

References

- BANDURKIN, G. A. & DZHURINSKII, B. F. (1973). *Zh. Strukt. Khim.* **14**, 306–312.
- BRUZZONE, G. & MERLO, F. (1982). *J. Less-Common Met.* **85**, 285–306.
- BRUZZONE, G. & RUGGIERO, A. F. (1964). *J. Less-Common Met.* **7**, 368–372.
- FORNASINI, M. L. & PANI, M. (1986). *Acta Cryst.* **C42**, 394–396.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Vol. IV. Birmingham: Kynoch Press. (Present distributor D. Reidel, Dordrecht.)
- KRIPYAKEVICH, P. I. (1977). *Structure Types of Intermetallic Compounds*, pp. 100–103. Moscow: Nauka (in Russian).
- MAIN, P., FISKE, S. J., HULL, S. E., LESSINGER, L., GERMAIN, G., DECLERCO, J.-P. & WOOLFSON, M. M. (1980). *MULTAN80. A System of Computer Programs for the Automatic Solution of Crystal Structures from X-ray Diffraction Data*. Univs. of York, England, and Louvain, Belgium.
- PARTHÉ, E. & CHABOT, B. (1984). *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*, Vol. 6, edited by K. A. Gschneidner Jr & L. Eyring, ch. 48, pp. 113–334. Amsterdam: Elsevier.
- ROBERTSON, B. E. (1977). *Inorg. Chem.* **16**, 2735–2742.
- SHELDRIK, G. M. (1976). *SHELX76*. Program for crystal structure determination. Univ. of Cambridge, England.
- VILLARS, P. & CALVERT, L. D. (1985). *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases*, Vol. 1. Metals Park, Ohio: American Society for Metals.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 616–618

Structure du Molybdophosphate d'Yttrium et Sodium Na₂Y(MoO₄)(PO₄)

PAR M. BEN AMARA

Faculté de Médecine Dentaire, 5000 Monastir, Tunisie

ET M. DABBABI

Faculté de Sciences et Techniques, 5000 Monastir, Tunisie

(Reçu le 20 mai 1986, accepté le 17 novembre 1986)

Abstract. $M_r = 389.79$, monoclinic, $C2/c$, $a = 13.928$ (11), $b = 18.016$ (10), $c = 6.847$ (6) Å, $\beta = 119.62$ (6)°, $V = 1494$ (4) Å³, $Z = 8$, $D_m = 3.44$ (5), $D_x = 3.467$ Mg m⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 9.75$ mm⁻¹, $F(000) = 1456$, $T = 293$ K, final $R = 0.041$ for 2158 independent reflexions with $I > 3\sigma(I)$. The three-dimensional framework is made up of chains of edge-sharing YO₈ polyhedra linked by isolated MoO₄ and PO₄ tetrahedra. This framework leaves voids in which the Na atoms are inserted. The Na atoms are sixfold coordinated if distances less than 3.0 Å are considered.

Introduction. Les luminophores à base de terres rares sont des matériaux soit stoechiométriques: NdP₅O₁₄ (Weber, Damen, Danielmeyer & Tofield, 1973) soit constitués d'un réseau-hôte dopé par des ions actifs tels que le YAG: Y₃Al₅O₁₂:Nd³⁺ (Danielmeyer, Blätte & Balmer, 1973).

La présence dans ces matériaux, de groupements tétraédriques isolés (phosphates, vanadates) peut être un facteur favorable à la réalisation de luminophores performants par exemple Na₃La(PO₄)₂:Ce,Tb (Parent, Fava, Salmon, Le Flem & Hagenmuller, 1980).

Dans le système Na₂MoO₄-YPO₄ nous avons mis en évidence une nouvelle phase Na₂Y(MoO₄)(PO₄) offrant un réseau-hôte aux ions actifs. La connaissance de la structure cristalline de cette phase est nécessaire à une étude ultérieure de ses propriétés luminescentes.

