

Acta Crystallographica Section E

Structure Reports

Online

ISSN 1600-5368

LiNa₅Mo₉O₃₀

Hamadi Hamza, Ines Ennajeh, Mohamed Faouzi Zid* and Ahmed Driss

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

Received 25 September 2012; accepted 6 October 2012

Key indicators: single-crystal X-ray study; $T = 298$ K; mean $\sigma(\text{Mo}-\text{O}) = 0.007$ Å; R factor = 0.035; wR factor = 0.096; data-to-parameter ratio = 12.9.

The tite compound, lithium pentasodium nonamolybdate, LiNa₅Mo₉O₃₀, was synthesized by solid-state reaction. The three-dimensional [Mo₉O₃₀]⁶⁻ framework is built up from MoO₆ octahedra and MoO₅ bipyramids, linked together by edges and corners. The framework delimits two types of intersecting tunnels running along [100] and [010] in which the Na⁺ and Li⁺ ions are located. The asymmetric unit contains one Mo, one Na and one Li site located on a twofold rotation axis. The crystal studied was a racemic twin with site a twin ratio of 0.51 (10):0.49 (10). Relationships between the structures of K₂Mo₃O₁₀, K₂Mo₄O₁₃, Cs₂Mo₇O₂₂, Na₆Mo₁₀O₃₃ and Na₆Mo₁₁O₃₆ compounds are discussed.

Related literature

For background to the physico-chemical properties of related compounds, see: Mizushima *et al.* (1980); Thackeray *et al.* (1984); Dahn *et al.* (1991); Tarascon *et al.* (1991); Kanno *et al.* (1994); Yuh *et al.* (1995); Broussely *et al.* (1995); Capitaine *et al.* (1996); Delmas *et al.* (1999); Bruce *et al.* (1999); Guilnard *et al.* (2003). For similar structure types, see: Caillet (1967); Seleborg (1967); Gatehouse *et al.* (1983). For background to their electronic properties, see: Aranda *et al.* (1992); Nguyen & Sleight, (1996); Daidouh *et al.* (1997); Ouerfelli *et al.* (2007). For details of structural relationships between these compounds, see: Gatehouse & Leverett (1968); Gatehouse & Miskin (1975); Eda *et al.* (2004). For the preparation, see: Bramnik & Ehrenberg (2004). For bond-valence sums, see: Brown & Altermatt (1985).

Experimental

Crystal data

LiMo₉Na₅O₃₀
 $M_r = 1465.35$
Orthorhombic, *Fdd2*
 $a = 7.1927$ (8) Å
 $b = 37.159$ (4) Å
 $c = 17.925$ (2) Å

$V = 4791.0$ (9) Å³
 $Z = 8$
Mo $K\alpha$ radiation
 $\mu = 4.77$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
0.30 × 0.20 × 0.10 mm

Data collection

Enraf–Nonius CAD-4
diffractometer
Absorption correction: ψ scan
(North *et al.*, 1968)
 $T_{\min} = 0.31$, $T_{\max} = 0.61$
3006 measured reflections

2605 independent reflections
2579 reflections with $I > 2\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0.035$
2 standard reflections every 120 min
intensity decay: 2.3%

Refinement

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.035$
 $wR(F^2) = 0.096$
 $S = 1.13$
2605 reflections
202 parameters
1 restraint

$\Delta\rho_{\max} = 1.55$ e Å⁻³
 $\Delta\rho_{\min} = -1.65$ e Å⁻³
Absolute structure: Flack (1983),
1259 Fridel pairs
Flack parameter: 0.51 (10)

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, 1999).

Supplementary data and figures for this paper are available from the IUCr electronic archives (Reference: VN2054).

References

- Aranda, M. A. G., Attfield, J. P., Bruque, S. & Martinez-Lara, M. (1992). *Inorg. Chem.* **31**, 1045–1049.
Bramnik, K. G. & Ehrenberg, H. (2004). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **630**, 1336–1341.
Brandenburg, K. (1998). *DIAMOND*. University of Bonn, Germany.
Broussely, M., Pertion, F., Biensan, P., Bodet, J. M., Labat, J., Lecerf, A., Delmas, C., Rougier, A. & Pérès, J. P. (1995). *J. Power Sources*, **54**, 109–114.
Brown, I. D. & Altermatt, D. (1985). *Acta Cryst.* **B41**, 244–247.
Bruce, P. G., Armstrong, A. R. & Gitzdanner, R. L. (1999). *J. Mater. Chem.* **9**, 193–198.
Caillet, P. (1967). *Bull. Soc. Chim. Fr.* pp. 4750–4757.
Capitaine, F., Graverau, P. & Delmas, C. (1996). *Solid State Ionics*, **89**, 197–202.
Dahn, J. R., von Sacken, U., Juzkow, M. W. & Al-Janaby, H. (1991). *J. Electrochem. Soc.* **138**, 2207–2211.
Daidouh, A., Veiga, M. L. & Pico, C. (1997). *J. Solid State Chem.* **130**, 28–34.
Delmas, C., Ménétrier, M., Croguennec, L., Saadoun, I., Rougier, A., Pouillier, C., Prado, G., Grüne, M. & Fournès, L. (1999). *Electrochim. Acta*, **45**, 243–253.
Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
Eda, K., Chin, K., Sotani, N. & Wittingham, M. S. (2004). *J. Solid State Chem.* **177**, 916–921.
Farrugia, L. J. (1999). *J. Appl. Cryst.* **32**, 837–838.
Flack, H. D. (1983). *Acta Cryst.* **A39**, 876–881.
Gatehouse, B. M., Jenkins, C. E. & Miskin, B. K. (1983). *J. Solid State Chem.* **46**, 269–274.
Gatehouse, B. M. & Leverett, P. (1968). *J. Chem. Soc. A*, pp. 1293–1298.
Gatehouse, B. M. & Miskin, B. K. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 1293–1299.
Guilmard, M., Croguennec, L. & Delmas, C. (2003). *Chem. Mater.* **15**, 4484–4493.
Harms, K. & Wocadlo, S. (1995). *XCAD4*. University of Marburg, Germany.
Kanno, R., Kubo, H., Kawamoto, Y., Kamiyama, T., Izumi, F., Takeda, Y. & Takano, M. (1994). *J. Solid State Chem.* **110**, 216–225.
Macíček, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.
Mizushima, K., Jones, P. C., Wiseman, P. J. & Goodenough, J. B. (1980). *Mater. Res. Bull.* **15**, 783–789.
Nguyen, P. T. & Sleight, A. W. (1996). *J. Solid State Chem.* **122**, 259–265.
North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.

