

Structure cristalline de type alluaudite $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$

Rawia Nasri, Noura Fakhar Bourguiba* et Mohamed Faouzi Zid

Laboratoire de Matériaux et Cristalochimie, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 El Manar Tunis, Tunisie. *Correspondence e-mail: n.f.bourguiba@live.fr

Reçu le 24 novembre 2014
Accepté le 26 novembre 2014

Édité par I. D. Brown, McMaster University, Canada

Keywords: crystal structure; triple molybdate; alluaudite-type

CCDC reference: 1036131

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

A new triple molybdate, potassium sodium cobalt tris(molybdate), $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$, was synthesized using solid-state reactions. The Co^{2+} and one Na^+ cation are located at the same general site, each with occupancy 0.5. Another site (site symmetry 2) is occupied by Na^+ and K^+ cations, with occupancies of 0.597 (7) and 0.402 (6), respectively. The other two Na^+ cations and one of the two Mo atoms lie on special positions (site symmetries $\bar{1}$, 2 and 2, respectively). The structure is characterized by M_2O_{10} ($M = Co/Na$) dimers, which are linked by MoO_4 tetrahedra, forming infinite layers. The latter are connected firstly by insertion of one type of MoO_4 tetrahedra and secondly by sharing corners with the other type of MoO_4 tetrahedra. This results in an open three-dimensional framework with the cavities occupied by the Na^+ and K^+ cations. The structure is isotypic with $Na_3In_2As_3O_{12}$ and $Na_3In_2P_3O_{12}$. A comparison is made with structures such as $K_2Co_2(MoO_4)_3$ and β - $NaFe_2(MoO_4)_3$ and their differences are discussed.

1. Contexte chimique

L'assemblage octaèdres-tétraèdres dans les matériaux inorganiques conduit à des charpentes ouvertes présentant des propriétés physiques importantes, en particulier la conduction ionique (Judeinstein *et al.*, 1994; Sanz *et al.*, 1999). La richesse structurale dans ces matériaux nous a encouragé de faire l'exploration des systèmes $A-Co-Mo-O$ ($A =$ ion monovalent). La synthèse conduit à un nouveau matériau de formulation $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$ appartenant à la famille des alluaudites (Moore, 1971; Yakubovich *et al.*, 2005; Hatert,

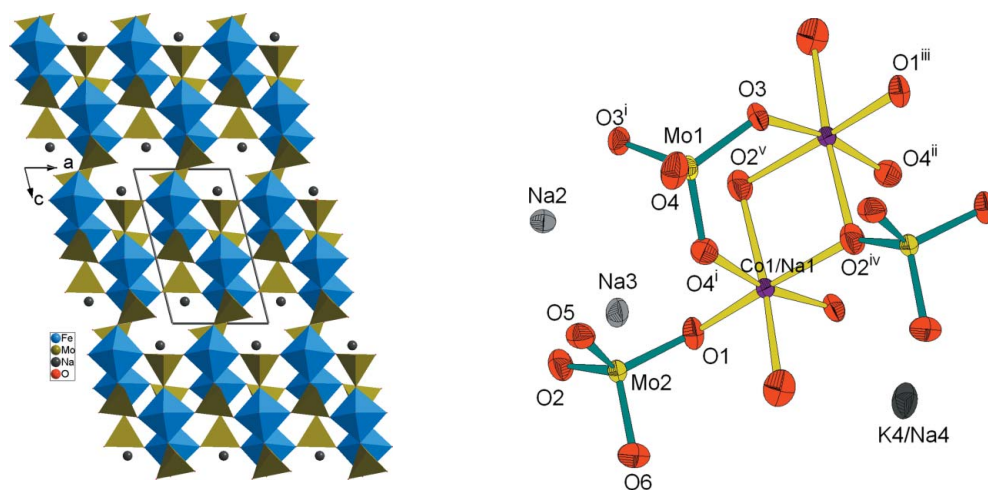


Figure 1
Unité asymétrique dans $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$. Les éllipsoïdes ont été définis avec 50% de probabilité. [Code de symétrie: (i) $-x + 1, y, -z + \frac{1}{2}$; (ii) $x, -y + 1, z - \frac{1}{2}$; (iii) $-x + \frac{3}{2}, y - \frac{1}{2}, -z + \frac{3}{2}$; (iv) $-x + \frac{3}{2}, -y + \frac{1}{2}, -z + 1$; (v) $x, -y + 1, z + \frac{1}{2}$.

