

### X-ray Crystallographic Data.

#### Crystal Data of 4b.

- (1) Unit cell dimensions  $a = 12.0525(11) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 100.545(12) \text{ deg.}$ ;  $b = 13.327(2) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 92.534(10) \text{ deg.}$ ;  $c = 15.881(3) \text{ \AA}$ ,  $\gamma = 113.664(9) \text{ deg.}$ ; volume:  $277.3(5) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ .
- (2) Empirical formula  $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{F}_6\text{N}_2\text{O}_5$ ; formula weight: 506.40.
- (3) Density (calculated):  $1.477 \text{ mg/m}^3$ .
- (4) Space group: P-1.
- (5) Wavelength:  $0.71073 \text{ \AA}$ ; reflections collected: 6432.
- (6)  $\omega 2\theta$ -scan; Refinement method: full-matrix least-squares on  $F^2$ .
- (7) Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]:  $R_1 = 0.0410$ ,  $wR_2 = 0.0993$ ; R indices (all data):  $R_1 = 0.0556$ ,  $wR_2 = 0.1089$ .

#### Crystal Data of 9b.

- (1) Unit cell dimensions:  $a = 12.785(2) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90.00(2) \text{ deg.}$ ;  $b = 6.630(2) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 106.02(2) \text{ deg.}$ ;  $c = 19.837(4) \text{ \AA}$ ,  $\gamma = 90.00(2) \text{ deg.}$ ; volume:  $1616.2(6) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ .
- (2) Empirical formula:  $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_3$ ; formula weight: 312.36.
- (3) Density (calculated):  $1.284 \text{ mg/m}^3$ .
- (4) Space group: P21/n.
- (5) Wavelength:  $0.71073 \text{ \AA}$ ; reflections collected: 2611.
- (6)  $\omega 2\theta$ -scan; refinement method: full-matrix least-squares on  $F^2$ .
- (7) Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]:  $R_1 = 0.0552$ ,  $wR_2 = 0.1383$ ; R indices (all data):  $R_1 = 0.0724$ ,  $wR_2 = 0.1516$ .

#### Crystal Data of 3a.

- (1) Unit cell dimensions:  $a = 16.393(2) \text{ \AA}$ ;  $\alpha = 90.00(2)^\circ$ ;  $b = 4.7248(9) \text{ \AA}$ ;  $\beta = 90.000(12)^\circ$ ;  $c = 23.920(4) \text{ \AA}$ ;  $\gamma = 90.000(14)^\circ$ ; volume  $1852.7(5) \text{ \AA}^3$ ;  $Z = 4$ .
- (2) Empirical formula:  $\text{C}_{19}\text{H}_{19}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$ ; formula weight: 380.37.
- (3) Density (calculated):  $1.364 \text{ mg/m}^3$ .
- (4) Space group: Pca21.
- (5) Wavelength:  $0.71073 \text{ \AA}$ ; reflections collected: 2572.
- (6)  $\omega 2\theta$ -scan; refinement method: full-matrix least-squares on  $F^2$ .
- (8) Final R indices [ $I > 2\sigma(I)$ ]:  $R_1 = 0.0421$ ,  $wR_2 = 0.0710$ ; R indices (all data):  $R_1 = 0.0710$ ,  $wR_2 = 0.1034$ .

**Table 1.** Atomic coordinates ( $\times 10^4$ ) and equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for **4b**.  $U(\text{eq})$  is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

atom	x	y	z	U(eq)
F(1)	8932(2)	4313(2)	4070(1)	105(1)
F(2)	10520(1)	4964(1)	3451(1)	89(1)
F(3)	10057(2)	3421(2)	3830(2)	128(1)
F(4)	7594(5)	-321(6)	1815(2)	106(2)
F(5)	7693(5)	-254(6)	512(4)	123(3)
F(6)	6464(4)	-1705(3)	849(5)	122(2)
F(4A)	8109(10)	143(8)	1318(22)	156(12)
F(5A)	7034(22)	-1261(24)	378(9)	162(12)
F(6A)	6724(27)	-1215(28)	1657(19)	210(17)
O(1)	8674(2)	2382(2)	2402(1)	75(1)
O(2)	8824(2)	5920(1)	-1238(1)	64(1)
O(3)	7452(2)	3786(1)	-1705(1)	58(1)
O(4)	4932(2)	-792(2)	719(1)	89(1)
O(5)	3739(2)	3507(2)	1406(2)	91(1)
N(1)	8399(2)	3897(2)	2157(1)	47(1)
N(2)	6402(2)	943(2)	1386(1)	59(1)
C(1)	7719(2)	3278(2)	1286(1)	44(1)
C(2)	8532(2)	5058(2)	2419(2)	50(1)
C(3)	9276(2)	5738(2)	1823(2)	52(1)
C(4)	8776(2)	5182(2)	894(2)	43(1)
C(5)	9040(2)	5813(2)	264(2)	49(1)
C(6)	8609(2)	5343(2)	-591(2)	46(1)
C(7)	7861(2)	4184(2)	-840(2)	44(1)
C(8)	7591(2)	3555(2)	-226(2)	45(1)
C(9)	8046(2)	4043(2)	648(1)	41(1)
C(10)	8823(2)	3361(2)	2622(2)	58(1)
C(11)	9584(3)	4026(2)	3505(2)	76(1)
C(12)	9267(3)	7105(2)	-987(2)	77(1)
C(13)	6493(3)	2695(2)	-1963(2)	69(1)
C(14)	6346(2)	2734(2)	1334(1)	45(1)
C(15)	5746(2)	1622(2)	1398(2)	52(1)
C(16)	4500(2)	1181(2)	1465(2)	66(1)
C(17)	3881(3)	1836(3)	1471(2)	71(1)
C(18)	4453(2)	2935(2)	1402(2)	62(1)
C(19)	5686(2)	3377(2)	1325(2)	53(1)
C(20)	5970(3)	-161(2)	1039(2)	65(1)
C(21)	6952(3)	-612(2)	1063(2)	78(1)
C(22)	4291(3)	4637(3)	1388(3)	120(2)
F(1B)	-156(1)	-1281(1)	1819(1)	77(1)
F(2B)	1294(2)	-1644(2)	1359(1)	116(1)
F(3B)	1060(2)	-217(2)	1106(1)	96(1)
F(4B)	4690(6)	-698(6)	4002(6)	97(2)
F(5B)	6575(9)	-105(7)	4282(10)	164(6)
F(6B)	5733(15)	-366(5)	3025(4)	126(4)
F(4C)	6141(11)	-142(8)	4567(4)	106(3)

