

Ethylene and Alkyne Carbon-Carbon Bond Cleavage Across Tungsten-Tungsten Multiple Bonds

Rebecca L. M. Chamberlin, Devon C. Rosenfeld, Peter T. Wolczanski* and Emil B. Lobkovsky
Department of Chemistry & Chemical Biology, Baker Laboratory, Cornell University, Ithaca, New York 14853

Supporting Information Available: Crystal data, data collection and solution and refinement details pertaining to $[(\text{silox})_2\text{W}]_2(\mu\text{-CCH}_3)_2$ (**4b**); CIF file pertaining to $[(\text{silox})_2\text{EtTa}](\mu\text{-CHCH}_2)(\mu\text{-H})_2[\text{Ta}(\text{silox})_2]$ (**12**).

	<u>page</u>
Structure Determination Summary for $[(\text{silox})_2\text{W}]_2(\mu\text{-CCH}_3)_2$ (4b)	2
I. Crystal Data	2
II. Data Collection	3
III. Solution and Refinement	4
II. Atomic Coordinates and U(eq)'s (Table 1.)	5
III. Bond Lengths (Å, Table 2.)	7
IV. Bond Angles (°, Table 3.)	8
V. Anisotropic Displacement Coefficients (Table 4.)	10
VI. H-atom Coordinates and Isotropic Displacement Coefficients (Table 5.)	12
Structure Determination Summary for $[(\text{silox})_2\text{EtTa}](\mu\text{-CHCH}_2)(\mu\text{-H})_2[\text{Ta}(\text{silox})_2]$ (12)	15
I. Crystal Data and structure refinement (Table 1.)	15
II. Atomic Coordinates and U(eq)'s (Table 2.)	16
III. Bond Lengths (Å) and Angles(°) (Table 3.)	18
IV. Anisotropic Displacement Coefficients (Table 4.)	24
V. H-atom Coordinates and Isotropic Displacement Coefficients (Table 5.)	26

Structure determination summary for [(silox)2W]2(mu-CCH3)2Crystal Data

Empirical Formula	C ₅₂ H ₁₁₄ O ₄ Si ₄ W ₂
Color; Habit	yellow block
Crystal Size (mm)	0.3 x 0.3 x 0.4
Crystal System	Orthorhombic
Space Group	Pbca
Unit Cell Dimensions	$\underline{a}$ = 26.178(11) Å $\underline{b}$ = 17.083(4) Å $\underline{c}$ = 28.360(15) Å
Volume	12682(9) Å ³
Z	8
Formula weight	1283.5
Density(calc.)	1.344 Mg/m ³
Absorption Coefficient	3.813 mm ⁻¹
F(000)	5296

Data Collection

Diffractionmeter Used	Siemens R3m/V
Radiation	MoK α (λ = 0.71073 Å)
Temperature (K)	298
Monochromator	Highly oriented graphite crystal
2 θ Range	0.0 to 55.0°
Scan Type	ω
Scan Speed	Variable; 2.25 to 29.30°/min. in ω
Scan Range (ω)	0.50°
Background Measurement	Stationary crystal and stationary counter at beginning and end of scan, each for 20.0% of total scan time
Standard Reflections	3 measured every 50 reflections
Index Ranges	-34 $\leq h \leq$ 0, -19 $\leq k \leq$ 0 -36 $\leq l \leq$ 0
Reflections Collected	15046
Independent Reflections	13962 (R_{int} = 0.00%)
Observed Reflections	7572 ($F > 4.0\sigma(F)$)
Absorption Correction	N/A

Solution and Refinement

System Used	Siemens SHELXTL PLUS (VMS)
Solution	Direct Methods
Refinement Method	Full-Matrix Least-Squares
Quantity Minimized	$\sum w(F_o - F_c)^2$
Absolute Structure	N/A
Extinction Correction	N/A
Hydrogen Atoms	Riding model, fixed isotropic U
Weighting Scheme	$w^{-1} = \sigma^2(F) + 0.0026F^2$
Number of Parameters refined	559
Final R indices (obs. data)	R = 5.46 %, wR = 6.79 %
R Indices (all data)	R = 11.31 %, wR = 8.71 %
Goodness-of-Fit	0.94
Largest and Mean Δ/σ	0.419, 0.053
Data-to-Parameter Ratio	13.5:1
Largest Difference Peak	2.09 eÅ ⁻³
Largest Difference Hole	-1.50 eÅ ⁻³

Table 1. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement coefficients ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

	x	y	z	U(eq)
W(1)	1378(1)	6705(1)	503(1)	31(1)
W(2)	1657(1)	6457(1)	1415(1)	31(1)
Si(1)	193(1)	7580(2)	209(1)	43(1)
Si(2)	2175(1)	6209(2)	-465(1)	45(1)
Si(3)	796(1)	6001(3)	2334(1)	51(1)
Si(4)	2931(1)	6575(2)	1818(1)	38(1)
O(1)	713(3)	7077(5)	356(3)	44(3)
O(2)	1830(3)	6523(5)	-12(3)	46(3)
O(3)	1187(3)	6332(5)	1917(3)	46(3)
O(4)	2337(3)	6400(5)	1620(3)	44(3)
C(1)	1605(4)	7389(7)	1014(4)	39(4)
C(2)	1432(4)	5785(7)	904(4)	36(4)
C(3)	1694(6)	8236(8)	1051(6)	68(6)
C(4)	1309(5)	4923(8)	827(5)	58(5)
C(5)	-98(5)	8038(11)	767(5)	65(6)
C(6)	-254(5)	6807(9)	-70(6)	64(6)
C(7)	411(6)	8379(10)	-224(6)	69(6)
C(8)	2676(6)	5461(9)	-248(5)	58(5)
C(9)	2496(6)	7138(9)	-715(5)	58(5)
C(10)	1713(6)	5732(10)	-903(5)	66(6)
C(11)	479(6)	6930(10)	2596(5)	66(6)
C(12)	1200(6)	5459(10)	2807(5)	66(6)
C(13)	323(5)	5278(11)	2032(6)	69(6)
C(14)	2902(5)	6867(9)	2474(5)	53(5)
C(15)	3282(6)	5589(9)	1739(5)	62(5)
C(16)	3205(4)	7411(9)	1445(5)	49(4)
C(17)	-405(7)	7453(13)	1051(6)	101(9)
C(18)	306(6)	8341(10)	1094(6)	80(7)
C(19)	-465(6)	8723(11)	647(6)	89(7)
C(20)	-250(6)	6049(9)	221(7)	94(8)
C(21)	-99(7)	6590(12)	-585(6)	103(9)
C(22)	-823(5)	7085(10)	-106(6)	76(6)
C(23)	-44(7)	8736(10)	-506(6)	85(7)
C(24)	796(6)	8070(10)	-577(6)	82(7)
C(25)	694(7)	9066(9)	26(7)	88(8)
C(26)	2898(6)	4959(10)	-648(5)	77(7)
C(27)	3143(5)	5862(10)	-16(6)	80(7)
C(28)	2449(7)	4958(11)	132(6)	90(7)
C(29)	2128(7)	7666(11)	-984(6)	88(8)
C(30)	2931(7)	6965(12)	-1057(6)	92(8)
C(31)	2705(7)	7636(11)	-322(6)	94(8)
C(32)	1232(7)	6213(12)	-959(7)	103(9)
C(33)	1528(8)	4927(14)	-736(8)	130(12)
C(34)	1927(8)	5582(13)	-1397(5)	110(9)
C(35)	2811(7)	6148(10)	2799(5)	77(7)
C(36)	2451(6)	7457(10)	2558(5)	75(6)
C(37)	3395(6)	7282(12)	2654(5)	84(7)
C(38)	3393(7)	5482(10)	1200(5)	78(7)
C(39)	2941(6)	4908(9)	1894(6)	77(7)
C(40)	3783(6)	5528(11)	1994(7)	93(8)
C(41)	3061(5)	7335(9)	928(4)	59(5)
C(42)	2993(6)	8214(8)	1616(6)	69(6)
C(43)	3795(5)	7482(10)	1478(5)	73(6)
C(44)	865(7)	7576(10)	2664(7)	99(8)

