

**Keywords:** crystal structure; crystal growth;  
X-ray diffraction;  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ ;  
 $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$ ; orthovanadates; IR and  
Raman spectroscopy.

**CCDC references:** 1934723; 1934722

**Supporting information:** this article has  
supporting information at journals.iucr.org/e

## Two new glaserite-type orthovanadates: $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ and $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$

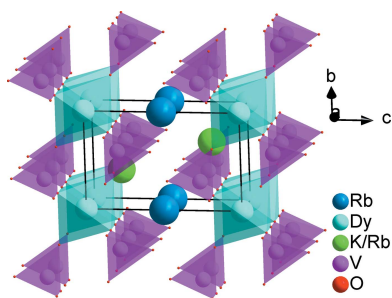
Lotfi Rghioui,<sup>a</sup> Lahcen El Ammari,<sup>b\*</sup> Abderrazzak Assani<sup>b</sup> and Mohamed Saadi<sup>b</sup>

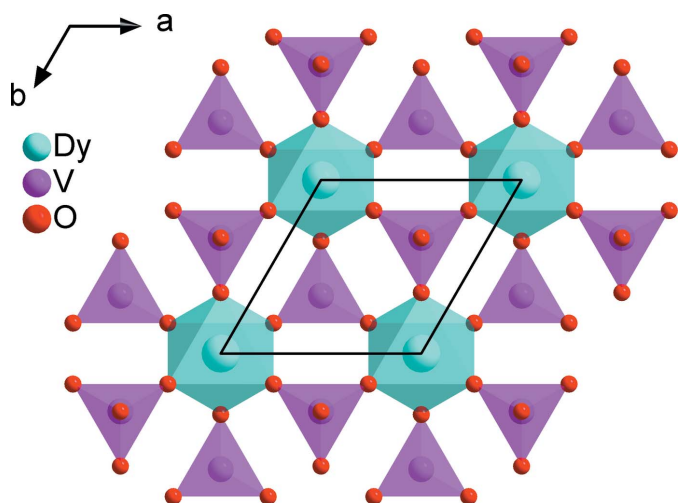
<sup>a</sup>Laboratoire de Spectroscopie, Modélisation Moléculaire, Matériaux, Nanomatériaux, Eau et Environnement (CERNE2D), Faculty of Sciences, Mohammed V University in Rabat, Avenue Ibn Batouta, BP 1014, Rabat, Morocco, and <sup>b</sup>Laboratoire de Chimie Appliquée des Matériaux, Centre des Sciences des Matériaux, Faculty of Sciences, Mohammed V University in Rabat, Avenue Ibn Batouta, BP 1014, Rabat, Morocco. \*Correspondence e-mail: l\_elammari@yahoo.fr

The crystal structures of dirubidium potassium dysprosium bis(vanadate),  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ , and caesium potassium gadolinium bis(vanadate),  $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$ , were solved from single-crystal X-ray diffraction data. Both compounds, synthesized by the reactive flux method, crystallize in the space group  $P\bar{3}m1$  with the glaserite structure type.  $\text{VO}_4$  tetrahedra are linked to  $\text{DyO}_6$  or  $\text{GdO}_6$  octahedra by common vertices to form sheets stacking along the  $c$  axis. The large twelve-coordinate  $\text{Cs}^+$  or  $\text{Rb}^+$  cations are sandwiched between these layers in tunnels along the  $a$  and  $b$  axes, while the  $\text{K}^+$  cations, surrounded by ten oxygen atoms, are localized in cavities.

### 1. Chemical context

Many studies have been devoted to phosphates, vanadates and arsenates with the general formula  $(A,A')_3\text{Ln}(\text{XO}_4)_2$  ( $A,A'$  = alkaline elements,  $\text{Ln}$  = rare-earth element and  $X = \text{P}, \text{V}, \text{As}$ ) because of their outstanding optical properties. This type of compound has numerous possible applications, such as their use in the production of low- and high-pressure mercury lamps or colour television screens (Hong & Chinn, 1976). It has been shown that these optical properties are enhanced by the presence of either a rare-earth element or an  $\text{XO}_4$  group and are determined by the fine details of the crystal structures of those materials (Benarafa *et al.*, 2005; Rghioui *et al.*, 1996, 1999, 2006). For instance, Parent *et al.* (1980) studied the luminescence phenomenon in  $\text{Na}_3\text{La}_{1-x}\text{Nd}_x(\text{PO}_4)_2$  and  $\text{Na}_3\text{La}_{1-x}\text{Nd}_x(\text{VO}_4)_2$  and measured the life time of the excited state  $4F^{3/2}$  as a function of the  $\text{Nd}^{3+}$  concentration. From a detailed examination of the emission and excitation spectra, Srivastava *et al.* (1990) highlighted an energy transfer from  $\text{Ce}^{3+}$  to the  $\text{Tb}^{3+}$  ion in the  $\text{K}_3\text{La}_{0.80}\text{Ce}_{0.20}(\text{PO}_4)_2$ ,  $\text{K}_3\text{La}_{0.80}\text{Tb}_{0.20}(\text{PO}_4)_2$  and  $\text{K}_3\text{La}_{1-x-y}\text{Tb}_x\text{Ce}_y(\text{PO}_4)_2$  phosphates. In addition, the band gaps and the life times of  $\text{Ce}^{3+}$  and  $\text{Tb}^{3+}$  were determined by Finke *et al.* (1992, 1994). The optical properties of the La atom in  $\text{K}_3\text{La}(\text{PO}_4)_2$ ;  $\text{K}_2\text{RbLa}(\text{PO}_4)_2$ ;  $\text{Rb}_2\text{KLa}(\text{PO}_4)_2$  and  $\text{Rb}_3\text{La}(\text{PO}_4)_2$  phosphates, investigated by FTIR and VUV spectroscopy, have allowed the determination of the values of band-gap energies for  $\text{K}_3\text{La}(\text{PO}_4)_2$  prepared by two different methods (Sasum *et al.*, 1997). In addition, Guzik *et al.* (2007) concluded that the emission phenomenon occurs from the charge transfer state in  $\text{Na}_3\text{Lu}_{1-x-y}\text{Yb}_x(\text{PO}_4)_2$  and  $\text{Na}_3\text{Y}_{1-x-y}\text{Yb}_x(\text{PO}_4)_2$  compounds. More recently, the optical properties of the  $\text{Eu}^{3+}$  ion were widely investigated in  $\text{K}_3\text{Eu}(\text{XO}_4)_2$  where  $X = \text{P}, \text{As}$  and  $\text{V}$ ,  $\text{K}_2\text{YbHo}_{1-x-y}\text{Eu}_x(\text{PO}_4)_2$ ,

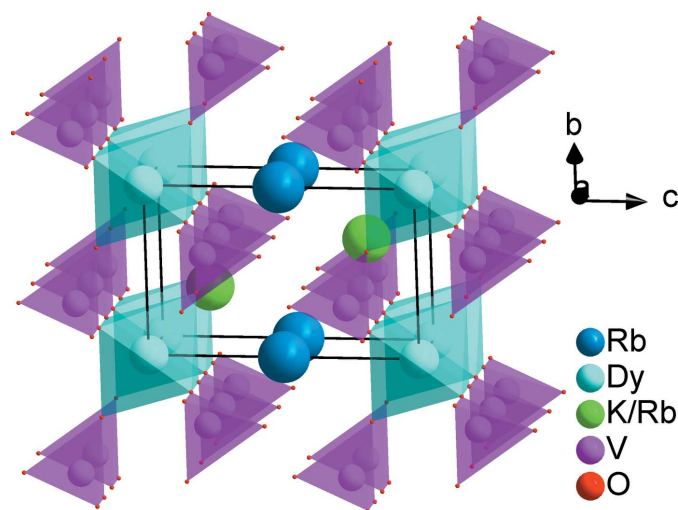




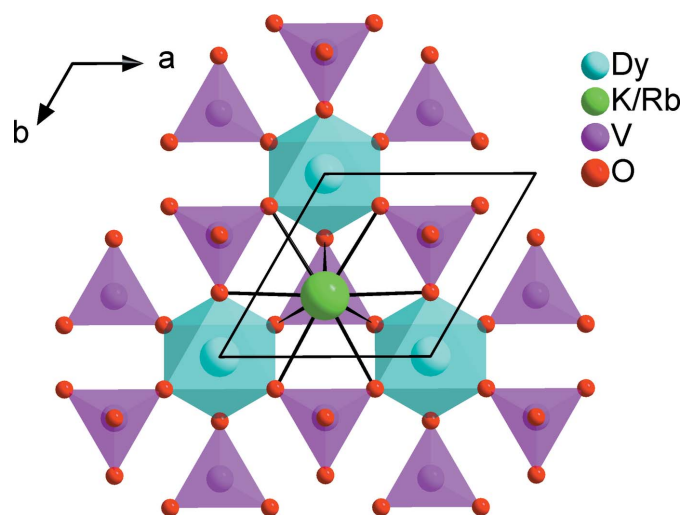
**Figure 1**  
Layer of  $\text{VO}_4$  tetrahedra linked to  $\text{DyO}_6$  octahedra by vertex sharing in the structure of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ .

$\text{K}_2\text{CsLn}(\text{VO}_4)_2$  where  $\text{Ln} = \text{La}$  and  $\text{Gd}$  (Benarafa *et al.*, 2009; Rghioui *et al.*, 2015; Duke John David *et al.*, 2016; Tao *et al.*, 2014; Farmer *et al.*, 2014, 2016). In the case of  $\text{K}_3\text{Eu}(\text{XO}_4)_2$ , a vibronic coupling mechanism was proposed to explain the process of europium emission observed under 647.1 nm excitation.

