

Na1—O4 <sup>iii</sup>	2,402 (4)	Na4—O6 <sup>xii</sup>	2,441 (5)
Na1—O2 <sup>iii</sup>	2,512 (5)	Na4—O6 <sup>xiii</sup>	2,441 (5)
Na1—O2	2,512 (5)	Na4—O5 <sup>xi</sup>	2,631 (8)
O2—As1—O1	121,9 (3)	O5—Ti—O6 <sup>iii</sup>	88,3 (2)
O2—As1—O6	104,1 (2)	O5 <sup>ii</sup> —Ti—O6 <sup>iv</sup>	88,3 (2)
O1—As1—O6	107,8 (2)	O5—Ti—O6 <sup>v</sup>	91,7 (2)
O2—As1—O6 <sup>i</sup>	104,1 (2)	O6 <sup>iii</sup> —Ti—O6 <sup>iv</sup>	180,0
O1—As1—O6 <sup>i</sup>	107,8 (2)	O5 <sup>ii</sup> —Ti—O7 <sup>iii</sup>	91,5 (2)
O6—As1—O6 <sup>i</sup>	111,0 (3)	O5—Ti—O7 <sup>iii</sup>	88,5 (2)
O4—As2—O3	120,2 (3)	O6 <sup>iii</sup> —Ti—O7 <sup>iii</sup>	90,5 (2)
O4—As2—O7	109,5 (2)	O6 <sup>iv</sup> —Ti—O7 <sup>iii</sup>	89,5 (2)
O3—As2—O7	104,0 (2)	O5 <sup>ii</sup> —Ti—O7 <sup>iv</sup>	88,5 (2)
O4—As2—O7 <sup>i</sup>	109,5 (2)	O5—Ti—O7 <sup>iv</sup>	91,5 (2)
O3—As2—O7 <sup>i</sup>	104,0 (2)	O6 <sup>iii</sup> —Ti—O7 <sup>iv</sup>	89,5 (2)
O7—As2—O7 <sup>i</sup>	109,2 (3)	O6 <sup>iv</sup> —Ti—O7 <sup>iv</sup>	90,5 (2)
O5 <sup>iii</sup> —Ti—O5	180,0	O7 <sup>iii</sup> —Ti—O7 <sup>iv</sup>	180,0
O5 <sup>ii</sup> —Ti—O6 <sup>iii</sup>	91,7 (2)		

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

La largeur de balayage est  $(0,50 + 0,60\text{tg}\theta)^\circ$ . Les intensités ont été corrigées des facteurs de Lorentz-polarisation.

Collection des données: CAD-4 EXPRESS (Enraf-Nonius, 1992). Affinement des paramètres de la maille: CAD-4 EXPRESS. Réduction des données: MolEN (Fair, 1990). Programme(s) pour la solution de la structure: SHELXS86 (Sheldrick, 1990). Programme(s) pour l'affinement de la structure: SHELXL93 (Sheldrick, 1993). Logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: SHELXL93.

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: BR1184). Les processus d'accès à ces archives sont donnés au dos de la couverture.

