Appendix D

Crystallographic Data for

$[Nb\{(\eta\text{-}C_5H_4)CEt_2(\eta\text{-}C_5H_4)\}(\eta^2\text{-}BH_4)]$ (8)

D.1 Crystal Data and Structure Refinement for [Nb{(η–C_5H_4)CEt_2(η–C_5H_4)}(η^2–BH_4)] (8)

Empirical formula	$C_{15}H_{22}BNb$	
Formula weight	306.06	
Temperature	125 K	
Wavelength (Mo-Kα)	0.71069 Å	
Crystal system	Orthorhombic	
Space group	$P2_12_12_1$	
Unit cell dimensions	a = 7.5850(6) Å	α = 90°
	b = 12.4240(6) Å	β = 90°
	c = 14.9090(7) Å	γ = 90°
Volume	1405.0 Å^3	
Z	4	
Density (calculated)	1.45 Mg/m^3	
Absorption coefficient	0.80 mm^{-1}	
F(000)	623.12	
Crystal size	0.50 x 0.50 x 0.40 mm^3	
θ range for data collection	1.92 to 26.57°.	
Index ranges	0≤h≤9, 0≤k≤15, 0≤l≤18	
Reflections collected	7259	
Independent reflections	1540 [R(int) = 0.031]	
Absorption correction	None	
Refinement method	Full-matrix least-squares on F	
Weighting scheme	Chebychev parameters 1.84, -0.409 and 0.930	
Data / parameters [I>3σ(I)]	1522/166	
Goodness-of-fit on F	0.7562	
Largest final shift	0.000107	
Final R indices	R = 0.0304, wR_w = 0.031	
Residual density	0.33 and -0.63 e.Å^{-3}	

D.2 Atomic Coordinates ($\times 10^4$) and Equivalent Isotropic Displacement Parameters ($Å^2 \times 10^3$) for $[Nb\{(\eta\text{–}C_5H_4)CEt_2(\eta\text{–}C_5H_4)\}(\eta^2\text{–}BH_4)]$ (8)

U(eq) is defined as one third of the trace of the orthogonalized U^{ij} tensor.

	x	y	z	U(eq)
Nb(1)	242(1)	878(1)	976(1)	18
C(1)	588(6)	1882(3)	2243(3)	21
C(2)	1841(6)	1017(4)	2298(3)	24
C(3)	3132(6)	1183(4)	1619(3)	27
C(4)	2679(6)	2098(4)	1135(3)	27
C(5)	1096(6)	2544(3)	1481(3)	24
C(6)	-2095(5)	1126(3)	1919(3)	20
C(7)	-2598(5)	1513(3)	1042(3)	22
C(8)	-2734(6)	593(4)	471(3)	25
C(9)	-2273(6)	-321(3)	960(4)	25
C(10)	-1837(6)	-20(3)	1847(3)	22
C(11)	-1271(6)	1842(4)	2640(3)	23
C(12)	-1255(7)	1291(4)	3563(3)	28
C(13)	-208(9)	1908(4)	4273(3)	40
C(14)	-2124(8)	2956(4)	2676(3)	30
C(15)	-4019(8)	2965(4)	3024(4)	40
B(1)	1458(9)	203(5)	-401(4)	37
H(1)	1450(90)	-350(50)	300(40)	50
H(2)	670(90)	1070(50)	-260(40)	50
H(3)	2880(90)	390(50)	-640(40)	50
H(4)	660(90)	-300(40)	-900(40)	50
H(21)	1785	397	2743	23
H(31)	4206	708	1501	25
H(41)	3374	2423	628	23
H(51)	422	3184	1243	22
H(71)	-2792	2285	863	19
H(81)	-3107	608	-175	24
H(91)	-2262	-1081	710	24
H(101)	-1409	-512	2342	20
H(121)	-2510	1250	3783	25
H(122)	-769	557	3497	25
H(131)	-213	1516	4857	42
H(132)	-652	2652	4353	42
H(133)	1089	1959	4067	42
H(141)	-1378	3427	3070	29
H(142)	-2098	3264	2047	29
H(151)	-4486	3727	3017	41
H(152)	-4063	2679	3642	41
H(153)	-4783	2516	2619	41