Des monocristaux ont été préparés par action d'un mélange stoechiométrique de (NH₄)₂HPO₄ et Y₂O₃ sur un excès de Na₂MoO₄ utilisé comme flux. Après un premier traitement de 15 h à 673 K, le mélange est porté dans un creuset de platine pendant 4 h à 1023 K puis refroidi jusqu'à la température ambiante à la vitesse de 10 K h⁻¹.

Partie expérimentale. Parallélépipède (0,07 × 0,13 × 0,26 mm). D_m par picnométrie, diffractomètre Philips PW 1100. Monochromateur: graphite. Paramètres cristallins affinés à partir de 25 réflexions ($17 < 2\theta < 25^\circ$). Domaine de mesure: 3–45° (θ), type de balayage: ω , domaine de balayage: (1,20 + 0,20 tan θ)°, vitesse de balayage: 0,03° s⁻¹. Trois réflexions de référence: $\bar{2}21$, 421 et $28\bar{2}$, variation négligeable. Nombre de réflexions mesurées: 4681 ($h - 24 \rightarrow 24$, $k - 35 \rightarrow 35$, $l 0 \rightarrow 11$). 2363 réflexions indépendantes, $R_{\text{int}} = 0,042$. Les intensités sont corrigées de Lorentz-polarisation et de l'absorption après indexation des faces, facteurs de transmission: 0,2226–0,6130. 205 réflexions ont été éliminées correspondant à $I < 3\sigma(I)$. La structure a été résolue en exploitant la fonction de Patterson et les synthèses de Fourier. L'affinement sur F (matrice complète), utilisant les facteurs thermiques anisotropes, a conduit à $R = 0,041$, $wR = 0,049$, $S = 5,417$. Un schéma de pondération unitaire a été utilisé. $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} = 0,00$, $\Delta\rho_{\text{max}} = 1,37$ e Å⁻³. Facteurs de diffusion atomique et valeurs de

f' et f'' sont ceux des *International Tables for X-ray Crystallography* (1974). Les programmes *SDP* (Enraf-Nonius, 1980) ont été utilisés. Les calculs ont été effectués sur ordinateur PDP 11-34.

Tableau 1. *Coordonnées atomiques finales et facteurs thermiques* B_{eq} avec écarts-type entre parenthèses

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \sum_i \beta_i a_i^*$$

	x	y	z	$B_{eq}(\text{Å}^2)$
Na(1)	0,1875 (4)	0,5974 (2)	0,4522 (7)	3,17 (9)
Na(2)	0,1877 (4)	0,0974 (3)	0,4232 (7)	3,34 (9)
Y	0,07186 (4)	0,74995 (4)	0,07188 (8)	0,538 (6)
Mo(1)	0,00	0,42833 (5)	0,25	1,29 (1)
Mo(2)	0,00	0,92823 (5)	0,25	1,29 (1)
P	0,1811 (1)	0,2500 (1)	0,1815 (2)	0,64 (2)
O(1)	0,0242 (5)	0,3713 (3)	0,4837 (9)	1,6 (1)
O(2)	0,1177 (6)	0,4815 (5)	0,325 (1)	3,2 (2)
O(3)	0,0236 (4)	0,8721 (3)	0,0639 (9)	1,7 (1)
O(4)	0,1171 (6)	0,9822 (4)	0,410 (1)	3,0 (1)
O(5)	0,2560 (3)	0,1817 (3)	0,2411 (7)	0,85 (6)
O(6)	0,2568 (4)	0,3186 (3)	0,2722 (7)	0,80 (6)
O(7)	0,1022 (3)	0,2415 (3)	0,2778 (6)	0,94 (7)
O(8)	0,1019 (3)	0,2583 (3)	0,9270 (6)	0,83 (7)

Tableau 2. *Distances interatomiques* (Å) et angles (°)