From a crystallographic point of view, the related  $(A,A')_3\text{Ln}(\text{XO}_4)_2$  compounds with  $A,A' = \text{K}, \text{Rb}$  and  $\text{Cs}$  adopt three structure types. The first is a monoclinic system, space group  $P2_1/m$ , represented by the phosphate  $\text{K}_3\text{Nd}(\text{PO}_4)_2$ . The second one is trigonal, space group  $P\bar{3}$ , represented by  $\text{K}_3\text{Lu}(\text{PO}_4)_2$ , while the third one is also trigonal but in space group  $P\bar{3}m1$  and represented by the glaserite  $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$ . The present work is a continuation of our structural investigations by X-ray diffraction of the  $(A,A')_3\text{Ln}(\text{XO}_4)_2$  system where  $A,A' = \text{K}, \text{Rb}$  and  $\text{Cs}$ ,  $\text{Ln} = \text{rare earth}$  and  $X = \text{P}, \text{V}, \text{As}$



**Figure 2**  
Three-dimensional view along the  $a$  axis of the crystal structure showing  $\text{Rb}^+$  (or  $\text{Cs}^+$ ) in the channels.

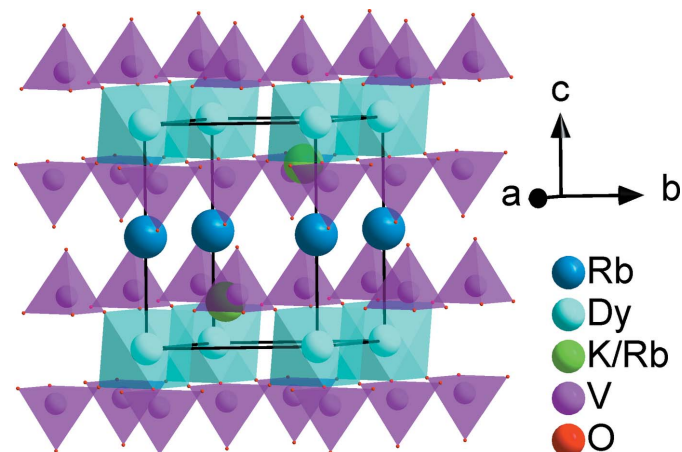


**Figure 3**  
View along the  $c$  axis of a layer in the structure of the title compounds, showing the cavities in which the  $\text{K/Rb}^+$  (or  $\text{K/Cs}^+$ ) cations are located.

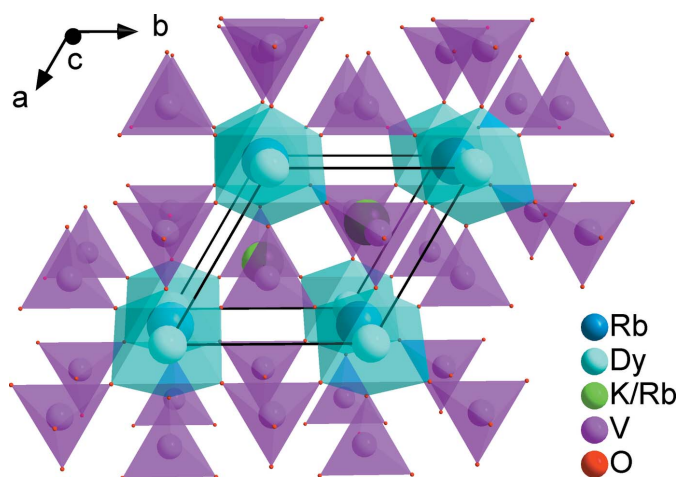
(Rghioui *et al.*, 1999, 2002, 2007). The present paper reports the synthesis and the crystal structure determination of the title compounds by X-ray diffraction at room temperature and vibrational spectroscopy.

## 2. Structural commentary

Dirubidium potassium dysprosium bis(vanadate),  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ , and caesium potassium gadolinium bis(vanadate),  $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$ , both compounds crystallize in the space group  $P\bar{3}m1$  with the common glaserite,  $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$ , structure type (Moonre, 1973; Okada & Ossaka, 1980). The formulae determined by X-ray diffraction are consistent with the results of chemical analysis. In both structures, all atoms are in special positions of the  $P\bar{3}m1$  space group, namely Dy1 in Wyckoff position  $1a$  ( $\bar{3}m$ ), Rb1 in  $1b$  ( $\bar{3}m$ ), K1/Rb2, V1 and O2 in  $2d$  ( $3m$ ) and O1 in  $6i$  ( $m$ ). The structures of the two vanadates are built up from two independent  $\text{VO}_4$  tetrahedra



**Figure 4**  
Three-dimensional view of the crystal structure showing  $\text{Rb}^+$  (or  $\text{Cs}^+$ ) cations between the layers stacked along the  $c$  axis.

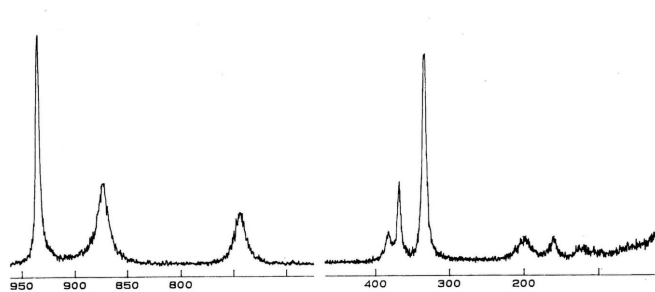


**Figure 5**  
Three-dimensional perspective view along  $c$  axis of the crystal structure of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ .

sharing an apex with  $\text{DyO}_6$  or  $\text{GdO}_6$  octahedra in such a way as to form a layer parallel to the  $ab$  plane, as shown in Fig. 1. Three of the six  $\text{VO}_4$  tetrahedra surrounding each  $\text{DyO}_6$  or  $\text{GdO}_6$  octahedron are oriented upwards and the other three down. The concatenation of these polyhedra delimits large tunnels and cavities of site symmetry  $\bar{3}m$  and  $3m$  in which are located rubidium and a statistical mixture of rubidium and potassium atoms (Fig. 2).

The coordination polyhedron of the mixed site is formed by ten oxygen atoms belonging to three edges, one face and one vertex of five  $\text{VO}_4$  tetrahedra as shown in Fig. 3. The K/Rb—O distances range from 2.681 (8) to 3.312 (7) Å. The twelve oxygen atoms surrounding the rubidium atom form an irregular cuboctahedron with Rb—O distances varying between 3.133 (2) and 3.4649 (3) Å. The main interatomic distances and angles are compatible with the values quoted in the literature (Gagné & Hawthorne, 2016; Gagné, 2018).

The three-dimensional structure consists of a basic tetrahedral–octahedral framework, forming layers that stack along the  $c$ -axis direction, as shown in Fig. 4. In glaserite-like structures, the large cations are located between the layers in channels running along the  $a$ - and  $b$ -axis directions and the average size cations are located in the cavities (see Fig. 5).



**Figure 6**  
Raman spectrum of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ .

**Table 1**  
Raman and Infrared band assignments ( $\text{cm}^{-1}$ ) for  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ .

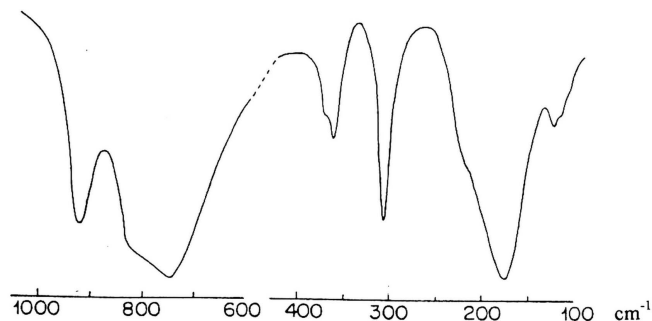
Raman	Infrared	Attribution
935	925	Stretching vibrations of $\text{VO}_4$ groups
875	830	
740	755	
385	377	Deformation modes of $\text{VO}_4$ groups
370	365	
340	311	
200	230	External modes
160	177	
125	130	
95	120	

### 3. Vibrational spectroscopy

The Raman and infrared spectra for  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$  are shown in Figs. 6 and 7, respectively. Their band assignments given in Table 1 are based on previous works for homologous vanadates (Rghioui *et al.*, 1999, 2012; Benarafa *et al.*, 2009). The stretching modes of  $(\text{VO}_4)^{3-}$  anions are usually found in the region  $950\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ . The peaks observed in the Raman spectrum at 935, 875 and  $740\text{ cm}^{-1}$  as well as the corresponding bands in the infrared spectrum at 925, 830 and  $755\text{ cm}^{-1}$  are all attributed to the symmetric  $(\text{VO}_4)^{3-}$  and the asymmetric  $(\text{VO}_4)^{3-}$  vibration. The bending vibrations of  $(\text{VO}_4)^{3-}$  are seen in the range  $390\text{--}310\text{ cm}^{-1}$ . As in previous works (Rghioui *et al.*, 2012), the separation between the symmetric and asymmetric bending can not be identified in the vibrational spectra. The bands lying between 230 and  $95\text{ cm}^{-1}$  in the spectra are assigned to the lattice vibrations. They are due to the  $\text{VO}_4$  rotation and to the  $\text{VO}_4$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Rb}^+$  and  $\text{Dy}^{3+}$  translation modes. A comparison of the Raman and infrared bands shows that they are not coincident. This fact confirms the centrosymmetric structure of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$  vanadate.

