C(1A)	125.2(5)
C(5A)-C(6A)-H(6A)	117.4
C(1A)-C(6A)-H(6A)	117.4
C(9A)-C(7A)-C(10A)	112.9(6)
C(9A)-C(7A)-C(5A)	110.9(6)
C(10A)-C(7A)-C(5A)	112.9(5)
C(9A)-C(7A)-C(8A)	106.2(8)
C(10A)-C(7A)-C(8A)	105.4(7)

C(5A)-C(7A)-C(8A)	108.1(6)
C(7A)-C(8A)-H(8A1)	109.5
C(7A)-C(8A)-H(8A2)	109.5
H(8A1)-C(8A)-H(8A2)	109.5
C(7A)-C(8A)-H(8A3)	109.5
H(8A1)-C(8A)-H(8A3)	109.5
H(8A2)-C(8A)-H(8A3)	109.5
C(7A)-C(9A)-H(9A1)	109.5
C(7A)-C(9A)-H(9A2)	109.5
H(9A1)-C(9A)-H(9A2)	109.5
C(7A)-C(9A)-H(9A3)	109.5
H(9A1)-C(9A)-H(9A3)	109.5
H(9A2)-C(9A)-H(9A3)	109.5
C(7A)-C(10A)-H(10D)	109.5
C(7A)-C(10A)-H(10E)	109.5
H(10D)-C(10A)-H(10E)	109.5
C(7A)-C(10A)-H(10F)	109.5
H(10D)-C(10A)-H(10F)	109.5
H(10E)-C(10A)-H(10F)	109.5
C(12A)-C(11A)-C(16A)	116.4(5)
C(12A)-C(11A)-B(2A)	121.5(4)
C(16A)-C(11A)-B(2A)	122.0(5)
C(13A)-C(12A)-C(11A)	119.5(4)
C(13A)-C(12A)-C(41A)	119.5(4)
C(11A)-C(12A)-C(41A)	121.0(5)
C(12A)-C(13A)-C(14A)	122.3(5)
C(12A)-C(13A)-H(13A)	118.8
C(14A)-C(13A)-H(13A)	118.8
C(13A)-C(14A)-C(15A)	120.0(5)
C(13A)-C(14A)-H(14A)	120.0
C(15A)-C(14A)-H(14A)	120.0
C(16A)-C(15A)-C(14A)	116.2(5)
C(16A)-C(15A)-C(17A)	121.9(5)
C(14A)-C(15A)-C(17A)	121.9(5)
C(15A)-C(16A)-C(11A)	125.5(5)
C(15A)-C(16A)-H(16A)	117.3
C(11A)-C(16A)-H(16A)	117.3
C(20")-C(17A)-C(15A)	110.9(8)
C(19A)-C(17A)-C(15A)	108.9(6)
C(20")-C(17A)-C(19")	111.4(13)
C(15A)-C(17A)-C(19")	112.5(7)
C(19A)-C(17A)-C(18A)	110.4(9)
C(15A)-C(17A)-C(18A)	111.6(6)
C(19A)-C(17A)-C(20A)	113.8(9)
C(15A)-C(17A)-C(20A)	109.9(6)
C(18A)-C(17A)-C(20A)	102.2(8)
C(20")-C(17A)-C(18")	109.4(12)
C(15A)-C(17A)-C(18")	108.0(7)
C(19")-C(17A)-C(18")	104.4(13)
C(17A)-C(18A)-H(18G)	109.5
C(17A)-C(18A)-H(18H)	109.5

H(18G)-C(18A)-H(18H)	109.5
C(17A)-C(18A)-H(18I)	109.5
H(18G)-C(18A)-H(18I)	109.5
H(18H)-C(18A)-H(18I)	109.5
C(17A)-C(19A)-H(19G)	109.5
C(17A)-C(19A)-H(19H)	109.5
H(19G)-C(19A)-H(19H)	109.5
C(17A)-C(19A)-H(19I)	109.5
H(19G)-C(19A)-H(19I)	109.5
H(19H)-C(19A)-H(19I)	109.5
C(17A)-C(20A)-H(20G)	109.5
C(17A)-C(20A)-H(20H)	109.5
H(20G)-C(20A)-H(20H)	109.5
C(17A)-C(20A)-H(20I)	109.5
H(20G)-C(20A)-H(20I)	109.5
H(20H)-C(20A)-H(20I)	109.5
C(17A)-C(18")-H(18J)	109.5
C(17A)-C(18")-H(18K)	109.5
H(18J)-C(18")-H(18K)	109.5
C(17A)-C(18")-H(18L)	109.5
H(18J)-C(18")-H(18L)	109.5
H(18K)-C(18")-H(18L)	109.5
C(17A)-C(19")-H(19J)	109.5
C(17A)-C(19")-H(19K)	109.5
H(19J)-C(19")-H(19K)	109.5
C(17A)-C(19")-H(19L)	109.5
H(19J)-C(19")-H(19L)	109.5
H(19K)-C(19")-H(19L)	109.5
C(17A)-C(20")-H(20J)	109.5
C(17A)-C(20")-H(20K)	109.5
H(20J)-C(20")-H(20K)	109.5
C(17A)-C(20")-H(20L)	109.5
H(20J)-C(20")-H(20L)	109.5
H(20K)-C(20")-H(20L)	109.5
C(32A)-N(31A)-C(31A)	110.1(5)
C(32A)-N(31A)-C(34A)	125.0(5)
C(31A)-N(31A)-C(34A)	124.9(5)
C(31A)-N(32A)-C(33A)	110.6(5)
C(31A)-N(32A)-C(37A)	125.7(4)
C(33A)-N(32A)-C(37A)	123.4(5)
N(32A)-C(31A)-N(31A)	104.8(5)
N(32A)-C(31A)-B(2A)	129.8(5)
N(31A)-C(31A)-B(2A)	125.3(5)
C(33A)-C(32A)-N(31A)	108.0(5)
C(33A)-C(32A)-H(32A)	126.0
N(31A)-C(32A)-H(32A)	126.0
C(32A)-C(33A)-N(32A)	106.4(5)
C(32A)-C(33A)-H(33A)	126.8
N(32A)-C(33A)-H(33A)	126.8
N(31A)-C(34A)-C(36A)	110.0(6)
N(31A)-C(34A)-C(35A)	109.0(6)

C(36A)-C(34A)-C(35A)	112.8(7)
N(31A)-C(34A)-H(34A)	108.3
C(36A)-C(34A)-H(34A)	108.3
C(35A)-C(34A)-H(34A)	108.3
C(34A)-C(35A)-H(35D)	109.5
C(34A)-C(35A)-H(35E)	109.5
H(35D)-C(35A)-H(35E)	109.5
C(34A)-C(35A)-H(35F)	109.5
H(35D)-C(35A)-H(35F)	109.5
H(35E)-C(35A)-H(35F)	109.5
C(34A)-C(36A)-H(36D)	109.5
C(34A)-C(36A)-H(36E)	109.5
H(36D)-C(36A)-H(36E)	109.5
C(34A)-C(36A)-H(36F)	109.5
H(36D)-C(36A)-H(36F)	109.5
H(36E)-C(36A)-H(36F)	109.5
N(32A)-C(37A)-C(38A)	111.7(5)
N(32A)-C(37A)-C(39A)	109.0(5)
C(38A)-C(37A)-C(39A)	112.7(6)
N(32A)-C(37A)-H(37A)	107.7
C(38A)-C(37A)-H(37A)	107.7
C(39A)-C(37A)-H(37A)	107.7
C(37A)-C(38A)-H(38D)	109.5
C(37A)-C(38A)-H(38E)	109.5
H(38D)-C(38A)-H(38E)	109.5
C(37A)-C(38A)-H(38F)	109.5
H(38D)-C(38A)-H(38F)	109.5
H(38E)-C(38A)-H(38F)	109.5
C(37A)-C(39A)-H(39D)	109.5
C(37A)-C(39A)-H(39E)	109.5
H(39D)-C(39A)-H(39E)	109.5
C(37A)-C(39A)-H(39F)	109.5
H(39D)-C(39A)-H(39F)	109.5
H(39E)-C(39A)-H(39F)	109.5
C(21A)-N(21A)-C(22A)	110.0(5)
C(21A)-N(21A)-C(24A)	124.6(5)
C(22A)-N(21A)-C(24A)	125.3(5)
C(21A)-N(22A)-C(23A)	110.6(5)
C(21A)-N(22A)-C(27A)	124.0(5)
C(23A)-N(22A)-C(27A)	125.3(5)
N(22A)-C(21A)-N(21A)	104.5(4)
N(22A)-C(21A)-B(1A)	125.4(4)
N(21A)-C(21A)-B(1A)	130.1(5)
C(23A)-C(22A)-N(21A)	107.4(5)
C(23A)-C(22A)-H(22A)	126.3
N(21A)-C(22A)-H(22A)	126.3
C(22A)-C(23A)-N(22A)	107.4(6)
C(22A)-C(23A)-H(23A)	126.3
N(22A)-C(23A)-H(23A)	126.3
N(21A)-C(24A)-C(25A)	110.4(6)
N(21A)-C(24A)-C(26A)	109.6(5)

