

Acta Crystallographica Section E **Structure Reports** Online

ISSN 1600-5368

# Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

#### Raja Jouini, Mohamed Faouzi Zid\* and Ahmed Driss

Laboratoire de Matériaux et Cristallochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis ElManar, 2092 ElManar II Tunis, Tunisia Correspondence e-mail: faouzi.zid@fst.rnu.tn

Received 17 November 2012: accepted 23 November 2012

Key indicators: single-crystal X-ray study; T = 298 K; mean  $\sigma$ (Mo–O) = 0.003 Å; disorder in main residue; R factor = 0.022; wR factor = 0.058; data-to-parameter ratio = 13.1.

Disodium molybdenum dioxide diarsenate, Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, has been synthesized by a solid-state reaction. The structure is built up from MoAs<sub>2</sub>O<sub>12</sub> linear units sharing corners to form a three-dimensional framework containing tunnels running along the *a*-axis direction in which the  $Na^+$  cations are located. In this framework, the As<sup>V</sup> atoms are tetrahedrally coordinated and form an As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> group. The Mo<sup>VI</sup> atom is displaced from the center of an octahedron of O atoms. Two Na<sup>+</sup> cations are disordered about inversion centres. Structural relationships between different compounds:  $A_2MoO_2As_2O_7$  $(A = K, Rb), AMOP_2O_7 (A = Na, K, Rb; M = Mo, Nb)$  and MoP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> are discussed.

#### **Related literature**

For background to the physico-chemical properties of related compounds, see: Daidouh et al. (1997); Troup & Clearfield (1977); Guesdon et al. (1990). For details of structurally related compounds, see: Averbuch-Pouchot (1988, 1989); Zid et al. (1998, 2003); Ledain et al. (1996); Gueho et al. (1992); Fakhfakh et al. (1994); Linde et al. (1980); Leclaire et al. (1988). For the preparation, see: Zid & Jouini (1996); Zid et al. (1997, 1998); Hajji et al. (2004); Hajji & Zid (2006); Jouini et al. (2012); Ben Hlila et al. (2009). For bond-valence sums, see: Brown & Altermatt (1985).

#### **Experimental**

Crystal data Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>  $M_r = 435.76$ Monoclinic,  $P2_1/c$ a = 7.1130(7) Å b = 12.056 (2) Å c = 9.8030 (9) Å  $\beta = 100.48 \ (2)^{\circ}$ 

 $V = 826.63 (18) \text{ Å}^3$ Z = 4Mo  $K\alpha$  radiation  $\mu = 9.66 \text{ mm}^{-1}$ T = 298 K $0.56 \times 0.32 \times 0.21 \ \mathrm{mm}$ 

#### Data collection

Enraf-Nonius CAD-4 diffractometer Absorption correction:  $\psi$  scan (North et al., 1968)  $T_{\rm min} = 0.037, T_{\rm max} = 0.134$ 2280 measured reflections

#### Refinement

 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.022$  $wR(F^2) = 0.058$ S = 1.251790 reflections

1790 independent reflections 1711 reflections with  $I > 2\sigma(I)$  $R_{\rm int} = 0.019$ 2 standard reflections every 120 min intensity decay: 1.2%

137 parameters  $\Delta \rho_{\rm max} = 0.83 \ {\rm e} \ {\rm \AA}^{-3}$  $\Delta \rho_{\rm min} = -0.75 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ 

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 (Farrugia, 2012).

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: BR2214).