### 4. Synthesis and crystallization

Single crystals of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$  and  $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$  were synthesized by the flux method using a mixture of  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Rb}_2\text{CO}_3$  (or  $\text{Cs}_2\text{CO}_3$  for the Gd compound),  $\text{Dy}_2\text{O}_3$  (or  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ) and  $\text{V}_2\text{O}_5$  corresponding to 1 mol of  $\text{K}_2\text{RbDy}(\text{VO}_4)_2$  (or  $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$  and 1 mol of



**Figure 7**  
Infrared spectrum of  $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ .

Table 2  
Experimental details.

	Rb <sub>2</sub> KDy(VO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Cs <sub>1.52</sub> K <sub>1.48</sub> Gd(VO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>
Crystal data		
<i>M<sub>r</sub></i>	602.42	646.74
Crystal system, space group	Trigonal, <i>P</i> $\bar{3}$ <i>m</i> 1	Trigonal, <i>P</i> $\bar{3}$ <i>m</i> 1
Temperature (K)	296	296
<i>a</i> , <i>c</i> (Å)	5.9728 (1), 7.7780 (1)	6.0321 (1), 7.9821 (2)
<i>V</i> (Å <sup>3</sup> )	240.30 (1)	251.53 (1)
<i>Z</i>	1	1
Radiation type	Mo <i>K</i> α	Mo <i>K</i> α
<i>μ</i> (mm <sup>-1</sup> )	20.10	14.37
Crystal size (mm)	0.35 × 0.28 × 0.25	0.34 × 0.26 × 0.22
Data collection		
Diffractometer	Bruker X8 <i>APEX</i>	Bruker X8 <i>APEX</i>
Absorption correction	Multi-scan ( <i>SADABS</i> ; Krause <i>et al.</i> , 2015)	Multi-scan ( <i>SADABS</i> ; Krause <i>et al.</i> , 2015)
<i>T<sub>min</sub></i> , <i>T<sub>max</sub></i>	0.357, 0.749	0.639, 0.747
No. of measured, independent and observed [ <i>I</i> > 2σ( <i>I</i> )] reflections	10549, 647, 631	14472, 678, 666
<i>R<sub>int</sub></i>	0.049	0.038
(sin θ/λ) <sub>max</sub> (Å <sup>-1</sup> )	0.926	0.925
Refinement		
<i>R</i> [ <i>F</i> <sup>2</sup> > 2σ( <i>F</i> <sup>2</sup> )], <i>wR</i> ( <i>F</i> <sup>2</sup> ), <i>S</i>	0.016, 0.042, 1.11	0.010, 0.028, 1.09
No. of reflections	647	678
No. of parameters	24	25
Δρ <sub>max</sub> , Δρ <sub>min</sub> (e Å <sup>-3</sup> )	1.35, -1.35	0.63, -0.94

Computer programs: *APEX2* and *SAINT-Plus* (Bruker, 2009), *SHELXT2014* (Sheldrick, 2015a), *SHELXL2018* (Sheldrick, 2015b), *ORTEP-3 for Windows* (Farrugia, 2012), *DIAMOND* (Brandenburg, 2006), *Mercury* (Macrae *et al.*, 2008) and *pubCIF* (Westrip, 2010).

Rb<sub>3</sub>VO<sub>4</sub> (or Cs<sub>3</sub>VO<sub>4</sub>). The reagents were ground in an agate mortar and placed in a platinum crucible. The temperature was raised slowly to 873 K and maintained for 24 h, permitting the carbonates to decompose. A second treatment at the melting temperature of 1273 K was performed, followed by slow cooling at a rate of 4 K h<sup>-1</sup> to 673 K and then quickly to ambient temperature. Each thermal treatment was interspersed with grinding. The obtained product was then washed with distilled water in order to eliminate the flux. The resulting product contained single crystals of a suitable size for the X-ray diffraction study.

## 5. Refinement

Crystal data, data collection and structure refinement details are summarized in Table 2. In the refinement procedure, the substitutional occupation of the mixed sites was freely refined and restricted to the occupancy of one site for Cs<sub>1.52</sub>K<sub>1.48</sub>Gd(VO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> but restricted to 0.5:0.5 for Rb<sub>2</sub>KDy(VO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.

## Acknowledgements

The authors thank the Faculty of Science at the Mohammed V University in Rabat, Morocco, for the X-ray measurements.

## References

Benarafa, L., Rghioui, L., Nejjar, R., Saidi Idrissi, M., Knidiri, M., Lorriaux, A. & Wallart, F. (2005). *Spectrochim. Acta Part A*, **61**, 419–430.  
Benarafa, L., Rghioui, L., Zaydoun, S., Saidi Idrissi, M., Lorriaux, A. & Wallart, F. (2009). *Phys. Chem. News*, **46**, 111–119.

Brandenburg, K. (2006). *DIAMOND*. Crystal Impact GbR, Bonn, Germany.  
Bruker (2009). *APEX2* and *SAINT-Plus*. Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA.  
Duke John David, A., Muhammad, G. S. & Sivakumar, V. (2016). *J. Lumin.* **177**, 104–110.  
Farmer, J. M., Boatner, L. A., Chakoumakos, B. C., Rawn, C. J., Mandrus, D., Jin, R. & Bryan, J. C. (2014). *J. Alloys Compd.* **588**, 182–189.  
Farmer, J. M., Boatner, L. A., Chakoumakos, B. C., Rawn, C. J. & Richardson, J. (2016). *J. Alloys Compd.* **655**, 253–265.  
Farrugia, L. J. (2012). *J. Appl. Cryst.* **45**, 849–854.  
Finke, B., Schwarz, L., Gürther, P., Kraas, M., Joppien, M. & Becker, J. (1994). *J. Lumin.* **60–61**, 975–978.  
Finke, B., Schwarz, L., Gürtler, P. & Kraas, M. (1992). *Phys. Status Solidi A*, **130**, K125–K130.  
Gagné, O. C. (2018). *Acta Cryst.* **B74**, 49–62.  
Gagné, O. C. & Hawthorne, F. C. (2016). *Acta Cryst.* **B72**, 602–625.  
Guzik, M., Legendziewicz, J., Suszkievicz, W. & Walasek, A. (2007). *Opt. Mater.* **29**, 1225–1230.  
Hong, H. Y. P. & Chinn, S. R. (1976). *Mater. Res. Bull.* **11**, 461–468.  
Krause, L., Herbst-Irmer, R., Sheldrick, G. M. & Stalke, D. (2015). *J. Appl. Cryst.* **48**, 3–10.  
Macrae, C. F., Bruno, I. J., Chisholm, J. A., Edgington, P. R., McCabe, P., Pidcock, E., Rodriguez-Monge, L., Taylor, R., van de Streek, J. & Wood, P. A. (2008). *J. Appl. Cryst.* **41**, 466–470.  
Moonre, P. B. (1973). *American Mineralogist*, Volume, **58**, 32–42.  
Okada, K. & Oosaka, J. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 919–921.  
Parent, C., Fouassier, C. & Le Flem, G. (1980). *J. Electrochem. Soc. Solid-State Sci. Technol.* **127**, 2049–2053.  
Rghioui, L., Benarafa, L., El Jastimi, J., El Hajji, A., Lorriaux, A. & Wallart, F. (2012). *J. Mater. Environ. Sci.* **3**, 58–65.  
Rghioui, L., Benarafa, L., Guédira, F., Zaydoun, S., Lorriaux, A. & Wallart, F. (2015). *J. Mater. Environ. Sci.* **6**, 3015–3021.  
Rghioui, L., Benarafa, L., Saidi Idrissi, M., Lorriaux, A. & Wallart, F. (1996). *Spectrochim. Acta A*, **52**, 419–427.

- Rghioui, L., Benarafa, L., Zaydoun, S. & El Ammari, L. (2007). *Acta Cryst.* **A63**, s292–s293.
- Rghioui, L., Benarafa, L., Zaydoun, S., Lorriaux, A. & Wallart, F. (2006). *Phys. Chem. News*, **31**, 70–79.
- Rghioui, L., El Ammari, L., Benarafa, L., Knidiri, M., Lorriaux, A., Wallart, F. & Krautscheid, H. (1999). *Can. J. Anal. Sci. Spectrosc.*, **44**, 98–105.
- Rghioui, L., El Ammari, L., Benarafa, L. & Wignacourt, J. P. (2002). *Acta Cryst.* **C58**, i90–i91.
- Sasum, U., Kloss, M., Rohmann, A., Schwarz, L. & Haberland, D. (1997). *J. Lumin.* **72–74**, 255–256.
- Sheldrick, G. M. (2015a). *Acta Cryst.* **A71**, 3–8.
- Sheldrick, G. M. (2015b). *Acta Cryst.* **C71**, 3–8.
- Srivastava, A. M., Sobieraj, M. T., Valossis, A., Ruan, K. & Banks, E. (1990). *J. Electrochem. Soc.* **137**, 2959–2962.
- Westrip, S. P. (2010). *J. Appl. Cryst.* **43**, 920–925.
- Tao, Z., Tsuboi, T., Huang, Y., Huang, W., Cai, P. & Seo, H. J. (2014). *Inorg. Chem.* **53**, 4161–4168.