C(25A)-C(24A)-C(26A)	114.5(6)
N(21A)-C(24A)-H(24A)	107.3
C(25A)-C(24A)-H(24A)	107.3
C(26A)-C(24A)-H(24A)	107.3
C(24A)-C(25A)-H(25D)	109.5
C(24A)-C(25A)-H(25E)	109.5
H(25D)-C(25A)-H(25E)	109.5
C(24A)-C(25A)-H(25F)	109.5
H(25D)-C(25A)-H(25F)	109.5
H(25E)-C(25A)-H(25F)	109.5
C(24A)-C(26A)-H(26D)	109.5
C(24A)-C(26A)-H(26E)	109.5
H(26D)-C(26A)-H(26E)	109.5
C(24A)-C(26A)-H(26F)	109.5
H(26D)-C(26A)-H(26F)	109.5
H(26E)-C(26A)-H(26F)	109.5
C(28A)-C(27A)-N(22A)	111.9(5)
C(28A)-C(27A)-C(29A)	109.9(6)
N(22A)-C(27A)-C(29A)	111.6(6)
C(28A)-C(27A)-H(27A)	107.8
N(22A)-C(27A)-H(27A)	107.8
C(29A)-C(27A)-H(27A)	107.8
C(27A)-C(28A)-H(28D)	109.5
C(27A)-C(28A)-H(28E)	109.5
H(28D)-C(28A)-H(28E)	109.5
C(27A)-C(28A)-H(28F)	109.5
H(28D)-C(28A)-H(28F)	109.5
H(28E)-C(28A)-H(28F)	109.5
C(27A)-C(29A)-H(29D)	109.5
C(27A)-C(29A)-H(29E)	109.5
H(29D)-C(29A)-H(29E)	109.5
C(27A)-C(29A)-H(29F)	109.5
H(29D)-C(29A)-H(29F)	109.5
H(29E)-C(29A)-H(29F)	109.5
C(2A)-C(41A)-C(12A)	115.3(4)
C(2A)-C(41A)-H(41C)	108.4
C(12A)-C(41A)-H(41C)	108.4
C(2A)-C(41A)-H(41D)	108.4
C(12A)-C(41A)-H(41D)	108.4
H(41C)-C(41A)-H(41D)	107.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2514. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	53(4)	94(6)	49(4)	9(4)	2(3)	-32(4)
B(2)	34(3)	56(4)	45(3)	-3(3)	6(2)	-4(2)
C(1)	58(3)	77(4)	50(3)	-1(3)	4(2)	-24(3)
C(2)	45(3)	55(3)	52(3)	9(2)	-2(2)	-10(2)

C(3)	62(3)	84(5)	52(3)	-8(3)	1(3)	-23(3)
C(4)	62(4)	118(6)	61(4)	-16(4)	19(3)	-33(4)
C(5)	60(3)	105(5)	57(3)	-10(3)	11(3)	-30(3)
C(6)	56(3)	95(5)	60(3)	-2(3)	-2(3)	-38(3)
C(7)	71(4)	139(7)	68(4)	-15(5)	20(3)	-35(4)
C(8)	89(7)	260(17)	292(18)	-154(15)	100(10)	-76(9)
C(9)	113(8)	205(13)	178(11)	66(10)	58(8)	-36(8)
C(10)	71(5)	302(18)	140(9)	-31(10)	29(5)	-91(8)
C(11)	36(2)	41(3)	45(3)	1(2)	6(2)	-4(2)
C(12)	43(2)	51(3)	46(3)	9(2)	3(2)	-7(2)
C(13)	53(3)	39(3)	65(3)	-2(2)	7(2)	-3(2)
C(14)	42(3)	52(3)	62(3)	6(3)	2(2)	5(2)
C(15)	42(2)	45(3)	47(3)	1(2)	0(2)	-5(2)
C(16)	41(2)	35(3)	53(3)	-6(2)	10(2)	-5(2)
C(17)	44(3)	53(3)	62(3)	10(3)	-8(2)	1(2)
C(18)	62(6)	127(12)	84(9)	-46(9)	-10(5)	16(7)
C(19)	60(7)	67(7)	104(10)	12(6)	-32(6)	1(5)
C(20)	58(6)	100(9)	101(9)	26(7)	-22(6)	-35(6)
C(18')	96(15)	92(16)	54(11)	-8(12)	-11(10)	-19(13)
C(19')	55(11)	109(19)	107(17)	-42(14)	-6(12)	-3(13)
C(20')	54(11)	69(13)	88(14)	13(10)	-20(10)	-31(9)
C(21)	40(2)	62(4)	50(3)	5(3)	3(2)	-9(2)
N(21)	38(2)	56(3)	158(6)	42(3)	-27(3)	-11(2)
N(22)	46(2)	46(3)	78(3)	-1(2)	-8(2)	-9(2)
C(22)	49(3)	46(3)	106(5)	-19(3)	6(3)	-13(3)
C(23)	60(3)	69(4)	69(4)	2(3)	-16(3)	-20(3)
C(24)	136(6)	100(6)	158(7)	32(6)	6(6)	-55(5)
C(25)	292(14)	161(10)	72(6)	5(6)	-63(8)	29(10)
C(26)	137(8)	96(7)	206(11)	-25(7)	33(8)	5(6)
C(27)	58(4)	47(4)	244(13)	5(6)	-28(6)	-1(3)
C(28)	186(12)	158(11)	265(14)	129(11)	9(11)	-12(9)
C(29)	117(7)	72(6)	293(14)	-36(8)	-10(8)	18(5)
N(31)	42(2)	37(2)	52(2)	-1(2)	7(2)	-1(2)
N(32)	38(2)	51(3)	48(2)	-6(2)	6(2)	4(2)
C(31)	27(2)	49(3)	39(2)	3(2)	0(2)	6(2)
C(32)	52(3)	46(3)	56(3)	-11(2)	4(2)	-4(2)
C(33)	47(3)	53(3)	64(3)	-14(3)	7(2)	0(2)
C(34)	54(3)	58(3)	52(3)	-8(3)	20(2)	-6(2)
C(35)	56(3)	106(6)	71(4)	-4(4)	18(3)	9(3)
C(36)	84(5)	132(7)	59(4)	12(4)	20(3)	8(4)
C(37)	46(3)	82(4)	58(3)	-15(3)	16(2)	-8(3)
C(38)	87(5)	166(9)	97(6)	35(6)	52(5)	54(6)
C(39)	72(4)	130(7)	63(4)	21(4)	12(3)	10(4)
C(41)	50(3)	49(3)	53(3)	1(2)	7(2)	-11(2)
B(1A)	40(3)	49(3)	55(3)	-2(3)	6(2)	-2(2)
B(2A)	60(4)	53(4)	57(4)	11(3)	18(3)	11(3)
C(1A)	42(2)	48(3)	49(3)	1(2)	8(2)	4(2)
C(2A)	39(2)	42(3)	48(3)	5(2)	14(2)	3(2)
C(3A)	43(3)	52(3)	67(3)	-7(3)	10(2)	12(2)
C(4A)	36(2)	58(4)	74(4)	-12(3)	0(2)	8(2)
C(5A)	43(3)	55(3)	66(3)	-14(3)	-1(2)	4(2)
C(6A)	39(2)	47(3)	62(3)	-9(2)	-1(2)	9(2)
C(7A)	51(3)	62(4)	102(5)	-29(4)	-5(3)	10(3)