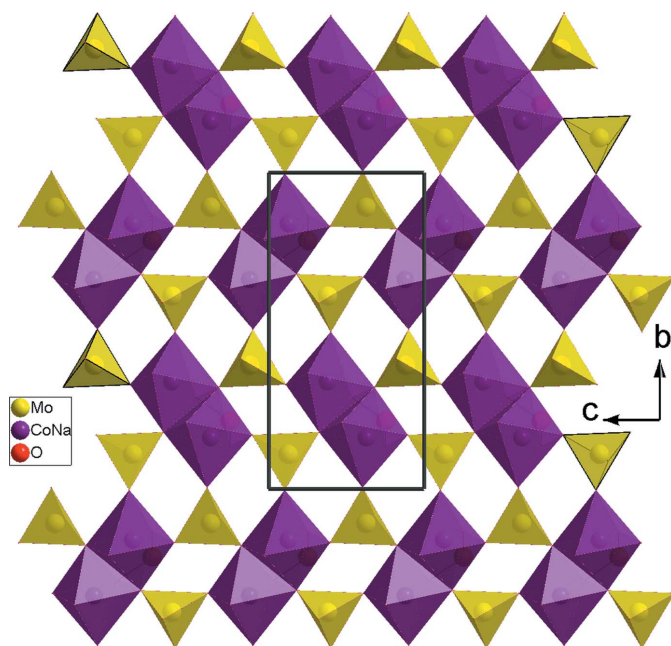


Figure 2
Projection d'une couche disposée parallèlement au plan (100).

2008). Un examen bibliographique montre que le matériau étudié est isostructural aux composés: $\text{Na}_3\text{In}_2\text{As}_3\text{O}_{12}$ et $\text{Na}_3\text{In}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$ (Lii & Ye, 1997).

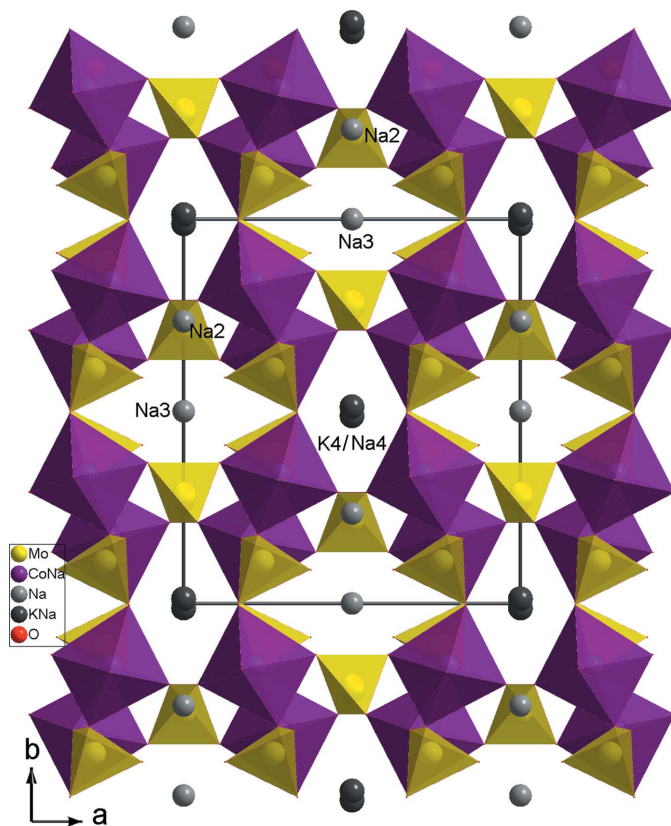


Figure 3
Projection de la structure de $\text{K}_{0.4}\text{Na}_{3.6}\text{Co}(\text{MoO}_4)_3$ selon c .

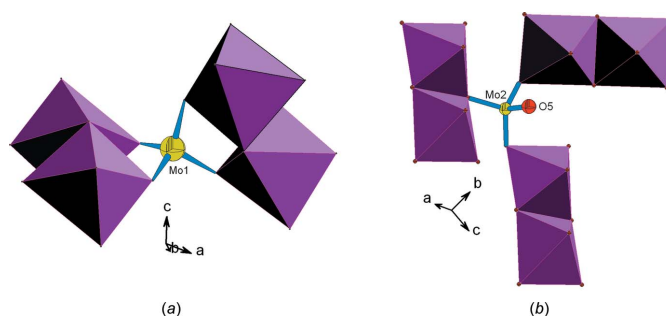


Figure 4
Représentation des environnements des tétraèdres: (a) Mo1O_4 , (b) Mo2O_4 .