F(5C)	6627(14)	142(12)	3383(9)	138(4)
F(6C)	4765(8)	-708(7)	3534(12)	160(6)
O(1A)	2698(2)	-381(1)	2718(1)	61(1)
O(2A)	-293(2)	2285(2)	6472(1)	66(1)
O(3A)	1960(2)	2648(2)	6878(1)	66(1)
O(4A)	6696(2)	1981(2)	4507(2)	114(1)
O(5A)	4404(2)	5346(2)	3834(2)	81(1)
N(1A)	1655(2)	703(2)	3010(1)	46(1)
N(2A)	4832(2)	1323(2)	3725(1)	55(1)
C(1A)	2402(2)	1288(2)	3869(1)	44(1)
C(2A)	697(2)	1060(2)	2784(2)	53(1)
C(3A)	-227(2)	792(2)	3407(1)	50(1)
C(4A)	393(2)	1287(2)	4321(1)	44(1)
C(5A)	-254(2)	1541(2)	4974(2)	49(1)
C(6A)	275(2)	1995(2)	5811(2)	48(1)
C(7A)	1506(2)	2204(2)	6022(1)	47(1)
C(8A)	2152(2)	1976(2)	5388(2)	45(1)
C(9A)	1614(2)	1521(2)	4527(1)	42(1)
C(10A)	1865(2)	-119(2)	2540(2)	51(1)
C(11A)	997(2)	-822(2)	1696(2)	66(1)
C(12A)	-1437(2)	2308(3)	6244(2)	67(1)
C(13A)	3110(2)	2695(2)	7152(2)	68(1)
C(14A)	3529(2)	2343(2)	3816(1)	45(1)
C(15A)	4674(2)	2334(2)	3770(2)	50(1)
C(16A)	5683(2)	3323(2)	3745(2)	62(1)
C(17A)	5554(2)	4298(2)	3770(2)	66(1)
C(18A)	4427(2)	4325(2)	3811(2)	59(1)
C(19A)	3419(2)	3348(2)	3840(2)	52(1)
C(20A)	5804(3)	1236(2)	4069(2)	64(1)
C(21A)	5756(3)	59(3)	3866(2)	71(1)
C(22A)	3252(3)	5407(3)	3822(3)	94(1)

Table 2. Bond lengths [Å] and angles [deg] for 4b.

bond	length	atoms	angle
F(1)-C(11)	1.323(4)	C(9)-C(4)-C(3)	121.1(2)
F(2)-C(11)	1.326(3)	C(5)-C(4)-C(3)	120.1(2)
F(3)-C(11)	1.317(3)	C(6)-C(5)-C(4)	122.1(2)
F(4)-F(4A)	1.14(3)	C(5)-C(6)-O(2)	124.9(2)
F(4)-F(6A)	1.20(3)	C(5)-C(6)-C(7)	119.0(2)
F(4)-C(21)	1.298(4)	O(2)-C(6)-C(7)	116.1(2)
F(5)-F(5A)	1.23(3)	C(8)-C(7)-O(3)	125.4(2)
F(5)-F(4A)	1.29(3)	C(8)-C(7)-C(6)	119.4(2)
F(5)-C(21)	1.293(4)	O(3)-C(7)-C(6)	115.2(2)
F(6)-F(5A)	1.12(3)	C(7)-C(8)-C(9)	121.2(2)
F(6)-F(6A)	1.29(3)	C(4)-C(9)-C(8)	119.4(2)
F(6)-C(21)	1.303(4)	C(4)-C(9)-C(1)	122.8(2)
F(4A)-C(21)	1.339(8)	C(8)-C(9)-C(1)	117.7(2)
F(5A)-C(21)	1.295(8)	O(1)-C(10)-N(1)	125.4(2)

F(6A)-C(21)	1.317(8)	O(1)-C(10)-C(11)	116.8(2)
O(1)-C(10)	1.224(3)	N(1)-C(10)-C(11)	117.8(2)
O(2)-C(6)	1.367(3)	F(3)-C(11)-F(1)	108.2(3)
O(2)-C(12)	1.419(3)	F(3)-C(11)-F(2)	106.1(2)
O(3)-C(7)	1.368(3)	F(1)-C(11)-F(2)	106.9(3)
O(3)-C(13)	1.418(3)	F(3)-C(11)-C(10)	110.0(3)
O(4)-C(20)	1.214(3)	F(1)-C(11)-C(10)	112.6(2)
O(5)-C(18)	1.358(3)	F(2)-C(11)-C(10)	112.7(3)
O(5)-C(22)	1.388(4)	C(19)-C(14)-C(15)	119.2(2)
N(1)-C(10)	1.330(3)	C(19)-C(14)-C(1)	118.8(2)
N(1)-C(2)	1.467(3)	C(15)-C(14)-C(1)	122.0(2)
N(1)-C(1)	1.485(3)	C(14)-C(15)-C(16)	119.5(2)
N(2)-C(20)	1.343(3)	C(14)-C(15)-N(2)	119.9(2)
N(2)-C(15)	1.418(3)	C(16)-C(15)-N(2)	120.6(2)
C(1)-C(9)	1.521(3)	C(17)-C(16)-C(15)	120.1(2)
C(1)-C(14)	1.529(3)	C(16)-C(17)-C(18)	121.5(3)
C(2)-C(3)	1.502(3)	O(5)-C(18)-C(17)	116.3(2)
C(3)-C(4)	1.501(3)	O(5)-C(18)-C(19)	124.8(3)
C(4)-C(9)	1.382(3)	C(17)-C(18)-C(19)	118.9(3)
C(4)-C(5)	1.389(3)	C(14)-C(19)-C(18)	120.9(2)
C(5)-C(6)	1.368(3)	O(4)-C(20)-N(2)	127.4(3)
C(6)-C(7)	1.408(3)	O(4)-C(20)-C(21)	119.7(3)
C(7)-C(8)	1.367(3)	N(2)-C(20)-C(21)	112.9(3)
C(8)-C(9)	1.402(3)	F(5)-C(21)-F(4)	108.0(4)
C(10)-C(11)	1.540(4)	F(5)-C(21)-F(5A)	56.6(13)
C(14)-C(19)	1.384(3)	F(4)-C(21)-F(5A)	126.8(7)
C(14)-C(15)	1.390(3)	F(5)-C(21)-F(6)	107.3(4)
C(15)-C(16)	1.393(4)	F(4)-C(21)-F(6)	107.1(3)
C(16)-C(17)	1.356(4)	F(5A)-C(21)-F(6)	51.3(13)
C(17)-C(18)	1.374(4)	F(5)-C(21)-F(6A)	143.8(8)
C(18)-C(19)	1.382(3)	F(4)-C(21)-F(6A)	55(2)
C(20)-C(21)	1.529(4)	F(5A)-C(21)-F(6A)	105.2(8)
F(1B)-C(11A)	1.316(3)	F(6)-C(21)-F(6A)	59(2)
F(2B)-C(11A)	1.316(3)	F(5)-C(21)-F(4A)	58.5(13)
F(3B)-C(11A)	1.330(3)	F(4)-C(21)-F(4A)	51.3(13)
F(4B)-F(6C)	0.75(2)	F(5A)-C(21)-F(4A)	103.4(8)
F(4B)-C(21A)	1.334(6)	F(6)-C(21)-F(4A)	132.1(6)
F(4B)-F(4C)	1.730(11)	F(6A)-C(21)-F(4A)	103.6(8)
F(5B)-F(4C)	0.699(14)	F(5)-C(21)-C(20)	109.8(3)
F(5B)-C(21A)	1.275(6)	F(4)-C(21)-C(20)	113.6(3)
F(5B)-F(5C)	1.521(12)	F(5A)-C(21)-C(20)	119.5(7)
F(6B)-F(5C)	1.078(9)	F(6)-C(21)-C(20)	110.8(3)
F(6B)-C(21A)	1.347(5)	F(6A)-C(21)-C(20)	106.4(8)
F(6B)-F(6C)	1.420(13)	F(4A)-C(21)-C(20)	117.1(5)
F(4C)-C(21A)	1.300(6)	F(6C)-F(4B)-C(21A)	65.6(8)
F(5C)-C(21A)	1.307(6)	F(6C)-F(4B)-F(4C)	106.9(9)
F(6C)-C(21A)	1.231(6)	C(21A)-F(4B)-F(4C)	48.1(3)
O(1A)-C(10A)	1.226(3)	F(4C)-F(5B)-C(21A)	76.2(8)
O(2A)-C(6A)	1.359(3)	F(4C)-F(5B)-F(5C)	131.1(10)