C(8A)	105(6)	53(4)	172(9)	-6(5)	-12(6)	-6(4)
C(9A)	72(5)	129(8)	233(12)	-120(9)	39(6)	-21(5)
C(10A)	66(4)	77(5)	128(6)	-32(4)	-6(4)	-11(3)
C(11A)	42(2)	44(3)	56(3)	1(2)	15(2)	-2(2)
C(12A)	43(2)	46(3)	58(3)	-6(2)	16(2)	-4(2)
C(13A)	60(3)	46(3)	54(3)	3(2)	22(2)	5(2)
C(14A)	52(3)	40(3)	61(3)	-2(2)	14(2)	4(2)
C(15A)	50(3)	38(3)	65(3)	0(2)	15(2)	-3(2)
C(16A)	46(3)	47(3)	53(3)	3(2)	17(2)	6(2)
C(17A)	45(3)	52(3)	75(4)	-1(3)	23(3)	9(2)
C(18A)	59(6)	88(9)	96(8)	2(7)	23(6)	37(6)
C(19A)	70(7)	87(9)	86(8)	-31(7)	13(6)	21(6)
C(20A)	61(6)	85(8)	100(9)	14(7)	25(6)	12(5)
C(18")	82(10)	56(9)	143(15)	-20(10)	43(10)	10(8)
C(19")	117(13)	108(13)	77(10)	-7(9)	51(9)	61(11)
C(20")	74(9)	84(12)	80(11)	-16(9)	11(8)	6(8)
N(31A)	64(3)	55(3)	59(3)	10(2)	19(2)	4(2)
N(32A)	60(3)	49(3)	54(3)	5(2)	23(2)	4(2)
C(31A)	53(3)	45(3)	56(3)	5(2)	8(2)	9(2)
C(32A)	63(4)	66(4)	85(4)	23(3)	26(3)	3(3)
C(33A)	69(4)	55(4)	65(4)	19(3)	28(3)	4(3)
C(34A)	67(4)	76(5)	75(4)	16(3)	12(3)	-14(3)
C(35A)	131(7)	86(6)	103(6)	-18(5)	-14(5)	9(5)
C(36A)	77(5)	142(9)	133(8)	11(7)	-20(5)	14(5)
C(37A)	72(4)	60(4)	63(3)	-1(3)	22(3)	-6(3)
C(38A)	101(5)	90(5)	67(4)	6(4)	6(4)	-2(4)
C(39A)	122(6)	55(4)	101(5)	-5(4)	36(5)	-9(4)
N(21A)	52(2)	48(3)	62(3)	1(2)	4(2)	10(2)
N(22A)	46(2)	69(3)	58(3)	11(2)	5(2)	12(2)
C(21A)	41(2)	46(3)	49(3)	0(2)	1(2)	0(2)
C(22A)	66(4)	62(4)	74(4)	5(3)	8(3)	24(3)
C(23A)	74(4)	68(4)	73(4)	16(3)	2(3)	22(3)
C(24A)	68(4)	69(4)	62(4)	-4(3)	15(3)	10(3)
C(25A)	120(6)	80(5)	81(5)	-17(4)	19(4)	24(4)
C(26A)	74(5)	167(9)	102(6)	-14(6)	28(4)	-22(5)
C(27A)	62(3)	78(4)	67(4)	11(3)	17(3)	12(3)
C(28A)	90(5)	107(6)	102(6)	-20(5)	35(4)	-13(5)
C(29A)	75(5)	158(9)	132(8)	-11(7)	40(5)	-36(5)
C(41A)	44(3)	44(3)	56(3)	3(2)	16(2)	4(2)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^{-3}$) for wa2514.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	6320(40)	6730(30)	7426(19)	62(16)
H(1B)	5950(40)	7550(40)	7290(20)	76(18)
H(2A)	5840(30)	4850(30)	6276(17)	52(14)
H(2B)	5220(30)	4830(20)	6774(15)	31(11)
H(3)	5963	6219	5814	80
H(4)	7354	6579	5604	95
H(6)	8131	7360	6854	86
H(8A)	8715	6604	5517	310
H(8B)	9740	6896	5664	310
H(8C)	9345	6260	5948	310
H(9A)	8461	8333	5972	243
H(9B)	9282	8107	5697	243
H(9C)	8249	7864	5515	243
H(10A)	9314	7770	6666	255
H(10B)	9713	6966	6645	255
H(10C)	10108	7602	6361	255
H(13)	3984	7056	6048	63
H(14)	2747	6655	5544	63
H(16)	3539	4607	5811	51
H(18A)	2860	4571	4997	140
H(18B)	1879	4768	4716	140
H(18C)	2716	5328	4734	140
H(19A)	1264	6144	5435	122
H(19B)	1759	6271	4993	122
H(19C)	923	5711	4975	122
H(20A)	1432	5051	5867	134
H(20B)	1029	4633	5410	134
H(20C)	1970	4369	5702	134
H(18D)	2863	5153	4767	125
H(18E)	1773	5187	4617	125
H(18F)	2341	5915	4749	125
H(19D)	822	5456	5139	138
H(19E)	1170	5630	5664	138
H(19F)	1390	6181	5277	138
H(20D)	2589	4201	5350	110
H(20E)	1814	4344	5669	110
H(20F)	1534	4277	5130	110
H(22)	8535	8903	8051	81
H(23)	9092	7726	8369	82
H(24)	6372	8778	7312	159
H(25A)	7329	9527	6861	276
H(25B)	8235	9224	7165	276
H(25C)	7598	8690	6833	276
H(26A)	6629	9986	7672	218
H(26B)	6729	9402	8074	218
H(26C)	7629	9747	7911	218
H(27)	7627	6230	7815	145

H(28A)	8198	5793	8519	308
H(28B)	8603	6576	8665	308
H(28C)	7514	6459	8555	308
H(29A)	9026	6380	7523	247
H(29B)	9555	6493	8028	247
H(29C)	9104	5725	7880	247
H(32)	3690	2475	6384	62
H(33)	4533	2482	5715	66
H(34)	4063	4216	7018	64
H(35A)	2521	3892	7083	115
H(35B)	2618	4100	6568	115
H(35C)	2557	3268	6712	115
H(36A)	3883	3356	7582	136
H(36B)	3945	2718	7222	136
H(36C)	4821	3220	7376	136
H(37)	5815	4221	5687	73
H(38A)	6670	3364	5338	170
H(38B)	6678	3185	5867	170
H(38C)	6031	2731	5489	170
H(39A)	5330	4000	4904	132
H(39B)	4634	3391	5033	132
H(39C)	4474	4221	5156	132
H(41A)	5405	5998	6843	61
H(41B)	5010	6793	6745	61
H(1AA)	4730(30)	520(30)	5598(17)	51(14)
H(1AB)	4300(30)	660(30)	6150(17)	49(13)
H(2AA)	3000(40)	1500(30)	6848(17)	51(14)
H(2AB)	2490(40)	770(30)	6478(19)	57(15)
H(3A)	1246	999	5295	64
H(4A)	782	-136	5039	68
H(6A)	3300	-896	5519	60
H(8A1)	1346	-1706	5773	170
H(8A2)	1588	-2403	5493	170
H(8A3)	2396	-1892	5730	170
H(9A1)	2976	-1717	4998	215
H(9A2)	2195	-2279	4795	215
H(9A3)	2288	-1519	4547	215
H(10D)	312	-1258	5113	138
H(10E)	629	-1234	4617	138
H(10F)	535	-1994	4865	138
H(13A)	1753	2564	5341	63
H(14A)	564	3237	5575	61
H(16A)	930	2170	6763	57
H(18G)	-941	3381	5737	120
H(18H)	-1174	3955	6109	120
H(18I)	-250	4036	5883	120
H(19G)	-245	3957	6871	121
H(19H)	543	3365	7007	121
H(19I)	699	4002	6659	121
H(20G)	-1170	2409	6223	121
H(20H)	-684	2370	6741	121
H(20I)	-1438	2980	6589	121
H(18J)	684	4169	6523	136