#### References

- Averbuch-Pouchot, M. T. (1988). Acta Cryst. C44, 2046-2048.
- Averbuch-Pouchot, M. T. (1989). J. Solid State Chem. 79, 296-299.
- Ben Hlila, S., Zid, M. F. & Driss, A. (2009). Acta Cryst. E65, i11.
- Brandenburg, K. (1998). DIAMOND. University of Bonn, Germany.
- Brown, I. D. & Altermatt, D. (1985). Acta Cryst. B41, 244-247.
- Daidouh, A., Veiga, M. L. & Pico, C. (1997). J. Solid State Chem. 130, 28-24. Duisenberg, A. J. M. (1992). J. Appl. Cryst. 25, 92-96.
- Fakhfakh, M., Oyetola, S., Jouini, N., Verbaere, A. & Piffard, Y. (1994). Mater.
- Res. Bull. 29, 97-105.
- Farrugia, L. J. (2012). J. Appl. Cryst. 45, 849-854.
- Gueho, C., Borel, M. M., Grandin, A., Leclaire, A. & Raveau, B. (1992). Z. Anorg. Allg. Chem. 615, 104-108.
- Guesdon, A., Borel, M. M., Leclaire, A., Grandin, A. & Raveau, B. (1990). J. Solid State Chem. 89, 83-87.
- 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, i24.
- Leclaire, A., Borel, M. M., Grandin, A. & Raveau, B. (1988). Eur. J. Solid State Inorg. Chem. 25, 323-328
- Ledain, S., Leclaire, A., Borel, M. M., Provost, J. & Raveau, B. (1996). J. Solid State Chem. 124, 24-28.
- Linde, S. A., Gorbunova, Yu. E., Lavrov, A. V. & Tananaev, I. V. (1980). Dokl. Akad. Nauk SSSR, 250, 96-99
- 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. (2008). Acta Cryst. A64, 112-122.
- Troup, J. M. & Clearfield, A. (1977). Inorg. Chem. 16, 3311-3313.
- Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (1997). J. Solid State Chem. 133, 386-390.
- Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (1998). J. Solid State Chem. 141, 500-507.
- Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (2003). Acta Cryst. E59, i65-i67.
- Zid, M. F. & Jouini, T. (1996). Acta Cryst. C52, 1334-1336.

# supporting information

Acta Cryst. (2012). E68, i93 [doi:10.1107/S1600536812048167]

# $Na_2MoO_2As_2O_7\\$

## Raja Jouini, Mohamed Faouzi Zid and Ahmed Driss

### S1. Comment

L'élaboration de nouveaux matériaux à charpentes mixtes constituées d'octaèdres MO<sub>6</sub> (*M*= métal de transition) et de tétraèdres XO<sub>4</sub> (*X*= P, As) est un domaine d'intense activité. En effet, ces matériaux peuvent être potentiellement des conducteurs ioniques (Daidouh *et al.*, 1997), des échangeurs d'ions (Troup & Clearfield, 1977) ou bien comme produits d'intercalation (Guesdon *et al.*, 1990).

C'est dans ce cadre que nous avons exploré les systèmes A—Mo—As—O (A= alcalin, argent) dans lesquels nous avons précédemment caractérisé les phases suivantes: K<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Zid & Jouini, 1996), AgMoO<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> (Hajji & Zid, 2006), Rb<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Zid *et al.*, 1998) et Na<sub>2</sub>(MoO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>(As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)<sub>2</sub> (Jouini *et al.*, 2012).

Une nouvelle phase de formulation Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> a été synthétisée par réaction à l'état solide. *L*'unité *asym*étrique dans la structure renferme un octaèdre MoO<sub>6</sub> et un groupement diarséniate As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> reliés par mise en commun d'un sommet formant ainsi l'unité MoAs<sub>2</sub>O<sub>12</sub> (Fig. 1). Ces dernières s'associent par mise en commun de sommets pour établir des chaînes infinies MoAs<sub>2</sub>O<sub>11</sub> disposées selon la direction [10–1] (Fig. 2). *L*'association de ces chaînes est assurée par partage de sommets entre les polyèdres de nature différente conduisant à des couches ondulées MoAs<sub>2</sub>O<sub>10</sub> (Fig. 3). Ces dernières présentent dans le plan *ac* des rangées d'octaèdres MoO<sub>6</sub> entre lesquelles sont disposés les groupements diarséniates (Fig. 4). La cohésion de ces feuillets, assurée par formation de ponts mixtes Mo—O—As conduit à une structure tridimensionnelle possédant de larges canaux où logent les cations Na<sup>+</sup> (Fig. 5).