## supporting information

*Acta Cryst.* (2019). E75, 1041-1045 [https://doi.org/10.1107/S2056989019008685]

## Two new glaserite-type orthovanadates: $\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$ and $\text{Cs}_{1.52}\text{K}_{1.48}\text{Gd}(\text{VO}_4)_2$

Lotfi Rghioui, Lahcen El Ammari, Abderrazzak Assani and Mohamed Saadi

### Computing details

For both structures, data collection: *APEX2* (Bruker, 2009); cell refinement: *S SAINT-Plus* (Bruker, 2009); data reduction: *S SAINT-Plus* (Bruker, 2009); program(s) used to solve structure: *SHELXT2014* (Sheldrick, 2015a). Program(s) used to refine structure: *SHELXL2016* (Sheldrick, 2015b) for (I); *SHELXL2018* (Sheldrick, 2015b) for (II). Molecular graphics: *ORTEP-3 for Windows* (Farrugia, 2012) and *DIAMOND* (Brandenburg, 2006) for (I); *ORTEP-3 for Windows* (Farrugia, 2012) and *Mercury* (Macrae *et al.*, 2008) for (II). For both structures, software used to prepare material for publication: *publCIF* (Westrip, 2010).

### Dirubidium potassium dysprosium bis(vanadate) (I)

#### Crystal data

$\text{Rb}_2\text{KDy}(\text{VO}_4)_2$   
 $M_r = 602.42$   
 Trigonal,  $P3m1$   
 $a = 5.9728$  (1) Å  
 $c = 7.7780$  (1) Å  
 $V = 240.30$  (1) Å<sup>3</sup>  
 $Z = 1$   
 $F(000) = 269$

$D_x = 4.163$  Mg m<sup>-3</sup>  
 Mo  $K\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073$  Å  
 Cell parameters from 647 reflections  
 $\theta = 2.6\text{--}41.1^\circ$   
 $\mu = 20.10$  mm<sup>-1</sup>  
 $T = 296$  K  
 Block, colourless  
 $0.35 \times 0.28 \times 0.25$  mm

#### Data collection

Bruker X8 APEX  
 diffractometer  
 Radiation source: fine-focus sealed tube  
 Graphite monochromator  
 $\varphi$  and  $\omega$  scans  
 Absorption correction: multi-scan  
 (SADABS; Krause *et al.*, 2015)  
 $T_{\min} = 0.357$ ,  $T_{\max} = 0.749$

10549 measured reflections  
 647 independent reflections  
 631 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   
 $R_{\text{int}} = 0.049$   
 $\theta_{\max} = 41.1^\circ$ ,  $\theta_{\min} = 2.6^\circ$   
 $h = -11 \rightarrow 11$   
 $k = -11 \rightarrow 10$   
 $l = -14 \rightarrow 14$

#### Refinement

Refinement on  $F^2$   
 Least-squares matrix: full  
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.016$   
 $wR(F^2) = 0.042$   
 $S = 1.11$   
 647 reflections  
 24 parameters  
 0 restraints

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0239P)^2 + 0.1252P]$   
 where  $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$   
 $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$   
 $\Delta\rho_{\max} = 1.35$  e Å<sup>-3</sup>  
 $\Delta\rho_{\min} = -1.35$  e Å<sup>-3</sup>  
 Extinction correction: *SHELXL2018*  
 (Sheldrick, 2015b),  
 $F_c^* = kF_c[1 + 0.001x F_c^2 \lambda^3 / \sin(2\theta)]^{-1/4}$   
 Extinction coefficient: 0.0124 (15)

*Special details*

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

*Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
Rb1	0.000000	0.000000	0.500000	0.03556 (16)	
Dy1	0.000000	0.000000	0.000000	0.00791 (6)	
K1	0.333333	0.666667	0.8013 (9)	0.0098 (8)	0.5
Rb2	0.333333	0.666667	0.7969 (5)	0.0191 (6)	0.5
V1	0.333333	0.666667	0.24618 (6)	0.00765 (8)	
O1	0.17571 (17)	0.82429 (17)	0.1720 (3)	0.0273 (4)	
O2	0.333333	0.666667	0.4567 (4)	0.0389 (10)	

*Atomic displacement parameters ( $\text{\AA}^2$ )*

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
Rb1	0.0463 (3)	0.0463 (3)	0.0141 (2)	0.02314 (13)	0.000	0.000
Dy1	0.00565 (6)	0.00565 (6)	0.01243 (8)	0.00282 (3)	0.000	0.000
K1	0.0082 (10)	0.0082 (10)	0.0128 (18)	0.0041 (5)	0.000	0.000
Rb2	0.0194 (7)	0.0194 (7)	0.0185 (12)	0.0097 (4)	0.000	0.000
V1	0.00766 (10)	0.00766 (10)	0.00763 (16)	0.00383 (5)	0.000	0.000
O1	0.0219 (5)	0.0219 (5)	0.0424 (10)	0.0141 (6)	-0.0081 (3)	0.0081 (3)
O2	0.0542 (15)	0.0542 (15)	0.0084 (10)	0.0271 (8)	0.000	0.000

*Geometric parameters ( $\text{\AA}$ ,  $^\circ$ )*

Rb1—O1 <sup>i</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>xvii</sup>	2.9951 (5)
Rb1—O1 <sup>ii</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>xviii</sup>	2.9951 (6)
Rb1—O1 <sup>iii</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>iii</sup>	2.9951 (6)
Rb1—O1 <sup>iv</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>xix</sup>	2.9951 (5)
Rb1—O1 <sup>v</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>i</sup>	2.9951 (5)
Rb1—O1 <sup>vi</sup>	3.133 (2)	K1—O1 <sup>xx</sup>	3.312 (7)
Rb1—O2 <sup>vii</sup>	3.4648 (3)	K1—O1 <sup>xxi</sup>	3.312 (7)
Rb1—O2 <sup>viii</sup>	3.4648 (3)	K1—O1 <sup>xxii</sup>	3.312 (7)
Rb1—O2 <sup>ix</sup>	3.4648 (3)	K1—V1 <sup>xx</sup>	3.460 (7)
Rb1—O2	3.4648 (3)	K1—V1 <sup>vii</sup>	3.4681 (8)
Rb1—O2 <sup>iii</sup>	3.4649 (3)	Rb2—O2	2.647 (5)
Rb1—O2 <sup>iv</sup>	3.4649 (3)	Rb2—O1 <sup>xvi</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>x</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>xvii</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>vi</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>xviii</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>xi</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>iii</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>iv</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>xix</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>xii</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>i</sup>	2.9976 (4)
Dy1—O1 <sup>ii</sup>	2.2569 (17)	Rb2—O1 <sup>xx</sup>	3.342 (4)

Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	3.779 (3)	Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	3.342 (4)
Dy1—K1 <sup>vii</sup>	3.779 (3)	Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	3.342 (4)
Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	3.779 (3)	Rb2—V1 <sup>vii</sup>	3.4646 (4)
Dy1—K1 <sup>ix</sup>	3.779 (3)	Rb2—V1 <sup>iii</sup>	3.4647 (4)
Dy1—K1 <sup>xv</sup>	3.779 (3)	V1—O2	1.637 (3)
Dy1—K1 <sup>iii</sup>	3.779 (3)	V1—O1	1.7297 (16)
K1—O2	2.681 (8)	V1—O1 <sup>vi</sup>	1.7297 (16)
K1—O1 <sup>xvi</sup>	2.9951 (5)	V1—O1 <sup>xxiii</sup>	1.7297 (16)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O1 <sup>ii</sup>	180.0	O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O1 <sup>iii</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O1 <sup>iii</sup>	119.67 (5)	O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O1 <sup>iv</sup>	119.67 (5)	O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O1 <sup>iv</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>xx</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	29.49 (7)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O1 <sup>iv</sup>	180.0	O1 <sup>xxi</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	29.49 (7)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O1 <sup>v</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>xxii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	29.49 (7)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O1 <sup>v</sup>	119.67 (5)	O2—K1—V1 <sup>vii</sup>	83.89 (12)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O1 <sup>v</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	148.26 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O1 <sup>v</sup>	119.67 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	148.26 (4)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O1 <sup>vi</sup>	119.67 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	92.20 (4)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O1 <sup>vi</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	92.20 (4)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O1 <sup>vi</sup>	119.67 (5)	O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	29.92 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O1 <sup>vi</sup>	60.33 (5)	O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	29.92 (3)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O1 <sup>vi</sup>	180.0	O1 <sup>xx</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	125.60 (19)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	48.95 (6)	O1 <sup>xxi</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	81.25 (8)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	131.05 (6)	O1 <sup>xxii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	81.25 (8)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	102.09 (5)	V1 <sup>xx</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	96.11 (12)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	77.91 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>xvi</sup>	94.63 (9)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	102.09 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>xvii</sup>	94.63 (9)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2 <sup>vii</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xvii</sup>	63.36 (7)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	131.05 (6)	O2—Rb2—O1 <sup>xviii</sup>	94.63 (9)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	48.95 (6)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xviii</sup>	56.21 (7)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>xviii</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	102.09 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>iii</sup>	94.63 (9)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>iii</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>iii</sup>	56.21 (7)
O2 <sup>vii</sup> —Rb1—O2 <sup>viii</sup>	180.00 (11)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>iii</sup>	170.08 (18)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	102.09 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>xix</sup>	94.63 (9)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xix</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>xix</sup>	170.08 (18)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>xix</sup>	63.36 (7)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	48.95 (6)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—O1 <sup>xix</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	131.05 (6)	O2—Rb2—O1 <sup>i</sup>	94.63 (9)
O2 <sup>vii</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	119.065 (18)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>i</sup>	170.08 (18)
O2 <sup>viii</sup> —Rb1—O2 <sup>ix</sup>	60.935 (18)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>i</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2	77.91 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>i</sup>	119.36 (3)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2	102.09 (5)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—O1 <sup>i</sup>	63.36 (7)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2	77.91 (5)	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—O1 <sup>i</sup>	56.21 (7)