H(18K)	127	4192	6019	136
H(18L)	-390	4362	6449	136
H(19J)	395	3198	7065	146
H(19K)	-669	3420	6987	146
H(19L)	-378	2592	6939	146
H(20J)	-1502	3360	6220	119
H(20K)	-987	3206	5788	119
H(20L)	-1166	2558	6123	119
H(32A)	8	128	7347	84
H(33A)	1116	543	7996	74
H(34A)	786	659	6249	87
H(35D)	310	-546	6077	164
H(35E)	1259	-532	6417	164
H(35F)	314	-705	6608	164
H(36D)	-825	481	6098	181
H(36E)	-858	345	6629	181
H(36F)	-584	1125	6456	181
H(37A)	3169	1356	7587	76
H(38D)	3548	1118	8368	130
H(38E)	2547	782	8381	130
H(38F)	3252	390	8093	130
H(39D)	2872	2303	8088	136
H(39E)	2172	2334	7623	136
H(39F)	1839	2017	8076	136
H(22A)	5807	-1940	6178	81
H(23A)	4840	-1790	6782	87
H(24A)	5334	-440	5337	79
H(25D)	5882	-1423	4947	140
H(25E)	5914	-1910	5396	140
H(25F)	4948	-1625	5140	140
H(26D)	6949	-486	5360	169
H(26E)	6667	-103	5805	169
H(26F)	7032	-920	5832	169
H(27A)	3388	-136	6557	82
H(28D)	3698	-29	7337	146
H(28E)	4538	-584	7344	146
H(28F)	4576	186	7100	146
H(29D)	2761	-1320	6545	179
H(29E)	3373	-1491	7023	179
H(29F)	2577	-893	6993	179
H(41C)	3003	1779	5470	57
H(41D)	3334	1486	5973	57

Table 6. Torsion angles [°] for wa2514.

C(21)-B(1)-C(1)-C(6)	-1.1(10)
C(21)-B(1)-C(1)-C(2)	179.7(6)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	-1.8(9)
B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	177.5(6)
C(6)-C(1)-C(2)-C(41)	177.2(6)
B(1)-C(1)-C(2)-C(41)	-3.6(9)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	-0.3(10)
C(41)-C(2)-C(3)-C(4)	-179.2(6)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	2.1(12)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	-1.5(12)
C(3)-C(4)-C(5)-C(7)	-179.5(8)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	-0.7(12)
C(7)-C(5)-C(6)-C(1)	177.2(7)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	2.3(11)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	-176.8(7)
C(6)-C(5)-C(7)-C(8)	142.8(11)
C(4)-C(5)-C(7)-C(8)	-39.4(14)
C(6)-C(5)-C(7)-C(10)	17.7(13)
C(4)-C(5)-C(7)-C(10)	-164.5(10)
C(6)-C(5)-C(7)-C(9)	-100.8(10)
C(4)-C(5)-C(7)-C(9)	77.0(11)
C(31)-B(2)-C(11)-C(16)	-3.2(6)
C(31)-B(2)-C(11)-C(12)	176.2(4)
C(16)-C(11)-C(12)-C(13)	-2.8(7)
B(2)-C(11)-C(12)-C(13)	177.8(4)
C(16)-C(11)-C(12)-C(41)	173.2(4)
B(2)-C(11)-C(12)-C(41)	-6.3(7)
C(11)-C(12)-C(13)-C(14)	2.0(8)
C(41)-C(12)-C(13)-C(14)	-174.0(5)
C(12)-C(13)-C(14)-C(15)	1.1(8)
C(13)-C(14)-C(15)-C(16)	-3.2(8)
C(13)-C(14)-C(15)-C(17)	177.3(5)
C(14)-C(15)-C(16)-C(11)	2.4(7)
C(17)-C(15)-C(16)-C(11)	-178.1(5)
C(12)-C(11)-C(16)-C(15)	0.6(7)
B(2)-C(11)-C(16)-C(15)	-180.0(5)
C(16)-C(15)-C(17)-C(19')	139(2)
C(14)-C(15)-C(17)-C(19')	-41(2)
C(16)-C(15)-C(17)-C(18)	-68.4(11)
C(14)-C(15)-C(17)-C(18)	111.2(11)
C(16)-C(15)-C(17)-C(19)	171.2(9)
C(14)-C(15)-C(17)-C(19)	-9.3(10)
C(16)-C(15)-C(17)-C(18')	-103.3(17)
C(14)-C(15)-C(17)-C(18')	76.2(17)
C(16)-C(15)-C(17)-C(20)	57.2(10)
C(14)-C(15)-C(17)-C(20)	-123.3(9)
C(16)-C(15)-C(17)-C(20')	11.3(15)
C(14)-C(15)-C(17)-C(20')	-169.2(14)
C(1)-B(1)-C(21)-N(22)	-98.4(7)

C(1)-B(1)-C(21)-N(21)	89.0(9)
N(22)-C(21)-N(21)-C(22)	1.3(7)
B(1)-C(21)-N(21)-C(22)	175.4(6)
N(22)-C(21)-N(21)-C(24)	-166.3(9)
B(1)-C(21)-N(21)-C(24)	7.8(12)
N(21)-C(21)-N(22)-C(23)	-2.7(7)
B(1)-C(21)-N(22)-C(23)	-176.8(6)
N(21)-C(21)-N(22)-C(27)	-175.9(7)
B(1)-C(21)-N(22)-C(27)	10.1(10)
C(21)-N(21)-C(22)-C(23)	0.6(8)
C(24)-N(21)-C(22)-C(23)	170.0(7)
N(21)-C(22)-C(23)-N(22)	-2.2(8)
C(21)-N(22)-C(23)-C(22)	3.2(7)
C(27)-N(22)-C(23)-C(22)	176.4(8)
C(22)-N(21)-C(24)-C(25)	89.2(9)
C(21)-N(21)-C(24)-C(25)	-103.6(9)
C(22)-N(21)-C(24)-C(26)	-30.6(11)
C(21)-N(21)-C(24)-C(26)	136.6(9)
C(21)-N(22)-C(27)-C(28)	-127.9(9)
C(23)-N(22)-C(27)-C(28)	59.7(11)
C(21)-N(22)-C(27)-C(29)	107.6(9)
C(23)-N(22)-C(27)-C(29)	-64.7(12)
C(32)-N(31)-C(31)-N(32)	-0.9(5)
C(34)-N(31)-C(31)-N(32)	-178.4(4)
C(32)-N(31)-C(31)-B(2)	177.5(4)
C(34)-N(31)-C(31)-B(2)	-0.1(7)
C(33)-N(32)-C(31)-N(31)	0.7(5)
C(37)-N(32)-C(31)-N(31)	179.3(4)
C(33)-N(32)-C(31)-B(2)	-177.6(4)
C(37)-N(32)-C(31)-B(2)	1.0(7)
C(11)-B(2)-C(31)-N(31)	-89.8(5)
C(11)-B(2)-C(31)-N(32)	88.2(5)
C(31)-N(31)-C(32)-C(33)	0.7(6)
C(34)-N(31)-C(32)-C(33)	178.3(5)
N(31)-C(32)-C(33)-N(32)	-0.2(6)
C(31)-N(32)-C(33)-C(32)	-0.4(6)
C(37)-N(32)-C(33)-C(32)	-179.0(5)
C(31)-N(31)-C(34)-C(36)	-120.6(6)
C(32)-N(31)-C(34)-C(36)	62.1(7)
C(31)-N(31)-C(34)-C(35)	115.7(6)
C(32)-N(31)-C(34)-C(35)	-61.5(7)
C(31)-N(32)-C(37)-C(38)	123.8(6)
C(33)-N(32)-C(37)-C(38)	-57.8(7)
C(31)-N(32)-C(37)-C(39)	-111.5(6)
C(33)-N(32)-C(37)-C(39)	66.9(7)
C(13)-C(12)-C(41)-C(2)	-88.9(6)
C(11)-C(12)-C(41)-C(2)	95.2(6)
C(3)-C(2)-C(41)-C(12)	-8.8(8)
C(1)-C(2)-C(41)-C(12)	172.3(5)
C(21A)-B(1A)-C(1A)-C(6A)	-23.3(7)
C(21A)-B(1A)-C(1A)-C(2A)	156.8(5)