- Ouerfelli, N., Guesmi, A., Molinié, P., Mazza, D., Zid, M. F. & Driss, A. (2007). *J. Solid State Chem.* **180**, 2942–2949.
- Seleborg, M. (1967). *Acta Chem. Scand.* **21**, 499–504.
- Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst.* **A64**, 112–122.
- Tarascon, J. M., Wang, E., Shokoohi, F. K., McKinnon, W. R. & Colson, S. (1991). *J. Electrochem. Soc.* **138**, 2859–2864.
- Thackeray, M. M., Johnson, P. J., De Picciotto, L. A., Bruce, P. G. & Goodenough, J. B. (1984). *Mater. Res. Bull.* **19**, 179–187.
- Yuh, C., Johnsen, R., Farooque, M. & Maru, H. (1995). *J. Power Sources*, **B56**, 1–10.

supporting information

Acta Cryst. (2012). E68, i80–i81 [doi:10.1107/S1600536812041876]

LiNa₅Mo₉O₃₀**Hamadi Hamza, Ines Ennajeh, Mohamed Faouzi Zid and Ahmed Driss****S1. Comment**

Les matériaux à structure ouverte, en particulier les oxydes mixtes à cations monovalents, constituent un vaste domaine de recherche dans lequel travaille actuellement un grand nombre de laboratoires dans le monde. Ces matériaux présentent des propriétés physiques intéressantes tels que la conductivité ionique (Daidouh *et al.*, 1997), échange d'ions (Aranda *et al.*, 1992), magnétiques (Ouerfelli *et al.*, 2007) ou parfois catalytique (Nguyen & Sleight, 1996). La découverte des batteries de type Li-ion rechargeable tel que les batteries à base de LiCoO₂ (Yuh *et al.*, 1995) a encouragé la recherche dans cet axe, en raison de leur forte densité énergétique, faible coût des matières premières et respect de l'environnement et de sécurité. Néanmoins, plusieurs travaux s'intéressent à remplacer l'oxyde LiCoO₂ par d'autres permettant un meilleur fonctionnement de la batterie telques les matériaux Li_xMO₂ ($M = \text{Mn, Fe, Co, Ni}$) (Broussely *et al.*, 1995; Mizushima *et al.*, 1980; Kanno *et al.*, 1994), LiMn₂O₄ (Thackeray *et al.*, 1984; Tarascon *et al.*, 1991), LiNiO₂ (Guilmard *et al.*, 2003; Dahn *et al.*, 1991), LiNi_{1-y}M_yO₂ ($M = \text{Co, Fe}$) (Delmas *et al.*, 1999) et LiMnO₂ (Capitaine *et al.*, 1996; Bruce *et al.*, 1999) qui ont pris un grand intérêt dans la réalisation des générateurs électrochimiques de haute densité d'énergie. Dans ce cadre, on a essayé d'une part, d'explorer le système Li₂O–Na₂O–MoO₃ et d'autre part d'augmenter la mobilité des ions monovalents dans les composés rencontrés dans la littérature Na₆Mo₁₁O₃₆ (Bramnik & Ehrenberg, 2004), Na₆Mo₁₀O₃₃ (Gatehouse *et al.*, 1983), Na₂Mo₃O₁₀ et Na₂Mo₅O₁₆ (Caillet, 1967), Na₂Mo₂O₇ (Seleborg, 1967) en substituant l'ion sodium par le lithium de taille plus faible. Ceci nous a conduit à la synthèse, par réaction à l'état solide, d'un nouveau molybdène oxyde double de sodium et de lithium de formulation LiNa₅Mo₉O₃₀. L'unité asymétrique est construite par deux groupements identiques Mo₄O₁₇ reliés par mise en commun d'arêtes à un octaèdre MoO₆ (Fig. 1). Dans ces derniers clusters Mo₄O₁₇ trois octaèdres MoO₆ se connectent au moyen d'une bipyramide trigonale MoO₅ (Fig. 1). En effet, dans la charpente anionique chaque unité structurale Mo₉O₃₀ se lie respectivement à quatre identiques par partage d'une arête et d'un sommet (Fig. 2). Il en résulte une charpente tridimensionnelle possédant des canaux, parallèles à la direction [100] (Fig. 3), où se situent les cations monovalents Li⁺ et Na⁺. La figure 4 montre l'emplacement de ces derniers en face des polyèdres et non en face des fenêtres disposées selon [010]. Les valeurs des charges des ions (BVS) dans la structure ont été calculées moyennant la formule empirique de Brown (Brown & Altermatt, 1985). Le résultat final: Mo1(5.93), Mo2(6.12), Mo3(6.04), Mo4(6.15), Mo5(6.27), Na1(1.21), Na2(1.13), Na3(1.15), et Li1(1.05) confirme bien les degrés d'oxydation des différents ions dans la phase étudiée. Une étude comparative de notre matériau avec des travaux antérieurs révèle une filiation structurale et un lien de parenté à celles de K₂Mo₃O₁₀ (Eda *et al.*, 2004), K₂Mo₄O₁₃ (Gatehouse & Leverett, 1968), Cs₂Mo₇O₂₂ (Gatehouse & Miskin, 1975), Na₆Mo₁₀O₃₃ et Na₆Mo₁₁O₃₆ (Bramnik & Ehrenberg, 2004) qui peut être considéré comme un dérivé de la structure d'anatase. En effet, les octèdres MoO₆ et les pyramides MoO₅ se connectent dans K₂Mo₃O₁₀ pour former des chaînes ondulées se propageant selon la direction [001] (Fig. 5a). Ils s'associent dans la charpente anionique unidimensionnelle (one-dimensional) de K₂Mo₄O₁₃ pour conduire à des rubans disposés selon [010] (Fig. 5 b). Une disposition en dents de scie de ces polyèdres dans la charpente anionique bidimensionnelle (two-dimensional) de Cs₂Mo₇O₂₂ conduit à des couches orientées parallèlement au plan (100) (Fig. 5c).