C(45)	75(7)	7250(13)	2243(6)	106(9)
C(46)	215(7)	6822(12)	3080(6)	99(9)
C(47)	1612(6)	4947(11)	2561(6)	84(7)
C(48)	1486(6)	6037(12)	3121(5)	85(7)
C(49)	891(7)	4913(13)	3135(6)	107(9)
C(50)	143(6)	5625(11)	1549(6)	86(7)
C(51)	559(6)	4466(10)	1929(6)	85(7)
C(52)	-156(6)	5125(12)	2334(6)	104(9)

* Equivalent isotropic U defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor

Table 2. Bond lengths (Å)

W(1)-W(2)	2.720 (2)	W(1)-O(1)	1.902 (8)
W(1)-O(2)	1.906 (8)	W(1)-C(1)	1.954 (12)
W(1)-C(2)	1.945 (11)	W(2)-O(3)	1.895 (8)
W(2)-O(4)	1.876 (7)	W(2)-C(1)	1.959 (12)
W(2)-C(2)	1.940 (11)	Si(1)-O(1)	1.663 (9)
Si(1)-C(5)	1.923 (16)	Si(1)-C(6)	1.932 (16)
Si(1)-C(7)	1.923 (17)	Si(2)-O(2)	1.660 (9)
Si(2)-C(8)	1.931 (15)	Si(2)-C(9)	1.929 (16)
Si(2)-C(10)	1.914 (16)	Si(3)-O(3)	1.661 (9)
Si(3)-C(11)	1.939 (17)	Si(3)-C(12)	1.942 (16)
Si(3)-C(13)	1.948 (17)	Si(4)-O(4)	1.680 (8)
Si(4)-C(14)	1.928 (14)	Si(4)-C(15)	1.932 (15)
Si(4)-C(16)	1.915 (14)	C(1)-C(3)	1.470 (18)
C(2)-C(4)	1.523 (18)	C(5)-C(17)	1.516 (25)
C(5)-C(18)	1.498 (22)	C(5)-C(19)	1.552 (24)
C(6)-C(20)	1.535 (23)	C(6)-C(21)	1.561 (24)
C(6)-C(22)	1.568 (19)	C(7)-C(23)	1.557 (23)
C(7)-C(24)	1.515 (23)	C(7)-C(25)	1.559 (23)
C(8)-C(26)	1.538 (21)	C(8)-C(27)	1.548 (21)
C(8)-C(28)	1.500 (22)	C(9)-C(29)	1.525 (23)
C(9)-C(30)	1.525 (23)	C(9)-C(31)	1.504 (22)
C(10)-C(32)	1.511 (25)	C(10)-C(33)	1.534 (28)
C(10)-C(34)	1.531 (22)	C(11)-C(44)	1.509 (24)
C(11)-C(45)	1.554 (24)	C(11)-C(46)	1.549 (22)
C(12)-C(47)	1.554 (23)	C(12)-C(48)	1.528 (24)
C(12)-C(49)	1.546 (25)	C(13)-C(50)	1.565 (23)
C(13)-C(51)	1.546 (25)	C(13)-C(52)	1.543 (22)
C(14)-C(35)	1.555 (21)	C(14)-C(36)	1.571 (21)
C(14)-C(37)	1.559 (21)	C(15)-C(38)	1.566 (22)
C(15)-C(39)	1.530 (22)	C(15)-C(40)	1.502 (22)
C(16)-C(41)	1.520 (18)	C(16)-C(42)	1.555 (20)
C(16)-C(43)	1.552 (18)		

Table 3. Bond angles ($^{\circ}$)