2. Commentaire structurale

L'unité asymétrique referme un dimère M_2O_{10} ($M = \text{Co/Na}$) connecté par mise en commun de sommets avec deux tétraèdres et deux tétraèdres Mo2O_4 différents et par partage d'arête avec un tétraèdres Mo1O_4 . La compensation de charge dans la structure est assurée par les cations Na^+ et K^+ (Fig. 1).

Dans la charpente anionique deux octaèdres juxtaposés, se lient par partage d'arête pour former des dimères M_2O_{10} ($M = \text{Co1/Na1}$). Ces derniers se connectent par ponts triples avec les tétraèdres Mo2O_4 pour donner les unités $M_2M_2O_{16}$. Ces dernières se connectent à six autres unités identiques par mise en commun de sommets pour conduire à des couches infinies de type $M_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ($M = \text{Co1/Na1}$) (Fig. 2).

Deux couches adjacentes se lient, d'une part par insertion des tétraèdres Mo1O_4 entre les couches et d'autre part par partage de sommets pour conduire à une charpente tridimensionnelle, possédant deux types de canaux larges, à section hexagonale, parallèles à l'axe c où logent les cations Na3 et (K4/Na4) (Fig. 3).

Dans la charpente anionique chaque tétraèdre Mo1O_4 partage ses quatre sommets avec respectivement quatre octaèdres formant deux dimères appartenant à deux couches adjacentes (Fig. 4a). Par contre, dans la structure chaque tétraèdre Mo2O_4 met en commun seulement trois de ses sommets avec respectivement trois dimères différents appartenant à la même couche, le quatrième sommet oxygène restant libre forme le groupement molybdyl [$d(M=\text{O}) = 1,744(2) \text{ \AA}$] (Fig. 4b). Un examen des caractéristiques géométriques relevées de l'étude structurale montre que les distances moyennes dans les tétraèdres MoO_4 et dans les octaèdres MO_6 ($M = \text{Co1/Na1}$), sont égales respectivement à 1,761(3) et 2,210(3) \AA . La première $\text{Mo}-\text{O}$, est conforme à celles rencontrées dans la bibliographie (Souilem *et al.*, 2014; Ennajeh *et al.*, 2013; Engel *et al.*, 2009). La seconde $M-\text{O}$ ($M = \text{Co1/Na1}$), s'avère une moyenne entre celles $\text{Co}-\text{O}$ (Engel *et al.*, 2009; Marzouki *et al.*, 2013) et $\text{Na}-\text{O}$ (Muessig *et al.*, 2003; Baies *et al.*, 2006). De plus, le calcul des charges des ions, utilisant la formule empirique de Brown (Brown & Altermatt, 1985), conduit aux valeurs des charges des ions suivants: Mo1 (5,943), Mo2 (5,946), Co1/Na1 (1,822), Na2 (1,093), Na3 (0,838), K4/Na4 (0,868). La structure étudiée étant de type alluaudite, elle est similaire à celles rencontrées dans la