C(6A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	-1.8(7)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(3A)	178.1(5)
C(6A)-C(1A)-C(2A)-C(41A)	-179.8(5)
B(1A)-C(1A)-C(2A)-C(41A)	0.1(7)
C(1A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	1.9(8)
C(41A)-C(2A)-C(3A)-C(4A)	179.8(5)
C(2A)-C(3A)-C(4A)-C(5A)	0.2(9)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(6A)	-2.1(9)
C(3A)-C(4A)-C(5A)-C(7A)	176.2(6)
C(4A)-C(5A)-C(6A)-C(1A)	2.1(9)
C(7A)-C(5A)-C(6A)-C(1A)	-176.3(6)
C(2A)-C(1A)-C(6A)-C(5A)	-0.1(8)
B(1A)-C(1A)-C(6A)-C(5A)	180.0(5)
C(6A)-C(5A)-C(7A)-C(9A)	-53.7(10)
C(4A)-C(5A)-C(7A)-C(9A)	128.0(8)
C(6A)-C(5A)-C(7A)-C(10A)	178.4(6)
C(4A)-C(5A)-C(7A)-C(10A)	0.1(10)
C(6A)-C(5A)-C(7A)-C(8A)	62.2(8)
C(4A)-C(5A)-C(7A)-C(8A)	-116.0(7)
C(31A)-B(2A)-C(11A)-C(12A)	-156.0(5)
C(31A)-B(2A)-C(11A)-C(16A)	27.6(8)
C(16A)-C(11A)-C(12A)-C(13A)	-0.4(7)
B(2A)-C(11A)-C(12A)-C(13A)	-177.1(5)
C(16A)-C(11A)-C(12A)-C(41A)	179.0(5)
B(2A)-C(11A)-C(12A)-C(41A)	2.4(8)
C(11A)-C(12A)-C(13A)-C(14A)	-0.8(8)
C(41A)-C(12A)-C(13A)-C(14A)	179.7(5)
C(12A)-C(13A)-C(14A)-C(15A)	1.5(8)
C(13A)-C(14A)-C(15A)-C(16A)	-0.8(7)
C(13A)-C(14A)-C(15A)-C(17A)	179.8(5)
C(14A)-C(15A)-C(16A)-C(11A)	-0.5(8)
C(17A)-C(15A)-C(16A)-C(11A)	178.9(5)
C(12A)-C(11A)-C(16A)-C(15A)	1.2(8)
B(2A)-C(11A)-C(16A)-C(15A)	177.8(5)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(20")	-115.2(11)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(20")	64.2(11)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(19A)	66.6(9)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(19A)	-114.1(9)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(19")	10.3(13)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(19")	-170.3(12)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(18A)	-171.3(7)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(18A)	8.1(9)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(20A)	-58.7(8)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(20A)	120.7(7)
C(16A)-C(15A)-C(17A)-C(18")	125.0(11)
C(14A)-C(15A)-C(17A)-C(18")	-55.6(11)
C(33A)-N(32A)-C(31A)-N(31A)	-2.1(6)
C(37A)-N(32A)-C(31A)-N(31A)	-176.4(5)
C(33A)-N(32A)-C(31A)-B(2A)	-178.5(5)
C(37A)-N(32A)-C(31A)-B(2A)	7.1(9)
C(32A)-N(31A)-C(31A)-N(32A)	2.2(6)

C(34A)-N(31A)-C(31A)-N(32A)	-176.5(5)
C(32A)-N(31A)-C(31A)-B(2A)	178.8(5)
C(34A)-N(31A)-C(31A)-B(2A)	0.1(8)
C(11A)-B(2A)-C(31A)-N(32A)	-122.9(6)
C(11A)-B(2A)-C(31A)-N(31A)	61.3(7)
C(31A)-N(31A)-C(32A)-C(33A)	-1.5(7)
C(34A)-N(31A)-C(32A)-C(33A)	177.2(6)
N(31A)-C(32A)-C(33A)-N(32A)	0.2(7)
C(31A)-N(32A)-C(33A)-C(32A)	1.2(6)
C(37A)-N(32A)-C(33A)-C(32A)	175.8(5)
C(32A)-N(31A)-C(34A)-C(36A)	50.9(9)
C(31A)-N(31A)-C(34A)-C(36A)	-130.6(7)
C(32A)-N(31A)-C(34A)-C(35A)	-73.3(8)
C(31A)-N(31A)-C(34A)-C(35A)	105.2(7)
C(31A)-N(32A)-C(37A)-C(38A)	-141.6(6)
C(33A)-N(32A)-C(37A)-C(38A)	44.7(7)
C(31A)-N(32A)-C(37A)-C(39A)	93.2(6)
C(33A)-N(32A)-C(37A)-C(39A)	-80.5(7)
C(23A)-N(22A)-C(21A)-N(21A)	-0.6(6)
C(27A)-N(22A)-C(21A)-N(21A)	-177.8(5)
C(23A)-N(22A)-C(21A)-B(1A)	179.9(5)
C(27A)-N(22A)-C(21A)-B(1A)	2.8(8)
C(22A)-N(21A)-C(21A)-N(22A)	0.7(6)
C(24A)-N(21A)-C(21A)-N(22A)	177.3(5)
C(22A)-N(21A)-C(21A)-B(1A)	-179.9(5)
C(24A)-N(21A)-C(21A)-B(1A)	-3.3(8)
C(1A)-B(1A)-C(21A)-N(22A)	-74.2(6)
C(1A)-B(1A)-C(21A)-N(21A)	106.5(6)
C(21A)-N(21A)-C(22A)-C(23A)	-0.5(7)
C(24A)-N(21A)-C(22A)-C(23A)	-177.1(6)
N(21A)-C(22A)-C(23A)-N(22A)	0.0(7)
C(21A)-N(22A)-C(23A)-C(22A)	0.4(7)
C(27A)-N(22A)-C(23A)-C(22A)	177.5(6)
C(21A)-N(21A)-C(24A)-C(25A)	-129.5(6)
C(22A)-N(21A)-C(24A)-C(25A)	46.6(8)
C(21A)-N(21A)-C(24A)-C(26A)	103.5(7)
C(22A)-N(21A)-C(24A)-C(26A)	-80.4(8)
C(21A)-N(22A)-C(27A)-C(28A)	-105.3(7)
C(23A)-N(22A)-C(27A)-C(28A)	78.0(8)
C(21A)-N(22A)-C(27A)-C(29A)	131.1(7)
C(23A)-N(22A)-C(27A)-C(29A)	-45.6(9)
C(3A)-C(2A)-C(41A)-C(12A)	37.4(7)
C(1A)-C(2A)-C(41A)-C(12A)	-144.6(5)
C(13A)-C(12A)-C(41A)-C(2A)	-104.3(6)
C(11A)-C(12A)-C(41A)-C(2A)	76.2(6)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.4.18 Struktur von 8

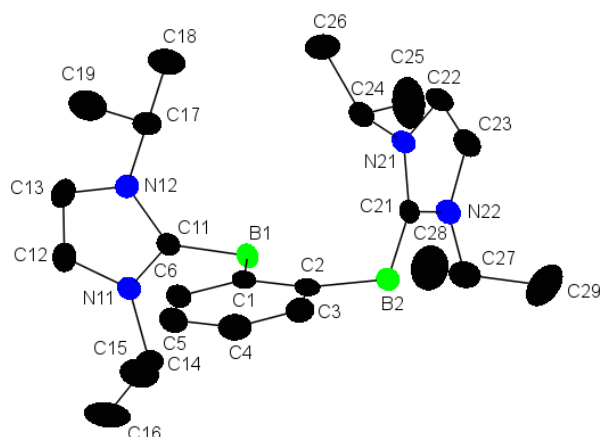


Abbildung A104: Struktur von **8**.