O(2A)-C(12A)	1.424(3)	C(21A)-F(5B)-F(5C)	54.9(4)
O(3A)-C(7A)	1.370(3)	F(5C)-F(6B)-C(21A)	64.1(4)
O(3A)-C(13A)	1.408(3)	F(5C)-F(6B)-F(6C)	115.2(7)
O(4A)-C(20A)	1.205(3)	C(21A)-F(6B)-F(6C)	52.8(3)
O(5A)-C(18A)	1.365(3)	F(5B)-F(4C)-C(21A)	72.3(8)
O(5A)-C(22A)	1.423(4)	F(5B)-F(4C)-F(4B)	110.5(11)
N(1A)-C(10A)	1.327(3)	C(21A)-F(4C)-F(4B)	49.8(4)
N(1A)-C(2A)	1.468(3)	F(6B)-F(5C)-C(21A)	68.0(5)
N(1A)-C(1A)	1.489(3)	F(6B)-F(5C)-F(5B)	106.8(9)
N(2A)-C(20A)	1.327(3)	C(21A)-F(5C)-F(5B)	52.9(4)
N(2A)-C(15A)	1.424(3)	F(4B)-F(6C)-C(21A)	80.7(8)
C(1A)-C(9A)	1.516(3)	F(4B)-F(6C)-F(6B)	138.1(10)
C(1A)-C(14A)	1.533(3)	C(21A)-F(6C)-F(6B)	60.6(4)
C(2A)-C(3A)	1.502(3)	C(6A)-O(2A)-C(12A)	116.7(2)
C(3A)-C(4A)	1.502(3)	C(7A)-O(3A)-C(13A)	117.4(2)
C(4A)-C(9A)	1.386(3)	C(18A)-O(5A)-C(22A)	118.1(2)
C(4A)-C(5A)	1.397(3)	C(10A)-N(1A)-C(2A)	125.8(2)
C(5A)-C(6A)	1.365(3)	C(10A)-N(1A)-C(1A)	118.2(2)
C(6A)-C(7A)	1.407(3)	C(2A)-N(1A)-C(1A)	115.9(2)
C(7A)-C(8A)	1.364(3)	C(20A)-N(2A)-C(15A)	126.2(2)
C(8A)-C(9A)	1.400(3)	N(1A)-C(1A)-C(9A)	110.3(2)
C(10A)-C(11A)	1.548(4)	N(1A)-C(1A)-C(14A)	112.0(2)
C(14A)-C(15A)	1.390(3)	C(9A)-C(1A)-C(14A)	112.9(2)
C(14A)-C(19A)	1.392(3)	N(1A)-C(2A)-C(3A)	109.4(2)
C(15A)-C(16A)	1.398(3)	C(4A)-C(3A)-C(2A)	110.4(2)
C(16A)-C(17A)	1.363(4)	C(9A)-C(4A)-C(5A)	119.0(2)
C(17A)-C(18A)	1.378(4)	C(9A)-C(4A)-C(3A)	120.9(2)
C(18A)-C(19A)	1.389(3)	C(5A)-C(4A)-C(3A)	120.1(2)
C(20A)-C(21A)	1.519(4)	C(6A)-C(5A)-C(4A)	122.0(2)
F(4A)-F(4)-F(6A)	125.9(9)	O(2A)-C(6A)-C(5A)	124.9(2)
F(4A)-F(4)-C(21)	66.2(7)	O(2A)-C(6A)-C(7A)	116.3(2)
F(6A)-F(4)-C(21)	63.4(9)	C(5A)-C(6A)-C(7A)	118.8(2)
F(5A)-F(5)-F(4A)	110.6(8)	C(8A)-C(7A)-O(3A)	125.2(2)
F(5A)-F(5)-C(21)	61.8(7)	C(8A)-C(7A)-C(6A)	119.7(2)
F(4A)-F(5)-C(21)	62.6(9)	O(3A)-C(7A)-C(6A)	115.0(2)
F(5A)-F(6)-F(6A)	118.4(9)	C(7A)-C(8A)-C(9A)	121.5(2)
F(5A)-F(6)-C(21)	64.0(7)	C(4A)-C(9A)-C(8A)	118.9(2)
F(6A)-F(6)-C(21)	61.0(8)	C(4A)-C(9A)-C(1A)	123.4(2)
F(4)-F(4A)-F(5)	119.2(7)	C(8A)-C(9A)-C(1A)	117.6(2)
F(4)-F(4A)-C(21)	62.5(8)	O(1A)-C(10A)-N(1A)	125.3(2)
F(5)-F(4A)-C(21)	59.0(6)	O(1A)-C(10A)-C(11A)	116.1(2)
F(6)-F(5A)-F(5)	125.7(7)	N(1A)-C(10A)-C(11A)	118.6(2)
F(6)-F(5A)-C(21)	64.8(8)	F(1B)-C(11A)-F(2B)	107.2(2)
F(5)-F(5A)-C(21)	61.7(7)	F(1B)-C(11A)-F(3B)	106.8(2)
F(4)-F(6A)-F(6)	114.1(7)	F(2B)-C(11A)-F(3B)	107.6(2)
F(4)-F(6A)-C(21)	61.8(8)	F(1B)-C(11A)-C(10A)	113.0(2)
F(6)-F(6A)-C(21)	60.0(8)	F(2B)-C(11A)-C(10A)	109.5(2)
C(6)-O(2)-C(12)	116.8(2)	F(3B)-C(11A)-C(10A)	112.5(2)
C(7)-O(3)-C(13)	117.2(2)	C(15A)-C(14A)-C(19A)	118.7(2)