O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2	102.09 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>xx</sup>	150.80 (5)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2	131.05 (6)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	61.07 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2	48.95 (6)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	61.07 (8)
O2 <sup>vii</sup> —Rb1—O2	60.935 (18)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	85.09 (8)
O2 <sup>viii</sup> —Rb1—O2	119.065 (18)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	85.09 (8)
O2 <sup>ix</sup> —Rb1—O2	180.0	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	110.99 (11)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>i</sup> —Rb2—O1 <sup>xx</sup>	110.99 (11)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	77.91 (5)	O2—Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	150.80 (5)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	48.95 (6)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	85.09 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	131.05 (6)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	110.99 (11)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	61.07 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	110.99 (11)
O2 <sup>vii</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	119.064 (18)	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	61.07 (8)
O2 <sup>viii</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	60.936 (18)	O1 <sup>i</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	85.09 (8)
O2 <sup>ix</sup> —Rb1—O2 <sup>iii</sup>	119.064 (18)	O1 <sup>xx</sup> —Rb2—O1 <sup>xxi</sup>	49.99 (8)
O2—Rb1—O2 <sup>iii</sup>	60.935 (18)	O2—Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	150.80 (5)
O1 <sup>i</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	110.99 (11)
O1 <sup>ii</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	85.09 (8)
O1 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	131.05 (6)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	110.99 (11)
O1 <sup>iv</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	48.95 (6)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	61.07 (8)
O1 <sup>v</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	77.91 (5)	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	85.09 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	102.09 (5)	O1 <sup>i</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	61.07 (8)
O2 <sup>vii</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	60.936 (18)	O1 <sup>xx</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	49.99 (8)
O2 <sup>viii</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	119.064 (18)	O1 <sup>xxi</sup> —Rb2—O1 <sup>xxii</sup>	49.99 (8)
O2 <sup>ix</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	60.936 (18)	O2—Rb2—V1 <sup>vii</sup>	84.45 (7)
O2—Rb1—O2 <sup>iv</sup>	119.065 (18)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	148.32 (3)
O2 <sup>iii</sup> —Rb1—O2 <sup>iv</sup>	180.0	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	148.32 (3)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—O1 <sup>vi</sup>	180.00 (12)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	92.23 (3)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—O1 <sup>xi</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	92.23 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—O1 <sup>xi</sup>	91.54 (9)	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	29.95 (3)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—O1 <sup>iv</sup>	91.54 (9)	O1 <sup>i</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	29.95 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—O1 <sup>iv</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>xx</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	124.76 (11)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—O1 <sup>iv</sup>	180.00 (9)	O1 <sup>xxi</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	80.89 (5)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—O1 <sup>xii</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>xxii</sup> —Rb2—V1 <sup>vii</sup>	80.89 (5)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—O1 <sup>xii</sup>	91.54 (9)	O2—Rb2—V1 <sup>iii</sup>	84.45 (7)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—O1 <sup>xii</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>xvi</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	92.23 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—O1 <sup>xii</sup>	91.54 (9)	O1 <sup>xvii</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	29.95 (3)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—O1 <sup>ii</sup>	91.54 (9)	O1 <sup>xviii</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	148.32 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—O1 <sup>ii</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>iii</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	29.95 (3)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—O1 <sup>ii</sup>	91.54 (9)	O1 <sup>xix</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	148.32 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—O1 <sup>ii</sup>	88.46 (9)	O1 <sup>i</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	92.23 (3)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—O1 <sup>ii</sup>	180.00 (10)	O1 <sup>xx</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	80.89 (5)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	52.42 (5)	O1 <sup>xxi</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	124.76 (11)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	127.58 (5)	O1 <sup>xxii</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	80.89 (5)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	52.42 (5)	V1 <sup>vii</sup> —Rb2—V1 <sup>iii</sup>	119.07 (2)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	127.58 (5)	O2—V1—O1	109.49 (8)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	119.51 (12)	O2—V1—O1 <sup>vi</sup>	109.49 (8)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiii</sup>	60.49 (12)	O1—V1—O1 <sup>vi</sup>	109.45 (8)

O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	127.58 (5)	O2—V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.49 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	52.42 (5)	O1—V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.45 (8)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	127.58 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.45 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	52.42 (5)	O2—V1—K1 <sup>xiv</sup>	180.0
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	60.49 (12)	O1—V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.51 (8)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	119.51 (12)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.51 (8)
K1 <sup>xiii</sup> —Dy1—K1 <sup>vii</sup>	180.0	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.51 (8)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	119.51 (12)	O2—V1—K1 <sup>vii</sup>	96.11 (12)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	60.49 (12)	O1—V1—K1 <sup>vii</sup>	154.40 (15)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	52.42 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>vii</sup>	59.72 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	127.58 (5)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>vii</sup>	59.72 (4)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	52.42 (5)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—K1 <sup>vii</sup>	83.89 (12)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	127.58 (5)	O2—V1—K1 <sup>iii</sup>	96.11 (12)
K1 <sup>xiii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	104.42 (12)	O1—V1—K1 <sup>iii</sup>	59.72 (4)
K1 <sup>vii</sup> —Dy1—K1 <sup>xiv</sup>	75.58 (12)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	59.72 (4)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	60.49 (12)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	154.40 (15)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	119.51 (12)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	83.89 (12)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	127.58 (5)	K1 <sup>vii</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	118.88 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	52.42 (5)	O2—V1—K1 <sup>xviii</sup>	96.11 (12)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	127.58 (5)	O1—V1—K1 <sup>xviii</sup>	59.72 (4)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	52.42 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	154.40 (15)
K1 <sup>xiii</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	75.58 (12)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	59.72 (4)
K1 <sup>vii</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	104.42 (12)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	83.89 (12)
K1 <sup>xiv</sup> —Dy1—K1 <sup>ix</sup>	180.0	K1 <sup>vii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	118.88 (5)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	52.42 (5)	K1 <sup>iii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	118.88 (4)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	127.58 (5)	O2—V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	60.209 (6)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	119.51 (12)	O1—V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	49.28 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	60.49 (12)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	125.09 (3)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	52.42 (5)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	125.09 (3)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	127.58 (5)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	119.792 (6)
K1 <sup>xiii</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	104.42 (12)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	156.32 (12)
K1 <sup>vii</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	75.58 (12)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	67.75 (7)
K1 <sup>xiv</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	104.42 (12)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	67.75 (7)
K1 <sup>ix</sup> —Dy1—K1 <sup>xv</sup>	75.58 (12)	O2—V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	60.209 (6)
O1 <sup>x</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	127.58 (5)	O1—V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	125.09 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	52.42 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	125.09 (3)
O1 <sup>xi</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	60.49 (12)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	49.28 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	119.51 (12)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	119.791 (6)
O1 <sup>xii</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	127.58 (5)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	67.76 (7)
O1 <sup>ii</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	52.42 (5)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	156.32 (12)
K1 <sup>xiii</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	75.58 (12)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	67.76 (7)
K1 <sup>vii</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	104.42 (12)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —V1—Rb1 <sup>xxv</sup>	97.454 (8)
K1 <sup>xiv</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	75.58 (12)	O2—V1—Rb1	60.209 (6)
K1 <sup>ix</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	104.42 (12)	O1—V1—Rb1	125.09 (3)
K1 <sup>xv</sup> —Dy1—K1 <sup>iii</sup>	180.0	O1 <sup>vi</sup> —V1—Rb1	49.28 (8)
O2—K1—O1 <sup>xvi</sup>	93.98 (15)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Rb1	125.09 (3)
O2—K1—O1 <sup>xvii</sup>	93.98 (15)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Rb1	119.791 (6)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xvii</sup>	63.42 (7)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Rb1	67.76 (7)