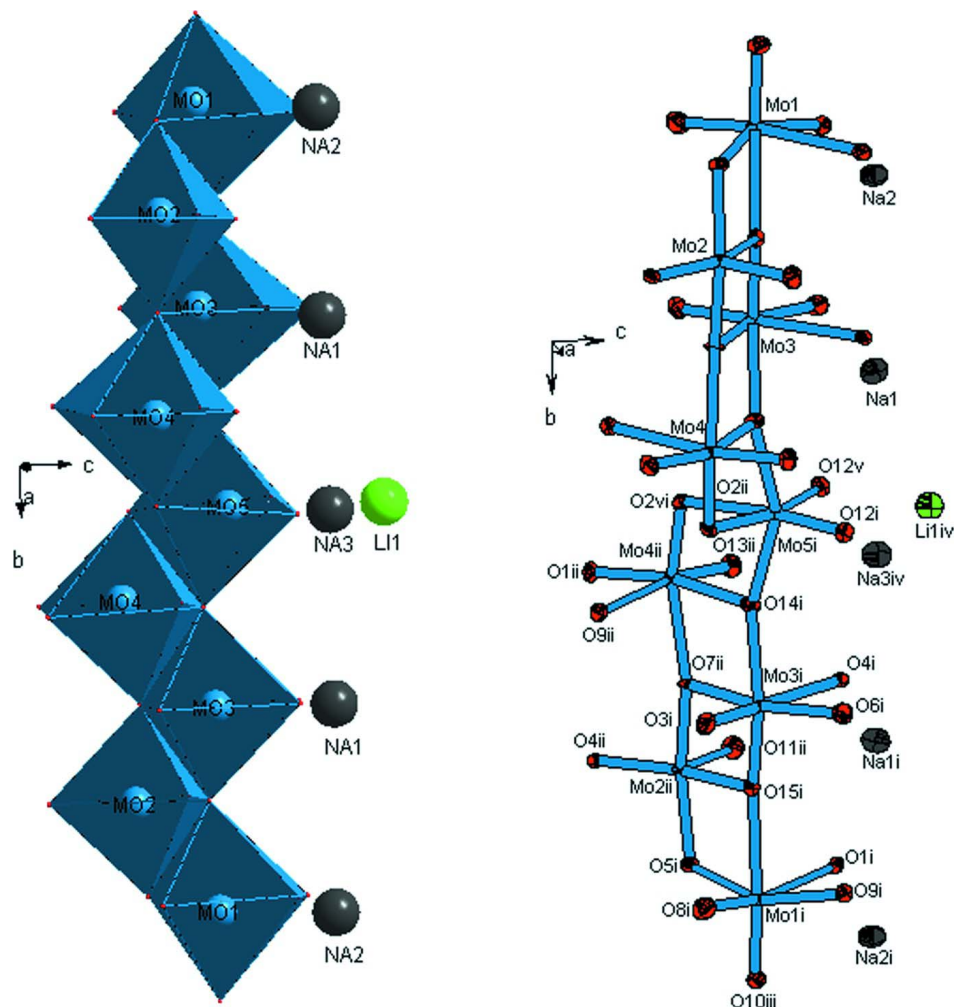
La cohésion entre octèdres MoO₆ et pyramides MoO₅ par mise en commun d'arêtes et de sommets peut engendrer de différentes structures à charpente tridimensionnelles (three-dimensional) rencontrées dans les matériaux de formulation Na₆Mo₁₀O₃₃, Na₆Mo₁₁O₃₆ et aussi dans notre composé LiNa₅Mo₉O₃₀.

S2. Experimental

Dans le but de substituer l'ion Na⁺ par Li⁺ dans Na₆Mo₁₁O₃₆ (Bramnik & Ehrenberg, 2004), un mélange a été réalisé dans les rapports molaires Li:Na:Mo égaux à 1:5:11 à partir des réactifs solides LiNO₃ (Fluka, 62575), NaCO₃ (Fluka, 71350) et (NH₄)₂Mo₄O₁₃ (Fluka, 69858). Il a été finement broyé et préchauffé à l'air à 573 K pendant une nuit. Après refroidissement et broyage, la préparation est portée, proche de la fusion pour favoriser la germination et la croissance des cristaux, à 858 K pendant deux jours. le résidu final est refroidi lentement (5 K/jour) dans un intervalle de 50 degrés puis rapide 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

À la fin des premiers cycles d'affinement un examen de la Fourier-différence finale révèle la présence d'un pic d'intensité faible situé à des distances interatomique des atomes d'oxygène correspondant bien au lithium mais ayant une agitation thermique variable. L'utilisation d'un facteur thermique isotrope pour l'ion O15 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 0.82 Å de O11 et à 0.86 Å de Mo2.


Figure 1

Unité *asymétrique* dans LiNa₅Mo₉O₃₀. Les éllipsoïdes ont été définis avec 50% de probabilité. [Code de symétrie: (i) $1/4 + x, 3/4 - y, 3/4 + z$; (ii) $x, 1/2 + y, 1/2 + z$; (iii) $x - 1/4, 3/4 - y, 1/4 + z$; (iv) $1/2 + x, 1/2 + y, 1 + z$; (v) $3/4 - x, 1/4 + y, 3/4 + z$; (vi) $1 - x, 1/2 - y, 1/2 + z$].