D.3 Bond Lengths [Å] and Angles [°] for [Nb{(η–C_5H_4)CEt_2(η–C_5H_4)}(η^2–BH_4)] (8)

Nb(1)-C(1)	2.280(4)	Nb(1)-C(2)	2.321(4)
Nb(1)-C(3)	2.423(5)	Nb(1)-C(4)	2.402(4)
Nb(1)-C(5)	2.296(4)	Nb(1)-C(6)	2.283(4)
Nb(1)-C(7)	2.296(4)	Nb(1)-C(8)	2.406(5)
Nb(1)-C(9)	2.420(4)	Nb(1)-C(10)	2.328(4)
Nb(1)-B(1)	2.401(6)	Nb(1)-H(1)	2.04(6)
Nb(1)-H(2)	1.89(6)	C(1)-C(2)	1.437(6)
C(1)-C(5)	1.455(6)	C(1)-C(11)	1.530(6)
C(2)-C(3)	1.423(6)	C(2)-H(21)	1.018(4)
C(3)-C(4)	1.390(7)	C(3)-H(31)	1.022(5)
C(4)-C(5)	1.419(7)	C(4)-H(41)	1.006(5)
C(5)-H(51)	1.009(5)	C(6)-C(7)	1.444(6)
C(6)-C(10)	1.442(6)	C(6)-C(11)	1.528(6)
C(7)-C(8)	1.429(6)	C(7)-H(71)	1.007(4)
C(8)-C(9)	1.394(7)	C(8)-H(81)	1.004(4)
C(9)-C(10)	1.413(7)	C(9)-H(91)	1.015(4)
C(10)-H(101)	1.011(5)	C(11)-C(12)	1.537(6)
C(11)-C(14)	1.530(7)	C(12)-C(13)	1.529(7)
C(12)-H(121)	1.008(5)	C(12)-H(122)	0.989(5)
C(13)-H(131)	0.997(5)	C(13)-H(132)	0.991(6)
C(13)-H(133)	1.033(7)	C(14)-C(15)	1.528(8)
C(14)-H(141)	1.003(5)	C(14)-H(142)	1.013(5)
C(15)-H(151)	1.011(5)	C(15)-H(152)	0.988(6)
C(15)-H(153)	1.006(6)	B(1)-H(1)	1.25(6)
B(1)-H(2)	1.25(6)	B(1)-H(3)	1.16(7)
B(1)-H(4)	1.14(6)		

C(1)-Nb(1)-C(2)	36.38(16)	C(1)-Nb(1)-C(3)	58.80(16)
C(2)-Nb(1)-C(3)	34.83(16)	C(1)-Nb(1)-C(4)	58.93(16)
C(2)-Nb(1)-C(4)	57.77(15)	C(3)-Nb(1)-C(4)	33.48(16)
C(1)-Nb(1)-C(5)	37.07(15)	C(2)-Nb(1)-C(5)	60.44(16)
C(3)-Nb(1)-C(5)	58.25(16)	C(4)-Nb(1)-C(5)	35.07(16)
C(1)-Nb(1)-C(6)	60.34(15)	C(2)-Nb(1)-C(6)	82.69(16)
C(3)-Nb(1)-C(6)	115.95(17)	C(4)-Nb(1)-C(6)	116.82(16)
C(5)-Nb(1)-C(6)	84.00(15)	C(1)-Nb(1)-C(7)	83.36(16)
C(2)-Nb(1)-C(7)	115.35(17)	C(3)-Nb(1)-C(7)	141.09(16)
C(4)-Nb(1)-C(7)	120.05(17)	C(5)-Nb(1)-C(7)	86.61(16)
C(1)-Nb(1)-C(8)	116.62(16)	C(2)-Nb(1)-C(8)	140.09(16)
C(3)-Nb(1)-C(8)	174.84(16)	C(4)-Nb(1)-C(8)	147.76(16)
C(5)-Nb(1)-C(8)	120.01(16)	C(1)-Nb(1)-C(9)	115.84(16)
C(2)-Nb(1)-C(9)	117.79(17)	C(3)-Nb(1)-C(9)	144.41(16)
C(4)-Nb(1)-C(9)	174.70(18)	C(5)-Nb(1)-C(9)	141.31(16)
C(1)-Nb(1)-C(10)	82.99(15)	C(2)-Nb(1)-C(10)	85.18(15)
C(3)-Nb(1)-C(10)	117.83(16)	C(4)-Nb(1)-C(10)	140.22(16)
C(5)-Nb(1)-C(10)	116.14(16)	C(1)-Nb(1)-B(1)	148.8(2)
C(2)-Nb(1)-B(1)	123.5(2)	C(3)-Nb(1)-B(1)	92.6(2)

