

Symmetry codes: (i)  $x, y, 1 + z$ ; (ii)  $x, 1 + y, 1 + z$ ; (iii)  $x, 1 + y, z$ ; (iv)  $1 + x, 1 + y, z$ ; (v)  $1 + x, 1 + y, 1 + z$ ; (vi)  $1 + x, y, 1 + z$ ; (vii)  $1 + x, y, z$ ; (viii)  $x, y, z - 1$ ; (ix)  $1 + x, y, z - 1$ ; (x)  $x, 1 + y, z - 1$ .

The atomic coordinates of  $\beta$ -LiNaCO<sub>3</sub> were used as a starting set. The enantiomorphs are indistinguishable from the X-ray data (Flack, 1983).

Data collection: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1989). Cell refinement: *CAD-4 Software*. Data reduction: *CAD-4 Software*. Program(s) used to refine structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Molecular graphics: *PLUTO* (Motherwell, 1974). Software used to prepare material for publication: *SHELXL93*.

The authors are grateful to the Netherlands Organization for Fundamental Research (NWO) for the support of this investigation.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: DU1136). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

## References

- Brown, I. D. & Altermatt, D. (1985). *Acta Cryst.* **B41**, 244–247.  
 Christmann, M., Sadeghi, N. & Papin, G. (1978). *Rev. Chim. Miner.* **15**, 312–317.  
 Effenberger, H. & Zemann, J. (1979). *Z. Kristallogr.* **150**, 133–138.  
 Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.  
 Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.  
 Motherwell, W. D. S. (1974). *PLUTO. Program for Plotting Molecular and Crystal Structures*. University of Cambridge, England.  
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for Crystal Structure Refinement*. University of Göttingen, Germany.  
 Yatsenko, A. V., Zhukov, S. G., D'yakov, V. A., Etz, A., Molleman, W. & Schenk, H. (1995). *Mater. Res. Bull.* **30**, 739–744.

*Acta Cryst.* (1996). **C52**, 3–5

## KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>

MOHAMED FAOUZI ZID ET TAHAR JOUINI

Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisie

(Reçu le 9 mai 1995, accepté le 26 juillet 1995)

### Abstract

Potassium molybdbl arsenate consists of AsO<sub>4</sub> tetrahedra and MoO<sub>6</sub> octahedra sharing corners to form a three-dimensional framework containing intersecting tunnels where the K<sup>+</sup> ions are located. The covalent framework of KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> (*Pnma*) is very similar to that of Ba(MoO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (*P2<sub>1</sub>/c*), Pb(MoO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (*P2<sub>1</sub>/c*), NaMoO<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (*P2<sub>1</sub>/n*) and KMoO<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (*Fddd*).