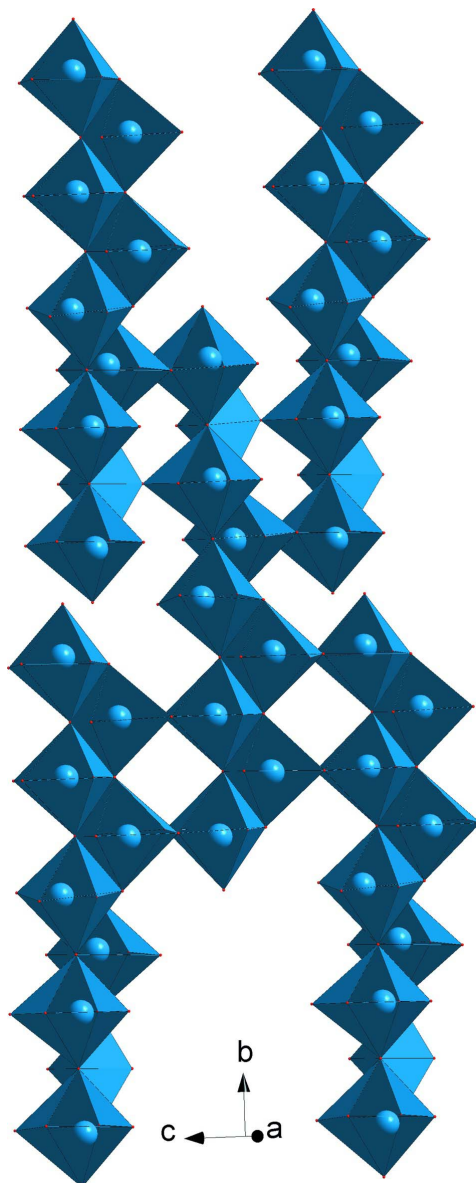
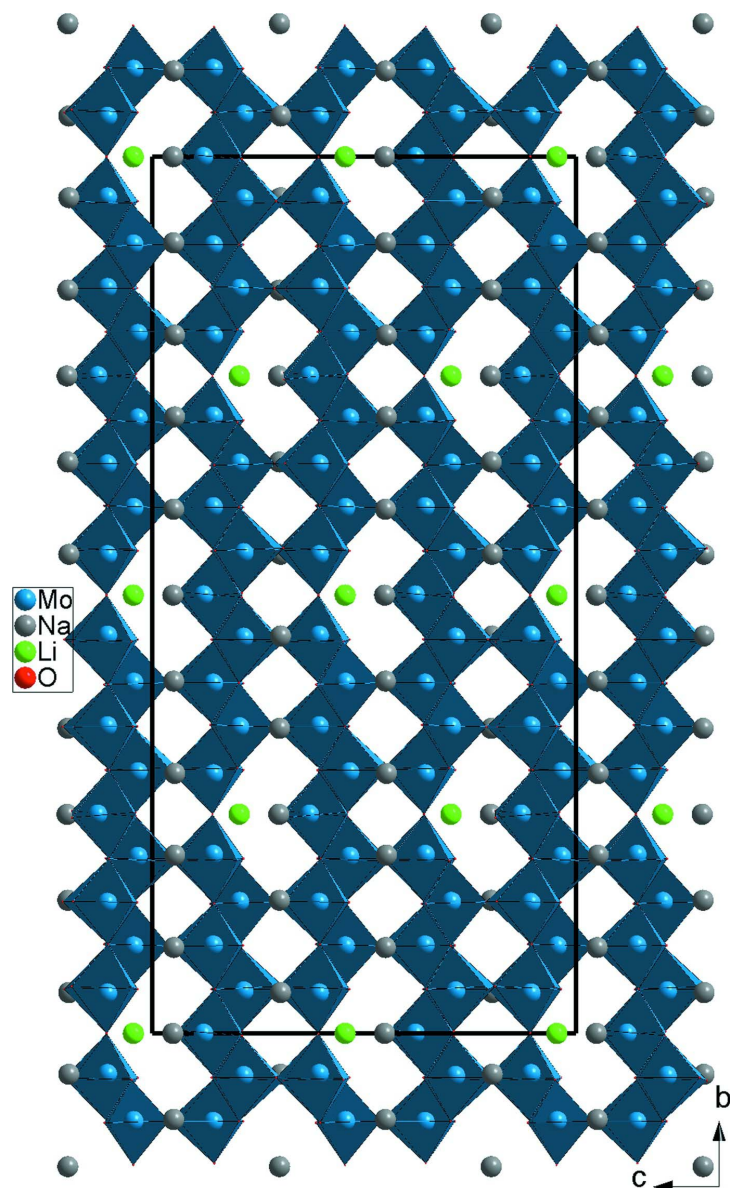


Figure 2

Jonction des unités Mo₉O₃₀ dans la charpente anionique de LiNa₅Mo₉O₃₀, selon **a**.

**Figure 3**

Projection de la structure de $\text{LiNa}_5\text{Mo}_9\text{O}_{30}$, selon **a**, mettant en évidence les canaux où logent les cations Na^+ .