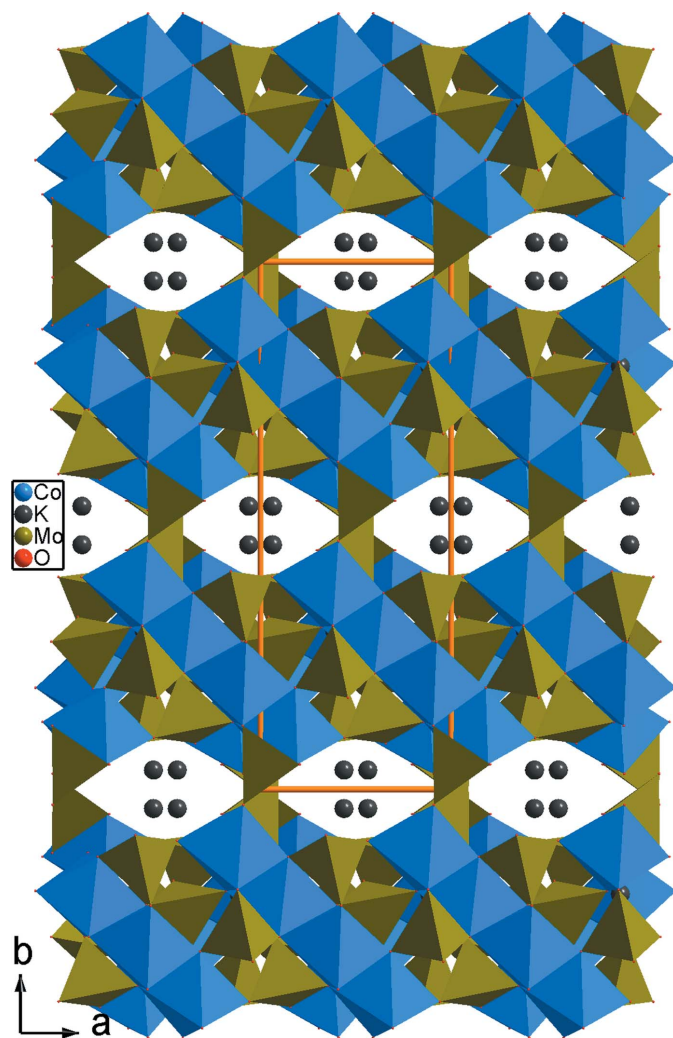


Figure 5
Projection de la structure de $K_2Co_2(MoO_4)_3$, selon c .

littérature (Haj Abdallah & Haddad, 2008; Zid *et al.*, 2005). Elles diffèrent seulement par l'occupation des sites cationiques. En effet, dans le composé $Na_{1.72}Mn_{3.28}(AsO_4)_3$ (Ayed *et al.*, 2002), le site cristallographique $(1/2, y, 3/4)$ du groupe d'espace $C2/c$, est occupé par l'atome de manganèse Mn1, contrairement à notre phase où ce site est occupé par l'alcalin Na2 (Fig. 3).

3. Enquête de base de données

Le composé de formulation $K_2Co_2(MoO_4)_3$ (Engel *et al.*, 2009), présente trois variétés allotropiques. Elles cristallisent dans le système monoclinique, groupes d'espace $P2_1/c$ ou bien $C2/c$. La charpente anionique dans $K_2Co_2(MoO_4)_3$ présente contrairement à notre structure des tétramères (Fig. 5) au lieu des dimères. L'association, par partage de sommets, des tétramères avec tous les tétraèdres MoO_4 dans $K_2Co_2(MoO_4)_3$ conduit vers une structure bidimensionnelle. La comparaison de notre structure avec celle de la variété $\beta-NaFe_2(MoO_4)_3$ (Muessig *et al.*, 2003), montre une différence dans la disposi-

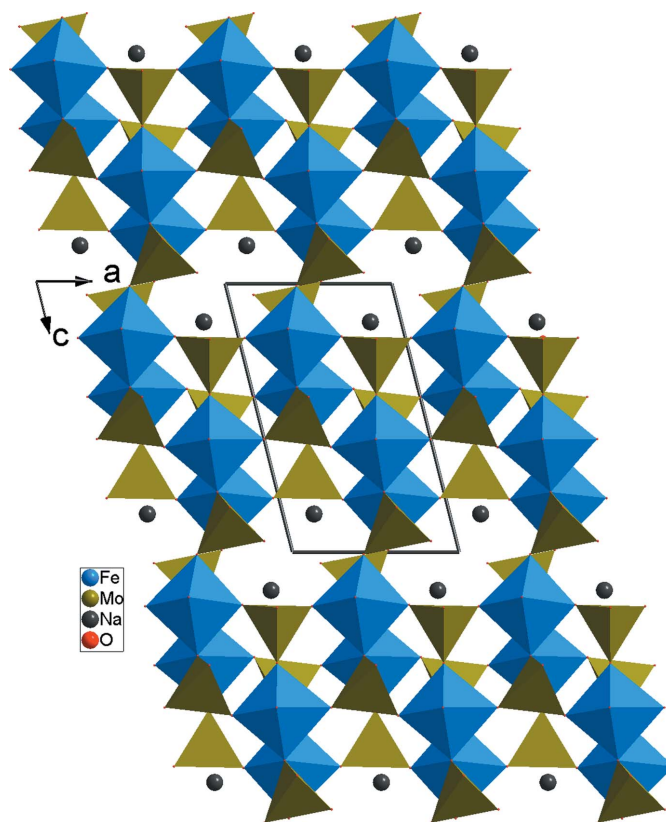


Figure 6
Projection de la structure de la variété $\beta-NaFe_2(MoO_4)_3$, selon b .