Table 1. Crystal data and structure refinement for wa2419.

Identification code	wa2419	
Empirical formula	C ₂₄ H ₄₀ B ₂ N ₄	
Formula weight	406.22	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Monoclinic	
Space group	P 2 ₁ /n	
Unit cell dimensions	a = 10.1120(7) Å	α = 90°.
	b = 14.4600(7) Å	β = 97.593(5)°.
	c = 17.4806(12) Å	γ = 90°.
Volume	2533.6(3) Å ³	
Z	4	
Density (calculated)	1.065 Mg/m ³	
Absorption coefficient	0.062 mm ⁻¹	
F(000)	888	
Crystal size	0.250 x 0.190 x 0.120 mm ³	
Theta range for data collection	3.474 to 26.370°.	
Index ranges	-12 ≤ h ≤ 12, -18 ≤ k ≤ 17, -21 ≤ l ≤ 21	
Reflections collected	35038	
Independent reflections	5167 [R(int) = 0.0590]	
Completeness to theta = 25.000°	99.7 %	
Absorption correction	Semi-empirical from equivalents	
Max. and min. transmission	1.000 and 0.692	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	5167 / 0 / 287	
Goodness-of-fit on F ²	1.051	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0555, wR2 = 0.1192	
R indices (all data)	R1 = 0.0791, wR2 = 0.1283	
Extinction coefficient	n/a	
Largest diff. peak and hole	0.245 and -0.232 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2419. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	$U(\text{eq})$
B(1)	2064(2)	6367(1)	6182(1)	21(1)
B(2)	3697(2)	5995(1)	7844(1)	23(1)
C(1)	3641(2)	6622(1)	6380(1)	19(1)
C(2)	4363(2)	6415(1)	7118(1)	20(1)
C(3)	5713(2)	6681(1)	7253(1)	26(1)
C(4)	6356(2)	7149(1)	6713(1)	30(1)
C(5)	5653(2)	7351(1)	5998(1)	29(1)
C(6)	4321(2)	7082(1)	5840(1)	24(1)
N(11)	810(1)	7321(1)	4977(1)	24(1)
N(12)	1697(1)	6045(1)	4678(1)	22(1)
C(11)	1524(2)	6587(1)	5287(1)	20(1)
C(12)	530(2)	7228(1)	4184(1)	32(1)
C(13)	1080(2)	6428(1)	3997(1)	32(1)
C(14)	471(2)	8147(1)	5412(1)	33(1)
C(15)	-998(2)	8383(2)	5211(2)	45(1)
C(16)	1367(2)	8950(1)	5256(2)	52(1)
C(17)	2448(2)	5163(1)	4732(1)	26(1)
C(18)	1495(2)	4352(1)	4620(1)	38(1)
C(19)	3462(2)	5160(1)	4160(2)	46(1)
N(21)	3006(1)	4265(1)	7453(1)	25(1)
N(22)	1540(1)	4984(1)	8015(1)	25(1)
C(21)	2717(2)	5106(1)	7730(1)	21(1)
C(22)	2037(2)	3624(1)	7576(1)	31(1)
C(23)	1122(2)	4071(1)	7924(1)	31(1)
C(24)	4157(2)	4068(1)	7037(1)	31(1)
C(25)	5305(2)	3683(2)	7582(2)	64(1)
C(26)	3710(3)	3421(2)	6360(1)	53(1)
C(27)	740(2)	5711(1)	8329(1)	32(1)
C(28)	-586(2)	5826(2)	7824(2)	58(1)
C(29)	569(3)	5505(2)	9159(1)	58(1)

Table 3. Bond lengths [\AA] and angles [$^\circ$] for wa2419.

B(1)-C(11)	1.619(2)
B(1)-C(1)	1.629(2)
B(1)-H(1A)	1.16(2)
B(1)-H(1B)	1.16(2)
B(2)-C(21)	1.620(2)
B(2)-C(2)	1.631(2)
B(2)-H(2B)	1.16(2)
B(2)-H(2A)	1.17(2)
C(1)-C(6)	1.405(2)
C(1)-C(2)	1.428(2)
C(2)-C(3)	1.408(2)

C(3)-C(4)	1.391(3)
C(3)-H(3)	0.9500
C(4)-C(5)	1.384(3)
C(4)-H(4)	0.9500
C(5)-C(6)	1.395(2)
C(5)-H(5)	0.9500
C(6)-H(6)	0.9500
N(11)-C(11)	1.355(2)
N(11)-C(12)	1.385(2)
N(11)-C(14)	1.482(2)
N(12)-C(11)	1.352(2)
N(12)-C(13)	1.385(2)
N(12)-C(17)	1.480(2)
C(12)-C(13)	1.342(3)
C(12)-H(12)	0.9500
C(13)-H(13)	0.9500
C(14)-C(15)	1.519(3)
C(14)-C(16)	1.519(3)
C(14)-H(14)	1.0000
C(15)-H(15A)	0.9800
C(15)-H(15B)	0.9800
C(15)-H(15C)	0.9800
C(16)-H(16A)	0.9800
C(16)-H(16B)	0.9800
C(16)-H(16C)	0.9800
C(17)-C(18)	1.514(2)
C(17)-C(19)	1.523(3)
C(17)-H(17)	1.0000
C(18)-H(18A)	0.9800
C(18)-H(18B)	0.9800
C(18)-H(18C)	0.9800
C(19)-H(19A)	0.9800
C(19)-H(19B)	0.9800
C(19)-H(19C)	0.9800
N(21)-C(21)	1.355(2)
N(21)-C(22)	1.386(2)
N(21)-C(24)	1.479(2)
N(22)-C(21)	1.361(2)
N(22)-C(23)	1.389(2)
N(22)-C(27)	1.476(2)
C(22)-C(23)	1.338(3)
C(22)-H(22)	0.9500
C(23)-H(23)	0.9500
C(24)-C(25)	1.508(3)
C(24)-C(26)	1.529(3)
C(24)-H(24)	1.0000
C(25)-H(25A)	0.9800
C(25)-H(25B)	0.9800
C(25)-H(25C)	0.9800
C(26)-H(26A)	0.9800
C(26)-H(26B)	0.9800

C(26)-H(26C)	0.9800
C(27)-C(29)	1.513(3)
C(27)-C(28)	1.515(3)
C(27)-H(27)	1.0000
C(28)-H(28A)	0.9800
C(28)-H(28B)	0.9800
C(28)-H(28C)	0.9800
C(29)-H(29A)	0.9800
C(29)-H(29B)	0.9800
C(29)-H(29C)	0.9800
C(11)-B(1)-C(1)	110.87(13)
C(11)-B(1)-H(1A)	106.0(10)
C(1)-B(1)-H(1A)	111.0(9)
C(11)-B(1)-H(1B)	109.6(10)
C(1)-B(1)-H(1B)	110.3(10)
H(1A)-B(1)-H(1B)	109.0(14)
C(21)-B(2)-C(2)	120.55(14)
C(21)-B(2)-H(2B)	104.4(11)
C(2)-B(2)-H(2B)	109.4(11)
C(21)-B(2)-H(2A)	108.7(10)
C(2)-B(2)-H(2A)	107.3(10)
H(2B)-B(2)-H(2A)	105.7(15)
C(6)-C(1)-C(2)	117.93(14)
C(6)-C(1)-B(1)	121.12(14)
C(2)-C(1)-B(1)	120.90(13)
C(3)-C(2)-C(1)	117.56(14)
C(3)-C(2)-B(2)	117.52(14)
C(1)-C(2)-B(2)	124.57(13)
C(4)-C(3)-C(2)	123.31(16)
C(4)-C(3)-H(3)	118.3
C(2)-C(3)-H(3)	118.3
C(5)-C(4)-C(3)	119.01(15)
C(5)-C(4)-H(4)	120.5
C(3)-C(4)-H(4)	120.5
C(4)-C(5)-C(6)	119.14(16)
C(4)-C(5)-H(5)	120.4
C(6)-C(5)-H(5)	120.4
C(5)-C(6)-C(1)	123.02(16)
C(5)-C(6)-H(6)	118.5
C(1)-C(6)-H(6)	118.5
C(11)-N(11)-C(12)	110.66(14)
C(11)-N(11)-C(14)	124.97(14)
C(12)-N(11)-C(14)	124.19(14)
C(11)-N(12)-C(13)	110.71(14)
C(11)-N(12)-C(17)	124.65(14)
C(13)-N(12)-C(17)	124.63(14)
N(12)-C(11)-N(11)	104.87(14)
N(12)-C(11)-B(1)	125.76(14)
N(11)-C(11)-B(1)	129.36(14)
C(13)-C(12)-N(11)	106.83(15)