## Références

- Abramov, Y. A., Tsirelson, V. G., Zavodnik, V. E., Ivanov, S. A. & Brown, I. D. (1995). *Acta Cryst.* **B51**, 942–951.
- Bolotina, N. B., Maksimov, B. A., Tamazyan, R. A. & Klokov, N. E. (1993). *Crystallogr. Rep.* **38**, 451–454.
- Bolotina, N. B., Maximov, B. A., Petricek, V. & Simonov, V. I. (1995). *Crystallogr. Rep.* **40**, 560–573.
- Buttner, R. H. & Maslen, E. N. (1992). *Acta Cryst.* **B48**, 764–769.
- Donnay, J. D. H. & Ondik, H. M. (1973). *Crystal Data Determinative Tables*, Tome II, 3ème édition, p. M49. National Bureau of Standards: Washington DC.
- El Brahimi, M. & Durand, J. (1986). *Rev. Chim. Miner.* **23**, 146–153.
- Enraf-Nonius (1992). CAD-4 EXPRESS. Version 1.1. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Fair, C. K. (1990). MolEN. An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays-Bas.
- Gonschorek, W. (1982). *Z. Kristallogr.* **160**, 187–203.
- Gonschorek, W. & Feld, R. (1982). *Z. Kristallogr.* **161**, 1–5.
- Guyomard, D., Pagnoux, C., Zah Letho, J. J., Verbaere, A. & Piffard, Y. (1991). *J. Solid State Chem.* **90**, 367–372.
- Haddad, A., Jouini, T. & Piffard, Y. (1992). *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **29**, 57–63.
- Hagman, L. & Kierkegaard, P. (1968). *Acta Chem. Scand.* **22**, 1822–1832.
- Higgins, J. B. & Ribbe, P. H. (1977). *Am. Miner.* **62**, 801–806.
- Hollabaugh, C. L. & Foit, F. F. Jr (1984). *Am. Miner.* **69**, 725–732.
- Howard, C. J., Sabine, T. M. & Dickson, F. (1991). *Acta Cryst.* **B47**, 462–468.
- Johnson, C. K. (1965). ORTEP. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- Klokov, N. E., Maksimov, B. A. & Tamazyan, R. A. (1993). *Crystallogr. Rep.* **38**, 454–456.
- Lii, K. H., Li, C. H., Cheng, C. Y. & Wang, S. L. (1991). *J. Solid State Chem.* **95**, 352–359.
- Maksimov, B. A., Klokov, N. E., Verin, I. A. & Timofeeva, V. A. (1990). *Sov. Phys. Crystallogr.* **35**, 497–500.
- Maximov, B. A., Bolotina, N. B., Simonov, V. I., Petricek, V. & Schulz, H. (1994). *Acta Cryst.* **B50**, 261–268.
- Maximov, B., Bolotina, N. & Tamazyan, R. (1994). *Z. Kristallogr.* **209**, 649–656.
- North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
- Phillips, M. L. F., Harrison, W. T. A., Stucky, G. D., McCarron, E. M. III, Calabrese, J. C. & Gier, T. E. (1992). *Chem. Mater.* **4**, 222–233.
- Protas, J., Marnier, G., Boulanger, B. & Menaert, B. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1123–1125.
- Reid, A. F., Wadsley, A. D. & Sienko, M. J. (1968). *Inorg. Chem.* **7**, 112–118.
- Remy, F., Monnerau, O. & Casalot, A. (1988). *J. Solid State Chem.* **76**, 167–177.
- Robertson, A., Fletcher, J. G., Skakle, J. M. S. & West, A. R. (1994). *J. Solid State Chem.* **109**, 53–59.
- Seki, H., Ishizawa, N., Mizutani, N. & Kato, M. (1984). *Yogyo Kyokai Shi (J. Ceram. Assoc. Jpn)*, **92**, 219–223.
- Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.
- Sheldrick, G. M. (1993). SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures. Université de Göttingen, Allemagne.
- Sugiyama, K. & Takeuchi, Y. (1991). *Z. Kristallogr.* **194**, 305–313.
- Swope, R. J., Smyth, J. R. & Larson, A. C. (1995). *Am. Miner.* **80**, 448–453.
- Tamazyan, R. A., Maksimov, B. A., Bolotina, N. B., Novikova, N. E. & Simonov, V. I. (1994). *Crystallogr. Rep.* **39**, 422–427.
- Thomas, P. A., Mayo, S. C. & Watts, B. E. (1992). *Acta Cryst.* **B48**, 401–407.
- Tordjman, I., Masse, R. & Guitel, J. C. (1974). *Z. Kristallogr.* **139**, 103–115.
- Yaakoubi, A., Jouini, T. & Jouini, N. (1991). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **312**, 451–453.
- Zumesteg, F. C., Bierlein, J. D. & Gier, T. E. (1976). *J. Appl. Phys.* **47**, 4980–4985.

