



Acta Crystallographica Section E

Structure Reports

Online

ISSN 1600-5368

K_{0.78}Na_{0.22}MoO₂AsO₄**Raja Jouini, Chahira Bouzidi, Mohamed Faouzi Zid* and Ahmed Driss**Laboratoire de Matériaux et Cristallographie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 ElManar II Tunis, Tunisia
Correspondence e-mail: faouzi.zid@fst.rnu.tn

Received 26 June 2013; accepted 4 July 2013

Key indicators: single-crystal X-ray study; $T = 298$ K; mean $\sigma(\text{Mo}-\text{O}) = 0.003$ Å; disorder in main residue; R factor = 0.025; wR factor = 0.067; data-to-parameter ratio = 9.0.

The title compound, potassium sodium dioxidomolybdenum(VI) arsenate, $\text{K}_{0.78}\text{Na}_{0.22}\text{MoO}_2\text{AsO}_4$, was synthesized by a solid-state reaction route. The structure is built up from corner-sharing MoO_6 octahedra and AsO_4 tetrahedra, creating infinite $[\text{MoAsO}_8]_\infty$ chains running along the b -axis direction. As, Mo and all but one O atom are on special positions (4c) with m symmetry and K (occupancy 0.78) is on a position (4a) of $\bar{1}$ symmetry. The Na^+ ions (occupancy 0.22) are located in the tunnels. The possible motion of the alkali cations has been investigated by means of the bond-valence sum (BVS) model. The simulation shows that the Na^+ motion appears to be easier mainly along the b -axis direction. Structural relationships between the different compounds of the $\text{AMoO}_2\text{AsO}_4$ ($A = \text{Ag}, \text{Li}, \text{Na}, \text{K}, \text{Rb}$) series and MXO_8 ($M = \text{V}; X = \text{P}, \text{As}$) chains are discussed.

Related literature

For background to the physico-chemical properties of related compounds, see: Gueho *et al.* (1993); Piffard *et al.* (1985). For details of structurally related compounds, see: Zid & Jouini (1996, 1999); Ben Hlila *et al.* (2009); Hajji & Zid (2006); Linnros (1970); Zid *et al.* (1997); Hajji *et al.* (2004); Belkhir *et al.* (2012); Benhamada *et al.* (1991); Boudin *et al.* (1995). For the preparation, see: Jouini *et al.* (2012, 2013). For BVS pathway simulation, see: Ouerfelli *et al.* (2007); Ben Smida *et al.* (2013); Ben Amor *et al.* (2008). For bond-valence-sum calculations, see: Brown & Altermatt (1985).

Experimental*Crystal data* $\text{K}_{0.78}\text{Na}_{0.22}\text{MoO}_2\text{AsO}_4$
 $M_r = 302.47$ Orthorhombic, $Pnma$
 $a = 10.5672$ (9) Å $b = 6.6323$ (8) Å
 $c = 6.9621$ (8) Å
 $V = 487.94$ (9) Å³
 $Z = 4$ Mo $K\alpha$ radiation
 $\mu = 10.05$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
 $0.45 \times 0.33 \times 0.23$ mm*Data collection*Enraf–Nonius CAD-4
diffractometer
Absorption correction: ψ scan
(North *et al.*, 1968)
 $T_{\min} = 0.025$, $T_{\max} = 0.098$
1413 measured reflections576 independent reflections
553 reflections with $I > 2\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0.037$
2 standard reflections every 120 min
intensity decay: 1.2%*Refinement* $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.025$
 $wR(F^2) = 0.067$
 $S = 1.17$
576 reflections64 parameters
1 restraint
 $\Delta\rho_{\max} = 0.64$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -1.13$ e Å⁻³

Data collection: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992); cell refinement: *CAD-4 EXPRESS*; data reduction: *XCAD4* (Harms & Wocadlo, 1995); program(s) used to solve structure: *SHELXS97* (Sheldrick, 2008); program(s) used to refine structure: *SHELXL97* (Sheldrick, 2008); molecular graphics: Diamond (Brandenburg, 1998); software used to prepare material for publication: *WinGX* publication routines (Farrugia, 2012).

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: BR2228).

References

- Belkhir, S., Mezaoui, D. & Roisnel, T. (2012). *Acta Cryst.* **E68**, i54.
Ben Amor, R., Guesmi, A., Mazza, D. & Zid, M. F. (2008). *J. Soc. Chim. Tunis.* **10**, 83–92.
Benhamada, L., Grandin, A., Borel, M. M., Leclaire, A. & Raveau, B. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 1138–1141.
Ben Hlila, S., Zid, M. F. & Driss, A. (2009). *Acta Cryst.* **E65**, i11.
Ben Smida, Y., Guesmi, A. & Driss, A. (2013). *Acta Cryst.* **E69**, i39.
Boudin, S., Grandin, A., Leclaire, A., Borel, M.-M. & Raveau, B. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 796–798.
Brandenburg, K. (1998). *DIAMOND*. University of Bonn, Germany.
Brown, I. D. & Altermatt, D. (1985). *Acta Cryst.* **B41**, 244–247.
Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
Farrugia, L. J. (2012). *J. Appl. Cryst.* **45**, 849–854.
Gueho, C., Borel, M. M., Grandin, A., Leclaire, A. & Raveau, B. (1993). *J. Solid State Chem.* **104**, 202–208.
Hajji, M. & Zid, M. F. (2006). *Acta Cryst.* **E62**, i114–i116.
Hajji, M., Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (2004). *Acta Cryst.* **C60**, i76–i78.
Harms, K. & Wocadlo, S. (1995). *XCAD4*. University of Marburg, Germany.
Jouini, R., Zid, M. F. & Driss, A. (2012). *Acta Cryst.* **E68**, i93.
Jouini, R., Zid, M. F. & Driss, A. (2013). *Acta Cryst.* **E69**, i37.
Linnros, B. (1970). *Acta Chem. Scand.* **24**, 3711–3722.
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.
Ouerfelli, N., Guesmi, A., Mazza, D., Madani, A., Zid, M. F. & Driss, A. (2007). *J. Solid State Chem.* **180**, 1224–1229.
Piffard, Y., Lachgar, A. & Tournoux, M. (1985). *J. Solid State Chem.* **60**, 209–213.
Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst.* **A64**, 112–122.
Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (1997). *J. Solid State Chem.* **133**, 386–390.
Zid, M. F. & Jouini, T. (1996). *Acta Cryst.* **C52**, 3–5.
Zid, M. F. & Jouini, T. (1999). *Acta Cryst.* **C55**, 843–845.