O2—K1—O1 <sup>xviii</sup>	93.98 (15)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Rb1	67.76 (7)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xviii</sup>	56.26 (7)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Rb1	156.32 (12)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xviii</sup>	119.52 (4)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —V1—Rb1	97.454 (8)
O2—K1—O1 <sup>iii</sup>	93.98 (15)	Rb1 <sup>xxv</sup> —V1—Rb1	97.454 (8)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	119.52 (4)	O2—V1—Rb2	0.000 (1)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	56.26 (7)	O1—V1—Rb2	109.49 (8)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	171.3 (3)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Rb2	109.49 (8)
O2—K1—O1 <sup>xix</sup>	93.98 (15)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Rb2	109.49 (8)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	119.52 (4)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Rb2	180.0
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	171.3 (3)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Rb2	96.11 (12)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	63.42 (7)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Rb2	96.11 (12)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	119.52 (4)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Rb2	96.11 (12)
O2—K1—O1 <sup>i</sup>	93.98 (15)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —V1—Rb2	60.209 (6)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	171.3 (3)	Rb1 <sup>xxv</sup> —V1—Rb2	60.209 (6)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	119.52 (4)	Rb1—V1—Rb2	60.209 (6)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	119.52 (4)	V1—O1—Dy1 <sup>xxiv</sup>	163.14 (14)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	63.42 (7)	V1—O1—K1 <sup>xviii</sup>	90.36 (6)
O1 <sup>xix</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	56.26 (7)	Dy1 <sup>xxiv</sup> —O1—K1 <sup>xviii</sup>	90.91 (9)
O2—K1—O1 <sup>xx</sup>	150.51 (7)	V1—O1—K1 <sup>iii</sup>	90.36 (6)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	61.46 (10)	Dy1 <sup>xxiv</sup> —O1—K1 <sup>iii</sup>	90.91 (9)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	61.46 (10)	K1 <sup>xviii</sup> —O1—K1 <sup>iii</sup>	171.3 (3)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	85.65 (13)	V1—O1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	105.98 (10)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	85.65 (13)	Dy1 <sup>xxiv</sup> —O1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	90.88 (6)
O1 <sup>xix</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	111.86 (19)	K1 <sup>xviii</sup> —O1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	85.72 (12)
O1 <sup>i</sup> —K1—O1 <sup>xx</sup>	111.86 (19)	K1 <sup>iii</sup> —O1—Rb1 <sup>xxiv</sup>	85.72 (12)
O2—K1—O1 <sup>xxi</sup>	150.51 (7)	V1—O1—K1 <sup>xiv</sup>	80.00 (10)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	85.65 (13)	Dy1 <sup>xxiv</sup> —O1—K1 <sup>xiv</sup>	83.14 (9)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	111.86 (19)	K1 <sup>xviii</sup> —O1—K1 <sup>xiv</sup>	94.35 (13)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	61.46 (10)	K1 <sup>iii</sup> —O1—K1 <sup>xiv</sup>	94.35 (13)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	111.86 (19)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —O1—K1 <sup>xiv</sup>	174.02 (9)
O1 <sup>xix</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	61.46 (10)	V1—O2—Rb2	180.0
O1 <sup>i</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	85.65 (13)	V1—O2—K1	180.0
O1 <sup>xx</sup> —K1—O1 <sup>xxi</sup>	50.47 (12)	Rb2—O2—K1	0.000 (1)
O2—K1—O1 <sup>xxii</sup>	150.51 (7)	V1—O2—Rb1 <sup>xxiv</sup>	95.58 (5)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	111.86 (19)	Rb2—O2—Rb1 <sup>xxiv</sup>	84.42 (5)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	85.65 (13)	K1—O2—Rb1 <sup>xxiv</sup>	84.42 (5)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	111.86 (19)	V1—O2—Rb1 <sup>xxv</sup>	95.58 (5)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	61.46 (10)	Rb2—O2—Rb1 <sup>xxv</sup>	84.42 (5)
O1 <sup>xix</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	85.65 (13)	K1—O2—Rb1 <sup>xxv</sup>	84.42 (5)
O1 <sup>i</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	61.46 (10)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —O2—Rb1 <sup>xxv</sup>	119.065 (18)
O1 <sup>xx</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	50.47 (12)	V1—O2—Rb1	95.58 (5)
O1 <sup>xxi</sup> —K1—O1 <sup>xxii</sup>	50.47 (12)	Rb2—O2—Rb1	84.42 (5)
O2—K1—V1 <sup>xx</sup>	180.0	K1—O2—Rb1	84.42 (5)

O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)	Rb1 <sup>xxiv</sup> —O2—Rb1	119.065 (18)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	86.02 (15)	Rb1 <sup>xxv</sup> —O2—Rb1	119.065 (18)

Symmetry codes: (i)  $x-y+1, x, -z+1$ ; (ii)  $-x+y-1, -x, z$ ; (iii)  $-x, -y+1, -z+1$ ; (iv)  $x, y-1, z$ ; (v)  $y-1, -x+y-1, -z+1$ ; (vi)  $-y+1, x-y+1, z$ ; (vii)  $-x+1, -y+1, -z+1$ ; (viii)  $x-1, y-1, z$ ; (ix)  $-x, -y, -z+1$ ; (x)  $y-1, -x+y-1, -z$ ; (xi)  $-x, -y+1, -z$ ; (xii)  $x-y+1, x, -z$ ; (xiii)  $x-1, y-1, z-1$ ; (xiv)  $x, y, z-1$ ; (xv)  $x, y-1, z-1$ ; (xvi)  $x-y+1, x+1, -z+1$ ; (xvii)  $y-1, -x+y, -z+1$ ; (xviii)  $-x+1, -y+2, -z+1$ ; (xix)  $y, -x+y, -z+1$ ; (xx)  $x, y, z+1$ ; (xxi)  $-x+y, -x+1, z+1$ ; (xxii)  $-y+1, x-y+1, z+1$ ; (xxiii)  $-x+y, -x+1, z$ ; (xxiv)  $x, y+1, z$ ; (xxv)  $x+1, y+1, z$ .

## Caesium potassium gadolinium bis(vanadate) (II)

### Crystal data

Cs<sub>1.52</sub>K<sub>1.48</sub>Gd(VO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

$M_r = 646.74$

Trigonal,  $P\bar{3}m1$

$a = 6.0321$  (1) Å

$c = 7.9821$  (2) Å

$V = 251.53$  (1) Å<sup>3</sup>

$Z = 1$

$F(000) = 286$

$D_x = 4.270$  Mg m<sup>-3</sup>

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

Cell parameters from 678 reflections

$\theta = 3.9$ – $41.1^\circ$

$\mu = 14.37$  mm<sup>-1</sup>

$T = 296$  K

Block, colourless

$0.34 \times 0.26 \times 0.22$  mm

### Data collection

Bruker X8 APEX

diffractometer

Radiation source: fine-focus sealed tube

Graphite monochromator

$\varphi$  and  $\omega$  scans

Absorption correction: multi-scan

(SADABS; Krause *et al.*, 2015)

$T_{\min} = 0.639$ ,  $T_{\max} = 0.747$

14472 measured reflections

678 independent reflections

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

$R_{\text{int}} = 0.038$

$\theta_{\max} = 41.1^\circ$ ,  $\theta_{\min} = 3.9^\circ$

$h = -11 \rightarrow 11$

$k = -9 \rightarrow 11$

$l = -14 \rightarrow 14$

### Refinement

Refinement on  $F^2$

Least-squares matrix: full

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.010$

$wR(F^2) = 0.028$

$S = 1.09$

678 reflections

25 parameters

0 restraints

$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.014P)^2 + 0.0871P]$

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

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

$\Delta\rho_{\max} = 0.63$  e Å<sup>-3</sup>

$\Delta\rho_{\min} = -0.94$  e Å<sup>-3</sup>

Extinction correction: SHELXL2018

(Sheldrick, 2015*b*),

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

Extinction coefficient: 0.0022 (6)

### Special details

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

### Fractional atomic coordinates and isotropic or equivalent isotropic displacement parameters (Å<sup>2</sup>)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
Cs1	0.000000	0.000000	0.500000	0.02453 (5)	
Gd1	0.000000	0.000000	0.000000	0.00899 (4)	
K1	0.333333	0.666667	0.7877 (3)	0.0113 (5)	0.7404 (18)
Cs2	0.333333	0.666667	0.7867 (4)	0.0230 (8)	0.2597 (18)

V1	0.333333	0.666667	0.23977 (4)	0.00899 (5)
O1	0.17704 (10)	0.82296 (10)	0.16910 (16)	0.0265 (2)
O2	0.333333	0.666667	0.4470 (3)	0.0317 (5)

*Atomic displacement parameters (Å<sup>2</sup>)*

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
Cs1	0.02979 (7)	0.02979 (7)	0.01402 (8)	0.01489 (3)	0.000	0.000
Gd1	0.00627 (4)	0.00627 (4)	0.01444 (6)	0.00313 (2)	0.000	0.000
K1	0.0091 (6)	0.0091 (6)	0.0156 (9)	0.0046 (3)	0.000	0.000
Cs2	0.0200 (9)	0.0200 (9)	0.0288 (14)	0.0100 (5)	0.000	0.000
V1	0.00756 (7)	0.00756 (7)	0.01186 (11)	0.00378 (3)	0.000	0.000
O1	0.0244 (4)	0.0244 (4)	0.0379 (6)	0.0177 (4)	-0.00613 (19)	0.00613 (19)
O2	0.0404 (7)	0.0404 (7)	0.0144 (7)	0.0202 (4)	0.000	0.000