*Acta Cryst.* (1998). **C54**, 1202–1204

## CS<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub>

AMOR HADDAD,<sup>a</sup> HABIB BOUGHZALA<sup>b</sup> ET TAHAR JOUINI<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Département de Chimie, Faculté des Sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie, et <sup>b</sup>Département de Chimie, Faculté des Sciences, 1060 Campus Universitaire, Tunis, Tunisie.  
E-mail: tahar.jouini@fst.rnu.tn

(Reçu le 18 décembre 1996, accepté le 16 mai 1997)

## Abstract

The three-dimensional network structure of the title compound (arsenic caesium vanadium oxide) comprises VO<sub>5</sub> pyramids and (As,V)<sub>2</sub>O<sub>7</sub> groups sharing corners to form puckered layers. The layers are linked to each other by chains of VO<sub>6</sub> octahedra. The framework exhibits

large tunnels parallel to the *b* axis interconnected with other smaller tunnels which are parallel to the *c* axis. The Cs<sup>+</sup> ions are located at the intersections of these tunnels. Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub> is isostructural with Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>P<sub>4</sub>O<sub>17</sub> [Lii *et al.* (1989). *J. Solid State Chem.* **80**, 127–132].

### Commentaire

La comparaison de cette structure avec celles des composés A<sub>2</sub>VOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A = Rb, Cs; Lii & Wang, 1989) permet d'établir une filiation. En effet, on peut passer de la structure bidimensionnelle de A<sub>2</sub>VOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> à celle tridimensionnelle de Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub> par mise en commun d'atomes d'oxygène des tétraèdres (As,V)<sup>V</sup>O<sub>4</sub> avec des chaînes d'octaèdres VO<sub>6</sub> (Fig. 1). Ceci nécessite une réorientation des tétraèdres de manière à diriger leurs atomes d'oxygène libres vers le vanadium.

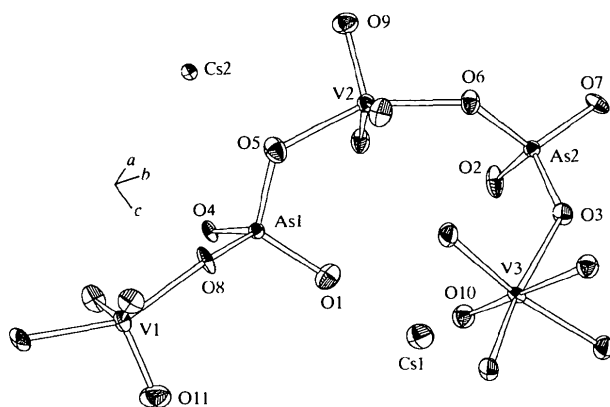


Fig. 1. Projection dans la direction [010] de la structure de Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub>. Les ellipsoïdes de vibration des atomes ont une probabilité de 50%.

Un rapprochement structural peut également être effectué avec CsVP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Wang & Lii, 1989) qui manifeste l'existence de couches [VP<sub>2</sub>O<sub>7</sub>]<sub>n</sub> analogues à celles observées dans le composé étudié (Fig. 2). Les deux structures diffèrent par le mode de connection des couches qui s'opère dans CsVP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> par mise en commun de l'atome d'oxygène libre d'un tétraèdre de chaque groupement P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> avec le vanadium d'une couche voisine, la coordinence de ce dernier passant de 5 à 6. Enfin la comparaison de Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub>, tridimensionnel avec le composé bidimensionnel: Na<sub>2</sub>VOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Ben Hamada *et al.*, 1992) révèle que ce dernier comporte des couches analogues qui diffèrent de celles décrites dans ce travail, par la mise en commun d'un atome d'oxygène libre de PO<sub>4</sub> avec un vanadium de la même couche, avec pour conséquences l'adoption de la conformation décalée par P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> et le passage du vanadium de la coordinence 5 à la coordinence 6.

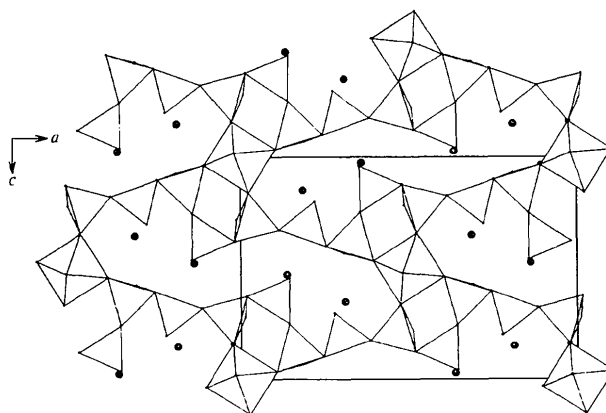


Fig. 2. Projection dans la direction [001] d'une couche de tétraèdres (As,V)<sup>V</sup>O<sub>4</sub> et de pyramides VO<sub>5</sub> dans la structure de Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub>.