supporting information

Acta Cryst. (2013). E69, i47 [doi:10.1107/S1600536813018540]

K_{0.78}Na_{0.22}MoO₂AsO₄**Raja Jouini, Chahira Bouzidi, Mohamed Faouzi Zid and Ahmed Driss****S1. Comment**

Plusieurs travaux ont été consacrés à l'étude des matériaux inorganiques à charpentes ouvertes formées de tétraèdres et d'octaèdres. En effet, ces composés constituent un champ prometteur pour diverses applications. Ils possèdent aussi des propriétés de conduction ionique (Gueho *et al.*, 1993) et d'échange d'ions (Piffard *et al.*, 1985) assez performantes.

A titre de contribution à l'étude de ces types de matériaux, nous avons poursuivi l'exploration des systèmes A—Mo—As—O (A= Na, K) dans lesquels nous avons pu précédemment isoler les phases suivantes: Na₂MoO₂As₂O₇ (Jouini *et al.*, 2012) et K(MoO₂)₄O₃(AsO₄) (Jouini *et al.*, 2013).

Nos tentatives de synthèse, nous ont permis de trouver un matériau mixte de potassium et de sodium de formule K_{0.78}Na_{0.22}MoO₂AsO₄. Ce dernier appartenant à la famille des monoarséniates de formulation AMoO₂AsO₄ (A= cation monovalent).

L'unité *asymétrique* dans la structure est construite à partir d'un octaèdre MoO₆ et d'un tétraèdre AsO₄ partageant un sommet (Fig. 1). Ces unités se lient les unes aux autres selon la direction [010] formant des chaînes de formule (MoAsO₈)_z. Ces dernières s'associent par paires pour former des doubles chaînes de type Mo₂As₂O₁₄ disposées selon la direction b (Fig. 2). Une disposition particulière de ces doubles chaînes permet, par mise en commun de sommets entre polyèdres de nature différente, de développer des rubans parallèles à la direction b (Fig. 3). La jonction de ces derniers par formation de ponts mixtes Mo—O—As conduit à une charpente tridimensionnelle possédant de larges canaux où résident les cations monovalents (Fig. 4).

Le calcul des différentes valences des liaisons utilisant la formule empirique de Brown (Brown & Altermatt, 1985) conduit aux valeurs suivantes: Mo1(6,109), As1(5,048) et Na1(0,935) ce qui confirme les degrés d'oxydation des différents ions dans la phase étudiée. Le concept BVS permet de déterminer les chemins de migration les plus probables des cations alcalins. Ce concept est détaillé dans des travaux antérieurs (Ouerfelli *et al.*, 2007; Ben Smida *et al.*, 2013). Ce modèle permet de montrer que la direction [010] est la plus favorable pour la mobilité du sodium. En effet, la valence maximale V_{max} selon la direction b est au voisinage de 1,05 u.v. (unité de valence) pour une distance de migration de l'ordre de 16 Å (Fig. 5a). Pour les autres directions, les valences calculées sont élevées (V_{max} > 2 u.v.) pour une distance courte de migration de 2 Å, le cation mobile rencontre donc des barrières énergétiques exercées par la charpente anionique. Par contre, le potassium de grande taille, occupant une position *spéciale* est piégé dans les canaux. En effet, pour des distances courtes parcourues de l'ordre de 1 Å, la valence calculée est de l'ordre de 2 u.v. (Fig. 5 b). Ainsi pour migrer d'une position à une autre plus proche selon cette direction [010], le cation K⁺ doit franchir un mur de potentiel de valence maximale de 2 u.v. pour cette direction de migration. Par conséquent, il peut diminuer aussi la mobilité des cations Na⁺. Notons que l'interaction répulsive entre les deux cations n'est pas évaluée par le modèle BVS dont l'une des limites est de tenir compte seulement de l'interaction avec le réseau anionique. Ce concept ne tiend pas compte des interactions cation-cation et anion-anion dans la structure cristalline comme dans le cas des travaux de (Ben Amor *et al.*, 2008).

L'étude structurale et l'analyse BVS permettent de conclure que la conduction dans ce matériau est probablement unidimensionnelle et dirigée selon l'axe b (Fig. 6).