tion des dimères M_2O_{10} ($M = Co/Fe$). En effet dans la structure $\beta-NaFe_2(MoO_4)_3$ les dimères sont orientés de la même façon. Leur association par partage de sommets avec les tétraèdres MoO_4 conduit vers une charpente ouverte possédant de larges canaux où résident les cations Na^+ (Fig. 6). Contrairement à notre matériau $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$ où les dimères M_2O_{10} ($M = Co/Na$) sont orientés perpendiculairement les uns aux autres (Fig. 3).

4. Synthèse et cristallisation

Les cristaux relatifs à $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$ ont été obtenus par réaction à l'état solide à partir des réactifs: Na_2CO_3 (PROLABO, 70128), $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (FLUKA, 60832), K_2CO_3 (PROLABO, 60109) et $(NH_4)_2Mo_4O_{13}$ (FLUKA, 69858) pris dans les proportions telque les rapports $Na:K:Co:Mo = 2:1:3:3$. Après un broyage poussé dans un mortier en agate, le mélange a été mis dans un creuset en porcelaine préchauffé à l'air à 673 K pendant 12 heures en vue d'éliminer les composés volatils. Il est ensuite porté jusqu'à une température de synthèse proche de celle de la fusion à 963 K. Le mélange est maintenue à cette température pendant deux semaines pour favoriser la germination et la croissance des cristaux. Par la suite, il a subi en premier lieu un refroidissement lent ($5^\circ/jour$) jusqu'à 910 K puis rapide ($50^\circ/h$) jusqu'à la température ambiante. Des cristaux de couleur violet, de taille suffisante pour les mesures des

C:\EDX\rawia nasri\raw 2\3.spc

Label A:

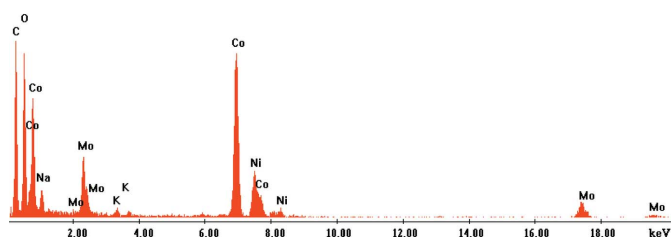


Figure 7
Analyse MET d'un cristal choisi de $K_{0,4}Na_{3,6}Co(MoO_4)_3$.

intensités, ont été séparés du flux par l'eau chaude. Une analyse qualitative au MET de marque FEI et de type *QUANTA 200* confirme la présence des éléments chimiques attendus: K, Na, Co, Mo et l'oxygène (Fig. 7).

5. Affinement

Détails de données cristallines, collection de données et affinement sont résumées dans le tableau 1. Des contraintes EADP et EXYZ pour les couples K4/Na4 conduit à des ellipsoïdes bien définis. Les densités d'électrons résiduelles sont acceptables et sont situées respectivement à 0,80 Å de Mo2 et à 0,99 Å de Mo1.

Références

Ayed, B., Krifa, M. & Haddad, A. (2002). *Acta Cryst.* **C58**, i98–i100.
 Baies, R., Pérez, O., Caignaert, V., Pralong, V. & Raveau, B. (2006). *J. Mater. Chem.* **16**, 2434–2438.
 Brandenburg, K. & Putz, H. (1999). *DIAMOND*. Crystal Impact GbR, Bonn, Allemagne.
 Brown, I. D. & Altermatt, D. (1985). *Acta Cryst.* **B41**, 244–247.
 Duisenberg, A. J. M. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 92–96.
 Engel, J. M., Ahsbahs, H., Fuess, H. & Ehrenberg, H. (2009). *Acta Cryst.* **B65**, 29–35.
 Ennajeh, I., Zid, M. F. & Driss, A. (2013). *Acta Cryst.* **E69**, i54–i55.
 Farrugia, L. J. (2012). *J. Appl. Cryst.* **45**, 849–854.
 Haj Abdallah, A. & Haddad, A. (2008). *Acta Cryst.* **E64**, i36.
 Harms, K. & Wocadlo, S. (1995). *XCAD4*. University of Marburg, Allemagne.