✓ W(2)-W(1)-O(1)	120.4(2)	✓ W(2)-W(1)-O(2)	122.6(2)
✓ O(1)-W(1)-O(2)	117.1(3)	W(2)-W(1)-C(1)	46.1(3)
O(1)-W(1)-C(1)	103.9(4)	O(2)-W(1)-C(1)	118.6(4)
W(2)-W(1)-C(2)	45.5(3)	O(1)-W(1)-C(2)	117.7(4)
O(2)-W(1)-C(2)	105.8(4)	✓ C(1)-W(1)-C(2)	91.5(5)
✓ W(1)-W(2)-O(3)	124.0(2)	✓ W(1)-W(2)-O(4)	123.9(2)
✓ O(3)-W(2)-O(4)	112.2(3)	W(1)-W(2)-C(1)	45.9(3)
O(3)-W(2)-C(1)	118.9(4)	O(4)-W(2)-C(1)	106.7(4)
W(1)-W(2)-C(2)	45.6(3)	O(3)-W(2)-C(2)	107.3(4)
O(4)-W(2)-C(2)	119.3(4)	✓ C(1)-W(2)-C(2)	91.5(5)
O(1)-Si(1)-C(5)	109.0(6)	O(1)-Si(1)-C(6)	104.2(5)
C(5)-Si(1)-C(6)	112.1(7)	O(1)-Si(1)-C(7)	106.5(6)
C(5)-Si(1)-C(7)	110.8(7)	C(6)-Si(1)-C(7)	113.8(7)
O(2)-Si(2)-C(8)	109.6(5)	O(2)-Si(2)-C(9)	104.8(5)
C(8)-Si(2)-C(9)	111.5(7)	O(2)-Si(2)-C(10)	107.1(6)
C(8)-Si(2)-C(10)	110.8(7)	C(9)-Si(2)-C(10)	112.8(6)
O(3)-Si(3)-C(11)	104.9(6)	O(3)-Si(3)-C(12)	108.6(6)
C(11)-Si(3)-C(12)	111.0(7)	O(3)-Si(3)-C(13)	107.1(6)
C(11)-Si(3)-C(13)	114.6(7)	C(12)-Si(3)-C(13)	110.3(7)
O(4)-Si(4)-C(14)	109.4(5)	O(4)-Si(4)-C(15)	104.3(6)
C(14)-Si(4)-C(15)	110.8(6)	O(4)-Si(4)-C(16)	107.1(5)
C(14)-Si(4)-C(16)	110.8(6)	C(15)-Si(4)-C(16)	114.1(6)
✓ W(1)-O(1)-Si(1)	168.0(5)	✓ W(1)-O(2)-Si(2)	169.8(5)
✓ W(2)-O(3)-Si(3)	166.6(6)	✓ W(2)-O(4)-Si(4)	166.7(6)
✓ W(1)-C(1)-W(2)	88.1(5)	✓ W(1)-C(1)-C(3)	133.6(10)
✓ W(2)-C(1)-C(3)	138.4(10)	✓ W(1)-C(2)-W(2)	88.9(5)
✓ W(1)-C(2)-C(4)	133.0(8)	✓ W(2)-C(2)-C(4)	138.1(9)
Si(1)-C(5)-C(17)	112.3(12)	Si(1)-C(5)-C(18)	111.8(10)
C(17)-C(5)-C(18)	105.9(13)	Si(1)-C(5)-C(19)	111.8(10)
C(17)-C(5)-C(19)	106.5(13)	C(18)-C(5)-C(19)	108.2(14)
Si(1)-C(6)-C(20)	110.7(11)	Si(1)-C(6)-C(21)	112.8(11)
C(20)-C(6)-C(21)	107.5(14)	Si(1)-C(6)-C(22)	113.2(11)
C(20)-C(6)-C(22)	107.3(12)	C(21)-C(6)-C(22)	105.0(13)
Si(1)-C(7)-C(23)	112.2(11)	Si(1)-C(7)-C(24)	111.9(11)
C(23)-C(7)-C(24)	107.9(13)	Si(1)-C(7)-C(25)	112.6(11)
C(23)-C(7)-C(25)	107.5(13)	C(24)-C(7)-C(25)	104.3(13)
Si(2)-C(8)-C(26)	113.0(10)	Si(2)-C(8)-C(27)	112.3(10)
C(26)-C(8)-C(27)	105.2(12)	Si(2)-C(8)-C(28)	109.8(11)
C(26)-C(8)-C(28)	111.1(13)	C(27)-C(8)-C(28)	105.1(12)
Si(2)-C(9)-C(29)	113.3(11)	Si(2)-C(9)-C(30)	113.5(11)
C(29)-C(9)-C(30)	105.5(12)	Si(2)-C(9)-C(31)	110.6(10)
C(29)-C(9)-C(31)	105.4(13)	C(30)-C(9)-C(31)	108.0(14)
Si(2)-C(10)-C(32)	111.3(12)	Si(2)-C(10)-C(33)	112.4(12)
C(32)-C(10)-C(33)	104.9(14)	Si(2)-C(10)-C(34)	115.7(12)
C(32)-C(10)-C(34)	107.4(14)	C(33)-C(10)-C(34)	104.3(15)
Si(3)-C(11)-C(44)	111.1(11)	Si(3)-C(11)-C(45)	109.4(11)
C(44)-C(11)-C(45)	106.4(14)	Si(3)-C(11)-C(46)	115.6(12)
C(44)-C(11)-C(46)	105.9(13)	C(45)-C(11)-C(46)	107.9(13)
Si(3)-C(12)-C(47)	109.7(10)	Si(3)-C(12)-C(48)	111.2(12)
C(47)-C(12)-C(48)	106.5(12)	Si(3)-C(12)-C(49)	114.8(11)
C(47)-C(12)-C(49)	107.1(14)	C(48)-C(12)-C(49)	107.2(13)
Si(3)-C(13)-C(50)	109.6(11)	Si(3)-C(13)-C(51)	113.5(10)
C(50)-C(13)-C(51)	107.2(13)	Si(3)-C(13)-C(52)	112.4(12)
C(50)-C(13)-C(52)	107.7(12)	C(51)-C(13)-C(52)	106.1(14)
Si(4)-C(14)-C(35)	112.0(10)	Si(4)-C(14)-C(36)	110.0(9)
C(35)-C(14)-C(36)	107.5(12)	Si(4)-C(14)-C(37)	113.7(9)

C(35)-C(14)-C(37)	107.0(12)	C(36)-C(14)-C(37)	106.3(12)
Si(4)-C(15)-C(38)	107.6(10)	Si(4)-C(15)-C(39)	110.6(10)
C(38)-C(15)-C(39)	107.4(13)	Si(4)-C(15)-C(40)	114.9(11)
C(38)-C(15)-C(40)	107.3(13)	C(39)-C(15)-C(40)	108.7(13)
Si(4)-C(16)-C(41)	112.1(10)	Si(4)-C(16)-C(42)	110.7(9)
C(41)-C(16)-C(42)	106.7(11)	Si(4)-C(16)-C(43)	113.4(10)
C(41)-C(16)-C(43)	108.1(11)	C(42)-C(16)-C(43)	105.4(12)