Tétraèdre PO_4				
P	O(5)	O(6)	O(7)	O(8)
O(5)	1,533 (4)	2,474 (3)	2,520 (4)	2,563 (5)
O(6)	107,2 (1)	1,540 (3)	2,577 (4)	2,526 (4)
O(7)	110,0 (2)	113,4 (2)	1,544 (2)	2,418 (3)
O(8)	113,0 (2)	110,1 (2)	103,3 (1)	1,541 (2)
Tétraèdres MoO_4				
Mo(1)	O(1)	O(1)	O(2)	O(2)
O(1)	1,788 (3)	2,927 (6)	2,870 (5)	2,860 (4)
O(1)	109,9 (2)	1,788 (3)	2,860 (4)	2,870 (5)
O(2)	108,7 (2)	108,2 (2)	1,744 (3)	2,913 (8)
O(2)	108,2 (2)	108,7 (2)	113,3 (3)	1,744 (3)
Mo(2)	O(3)	O(3)	O(4)	O(4)
O(3)	1,780 (3)	2,930 (6)	2,864 (4)	2,855 (4)
O(3)	110,8 (2)	1,780 (3)	2,855 (4)	2,864 (4)
O(4)	108,7 (2)	108,2 (2)	1,744 (3)	2,896 (8)
O(4)	108,2 (2)	108,7 (2)	112,2 (3)	1,744 (3)
Polyèdres NaO_6				
Na(1)—O(1)	2,927 (4)	Na(2)—O(2)	2,780 (6)	
Na(1)—O(2)	2,287 (4)	Na(2)—O(3)	2,937 (4)	
Na(1)—O(4)	2,796 (5)	Na(2)—O(4)	2,280 (4)	
Na(1)—O(5)	2,389 (4)	Na(2)—O(5)	2,437 (4)	
Na(1)—O(6)	2,436 (3)	Na(2)—O(6)	2,375 (4)	
Na(1)—O(8)	2,830 (3)	Na(2)—O(7)	2,824 (4)	
Polyèdre YO_8				
Y—O(1)	2,276 (3)	Y—O(7)	2,428 (2)	
Y—O(3)	2,293 (3)	Y—O(7)	2,257 (2)	
Y—O(5)	2,421 (4)	Y—O(8)	2,428 (2)	
Y—O(6)	2,418 (4)	Y—O(8)	2,260 (2)	
Distances cation-cation				
Na(1)—Na(1)	4,544 (5)	Na(2)—Na(2)	4,550 (5)	
Na(1)—Na(2)	3,737 (3)	Na(2)—Y	3,581 (3)	
Na(1)—Y	3,575 (3)	Na(2)—Mo(1)	3,811 (3)	
Na(1)—Mo(1)	3,801 (2)	Na(2)—Mo(2)	3,804 (2)	
Na(1)—Mo(2)	3,814 (3)	Na(2)—P	3,187 (3)	
Y—Y	3,836 (0)	Mo(1)—Mo(1)	4,288 (1)	
Y—Mo(1)	3,741 (0)	Mo(1)—Mo(2)	6,582 (0)	
Y—Mo(2)	3,743 (0)	Mo(1)—P	4,251 (1)	
Y—P	2,991 (1)	Mo(2)—Mo(2)	4,290 (1)	
		Mo(2)—P	4,247 (1)	
		P—P	3,799 (1)	

Discussion. Les coordonnées atomiques finales sont regroupées dans le Tableau 1.* La Fig. 1 représente la projection de la structure sur le plan ac . La moyenne des distances $\langle P-O \rangle$ dans le tétraèdre PO_4 est 1,540 Å et celle des angles est 109,5° (Tableau 2). Elles sont en bon accord avec celles rencontrées dans les monophosphates (Ben Amara, Vlasse, Le Flem & Hagenmuller, 1983). Dans les tétraèdres MoO_4 les distances moyennes $\langle Mo-O \rangle$ sont 1,766 et 1,762 Å et les moyennes des angles sont de 109,5°. Si on se limite à des distances inférieures à 3 Å chaque sodium est entouré par six atomes d'oxygène. Dans les polyèdres YO_8 les distances $Y-O$ sont comprises entre 2,257 et 2,428 Å. Ces polyèdres partagent une arête et se développent en une chaîne selon l'axe c (Fig. 2). La

