

Refinement

Refinement on F^2

$$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.0608$$

$$wR(F^2) = 0.1650$$

$$S = 1.306$$

1964 reflections

44 parameters

$$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0765P)^2$$

$$+ 10.7170P]$$

$$\text{where } P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$$

$$(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$$

$$\Delta\rho_{\max} = 1.75 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$$

$$\Delta\rho_{\min} = -2.23 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$$

Extinction correction:

SHELXL93 (Sheldrick,

1993; Larson, 1970)

Extinction coefficient:

$$0.0019(2)$$

Atomic scattering factors

from *International Tables*for *Crystallography* (1992),

Vol. C, Tables 4.2.6.8 and

6.1.1.4)

Larson, A. C. (1970). *Crystallographic Computing*, edited by F. R.

Ahmed, S. R. Hall & C. P. Huber, pp. 291–294. Copenhagen: Munksgaard.

Oberhammer, H. (1976). *J. Mol. Struct.* **31**, 237–245.

Petereit, A. (1964). Dissertation, TH Aachen, Germany.

Schwarz, R. & Pflugmacher, A. (1942). *Ber.* **75**, 1062–1071.Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure**Determination*. University of Cambridge, England.Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of**Crystal Structures*. University of Göttingen, Germany.Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for Crystal Structure**Refinement*. University of Göttingen, Germany.Suresh, B. S. & Padma, D. K. (1984). *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*

pp. 1779–1780.

Table 1. Fractional atomic coordinates and equivalent isotropic displacement parameters (\AA^2)

$$U_{\text{eq}} = (1/3)\sum_i\sum_j U_{ij}a_i^*a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j.$$

	x	y	z	U_{eq}
I1	0.24321 (5)	0.41001 (5)	0.11088 (10)	0.0560 (3)
I2	0.00717 (5)	0.41080 (5)	-0.27616 (10)	0.0565 (3)
I3	-0.00093 (6)	1/4	0.22388 (13)	0.0553 (3)
I4	0.24813 (6)	1/4	-0.39933 (12)	0.0539 (3)
Si1	0.1479 (2)	1/4	0.0569 (4)	0.0349 (6)
Si2	0.1019 (2)	1/4	-0.2264 (4)	0.0339 (6)

Acta Cryst. (1996). **C52**, 1334–1336**K₂MoO₂As₂O₇**

MOHAMED FAOUZI ZID ET TAHAR JOUINI*

Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus
Universitaire, Tunis, Tunisia. E-mail: jouini@stardent.cck.tn

(Reçu le 18 octobre 1995, accepté le 12 décembre 1995)

Table 2. Selected geometric parameters (\AA , $^\circ$)

Si1—I1	2.427 (2)	Si1—Si2	2.323 (4)
Si2—I2	2.425 (2)	Si1—I1'	2.427 (2)
Si1—I3	2.428 (3)	Si2—I2'	2.424 (2)
Si2—I4	2.424 (3)		
Si2—Si1—I1 ¹	108.37 (10)	Si1—Si2—I4	108.5 (2)
Si2—Si1—I1	108.37 (10)	Si1—Si2—I2'	107.50 (10)
I1 ¹ —Si1—I1	111.01 (13)	I4—Si2—I2'	110.57 (9)
Si2—Si1—I3	107.2 (2)	Si1—Si2—I2	107.50 (10)
I1 ¹ —Si1—I3	110.88 (9)	I4—Si2—I2	110.57 (9)
I1—Si1—I3	110.88 (9)	I2'—Si2—I2	112.00 (13)

Symmetry code: (i) $x, \frac{1}{2} - y, z$.

Data collection: *CAD-4 Software* (Enraf–Nonius, 1989). Cell refinement: *CAD-4 Software CELDIM*. Data reduction: *CAD-4 Software CADSHELL*. Program(s) used to solve structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Program(s) used to refine structure: *SHELXL93* (Sheldrick, 1993). Molecular graphics: *ORTEPII* (Johnson, 1971). Software used to prepare material for publication: *SHELXL93*.

Lists of structure factors, anisotropic displacement parameters and complete geometry have been deposited with the IUCr (Reference: BR1117). Copies may be obtained through The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

References

- Beagley, B., Conrad, A. R., Freeman, J. M., Monaghan, J. J., Norton, B. G. & Holywell, G. C. (1972). *J. Mol. Struct.* **11**, 371–380.
- Belot, V., Corriu, R. J. P., Leclercq, L., Lefevre, P., Mutin, P. H. & Vioux, A. (1991). *J. Non-Cryst. Solids*, **127**, 207–214.
- Enraf–Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5.0. Enraf–Nonius, Delft, The Netherlands.
- Friedel, C. & Ladenburg, A. (1869). *Compt. Rend.* **68**, 920–924.
- Hassel, O. & Kringstad, H. (1931). *Z. Phys. Chem.* **13**, 1–12.
- Johnson, C. K. (1971). *ORTEPII*. Report ORNL-3794, revised. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.