Table 4. Anisotropic displacement coefficients ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
W(1)	28(1)	33(1)	31(1)	5(1)	-1(1)	-1(1)
W(2)	25(1)	37(1)	31(1)	-2(1)	0(1)	0(1)
Si(1)	34(2)	48(2)	48(2)	10(2)	-8(2)	-1(2)
Si(2)	48(2)	50(2)	37(2)	10(2)	9(2)	-3(2)
Si(3)	40(2)	71(3)	43(2)	-4(2)	10(2)	-2(2)
Si(4)	28(2)	45(2)	40(2)	0(1)	-6(1)	-3(2)
O(1)	38(4)	38(5)	58(5)	13(4)	-6(4)	-2(4)
O(2)	56(5)	52(6)	31(4)	12(4)	8(4)	2(4)
O(3)	46(5)	60(6)	32(4)	-4(5)	5(4)	-6(4)
O(4)	30(4)	55(6)	48(5)	-1(4)	2(4)	4(4)
C(1)	32(6)	31(7)	54(8)	11(5)	-5(6)	5(6)
C(2)	43(7)	30(6)	34(6)	13(5)	-5(5)	1(5)
C(3)	81(11)	46(9)	77(10)	1(8)	-28(9)	1(8)
C(4)	67(9)	46(8)	60(9)	-9(7)	17(8)	-8(7)
C(5)	43(8)	95(12)	55(9)	20(8)	-4(7)	-16(9)
C(6)	42(8)	62(10)	88(11)	-1(7)	-21(8)	-5(9)
C(7)	64(10)	73(12)	72(10)	22(9)	2(8)	20(9)
C(8)	70(10)	56(9)	49(8)	26(8)	15(7)	-5(7)
C(9)	66(9)	63(10)	44(7)	-12(8)	9(7)	-10(7)
C(10)	64(10)	69(11)	64(10)	16(9)	-14(8)	-28(8)
C(11)	63(10)	94(13)	42(8)	6(9)	1(7)	-20(8)
C(12)	53(9)	88(12)	56(9)	-21(9)	6(7)	16(9)
C(13)	43(8)	90(13)	75(11)	-12(9)	12(8)	-15(10)
C(14)	44(7)	68(10)	46(7)	-3(7)	7(6)	-7(7)
C(15)	54(9)	61(10)	72(10)	14(8)	-24(8)	-7(8)
C(16)	34(6)	67(9)	46(7)	-10(6)	5(6)	-1(7)
C(17)	92(13)	145(19)	67(11)	28(14)	2(11)	-9(12)
C(18)	75(11)	100(14)	66(10)	23(10)	5(9)	-17(10)
C(19)	59(10)	120(16)	89(12)	54(11)	-11(9)	-32(11)
C(20)	58(10)	65(11)	159(18)	-18(9)	-48(11)	11(12)
C(21)	65(11)	136(19)	106(15)	8(12)	-22(10)	-53(13)
C(22)	38(8)	90(12)	99(12)	3(8)	-27(8)	-18(10)
C(23)	87(12)	78(12)	88(12)	23(10)	-15(10)	28(10)
C(24)	82(12)	89(13)	76(12)	9(10)	8(9)	21(10)
C(25)	88(13)	58(11)	119(15)	4(10)	-14(12)	8(11)
C(26)	66(10)	91(13)	74(11)	31(10)	0(8)	-22(10)
C(27)	45(8)	107(15)	88(12)	19(9)	-15(8)	1(11)
C(28)	85(12)	90(13)	95(13)	39(10)	32(10)	37(11)
C(29)	94(13)	89(14)	83(12)	21(11)	36(10)	34(10)
C(30)	95(14)	102(15)	78(12)	14(12)	20(11)	16(11)
C(31)	110(15)	96(15)	77(12)	-31(12)	-4(11)	21(11)
C(32)	79(13)	112(17)	117(16)	19(12)	-19(12)	-37(13)
C(33)	105(17)	136(23)	149(21)	-31(16)	-14(15)	-31(19)
C(34)	134(18)	142(19)	53(10)	14(16)	-13(11)	-36(11)
C(35)	98(13)	99(14)	35(7)	13(11)	-7(8)	13(8)
C(36)	78(11)	93(13)	55(9)	1(10)	16(8)	-21(9)
C(37)	69(11)	124(16)	57(9)	-14(11)	-4(8)	-22(10)
C(38)	88(12)	73(12)	73(11)	5(10)	10(9)	-23(9)
C(39)	81(12)	54(10)	97(13)	8(9)	0(10)	4(9)
C(40)	56(10)	103(15)	119(16)	27(10)	-18(10)	-7(12)
C(41)	60(9)	67(10)	51(8)	-7(8)	8(7)	-2(7)
C(42)	67(10)	61(10)	80(11)	-26(8)	10(8)	18(9)
C(43)	51(8)	97(13)	71(10)	-24(9)	13(8)	-2(9)
C(44)	123(16)	71(12)	104(15)	3(12)	23(13)	-44(11)
C(45)	98(15)	138(20)	82(13)	30(14)	12(12)	-17(13)

C(46)	88(14)	131(18)	79(12)	-8(13)	28(10)	-39(12)
C(47)	77(11)	93(13)	81(12)	15(11)	-11(10)	20(11)
C(48)	59(10)	144(18)	50(9)	4(11)	4(8)	1(11)
C(49)	113(16)	134(19)	73(12)	-34(14)	-6(11)	33(13)
C(50)	59(10)	103(14)	95(13)	-22(10)	3(9)	-35(11)
C(51)	82(12)	97(14)	76(11)	-31(11)	22(10)	-16(10)
C(52)	62(11)	139(18)	111(15)	-44(12)	36(10)	-16(13)

The anisotropic displacement exponent takes the form:

$$-2\pi^2(h^2a^2U_{11} + \dots + 2hka*b*U_{12})$$

Table 5. H-Atom coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement coefficients ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

	x	y	z	U
H(3A)	1621	8480	753	80
H(3B)	1474	8449	1289	80
H(3C)	2044	8332	1135	80
H(4A)	1387	4630	1107	80
H(4B)	952	4876	757	80
H(4C)	1506	4723	568	80
H(17A)	-543	7707	1325	80
H(17B)	-680	7262	859	80
H(17C)	-194	7023	1147	80
H(18A)	153	8559	1372	80
H(18B)	536	7928	1182	80
H(18C)	491	8742	929	80
H(19A)	-609	8934	931	80
H(19B)	-271	9122	489	80
H(19C)	-735	8546	444	80
H(20A)	-467	5663	79	80
H(20B)	92	5848	243	80
H(20C)	-374	6171	531	80
H(21A)	-330	6203	-706	80
H(21B)	-112	7049	-780	80
H(21C)	242	6384	-586	80
H(22A)	-1031	6689	-250	80
H(22B)	-946	7190	207	80
H(22C)	-839	7555	-291	80
H(23A)	81	9132	-717	80
H(23B)	-210	8332	-683	80
H(23C)	-282	8965	-289	80
H(24A)	908	8469	-792	80
H(24B)	1085	7866	-409	80
H(24C)	634	7656	-750	80
H(25A)	797	9447	-204	80
H(25B)	464	9305	247	80
H(25C)	990	8875	190	80
H(26A)	3144	4595	-524	80
H(26B)	2628	4676	-801	80
H(26C)	3062	5296	-873	80
H(27A)	3382	5473	87	80
H(27B)	3303	6201	-242	80
H(27C)	3031	6165	250	80
H(28A)	2700	4587	236	80
H(28B)	2344	5277	393	80
H(28C)	2158	4684	8	80
H(29A)	2298	8123	-1102	80
H(29B)	1990	7372	-1243	80
H(29C)	1855	7821	-778	80
H(30A)	3077	7445	-1170	80
H(30B)	3188	6665	-898	80
H(30C)	2799	6670	-1318	80
H(31A)	2862	8097	-449	80
H(31B)	2424	7784	-124	80
H(31C)	2950	7348	-140	80
H(32A)	1001	5970	-1177	80
H(32B)	1069	6268	-658	80
H(32C)	1328	6720	-1075	80