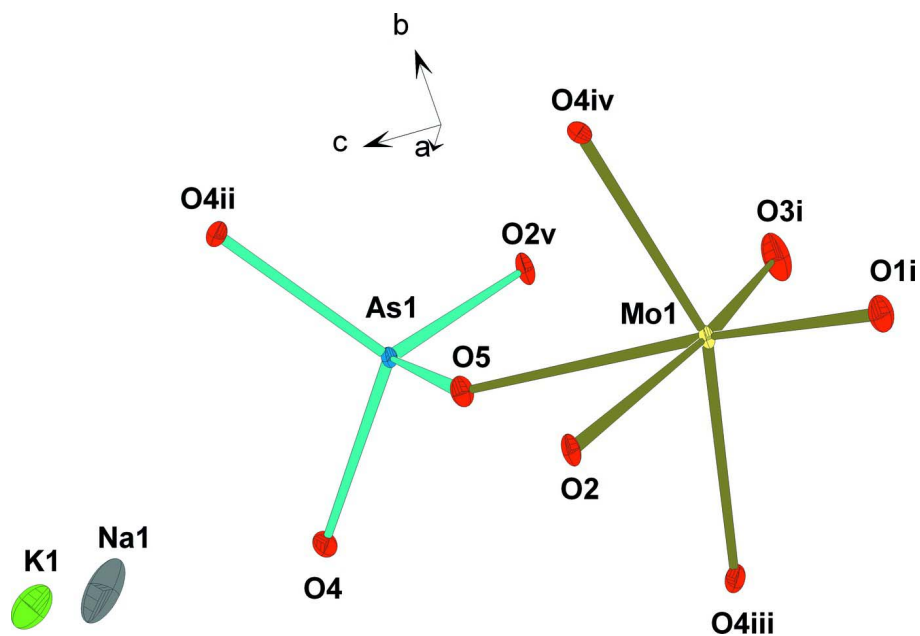
L'examen des structures dans la série $\text{AMoO}_2\text{AsO}_4$ (A= cation monovalent) révèle que le cation monovalent a un rôle important dans l'arrangement structural. En effet, la substitution d'un cation monovalent par un autre plus petit peut conduire à différents systèmes cristallins centrosymétriques: ($\text{KMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe d'espace $Pnma$ (Zid & Jouini, 1996); $\beta\text{-NaMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $Pnma$ (Ben Hlila *et al.*, 2009); $\text{RbMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $Fddd$ (Zid & Jouini, 1999); $\text{AgMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $Pnma$ (Hajji & Zid, 2006)). De plus, ce remplacement mène à des composés non-centrosymétriques ($\text{LiMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $Pn2_1a$ (Linnros, 1970); $\text{NaMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $Pca2_1$ (Zid *et al.*, 1997); $\beta\text{-LiMoO}_2\text{AsO}_4$, groupe $P2_1$ (Hajji *et al.*, 2004)). Ce balayage bibliographique montre que notre charpente est isostructurale aux matériaux $\text{KMoO}_2\text{AsO}_4$, $\text{AgMoO}_2\text{AsO}_4$ et $\beta\text{-NaMoO}_2\text{AsO}_4$. Elles diffèrent seulement par la disposition des cations monovalents dans la structure. Ce matériau mixte est construit aussi à partir de chaînes MoAsO_8 . Ce type de chaînes MXO_8 est observé sous forme de VXO_8 ($X = \text{P, As}$) dans d'autres composés rencontrés dans la bibliographie notamment: $\text{K}_2\text{V}_2\text{O}_2(\text{AsO}_4)_2$ (Belkhir *et al.*, 2012); KVPO_5 (Benhamada *et al.*, 1991) et $\text{CaV}_2\text{O}(\text{PO}_4)_2$ (Boudin *et al.*, 1995). Dans $\text{K}_2\text{V}_2\text{O}_2(\text{AsO}_4)_2$ et KVPO_5 , les chaînes $(\text{VXO}_8)_\infty$ se propagent selon les deux directions a et c dans lesquelles les tétraèdres AsO_4 partagent leurs sommets avec quatre octaèdres VO_6 et où les octaèdres VO_6 se lient à quatre tétraèdres AsO_4 et à deux octaèdres VO_6 pour conduire à des chaînes infinies $(\text{VO}_3)_\infty$. Cette association conduit à une structure tridimensionnelle. Contrairement à notre structure où les chaînes $(\text{MoAsO}_8)_\infty$ se connectent par paires formant des chaînes doubles $\text{Mo}_2\text{As}_2\text{O}_{14}$. D'autre part, dans $\text{CaV}_2\text{O}(\text{PO}_4)_2$, les chaînes $(\text{VPO}_8)_\infty$ se lient entre elles formant des doubles chaînes de type $M_2X_2O_{14}$ ($M = \text{V, Mo}$ et $X = \text{P, As}$) similaires à celles rencontrées dans $\text{K}_{0.78}\text{Na}_{0.22}\text{MoO}_2\text{AsO}_4$. Ces dernières se connectent à d'autres chaînes de type $(\text{VO}_4)_\infty$ pour former des couches qui s'associent à leur tour pour conduire à une structure tridimensionnelle dans $\text{CaV}_2\text{O}(\text{PO}_4)_2$.