Abstract

The dipotassium molybdenyl diarsenate(4–) structure is built up from MoO₆ octahedra and As₂O₇ groups sharing corners to form layers. The two O atoms of the molybdenyl group remain unshared with short Mo—O distances (average 1.704 Å). The K⁺ ions are located in the interlayer space. A relationship is found between the two-dimensional structure of the title compound and the three-dimensional melilite structure.

Commentaire

Dans le cadre de la recherche de nouveaux matériaux, à structure ouverte, nous avons précédemment explorés les systèmes A–M–As–O (A = alcalin, M = Nb, V, Al et Mo). Plusieurs composés ont été caractérisés et étudiés: K₂Nb₂As₂O₁₁ (Zid, Jouini, Jouini & Omezzine, 1988), K₃NbAs₂O₉ (Zid, Jouini, Jouini & Omezzine, 1989), KNb₄AsO₁₃ (Haddad, Jouini, Jouini & Piffard, 1988), NaVOAsO₄ (Haddad, Jouini & Piffard, 1992), RbAlAs₂O₇ (Boughzala, Driss & Jouini, 1993), NaAlAs₂O₇ (Driss & Jouini, 1994) et KMoO₂AsO₄ (Zid & Jouini, 1995).

La comparaison de la structure de K₂MoO₂As₂O₇ avec celles de composés décrits antérieurement montre que ceux de formulation analogue connus (NH₄)₂MoO₂-P₂O₇ (Averbuch-Pouchot, 1988) et CsHMoO₂P₂O₇ (Averbuch-Pouchot, 1989) ont la dimensionnalité 1.

Ils renferment le même type de chaînes infinies, formées par la succession de groupements pyro et d'octaèdres MoO₆ partageant des sommets, mais connectées différemment, par paires, pour former des rubans. En revanche une filiation peut être établie entre la charpente bidimensionnelle de K₂MoO₂As₂O₇ et celles tridimensionnelles de MoP₂O₇ (Leclaire, Borel, Grandin & Raveau, 1988) et ZrP₂O₇ (Oyetola *et al.*, 1991). En effet, on peut considérer ces dernières, comme dérivant des couches décrites dans le présent travail (Fig. 1), par mise en commun des atomes d'oxygène libres pointant vers l'espace intercouche (Fig. 2), avec formation de ponts P—O—Mo. On a ainsi passage de la dimensionnalité 2 dans K₂MoO₂As₂O₇ à la dimensionnalité 3 dans MoP₂O₇.

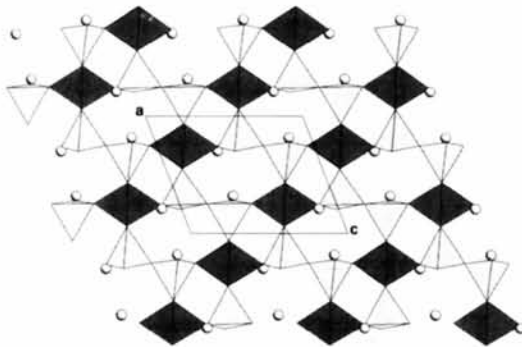


Fig. 1. Projection d'une couche de K₂MoO₂As₂O₇ selon l'axe *b*.

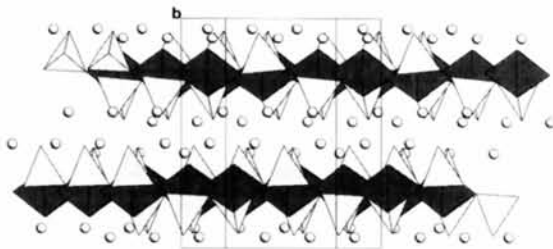


Fig. 2. Projection de la structure de K₂MoO₂As₂O₇ mettant en évidence l'espace intercouche.

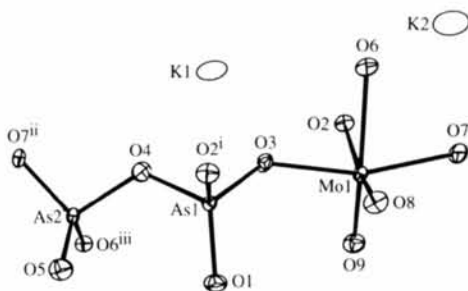


Fig. 3. Représentation ORTEP (Johnson, 1976) de l'unité asymétrique de K₂MoO₂As₂O₇. Les ellipsoïdes thermiques correspondent à 50% de probabilité.