C(18)-O(5)-C(22)	118.3(2)	C(15A)-C(14A)-C(1A)	121.7(2)
C(10)-N(1)-C(2)	126.3(2)	C(19A)-C(14A)-C(1A)	119.5(2)
C(10)-N(1)-C(1)	118.0(2)	C(14A)-C(15A)-C(16A)	119.8(2)
C(2)-N(1)-C(1)	115.6(2)	C(14A)-C(15A)-N(2A)	121.0(2)
C(20)-N(2)-C(15)	126.4(2)	C(16A)-C(15A)-N(2A)	119.3(2)
N(1)-C(1)-C(9)	110.6(2)	C(17A)-C(16A)-C(15A)	120.5(2)
N(1)-C(1)-C(14)	110.4(2)	C(16A)-C(17A)-C(18A)	120.7(2)
C(9)-C(1)-C(14)	112.8(2)	O(5A)-C(18A)-C(17A)	115.7(2)
N(1)-C(2)-C(3)	109.2(2)	O(5A)-C(18A)-C(19A)	125.0(2)
C(4)-C(3)-C(2)	111.4(2)	C(17A)-C(18A)-C(19A)	119.2(2)
C(9)-C(4)-C(5)	118.9(2)	C(14A)-C(19A)-C(18A)	121.0(2)
F(5C)-C(21A)-F(4B)	140.4(7)	O(4A)-C(20A)-N(2A)	127.0(3)
F(6C)-C(21A)-F(6B)	66.6(6)	O(4A)-C(20A)-C(21A)	118.3(3)
F(5B)-C(21A)-F(6B)	106.6(5)	N(2A)-C(20A)-C(21A)	114.7(2)
F(4C)-C(21A)-F(6B)	131.8(6)	F(6C)-C(21A)-F(5B)	122.5(7)
F(5C)-C(21A)-F(6B)	47.9(4)	F(6C)-C(21A)-F(4C)	110.2(7)
F(4B)-C(21A)-F(6B)	99.1(4)	F(5B)-C(21A)-F(4C)	31.5(6)
F(6C)-C(21A)-C(20A)	116.5(5)	F(6C)-C(21A)-F(5C)	113.0(6)
F(5B)-C(21A)-C(20A)	117.0(5)	F(5B)-C(21A)-F(5C)	72.2(6)
F(4C)-C(21A)-C(20A)	108.7(5)	F(4C)-C(21A)-F(5C)	103.6(5)
F(5C)-C(21A)-C(20A)	103.9(6)	F(6C)-C(21A)-F(4B)	33.7(8)
F(4B)-C(21A)-C(20A)	111.3(4)	F(5B)-C(21A)-F(4B)	105.7(6)
F(6B)-C(21A)-C(20A)	115.2(4)	F(4C)-C(21A)-F(4B)	82.1(6)

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

atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
F(1)	97(1)	123(2)	64(1)	17(1)	-5(1)	19(1)
F(2)	54(1)	67(1)	120(1)	14(1)	-27(1)	7(1)
F(3)	148(2)	80(1)	132(2)	19(1)	-81(2)	36(1)
F(4)	125(4)	122(4)	74(2)	-1(2)	-20(2)	68(3)
F(5)	142(5)	143(5)	125(5)	64(4)	65(4)	83(4)
F(6)	150(3)	53(2)	153(6)	6(2)	1(3)	40(2)
F(4A)	115(11)	74(8)	254(32)	-25(12)	-76(14)	49(7)
F(5A)	216(21)	198(28)	77(10)	-50(13)	-23(10)	129(21)
F(6A)	293(32)	279(35)	216(30)	201(31)	141(27)	205(30)
O(1)	76(1)	50(1)	92(1)	20(1)	-23(1)	19(1)
O(2)	69(1)	56(1)	63(1)	25(1)	10(1)	16(1)
O(3)	58(1)	54(1)	51(1)	9(1)	2(1)	13(1)
O(4)	83(2)	52(1)	94(2)	8(1)	-7(1)	-4(1)
O(5)	42(1)	89(2)	136(2)	15(1)	5(1)	26(1)
N(1)	39(1)	43(1)	55(1)	14(1)	-2(1)	11(1)
N(2)	59(1)	39(1)	63(1)	15(1)	-5(1)	5(1)
C(1)	38(1)	38(1)	50(1)	8(1)	-1(1)	12(1)
C(2)	46(1)	50(1)	50(1)	7(1)	0(1)	18(1)
C(3)	49(1)	40(1)	56(2)	7(1)	0(1)	9(1)
C(4)	35(1)	39(1)	51(1)	9(1)	5(1)	11(1)
C(5)	41(1)	36(1)	59(2)	11(1)	4(1)	6(1)