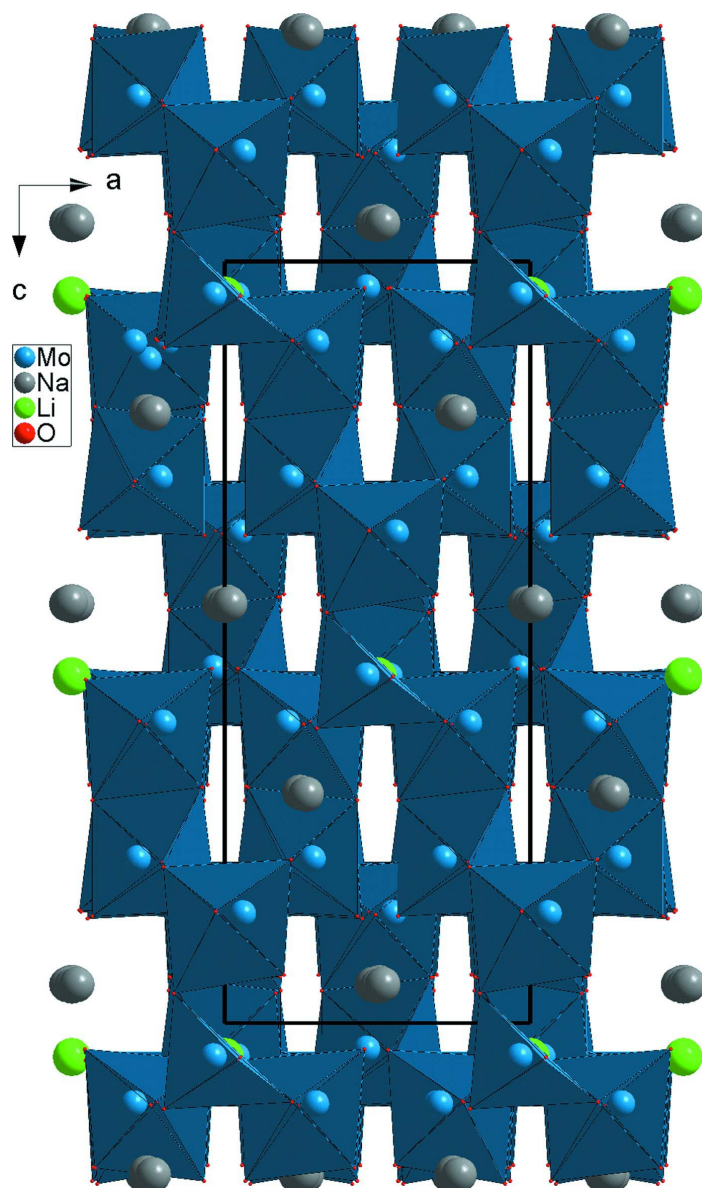
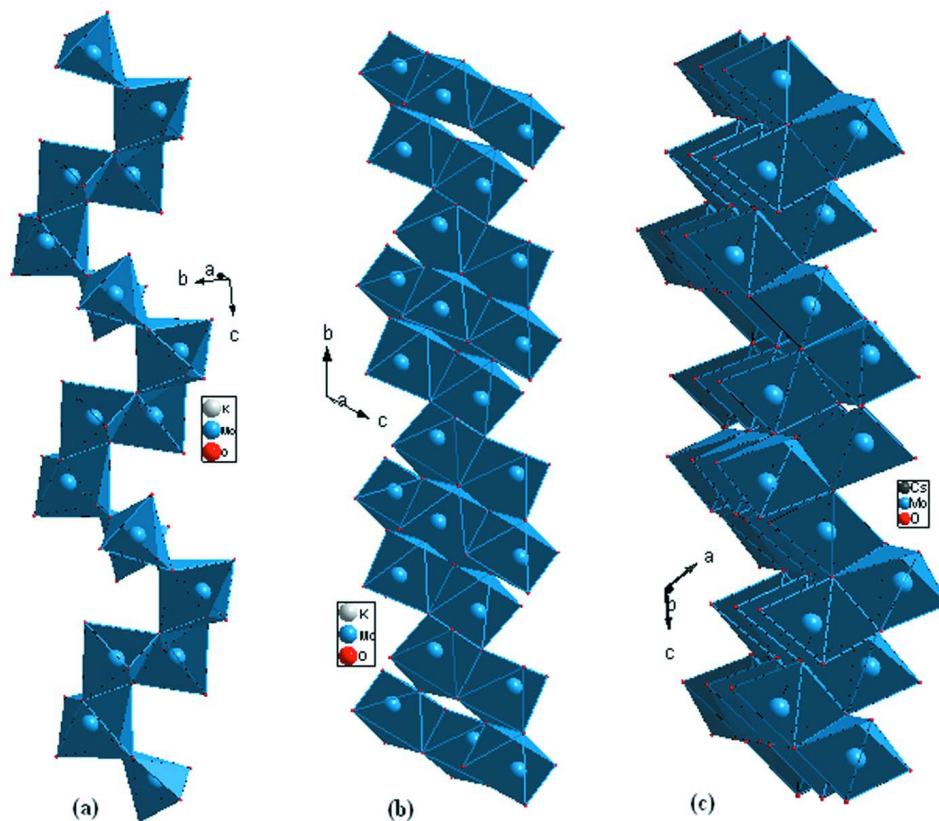


Figure 4

Projection de la structure de $\text{LiNa}_5\text{Mo}_9\text{O}_{30}$, selon la direction $[010]$, montrant l'emplacement des cations monovalents.


Figure 5

(a) Chaînes ondulées dans $K_2Mo_3O_{10}$, (b) Rubans dans $K_2Mo_4O_{13}$, (c) Couches dans $Cs_2Mo_7O_{22}$.

Lithium pentasodium nonamolybdate

Crystal data

$LiMo_9Na_5O_{30}$

$M_r = 1465.35$

Orthorhombic, $Fdd2$

Hall symbol: $F 2 -2d$

$a = 7.1927 (8) \text{ \AA}$

$b = 37.159 (4) \text{ \AA}$

$c = 17.925 (2) \text{ \AA}$

$V = 4791.0 (9) \text{ \AA}^3$

$Z = 8$

$F(000) = 5408$

$D_x = 4.063 \text{ Mg m}^{-3}$

Mo $K\alpha$ radiation, $\lambda = 0.71073 \text{ \AA}$

Cell parameters from 25 reflections

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

$\mu = 4.77 \text{ mm}^{-1}$

$T = 298 \text{ K}$

Prism, yellow

$0.30 \times 0.20 \times 0.10 \text{ mm}$

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)

$T_{\min} = 0.31$, $T_{\max} = 0.61$

3006 measured reflections

2605 independent reflections

2579 reflections with $I > 2\sigma(I)$

$R_{\text{int}} = 0.035$

$\theta_{\max} = 27.0^\circ$, $\theta_{\min} = 2.2^\circ$

$h = -9 \rightarrow 1$

$k = -1 \rightarrow 47$

$l = -22 \rightarrow 22$

2 standard reflections every 120 min

intensity decay: 2.3%

Refinement

Refinement on F^2

Least-squares matrix: full

$R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.035$

$wR(F^2) = 0.096$

$S = 1.13$

2605 reflections

202 parameters

1 restraint

Primary atom site location: structure-invariant
direct methods

Secondary atom site location: difference Fourier
map

$$w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.064P)^2 + 107.1435P]$$

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

$$(\Delta/\sigma)_{\max} = 0.003$$

$$\Delta\rho_{\max} = 1.55 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$$

$$\Delta\rho_{\min} = -1.65 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$$