### Commentaire

Dans le cadre de l'élaboration de matériaux à structures ouvertes formées de charpentes covalentes mixtes, des études entreprises dans notre laboratoire, ont conduit à isoler les composés: Na<sub>3</sub>Sb<sub>3</sub>As<sub>2</sub>O<sub>14</sub> (Haddad, Guedira & Jouini, 1988), KNb<sub>4</sub>AsO<sub>13</sub> (Haddad, Jouini, Jouini & Piffard, 1988), K<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>11</sub> et K<sub>3</sub>NbAs<sub>2</sub>O<sub>9</sub> (Zid, Jouini, Jouini & Omezzine, 1988, 1989), K<sub>3</sub>NbP<sub>2</sub>O<sub>9</sub> (Zid, Jouini & Piffard, 1992), Tl<sub>2</sub>NbO<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Fakhfakh, Zid, Jouini & Tournoux, 1993), RbAlAs<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Boughzala, Driss & Jouini, 1993), KYP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Hamady, Zid & Jouini, 1994), NaAlAs<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Driss & Jouini, 1994), Na<sub>2</sub>V<sub>3</sub>P<sub>2</sub>O<sub>13</sub> (Haddad & Jouini, 1994) dont les charpentes covalentes sont constituées d'octaèdres (MO<sub>6</sub>, M = V, Nb, Sb, Al, Y) et de tétraèdres (XO<sub>4</sub>, X = P, As) partageant des sommets. Dans ces matériaux les charpentes covalentes délimitent des tunnels ou bien des intercouches dans lesquels sont logés les cations. Le phosphate KMoO<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> de formulation analogue au composé étudié a été caractérisé (Peascoe & Clearfield, 1991). L'arséniate équivalent, à notre connaissance, est inconnu. La structure de KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> est caractérisée par un enchaînement selon les trois directions *a*, *b* et *c* d'octaèdres MoO<sub>6</sub> et de tétraèdres AsO<sub>4</sub> partageant des sommets. Il en résulte une charpente tridimensionnelle possédant de larges canaux parallèles à la direction *b*. Les octaèdres MoO<sub>6</sub> sont irréguliers. Deux distances courtes  $\langle d(\text{Mo}-\text{O}) \rangle = 1,694 \text{ \AA}$  constituent le groupement molybdyl MoO<sub>2</sub>. Les quatre autres distances  $\langle d(\text{Mo}-\text{O}) \rangle = 2,095 \text{ \AA}$  correspondent à des atomes d'oxygènes mis en commun avec les tétraèdres réguliers, AsO<sub>4</sub>. Ces derniers ne sont pas directement reliés entre eux. L'organisation de la charpente dans KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> est très similaire à celle observée dans Ba(MoO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (Masse, Averbuch-Pouchot & Durif, 1985). Signalons que les composés NaMoO<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Kierkegaard, 1962) et Pb(MoO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (Masse, Averbuch-Pouchot & Durif, 1985) possèdent la même organisation mais avec des chaînes plus incurvées. Plusieurs composés contenant des groupements molybdyl (Hazenkamp, Voogt & Blass, 1992),

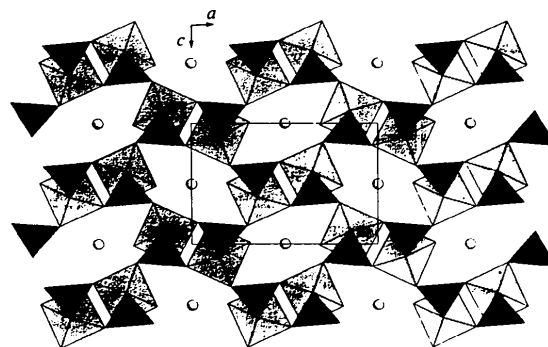


Fig. 1. Projection de la structure de KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> selon l'axe *b*.

vanadyl (Hazenkamp, Strijbosh & Blass, 1992) et niobyl (Blass, Dirksen, Hazenkamp, Verbaere & Oyetola, 1989) ont fait l'objet d'études de luminescence.

O1	0,1494 (3)	-0,0447 (6)	0,1062 (5)	0,0139 (8)
O2	0,2055 (4)	1/4	0,3505 (6)	0,009 (1)
O3	-0,0305 (4)	1/4	0,1827 (7)	0,010 (1)
O4	0,0911 (5)	1/4	-0,1705 (8)	0,020 (1)
O5	0,3124 (5)	1/4	-0,0135 (8)	0,018 (1)

## Partie expérimentale

KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> a été préparé sous forme de poudre cristalline à partir d'un mélange stoechiométrique de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> et d'acide molybdique (85%). Le mélange initial est préchauffé à l'air à 650 K en vue de l'élimination de NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> puis porté à 850 K pendant 48 h. Des cristaux jaunes verdâtres de taille suffisante pour les mesures des intensités ont été obtenus en présence d'un excès d'acide molybdique à 900 K.