S2. Experimental

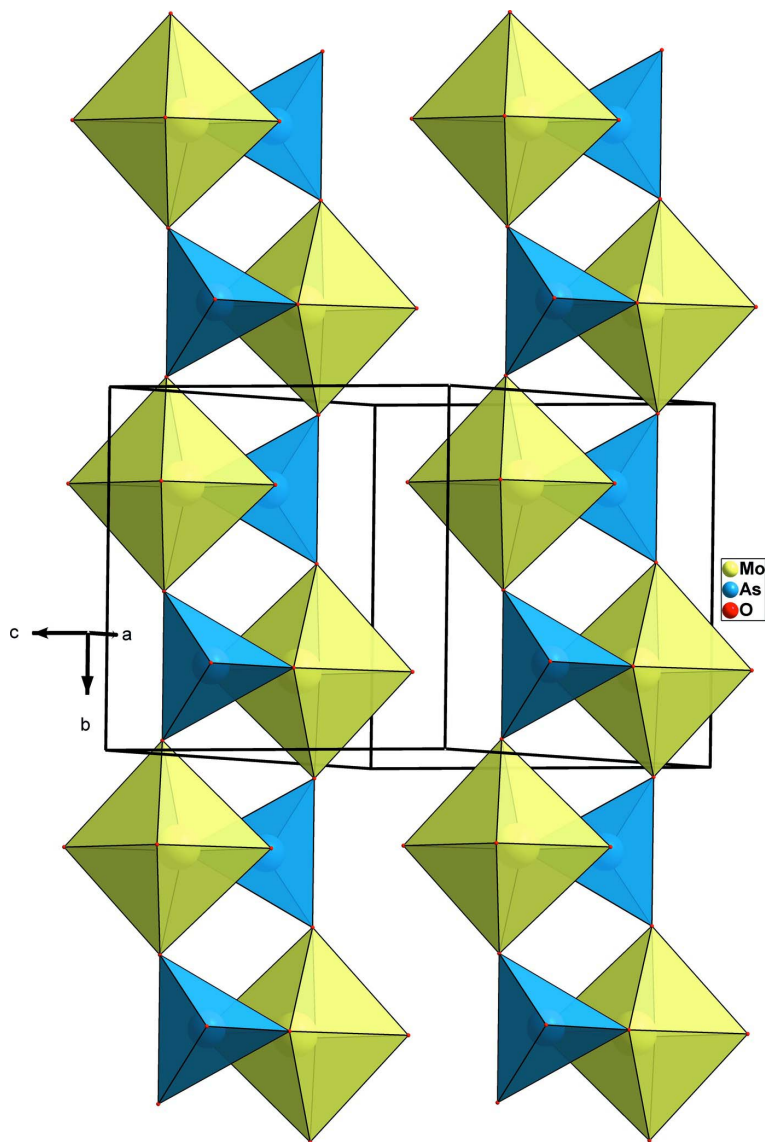
Un mélange de K_2CO_3 (Fluka, 69858), Na_2CO_3 (Prolabo, 27778), $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_4\text{O}_{13}$ (Fluka, 69858) et $\text{NH}_4\text{H}_2\text{AsO}_4$ (préparé au laboratoire, ASTM 01–775) pris dans les proportions K:Na:Mo:As=1:1:2:2 a été finement broyé dans un mortier en agate. Il a été mis dans un creuset et calciné à 573 K pendant 12 heures. Après refroidissement, le mélange a été de nouveau finement broyé puis porté à 803 K et maintenu à cette température pendant 4 jours. Le résidu final est refroidi lentement ($5^\circ\text{K}/\text{demi jour}$, à 743 K) puis rapide ($50^\circ\text{K}/\text{h}$) jusqu'à la température ambiante. Des cristaux jaunâtres sont apparus. Ils sont lavés à l'eau chaude afin de les séparer du flux. Les cristaux ont été ensuite triés sous une loupe binoculaire et l'échantillon sélectionné pour la collecte des données a été choisi après examen sous un microscope à lumière polarisée. L'analyse qualitative par la microscopie électronique à balayage de type FEI Quanta 200 d'un cristal sélectionné, confirme la présence des différents éléments chimiques attendus notamment: As, K, Mo, Na et l'oxygène.

S3. Refinement

L'utilisation de la fonction SUMP autorisée par le programme *SHELX*, pour les deux ions K1 et Na1 conduit à des ellipsoïdes bien définis. De plus, les densités d'électrons maximum et minimum restants dans la Fourier-différence sont acceptables et sont situées respectivement à 0,38 Å de O5 et à 1,05 Å de O4. S'il y a plus de deux composants d'un atome ou d'un groupe désordonné, il est nécessaire d'appliquer la fonction SUMP autorisée par le programme *SHELX*, utilisée pour représenter les taux d'occupation des variables libres. En effet, la fonction SUMP peut être appliquée aux valeurs d'entrée afin d'éviter les instabilités durant les étapes d'affinement. A cet effet, ces valeurs affinées sont affectées de numéros de paramètres immédiatement après les variables libres.

**Figure 1**

Unité *asymétrique* dans $K_{0.78}Na_{0.22}MoO_2AsO_4$ Les ellipsoïdes ont été définis avec 50% de probabilités. [*codes de symétrie*: (i) $x, y, -1 + z$; (ii) $x, 1/2 - y, z$; (iii) $1/2 - x, -y, -1/2 + z$; (iv) $1/2 - x, 1/2 + y, -1/2 + z$; (v) $-1/2 + x, 1/2 - y, 1/2 - z$].

**Figure 2**

Projection des chaînes doubles Mo₂As₂O₁₄ selon la direction [010].