Extinction correction: *SHELXL*,

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

Extinction coefficient: 0.000262 (18)

Absolute structure: Flack (1983), 1259 Fridel
pairs

Absolute structure parameter: 0.51 (10)

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)

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$
Mo1	0.29758 (9)	0.045998 (17)	0.10592 (3)	0.00887 (17)
Mo2	0.21226 (10)	0.150362 (15)	0.29407 (3)	0.00799 (17)
Mo3	0.30801 (11)	0.149366 (14)	0.10618 (4)	0.00796 (16)
Mo4	0.21380 (9)	0.048223 (16)	0.28412 (3)	0.00822 (17)
Mo5	0.2500	0.2500	0.12906 (7)	0.0084 (2)
Na1	0.7664 (7)	0.15195 (10)	0.1994 (3)	0.0243 (8)
Na2	0.7455 (7)	0.04660 (9)	0.1970 (3)	0.0217 (7)
Na3	0.5000	0.0000	-0.0485 (4)	0.0268 (11)
Li1	0.0000	0.0000	0.0442 (13)	0.027 (5)
O1	0.0671 (12)	0.05040 (18)	0.2076 (4)	0.0148 (16)
O2	0.7058 (9)	-0.00250 (17)	0.2884 (4)	0.0115 (13)
O3	0.4672 (11)	0.14957 (17)	0.0356 (7)	0.0172 (16)
O4	0.0839 (12)	0.15022 (16)	0.2111 (4)	0.0136 (14)
O5	0.0454 (10)	0.05306 (15)	0.0490 (4)	0.0118 (13)
O6	0.4433 (11)	0.15057 (18)	0.1869 (4)	0.0158 (17)
O7	0.2996 (10)	0.10005 (14)	0.2950 (4)	0.0120 (14)
O8	0.4585 (12)	0.05059 (17)	0.0345 (6)	0.0201 (17)
O9	0.4246 (11)	0.05372 (18)	0.1904 (3)	0.0106 (13)
O10	0.7429 (11)	0.0003 (2)	0.6076 (5)	0.0194 (14)
O11	0.0513 (11)	0.14798 (17)	0.3632 (6)	0.0172 (17)
O12	0.4310 (10)	0.2463 (2)	0.1896 (4)	0.0162 (14)
O13	0.0668 (12)	0.05040 (16)	0.3598 (5)	0.0169 (14)
O14	0.2252 (9)	0.19936 (15)	0.1018 (5)	0.0140 (14)

O15 0.2204 (8) 0.10175 (16) 0.1040 (5) 0.0120 (13)*

Atomic displacement parameters (Å²)

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{12}	U^{13}	U^{23}
Mo1	0.0116 (3)	0.0054 (3)	0.0096 (3)	0.0007 (2)	-0.0008 (2)	-0.0001 (2)
Mo2	0.0108 (3)	0.0041 (3)	0.0090 (3)	0.00039 (19)	-0.0011 (2)	0.0003 (2)
Mo3	0.0109 (3)	0.0035 (3)	0.0095 (3)	-0.0002 (2)	-0.0018 (2)	0.0001 (2)
Mo4	0.0107 (3)	0.0048 (3)	0.0092 (3)	-0.0004 (2)	-0.0006 (2)	0.0001 (2)
Mo5	0.0140 (4)	0.0032 (4)	0.0079 (4)	-0.0019 (3)	0.000	0.000
Na1	0.0185 (18)	0.0236 (17)	0.0309 (19)	-0.0012 (15)	0.0031 (15)	-0.0018 (16)
Na2	0.0168 (16)	0.0188 (15)	0.0294 (18)	0.0012 (14)	0.0002 (14)	-0.0001 (17)
Na3	0.022 (2)	0.025 (3)	0.034 (3)	0.002 (2)	0.000	0.000
Li1	0.032 (12)	0.047 (15)	0.003 (9)	-0.007 (11)	0.000	0.000
O1	0.019 (4)	0.014 (3)	0.011 (3)	0.005 (3)	-0.007 (3)	0.000 (2)
O2	0.019 (3)	0.008 (3)	0.007 (3)	0.002 (2)	-0.001 (2)	0.001 (2)
O3	0.019 (3)	0.017 (3)	0.016 (4)	0.000 (2)	-0.001 (3)	0.004 (2)
O4	0.025 (4)	0.007 (3)	0.009 (3)	0.001 (2)	-0.003 (3)	-0.0006 (18)
O5	0.012 (3)	0.009 (3)	0.015 (3)	-0.001 (2)	-0.001 (3)	0.000 (2)
O6	0.015 (4)	0.016 (3)	0.016 (4)	0.002 (2)	-0.004 (3)	-0.001 (2)
O7	0.019 (3)	0.004 (3)	0.013 (3)	-0.001 (2)	-0.004 (3)	0.0008 (19)
O8	0.020 (3)	0.017 (3)	0.023 (4)	0.001 (3)	0.001 (3)	0.003 (3)
O9	0.009 (3)	0.011 (3)	0.012 (3)	-0.001 (2)	0.000 (2)	-0.001 (2)
O10	0.023 (3)	0.014 (3)	0.021 (3)	0.007 (2)	-0.011 (4)	-0.004 (3)
O11	0.019 (4)	0.020 (3)	0.013 (5)	0.003 (2)	0.006 (3)	-0.002 (3)
O12	0.021 (3)	0.016 (3)	0.012 (3)	0.001 (3)	-0.002 (3)	0.003 (2)
O13	0.018 (3)	0.020 (3)	0.013 (3)	0.000 (2)	0.007 (3)	-0.002 (3)
O14	0.016 (3)	0.006 (3)	0.020 (3)	-0.002 (2)	0.000 (3)	-0.003 (2)