* Les listes des facteurs de structure et des facteurs d'agitation thermique anisotrope ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 43574: 19 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

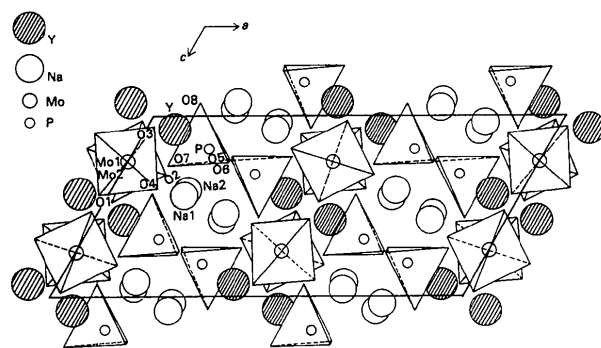


Fig. 1. Projection de la structure de $Na_2Y(MoO_4)(PO_4)$ sur le plan (010).

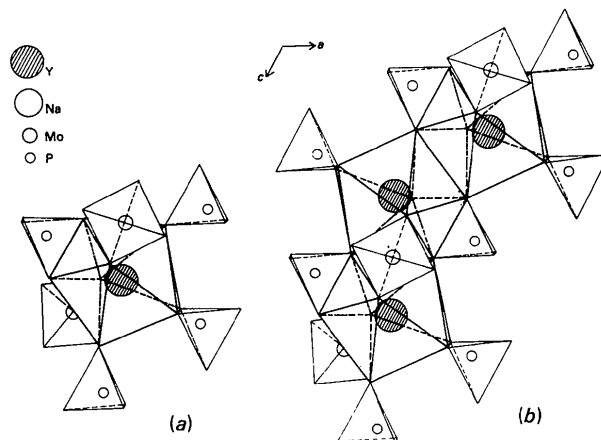


Fig. 2. (a) Environnement de Y dans la structure de $Na_2Y(MoO_4)(PO_4)$; (b) enchaînement des polyèdres YO_8 selon la direction [001].

cohésion entre les chaînes est assurée par les tétraèdres PO_4 et MoO_4 ; l'ensemble forme ainsi un réseau tridimensionnel délimitant des tunnels dans la direction [010] où vient s'insérer le sodium.

Références

BEN AMARA, M., VLASSE, M., LE FLEM, G. & HAGENMULLER, P. (1983). *Acta Cryst.* **C39**, 1483–1485.

DANIELMEYER, H. G., BLÄTTE, M. & BALMER, P. (1973). *Appl. Phys.* **1**, 269.

Enraf-Nonius (1980). *Structure Determination Package*. Enraf-Nonius, Delft.

International Tables for X-ray Crystallography (1974). Tome IV. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel D. Reidel, Dordrecht.)

PARENT, C., FAVA, J., SALMON, R., LE FLEM, G. & HAGENMULLER, P. (1980). *Solid State Commun.* **35**(5), 393.

WEBER, H. P., DAMEN, T. C., DANIELMEYER, H. G. & TOFIELD, B. C. (1973). *Appl. Phys. Lett.* **22**, 534.