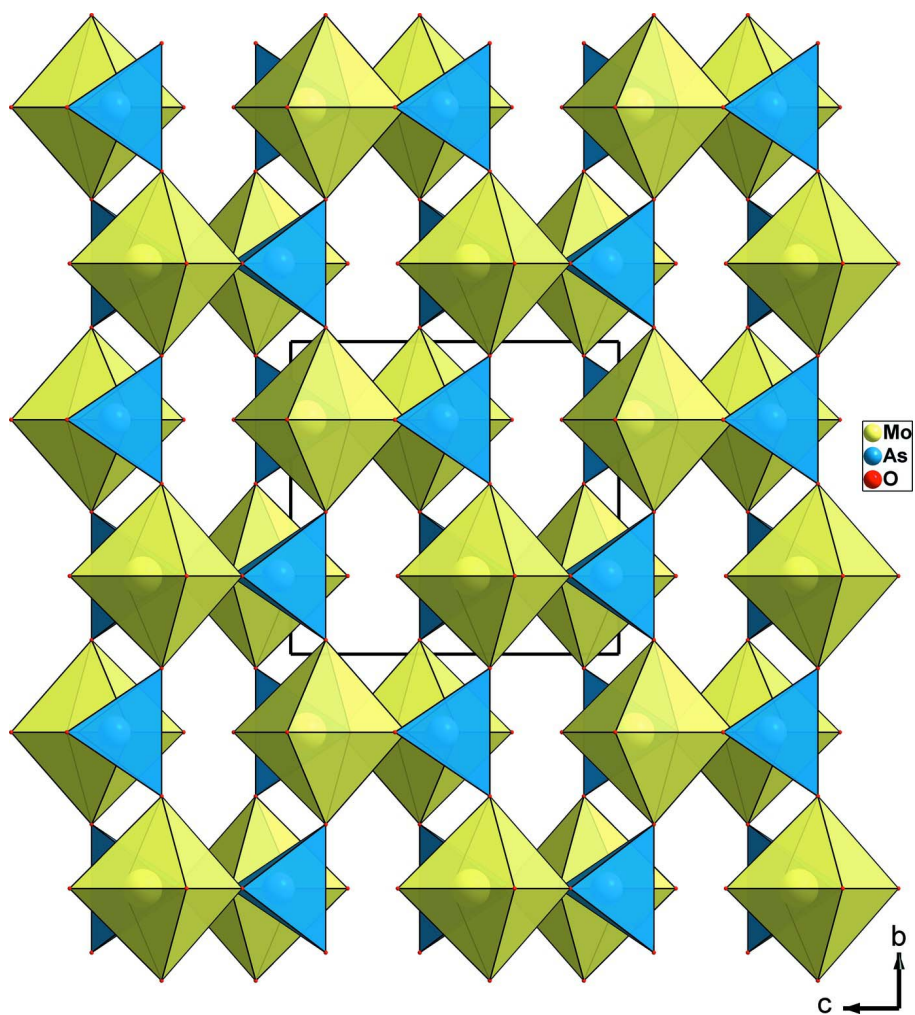
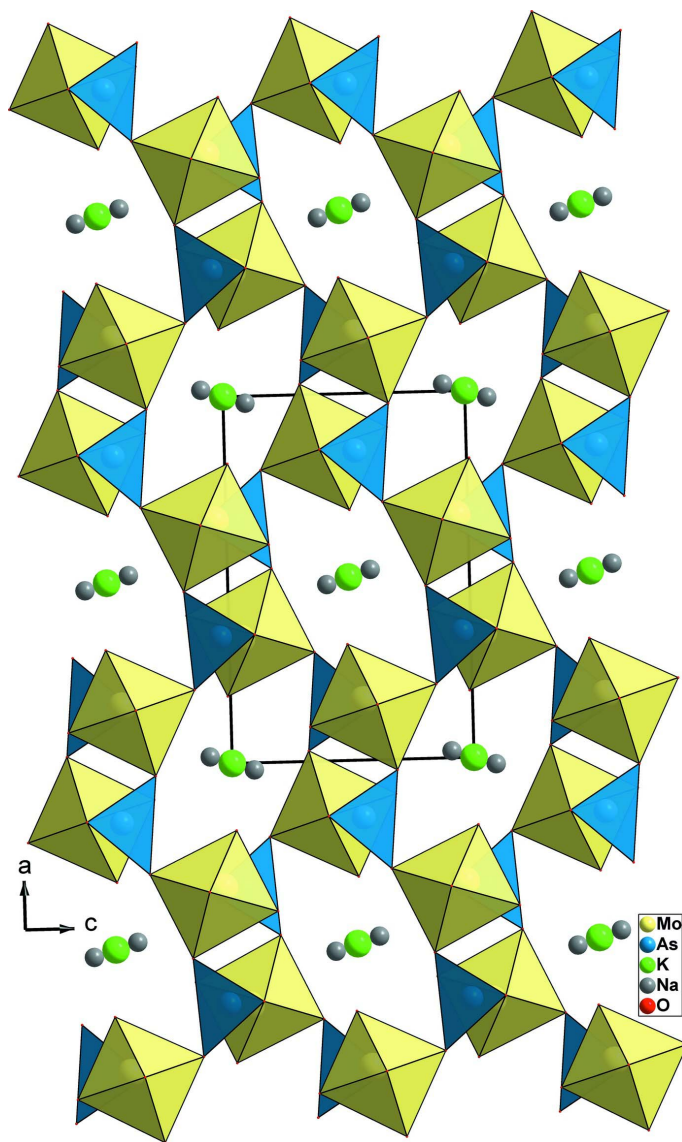
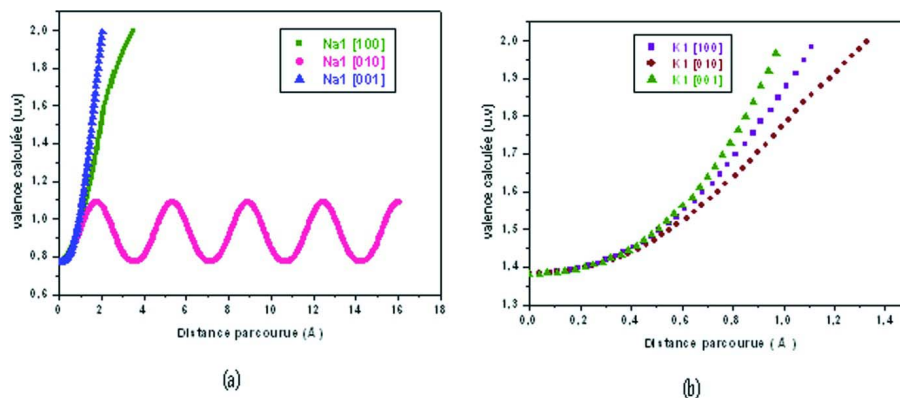


