

data_Na5Pr4F[SiO4]4
_publ_requested_journal Inorg.Chem.
_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
_publ_contact_author_address
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
loop_
_publ_author_name
_publ_author_address
'Latshaw, Allison M.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Wilkins, Branford O.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Hughey, Kendall D.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Yeon, Jeongho'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Williams, Derek E.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;

'Tran, T. Thao'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204
;
'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204
;
;zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;

_audit_creation_method SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common ?
_chemical_melting_point ?
_chemical_formula_moiety 'F Na5 O16 Pr4 Si4'
_chemical_formula_sum 'F Na5 O16 Pr4 Si4'
_chemical_formula_weight 1065.95

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Pr Pr -0.2180 2.8214 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number 82
_space_group_name_H-M_alt 'I -4'
_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

'x, y, z'

'-x, -y, z'

'y, -x, -z'

'-y, x, -z'

'x+1/2, y+1/2, z+1/2'

'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'

'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'

'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 12.0109(2)

_cell_length_b 12.0109(2)

_cell_length_c 5.4620(2)

_cell_angle_alpha 90.00

_cell_angle_beta 90.00

_cell_angle_gamma 90.00

_cell_volume 787.96(3)

_cell_formula_units_Z 2

_cell_measurement_temperature 294(2)

_cell_measurement_reflns_used 4217

_cell_measurement_theta_min 2.3981

_cell_measurement_theta_max 28.2596

_exptl_crystal_description prism

_exptl_crystal_colour 'pale green'

_exptl_crystal_size_max 0.12

_exptl_crystal_size_mid 0.06

_exptl_crystal_size_min 0.06

_exptl_crystal_density_meas ?

_exptl_crystal_density_diffn 4.493

_exptl_crystal_density_method 'not measured'

_exptl_crystal_F_000 968

_exptl_absorpt_coefficient_mu 12.689

_exptl_absorpt_correction_type multi-scan

_exptl_absorpt_correction_T_min 0.3112

_exptl_absorpt_correction_T_max 0.5165

_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details

;

?

;

_diffn_ambient_temperature 294(2)

_diffn_radiation_wavelength 0.71073

_diffn_radiation_type MoK α

```

_diffrn_radiation_source      'fine-focus sealed tube'
_diffrn_radiation_monochromator graphite
_diffrn_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffrn_measurement_method    'phi and omega scans'
_diffrn_detector_area_resol_mean ?
_diffrn_standards_number      ?
_diffrn_standards_interval_count ?
_diffrn_standards_interval_time ?
_diffrn_standards_decay_%     ?
_diffrn_reflns_number         5445
_diffrn_reflns_av_R_equivalents 0.0197
_diffrn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0129
_diffrn_reflns_limit_h_min    -16
_diffrn_reflns_limit_h_max     16
_diffrn_reflns_limit_k_min    -15
_diffrn_reflns_limit_k_max     16
_diffrn_reflns_limit_l_min    -7
_diffrn_reflns_limit_l_max     7
_diffrn_reflns_theta_min      2.40
_diffrn_reflns_theta_max      28.26
_reflns_number_total          982
_reflns_number_gt             980
_reflns_threshold_expression  >2sigma(I)

_computing_data_collection    ?
_computing_cell_refinement     'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction      'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution  'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics  ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type          full
_refine_ls_weighting_scheme     calc

```

```

_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[\s^2^(Fo^2^)+(0.0196P)^2^+0.7808P] where P=(Fo^2^+2Fc^2^)/3'
_atom_sites_solution_primary direct
_atom_sites_solution_secondary difmap
_refine_ls_extinction_method SHELXL
_refine_ls_extinction_coef 0.00350(15)
_refine_ls_extinction_expression  $F_c^{*^2} = k F_c [1 + 0.001 x F_c^{*2} \sin^3(2q)]^{-1/4}$ 
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(15)
_refine_ls_number_reflns 982
_refine_ls_number_parameters 70
_refine_ls_number_restraints 0
_refine_ls_R_factor_all 0.0121
_refine_ls_R_factor_gt 0.0120
_refine_ls_wR_factor_ref 0.0325
_refine_ls_wR_factor_gt 0.0324
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.106
_refine_ls_restrained_S_all 1.106
_refine_ls_shift/su_max 0.001
_refine_ls_shift/su_mean 0.000

```

```

loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Pr1 Pr 0.315029(13) 0.382654(12) -0.01556(3) 0.01692(7) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10103(7) 0.24744(7) 0.0074(2) 0.01651(17) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10472(11) 0.41077(11) -0.0079(4) 0.0296(3) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0371(7) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0274(10) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.10528(18) 0.38275(18) -0.0152(5) 0.0230(5) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.0453(2) 0.1912(3) -0.2319(5) 0.0233(6) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.0372(2) 0.2094(3) 0.2544(5) 0.0239(6) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.22908(18) 0.20183(19) 0.0417(5) 0.0205(5) Uani 1 1 d . . .