Acta Cryst. (1987). **C43**, 618–620

Structure of the 1:1 Silver(II) Fluoride–Arsenic(V) Fluoride Adduct, $\text{AgF}_2 \cdot \text{AsF}_5$

BY D. GANTAR AND B. FRLEC

Jožef Stefan Institute, Edvard Kardelj University, 61001 Ljubljana, Yugoslavia

AND D. R. RUSSELL AND J. H. HOLLOWAY

Chemistry Department, The University, Leicester LE1 7RH, England

(Received 26 September 1986; accepted 11 December 1986)

Abstract. $M_r = 315.8$, orthorhombic, $Pnma$, $a = 7.585$ (1), $b = 6.997$ (6), $c = 9.852$ (1) Å, $V = 522.9$ Å³, $Z = 4$, $D_x = 4.01$ g cm⁻³, $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$ Å, $\mu = 97.3$ cm⁻¹, $F(000) = 572$, $T = 293$ K, final $R = 0.032$, $wR = 0.033$ for 520 unique observed reflections [$I > 3\sigma(I)$]. The structure consists of an extended F-bridged $[\text{AgF}]_n^{n+}$ chain with Ag–F distances 1.995 (5), 2.004 (5) Å, linked to $[\text{AsF}_6]^-$ anions by longer Ag–F distances in the range 2.394–2.439 (6) Å.

Introduction. A number of hexafluoroarsenates of the type $\text{MF}_2 \cdot \text{AsF}_5$ have been prepared (Birchall, Dean & Gillespie, 1971; Dean, 1975; Golič & Leban, 1977; Frlec, Gantar & Holloway, 1982) and a structural investigation of the tin compound has been carried out (Golič & Leban, 1977). X-ray powder photography for the series of adducts has shown that none of them is isostructural. However, the single-crystal work on $\text{SnF}_2 \cdot \text{AsF}_5$ showed that the adduct contains cyclic $[(\text{Sn}-\text{F})_3]^{3+}$ cations of D_{3h} symmetry and $[\text{AsF}_6]^-$ anions. The only previous structural information for $\text{AgF}_2 \cdot \text{AsF}_5$ has come from Raman spectroscopy which indicated that the solid contains $[\text{AsF}_6]^-$ octahedra of C_{4v} symmetry or less.

The synthesis of the blue solid has been described elsewhere (Frlec, Gantar & Holloway, 1982).

Experimental. Single crystals of the solid were grown from anhydrous HF solution in FEP–Teflon (perfluoropropene–tetrafluoroethylene copolymer) tubes.

An irregular crystal (approximated to an eight-faceted block showing {011}, {01 $\bar{1}$ }, {100}, {110}, {2 $\bar{1}$ 0}, {2 $\bar{1}$ 0} and with approximate dimensions 0.24 × 0.16 × 0.14 mm) was transferred under vacuum into a Pyrex capillary and sealed. The crystal was aligned about the b axis on a Stoe Stadi-2 Weissenberg diffractometer. Cell parameters were obtained by least-squares refinement of 28 $h0l$ reflection 2θ values, $48 < 2\theta < 56^\circ$, which in turn were obtained by profile fitting well-resolved α_1 , α_2 step-scan data in the θ – 2θ mode (a, c); b was obtained from $0k0$ reflection measurements. A total of 604 reflections with $7 < 2\theta < 54^\circ$ from layers $k = 0$ –8 were measured by a variable ω scan with $\Delta\omega = (1.4 + 0.3 \sin\mu\cot Y)^\circ$ and a 42 s scan with two 10 s background measurements. No significant deterioration of the crystal was observed. Corrections for Lorentz, polarization and absorption (max. and min. transmission 37.6, 17.1%) were applied. The structure was solved by Patterson and difference Fourier syntheses. Final cycles of full-matrix least-squares refinement included anisotropic thermal parameters for all atoms.* The final difference Fourier map was featureless apart from ripples $< 1.2 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ near the Ag and As atoms. Final $R = 0.032$, $wR = 0.033$,

* Lists of anisotropic thermal parameters and structure factors have been deposited with the British Library Document Supply Centre as Supplementary Publication No. SUP 43583 (4 pp.). Copies may be obtained through The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.