Figure 3

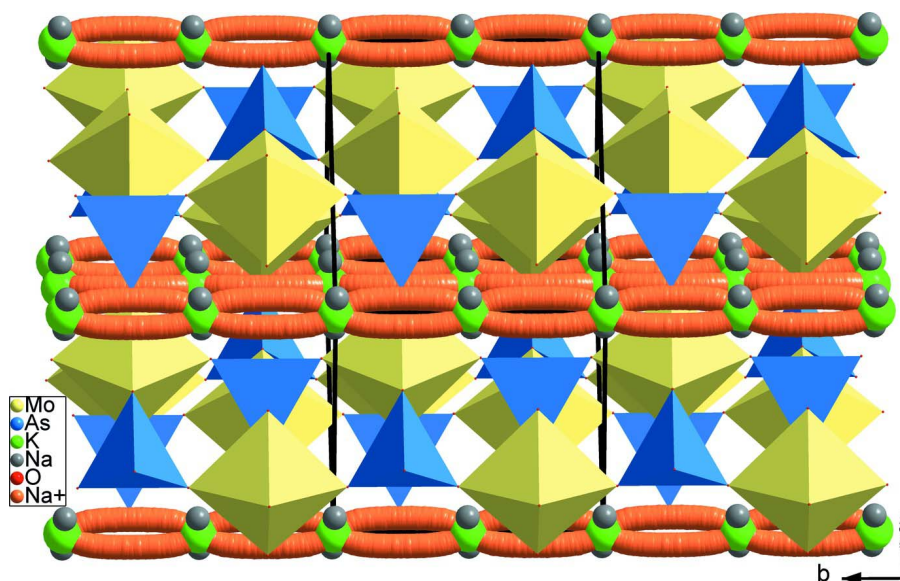
Projection des rubans disposés parallèlement à la direction **b**.

**Figure 4**

Projection de la structure de $K_{0.78}Na_{0.22}MoO_2AsO_4$ selon b , mettant en évidence les canaux où logent les cations K^+ et Na^+ .


Figure 5

Variation de la valence en fonction de la distance parcourue pour les cations: (a) Na^+ , (b) K^+ .


Figure 6

Modélisation du chemin de conduction des cations Na^+ selon **b**.

Potassium sodium dioxidomolybdenum(VI) arsenate

Crystal data

$\text{K}_{0.78}\text{Na}_{0.22}\text{MoO}_2\text{AsO}_4$

$M_r = 302.47$

Orthorhombic, *Pnma*

Hall symbol: -P 2ac 2n

$a = 10.5672$ (9) Å

$b = 6.6323$ (8) Å

$c = 6.9621$ (8) Å

$V = 487.94$ (9) Å³

$Z = 4$

$F(000) = 561$

$D_x = 4.117$ Mg m⁻³

Mo $K\alpha$ radiation, $\lambda = 0.71073$ Å

Cell parameters from 25 reflections

$\theta = 10\text{--}15^\circ$

$\mu = 10.05$ mm⁻¹

$T = 298$ K

Prism, yellow

$0.45 \times 0.33 \times 0.23$ mm

Data collection

Enraf–Nonius CAD-4
diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Graphite monochromator

$\omega/2\theta$ scans

Absorption correction: ψ scan
(North *et al.*, 1968)

$T_{\min} = 0.025$, $T_{\max} = 0.098$

1413 measured reflections

576 independent reflections

553 reflections with $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.037$

$\theta_{\max} = 27.0^\circ$, $\theta_{\min} = 3.5^\circ$

$h = -1 \rightarrow 13$

$k = -1 \rightarrow 8$

$l = -8 \rightarrow 8$

2 standard reflections every 120 min

intensity decay: 1.2%

Refinement

Refinement on F^2

Least-squares matrix: full

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.025$

$wR(F^2) = 0.067$

$S = 1.17$

576 reflections

64 parameters

1 restraint

Primary atom site location: structure-invariant
direct methods

Secondary atom site location: difference Fourier
map

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0355P)^2 + 0.6861P]$

where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$

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

$\Delta\rho_{\max} = 0.64 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

$\Delta\rho_{\min} = -1.13 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$

Extinction correction: *SHELXL*,

$F_c^* = kFc[1 + 0.001xFc^2\lambda^3/\sin(2\theta)]^{-1/4}$

Extinction coefficient: 0.041 (2)

Special details

Geometry. All e.s.d.'s (except the e.s.d. in the dihedral angle between two l.s. planes) are estimated using the full covariance matrix. The cell e.s.d.'s are taken into account individually in the estimation of e.s.d.'s in distances, angles and torsion angles; correlations between e.s.d.'s in cell parameters are only used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic) treatment of cell e.s.d.'s is used for estimating e.s.d.'s involving l.s. planes.