```

```

loop_

```

```

_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Pr1 0.01625(10) 0.01571(9) 0.01879(10) -0.00044(7) -0.00002(7) 0.00035(5)
Si1 0.0169(4) 0.0170(3) 0.0156(4) 0.0003(4) 0.0003(4) 0.0001(3)
Na1 0.0256(6) 0.0275(6) 0.0356(8) -0.0015(9) 0.0008(8) -0.0006(5)
Na2 0.0331(9) 0.0331(9) 0.0451(19) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0215(10) 0.0215(10) 0.039(3) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0206(10) 0.0182(10) 0.0302(14) 0.0015(12) 0.0016(13) 0.0014(8)
O2 0.0183(13) 0.0330(16) 0.0188(12) -0.0047(11) 0.0000(10) -0.0001(12)
O3 0.0218(14) 0.0334(16) 0.0163(13) 0.0056(10) 0.0023(10) 0.0003(11)
O4 0.0195(10) 0.0186(10) 0.0235(12) 0.0005(10) 0.0002(10) 0.0006(8)

```

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

```

_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
Pr1 O3 2.359(3) 8 ?
Pr1 O2 2.393(3) 8_554 ?
Pr1 O4 2.425(2) . ?
Pr1 O3 2.440(3) 6_554 ?
Pr1 O2 2.450(3) 6 ?
Pr1 O1 2.519(2) . ?
Pr1 F1 2.63240(16) . ?
Pr1 O4 2.676(3) 6_554 ?
Pr1 Si1 3.0430(8) . ?
Pr1 Si1 3.2013(11) 6_554 ?
Pr1 Si1 3.4082(11) 6 ?
Pr1 Na1 3.5331(13) 3 ?
Si1 O2 1.616(3) . ?

```

Si1 O3 1.618(3) . ?
 Si1 O1 1.631(2) . ?
 Si1 O4 1.643(2) . ?
 Si1 Na1 3.1562(16) . ?
 Si1 Pr1 3.2013(11) 6 ?
 Si1 Na2 3.2104(8) . ?
 Si1 Na1 3.258(2) 8_554 ?
 Si1 Na1 3.263(2) 8 ?
 Si1 Pr1 3.4082(11) 6_554 ?
 Na1 O1 2.480(3) 2_565 ?
 Na1 O4 2.481(3) 4 ?
 Na1 O1 2.545(3) . ?
 Na1 O1 2.616(3) 7_454 ?
 Na1 O3 2.701(3) 7_455 ?
 Na1 O1 2.868(3) 7_455 ?
 Na1 O2 2.882(3) 7_454 ?
 Na1 Si1 3.258(2) 7_454 ?
 Na1 Si1 3.263(2) 7_455 ?
 Na1 Na1 3.305(3) 2_565 ?
 Na1 Na1 3.529(3) 8_554 ?
 Na2 O2 2.679(3) 3 ?
 Na2 O2 2.679(3) 2 ?
 Na2 O2 2.679(3) . ?
 Na2 O2 2.679(3) 4 ?
 Na2 F1 2.73100(10) 5_445 ?
 Na2 F1 2.73100(10) 5_444 ?
 Na2 O3 2.908(3) . ?
 Na2 O3 2.908(3) 2 ?
 Na2 O3 2.908(3) 3 ?
 Na2 O3 2.908(3) 4 ?
 Na2 Si1 3.2104(8) 2 ?
 F1 Pr1 2.63240(16) 2_665 ?
 F1 Pr1 2.63240(16) 4_655 ?
 F1 Pr1 2.63240(16) 3_565 ?
 F1 Na2 2.73100(10) 5 ?
 F1 Na2 2.73100(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.480(3) 2_565 ?
 O1 Na1 2.616(3) 8_554 ?
 O1 Na1 2.868(3) 8 ?
 O2 Pr1 2.393(3) 7_454 ?
 O2 Pr1 2.450(3) 6_554 ?
 O2 Na1 2.882(3) 8_554 ?
 O3 Pr1 2.359(3) 7_455 ?
 O3 Pr1 2.440(3) 6 ?
 O3 Na1 2.701(3) 8 ?
 O4 Na1 2.481(3) 3 ?

O4 Pr1 2.676(3) 6 ?

loop_

_geom_angle_atom_site_label_1

_geom_angle_atom_site_label_2

_geom_angle_atom_site_label_3

_geom_angle

_geom_angle_site_symmetry_1

_geom_angle_site_symmetry_3

_geom_angle_publ_flag

O3 Pr1 O2 72.68(9) 8 8_554 ?