C(13)-C(12)-H(12)	126.6
N(11)-C(12)-H(12)	126.6
C(12)-C(13)-N(12)	106.91(15)
C(12)-C(13)-H(13)	126.5
N(12)-C(13)-H(13)	126.5
N(11)-C(14)-C(15)	110.35(16)
N(11)-C(14)-C(16)	109.81(17)
C(15)-C(14)-C(16)	112.04(16)
N(11)-C(14)-H(14)	108.2
C(15)-C(14)-H(14)	108.2
C(16)-C(14)-H(14)	108.2
C(14)-C(15)-H(15A)	109.5
C(14)-C(15)-H(15B)	109.5
H(15A)-C(15)-H(15B)	109.5
C(14)-C(15)-H(15C)	109.5
H(15A)-C(15)-H(15C)	109.5
H(15B)-C(15)-H(15C)	109.5
C(14)-C(16)-H(16A)	109.5
C(14)-C(16)-H(16B)	109.5
H(16A)-C(16)-H(16B)	109.5
C(14)-C(16)-H(16C)	109.5
H(16A)-C(16)-H(16C)	109.5
H(16B)-C(16)-H(16C)	109.5
N(12)-C(17)-C(18)	110.29(13)
N(12)-C(17)-C(19)	110.19(15)
C(18)-C(17)-C(19)	112.65(16)
N(12)-C(17)-H(17)	107.8
C(18)-C(17)-H(17)	107.8
C(19)-C(17)-H(17)	107.8
C(17)-C(18)-H(18A)	109.5
C(17)-C(18)-H(18B)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18B)	109.5
C(17)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18A)-C(18)-H(18C)	109.5
H(18B)-C(18)-H(18C)	109.5
C(17)-C(19)-H(19A)	109.5
C(17)-C(19)-H(19B)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19B)	109.5
C(17)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19A)-C(19)-H(19C)	109.5
H(19B)-C(19)-H(19C)	109.5
C(21)-N(21)-C(22)	110.70(14)
C(21)-N(21)-C(24)	124.72(14)
C(22)-N(21)-C(24)	124.49(14)
C(21)-N(22)-C(23)	110.42(14)
C(21)-N(22)-C(27)	126.34(14)
C(23)-N(22)-C(27)	123.10(14)
N(21)-C(21)-N(22)	104.78(13)
N(21)-C(21)-B(2)	126.78(14)
N(22)-C(21)-B(2)	127.47(14)
C(23)-C(22)-N(21)	107.07(15)

C(23)-C(22)-H(22)	126.5
N(21)-C(22)-H(22)	126.5
C(22)-C(23)-N(22)	107.01(15)
C(22)-C(23)-H(23)	126.5
N(22)-C(23)-H(23)	126.5
N(21)-C(24)-C(25)	110.50(16)
N(21)-C(24)-C(26)	109.06(16)
C(25)-C(24)-C(26)	112.8(2)
N(21)-C(24)-H(24)	108.1
C(25)-C(24)-H(24)	108.1
C(26)-C(24)-H(24)	108.1
C(24)-C(25)-H(25A)	109.5
C(24)-C(25)-H(25B)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25B)	109.5
C(24)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25A)-C(25)-H(25C)	109.5
H(25B)-C(25)-H(25C)	109.5
C(24)-C(26)-H(26A)	109.5
C(24)-C(26)-H(26B)	109.5
H(26A)-C(26)-H(26B)	109.5
C(24)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26A)-C(26)-H(26C)	109.5
H(26B)-C(26)-H(26C)	109.5
N(22)-C(27)-C(29)	110.78(16)
N(22)-C(27)-C(28)	110.36(17)
C(29)-C(27)-C(28)	112.09(18)
N(22)-C(27)-H(27)	107.8
C(29)-C(27)-H(27)	107.8
C(28)-C(27)-H(27)	107.8
C(27)-C(28)-H(28A)	109.5
C(27)-C(28)-H(28B)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28B)	109.5
C(27)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28A)-C(28)-H(28C)	109.5
H(28B)-C(28)-H(28C)	109.5
C(27)-C(29)-H(29A)	109.5
C(27)-C(29)-H(29B)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29B)	109.5
C(27)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29A)-C(29)-H(29C)	109.5
H(29B)-C(29)-H(29C)	109.5

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2419. The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2 [h^2 a^{*2} U^{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
B(1)	22(1)	21(1)	20(1)	3(1)	1(1)	0(1)
B(2)	28(1)	20(1)	21(1)	0(1)	1(1)	-3(1)
C(1)	22(1)	13(1)	23(1)	-2(1)	4(1)	1(1)
C(2)	21(1)	13(1)	25(1)	-3(1)	2(1)	2(1)
C(3)	22(1)	26(1)	29(1)	-3(1)	-1(1)	0(1)
C(4)	19(1)	29(1)	42(1)	-6(1)	5(1)	-5(1)
C(5)	29(1)	24(1)	36(1)	0(1)	13(1)	-4(1)
C(6)	26(1)	20(1)	26(1)	1(1)	5(1)	0(1)
N(11)	30(1)	19(1)	22(1)	2(1)	0(1)	2(1)
N(12)	24(1)	22(1)	22(1)	-1(1)	2(1)	0(1)
C(11)	19(1)	18(1)	23(1)	1(1)	2(1)	-2(1)
C(12)	40(1)	32(1)	21(1)	4(1)	-2(1)	5(1)
C(13)	40(1)	35(1)	19(1)	-1(1)	0(1)	3(1)
C(14)	49(1)	21(1)	26(1)	-2(1)	-1(1)	10(1)
C(15)	44(1)	31(1)	63(2)	-4(1)	16(1)	7(1)
C(16)	48(1)	26(1)	77(2)	-12(1)	-8(1)	-2(1)
C(17)	25(1)	21(1)	33(1)	-3(1)	5(1)	2(1)
C(18)	33(1)	26(1)	55(1)	-5(1)	8(1)	-4(1)
C(19)	44(1)	33(1)	65(2)	-2(1)	28(1)	1(1)
N(21)	32(1)	18(1)	25(1)	2(1)	6(1)	-2(1)
N(22)	27(1)	21(1)	26(1)	2(1)	3(1)	-1(1)
C(21)	26(1)	19(1)	18(1)	4(1)	2(1)	2(1)
C(22)	41(1)	18(1)	34(1)	2(1)	6(1)	-6(1)
C(23)	33(1)	25(1)	34(1)	5(1)	5(1)	-9(1)
C(24)	43(1)	21(1)	31(1)	4(1)	15(1)	2(1)
C(25)	50(1)	88(2)	57(2)	27(1)	23(1)	32(1)
C(26)	84(2)	29(1)	54(1)	-13(1)	38(1)	-15(1)
C(27)	30(1)	27(1)	42(1)	-1(1)	10(1)	2(1)
C(28)	47(1)	74(2)	51(2)	8(1)	1(1)	25(1)
C(29)	58(1)	77(2)	38(1)	-10(1)	8(1)	24(1)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for wa2419.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	1886(19)	5581(14)	6266(11)	32(5)
H(1B)	1443(19)	6783(14)	6580(12)	34(5)
H(2B)	4540(20)	5773(16)	8329(13)	44(6)
H(2A)	3131(19)	6604(14)	8106(12)	31(5)
H(3)	6210	6534	7737	31
H(4)	7264	7327	6832	36
H(5)	6073	7669	5620	34
H(6)	3851	7216	5346	28
H(12)	42	7650	3837	38
H(13)	1051	6174	3494	38
H(14)	641	7999	5976	39
H(15A)	-1209	8930	5503	68
H(15B)	-1193	8510	4657	68
H(15C)	-1541	7860	5344	68
H(16A)	1138	9494	5545	78
H(16B)	2300	8782	5418	78
H(16C)	1240	9091	4702	78
H(17)	2949	5119	5263	31
H(18A)	2003	3773	4657	57
H(18B)	902	4363	5021	57
H(18C)	962	4394	4111	57
H(19A)	3952	4573	4201	68
H(19B)	2997	5230	3635	68
H(19C)	4088	5673	4278	68
H(22)	2024	2988	7439	37
H(23)	337	3812	8080	37
H(24)	4453	4664	6824	37
H(25A)	6058	3557	7298	95
H(25B)	5576	4135	7991	95
H(25C)	5027	3109	7812	95
H(26A)	4468	3288	6082	80
H(26B)	3376	2843	6556	80
H(26C)	2999	3718	6010	80
H(27)	1239	6307	8321	39
H(28A)	-1106	6310	8039	87
H(28B)	-431	6001	7301	87
H(28C)	-1080	5241	7804	87
H(29A)	36	5995	9357	87
H(29B)	113	4910	9186	87
H(29C)	1446	5477	9472	87