L'examen des facteurs géométriques dans la structure montre qu'ils sont conformes à ceux rencontrés dans la littérature (Zid *et al.*, 1997; Hajji *et al.*, 2004; Hajji & Zid, 2006; Ben Hlila *et al.*, 2009). De plus, l'utilisation de la méthode BVS, pour le calcul des différentes valences des liaisons, utilisant la formule empirique de Brown (Brown & Altermatt, 1985) vérifie bien les valeurs attendues de charges des ions: Mo1(5,955), As1(4,790), As2(4,913), Na1(0,900), Na2(0,815) et Na3(0,899).

La comparaison de la structure de Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> avec celles rencontrées dans la littérature et de formulation analogue A<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=Cs (Averbuch-Pouchot, 1988); A=NH<sub>4</sub> (Averbuch-Pouchot, 1989); A=K (Zid *et al.*, 2003)) et A<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=K (Zid & Jouini, 1996); A=Rb (Zid *et al.*, 1998)) montre que les diphosphates présentent des charpentes unidimensionnelles (one-dimensional) qui sont construites moyennant des unités cycliques de formulation MoP<sub>2</sub>O<sub>11</sub> dans lesquelles un octaèdre MoO<sub>6</sub> partage deux de ses sommets avec le même groupement P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. En revanche, une relation structurale peut être mise en évidence d'une part entre le diarséniate étudié et ceux de type A<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=K (Zid & Jouini, 1996); A=Rb (Zid *et al.*, 1998)) et d'autre part avec les composés de formulation différente AMOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=Na, *M*=Mo (Ledain *et al.*, 1996); A=K, *M*=Mo (Gueho *et al.*, 1992); A=Rb, *M*=Nb (Fakhfakh *et al.*, 1994) et A=K, *M*=Nb (Linde *et al.*, 1980)). En effet, leurs charpentes renferment le même type d'unité linéaire *MX*<sub>2</sub>O<sub>12</sub> (*M*=Mo, Nb et *X*= P, As). Cependant ces structures diffèrent par l'organisation de ces unités. Elles s'associent par mise en commun de sommets pour former des chaînes parallèles qui se lient au moyen de ponts mixtes Mo—O—As pour conduire à des charpentes (two-dimensional) dans les diarséniates K<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> et Rb<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Alors qu'elles s'organisent en

chaînes ondulées dans les diphosphates AMoOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=Na, K) et ANbOP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (A=K, Rb). Ces chaînes s'associent par formation de ponts mixtes M—O—P (M=Mo, Nb) pour conduire à des charpentes tridimensionnelles (threedimensional). Ces unités linéaires MoX<sub>2</sub>O<sub>12</sub> (X= P, As) forment par mise en commun de tous les sommets entre polyèdres de nature différente des charpentes (three-dimensional) donnant lieu à un oxyde mixte de formulation MoP<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Leclaire *et al.*, 1988). La compensation de la charge dans ce dernier a été assurée d'une part par élimination du cation et d'autre part réduction de l'ion molybdenium.

## **S2.** Experimental

Les cristaux relatifs à la phase Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ont été obtenus à partir des réactifs solides Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Prolabo, 27778), (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> (Fluka, 69858) et NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub> (préparé au laboratoire, ASTM 01–775) pris dans les proportions: Na:Mo:As=2:1:2. Le mélange a été finement broyé, puis préchauffé à l'air jusqu'à 623 K pendant 24 heures en vue d'éliminer les composés volatils. Après refroidissement et broyage, la préparation est portée, proche de la fusion pour favoriser la germination et la croissance des cristaux, à 838 K pendant une semaine. Le résidu final a subi en premier un refroidissement lent (5°/demi journée, à 778 K) puis un second rapide (50°/h) jusqu'à la température ambiante. Par lavage à l'eau chaude des cristaux de couleur jaunâtre de qualité et de taille suffisante ont été séparés pour analyse par DRX.