### Données cristallines

KMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub>  
*M<sub>r</sub>* = 305,96  
 Orthorhombique  
*Pnma*  
*a* = 10,679 (3) Å  
*b* = 6,618 (4) Å  
*c* = 6,978 (4) Å  
*V* = 493,2 (4) Å<sup>3</sup>  
*Z* = 4  
*D<sub>x</sub>* = 4,1208 Mg m<sup>-3</sup>

Mo *Kα* radiation  
 $\lambda = 0,71069$  Å  
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions  
 $\theta = 10-16^\circ$   
 $\mu = 10,111$  mm<sup>-1</sup>  
*T* = 293 (2) K  
 Prisme  
 0,21 × 0,18 × 0,18 mm  
 Jaune

### Collection des données

Diffractomètre CAD-4  
 Balayage  $\omega$   
 Correction d'absorption:  
 par balayage  $\psi$  (North,  
 Phillips & Mathews,  
 1968)  
 $T_{\min} = 0,83$ ,  $T_{\max} = 1,00$   
 912 réflexions mesurées  
 471 réflexions indépendantes  
 427 réflexions observées  
 $[I > 2\sigma(I)]$

$R_{\text{int}} = 0,0246$   
 $\theta_{\text{max}} = 24,97^\circ$   
 $h = -12 \rightarrow 12$   
 $k = -7 \rightarrow 0$   
 $l = 0 \rightarrow 8$   
 1 réflexion de référence  
 fréquence: 60 min  
 variation d'intensité: 0,2%

### Affinement

Affinement à partir des  $F^2$   
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0,0240$   
 $wR(F^2) = 0,0693$   
 $S = 1,139$   
 471 réflexions  
 53 paramètres  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0313P)^2 + 3,3736P]$   
 où  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\text{max}} < 0,001$   
 $\Delta\rho_{\text{max}} = 0,968$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\text{min}} = -0,791$  e Å<sup>-3</sup>

Correction d'extinction:  
*SHELXL93* (Sheldrick,  
 1993)  
 Coefficient d'extinction:  
 0,0050 (6)  
 Facteurs de diffusion des  
*International Tables for*  
*Crystallography* (1992,  
 Tome C, Tableaux 4.2.6.8  
 et 6.1.1.4)

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)

	x	y	z	<i>U</i> <sub>éq</sub>
Mo1	0,15968 (5)	1/4	0,04922 (8)	0,0102 (3)
As1	0,15520 (6)	-1/4	-0,03872 (9)	0,0070 (3)
K1	0	0	1/2	0,0328 (5)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Mo1—O5	1,689 (5)	As1—O1	1,695 (4) × 2
Mo1—O4	1,699 (5)	K1—O5 <sup>iii</sup>	2,600 (4) × 2
Mo1—O1	1,994 (4) × 2	K1—O3	2,783 (4) × 2
Mo1—O2	2,158 (5)	K1—O2	2,940 (4) × 2
Mo1—O3	2,234 (5)	K1—O4 <sup>i</sup>	2,995 (5) × 2
As1—O3 <sup>i</sup>	1,668 (5)	K1—O1 <sup>ii</sup>	3,191 (4) × 2
As1—O2 <sup>ii</sup>	1,676 (4)		
O5—Mo1—O4	100,5 (3)	O4—Mo1—O3	89,1 (2)
O5—Mo1—O1	96,0 (1) × 2	O1—Mo1—O3	82,34 (9) × 2
O4—Mo1—O1	99,0 (1) × 2	O2—Mo1—O3	78,5 (2)
O1—Mo1—O1 <sup>i</sup>	156,1 (2)	O3 <sup>i</sup> —As1—O2 <sup>ii</sup>	115,5 (2)
O5—Mo1—O2	91,9 (2)	O3 <sup>i</sup> —As1—O1	109,3 (1) × 2
O4—Mo1—O2	167,6 (2)	O2 <sup>ii</sup> —As1—O1	107,9 (1) × 2
O1—Mo1—O2	79,5 (1) × 2	O1 <sup>ii</sup> —As1—O1	106,6 (2)
O5—Mo1—O3	170,4 (2)		

Codes de symétrie: (i)  $-x, -y, -z$ ; (ii)  $\frac{1}{2} - x, -y, z - \frac{1}{2}$ ; (iii)  $x - \frac{1}{2}, y, \frac{1}{2} - z$ ; (iv)  $-x, -y, 1 - z$ ; (v)  $x, \frac{1}{2} - y, z$ ; (vi)  $x, -\frac{1}{2} - y, z$ .