H(33A)	1301	4708	-966	80
H(33B)	1814	4582	-692	80
H(33C)	1350	4989	-442	80
H(34A)	1673	5336	-1591	80
H(34B)	2027	6070	-1537	80
H(34C)	2219	5245	-1371	80
H(35A)	2796	6314	3122	80
H(35B)	2494	5901	2716	80
H(35C)	3086	5782	2760	80
H(36A)	2440	7600	2885	80
H(36B)	2499	7918	2370	80
H(36C)	2135	7209	2472	80
H(37A)	3360	7419	2981	80
H(37B)	3678	6930	2616	80
H(37C)	3454	7747	2472	80
H(38A)	3569	4995	1150	80
H(38B)	3074	5475	1035	80
H(38C)	3600	5906	1086	80
H(39A)	3110	4414	1856	80
H(39B)	2855	4985	2219	80
H(39C)	2634	4913	1707	80
H(40A)	3936	5025	1938	80
H(40B)	4008	5931	1882	80
H(40C)	3726	5595	2326	80
H(41A)	3205	7766	756	80
H(41B)	3189	6852	802	80
H(41C)	2696	7346	900	80
H(42A)	3131	8624	1422	80
H(42B)	2628	8213	1591	80
H(42C)	3090	8299	1938	80
H(43A)	3914	7905	1284	80
H(43B)	3889	7578	1800	80
H(43C)	3946	7001	1374	80
H(44A)	705	8035	2792	80
H(44B)	1125	7396	2877	80
H(44C)	1017	7701	2365	80
H(45A)	-80	7715	2368	80
H(45B)	228	7364	1944	80
H(45C)	-181	6852	2204	80
H(46A)	68	7299	3196	80
H(46B)	-49	6436	3042	80
H(46C)	465	6634	3300	80
H(47A)	1810	4682	2797	80
H(47B)	1452	4568	2360	80
H(47C)	1832	5276	2377	80
H(48A)	1681	5755	3352	80
H(48B)	1712	6347	2930	80
H(48C)	1247	6374	3277	80
H(49A)	1116	4670	3359	80
H(49B)	638	5216	3299	80
H(49C)	725	4517	2950	80
H(50A)	-88	5267	1399	80
H(50B)	-27	6114	1603	80
H(50C)	434	5708	1348	80
H(51A)	311	4137	1778	80
H(51B)	849	4530	1725	80
H(51C)	666	4228	2219	80
H(52A)	-381	4769	2174	80
H(52B)	-53	4901	2629	80

H(52C)

-331

5610

2390

80

Table 1. Crystal data and structure refinement for dcr46.

Identification code	dc46	
Empirical formula	C ₅₂ H ₁₁₈ O ₄ Si ₄ Ta ₂	
Formula weight	1281.72	
Temperature	173(2) K	
Wavelength	0.71073 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	Pbca	
Unit cell dimensions	a = 26.083(3) Å	α = 90°.
	b = 16.808(2) Å	β = 90°.
	c = 28.764(3) Å	γ = 90°.
Volume	12610(3) Å ³	
Z	8	
Density (calculated)	1.350 Mg/m ³	
Absorption coefficient	3.581 mm ⁻¹	
F(000)	5312	
Crystal size	0.30 x 0.20 x 0.05 mm ³	
Theta range for data collection	2.11 to 23.25°	
Index ranges	-28 ≤ h ≤ 24, -18 ≤ k ≤ 15, -31 ≤ l ≤ 31	
Reflections collected	55978	
Independent reflections	8398 [R(int) = 0.0483]	
Completeness to theta = 23.25°	92.9 %	
Absorption correction	SADABS	
Max. and min. transmission	0.8413 and 0.598981	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F ²	
Data / restraints / parameters	8398 / 0 / 559	
Goodness-of-fit on F ²	1.117	
Final R indices [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0572, wR2 = 0.1307	
R indices (all data)	R1 = 0.0721, wR2 = 0.1367	
Largest diff. peak and hole	3.176 and -1.523 e.Å ⁻³	

Table 2. Atomic coordinates ($\times 10^4$) and equivalent isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for dcr46. $U(\text{eq})$ is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Ta(1)	1709(1)	3776(1)	1402(1)	30(1)
Ta(2)	1451(1)	3275(1)	429(1)	30(1)
Si(1)	813(1)	4140(2)	2305(1)	49(1)
Si(2)	2984(1)	3585(2)	1818(1)	41(1)
Si(3)	2069(1)	4089(2)	-556(1)	35(1)
Si(4)	271(1)	2330(2)	153(1)	37(1)
O(1)	1237(3)	3914(5)	1886(2)	39(2)
O(2)	2375(2)	3676(4)	1644(2)	36(2)
O(3)	1760(3)	3653(4)	-125(2)	34(2)
O(4)	808(3)	2806(4)	304(2)	36(2)
C(1)	1364(6)	4379(12)	756(5)	95(6)
C(2)	1703(6)	4971(8)	1077(6)	80(5)
C(3)	1936(6)	2220(8)	514(6)	83(6)
C(4)	1952(10)	1751(18)	885(7)	189(14)
C(5)	1189(6)	4637(11)	2803(4)	81(5)
C(6)	845(7)	5112(13)	3139(6)	128(9)
C(7)	1475(7)	4013(15)	3090(5)	122(9)
C(8)	1587(6)	5221(12)	2582(6)	110(7)
C(9)	508(5)	3144(9)	2495(4)	60(4)
C(10)	927(6)	2503(10)	2535(6)	89(5)
C(11)	236(5)	3188(11)	2963(5)	86(5)
C(12)	135(6)	2838(10)	2133(5)	79(5)
C(13)	336(5)	4859(9)	2023(4)	59(4)
C(14)	573(7)	5681(10)	1946(6)	97(6)
C(15)	168(5)	4572(10)	1536(5)	68(4)
C(16)	-162(5)	4964(11)	2312(5)	86(5)
C(17)	2965(5)	3122(11)	2415(5)	78(5)
C(18)	2530(6)	2524(10)	2462(5)	84(5)
C(19)	2822(7)	3813(13)	2775(6)	124(8)
C(20)	3464(6)	2756(12)	2589(5)	98(6)
C(21)	3285(6)	4635(11)	1798(7)	90(5)

C(22)	2904(7)	5256(10)	1964(7)	103(6)
C(23)	3768(7)	4719(13)	2091(8)	137(9)
C(24)	3419(8)	4838(15)	1255(8)	161(12)
C(25)	3317(4)	2899(10)	1387(5)	67(5)
C(26)	3111(8)	2006(10)	1472(8)	123(8)
C(27)	3906(5)	2882(14)	1447(5)	110(7)
C(28)	3182(5)	3049(10)	897(5)	73(5)
C(29)	2455(5)	4951(8)	-309(4)	57(4)
C(30)	2086(6)	5668(8)	-192(6)	79(5)
C(31)	2871(5)	5264(9)	-651(4)	63(4)
C(32)	2725(5)	4725(8)	136(4)	55(4)
C(33)	2517(5)	3270(9)	-818(5)	67(4)
C(34)	2217(6)	2495(8)	-867(6)	81(5)
C(35)	2977(6)	3137(10)	-496(6)	88(5)
C(36)	2697(7)	3535(10)	-1306(5)	95(6)
C(37)	1552(5)	4428(9)	-980(5)	68(4)
C(38)	1334(6)	3713(10)	-1260(5)	83(5)
C(39)	1099(5)	4806(9)	-702(5)	65(4)
C(40)	1732(6)	5073(11)	-1322(5)	93(6)
C(41)	484(6)	1510(10)	-280(5)	75(5)
C(42)	871(5)	1813(8)	-625(4)	61(4)
C(43)	16(5)	1192(8)	-556(5)	59(4)
C(44)	757(6)	818(9)	2(6)	87(5)
C(45)	-161(5)	3119(9)	-136(6)	74(5)
C(46)	-736(5)	2866(9)	-138(6)	78(5)
C(47)	-127(5)	3906(8)	137(5)	64(4)
C(48)	20(6)	3267(11)	-648(5)	93(6)
C(49)	-14(6)	1881(10)	700(5)	78(5)
C(50)	-404(6)	1225(10)	604(5)	85(6)
C(51)	-310(6)	2574(12)	975(5)	100(6)
C(52)	395(5)	1554(8)	1030(4)	61(4)

Table 3. Bond lengths [Å] and angles [°] for dcr46.