C(4)-Nb(1)-B(1)	90.5(2)	C(5)-Nb(1)-B(1)	119.1(2)
C(1)-Nb(1)-H(1)	139.9(18)	C(2)-Nb(1)-H(1)	103.9(18)
C(3)-Nb(1)-H(1)	84.6(19)	C(4)-Nb(1)-H(1)	100.0(19)
C(5)-Nb(1)-H(1)	134.9(19)	C(1)-Nb(1)-H(2)	136.2(19)
C(2)-Nb(1)-H(2)	137.0(21)	C(3)-Nb(1)-H(2)	102.3(21)
C(4)-Nb(1)-H(2)	83.5(20)	C(5)-Nb(1)-H(2)	99.2(18)
C(6)-Nb(1)-C(7)	36.75(16)	C(6)-Nb(1)-C(8)	58.94(15)
C(7)-Nb(1)-C(8)	35.29(16)	C(6)-Nb(1)-C(9)	58.49(15)
C(7)-Nb(1)-C(9)	58.16(14)	C(8)-Nb(1)-C(9)	33.58(16)
C(6)-Nb(1)-C(10)	36.44(15)	C(7)-Nb(1)-C(10)	60.36(15)
C(8)-Nb(1)-C(10)	57.89(16)	C(9)-Nb(1)-C(10)	34.57(17)
C(6)-Nb(1)-B(1)	150.6(2)	C(7)-Nb(1)-B(1)	121.1(2)
C(8)-Nb(1)-B(1)	92.4(2)	C(9)-Nb(1)-B(1)	94.6(2)
C(10)-Nb(1)-B(1)	124.7(2)	C(6)-Nb(1)-H(1)	138.9(18)
C(7)-Nb(1)-H(1)	134.3(19)	C(8)-Nb(1)-H(1)	99.0(19)
C(9)-Nb(1)-H(1)	83.7(19)	C(10)-Nb(1)-H(1)	102.9(18)
C(6)-Nb(1)-H(2)	135.8(21)	C(7)-Nb(1)-H(2)	99.1(21)
C(8)-Nb(1)-H(2)	82.7(21)	C(9)-Nb(1)-H(2)	101.7(20)
C(10)-Nb(1)-H(2)	136.1(20)	B(1)-Nb(1)-H(1)	31.3(17)
B(1)-Nb(1)-H(2)	31.0(19)	H(1)-Nb(1)-H(2)	62.2(25)
Nb(1)-C(1)-C(2)	73.4(2)	Nb(1)-C(1)-C(5)	72.1(2)
C(2)-C(1)-C(5)	107.0(4)	Nb(1)-C(1)-C(11)	101.3(3)
C(2)-C(1)-C(11)	124.3(4)	C(5)-C(1)-C(11)	124.4(4)
Nb(1)-C(2)-C(1)	70.3(2)	Nb(1)-C(2)-C(3)	76.5(3)
C(1)-C(2)-C(3)	107.9(4)	Nb(1)-C(2)-H(21)	118.4(3)
C(1)-C(2)-H(21)	125.1(4)	C(3)-C(2)-H(21)	127.0(5)
Nb(1)-C(3)-C(2)	68.7(2)	Nb(1)-C(3)-C(4)	72.5(3)
C(2)-C(3)-C(4)	108.5(4)	Nb(1)-C(3)-H(31)	124.2(3)
C(2)-C(3)-H(31)	126.1(5)	C(4)-C(3)-H(31)	125.4(5)
Nb(1)-C(4)-C(3)	74.1(3)	Nb(1)-C(4)-C(5)	68.4(2)
C(3)-C(4)-C(5)	109.9(4)	Nb(1)-C(4)-H(41)	125.6(3)
C(3)-C(4)-H(41)	126.1(5)	C(5)-C(4)-H(41)	124.0(5)
Nb(1)-C(5)-C(1)	70.9(2)	Nb(1)-C(5)-C(4)	76.6(2)
C(1)-C(5)-C(4)	106.7(4)	Nb(1)-C(5)-H(51)	116.9(3)
C(1)-C(5)-H(51)	125.8(4)	C(4)-C(5)-H(51)	127.5(4)
Nb(1)-C(6)-C(7)	72.1(2)	Nb(1)-C(6)-C(10)	73.5(2)
C(7)-C(6)-C(10)	107.3(4)	Nb(1)-C(6)-C(11)	101.2(3)
C(7)-C(6)-C(11)	123.5(4)	C(10)-C(6)-C(11)	124.8(4)
Nb(1)-C(7)-C(6)	71.2(2)	Nb(1)-C(7)-C(8)	76.6(2)
C(6)-C(7)-C(8)	107.0(4)	Nb(1)-C(7)-H(71)	117.0(3)
C(6)-C(7)-H(71)	126.6(4)	C(8)-C(7)-H(71)	126.4(5)
Nb(1)-C(8)-C(7)	68.2(2)	Nb(1)-C(8)-C(9)	73.8(2)
C(7)-C(8)-C(9)	108.8(4)	Nb(1)-C(8)-H(81)	124.2(3)
C(7)-C(8)-H(81)	125.3(4)	C(9)-C(8)-H(81)	126.0(4)
Nb(1)-C(9)-C(8)	72.7(2)	Nb(1)-C(9)-C(10)	69.1(2)
C(8)-C(9)-C(10)	109.5(4)	Nb(1)-C(9)-H(91)	124.8(3)
C(8)-C(9)-H(91)	124.6(5)	C(10)-C(9)-H(91)	126.0(5)
Nb(1)-C(10)-C(6)	70.1(2)	Nb(1)-C(10)-C(9)	76.3(3)
C(6)-C(10)-C(9)	107.4(4)	Nb(1)-C(10)-H(101)	118.6(3)
C(6)-C(10)-H(101)	125.9(4)	C(9)-C(10)-H(101)	126.8(4)
C(1)-C(11)-C(6)	97.2(3)	C(1)-C(11)-C(12)	110.7(4)