## S3. Refinement

Les deux ions Na2 et Na3 sont situés sur des positions *sp*éciales. Ayant des agitations thermiques assez élevées, leurs coordonnées atomiques ont été affinées et conduit statistiquement vers des positions très proches respectivement de leurs positions initiales. En effet, l'affinement final des facteurs thermiques anisotropes conduit à des ellipsoïdes bien définis. De plus, les densités d'électrons maximums et minimums restant dans la Fourier différence, sont acceptables et sont situées respectivement à 0,96 Å de O5 et à 0,96 Å de As2.



## Figure 1

Unité *asymétrique* dans Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Les ellipsoïdes ont été définis avec 50% de probabilités. [*codes de symétrie*:(i) *x*, 1 + y, z; (ii) 1 + x, y, z; (iii) x, 3/2 - y, -1/2 + z; (iv) x, 3/2 - y, 1/2 + z; (v) -1 + x, 3/2 - y, 1/2 + z; (vi) 1 - x, 1/2 + y, 3/2 - z].



## **Figure 2** Projection de chaînes de type MoAs<sub>2</sub>O<sub>11</sub> selon la direction [10–1].







## Figure 4

Projection d'une couche de type  $MoAs_2O_{10}$  dans le plan *ac*.



### Figure 5

Projection de la structure de Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub> selon **a**, mettant en évidence les canaux où logent les cations Na<sup>+</sup>.

### Disodium molybdenum dioxide diarsenate

Crystal data

Na<sub>2</sub>MoO<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>  $M_r = 435.76$ Monoclinic,  $P2_1/c$ Hall symbol: -P 2ybc a = 7.1130 (7) Å b = 12.056 (2) Å c = 9.8030 (9) Å  $\beta = 100.48$  (2)° V = 826.63 (18) Å<sup>3</sup> Z = 4

#### Data collection

Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer Radiation source: fine-focus sealed tube Graphite monochromator  $\omega/2\theta$  scans Absorption correction:  $\psi$  scan (North *et al.*, 1968)  $T_{\min} = 0.037, T_{\max} = 0.134$ 2280 measured reflections F(000) = 808  $D_x = 3.501 \text{ Mg m}^{-3}$ Mo K $\alpha$  radiation,  $\lambda = 0.71073 \text{ Å}$ Cell parameters from 25 reflections  $\theta = 10-15^{\circ}$   $\mu = 9.66 \text{ mm}^{-1}$  T = 298 KPrism, yellow  $0.56 \times 0.32 \times 0.21 \text{ mm}$ 

1790 independent reflections 1711 reflections with  $I > 2\sigma(I)$   $R_{int} = 0.019$   $\theta_{max} = 27.0^{\circ}, \ \theta_{min} = 2.7^{\circ}$   $h = -9 \rightarrow 9$   $k = -1 \rightarrow 15$   $l = -12 \rightarrow 1$ 2 standard reflections every 120 min intensity decay: 1.2% Refinement

Secondary atom site location: difference Fourier
map
$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0229P)^2 + 2.4476P]$
where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
$(\Delta/\sigma)_{\rm max} = 0.001$
$\Delta \rho_{\rm max} = 0.83 \text{ e} \text{ Å}^{-3}$
$\Delta \rho_{\rm min} = -0.75 \ {\rm e} \ {\rm \AA}^{-3}$
Extinction correction: SHELXL97 (Sheldrick,
2008), Fc <sup>*</sup> =kFc[1+0.001xFc <sup>2</sup> $\lambda^{3}$ /sin(2 $\theta$ )] <sup>-1/4</sup>
Extinction coefficient: 0.0083 (4)