La largeur de balayage est (0,89 + 0,97tg $\theta$ )°. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation. La structure a été résolue par les méthodes directes (*SHELXS86*; Sheldrick, 1990) puis affinée par la méthode des moindres carrés (*SHELXL93*; Sheldrick, 1993).

Collection des données: *CAD-4-Express* (Duisenberg, 1992; Macicek & Yordanov, 1992). Affinement des paramètres de la maille: *CAD-4-Express*. Réduction des données: *MolEN* (Fair, 1990).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des distances et angles ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: DU1137). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CHI 2HU, Angleterre.

## Références

- Blass, G., Dirksen, G. J., Hazenkamp, M. F., Verbaere, A. & Oyetola, S. (1989). *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **26**, 497–504.  
 Boughzala, H., Driss, A. & Jouini, T. (1993). *Acta Cryst.* **C49**, 425–427.  
 Driss, A. & Jouini, T. (1994). *J. Solid State Chem.* **112**, 277–280.  
 Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.  
 Fair, C. K. (1990). *MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis*. Enraf–Nonius, Delft, Les Pays-Bas.  
 Fakhfakh, M., Zid, M. F., Jouini, N. & Tournoux, M. (1993). *J. Solid State Chem.* **102**, 368–374.  
 Haddad, A., Guedira, M. & Jouini, T. (1988). *Acta Cryst.* **44**, 1155–1157.  
 Haddad, A. & Jouini, T. (1994). *J. Solid State Chem.* **112**, 218–221.  
 Haddad, A., Jouini, T., Jouini, N. & Piffard, Y. (1988). *J. Solid State Chem.* **77**, 293–298.  
 Hamady, A., Zid, M. F. & Jouini, T. (1994). *J. Solid State Chem.* **113**, 120–124.  
 Hazenkamp, M. F., Strijbosh, A. W. P. M. & Blass, G. (1992). *J. Solid State Chem.* **97**, 115–123.  
 Hazenkamp, M. F., Voogt, E. H. & Blass, G. (1992). *J. Solid State Chem.* **101**, 26–31.  
 Kierkegaard, P. (1962). *Ark. Kemi.* **18**, 553–575.  
 Macicek, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 324–325.  
 Masse, R., Averbuch-Pouchot, M. T. & Durif, A. (1985). *J. Solid State Chem.* **58**, 157–163.

- North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- Peascoe, R. & Clearfield, A. (1991). *J. Solid State Chem.* **95**, 83–93.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Universität de Göttingen, Allemagne.
- Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for Crystal Structure Refinement*. Universität de Göttingen, Allemagne.
- Zid, M. F., Jouini, T., Jouini, N. & Omezzine, M. (1988). *J. Solid State Chem.* **74**, 337–342.
- Zid, M. F., Jouini, T., Jouini, N. & Omezzine, M. (1989). *J. Solid State Chem.* **82**, 14–20.
- Zid, M. F., Jouini, T. & Piffard, Y. (1992). *J. Solid State Chem.* **99**, 201–206.

*Acta Cryst.* (1996). **C52**, 5–7

## Dysprosium Tantalum Oxide, DyTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub>

GUO-CONG GUO,<sup>a</sup> JUN-NING ZHUANG,<sup>b</sup> YIN-GUI WANG,<sup>b</sup>  
JIU-TONG CHEN,<sup>a</sup> HONG-HUI ZHUANG,<sup>a</sup> JIN-SHUN HUANG<sup>a</sup>  
AND QIAN-ER ZHANG<sup>a</sup>

<sup>a</sup>State Key Laboratory of Structure Chemistry, Fujian Institute of Research on the Structure of Matter, Chinese Academy of Sciences, Fuzhou, Fujian 350002, People's Republic of China, and <sup>b</sup>Department of Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005, People's Republic of China

(Received 4 May 1995; accepted 24 July 1995)

### Abstract

Crystals of DyTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub> were obtained by a chemical transport reaction using NH<sub>4</sub>Cl as the transport agent. The structure was refined in space group *P6̄c2* and is built up from double layers of Ta<sub>2</sub> polyhedra, which may be described as edge-shared pentagonal bipyramids, alternating with layers of [Ta<sub>3</sub>Dy<sub>3</sub>O<sub>30</sub>] rings.