C(6)-C(11)-C(12)	112.0(4)	C(1)-C(11)-C(14)	111.9(4)
C(6)-C(11)-C(14)	112.2(4)	C(12)-C(11)-C(14)	112.0(4)
C(11)-C(12)-C(13)	113.7(4)	C(11)-C(12)-H(121)	107.8(4)
C(13)-C(12)-H(121)	106.9(4)	C(11)-C(12)-H(122)	108.9(4)
C(13)-C(12)-H(122)	109.7(5)	H(121)-C(12)-H(122)	109.7(4)
C(12)-C(13)-H(131)	111.0(5)	C(12)-C(13)-H(132)	111.9(5)
H(131)-C(13)-H(132)	110.4(5)	C(12)-C(13)-H(133)	108.6(4)
H(131)-C(13)-H(133)	107.1(6)	H(132)-C(13)-H(133)	107.6(5)
C(11)-C(14)-C(15)	114.6(4)	C(11)-C(14)-H(141)	108.0(5)
C(15)-C(14)-H(141)	109.1(4)	C(11)-C(14)-H(142)	107.5(4)
C(15)-C(14)-H(142)	109.3(5)	H(141)-C(14)-H(142)	108.1(5)
C(14)-C(15)-H(151)	109.4(5)	C(14)-C(15)-H(152)	110.2(5)
H(151)-C(15)-H(152)	109.6(5)	C(14)-C(15)-H(153)	109.5(4)
H(151)-C(15)-H(153)	108.1(6)	H(152)-C(15)-H(153)	109.9(6)
Nb(1)-B(1)-H(1)	58.3(28)	Nb(1)-B(1)-H(2)	51.1(28)
H(1)-B(1)-H(2)	109.2(39)	Nb(1)-B(1)-H(3)	123.7(29)
H(1)-B(1)-H(3)	111.8(44)	H(2)-B(1)-H(3)	109.3(43)
Nb(1)-B(1)-H(4)	122.7(32)	H(1)-B(1)-H(4)	103.9(41)
H(2)-B(1)-H(4)	108.9(45)	H(3)-B(1)-H(4)	113.5(42)
Nb(1)-H(1)-B(1)	90.4(33)	Nb(1)-H(2)-B(1)	97.9(35)