Tableau 1

Détails expérimentaux.

Données cristallines	
Formule chimique	$K_{0,4}Na_{3,6}Co(MoO_4)_3$
M_r	637,15
Système cristallin, groupe d'espace	Monoclinique, <i>C2/c</i>
Température (K)	298
a, b, c (Å)	12,8054 (8), 13,5328 (9), 7,1888 (6)
β (°)	112,239 (8)
V (Å ³)	1153,10 (14)
Z	4
Type de rayonnement	Mo $K\alpha$
μ (mm ⁻¹)	4,94
Taille des cristaux (mm)	0,22 × 0,16 × 0,12
Collection de données	
Diffractomètre	Enraf–Nonius CAD-4
Correction d'absorption	ψ scan (North <i>et al.</i> , 1968)
T_{min} , T_{max}	0,557, 0,607
Nombre de réflexions mesurées, indépendantes et observées [$I > 2\sigma(I)$]	2813, 1252, 1092
R_{int}	0,029
$(\sin \theta/\lambda)_{max}$ (Å ⁻¹)	0,638
Affinement	
$R[F^2 > 2\sigma(F^2)]$, $wR(F^2)$, S	0,022, 0,056, 1,05
Nombre de réflexions	1252
Nombre de paramètres	99
Nombre de restraints	1
$\Delta\rho_{max}$, $\Delta\rho_{min}$ (e Å ⁻³)	0,47, -0,43

Programmes informatiques: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992), *XCAD4* (Harms & Wocadlo, 1995), *SHELXS97* et *SHELXL97* (Sheldrick, 2008), *DIAMOND* (Brandenburg & Putz, 1999) et *WinGX* (Farrugia, 2012).

Hatert, F. (2008). *J. Solid State Chem.* **181**, 1258–1272.
 Judeinstein, P., Titman, J., Stamm, M. & Schmidt, H. (1994). *Chem. Mater.* **6**, 127–134.
 Lii, K.-H. & Ye, J. (1997). *J. Solid State Chem.* **131**, 131–137.
 Macíček, J. & Yordanov, A. (1992). *J. Appl. Cryst.* **25**, 73–80.
 Marzouki, R., Frigui, W., Guesmi, A., Zid, M. F. & Driss, A. (2013). *Acta Cryst.* **E69**, i65–i66.
 Moore, P. B. (1971). *Am. Mineral.* **56**, 1955–1975.
 Muessig, E., Bramnik, K. G. & Ehrenberg, H. (2003). *Acta Cryst.* **B59**, 611–616.
 North, A. C. T., Phillips, D. C. & Mathews, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351–359.
 Sanz, F., Parada, C., Rojo, J. M., Ruiz-Valero, C. & Saez-Puche, R. (1999). *J. Solid State Chem.* **145**, 604–611.
 Sheldrick, G. M. (2008). *Acta Cryst.* **A64**, 112–122.
 Souilem, A., Zid, M. F. & Driss, A. (2014). *Acta Cryst.* **E70**, i9–i10.
 Yakubovich, O. V., Massa, W., Gavrilenko, P. G. & Dimitrova, O. V. (2005). *Eur. J. Mineral.* **17**, 741–748.
 Zid, M. F., Driss, A. & Jouini, T. (2005). *Acta Cryst.* **E61**, i46–i48.

supporting information

Acta Cryst. (2015). E71, 4-7 [https://doi.org/10.1107/S2056989014025894]

Structure cristalline de type alluaudite $K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$

Rawia Nasri, Noura Fakhar Bourguiba et Mohamed Faouzi Zid

Computing details

Data collection: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992); cell refinement: *CAD-4 EXPRESS* (Duisenberg, 1992; Macíček & Yordanov, 1992); 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 & Putz, 1999); software used to prepare material for publication: *WinGX* (Farrugia, 2012).