Table 6. Torsion angles [$^\circ$] for wa2419.

C(11)-B(1)-C(1)-C(6)	7.6(2)
C(11)-B(1)-C(1)-C(2)	-174.82(13)
C(6)-C(1)-C(2)-C(3)	-0.5(2)

B(1)-C(1)-C(2)-C(3)	-178.15(14)
C(6)-C(1)-C(2)-B(2)	172.57(15)
B(1)-C(1)-C(2)-B(2)	-5.1(2)
C(21)-B(2)-C(2)-C(3)	-137.92(16)
C(21)-B(2)-C(2)-C(1)	49.0(2)
C(1)-C(2)-C(3)-C(4)	1.5(2)
B(2)-C(2)-C(3)-C(4)	-172.04(16)
C(2)-C(3)-C(4)-C(5)	-1.4(3)
C(3)-C(4)-C(5)-C(6)	0.1(3)
C(4)-C(5)-C(6)-C(1)	0.9(3)
C(2)-C(1)-C(6)-C(5)	-0.7(2)
B(1)-C(1)-C(6)-C(5)	176.98(15)
C(13)-N(12)-C(11)-N(11)	-1.03(18)
C(17)-N(12)-C(11)-N(11)	178.83(14)
C(13)-N(12)-C(11)-B(1)	178.52(15)
C(17)-N(12)-C(11)-B(1)	-1.6(2)
C(12)-N(11)-C(11)-N(12)	0.76(18)
C(14)-N(11)-C(11)-N(12)	-174.49(15)
C(12)-N(11)-C(11)-B(1)	-178.77(15)
C(14)-N(11)-C(11)-B(1)	6.0(3)
C(1)-B(1)-C(11)-N(12)	79.70(19)
C(1)-B(1)-C(11)-N(11)	-100.86(18)
C(11)-N(11)-C(12)-C(13)	-0.2(2)
C(14)-N(11)-C(12)-C(13)	175.08(16)
N(11)-C(12)-C(13)-N(12)	-0.4(2)
C(11)-N(12)-C(13)-C(12)	0.9(2)
C(17)-N(12)-C(13)-C(12)	-178.93(15)
C(11)-N(11)-C(14)-C(15)	-132.70(18)
C(12)-N(11)-C(14)-C(15)	52.7(2)
C(11)-N(11)-C(14)-C(16)	103.32(19)
C(12)-N(11)-C(14)-C(16)	-71.3(2)
C(11)-N(12)-C(17)-C(18)	105.55(18)
C(13)-N(12)-C(17)-C(18)	-74.6(2)
C(11)-N(12)-C(17)-C(19)	-129.45(18)
C(13)-N(12)-C(17)-C(19)	50.4(2)
C(22)-N(21)-C(21)-N(22)	-1.07(18)
C(24)-N(21)-C(21)-N(22)	175.72(15)
C(22)-N(21)-C(21)-B(2)	168.28(16)
C(24)-N(21)-C(21)-B(2)	-14.9(3)
C(23)-N(22)-C(21)-N(21)	0.95(18)
C(27)-N(22)-C(21)-N(21)	-174.96(15)
C(23)-N(22)-C(21)-B(2)	-168.31(16)
C(27)-N(22)-C(21)-B(2)	15.8(3)
C(2)-B(2)-C(21)-N(21)	56.6(2)
C(2)-B(2)-C(21)-N(22)	-136.38(17)
C(21)-N(21)-C(22)-C(23)	0.8(2)
C(24)-N(21)-C(22)-C(23)	-175.99(16)
N(21)-C(22)-C(23)-N(22)	-0.2(2)
C(21)-N(22)-C(23)-C(22)	-0.5(2)
C(27)-N(22)-C(23)-C(22)	175.58(16)
C(21)-N(21)-C(24)-C(25)	96.7(2)

C(22)-N(21)-C(24)-C(25)	-86.9(2)
C(21)-N(21)-C(24)-C(26)	-138.71(17)
C(22)-N(21)-C(24)-C(26)	37.6(2)
C(21)-N(22)-C(27)-C(29)	-120.5(2)
C(23)-N(22)-C(27)-C(29)	64.0(2)
C(21)-N(22)-C(27)-C(28)	114.7(2)
C(23)-N(22)-C(27)-C(28)	-60.7(2)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

7.5 Eigene Anteile an wissenschaftlichen Publikationen

- 1) A. S. Scholz, **J. G. Massoth**, M. Bursch, J.-M. Mewes, T. Hetzke, B. Wolf, M. Bolte, H.-W. Lerner, S. Grimme, M. Wagner: „BNB-Doped Phenalenyls: Modular Synthesis, Optoelectronic Properties, and One-Electron Reduction“, *J. Am. Chem. Soc.* **2020**, 142, 11072-11083.

Sämtliche präparativen Arbeiten und die vollständige Charakterisierung per NMR-, UV/vis- und Emissions-Spektroskopie, Cyclovoltammetrie und Coulometrie für die Verbindungen **1, 2, 5, 7, 8, K[7*], K[7H]** der oben genannten Publikation.

7.6 Erklärung zu vorherigen Doktorprüfungen und guter wissenschaftlicher Praxis

Erklärung

Ich erkläre hiermit, dass ich mich bisher keiner Doktorprüfung im Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Bereich unterzogen habe.

Offenbach am Main, den 10.02.2022

Julian Massoth

Versicherung

Ich erkläre hiermit, dass ich die vorgelegte Dissertation über

„SYNTHESE HETEROATOM-DOTIERTER PHENALENE“

selbstständig angefertigt und mich anderer Hilfsmittel als der in ihr angegebenen nicht bedient habe, insbesondere, dass alle Entlehnungen aus anderen Schriften mit Angabe der betreffenden Schrift gekennzeichnet sind. Ich versichere, die Grundsätze der guten wissenschaftlichen Praxis beachtet, und nicht die Hilfe einer kommerziellen Promotionsvermittlung in Anspruch genommen zu haben.

Offenbach am Main, den 10.02.2022

Julian Massoth

7.7 Lebenslauf

Der Lebenslauf wurde aus der elektronischen Version entfernt.