Ta(1)-O(1)	1.873(7)
Ta(1)-O(2)	1.880(7)
Ta(1)-C(2)	2.215(16)
Ta(1)-C(1)	2.300(18)
Ta(1)-Ta(2)	2.9991(6)
Ta(2)-O(4)	1.887(7)
Ta(2)-O(3)	1.894(7)
Ta(2)-C(1)	2.092(18)
Ta(2)-C(3)	2.193(14)
Si(1)-O(1)	1.680(7)
Si(1)-C(13)	1.914(14)
Si(1)-C(5)	1.927(14)
Si(1)-C(9)	1.930(14)
Si(2)-O(2)	1.672(7)
Si(2)-C(17)	1.886(14)
Si(2)-C(25)	1.903(13)
Si(2)-C(21)	1.933(17)
Si(3)-O(3)	1.652(7)
Si(3)-C(29)	1.903(13)
Si(3)-C(37)	1.906(13)
Si(3)-C(33)	1.954(14)
Si(4)-O(4)	1.672(7)
Si(4)-C(49)	1.896(14)
Si(4)-C(45)	1.927(14)
Si(4)-C(41)	1.939(16)
C(1)-C(2)	1.62(2)
C(3)-C(4)	1.33(2)
C(5)-C(7)	1.53(3)
C(5)-C(6)	1.54(2)
C(5)-C(8)	1.56(2)
C(9)-C(12)	1.515(19)
C(9)-C(11)	1.523(17)
C(9)-C(10)	1.54(2)
C(13)-C(14)	1.53(2)

C(13)-C(15)	1.546(18)
C(13)-C(16)	1.552(16)
C(17)-C(20)	1.523(19)
C(17)-C(18)	1.52(2)
C(17)-C(19)	1.60(2)
C(21)-C(23)	1.52(2)
C(21)-C(22)	1.52(2)
C(21)-C(24)	1.64(3)
C(25)-C(28)	1.473(18)
C(25)-C(27)	1.547(17)
C(25)-C(26)	1.61(2)
C(29)-C(32)	1.511(17)
C(29)-C(31)	1.555(16)
C(29)-C(30)	1.58(2)
C(33)-C(34)	1.526(19)
C(33)-C(35)	1.53(2)
C(33)-C(36)	1.55(2)
C(37)-C(40)	1.538(19)
C(37)-C(38)	1.55(2)
C(37)-C(39)	1.561(19)
C(41)-C(42)	1.505(19)
C(41)-C(43)	1.552(18)
C(41)-C(44)	1.59(2)
C(45)-C(47)	1.54(2)
C(45)-C(46)	1.560(18)
C(45)-C(48)	1.57(2)
C(49)-C(50)	1.526(19)
C(49)-C(52)	1.530(19)
C(49)-C(51)	1.61(2)

O(1)-Ta(1)-O(2)	110.0(3)
O(1)-Ta(1)-C(2)	101.3(4)
O(2)-Ta(1)-C(2)	104.1(5)
O(1)-Ta(1)-C(1)	106.8(5)
O(2)-Ta(1)-C(1)	134.5(5)
C(2)-Ta(1)-C(1)	42.0(6)

O(1)-Ta(1)-Ta(2)	125.6(2)
O(2)-Ta(1)-Ta(2)	121.9(2)
C(2)-Ta(1)-Ta(2)	81.9(4)
C(1)-Ta(1)-Ta(2)	44.1(4)
O(4)-Ta(2)-O(3)	111.0(3)
O(4)-Ta(2)-C(1)	111.0(5)
O(3)-Ta(2)-C(1)	97.3(5)
O(4)-Ta(2)-C(3)	101.3(4)
O(3)-Ta(2)-C(3)	96.8(6)
C(1)-Ta(2)-C(3)	136.8(6)
O(4)-Ta(2)-Ta(1)	119.6(2)
O(3)-Ta(2)-Ta(1)	126.5(2)
C(1)-Ta(2)-Ta(1)	49.9(5)
C(3)-Ta(2)-Ta(1)	89.6(4)
O(1)-Si(1)-C(13)	105.5(5)
O(1)-Si(1)-C(5)	107.1(5)
C(13)-Si(1)-C(5)	111.8(8)
O(1)-Si(1)-C(9)	106.1(5)
C(13)-Si(1)-C(9)	113.6(6)
C(5)-Si(1)-C(9)	112.0(7)
O(2)-Si(2)-C(17)	106.6(5)
O(2)-Si(2)-C(25)	107.1(5)
C(17)-Si(2)-C(25)	110.8(7)
O(2)-Si(2)-C(21)	107.1(6)
C(17)-Si(2)-C(21)	114.5(8)
C(25)-Si(2)-C(21)	110.4(8)
O(3)-Si(3)-C(29)	108.4(4)
O(3)-Si(3)-C(37)	105.5(5)
C(29)-Si(3)-C(37)	112.7(7)
O(3)-Si(3)-C(33)	105.6(5)
C(29)-Si(3)-C(33)	111.4(6)
C(37)-Si(3)-C(33)	112.8(7)
O(4)-Si(4)-C(49)	107.6(5)
O(4)-Si(4)-C(45)	105.8(5)
C(49)-Si(4)-C(45)	113.8(8)
O(4)-Si(4)-C(41)	105.5(5)

C(49)-Si(4)-C(41)	111.3(7)
C(45)-Si(4)-C(41)	112.3(7)
Si(1)-O(1)-Ta(1)	173.9(5)
Si(2)-O(2)-Ta(1)	175.7(4)
Si(3)-O(3)-Ta(2)	171.2(5)
Si(4)-O(4)-Ta(2)	173.9(5)
C(2)-C(1)-Ta(2)	137.9(12)
C(2)-C(1)-Ta(1)	66.2(8)
Ta(2)-C(1)-Ta(1)	86.0(7)
C(1)-C(2)-Ta(1)	71.8(9)
C(4)-C(3)-Ta(2)	126(2)
C(7)-C(5)-C(6)	107.5(14)
C(7)-C(5)-C(8)	109.0(14)
C(6)-C(5)-C(8)	108.4(15)
C(7)-C(5)-Si(1)	110.6(13)
C(6)-C(5)-Si(1)	113.2(11)
C(8)-C(5)-Si(1)	108.0(9)
C(12)-C(9)-C(11)	108.9(11)
C(12)-C(9)-C(10)	105.6(13)
C(11)-C(9)-C(10)	107.4(12)
C(12)-C(9)-Si(1)	111.4(9)
C(11)-C(9)-Si(1)	113.5(11)
C(10)-C(9)-Si(1)	109.7(9)
C(14)-C(13)-C(15)	105.3(12)
C(14)-C(13)-C(16)	108.3(12)
C(15)-C(13)-C(16)	106.5(11)
C(14)-C(13)-Si(1)	111.7(10)
C(15)-C(13)-Si(1)	111.8(10)
C(16)-C(13)-Si(1)	112.9(10)
C(20)-C(17)-C(18)	109.9(14)
C(20)-C(17)-C(19)	106.3(14)
C(18)-C(17)-C(19)	104.2(14)
C(20)-C(17)-Si(2)	116.3(10)
C(18)-C(17)-Si(2)	111.9(10)
C(19)-C(17)-Si(2)	107.2(12)
C(23)-C(21)-C(22)	107.8(16)