Potassium sodium cobalt tris(molybdate)

Crystal data

$K_{0.4}Na_{3.6}Co(MoO_4)_3$
 $M_r = 637.15$
 Monoclinic, *C2/c*
 Hall symbol: -C 2yc
 $a = 12.8054$ (8) Å
 $b = 13.5328$ (9) Å
 $c = 7.1888$ (6) Å
 $\beta = 112.239$ (8)°
 $V = 1153.10$ (14) Å³
 $Z = 4$

$F(000) = 1185$
 $D_x = 3.670$ Mg m⁻³
 Mo *K*α radiation, $\lambda = 0.71073$ Å
 Cell parameters from 25 reflections
 $\theta = 10\text{--}15^\circ$
 $\mu = 4.94$ mm⁻¹
 $T = 298$ K
 Prism, purple
 $0.22 \times 0.16 \times 0.12$ 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)
 $T_{\min} = 0.557$, $T_{\max} = 0.607$
 2813 measured reflections

1252 independent reflections
 1092 reflections with $I > 2\sigma(I)$
 $R_{\text{int}} = 0.029$
 $\theta_{\max} = 27.0^\circ$, $\theta_{\min} = 2.3^\circ$
 $h = -16 \rightarrow 13$
 $k = -2 \rightarrow 17$
 $l = -9 \rightarrow 9$
 2 standard reflections every 120 min
 intensity decay: 1.4%

Refinement

Refinement on F^2
 Least-squares matrix: full
 $R[F^2 > 2\sigma(F^2)] = 0.022$
 $wR(F^2) = 0.056$
 $S = 1.05$
 1252 reflections
 99 parameters
 1 restraint

Primary atom site location: structure-invariant
 direct methods
 Secondary atom site location: difference Fourier
 map
 $w = 1/[\sigma^2(F_o^2) + (0.0256P)^2 + 0.2937P]$
 where $P = (F_o^2 + 2F_c^2)/3$
 $(\Delta/\sigma)_{\max} < 0.001$
 $\Delta\rho_{\max} = 0.47$ e Å⁻³

$$\Delta\rho_{\min} = -0.43 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$$

Extinction correction: SHELXL97 (Sheldrick, 2008), $F_c^* = kFc[1 + 0.001xFc^2\lambda^3/\sin(2\theta)]^{-1/4}$
 Extinction coefficient: 0.00215 (15)

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>	$U_{\text{iso}}^*/U_{\text{eq}}$	Occ. (<1)
Mo1	0.5000	0.21535 (3)	0.2500	0.02386 (14)	
Mo2	0.73366 (2)	0.60949 (2)	0.62347 (4)	0.02137 (12)	
Co1	0.71350 (6)	0.33825 (6)	0.62440 (10)	0.01883 (17)	0.50
Na1	0.71350 (6)	0.33825 (6)	0.62440 (10)	0.01883 (17)	0.50
Na2	0.5000	0.23393 (16)	0.7500	0.0245 (4)	
Na3	0.5000	0.0000	0.5000	0.0358 (5)	
K4	0.5000	0.48817 (18)	0.2500	0.0434 (8)	0.402 (16)
Na4	0.5000	0.48817 (18)	0.2500	0.0434 (8)	0.597 (18)
O1	0.6713 (2)	0.6703 (2)	0.3919 (4)	0.0310 (6)	
O2	0.7192 (2)	0.6791 (2)	0.8226 (4)	0.0367 (7)	
O3	0.5413 (2)	0.2891 (2)	0.4691 (4)	0.0291 (6)	
O4	0.6072 (3)	0.1336 (2)	0.2506 (5)	0.0461 (8)	
O5	0.8768 (2)	0.5878 (2)	0.6818 (4)	0.0329 (6)	
O6	0.6623 (3)	0.4960 (2)	0.6026 (5)	0.0438 (8)	

Atomic displacement parameters (\AA^2)

	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{12}	U^{13}	U^{23}
Mo1	0.0371 (3)	0.0170 (2)	0.0127 (2)	0.000	0.00406 (17)	0.000
Mo2	0.02105 (18)	0.0256 (2)	0.01562 (17)	-0.00171 (12)	0.00482 (12)	0.00182 (11)
Co1	0.0207 (3)	0.0214 (4)	0.0145 (3)	0.0035 (3)	0.0068 (3)	0.0003 (3)
Na1	0.0207 (3)	0.0214 (4)	0.0145 (3)	0.0035 (3)	0.0068 (3)	0.0003 (3)
Na2	0.0237 (9)	0.0250 (11)	0.0276 (10)	0.000	0.0129 (8)	0.000
Na3	0.0478 (14)	0.0220 (11)	0.0246 (11)	-0.0008 (11)	-0.0011 (10)	0.0008 (9)
K4	0.0238 (10)	0.0710 (17)	0.0308 (10)	0.000	0.0051 (7)	0.000
Na4	0.0238 (10)	0.0710 (17)	0.0308 (10)	0.000	0.0051 (7)	0.000
O1	0.0330 (14)	0.0347 (16)	0.0204 (12)	0.0102 (13)	0.0046 (11)	0.0015 (12)
O2	0.0410 (16)	0.0462 (18)	0.0242 (14)	0.0009 (14)	0.0139 (12)	0.0005 (13)
O3	0.0328 (13)	0.0357 (15)	0.0189 (12)	-0.0025 (12)	0.0098 (10)	-0.0051 (11)
O4	0.058 (2)	0.0285 (16)	0.0375 (16)	0.0091 (15)	0.0012 (15)	-0.0093 (14)
O5	0.0270 (14)	0.0289 (15)	0.0400 (16)	0.0025 (12)	0.0096 (12)	0.0084 (13)
O6	0.0439 (18)	0.0396 (18)	0.0457 (18)	-0.0114 (15)	0.0145 (14)	0.0076 (15)