### Comment

Rare earth niobates and tantalates have been studied extensively because of their potentially interesting physical properties. Members of the systems LnTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub> (Ln = rare earth) have been reported (Bodiot, 1968; Gatehouse, 1979; Putilin, Krylov, Men'shenina & Evdokimov, 1985; Langenbach-Kuttert, Strurm & Gruehn, 1986; Pushcharovskii, Yamnova, Leonyuk & Bogdanova, 1987; Schaffrath & Gruehn, 1990). Johnson & Gatehouse (1980) redetermined the space group of CeTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub> by convergent-beam diffraction to be *P6̄c2* and not *P6<sub>3</sub>/mcm* as previously reported from X-ray diffraction. We report here the determination of the single-crystal structure of DyTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, which was finally refined in space group *P6̄c2*.

The polyhedron of Ta<sub>2</sub> can be described as a distorted pentagonal bipyramid with a long Ta—O distance of 2.45 (1) Å. Fig. 1 shows a layer of edge-shared pentagonal Ta<sub>2</sub>O<sub>7</sub> bipyramids along [001]. The layers of pentagonal bipyramids are corner-shared with another layer through the O1 atoms in the *c* direction to form double layers (see Fig. 3). The average Ta—O distance in the double layers is 2.06 Å.

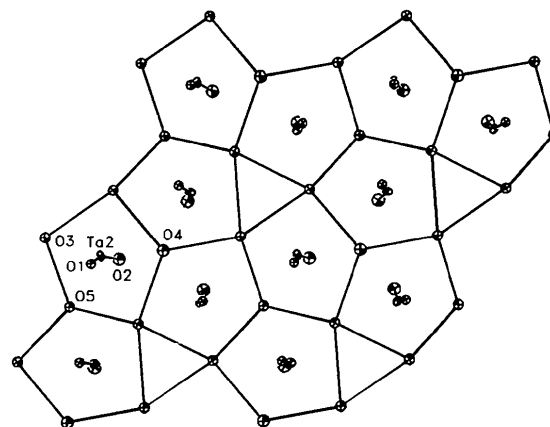


Fig. 1. A layer of Ta<sub>2</sub> pentagonal bipyramids projected along [001] (bonds Ta<sub>2</sub>—O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>—O<sub>4</sub> and Ta<sub>2</sub>—O<sub>5</sub> omitted).

The Ta<sub>1</sub> atoms are octahedrally coordinated by six O<sub>2</sub> atoms. The Dy polyhedron is a distorted bicapped trigonal antiprism. The Ta<sub>1</sub>O<sub>6</sub> octahedra are edge-shared with DyO<sub>8</sub> bicapped trigonal antiprisms through O<sub>2</sub> atoms to form six-membered [Ta<sub>3</sub>Dy<sub>3</sub>O<sub>30</sub>] rings. These six-membered rings intersect each other in the *ab* plane to form layers of [Ta<sub>3</sub>Dy<sub>3</sub>O<sub>30</sub>] (Fig. 2).

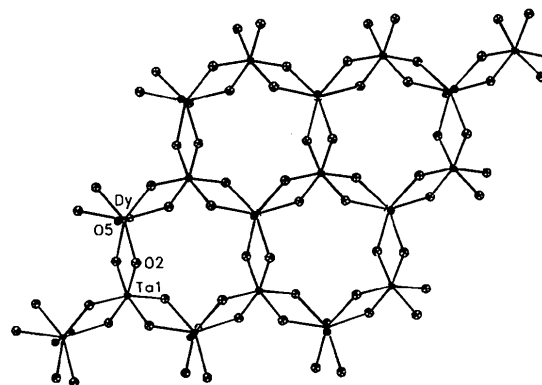


Fig. 2. A layer of six-membered [Ta<sub>3</sub>Dy<sub>3</sub>O<sub>30</sub>] rings projected along [001].