*Geometric parameters (Å, °)*

Cs1—O1 <sup>i</sup>	3.2245 (13)	K1—O1 <sup>xvii</sup>	3.0377 (4)
Cs1—O1 <sup>ii</sup>	3.2245 (13)	K1—O1 <sup>xviii</sup>	3.0377 (4)
Cs1—O1 <sup>iii</sup>	3.2245 (13)	K1—O1 <sup>iii</sup>	3.0377 (4)
Cs1—O1 <sup>iv</sup>	3.2245 (13)	K1—O1 <sup>xix</sup>	3.0377 (4)
Cs1—O1 <sup>v</sup>	3.2245 (13)	K1—O1 <sup>i</sup>	3.0377 (4)
Cs1—O1 <sup>vi</sup>	3.2245 (13)	K1—V1 <sup>vii</sup>	3.4895 (2)
Cs1—O2 <sup>vii</sup>	3.5082 (3)	K1—V1 <sup>iii</sup>	3.4895 (2)
Cs1—O2 <sup>viii</sup>	3.5082 (3)	K1—V1 <sup>xviii</sup>	3.4895 (2)
Cs1—O2 <sup>ix</sup>	3.5082 (3)	K1—V1 <sup>xx</sup>	3.609 (3)
Cs1—O2	3.5083 (3)	Cs2—O2	2.712 (4)
Cs1—O2 <sup>iii</sup>	3.5083 (3)	Cs2—O1 <sup>xvi</sup>	3.0386 (4)
Cs1—O2 <sup>iv</sup>	3.5083 (2)	Cs2—O1 <sup>xvii</sup>	3.0386 (4)
Gd1—O1 <sup>x</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>xviii</sup>	3.0386 (4)
Gd1—O1 <sup>vi</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>iii</sup>	3.0386 (4)
Gd1—O1 <sup>xi</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>xix</sup>	3.0386 (4)
Gd1—O1 <sup>iv</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>i</sup>	3.0386 (4)
Gd1—O1 <sup>xii</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>xx</sup>	3.462 (3)
Gd1—O1 <sup>ii</sup>	2.2898 (10)	Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	3.462 (3)
Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	3.8732 (12)	Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	3.462 (3)
Gd1—K1 <sup>vii</sup>	3.8732 (12)	Cs2—V1 <sup>vii</sup>	3.4890 (2)
Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	3.8731 (12)	Cs2—V1 <sup>iii</sup>	3.4890 (2)
Gd1—K1 <sup>ix</sup>	3.8731 (12)	V1—O2	1.654 (2)
Gd1—K1 <sup>xv</sup>	3.8732 (12)	V1—O1	1.7276 (10)
Gd1—K1 <sup>iii</sup>	3.8732 (12)	V1—O1 <sup>vi</sup>	1.7276 (10)
K1—O2	2.719 (3)	V1—O1 <sup>xxiii</sup>	1.7276 (10)
K1—O1 <sup>xvi</sup>	3.0377 (4)		
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O1 <sup>ii</sup>	180.0	O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O1 <sup>iii</sup>	59.57 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O1 <sup>iii</sup>	120.43 (3)	O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O1 <sup>iv</sup>	120.43 (3)	O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)

O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O1 <sup>iv</sup>	59.57 (3)	O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O1 <sup>iv</sup>	180.0	O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	83.48 (6)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O1 <sup>v</sup>	59.57 (3)	V1 <sup>vii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	93.60 (4)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O1 <sup>v</sup>	120.43 (3)	V1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	93.60 (4)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O1 <sup>v</sup>	59.57 (3)	V1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>xx</sup>	93.60 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O1 <sup>v</sup>	120.43 (3)	O2—K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	115.95 (4)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O1 <sup>vi</sup>	120.43 (3)	O1 <sup>xvi</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	36.21 (2)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O1 <sup>vi</sup>	59.57 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	36.21 (2)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O1 <sup>vi</sup>	120.43 (3)	O1 <sup>xviii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	85.31 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O1 <sup>vi</sup>	59.57 (3)	O1 <sup>iii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	85.31 (3)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O1 <sup>vi</sup>	180.0	O1 <sup>xix</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	137.69 (7)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	48.07 (4)	O1 <sup>i</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	137.69 (7)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	131.93 (4)	V1 <sup>vii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	157.65 (8)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	100.71 (3)	V1 <sup>iii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	65.087 (12)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	79.29 (3)	V1 <sup>xviii</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	65.087 (12)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	100.71 (3)	V1 <sup>xx</sup> —K1—Gd1 <sup>xxiv</sup>	64.05 (4)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2 <sup>vii</sup>	79.29 (3)	O2—Cs2—O1 <sup>xvi</sup>	96.67 (7)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	131.93 (4)	O2—Cs2—O1 <sup>xvii</sup>	96.67 (7)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	48.07 (4)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xvii</sup>	63.63 (4)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	79.29 (3)	O2—Cs2—O1 <sup>xviii</sup>	96.67 (7)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	100.71 (3)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xviii</sup>	55.47 (4)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>xviii</sup>	118.67 (3)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	100.71 (3)	O2—Cs2—O1 <sup>iii</sup>	96.67 (7)
O2 <sup>vii</sup> —Cs1—O2 <sup>viii</sup>	180.0	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>iii</sup>	118.67 (3)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	100.71 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>iii</sup>	55.47 (4)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>iii</sup>	166.04 (13)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	100.71 (3)	O2—Cs2—O1 <sup>xix</sup>	96.67 (7)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xix</sup>	118.67 (3)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	48.07 (4)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>xix</sup>	166.04 (13)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	131.93 (4)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>xix</sup>	63.63 (4)
O2 <sup>vii</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	118.567 (13)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—O1 <sup>xix</sup>	118.67 (3)
O2 <sup>viii</sup> —Cs1—O2 <sup>ix</sup>	61.433 (14)	O2—Cs2—O1 <sup>i</sup>	96.67 (7)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2	79.29 (3)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>i</sup>	166.04 (13)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2	100.71 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>i</sup>	118.67 (3)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2	79.29 (3)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>i</sup>	118.67 (3)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2	100.71 (3)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—O1 <sup>i</sup>	63.63 (4)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2	131.93 (4)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—O1 <sup>i</sup>	55.47 (4)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2	48.07 (4)	O2—Cs2—O1 <sup>xx</sup>	151.86 (3)
O2 <sup>vii</sup> —Cs1—O2	61.434 (13)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	60.03 (5)
O2 <sup>viii</sup> —Cs1—O2	118.566 (13)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	60.03 (5)
O2 <sup>ix</sup> —Cs1—O2	180.0	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	83.15 (6)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	100.71 (3)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	83.15 (6)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	108.15 (8)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	48.07 (4)	O1 <sup>i</sup> —Cs2—O1 <sup>xx</sup>	108.15 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	131.93 (4)	O2—Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	151.86 (3)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	100.71 (3)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	83.15 (6)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	108.15 (8)
O2 <sup>vii</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	118.565 (14)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	60.03 (5)

O2 <sup>viii</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	61.435 (13)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	108.15 (8)
O2 <sup>ix</sup> —Cs1—O2 <sup>iii</sup>	118.565 (14)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	60.03 (5)
O2—Cs1—O2 <sup>iii</sup>	61.434 (13)	O1 <sup>i</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	83.15 (6)
O1 <sup>i</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xx</sup> —Cs2—O1 <sup>xxi</sup>	48.22 (5)
O1 <sup>ii</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	100.71 (3)	O2—Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	151.86 (3)
O1 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	131.93 (4)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	108.15 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	48.07 (4)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	83.15 (6)
O1 <sup>v</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	79.29 (3)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	108.15 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	100.71 (3)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	60.03 (5)
O2 <sup>vii</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	61.435 (13)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	83.15 (6)
O2 <sup>viii</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	118.565 (14)	O1 <sup>i</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	60.03 (5)
O2 <sup>ix</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	61.435 (13)	O1 <sup>xx</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	48.22 (5)
O2—Cs1—O2 <sup>iv</sup>	118.566 (14)	O1 <sup>xxi</sup> —Cs2—O1 <sup>xxii</sup>	48.22 (5)
O2 <sup>iii</sup> —Cs1—O2 <sup>iv</sup>	180.0	O2—Cs2—V1 <sup>vii</sup>	86.53 (5)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—O1 <sup>vi</sup>	180.00 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	147.92 (2)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—O1 <sup>xi</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	147.92 (2)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—O1 <sup>xi</sup>	91.22 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	92.44 (2)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—O1 <sup>iv</sup>	91.22 (5)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	92.44 (2)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—O1 <sup>iv</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	29.680 (19)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—O1 <sup>iv</sup>	180.00 (6)	O1 <sup>i</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	29.680 (19)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—O1 <sup>xii</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>xx</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	121.61 (8)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—O1 <sup>xii</sup>	91.22 (5)	O1 <sup>xxi</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	79.51 (4)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—O1 <sup>xii</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>xxii</sup> —Cs2—V1 <sup>vii</sup>	79.51 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—O1 <sup>xii</sup>	91.22 (5)	O2—Cs2—V1 <sup>iii</sup>	86.53 (5)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—O1 <sup>ii</sup>	91.22 (5)	O1 <sup>xvi</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	92.44 (2)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—O1 <sup>ii</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>xvii</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	29.680 (19)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—O1 <sup>ii</sup>	91.22 (5)	O1 <sup>xviii</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	147.91 (2)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—O1 <sup>ii</sup>	88.78 (5)	O1 <sup>iii</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	29.681 (19)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—O1 <sup>ii</sup>	180.00 (6)	O1 <sup>xix</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	147.92 (2)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	51.601 (16)	O1 <sup>i</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	92.44 (2)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	128.399 (17)	O1 <sup>xx</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	79.51 (4)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	51.602 (16)	O1 <sup>xxi</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	121.61 (8)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	128.398 (16)	O1 <sup>xxii</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	79.51 (4)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	117.93 (5)	V1 <sup>vii</sup> —Cs2—V1 <sup>iii</sup>	119.638 (11)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiii</sup>	62.07 (5)	O2—V1—O1	109.06 (5)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	128.399 (17)	O2—V1—O1 <sup>vi</sup>	109.06 (5)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	51.601 (16)	O1—V1—O1 <sup>vi</sup>	109.88 (5)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	128.398 (16)	O2—V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.06 (5)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	51.602 (16)	O1—V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.88 (5)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	62.07 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—O1 <sup>xxiii</sup>	109.88 (5)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	117.93 (5)	O2—V1—K1 <sup>vii</sup>	93.60 (4)
K1 <sup>xiii</sup> —Gd1—K1 <sup>vii</sup>	180.0	O1—V1—K1 <sup>vii</sup>	157.34 (6)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	117.93 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>vii</sup>	60.518 (16)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	62.07 (5)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>vii</sup>	60.518 (16)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	51.602 (16)	O2—V1—K1 <sup>iii</sup>	93.60 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	128.398 (16)	O1—V1—K1 <sup>iii</sup>	60.517 (16)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	51.602 (16)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	60.518 (16)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	128.398 (16)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	157.34 (6)