### Partie expérimentale

Un mélange de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et Cs<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dans une solution de H<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub> (*d* = 2,05; 80,5%) dans le rapport Cs:V:As 1:1:2 a été effectué, l'objectif initial étant de préparer CsVAs<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. La solution obtenue est ensuite évaporée à sec par chauffage sur une plaque chauffante. Le résidu solide résultant est porté à la fusion à 953 K au four à moufle, puis ramené lentement à la température ambiante. Le solide obtenu est lavé à l'eau bouillante pour dissoudre la masse vitreuse. Des cristaux de couleur verte, de formes et de dimensions variables, sont ainsi isolés.

#### Données cristallines

Cs<sub>2</sub>V<sub>3</sub>(As<sub>0,635</sub>V<sub>0,365</sub>)<sub>4</sub>O<sub>17</sub>  
*M<sub>r</sub>* = 955,31  
 Orthorhombique  
*Pnma*  
*a* = 18,005 (3) Å  
*b* = 7,497 (3) Å  
*c* = 11,796 (2) Å  
*V* = 1592,3 (7) Å<sup>3</sup>  
*Z* = 4  
*D<sub>x</sub>* = 3,985 Mg m<sup>-3</sup>

Radiation Mo Kα

λ = 0,71069 Å

Paramètres de la maille à

l'aide de 25 réflexions

θ = 5–17°

μ = 12,361 mm<sup>-1</sup>

*T* = 293 (2) K

Bâtonnet

0,2 × 0,07 × 0,07 mm

Vert

#### Collection des données

Diffractionmètre CAD-4

Balayage ω/2θ

Correction d'absorption:

empirique *via* balayage

ψ (North *et al.*, 1968)

*T<sub>min</sub>* = 0,30, *T<sub>max</sub>* = 0,42

1512 réflexions mesurées

1512 réflexions

indépendantes

1079 réflexions avec

*F<sub>o</sub>* > 4σ(*F<sub>o</sub>*)

θ<sub>max</sub> = 24,98°

*h* = -21 → 0

*k* = -8 → 0

*l* = 0 → 14

1 réflexion de référence

fréquence: 120 min

variation d'intensité:

0,86%

#### Affinement

Affinement à partir des *F*<sup>2</sup>

*R*[*F*<sup>2</sup> > 2σ(*F*<sup>2</sup>)] = 0,031

Δρ<sub>max</sub> = 1,02 e Å<sup>-3</sup>

Δρ<sub>min</sub> = -1,16 e Å<sup>-3</sup>

$wR(F^2) = 0,068$   
 $S = 1,133$   
 1512 réflexions  
 141 paramètres  
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0,0233P)^2]$   
 où  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,004$

Correction d'extinction:  
 SHELXL93 (Sheldrick,  
 1993)  
 Coefficient d'extinction:  
 0,00035 (7)  
 Facteurs de diffusion des  
*International Tables for  
 Crystallography* (Tome C)

Des documents complémentaires concernant cette structure peuvent être obtenus à partir des archives électroniques de l'UICr (Référence: DU1175). Les processus d'accès à ces archives sont donnés au dos de la couverture.

Tableau 1. Paramètres géométriques (Å, °)