C(23)-C(21)-C(24)	109.5(15)
C(22)-C(21)-C(24)	107.2(17)
C(23)-C(21)-Si(2)	113.9(13)
C(22)-C(21)-Si(2)	110.6(11)
C(24)-C(21)-Si(2)	107.7(12)
C(28)-C(25)-C(27)	110.4(12)
C(28)-C(25)-C(26)	103.0(14)
C(27)-C(25)-C(26)	107.3(14)
C(28)-C(25)-Si(2)	114.2(10)
C(27)-C(25)-Si(2)	113.0(11)
C(26)-C(25)-Si(2)	108.2(11)
C(32)-C(29)-C(31)	107.2(11)
C(32)-C(29)-C(30)	107.2(11)
C(31)-C(29)-C(30)	107.6(11)
C(32)-C(29)-Si(3)	111.8(9)
C(31)-C(29)-Si(3)	112.9(9)
C(30)-C(29)-Si(3)	109.8(10)
C(34)-C(33)-C(35)	109.4(14)
C(34)-C(33)-C(36)	108.5(12)
C(35)-C(33)-C(36)	110.6(13)
C(34)-C(33)-Si(3)	109.4(9)
C(35)-C(33)-Si(3)	109.8(10)
C(36)-C(33)-Si(3)	109.2(11)
C(40)-C(37)-C(38)	108.9(12)
C(40)-C(37)-C(39)	105.8(13)
C(38)-C(37)-C(39)	107.7(12)
C(40)-C(37)-Si(3)	113.8(10)
C(38)-C(37)-Si(3)	111.1(10)
C(39)-C(37)-Si(3)	109.3(9)
C(42)-C(41)-C(43)	107.9(12)
C(42)-C(41)-C(44)	106.5(13)
C(43)-C(41)-C(44)	111.2(12)
C(42)-C(41)-Si(4)	112.1(10)
C(43)-C(41)-Si(4)	110.3(11)
C(44)-C(41)-Si(4)	108.8(10)
C(47)-C(45)-C(46)	106.9(13)

C(47)-C(45)-C(48)	109.0(12)
C(46)-C(45)-C(48)	109.3(12)
C(47)-C(45)-Si(4)	109.7(10)
C(46)-C(45)-Si(4)	112.1(10)
C(48)-C(45)-Si(4)	109.8(11)
C(50)-C(49)-C(52)	108.5(13)
C(50)-C(49)-C(51)	107.0(13)
C(52)-C(49)-C(51)	106.9(12)
C(50)-C(49)-Si(4)	113.5(10)
C(52)-C(49)-Si(4)	112.6(10)
C(51)-C(49)-Si(4)	107.9(11)

Symmetry transformations used to generate equivalent atoms:

Table 4. Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for dcr46. 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}
Ta(1)	26(1)	41(1)	23(1)	-3(1)	-2(1)	-7(1)
Ta(2)	34(1)	34(1)	22(1)	-1(1)	-4(1)	-2(1)
Si(1)	34(2)	81(3)	32(2)	-6(2)	10(1)	-12(2)
Si(2)	31(2)	55(2)	39(2)	-4(2)	-10(1)	-1(2)
Si(3)	37(2)	37(2)	31(2)	5(1)	2(1)	-4(1)
Si(4)	36(2)	35(2)	40(2)	0(1)	-3(1)	-8(1)
O(1)	31(4)	57(6)	29(4)	-1(4)	2(3)	-13(4)
O(2)	28(4)	42(5)	40(4)	-7(4)	3(3)	5(3)
O(3)	34(4)	32(4)	38(4)	9(3)	-7(3)	-2(3)
O(4)	33(4)	39(5)	36(4)	4(3)	4(3)	3(3)
C(1)	73(11)	141(17)	70(10)	-33(11)	7(8)	-6(11)
C(2)	74(10)	47(9)	118(13)	-30(9)	48(9)	-19(8)
C(3)	76(10)	35(9)	137(15)	-7(9)	-65(11)	-1(8)
C(4)	190(20)	270(30)	113(17)	60(20)	-73(17)	-140(20)
C(5)	65(9)	144(16)	33(7)	-27(9)	11(7)	-26(10)
C(6)	112(15)	190(20)	81(12)	-82(14)	26(11)	-50(15)
C(7)	85(12)	240(30)	39(8)	-5(13)	-10(8)	-35(15)
C(8)	87(12)	160(20)	81(11)	-56(12)	-8(9)	-66(13)
C(9)	51(8)	81(11)	48(7)	21(7)	19(6)	2(7)
C(10)	84(11)	92(13)	90(11)	27(10)	21(9)	-7(10)
C(11)	56(9)	136(16)	67(10)	22(10)	25(8)	-16(10)
C(12)	67(10)	92(13)	77(10)	-7(9)	5(8)	-30(9)
C(13)	42(7)	84(11)	52(8)	-2(7)	18(6)	12(7)
C(14)	96(13)	74(13)	121(15)	-6(11)	36(11)	7(10)
C(15)	36(7)	95(12)	72(9)	2(8)	8(7)	18(7)
C(16)	67(10)	110(14)	82(11)	-25(10)	37(8)	10(10)
C(17)	49(8)	118(15)	68(9)	26(9)	-16(7)	-5(9)
C(18)	78(10)	99(13)	76(10)	51(10)	-23(8)	-22(10)
C(19)	112(15)	200(20)	64(10)	-61(13)	-1(10)	-33(15)
C(20)	74(10)	155(18)	65(10)	48(11)	-18(8)	18(11)
C(21)	58(10)	86(13)	127(15)	-11(11)	-29(10)	-22(9)