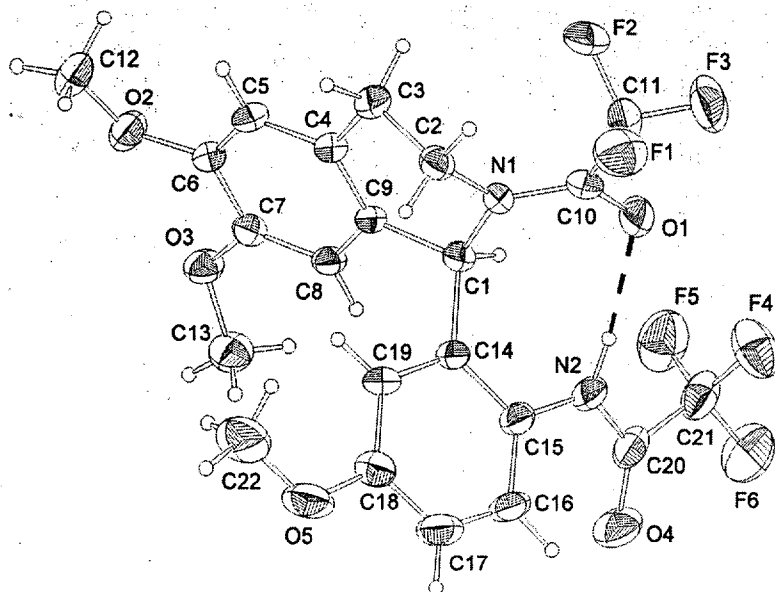
C(6)	38(1)	46(1)	54(2)	17(1)	8(1)	14(1)
C(7)	37(1)	47(1)	46(1)	9(1)	4(1)	16(1)
C(8)	36(1)	36(1)	56(2)	7(1)	2(1)	10(1)
C(9)	30(1)	39(1)	52(1)	11(1)	5(1)	12(1)
C(10)	45(2)	51(2)	70(2)	19(1)	-9(1)	11(1)
C(11)	69(2)	65(2)	84(2)	24(2)	-22(2)	19(2)
C(12)	82(2)	57(2)	88(2)	38(2)	14(2)	15(2)
C(13)	71(2)	58(2)	60(2)	3(1)	-5(1)	14(2)
C(14)	38(1)	43(1)	45(1)	12(1)	2(1)	7(1)
C(15)	50(2)	45(1)	48(1)	13(1)	-1(1)	6(1)
C(16)	49(2)	56(2)	71(2)	21(1)	7(1)	-4(1)
C(17)	39(2)	78(2)	75(2)	18(2)	8(1)	1(2)
C(18)	39(2)	70(2)	69(2)	11(1)	4(1)	17(1)
C(19)	38(1)	48(1)	63(2)	12(1)	2(1)	9(1)
C(20)	82(2)	45(2)	53(2)	17(1)	2(2)	8(2)
C(21)	111(3)	50(2)	65(2)	10(2)	3(2)	27(2)
C(22)	62(2)	93(3)	214(5)	34(3)	6(3)	43(2)
F(1B)	45(1)	63(1)	94(1)	11(1)	-2(1)	-3(1)
F(2B)	80(1)	93(1)	130(2)	-61(1)	-21(1)	32(1)
F(3B)	91(1)	95(1)	51(1)	6(1)	3(1)	-9(1)
F(4B)	91(4)	56(3)	138(5)	21(4)	35(4)	22(3)
F(5B)	85(5)	90(4)	292(14)	-20(7)	-91(7)	50(4)
F(6B)	194(10)	88(4)	96(4)	10(3)	65(5)	60(5)
F(4C)	148(8)	104(4)	98(4)	40(3)	2(4)	79(5)
F(5C)	166(9)	151(9)	159(8)	50(7)	86(7)	115(8)
F(6C)	109(7)	93(6)	239(14)	-83(7)	-102(8)	65(5)
O(1A)	47(1)	49(1)	75(1)	-2(1)	6(1)	13(1)
O(2A)	49(1)	96(1)	50(1)	6(1)	7(1)	33(1)
O(3A)	57(1)	92(1)	44(1)	-1(1)	-7(1)	34(1)
O(4A)	80(2)	75(2)	160(2)	10(2)	-60(2)	19(1)
O(5A)	61(1)	52(1)	130(2)	34(1)	13(1)	17(1)
N(1A)	42(1)	44(1)	45(1)	6(1)	3(1)	12(1)
N(2A)	41(1)	52(1)	62(1)	1(1)	-4(1)	16(1)
C(1A)	43(1)	43(1)	43(1)	9(1)	1(1)	16(1)
C(2A)	59(2)	49(1)	43(1)	11(1)	-5(1)	17(1)
C(3A)	45(1)	56(2)	48(1)	9(1)	-5(1)	20(1)
C(4A)	41(1)	43(1)	46(1)	12(1)	-1(1)	14(1)
C(5A)	35(1)	54(1)	53(2)	11(1)	0(1)	14(1)
C(6A)	43(1)	54(1)	45(1)	10(1)	5(1)	19(1)
C(7A)	46(1)	50(1)	41(1)	6(1)	-2(1)	18(1)
C(8A)	35(1)	49(1)	49(1)	9(1)	-3(1)	15(1)
C(9A)	41(1)	39(1)	44(1)	11(1)	3(1)	14(1)
C(10A)	40(1)	43(1)	56(2)	7(1)	11(1)	3(1)
C(11A)	53(2)	55(2)	64(2)	-6(1)	5(1)	3(1)
C(12A)	47(2)	81(2)	71(2)	10(2)	12(1)	27(1)
C(13A)	60(2)	79(2)	54(2)	8(1)	-15(1)	22(2)
C(14A)	40(1)	47(1)	42(1)	7(1)	3(1)	14(1)
C(15A)	43(1)	52(1)	49(1)	6(1)	1(1)	18(1)
C(16A)	40(1)	64(2)	73(2)	14(1)	7(1)	14(1)

C(17A)	44(2)	59(2)	86(2)	23(1)	8(1)	9(1)
C(18A)	51(2)	52(2)	72(2)	21(1)	7(1)	16(1)
C(19A)	42(1)	52(2)	60(2)	14(1)	6(1)	16(1)
C(20A)	49(2)	65(2)	71(2)	7(1)	-9(1)	22(1)
C(21A)	59(2)	78(2)	83(2)	7(2)	4(2)	40(2)
C(22A)	77(2)	68(2)	149(3)	39(2)	16(2)	36(2)