Cs1—O3	3,062 (5)	(As,V)1—O5	1,630 (5)
Cs1—O3 <sup>i</sup>	3,062 (5)	(As,V)1—O8	1,635 (4)
Cs1—O9 <sup>ii</sup>	3,275 (7)	(As,V)1—O4	1,719 (3)
Cs1—O1 <sup>iii</sup>	3,318 (5)	(As,V)2—O3	1,613 (5)
Cs1—O1 <sup>iv</sup>	3,318 (5)	(As,V)2—O7	1,627 (5)
Cs1—O8 <sup>iii</sup>	3,386 (5)	(As,V)2—O6	1,644 (5)
Cs1—O8 <sup>v</sup>	3,386 (5)	(As,V)2—O2	1,716 (3)
Cs1—O7 <sup>i</sup>	3,425 (5)	V1—O11 <sup>s</sup>	1,583 (8)
Cs1—O7	3,425 (5)	V1—O7 <sup>xi</sup>	1,983 (5)
Cs1—O6 <sup>v</sup>	3,551 (5)	V1—O7 <sup>xii</sup>	1,983 (5)
Cs1—O6 <sup>ii</sup>	3,551 (5)	V1—O8	1,989 (5)
Cs2—O4 <sup>vi</sup>	3,201 (7)	V1—O8 <sup>i</sup>	1,989 (5)
Cs2—O11	3,250 (7)	V2—O9	1,593 (7)
Cs2—O2 <sup>vii</sup>	3,293 (7)	V2—O5	1,967 (5)
Cs2—O8 <sup>v</sup>	3,344 (5)	V2—O5 <sup>xiii</sup>	1,967 (5)
Cs2—O8 <sup>ii</sup>	3,344 (5)	V2—O6 <sup>xiii</sup>	1,972 (5)
Cs2—O5 <sup>viii</sup>	3,431 (5)	V2—O6	1,972 (5)
Cs2—O5 <sup>vi</sup>	3,431 (5)	V3—O10 <sup>iii</sup>	1,636 (3)
Cs2—O7 <sup>ix</sup>	3,486 (5)	V3—O1 <sup>iv</sup>	1,979 (9)
Cs2—O7 <sup>vii</sup>	3,486 (5)	V3—O3 <sup>i</sup>	1,985 (9)
Cs2—O6 <sup>viii</sup>	3,522 (5)	V3—O3 <sup>iv</sup>	1,992 (8)
Cs2—O6 <sup>vi</sup>	3,522 (5)	V3—O1 <sup>i</sup>	1,993 (9)
Cs2—O5 <sup>v</sup>	3,561 (5)	V3—O10 <sup>xiv</sup>	2,190 (3)
(As,V)1—O1	1,619 (5)		
O1—(As,V)1—O5	111,2 (3)	O5—V2—O5 <sup>xiii</sup>	85,2 (3)
O1—(As,V)1—O8	111,2 (2)	O9—V2—O6 <sup>xiii</sup>	103,1 (2)
O5—(As,V)1—O8	109,4 (2)	O5—V2—O6 <sup>xiii</sup>	153,0 (2)
O1—(As,V)1—O4	109,8 (3)	O5 <sup>xiii</sup> —V2—O6 <sup>xiii</sup>	86,4 (2)
O5—(As,V)1—O4	105,7 (3)	O9—V2—O6	103,1 (2)
O8—(As,V)1—O4	109,4 (3)	O5—V2—O6	86,4 (2)
O3—(As,V)2—O7	109,6 (3)	O5 <sup>xiii</sup> —V2—O6	153,0 (2)
O3—(As,V)2—O6	115,9 (3)	O6 <sup>xiii</sup> —V2—O6	89,5 (3)
O7—(As,V)2—O6	114,5 (2)	O10 <sup>iii</sup> —V3—O1 <sup>iv</sup>	96,3 (4)
O3—(As,V)2—O2	107,3 (3)	O10 <sup>iii</sup> —V3—O3 <sup>i</sup>	97,4 (4)
O7—(As,V)2—O2	100,9 (3)	O1 <sup>iv</sup> —V3—O3 <sup>i</sup>	87,1 (4)
O6—(As,V)2—O2	107,2 (3)	O10 <sup>iii</sup> —V3—O3 <sup>iv</sup>	98,6 (4)
O11 <sup>x</sup> —V1—O7 <sup>xii</sup>	103,0 (2)	O1 <sup>iv</sup> —V3—O3 <sup>iv</sup>	91,1 (4)
O11 <sup>x</sup> —V1—O7 <sup>xiii</sup>	103,0 (2)	O3 <sup>i</sup> —V3—O3 <sup>iv</sup>	164,0 (2)
O7 <sup>xii</sup> —V1—O7 <sup>xiii</sup>	89,8 (3)	O10 <sup>iii</sup> —V3—O1 <sup>i</sup>	99,8 (4)
O11 <sup>x</sup> —V1—O8	103,5 (2)	O1 <sup>iv</sup> —V3—O1 <sup>i</sup>	164,0 (2)
O7 <sup>xii</sup> —V1—O8	153,5 (2)	O3 <sup>i</sup> —V3—O1 <sup>i</sup>	90,9 (4)
O7 <sup>xiii</sup> —V1—O8	83,5 (2)	O3 <sup>iv</sup> —V3—O1 <sup>i</sup>	86,5 (4)
O11 <sup>x</sup> —V1—O8 <sup>i</sup>	103,5 (2)	O10 <sup>iii</sup> —V3—O10 <sup>xiv</sup>	179,9 (4)
O7 <sup>xii</sup> —V1—O8 <sup>i</sup>	83,5 (2)	O1 <sup>iv</sup> —V3—O10 <sup>xiv</sup>	83,7 (3)
O7 <sup>xiii</sup> —V1—O8 <sup>i</sup>	153,5 (2)	O3 <sup>i</sup> —V3—O10 <sup>xiv</sup>	82,6 (3)
O8—V1—O8 <sup>i</sup>	91,1 (3)	O3 <sup>iv</sup> —V3—O10 <sup>xiv</sup>	81,3 (3)
O9—V2—O5	103,8 (2)	O1 <sup>i</sup> —V3—O10 <sup>xiv</sup>	80,3 (3)
O9—V2—O5 <sup>xiii</sup>	103,9 (2)		