#### 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  $(A^2)$ 

	x	У	Ζ	$U_{ m iso}$ */ $U_{ m eq}$	Occ. (<1)
Mo1	0.14180 (4)	0.82040 (3)	0.04354 (3)	0.01031 (11)	
As1	0.42263 (5)	0.83066 (3)	0.78808 (4)	0.01048 (12)	
As2	0.81207 (5)	0.92725 (3)	0.79392 (4)	0.00972 (12)	
Na1	0.3687 (3)	0.09290 (17)	0.8660 (2)	0.0314 (4)	
Na2	0.504 (10)	0.986 (5)	0.494 (7)	0.047 (7)	0.50
Na3	0.9657 (8)	0.9978 (6)	0.4736 (5)	0.0263 (13)	0.50
O1	0.4007 (4)	0.8279 (2)	0.9549 (3)	0.0166 (6)	
O2	0.3637 (4)	0.9467 (2)	0.7019 (3)	0.0165 (6)	
O3	0.3405 (4)	0.7092 (2)	0.7129 (3)	0.0151 (5)	
O4	0.0359 (4)	0.8798 (2)	0.8550 (3)	0.0142 (5)	
O5	0.7368 (4)	0.0110 (2)	0.9099 (3)	0.0136 (5)	
O6	0.9545 (4)	0.8561 (3)	0.1218 (3)	0.0212 (6)	
07	0.6693 (4)	0.8070 (2)	0.7961 (3)	0.0158 (6)	
08	0.7899 (4)	0.9695 (3)	0.6338 (3)	0.0198 (6)	
O9	0.0977 (5)	0.6856 (2)	0.0018 (3)	0.0237 (7)	

Atomic displacement parameters  $(Å^2)$ 

	$U^{11}$	$U^{22}$	$U^{33}$	$U^{12}$	$U^{13}$	$U^{23}$
Mo1	0.00956 (17)	0.00924 (17)	0.01180 (17)	0.00032 (11)	0.00105 (12)	0.00149 (11)
As1	0.0103 (2)	0.01014 (19)	0.01110 (19)	-0.00184 (13)	0.00220 (14)	-0.00231 (13)
As2	0.00852 (18)	0.01071 (19)	0.00969 (18)	-0.00010 (13)	0.00098 (13)	0.00109 (13)
Na1	0.0221 (9)	0.0364 (10)	0.0343 (10)	0.0016 (8)	0.0013 (8)	-0.0166 (9)
Na2	0.023 (4)	0.09 (2)	0.026 (9)	0.028 (13)	0.005 (5)	0.027 (13)
Na3	0.032 (4)	0.0183 (15)	0.035 (4)	0.002 (3)	0.022 (3)	0.004 (3)

# supporting information

01	0.0135 (13)	0.0258 (15)	0.0105 (12)	0.0011 (11)	0.0024 (10)	-0.0042 (11)
O2	0.0182 (14)	0.0141 (13)	0.0169 (13)	0.0001 (11)	0.0023 (11)	0.0011 (11)
03	0.0167 (13)	0.0130 (13)	0.0144 (12)	-0.0048 (11)	-0.0001 (10)	-0.0022 (11)
O4	0.0113 (12)	0.0185 (14)	0.0116 (12)	0.0022 (10)	-0.0010 (10)	0.0018 (10)
05	0.0139 (12)	0.0115 (12)	0.0153 (12)	0.0018 (10)	0.0023 (10)	-0.0009 (10)
06	0.0173 (14)	0.0267 (15)	0.0211 (14)	0.0035 (12)	0.0073 (11)	0.0058 (12)
07	0.0122 (13)	0.0116 (12)	0.0243 (14)	-0.0022 (10)	0.0056 (11)	-0.0031 (11)
08	0.0152 (13)	0.0312 (16)	0.0129 (13)	0.0042 (12)	0.0024 (10)	0.0085 (12)
09	0.0277 (16)	0.0133 (14)	0.0277 (16)	-0.0043 (12)	-0.0014 (13)	0.0008 (12)