K1 <sup>xiii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	102.28 (4)	K1 <sup>vii</sup> —V1—K1 <sup>iii</sup>	119.610 (10)
K1 <sup>vii</sup> —Gd1—K1 <sup>xiv</sup>	77.72 (4)	O2—V1—K1 <sup>xviii</sup>	93.60 (4)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	62.07 (5)	O1—V1—K1 <sup>xviii</sup>	60.517 (16)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	117.93 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	157.34 (6)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	128.398 (16)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	60.518 (16)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	51.602 (16)	K1 <sup>vii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	119.610 (10)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	128.398 (16)	K1 <sup>iii</sup> —V1—K1 <sup>xviii</sup>	119.609 (10)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	51.602 (16)	O2—V1—K1 <sup>xiv</sup>	180.0
K1 <sup>xiii</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	77.72 (4)	O1—V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.94 (5)
K1 <sup>vii</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	102.28 (4)	O1 <sup>vi</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.94 (5)
K1 <sup>xiv</sup> —Gd1—K1 <sup>ix</sup>	180.0	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	70.94 (5)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	51.602 (16)	K1 <sup>vii</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	86.40 (4)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	128.398 (16)	K1 <sup>iii</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	86.40 (4)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	117.93 (5)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—K1 <sup>xiv</sup>	86.40 (4)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	62.07 (5)	O2—V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	59.187 (4)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	51.602 (16)	O1—V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	49.87 (5)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	128.398 (16)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	124.970 (19)
K1 <sup>xiii</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	102.28 (4)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	124.970 (19)
K1 <sup>vii</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	77.72 (4)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	152.79 (5)
K1 <sup>xiv</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	102.28 (4)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	66.64 (3)
K1 <sup>ix</sup> —Gd1—K1 <sup>xv</sup>	77.72 (4)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	66.64 (3)
O1 <sup>x</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	128.398 (16)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Cs1 <sup>xxv</sup>	120.814 (4)
O1 <sup>vi</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	51.602 (16)	O2—V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	59.187 (4)
O1 <sup>xi</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	62.07 (5)	O1—V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	124.969 (19)
O1 <sup>iv</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	117.93 (5)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	124.970 (19)
O1 <sup>xii</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	128.398 (16)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	49.87 (5)
O1 <sup>ii</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	51.602 (16)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	66.65 (3)
K1 <sup>xiii</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	77.72 (4)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	152.78 (5)
K1 <sup>vii</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	102.28 (4)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	66.65 (3)
K1 <sup>xiv</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	77.72 (4)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	120.813 (4)
K1 <sup>ix</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	102.28 (4)	Cs1 <sup>xxv</sup> —V1—Cs1 <sup>xxvi</sup>	96.109 (5)
K1 <sup>xv</sup> —Gd1—K1 <sup>iii</sup>	180.0	O2—V1—Cs1	59.187 (4)
O2—K1—O1 <sup>xvi</sup>	96.52 (6)	O1—V1—Cs1	124.969 (19)
O2—K1—O1 <sup>xvii</sup>	96.52 (6)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Cs1	49.87 (5)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xvii</sup>	63.65 (4)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Cs1	124.970 (19)
O2—K1—O1 <sup>xviii</sup>	96.52 (6)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Cs1	66.65 (3)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xviii</sup>	55.49 (4)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Cs1	66.65 (3)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xviii</sup>	118.73 (2)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Cs1	152.78 (5)
O2—K1—O1 <sup>iii</sup>	96.52 (6)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Cs1	120.813 (4)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	118.73 (2)	Cs1 <sup>xxv</sup> —V1—Cs1	96.109 (5)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	55.49 (4)	Cs1 <sup>xxvi</sup> —V1—Cs1	96.109 (5)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>iii</sup>	166.32 (11)	O2—V1—Cs2	0.0
O2—K1—O1 <sup>xix</sup>	96.52 (6)	O1—V1—Cs2	109.06 (5)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	118.73 (2)	O1 <sup>vi</sup> —V1—Cs2	109.06 (5)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	166.32 (11)	O1 <sup>xxiii</sup> —V1—Cs2	109.06 (5)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	63.65 (4)	K1 <sup>vii</sup> —V1—Cs2	93.60 (4)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>xix</sup>	118.73 (2)	K1 <sup>iii</sup> —V1—Cs2	93.60 (4)
O2—K1—O1 <sup>i</sup>	96.52 (6)	K1 <sup>xviii</sup> —V1—Cs2	93.60 (4)



O1 <sup>xvi</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	166.32 (11)	K1 <sup>xiv</sup> —V1—Cs2	180.0
O1 <sup>xvii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	118.73 (2)	Cs1 <sup>xxv</sup> —V1—Cs2	59.187 (4)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	118.73 (2)	Cs1 <sup>xxvi</sup> —V1—Cs2	59.187 (4)
O1 <sup>iii</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	63.65 (4)	Cs1—V1—Cs2	59.187 (4)
O1 <sup>xix</sup> —K1—O1 <sup>i</sup>	55.49 (4)	V1—O1—Gd1 <sup>xxv</sup>	162.94 (8)
O2—K1—V1 <sup>vii</sup>	86.40 (4)	V1—O1—K1 <sup>xviii</sup>	89.81 (3)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	147.94 (2)	Gd1 <sup>xxv</sup> —O1—K1 <sup>xviii</sup>	92.19 (4)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	147.94 (2)	V1—O1—K1 <sup>iii</sup>	89.81 (3)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	92.45 (2)	Gd1 <sup>xxv</sup> —O1—K1 <sup>iii</sup>	92.19 (4)
O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	92.45 (2)	K1 <sup>xviii</sup> —O1—K1 <sup>iii</sup>	166.32 (11)
O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	29.676 (19)	V1—O1—Cs1 <sup>xxv</sup>	105.95 (5)
O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>vii</sup>	29.676 (19)	Gd1 <sup>xxv</sup> —O1—Cs1 <sup>xxv</sup>	91.12 (4)
O2—K1—V1 <sup>iii</sup>	86.40 (4)	K1 <sup>xviii</sup> —O1—Cs1 <sup>xxv</sup>	83.48 (5)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	92.45 (2)	K1 <sup>iii</sup> —O1—Cs1 <sup>xxv</sup>	83.48 (5)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	29.675 (19)	V1—O2—Cs2	180.0
O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	147.94 (2)	V1—O2—K1	180.0
O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	29.676 (19)	Cs2—O2—K1	0.0
O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	147.94 (2)	V1—O2—Cs1 <sup>xxv</sup>	96.93 (3)
O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	92.45 (2)	Cs2—O2—Cs1 <sup>xxv</sup>	83.07 (3)
V1 <sup>vii</sup> —K1—V1 <sup>iii</sup>	119.610 (10)	K1—O2—Cs1 <sup>xxv</sup>	83.07 (3)
O2—K1—V1 <sup>xviii</sup>	86.40 (4)	V1—O2—Cs1 <sup>xxvi</sup>	96.93 (3)
O1 <sup>xvi</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	29.675 (19)	Cs2—O2—Cs1 <sup>xxvi</sup>	83.07 (3)
O1 <sup>xvii</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	92.45 (2)	K1—O2—Cs1 <sup>xxvi</sup>	83.07 (3)
O1 <sup>xviii</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	29.676 (19)	Cs1 <sup>xxv</sup> —O2—Cs1 <sup>xxvi</sup>	118.566 (13)
O1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	147.94 (2)	V1—O2—Cs1	96.93 (3)
O1 <sup>xix</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	92.45 (2)	Cs2—O2—Cs1	83.07 (3)
O1 <sup>i</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	147.94 (2)	K1—O2—Cs1	83.07 (3)
V1 <sup>vii</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	119.610 (10)	Cs1 <sup>xxv</sup> —O2—Cs1	118.566 (13)
V1 <sup>iii</sup> —K1—V1 <sup>xviii</sup>	119.609 (10)	Cs1 <sup>xxvi</sup> —O2—Cs1	118.566 (13)
O2—K1—V1 <sup>xx</sup>	180.0		

Symmetry codes: (i)  $x-y+1, x, -z+1$ ; (ii)  $-x+y-1, -x, z$ ; (iii)  $-x, -y+1, -z+1$ ; (iv)  $x, y-1, z$ ; (v)  $y-1, -x+y-1, -z+1$ ; (vi)  $-y+1, x-y+1, z$ ; (vii)  $-x+1, -y+1, -z+1$ ; (viii)  $x-1, y-1, z$ ; (ix)  $-x, -y, -z+1$ ; (x)  $y-1, -x+y-1, -z$ ; (xi)  $-x, -y+1, -z$ ; (xii)  $x-y+1, x, -z$ ; (xiii)  $x-1, y-1, z-1$ ; (xiv)  $x, y, z-1$ ; (xv)  $x, y-1, z-1$ ; (xvi)  $x-y+1, x+1, -z+1$ ; (xvii)  $y-1, -x+y, -z+1$ ; (xviii)  $-x+1, -y+2, -z+1$ ; (xix)  $y, -x+y, -z+1$ ; (xx)  $x, y, z+1$ ; (xxi)  $-x+y, -x+1, z+1$ ; (xxii)  $-y+1, x-y+1, z+1$ ; (xxiii)  $-x+y, -x+1, z$ ; (xxiv)  $x, y+1, z+1$ ; (xxv)  $x, y+1, z$ ; (xxvi)  $x+1, y+1, z$ .