Partie expérimentale

K₂MoO₂As₂O₇ a été préparé à partir d'un mélange, stoechiométrique de K₂CO₃, (NH₄)(H₂AsO₄) et d'acide molybdique (85%), chauffé progressivement jusqu'à 623 K en vue de l'élimination de NH₃, H₂O et CO₂. Le produit est ensuite broyé et porté à 923 K à l'air pendant une semaine. Des cristaux jaunâtres sont libérés par lavage à l'eau bouillante.

Données cristallines

K₂MoO₂As₂O₇
M_r = 467,98
 Monoclinique
*P*2₁/*n*
a = 7,429 (2) Å
b = 13,906 (9) Å
c = 9,157 (2) Å
 β = 110,72 (2)°
V = 884,8 (6) Å³
Z = 4
D_x = 3,513 Mg m⁻³

Mo Kα radiation
 λ = 0,71069 Å
 Paramètres de la maille à l'aide de 24 réflexions
 θ = 6–15°
 μ = 9,824 mm⁻¹
T = 293 (2) K
 Prisme
 0,16 × 0,16 × 0,08 mm
 Jaunâtre

Collection des données

Diffractomètre CAD-4
 Balayage ω
 Correction d'absorption: par balayage ψ (North, Phillips & Mathews, 1968)
T_{min} = 0,317, *T_{max}* = 0,330
 1728 réflexions mesurées
 1551 réflexions indépendantes

1278 réflexions observées
 [*I* > 2σ(*I*)]
R_{int} = 0,0164
 θ_{max} = 24,97°
h = 0 → 8
k = -16 → 0
l = -10 → 10
 1 réflexion de référence
 fréquence: 60 min
 variation d'intensité: 0,64%

Affinement

Affinement à partir des *F*²
R[*F*² > 2σ(*F*²)] = 0,0247
wR(*F*²) = 0,0520
S = 1,221
 1551 réflexions
 128 paramètres
w = 1/[σ²(*F*_o²) + (0,0117*P*)² + 2,7968*P*]
 où *P* = (*F*_o² + 2*F*_c²)/3
 (Δ/σ)_{max} = -0,001
 Δρ_{max} = 0,656 e Å⁻³
 Δρ_{min} = -0,441 e Å⁻³

Correction d'extinction: SHELXL93 (Sheldrick, 1993)
 Coefficient d'extinction: 0,0022 (1)
 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 (Å²)

$$U_{eq} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \mathbf{a}_i \cdot \mathbf{a}_j$$

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>U_{eq}</i>
Mo1	0,24575 (6)	0,21715 (3)	0,66940 (5)	0,0089 (1)
As1	0,17481 (7)	0,15904 (4)	0,30494 (6)	0,0090 (1)
As2	0,31886 (7)	0,16579 (4)	0,03156 (6)	0,0095 (1)
K1	0,3208 (2)	0,4104 (1)	0,3620 (2)	0,0272 (3)
K2	0,2068 (2)	0,4514 (1)	0,8743 (2)	0,0334 (4)
O1	0,2824 (5)	0,0548 (3)	0,3508 (4)	0,0189 (9)
O2	0,4356 (5)	0,3436 (3)	0,7243 (4)	0,0135 (8)
O3	0,2518 (5)	0,2375 (3)	0,4566 (4)	0,0136 (8)
O4	0,2516 (5)	0,2249 (3)	0,1741 (4)	0,0173 (8)

O5	0,2062 (5)	0,0638 (3)	0,9845 (4)	0,0211 (9)
O6	0,0577 (5)	0,3392 (3)	0,6098 (4)	0,0137 (8)
O7	0,2401 (5)	0,2466 (3)	0,8826 (4)	0,0147 (8)
O8	0,0597 (5)	0,1371 (3)	0,6124 (4)	0,0169 (9)
O9	0,4374 (5)	0,1412 (3)	0,7328 (4)	0,0179 (9)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