**Table 4.** Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) of **4b**.

atom	x	y	z	U(eq)
H(2)	7150(2)	1272(2)	1624(1)	70
H(1)	7976(2)	2674(2)	1088(1)	52
H(2A)	8935(2)	5377(2)	3009(2)	60
H(2B)	7733(2)	5072(2)	2395(2)	60
H(3A)	9274(2)	6478(2)	1946(2)	62
H(3B)	10114(2)	5830(2)	1925(2)	62
H(5)	9525(2)	6581(2)	429(2)	58
H(8)	7096(2)	2790(2)	-391(2)	54
H(12A)	9302(16)	7411(3)	-1493(2)	93
H(12B)	10070(7)	7409(3)	-670(10)	93
H(12C)	8729(9)	7296(2)	-629(10)	93
H(13A)	6787(5)	2150(2)	-1865(10)	83
H(13B)	6210(11)	2551(6)	-2566(3)	83
H(13C)	5831(7)	2645(5)	-1633(8)	83
H(16)	4092(2)	437(2)	1507(2)	80
H(17)	3052(3)	1534(3)	1523(2)	86
H(19)	6078(2)	4115(2)	1266(2)	63
H(22A)	3719(8)	4965(6)	1497(17)	144
H(22B)	4547(21)	4716(3)	831(6)	144
H(22C)	4989(14)	5013(5)	1825(11)	144
H(2A1)	4242(2)	711(2)	3448(1)	66
H(1A)	2699(2)	770(2)	4059(1)	53
H(2A1)	302(2)	673(2)	2200(2)	63
H(2A2)	1056(2)	1861(2)	2808(2)	63
H(3A1)	-816(2)	1094(2)	3296(1)	61
H(3A2)	-663(2)	-15(2)	3326(1)	61
H(5A)	-1069(2)	1395(2)	4833(2)	59
H(8A)	2968(2)	2126(2)	5530(2)	55
H(12D)	-1709(8)	2600(13)	6752(2)	80
H(12E)	-2028(4)	1560(3)	5988(10)	80
H(12F)	-1347(4)	2779(11)	5837(8)	80
H(13D)	3279(7)	2930(14)	7770(2)	82
H(13E)	3728(3)	3221(10)	6898(9)	82
H(13F)	3106(5)	1965(4)	6975(9)	82
H(16A)	6448(2)	3315(2)	3711(2)	74
H(17A)	6234(2)	4952(2)	3760(2)	79
H(19A)	2658(2)	3365(2)	3876(2)	62
H(22D)	3368(4)	6170(4)	3852(14)	113
H(22E)	2872(9)	5156(17)	4309(8)	113
H(22F)	2737(7)	4938(14)	3298(6)	113





**Figure 1.** Structure analysis of the tetrahydroisoquinoline **4b** in the crystal

**Table 5.** Atomic coordinates ( $\times 10^4$ ) and equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for **9b**.  $U(\text{eq})$  is defined as one third of the trace of the orthogonalized  $U_{ij}$  tensor.

atom	x	y	z	$U(\text{eq})$
O(1)	8575(1)	2007(3)	5649(1)	57(1)
O(2)	8452(2)	-1457(4)	5007(1)	94(1)
O(3)	6735(2)	-2283(4)	1728(1)	72(1)
N(1)	3964(2)	1245(4)	3366(1)	56(1)
N(2)	3149(2)	-2561(4)	2802(1)	59(1)
C(1)	4874(2)	364(4)	3408(1)	40(1)
C(2)	5865(2)	790(4)	3987(1)	38(1)
C(3)	6716(2)	-586(4)	4210(1)	45(1)
C(4)	7609(2)	-150(4)	4759(1)	48(1)
C(5)	7662(2)	1709(4)	5107(1)	43(1)
C(6)	6822(2)	3077(4)	4891(1)	43(1)
C(7)	5921(2)	2635(4)	4335(1)	40(1)
C(8)	4972(2)	4037(4)	4075(1)	53(1)
C(9)	3953(2)	2796(5)	3895(2)	67(1)
C(10)	8631(2)	3777(5)	6063(2)	61(1)
C(11)	8849(4)	-2532(8)	4569(3)	136(2)
C(12)	4922(2)	-1090(4)	2846(1)	39(1)
C(13)	4053(2)	-2399(4)	2547(1)	45(1)
C(14)	4140(2)	-3608(4)	1989(2)	56(1)
C(15)	5023(2)	-3538(5)	1730(2)	58(1)
C(16)	5881(2)	-2249(4)	2024(1)	51(1)
C(17)	5830(2)	-1045(4)	2581(1)	45(1)
C(18)	7589(3)	-920(6)	1985(2)	81(1)

**Table 6.** Bond lengths [ $\text{\AA}$ ] and angles [deg] for **9b**.

<b>bond</b>	<b>length</b>	<b>atoms</b>	<b>angle</b>
O(1)-C(5)	1.366(3)	N(1)-C(1)-C(2)	121.9(2)
O(1)-C(10)	1.422(3)	N(1)-C(1)-C(12)	118.0(2)
O(2)-C(11)	1.328(5)	C(2)-C(1)-C(12)	120.1(2)
O(2)-C(4)	1.365(3)	C(3)-C(2)-C(7)	119.2(2)
O(3)-C(16)	1.376(3)	C(3)-C(2)-C(1)	123.1(2)
O(3)-C(18)	1.401(4)	C(7)-C(2)-C(1)	117.7(2)
N(1)-C(1)	1.284(3)	C(4)-C(3)-C(2)	121.2(2)
N(1)-C(9)	1.472(4)	O(2)-C(4)-C(3)	123.6(2)
N(2)-C(13)	1.388(3)	O(2)-C(4)-C(5)	117.0(2)
C(1)-C(2)	1.484(3)	C(3)-C(4)-C(5)	119.4(2)
C(1)-C(12)	1.488(3)	O(1)-C(5)-C(6)	124.9(2)
C(2)-C(3)	1.396(3)	O(1)-C(5)-C(4)	115.3(2)
C(2)-C(7)	1.396(3)	C(6)-C(5)-C(4)	119.8(2)
C(3)-C(4)	1.373(3)	C(5)-C(6)-C(7)	120.7(2)
C(4)-C(5)	1.405(4)	C(6)-C(7)-C(2)	119.7(2)
C(5)-C(6)	1.380(4)	C(6)-C(7)-C(8)	123.8(2)
C(6)-C(7)	1.389(3)	C(2)-C(7)-C(8)	116.5(2)
C(7)-C(8)	1.502(3)	C(9)-C(8)-C(7)	107.9(2)
C(8)-C(9)	1.499(4)	N(1)-C(9)-C(8)	112.0(2)
C(12)-C(17)	1.401(3)	C(17)-C(12)-C(13)	119.7(2)
C(12)-C(13)	1.406(3)	C(17)-C(12)-C(1)	118.5(2)
C(13)-C(14)	1.394(4)	C(13)-C(12)-C(1)	121.7(2)
C(14)-C(15)	1.365(4)	N(2)-C(13)-C(14)	120.1(2)
C(15)-C(16)	1.385(4)	N(2)-C(13)-C(12)	122.3(2)
C(16)-C(17)	1.380(4)	C(14)-C(13)-C(12)	117.6(2)
C(5)-O(1)-C(10)	118.0(2)	C(15)-C(14)-C(13)	122.3(3)
C(11)-O(2)-C(4)	120.8(3)	C(14)-C(15)-C(16)	120.3(3)
C(16)-O(3)-C(18)	117.7(2)	O(3)-C(16)-C(17)	124.7(3)
C(1)-N(1)-C(9)	117.2(2)	O(3)-C(16)-C(15)	116.1(2)
C(16)-C(17)-C(12)	121.0(2)	C(17)-C(16)-C(15)	119.1(3)