Refinement. Refinement of F^2 against ALL reflections. The weighted R -factor wR and goodness of fit S are based on F^2 , conventional R -factors R are based on F , with F set to zero for negative F^2 . The threshold expression of $F^2 > \sigma(F^2)$ is used only for calculating R -factors(gt) *etc.* and is not relevant to the choice of reflections for refinement. R -factors based on F^2 are statistically about twice as large as those based on F , and R -factors based on ALL data will be even larger.

Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters (\AA^2)

| | x | y | z | $U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$ | Occ. (<1) |
|-----|-------------|------------|-------------|----------------------------------|-----------|
| Mo1 | 0.33773 (3) | 0.2500 | 0.04848 (5) | 0.0073 (2) | |
| As1 | 0.15597 (4) | 0.2500 | 0.46230 (6) | 0.0063 (2) | |
| K1 | 0.0000 | 0.0000 | 1.0000 | 0.026 (2) | 0.78 (4) |
| Na1 | 0.019 (4) | 0.004 (7) | 0.909 (13) | 0.045 (8) | 0.11 (2) |
| O1 | 0.4059 (3) | 0.2500 | 0.8266 (5) | 0.0162 (7) | |
| O2 | 0.5287 (3) | 0.2500 | 0.1823 (5) | 0.0112 (6) | |
| O3 | 0.1832 (3) | 0.2500 | 0.9890 (5) | 0.0221 (8) | |
| O4 | 0.1507 (2) | 0.0449 (4) | 0.6066 (3) | 0.0135 (5) | |
| O5 | 0.2973 (3) | 0.2500 | 0.3516 (4) | 0.0108 (6) | |

Atomic displacement parameters (\AA^2)

| | U^{11} | U^{22} | U^{33} | U^{12} | U^{13} | U^{23} |
|-----|-------------|-------------|------------|-------------|---------------|--------------|
| Mo1 | 0.0091 (3) | 0.0092 (3) | 0.0037 (3) | 0.000 | -0.00043 (12) | 0.000 |
| As1 | 0.0082 (3) | 0.0069 (3) | 0.0038 (3) | 0.000 | 0.00037 (14) | 0.000 |
| K1 | 0.0228 (19) | 0.0218 (13) | 0.034 (5) | -0.0057 (8) | 0.0014 (16) | -0.0102 (19) |

| | | | | | | |
|-----|-------------|-------------|-------------|-------------|--------------|-------------|
| Na1 | 0.050 (17) | 0.039 (15) | 0.05 (2) | -0.019 (11) | 0.011 (16) | -0.025 (18) |
| O1 | 0.0176 (15) | 0.0227 (17) | 0.0082 (15) | 0.000 | 0.0042 (12) | 0.000 |
| O2 | 0.0107 (12) | 0.0181 (16) | 0.0047 (14) | 0.000 | 0.0007 (13) | 0.000 |
| O3 | 0.0126 (14) | 0.042 (2) | 0.0118 (16) | 0.000 | -0.0015 (14) | 0.000 |
| O4 | 0.0235 (13) | 0.0091 (10) | 0.0079 (10) | -0.0024 (8) | 0.0005 (9) | 0.0024 (8) |
| O5 | 0.0081 (13) | 0.0167 (15) | 0.0076 (14) | 0.000 | 0.0014 (11) | 0.000 |

Geometric parameters (Å, °)