D.4 Anisotropic Displacement Parameters ($Å^2 \times 10^3$) for [Nb{(η–C_5H_4)CEt_2

(η–C_5H_4)}(η^2–BH_4)] (8)

The anisotropic displacement factor exponent takes the form: $-2\pi^2[h^2a^{*2}U^{11} + ... + 2 h k a^* b^* U^{12}]$

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Nb(1)	14(1)	21(1)	19(1)	2(1)	1(1)	0(1)
C(1)	21(2)	23(2)	19(2)	-1(2)	-2(2)	-7(1)
C(2)	19(2)	31(2)	22(2)	3(2)	-4(2)	-4(1)
C(3)	15(2)	36(3)	30(2)	3(2)	-4(2)	-4(1)
C(4)	22(2)	35(2)	24(2)	4(2)	0(2)	-12(1)
C(5)	25(2)	24(2)	23(2)	0(2)	0(2)	-6(1)
C(6)	13(2)	24(2)	23(2)	0(2)	2(2)	0(1)
C(7)	16(2)	26(2)	23(2)	1(2)	2(2)	3(1)
C(8)	18(2)	32(2)	25(2)	0(2)	-2(2)	-4(1)
C(9)	18(2)	26(2)	31(2)	-6(2)	-1(2)	-4(1)
C(10)	15(2)	23(2)	30(2)	4(2)	3(2)	-7(1)
C(11)	22(2)	27(2)	21(2)	-1(2)	5(2)	-5(1)
C(12)	30(3)	34(2)	19(2)	1(2)	3(2)	-9(1)
C(13)	44(3)	49(3)	25(2)	-1(2)	-1(2)	-10(3)
C(14)	34(3)	28(2)	28(2)	-7(2)	4(2)	0(2)
C(15)	32(3)	41(3)	46(3)	-13(3)	5(3)	5(2)
B(1)	32(3)	49(4)	32(3)	-4(3)	11(3)	1(3)

D.5 Additional Structural Parameters for [Nb{(η–C_5H_4)CEt_2(η–C_5H_4)}(η^2–BH_4)] (8)

Nb-Cp^1_{cent}	2.0076 Å
Nb-Cp^1_{ave}	2.344(4) Å
Nb-Cp^2_{cent}	2.0104 Å
Nb-Cp^2_{ave}	2.347(4) Å
C_{ipso}-C_{ipso}	2.22934 Å
Between Cp planes, α	64.4°
Cp^1_{norm}-Nb-Cp^2_{norm}, β	115.6°
Cp^1_{cent}-Nb-Cp^2_{cent}, χ	124.98°
C_{ipso}-Cp plane, ϕ	17.2°, 17.3°
C_{ipso}-C(11)-C_{ipso}, ε	97.2(3)°