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

Collection des données: CAD-4 EXPRESS (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992). Affinement des paramètres de la maille: CAD-4 EXPRESS. Réduction des données: MolEN (Fair, 1990). Programme(s) pour la solution de la structure: SHELXS86 (Sheldrick, 1990). Programme(s) pour l'affinement de la structure: SHELXL93 (Sheldrick, 1993). Logiciel utilisé pour préparer le matériel pour publication: SHELXL93.

## Références

- Ben Hamada, L., Grandin, A., Borel, M. M., Leclaire, A. & Raveau, B. (1992). *J. Solid State Chem.* **101**, 154–160.  
 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.  
 Lii, K. H. & Wang, S. L. (1989). *J. Solid State Chem.* **82**, 239–246.  
 Lii, K. H., Wang, Y. P. & Wang, S. L. (1989). *J. Solid State Chem.* **80**, 127–132.  
 Macíček, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.  
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.  
 Sheldrick, G. M. (1990). *Acta Cryst.* **A46**, 467–473.  
 Sheldrick, G. M. (1993). *SHELXL93. Program for the Refinement of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.  
 Wang, Y. P. & Lii, K. H. (1989). *Acta Cryst.* **C45**, 1210–1211.

*Acta Cryst.* (1998). **C54**, 1204–1206

## Electrochemically Lithiated Vanadium Oxide, Li<sub>3</sub>V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>

ÖRJAN BERGSTRÖM, TORBJÖRN GUSTAFSSON AND JOHN O. THOMAS

*Inorganic Chemistry, The Ångström Laboratory, Uppsala University, Box 538, S-751 21 Uppsala, Sweden. E-mail: torbjorn.gustafsson@kemi.uu.se*

(Received 20 October 1997; accepted 18 March 1998)

### Abstract

Single crystals of V<sub>6</sub>O<sub>13</sub> were grown by chemical vapour transport (CVT) and subsequently electrochemically lithiated. The title compound, trilithium hexavanadium tridecaoxide, was the phase formed during electrochemical lithiation at 2.45 V versus Li/Li<sup>+</sup>. The Li<sub>3</sub>V<sub>6</sub>O<sub>13</sub> structure comprises single and double layers of VO<sub>6</sub> octahedra stacked in the *c* direction. Lithiation results in a 6.5% expansion along the *b* axis with respect to V<sub>6</sub>O<sub>13</sub>. Li atoms are located in two types of crystallographically independent sites: (i) a fully occupied 4i site with fivefold square-pyramidal O-atom coordination [Li—O distances in the range 1.960(1)–2.031(5) Å]; (ii) one 50% occupied 4i site with planar quadratic O-atom coordination [Li—O distances in the range 1.99(1)–2.08(5) Å].