Geometric parameters (Å, °)

Mo1—O8	1.735 (10)	Mo5—O2 ^{vi}	2.200 (8)
Mo1—O10 ⁱ	1.743 (8)	Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	2.200 (8)
Mo1—O9	1.792 (7)	Na1—O4 ^{vii}	2.294 (9)
Mo1—O5	2.098 (7)	Na1—O6	2.336 (9)
Mo1—O15	2.145 (6)	Na1—O8 ⁱⁱ	2.369 (9)
Mo1—O1	2.469 (8)	Na1—O13 ^{viii}	2.417 (8)
Mo2—O11	1.698 (10)	Na1—O11 ^{viii}	2.427 (9)
Mo2—O4	1.750 (8)	Na1—O3 ⁱⁱ	2.486 (11)
Mo2—O5 ⁱⁱ	1.833 (6)	Na2—O1 ^{vii}	2.326 (10)
Mo2—O7	1.973 (6)	Na2—O9	2.326 (9)
Mo2—O15 ⁱⁱ	2.147 (7)	Na2—O10 ^{ix}	2.370 (9)
Mo3—O3	1.707 (11)	Na2—O2	2.468 (8)
Mo3—O6	1.744 (7)	Na2—O3 ⁱⁱ	2.562 (9)
Mo3—O15	1.879 (6)	Na2—O11 ^{viii}	2.581 (10)
Mo3—O14	1.953 (6)	Na3—O12 ⁱⁱⁱ	2.309 (7)
Mo3—O7 ⁱⁱⁱ	2.158 (7)	Na3—O12 ^x	2.309 (7)
Mo3—O4	2.478 (8)	Na3—O8 ^{iv}	2.416 (10)

Mo4—O13	1.722 (9)	Na3—O8	2.416 (10)
Mo4—O1	1.732 (8)	Na3—O13 ^{xi}	2.537 (9)
Mo4—O2 ^{iv}	1.796 (6)	Na3—O13 ^{xii}	2.537 (9)
Mo4—O7	2.032 (6)	Li1—O5	2.000 (6)
Mo4—O14 ⁱⁱ	2.239 (7)	Li1—O5 ^{xiii}	2.000 (6)
Mo4—O9	2.271 (7)	Li1—O10 ⁱ	2.084 (15)
Mo5—O12	1.700 (7)	Li1—O10 ^{xii}	2.084 (15)
Mo5—O12 ^v	1.700 (7)	Li1—O12 ^{xiv}	2.29 (2)
Mo5—O14 ^v	1.952 (6)	Li1—O12 ⁱⁱⁱ	2.29 (2)
Mo5—O14	1.952 (6)		
O8—Mo1—O10 ⁱ	105.0 (4)	O12—Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	87.7 (3)
O8—Mo1—O9	105.6 (4)	O12 ^v —Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	169.4 (3)
O10 ⁱ —Mo1—O9	104.9 (3)	O14 ^v —Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	73.3 (3)
O8—Mo1—O5	101.8 (4)	O14—Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	85.2 (3)
O10 ⁱ —Mo1—O5	86.3 (3)	O2 ^{vi} —Mo5—O2 ⁱⁱⁱ	84.8 (4)
O9—Mo1—O5	146.3 (3)	O4 ^{vii} —Na1—O6	177.1 (3)
O8—Mo1—O15	93.8 (3)	O4 ^{vii} —Na1—O8 ⁱⁱ	97.9 (3)
O10 ⁱ —Mo1—O15	152.0 (3)	O6—Na1—O8 ⁱⁱ	84.4 (3)
O9—Mo1—O15	89.5 (3)	O4 ^{vii} —Na1—O13 ^{viii}	86.1 (3)
O5—Mo1—O15	69.4 (2)	O6—Na1—O13 ^{viii}	95.8 (3)
O8—Mo1—O1	170.6 (3)	O8 ⁱⁱ —Na1—O13 ^{viii}	84.8 (2)
O10 ⁱ —Mo1—O1	84.3 (3)	O4 ^{vii} —Na1—O11 ^{viii}	86.2 (3)
O9—Mo1—O1	73.0 (3)	O6—Na1—O11 ^{viii}	91.4 (3)
O5—Mo1—O1	76.7 (3)	O8 ⁱⁱ —Na1—O11 ^{viii}	175.7 (4)
O15—Mo1—O1	76.9 (2)	O13 ^{viii} —Na1—O11 ^{viii}	97.0 (4)
O11—Mo2—O4	105.0 (4)	O4 ^{vii} —Na1—O3 ⁱⁱ	93.6 (3)
O11—Mo2—O5 ⁱⁱ	103.7 (3)	O6—Na1—O3 ⁱⁱ	84.3 (3)
O4—Mo2—O5 ⁱⁱ	102.4 (3)	O8 ⁱⁱ —Na1—O3 ⁱⁱ	98.5 (4)
O11—Mo2—O7	99.3 (3)	O13 ^{viii} —Na1—O3 ⁱⁱ	176.7 (4)
O4—Mo2—O7	99.9 (3)	O11 ^{viii} —Na1—O3 ⁱⁱ	79.7 (2)
O5 ⁱⁱ —Mo2—O7	142.2 (3)	O1 ^{vii} —Na2—O9	169.8 (3)
O11—Mo2—O15 ⁱⁱ	102.9 (4)	O1 ^{vii} —Na2—O10 ^{ix}	93.7 (3)
O4—Mo2—O15 ⁱⁱ	151.8 (3)	O9—Na2—O10 ^{ix}	94.8 (3)
O5 ⁱⁱ —Mo2—O15 ⁱⁱ	74.2 (3)	O1 ^{vii} —Na2—O2	96.1 (3)
O7—Mo2—O15 ⁱⁱ	71.7 (2)	O9—Na2—O2	90.2 (3)
O3—Mo3—O6	103.9 (4)	O10 ^{ix} —Na2—O2	84.8 (2)
O3—Mo3—O15	102.3 (3)	O1 ^{vii} —Na2—O3 ⁱⁱ	88.9 (3)
O6—Mo3—O15	103.2 (3)	O9—Na2—O3 ⁱⁱ	82.2 (3)
O3—Mo3—O14	99.8 (3)	O10 ^{ix} —Na2—O3 ⁱⁱ	175.1 (4)
O6—Mo3—O14	100.3 (3)	O2—Na2—O3 ⁱⁱ	99.0 (4)
O15—Mo3—O14	142.5 (3)	O1 ^{vii} —Na2—O11 ^{viii}	81.0 (3)
O3—Mo3—O7 ⁱⁱⁱ	101.6 (4)	O9—Na2—O11 ^{viii}	92.0 (3)
O6—Mo3—O7 ⁱⁱⁱ	154.4 (3)	O10 ^{ix} —Na2—O11 ^{viii}	100.8 (3)
O15—Mo3—O7 ⁱⁱⁱ	73.2 (2)	O2—Na2—O11 ^{viii}	173.8 (3)
O14—Mo3—O7 ⁱⁱⁱ	73.0 (2)	O3 ⁱⁱ —Na2—O11 ^{viii}	75.5 (2)
O3—Mo3—O4	178.2 (4)	O12 ⁱⁱⁱ —Na3—O12 ^x	169.4 (5)
O6—Mo3—O4	74.5 (3)	O12 ⁱⁱⁱ —Na3—O8 ^{iv}	103.1 (3)