Geometric parameters (Å, °)

Mo1	1.692 (3)	Na1—O2 <sup>viii</sup>	2.382 (3)
Mo1—O6 <sup>i</sup>	1.709 (3)	Na1—O6 <sup>iv</sup>	2.403 (3)
Mo1—O4 <sup>ii</sup>	1.997 (3)	Na1—O3 <sup>ix</sup>	2.725 (3)
Mo1—O3 <sup>iii</sup>	2.006 (3)	Na1—O5 <sup>x</sup>	2.749 (3)
Mo1—O1 <sup>ii</sup>	2.177 (3)	Nal—O5	2.759 (3)
Mo1—O5 <sup>iv</sup>	2.223 (3)	Na1—O7 <sup>ix</sup>	3.017 (3)
As1—O2	1.649 (3)	Na2—O8	2.25 (7)
As1—O1	1.671 (3)	Na2—O8 <sup>xi</sup>	2.29 (7)
As1—O3	1.695 (3)	Na2—O2 <sup>xi</sup>	2.43 (7)
As1—O7	1.765 (3)	Na2—O2	2.47 (7)
As2—O8	1.630 (3)	Na3—O8	2.204 (8)
As2—O5 <sup>v</sup>	1.679 (3)	Na3—O8 <sup>xii</sup>	2.226 (7)
As2—O4 <sup>vi</sup>	1.695 (3)	Na3—O9 <sup>xiii</sup>	2.329 (8)
As2—07	1.772 (3)	Na3—O9 <sup>xiv</sup>	2.398 (8)
Na1—O1 <sup>vii</sup>	2.374 (3)	Na3—O2 <sup>xi</sup>	2.726 (5)
O9—Mo1—O6 <sup>i</sup>	103.00 (16)	O6 <sup>iv</sup> —Na1—O3 <sup>ix</sup>	131.68 (13)
O9—Mo1—O4 <sup>ii</sup>	95.67 (13)	O1 <sup>vii</sup> —Na1—O5 <sup>x</sup>	81.05 (10)
O6 <sup>i</sup> —Mo1—O4 <sup>ii</sup>	97.55 (13)	O2 <sup>viii</sup> —Na1—O5 <sup>x</sup>	103.30 (12)
O9—Mo1—O3 <sup>iii</sup>	95.80 (14)	O6 <sup>iv</sup> —Na1—O5 <sup>x</sup>	70.98 (10)
O6 <sup>i</sup> —Mo1—O3 <sup>iii</sup>	99.37 (13)	O3 <sup>ix</sup> —Na1—O5 <sup>x</sup>	142.44 (11)
O4 <sup>ii</sup> —Mo1—O3 <sup>iii</sup>	156.85 (11)	O1 <sup>vii</sup> —Na1—O5	61.30 (10)
O9—Mo1—O1 <sup>ii</sup>	94.41 (14)	O2 <sup>viii</sup> —Na1—O5	74.79 (10)
O6 <sup>i</sup> —Mo1—O1 <sup>ii</sup>	162.57 (13)	O6 <sup>iv</sup> —Na1—O5	166.71 (13)
O4 <sup>ii</sup> —Mo1—O1 <sup>ii</sup>	79.62 (11)	O3 <sup>ix</sup> —Na1—O5	58.68 (9)
O3 <sup>iii</sup> —Mo1—O1 <sup>ii</sup>	79.51 (11)	O5 <sup>x</sup> —Na1—O5	95.82 (10)
O9—Mo1—O5 <sup>iv</sup>	167.51 (13)	O1 <sup>vii</sup> —Na1—O7 <sup>ix</sup>	91.68 (11)
$O6^{i}$ —Mo1— $O5^{iv}$	89.03 (13)	O2 <sup>viii</sup> —Na1—O7 <sup>ix</sup>	106.75 (11)
O4 <sup>ii</sup> —Mo1—O5 <sup>iv</sup>	85.92 (10)	O6 <sup>iv</sup> —Na1—O7 <sup>ix</sup>	79.20 (11)
O3 <sup>iii</sup> —Mo1—O5 <sup>iv</sup>	78.69 (11)	O3 <sup>ix</sup> —Na1—O7 <sup>ix</sup>	53.88 (8)
O1 <sup>ii</sup> —Mo1—O5 <sup>iv</sup>	73.65 (10)	O5 <sup>x</sup> —Na1—O7 <sup>ix</sup>	143.06 (10)
O2—As1—O1	117.26 (14)	O5—Na1—O7 <sup>ix</sup>	112.34 (10)
O2—As1—O3	118.35 (14)	O8—Na2—O8 <sup>xi</sup>	171 (3)
O1—As1—O3	108.81 (14)	O8—Na2—O2 <sup>xi</sup>	94 (3)
O2—As1—O7	108.54 (13)	O8 <sup>xi</sup> —Na2—O2 <sup>xi</sup>	86 (2)
O1—As1—O7	102.82 (14)	O8—Na2—O2	86 (2)