Geometric parameters (\AA , $^\circ$)

Mo1—O4 ⁱ	1.762 (3)	Na2—O1 ^{vii}	2.416 (3)
Mo1—O4	1.762 (3)	Na2—O5 ^{viii}	2.461 (3)
Mo1—O3	1.768 (2)	Na2—O5 ^v	2.461 (3)
Mo1—O3 ⁱ	1.768 (2)	Na3—O5 ^{ix}	2.530 (3)
Mo2—O5	1.744 (3)	Na3—O5 ^v	2.530 (3)
Mo2—O1	1.755 (3)	Na3—O4 ⁱ	2.554 (3)
Mo2—O6	1.764 (3)	Na3—O4 ^x	2.554 (3)
Mo2—O2	1.781 (3)	Na3—O5 ⁱⁱ	2.677 (3)
Co1—O4 ⁱⁱ	2.159 (4)	Na3—O5 ^{viii}	2.677 (3)
Co1—O3	2.166 (3)	K4—O6	2.602 (3)
Co1—O1 ⁱⁱⁱ	2.188 (3)	K4—O6 ⁱ	2.602 (3)
Co1—O2 ^{iv}	2.211 (3)	K4—O6 ^{iv}	2.675 (3)
Co1—O6	2.222 (3)	K4—O6 ^{vii}	2.675 (3)
Co1—O2 ^v	2.298 (3)	K4—O3 ⁱ	3.064 (3)
Na2—O3 ^{vi}	2.392 (3)	K4—O3	3.064 (3)
Na2—O3	2.392 (3)	K4—O1	3.199 (4)
Na2—O1 ⁱⁱⁱ	2.416 (3)	K4—O1 ⁱ	3.199 (4)
O4 ⁱ —Mo1—O4	102.2 (2)	O3—Co1—O1 ⁱⁱⁱ	83.96 (10)
O4 ⁱ —Mo1—O3	109.06 (14)	O4 ⁱⁱ —Co1—O2 ^{iv}	90.15 (12)
O4—Mo1—O3	112.50 (13)	O3—Co1—O2 ^{iv}	82.34 (11)
O4 ⁱ —Mo1—O3 ⁱ	112.50 (13)	O1 ⁱⁱⁱ —Co1—O2 ^{iv}	165.35 (11)
O4—Mo1—O3 ⁱ	109.06 (14)	O4 ⁱⁱ —Co1—O6	95.65 (12)
O3—Mo1—O3 ⁱ	111.26 (18)	O3—Co1—O6	92.46 (11)
O5—Mo2—O1	111.51 (13)	O1 ⁱⁱⁱ —Co1—O6	87.03 (12)
O5—Mo2—O6	109.70 (15)	O2 ^{iv} —Co1—O6	98.70 (12)
O1—Mo2—O6	107.00 (15)	O4 ⁱⁱ —Co1—O2 ^v	79.83 (11)
O5—Mo2—O2	108.41 (14)	O3—Co1—O2 ^v	92.45 (11)
O1—Mo2—O2	111.48 (13)	O1 ⁱⁱⁱ —Co1—O2 ^v	90.38 (11)
O6—Mo2—O2	108.69 (15)	O2 ^{iv} —Co1—O2 ^v	85.05 (11)
O4 ⁱⁱ —Co1—O3	169.69 (11)	O6—Co1—O2 ^v	174.18 (11)
O4 ⁱⁱ —Co1—O1 ⁱⁱⁱ	102.76 (12)		

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