**Table 7.** Anisotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for **9b**. The anisotropic displacement factor exponent takes the form:  $-2 \pi^2 [h^2 a^* 2 U_{11} + \dots + 2 h k a^* b^* U_{12}]$ .

atom	$U_{11}$	$U_{22}$	$U_{33}$	$U_{23}$	$U_{13}$	$U_{12}$
O(1)	46(1)	65(1)	48(1)	-14(1)	-10(1)	9(1)
O(2)	93(2)	92(2)	65(1)	-28(1)	-29(1)	60(2)
O(3)	68(1)	85(2)	69(1)	-27(1)	32(1)	-5(1)
N(1)	35(1)	72(2)	56(1)	-17(1)	2(1)	10(1)
N(2)	42(1)	68(2)	63(2)	-9(1)	9(1)	-11(1)
C(1)	34(1)	47(1)	36(1)	1(1)	4(1)	3(1)
C(2)	34(1)	44(1)	32(1)	1(1)	5(1)	4(1)
C(3)	48(1)	41(1)	40(1)	-6(1)	3(1)	5(1)
C(4)	43(1)	49(2)	42(1)	-1(1)	-3(1)	13(1)
C(5)	38(1)	52(2)	34(1)	-2(1)	0(1)	1(1)
C(6)	44(1)	44(1)	38(1)	-6(1)	7(1)	4(1)
C(7)	39(1)	44(1)	35(1)	-1(1)	8(1)	6(1)
C(8)	51(2)	56(2)	45(1)	-9(1)	3(1)	18(1)
C(9)	43(2)	87(2)	67(2)	-25(2)	7(1)	19(2)
C(10)	59(2)	65(2)	50(2)	-16(2)	-2(1)	-5(2)
C(11)	121(4)	159(5)	156(4)	84(4)	84(4)	97(4)
C(12)	35(1)	43(1)	34(1)	-1(1)	0(1)	6(1)
C(13)	37(1)	47(2)	43(1)	3(1)	-3(1)	4(1)
C(14)	47(2)	50(2)	60(2)	-10(1)	-3(1)	-4(1)
C(15)	63(2)	55(2)	49(2)	-17(1)	4(1)	4(2)
C(16)	50(2)	56(2)	45(1)	-8(1)	10(1)	8(1)
C(17)	42(1)	48(2)	39(1)	-5(1)	2(1)	3(1)
C(18)	84(2)	75(2)	101(3)	-11(2)	55(2)	-5(2)

**Table 8.** Hydrogen coordinates ( $\times 10^4$ ) and isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) for **9b**.

atom	x	y	z	U(eq)
H(2A)	2642(2)	-3407(4)	2617(1)	71
H(2B)	3097(2)	-1814(4)	3146(1)	71
H(3)	6679(2)	-1822(4)	3983(1)	54
H(6)	6860(2)	4309(4)	5121(1)	51
H(8A)	4952(2)	5015(4)	4434(1)	63
H(8B)	5039(2)	4759(4)	3663(1)	63
H(9A)	3875(2)	2147(5)	4317(2)	81
H(9B)	3331(2)	3673(5)	3718(2)	81
H(10A)	9299(7)	3776(14)	6433(6)	74
H(10B)	8027(9)	3803(14)	6261(8)	74
H(10C)	8606(15)	4946(5)	5773(3)	74
H(11A)	8483(20)	3810(24)	4484(15)	63
H(11B)	9614(7)	-2747(46)	4772(9)	163
H(11C)	8736(27)	1816(26)	4134(8)	163
H(14)	3576(2)	-4493(4)	1787(2)	67
H(15)	5049(2)	-4359(5)	1355(2)	69
H(17)	6408(2)	-190(4)	2784(1)	54
H(18A)	8120(9)	-1073(24)	1728(8)	97
H(18B)	7923(12)	1186(22)	2473(4)	97
H(18C)	7310(4)	432(6)	1930(11)	97