O3—As1—O7	98.11 (13)	O8 <sup>xi</sup> —Na2—O2	92 (2)
O8—As2—O5 <sup>v</sup>	118.50 (14)	O2 <sup>xi</sup> —Na2—O2	171 (2)
O8—As2—O4 <sup>vi</sup>	111.47 (13)	O8—Na3—O8 <sup>xii</sup>	163.26 (19)
$O5^{v}$ —As2—O4 <sup>vi</sup>	110.97 (13)	O8—Na3—O9 <sup>xiii</sup>	86.1 (3)
O8—As2—O7	108.19 (15)	O8 <sup>xii</sup> —Na3—O9 <sup>xiii</sup>	93.4 (3)
O5 <sup>v</sup> —As2—O7	103.27 (13)	O8—Na3—O9 <sup>xiv</sup>	92.1 (3)
O4 <sup>vi</sup> —As2—O7	102.88 (13)	O8 <sup>xii</sup> —Na3—O9 <sup>xiv</sup>	83.9 (3)
O1 <sup>vii</sup> —Na1—O2 <sup>viii</sup>	136.07 (13)	O9 <sup>xiii</sup> —Na3—O9 <sup>xiv</sup>	164.40 (18)
O1 <sup>vii</sup> —Na1—O6 <sup>iv</sup>	113.49 (12)	O8—Na3—O2 <sup>xi</sup>	87.3 (2)
O2 <sup>viii</sup> —Na1—O6 <sup>iv</sup>	109.05 (13)	O8 <sup>xii</sup> —Na3—O2 <sup>xi</sup>	108.3 (2)
O1 <sup>vii</sup> —Na1—O3 <sup>ix</sup>	62.93 (10)	O9 <sup>xiii</sup> —Na3—O2 <sup>xi</sup>	70.52 (19)
O2 <sup>viii</sup> —Na1—O3 <sup>ix</sup>	96.18 (11)	O9 <sup>xiv</sup> —Na3—O2 <sup>xi</sup>	124.9 (2)

Symmetry codes: (i) *x*-1, *y*, *z*; (ii) *x*, *y*, *z*-1; (iii) *x*, -*y*+3/2, *z*-1/2; (iv) -*x*+1, -*y*+1, -*z*+1; (v) *x*, *y*+1, *z*; (vi) *x*+1, *y*, *z*; (vii) -*x*+1, -*y*+1, -*z*+2; (viii) *x*, *y*-1, *z*; (ix) -*x*+1, *y*-1/2, -*z*+3/2; (x) -*x*+1, -*y*, -*z*+2; (xi) -*x*+1, -*y*+2, -*z*+1; (xii) -*x*+2, -*y*+2, -*z*+1; (xiii) -*x*+1, *y*+1/2, -*z*+1/2; (xiv) *x*+1, -*y*+3/2, *z*+1/2.