Mo1—O9	1,701 (4)	K1—O3	2,666 (4)
Mo1—O8	1,706 (4)	K1—O5 ⁱⁱⁱ	2,704 (4)
Mo1—O3	1,985 (4)	K1—O1 ^v	2,713 (4)
Mo1—O7	2,010 (4)	K1—O9 ⁱ	2,765 (4)
Mo1—O6	2,143 (4)	K1—O4	3,042 (4)
Mo1—O2	2,198 (4)	K1—O2	3,254 (4)
As1—O1	1,637 (4)	K1—O8 ⁱⁱⁱ	3,418 (4)
As1—O2 ⁱ	1,667 (3)	K2—O6	2,761 (4)
As1—O3	1,698 (4)	K2—O7	2,857 (4)
As1—O4	1,756 (4)	K2—O1 ^{iv}	2,876 (4)
As2—O5 ⁱⁱ	1,626 (4)	K2—O9 ^{iv}	2,888 (4)
As2—O6 ⁱⁱⁱ	1,663 (3)	K2—O2	2,944 (4)
As2—O7 ⁱⁱ	1,703 (4)	K2—O8 ^{vi}	3,016 (4)
As2—O4	1,758 (4)	K2—O1 ^{vii}	3,085 (4)
K1—O5 ^{iv}	2,601 (4)	K2—O8 ^{iv}	3,090 (4)
O9—Mo1—O8	100,9 (2)	O6—Mo1—O2	74,5 (1)
O9—Mo1—O3	96,7 (2)	O1—As1—O2 ⁱ	116,2 (2)
O8—Mo1—O3	95,2 (2)	O1—As1—O3	111,5 (2)
O9—Mo1—O7	95,6 (2)	O2 ⁱⁱ —As1—O3	112,0 (2)
O8—Mo1—O7	97,9 (2)	O1—As1—O4	112,9 (2)
O3—Mo1—O7	160,1 (2)	O2 ⁱ —As1—O4	105,2 (2)
O9—Mo1—O6	166,0 (2)	O3—As1—O4	97,3 (2)
O8—Mo1—O6	93,1 (2)	O5 ⁱⁱ —As2—O6 ⁱⁱⁱ	116,7 (2)
O3—Mo1—O6	82,9 (1)	O5 ⁱⁱ —As2—O7 ⁱⁱ	111,4 (2)
O7—Mo1—O6	81,4 (1)	O6 ⁱⁱⁱ —As2—O7 ⁱⁱ	112,6 (2)
O9—Mo1—O2	91,5 (2)	O5 ⁱⁱ —As2—O4	110,4 (2)
O8—Mo1—O2	167,5 (2)	O6 ⁱⁱⁱ —As2—O4	103,9 (2)
O3—Mo1—O2	82,8 (1)	O7 ⁱⁱ —As2—O4	100,3 (2)
O7—Mo1—O2	81,2 (1)		

Codes de symétrie: (i) $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, z - \frac{1}{2}$; (ii) $x, y, z - \frac{1}{2}$; (iii) $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, z - \frac{1}{2}$; (iv) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{3}{2} - z$; (v) $\frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z$; (vi) $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$; (vii) $x - \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$.

La largeur de balayage est (0,83 + 1,50 tg θ)°. Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz et de polarisation. La structure a été résolue par la méthode de l'atome lourd (SHELXS86; Sheldrick, 1985) 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 paramètres géométriques ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: BR1131). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Références

- Averbuch-Pouchot, M. T. (1988). *Acta Cryst.* **C44**, 2046–2048.
 Averbuch-Pouchot, M. T. (1989). *J. Solid State Chem.* **79**, 296–299.
 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.
 Haddad, A., Jouini, T., Jouini, N. & Piffard, Y. (1988). *J. Solid State Chem.* **77**, 293–298.
 Haddad, A., Jouini, T. & Piffard, Y. (1992). *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **29**, 57–63.

- Johnson, C. K. (1976). *ORTEP*. Rapport ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
 Leclaire, A., Borel, M. M., Grandin, A. & Raveau, B. (1988). *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **25**, 323–328.
 Macicek, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 324–325.
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 Oyetola, S., Verbaere, A., Guyomard, D., Crosnier, M. P., Piffard, Y. & Tourmoux, M. (1991). *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **28**, 23–36.
 Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for Crystal Structure Refinement*. Université de Göttingen, Allemagne.
 Zid, M. F. & Jouini, T. (1996). *Acta Cryst.* **C52**, 3–5.
 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.

Acta Cryst. (1996). **C52**, 1336–1338

A Reinvestigation of β-Gallium Oxide

JOHAN ÅHMAN, GÖRAN SVENSSON AND JÖRGEN ALBERTSSON

Department of Inorganic Chemistry, Chalmers University of Technology, S-412 96 Gothenburg, Sweden. E-mail: johan.ahman@hornell-speedglas.se

(Received 6 November 1995; accepted 5 December 1995)

Abstract

β-Ga₂O₃ contains two crystallographically different Ga atoms in the asymmetric unit, one with tetrahedral and the other with octahedral coordination geometry. The Ga—O distances are in the range 1.833 (1)–1.863 (2) Å within the tetrahedra, but are longer within the octahedra [1.935 (2)–2.074 (1) Å]. The O atoms have a distorted cubic close packing. The crystal structure of β-gallium oxide has been determined previously by Geller [*J. Chem. Phys.* (1960), **33**, 676–684].

Comment

β-Ga₂O₃ belongs to the group of potential optical materials among the aluminium and gallium oxides (Geller, 1960, 1977, and references therein; Aubay & Gourier, 1992; Harwing, Kellendonk & Slappendel, 1978; Matsumoto, Aoki, Kinoshita & Aono, 1974; Büscher & Lehmann, 1987).

The crystal structure of the title compound has been determined previously by Geller (1960) from Weissenberg film data. For a meaningful comparison