C(22)	92(13)	67(12)	149(17)	-48(12)	-1(12)	-27(10)
C(23)	83(13)	150(20)	180(20)	-8(16)	-81(14)	-61(13)
C(24)	133(18)	190(30)	160(20)	117(19)	-36(15)	-115(18)
C(25)	28(7)	114(14)	60(8)	-23(8)	-7(6)	32(8)
C(26)	141(18)	49(12)	180(20)	-16(12)	11(16)	25(12)
C(27)	33(8)	220(20)	76(11)	9(13)	1(7)	43(11)
C(28)	46(8)	104(13)	68(10)	-28(9)	-5(7)	16(8)
C(29)	73(9)	53(9)	46(7)	2(6)	8(6)	-23(7)
C(30)	96(12)	47(10)	94(11)	-23(8)	30(9)	-12(9)
C(31)	60(8)	78(11)	50(7)	7(7)	15(6)	-36(8)
C(32)	54(8)	73(10)	38(7)	2(6)	-8(6)	-25(7)
C(33)	60(9)	63(10)	76(9)	-29(8)	11(8)	-4(7)
C(34)	73(10)	44(9)	125(14)	-35(9)	7(9)	7(8)
C(35)	64(10)	68(12)	132(15)	5(10)	-8(10)	29(9)
C(36)	99(13)	103(14)	83(11)	-44(10)	51(10)	-21(11)
C(37)	67(9)	79(11)	58(8)	33(8)	-9(7)	-8(8)
C(38)	86(11)	99(13)	64(9)	5(9)	-31(8)	-16(10)
C(39)	51(8)	72(11)	72(9)	28(8)	-4(7)	10(7)
C(40)	94(12)	117(15)	69(10)	56(10)	-13(9)	-2(11)
C(41)	79(11)	75(12)	70(10)	-16(8)	-3(8)	-31(9)
C(42)	65(9)	71(10)	47(7)	-19(7)	11(7)	2(8)
C(43)	72(9)	41(8)	65(8)	-24(7)	-4(7)	-16(7)
C(44)	79(11)	60(11)	122(14)	3(10)	0(10)	12(9)
C(45)	51(8)	57(10)	116(13)	10(9)	-27(8)	-11(7)
C(46)	36(7)	60(10)	139(14)	0(10)	-27(8)	-2(7)
C(47)	51(8)	42(9)	100(11)	3(8)	-13(8)	-6(7)
C(48)	88(12)	109(15)	82(11)	50(10)	-23(9)	-40(11)
C(49)	81(11)	95(13)	59(9)	15(9)	-1(8)	-43(10)
C(50)	91(11)	102(13)	63(9)	27(9)	-8(8)	-69(10)
C(51)	87(12)	148(18)	66(10)	-38(11)	22(9)	-40(12)
C(52)	60(8)	70(10)	52(8)	11(7)	4(7)	-10(7)

Table 5. Hydrogen coordinates ($\times 10^4$) and isotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2 \times 10^3$) for dcr46.

	x	y	z	U(eq)
H(1A)	991	4484	810	114
H(2A)	1513	5392	1246	96
H(2B)	2031	5158	943	96
H(3A)	1855	1868	248	99
H(3B)	2293	2405	465	99
H(4A)	2200	1323	832	283
H(4B)	1612	1522	939	283
H(4C)	2056	2063	1157	283
H(6A)	1057	5354	3382	192
H(6B)	594	4754	3282	192
H(6C)	665	5531	2967	192
H(7A)	1664	4277	3340	183
H(7B)	1715	3725	2889	183
H(7C)	1228	3638	3223	183
H(8A)	1782	5485	2829	166
H(8B)	1407	5621	2396	166
H(8C)	1823	4922	2382	166
H(10A)	771	1998	2631	133
H(10B)	1181	2667	2767	133
H(10C)	1095	2435	2233	133
H(11A)	86	2669	3036	129
H(11B)	-36	3590	2948	129
H(11C)	483	3334	3205	129
H(12A)	-16	2338	2241	118
H(12B)	318	2746	1840	118
H(12C)	-136	3232	2084	118
H(14A)	319	6033	1802	146
H(14B)	871	5632	1740	146
H(14C)	681	5904	2245	146
H(15A)	-76	4953	1403	102

H(15B)	4	4049	1562	102
H(15C)	469	4532	1333	102
H(16A)	-392	5336	2152	130
H(16B)	-76	5174	2620	130
H(16C)	-333	4448	2346	130
H(18A)	2528	2307	2778	127
H(18B)	2580	2091	2238	127
H(18C)	2203	2789	2400	127
H(19A)	2810	3593	3090	186
H(19B)	2486	4034	2695	186
H(19C)	3081	4233	2760	186
H(20A)	3414	2547	2904	147
H(20B)	3733	3163	2593	147
H(20C)	3566	2321	2381	147
H(22A)	3063	5784	1953	154
H(22B)	2801	5136	2285	154
H(22C)	2600	5248	1763	154
H(23A)	3900	5263	2064	206
H(23B)	4028	4343	1980	206
H(23C)	3688	4605	2417	206
H(24A)	3575	5368	1235	241
H(24B)	3102	4828	1071	241
H(24C)	3658	4441	1133	241
H(26A)	3272	1645	1248	185
H(26B)	2738	1993	1431	185
H(26C)	3197	1838	1788	185
H(27A)	4057	2518	1219	164
H(27B)	3991	2700	1762	164
H(27C)	4044	3418	1400	164
H(28A)	3359	2665	698	109
H(28B)	3286	3590	812	109
H(28C)	2811	2993	857	109
H(30A)	2286	6109	-63	118
H(30B)	1829	5496	36	118
H(30C)	1913	5845	-476	118
H(31A)	3060	5702	-505	94

H(31B)	2706	5454	-936	94
H(31C)	3109	4832	-726	94
H(32A)	2920	5183	252	83
H(32B)	2960	4282	76	83
H(32C)	2471	4564	369	83
H(34A)	2441	2084	-999	121
H(34B)	1923	2579	-1074	121
H(34C)	2096	2323	-561	121
H(35A)	3206	2739	-634	132
H(35B)	2857	2948	-193	132
H(35C)	3164	3639	-456	132
H(36A)	2929	3133	-1435	143
H(36B)	2878	4045	-1281	143
H(36C)	2399	3595	-1510	143
H(38A)	1069	3903	-1474	124
H(38B)	1185	3324	-1045	124
H(38C)	1611	3462	-1438	124
H(39A)	833	4982	-919	97
H(39B)	1225	5263	-524	97
H(39C)	956	4410	-488	97
H(40A)	1448	5221	-1527	140
H(40B)	2017	4866	-1509	140
H(40C)	1846	5542	-1148	140
H(42A)	974	1379	-832	92
H(42B)	1173	2014	-459	92
H(42C)	719	2244	-808	92
H(43A)	129	778	-773	89
H(43B)	-142	1629	-730	89
H(43C)	-235	966	-339	89
H(44A)	872	405	-215	130
H(44B)	514	588	224	130
H(44C)	1053	1034	169	130
H(46A)	-940	3272	-299	117
H(46B)	-858	2812	183	117
H(46C)	-773	2356	-299	117
H(47A)	-340	4309	-16	97

H(47B)	230	4087	145	97
H(47C)	-250	3821	455	97
H(48A)	-202	3663	-794	140
H(48B)	3	2767	-823	140
H(48C)	375	3462	-646	140
H(50A)	-537	1020	900	128
H(50B)	-238	792	433	128
H(50C)	-687	1440	419	128
H(51A)	-460	2357	1260	151
H(51B)	-583	2790	778	151
H(51C)	-68	2999	1054	151
H(52A)	230	1333	1307	91
H(52B)	628	1984	1122	91
H(52C)	590	1135	872	91
H(1B)	2000	3500	800	100
H(2B)	1300	3000	1100	100