| | | | |
|---|-------------|---|------------|
| Mo1—O3 ⁱ | 1.685 (3) | K1—O2 ^{viii} | 2.781 (3) |
| Mo1—O1 ⁱ | 1.704 (3) | K1—O5 ^{vii} | 2.899 (2) |
| Mo1—O4 ⁱⁱ | 2.001 (2) | K1—O5 ^{viii} | 2.899 (2) |
| Mo1—O4 ⁱⁱⁱ | 2.001 (2) | K1—O1 ^{viii} | 2.985 (3) |
| Mo1—O5 | 2.153 (3) | K1—O1 ^{vii} | 2.985 (3) |
| Mo1—O2 | 2.223 (3) | K1—O4 ^{vi} | 3.182 (2) |
| As1—O2 ^{iv} | 1.680 (3) | K1—O4 | 3.182 (2) |
| As1—O5 | 1.681 (3) | Na1—O2 ^{viii} | 2.36 (5) |
| As1—O4 ^v | 1.692 (2) | Na1—O3 | 2.45 (3) |
| As1—O4 | 1.692 (2) | Na1—O4 | 2.54 (9) |
| K1—O3 ^{vi} | 2.550 (3) | Na1—O5 ^{viii} | 2.60 (4) |
| K1—O3 | 2.550 (3) | Na1—O1 ^{vii} | 2.61 (7) |
| K1—O2 ^{vii} | 2.781 (3) | Na1—O3 ^{vi} | 2.81 (6) |
| O3 ⁱ —Mo1—O1 ⁱ | 100.77 (16) | O5 ^{viii} —K1—O1 ^{viii} | 73.00 (8) |
| O3 ⁱ —Mo1—O4 ⁱⁱ | 96.26 (7) | O3 ^{vi} —K1—O1 ^{vii} | 97.53 (8) |
| O1 ⁱ —Mo1—O4 ⁱⁱ | 99.06 (7) | O3—K1—O1 ^{vii} | 82.47 (8) |
| O3 ⁱ —Mo1—O4 ⁱⁱⁱ | 96.26 (7) | O2 ^{vii} —K1—O1 ^{vii} | 108.13 (6) |
| O1 ⁱ —Mo1—O4 ⁱⁱⁱ | 99.06 (7) | O2 ^{viii} —K1—O1 ^{vii} | 71.87 (6) |
| O4 ⁱⁱ —Mo1—O4 ⁱⁱⁱ | 155.61 (13) | O5 ^{vii} —K1—O1 ^{vii} | 73.00 (8) |
| O3 ⁱ —Mo1—O5 | 92.79 (14) | O5 ^{viii} —K1—O1 ^{vii} | 107.00 (8) |
| O1 ⁱ —Mo1—O5 | 166.44 (13) | O3 ^{vi} —K1—O4 ^{vi} | 62.19 (9) |
| O4 ⁱⁱ —Mo1—O5 | 79.28 (7) | O3—K1—O4 ^{vi} | 117.81 (9) |
| O4 ⁱⁱⁱ —Mo1—O5 | 79.28 (7) | O2 ^{vii} —K1—O4 ^{vi} | 54.95 (7) |
| O3 ⁱ —Mo1—O2 | 169.45 (15) | O2 ^{viii} —K1—O4 ^{vi} | 125.05 (7) |
| O1 ⁱ —Mo1—O2 | 89.78 (14) | O5 ^{vii} —K1—O4 ^{vi} | 51.47 (6) |
| O4 ⁱⁱ —Mo1—O2 | 81.94 (6) | O5 ^{viii} —K1—O4 ^{vi} | 128.53 (6) |
| O4 ⁱⁱⁱ —Mo1—O2 | 81.94 (6) | O1 ^{viii} —K1—O4 ^{vi} | 57.25 (7) |
| O5—Mo1—O2 | 76.66 (12) | O1 ^{vii} —K1—O4 ^{vi} | 122.75 (7) |
| O2 ^{iv} —As1—O5 | 115.90 (16) | O3 ^{vi} —K1—O4 | 117.81 (9) |
| O2 ^{iv} —As1—O4 ^v | 109.23 (9) | O3—K1—O4 | 62.19 (9) |
| O5—As1—O4 ^v | 107.55 (9) | O2 ^{vii} —K1—O4 | 125.05 (7) |
| O2 ^{iv} —As1—O4 | 109.23 (10) | O2 ^{viii} —K1—O4 | 54.95 (7) |
| O5—As1—O4 | 107.55 (9) | O5 ^{vii} —K1—O4 | 128.53 (6) |
| O4 ^v —As1—O4 | 107.03 (16) | O5 ^{viii} —K1—O4 | 51.47 (6) |
| O3 ^{vi} —K1—O2 ^{vii} | 116.53 (10) | O1 ^{viii} —K1—O4 | 122.75 (7) |
| O3—K1—O2 ^{vii} | 63.47 (10) | O1 ^{vii} —K1—O4 | 57.25 (7) |
| O3 ^{vi} —K1—O2 ^{viii} | 63.47 (10) | O2 ^{viii} —Na1—O3 | 141 (4) |
| O3—K1—O2 ^{viii} | 116.53 (10) | O2 ^{viii} —Na1—O4 | 69 (2) |

| | | | |
|---|------------|--|------------|
| O3 ^{vi} —K1—O5 ^{vii} | 78.48 (7) | O3—Na1—O4 | 74.2 (19) |
| O3—K1—O5 ^{vii} | 101.52 (7) | O2 ^{viii} —Na1—O5 ^{viii} | 66.1 (13) |
| O2 ^{vii} —K1—O5 ^{vii} | 57.05 (9) | O3—Na1—O5 ^{viii} | 86.5 (11) |
| O2 ^{viii} —K1—O5 ^{vii} | 122.95 (9) | O4—Na1—O5 ^{viii} | 62.1 (16) |
| O3 ^{vi} —K1—O5 ^{viii} | 101.52 (7) | O2 ^{viii} —Na1—O1 ^{vii} | 86 (2) |
| O3—K1—O5 ^{viii} | 78.48 (7) | O3—Na1—O1 ^{vii} | 93 (2) |
| O2 ^{vii} —K1—O5 ^{viii} | 122.95 (9) | O4—Na1—O1 ^{vii} | 70 (2) |
| O2 ^{viii} —K1—O5 ^{viii} | 57.05 (9) | O5 ^{viii} —Na1—O1 ^{vii} | 131 (4) |
| O3 ^{vi} —K1—O1 ^{viii} | 82.47 (8) | O2 ^{viii} —Na1—O3 ^{vi} | 65.1 (9) |
| O3—K1—O1 ^{viii} | 97.53 (8) | O3—Na1—O3 ^{vi} | 152 (4) |
| O2 ^{vii} —K1—O1 ^{viii} | 71.87 (6) | O4—Na1—O3 ^{vi} | 134 (2) |
| O2 ^{viii} —K1—O1 ^{viii} | 108.13 (6) | O5 ^{viii} —Na1—O3 ^{vi} | 102.7 (16) |
| O5 ^{vii} —K1—O1 ^{viii} | 107.00 (8) | O1 ^{vii} —Na1—O3 ^{vi} | 100.6 (10) |

Symmetry codes: (i) $x, y, z-1$; (ii) $-x+1/2, y+1/2, z-1/2$; (iii) $-x+1/2, -y, z-1/2$; (iv) $x-1/2, y, -z+1/2$; (v) $x, -y+1/2, z$; (vi) $-x, -y, -z+2$; (vii) $x-1/2, y, -z+3/2$; (viii) $-x+1/2, -y, z+1/2$.