O15—Mo3—O4	79.0 (3)	O12 ^x —Na3—O8 ^{iv}	83.5 (3)
O14—Mo3—O4	79.6 (3)	O12 ⁱⁱⁱ —Na3—O8	83.5 (3)
O7 ⁱⁱⁱ —Mo3—O4	80.0 (3)	O12 ^x —Na3—O8	103.1 (3)
O13—Mo4—O1	104.3 (4)	O8 ^{iv} —Na3—O8	104.0 (5)
O13—Mo4—O2 ^{iv}	102.0 (3)	O12 ⁱⁱⁱ —Na3—O13 ^{xi}	94.8 (3)
O1—Mo4—O2 ^{iv}	105.9 (3)	O12 ^x —Na3—O13 ^{xi}	78.2 (3)
O13—Mo4—O7	93.8 (3)	O8 ^{iv} —Na3—O13 ^{xi}	161.8 (2)
O1—Mo4—O7	102.5 (3)	O8—Na3—O13 ^{xi}	81.24 (19)
O2 ^{iv} —Mo4—O7	142.6 (3)	O12 ⁱⁱⁱ —Na3—O13 ^{xii}	78.2 (3)
O13—Mo4—O14 ⁱⁱ	95.0 (4)	O12 ^x —Na3—O13 ^{xii}	94.8 (3)
O1—Mo4—O14 ⁱⁱ	159.8 (3)	O8 ^{iv} —Na3—O13 ^{xii}	81.24 (19)
O2 ^{iv} —Mo4—O14 ⁱⁱ	75.2 (3)	O8—Na3—O13 ^{xii}	161.8 (2)
O7—Mo4—O14 ⁱⁱ	69.8 (2)	O13 ^{xi} —Na3—O13 ^{xii}	99.3 (4)
O13—Mo4—O9	171.1 (3)	O5—Li1—O5 ^{xiii}	175.1 (14)
O1—Mo4—O9	79.5 (3)	O5—Li1—O10 ⁱ	80.5 (5)
O2 ^{iv} —Mo4—O9	84.4 (3)	O5 ^{xiii} —Li1—O10 ⁱ	96.8 (5)
O7—Mo4—O9	77.4 (3)	O5—Li1—O10 ^{xii}	96.8 (5)
O14 ⁱⁱ —Mo4—O9	80.6 (3)	O5 ^{xiii} —Li1—O10 ^{xii}	80.5 (5)
O12—Mo5—O12 ^v	100.7 (5)	O10 ⁱ —Li1—O10 ^{xii}	113.9 (12)
O12—Mo5—O14 ^v	99.7 (3)	O5—Li1—O12 ^{xiv}	100.8 (7)
O12 ^v —Mo5—O14 ^v	98.7 (3)	O5 ^{xiii} —Li1—O12 ^{xiv}	83.2 (5)
O12—Mo5—O14	98.7 (3)	O10 ⁱ —Li1—O12 ^{xiv}	157.6 (9)
O12 ^v —Mo5—O14	99.7 (3)	O10 ^{xii} —Li1—O12 ^{xiv}	88.3 (4)
O14 ^v —Mo5—O14	151.0 (5)	O5—Li1—O12 ⁱⁱⁱ	83.2 (5)
O12—Mo5—O2 ^{vi}	169.4 (3)	O5 ^{xiii} —Li1—O12 ⁱⁱⁱ	100.8 (7)
O12 ^v —Mo5—O2 ^{vi}	87.7 (3)	O10 ⁱ —Li1—O12 ⁱⁱⁱ	88.3 (4)
O14 ^v —Mo5—O2 ^{vi}	85.2 (3)	O10 ^{xii} —Li1—O12 ⁱⁱⁱ	157.6 (9)
O14—Mo5—O2 ^{vi}	73.3 (3)	O12 ^{xiv} —Li1—O12 ⁱⁱⁱ	69.8 (8)

Symmetry codes: (i) $x-1/2, y, z-1/2$; (ii) $x+1/4, -y+1/4, z+1/4$; (iii) $x-1/4, -y+1/4, z-1/4$; (iv) $-x+1, -y, z$; (v) $-x+1/2, -y+1/2, z$; (vi) $-x+3/4, y+1/4, z-1/4$; (vii) $x+1, y, z$; (viii) $x+3/4, -y+1/4, z-1/4$; (ix) $-x+3/2, -y, z-1/2$; (x) $-x+5/4, y-1/4, z-1/4$; (xi) $x+1/2, y, z-1/2$; (xii) $-x+1/2, -y, z-1/2$; (xiii) $-x, -y, z$; (xiv) $-x+1/4, y-1/4, z-1/4$.