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

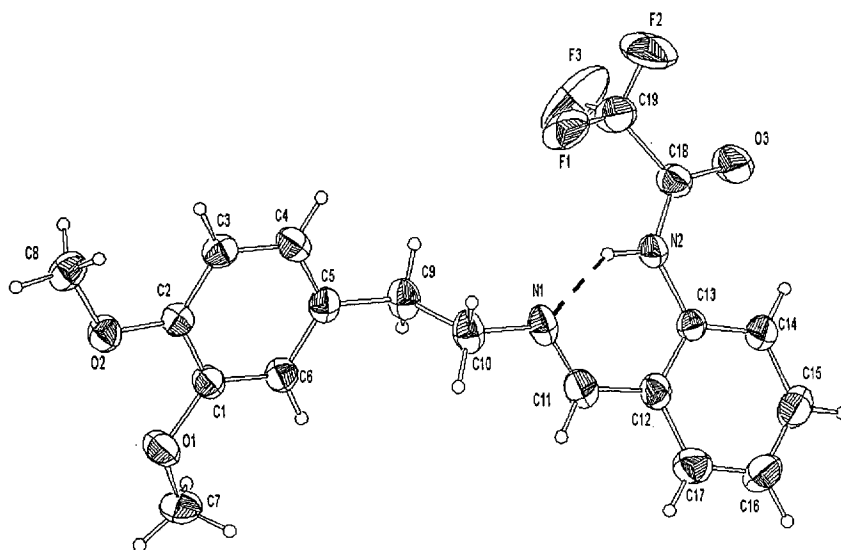
atom	x	y	z	U(eq)
N(1)	2980(2)	3783(6)	5171(1)	61(1)
N(2)	1918(2)	121(7)	4744(1)	55(1)
O(1)	5543(2)	8293(7)	7272(1)	79(1)
O(2)	4596(2)	11471(6)	7842(1)	70(1)
O(3)	843(2)	-2798(8)	4528(2)	102(1)
F(1)	1057(5)	2105(14)	5581(3)	100(3)
F(2)	20(4)	391(40)	5283(6)	207(10)
F(3)	844(12)	-2051(15)	5735(4)	188(9)
F(1A)	404(16)	2192(38)	5298(12)	237(20)
F(2A)	213(11)	-1892(31)	5502(8)	104(6)
F(3A)	1264(6)	22(79)	5763(6)	221(22)
C(1)	4732(2)	8140(8)	7134(2)	54(1)
C(2)	4219(2)	9869(8)	7443(2)	50(1)
C(3)	3396(2)	9816(8)	7339(2)	57(1)
C(4)	3090(2)	8045(9)	6924(2)	60(1)
C(5)	3587(2)	6329(8)	6614(1)	53(1)
C(6)	4423(2)	6403(8)	6722(2)	56(1)
C(7)	6075(2)	6233(10)	7061(2)	80(1)
C(8)	4103(3)	13188(9)	8191(2)	74(1)
C(9)	3263(2)	4441(8)	6160(2)	65(1)
C(10)	3287(3)	5749(8)	5591(2)	70(1)
C(11)	3443(3)	3112(9)	4772(2)	65(1)
C(12)	3219(2)	1099(8)	4331(2)	56(1)
C(13)	2483(2)	-382(8)	4310(1)	49(1)
C(14)	2331(2)	-2308(9)	3882(2)	67(1)
C(15)	2907(3)	-2679(11)	3476(2)	81(1)
C(16)	3627(3)	-1260(12)	3478(2)	86(1)
C(17)	3791(3)	599(11)	3907(2)	78(1)
C(18)	1189(2)	-1067(10)	4820(2)	65(1)
C(19)	764(3)	-149(12)	5362(2)	84(1)

**Table 10.** Bond lengths [ $\text{\AA}$ ] for **3a**.

bond	length	bond	length	bond	length
N(1)-C(11)	1.259(5)	F(3)-C(19)	1.274(7)	C(5)-C(9)	1.501(5)
N(1)-C(10)	1.457(5)	F(1A)-C(19)	1.263(8)	C(9)-C(10)	1.497(5)
N(2)-C(18)	1.333(5)	F(2A)-C(19)	1.268(8)	C(11)-C(12)	1.467(6)
N(2)-C(13)	1.413(4)	F(3A)-C(19)	1.265(9)	C(12)-C(13)	1.395(5)
O(1)-C(1)	1.372(4)	C(1)-C(6)	1.379(5)	C(12)-C(17)	1.402(5)
O(1)-C(7)	1.401(5)	C(1)-C(2)	1.386(5)	C(13)-C(14)	1.392(5)
O(2)-C(2)	1.366(4)	C(2)-C(3)	1.371(5)	C(14)-C(15)	1.366(5)
O(2)-C(8)	1.418(4)	C(3)-C(4)	1.392(6)	C(15)-C(16)	1.357(6)
O(3)-C(18)	1.216(5)	C(4)-C(5)	1.369(5)	C(16)-C(17)	1.376(6)
F(1)-C(19)	1.281(6)	C(5)-C(6)	1.394(5)	C(18)-C(19)	1.535(6)
F(2)-C(19)	1.260(7)				

**Table 11.** Angles [deg] for **3a**.

atoms	angle	atoms	angle	atoms	angle
C(11)-N(1)-C(10)	118.3(3)	C(1)-C(6)-C(5)	120.6(3)	O(3)-C(18)-C(19)	117.6(4)
C(18)-N(2)-C(13)	128.1(3)	C(10)-C(9)-C(5)	113.8(3)	N(2)-C(18)-C(19)	113.7(4)
C(1)-O(1)-C(7)	118.7(3)	N(1)-C(10)-C(9)	110.8(3)	F(1A)-C(19)-F(3A)	109.8(9)
C(2)-O(2)-C(8)	118.0(3)	N(1)-C(11)-C(12)	123.9(4)	F(1A)-C(19)-F(2A)	105.6(8)
O(1)-C(1)-C(6)	124.0(3)	C(13)-C(12)-C(17)	117.9(4)	F(3A)-C(19)-F(2A)	107.6(9)
O(1)-C(1)-C(2)	115.4(3)	C(13)-C(12)-C(11)	124.6(4)	F(2)-C(19)-F(3)	110.3(7)
C(6)-C(1)-C(2)	120.6(3)	C(17)-C(12)-C(11)	117.6(4)	F(2)-C(19)-F(1)	104.8(6)
O(2)-C(2)-C(3)	125.6(3)	C(14)-C(13)-C(12)	120.7(3)	F(3)-C(19)-F(1)	105.1(7)
O(2)-C(2)-C(1)	115.1(3)	C(14)-C(13)-N(2)	122.2(3)	F(1A)-C(19)-C(18)	110.9(11)
C(3)-C(2)-C(1)	119.3(3)	C(12)-C(13)-N(2)	117.1(3)	F(2)-C(19)-C(18)	111.8(6)
C(2)-C(3)-C(4)	119.7(4)	C(15)-C(14)-C(13)	118.8(4)	F(3A)-C(19)-C(18)	111.4(7)
C(5)-C(4)-C(3)	121.9(3)	C(16)-C(15)-C(14)	122.4(5)	F(2A)-C(19)-C(18)	111.3(8)
C(4)-C(5)-C(6)	117.9(4)	C(15)-C(16)-C(17)	119.3(4)	F(3)-C(19)-C(18)	110.3(5)
C(4)-C(5)-C(9)	122.2(3)	C(16)-C(17)-C(12)	121.0(4)	F(1)-C(19)-C(18)	114.2(5)
C(6)-C(5)-C(9)	119.9(4)	O(3)-C(18)-N(2)	128.6(4)		

**Figure 2.** Structure analysis of the imine **3a** in the crystal.