O3 Pr1 O4 125.01(10) 8 . ?

O2 Pr1 O4 142.40(9) 8_554 . ?

O3 Pr1 O3 139.32(12) 8 6_554 ?

O2 Pr1 O3 95.51(9) 8_554 6_554 ?

O4 Pr1 O3 88.30(9) . 6_554 ?

O3 Pr1 O2 89.30(10) 8 6 ?

O2 Pr1 O2 132.98(13) 8_554 6 ?

O4 Pr1 O2 83.44(9) . 6 ?

O3 Pr1 O2 70.32(8) 6_554 6 ?

O3 Pr1 O1 82.81(10) 8 . ?

O2 Pr1 O1 88.21(9) 8_554 . ?

O4 Pr1 O1 64.82(7) . . ?

O3 Pr1 O1 136.74(9) 6_554 . ?

O2 Pr1 O1 133.19(9) 6 . ?

O3 Pr1 F1 70.38(8) 8 . ?

O2 Pr1 F1 66.91(8) 8_554 . ?

O4 Pr1 F1 146.58(5) . . ?

O3 Pr1 F1 69.21(6) 6_554 . ?

O2 Pr1 F1 66.14(6) 6 . ?

O1 Pr1 F1 147.53(5) . . ?

O3 Pr1 O4 145.11(8) 8 6_554 ?

O2 Pr1 O4 77.43(8) 8_554 6_554 ?

O4 Pr1 O4 72.09(5) . 6_554 ?

O3 Pr1 O4 60.45(8) 6_554 6_554 ?

O2 Pr1 O4 124.74(9) 6 6_554 ?

O1 Pr1 O4 78.63(8) . 6_554 ?

F1 Pr1 O4 113.54(5) . 6_554 ?

O3 Pr1 Si1 106.85(8) 8 . ?

O2 Pr1 Si1 115.66(8) 8_554 . ?

O4 Pr1 Si1 32.55(5) . . ?

O3 Pr1 Si1 113.20(7) 6_554 . ?

O2 Pr1 Si1 111.05(7) 6 . ?

O1 Pr1 Si1 32.38(5) . . ?

F1 Pr1 Si1 175.79(2) . . ?

O4 Pr1 Si1 70.58(5) 6_554 . ?

O3 Pr1 Si1 156.26(8) 8 6_554 ?
 O2 Pr1 Si1 86.51(7) 8_554 6_554 ?
 O4 Pr1 Si1 78.57(6) . 6_554 ?
 O3 Pr1 Si1 29.60(6) 6_554 6_554 ?
 O2 Pr1 Si1 97.03(7) 6 6_554 ?
 O1 Pr1 Si1 108.41(6) . 6_554 ?
 F1 Pr1 Si1 91.249(15) . 6_554 ?
 O4 Pr1 Si1 30.85(5) 6_554 6_554 ?
 Si1 Pr1 Si1 92.24(2) . 6_554 ?
 O3 Pr1 Si1 83.73(7) 8 6 ?
 O2 Pr1 Si1 150.08(7) 8_554 6 ?
 O4 Pr1 Si1 66.88(6) . 6 ?
 O3 Pr1 Si1 90.49(7) 6_554 6 ?
 O2 Pr1 Si1 26.03(6) 6 6 ?
 O1 Pr1 Si1 107.18(6) . 6 ?
 F1 Pr1 Si1 88.209(14) . 6 ?
 O4 Pr1 Si1 129.95(5) 6_554 6 ?
 Si1 Pr1 Si1 88.32(3) . 6 ?
 Si1 Pr1 Si1 111.42(2) 6_554 6 ?
 O3 Pr1 Na1 139.63(8) 8 3 ?
 O2 Pr1 Na1 143.38(7) 8_554 3 ?
 O4 Pr1 Na1 44.57(6) . 3 ?
 O3 Pr1 Na1 49.74(8) 6_554 3 ?
 O2 Pr1 Na1 53.98(8) 6 3 ?
 O1 Pr1 Na1 109.02(5) . 3 ?
 F1 Pr1 Na1 103.30(2) . 3 ?
 O4 Pr1 Na1 74.86(6) 6_554 3 ?
 Si1 Pr1 Na1 76.65(3) . 3 ?
 Si1 Pr1 Na1 57.71(4) 6_554 3 ?
 Si1 Pr1 Na1 55.95(4) 6 3 ?
 O2 Si1 O3 111.10(14) . . ?
 O2 Si1 O1 111.62(17) . . ?
 O3 Si1 O1 111.05(16) . . ?
 O2 Si1 O4 109.91(16) . . ?
 O3 Si1 O4 104.74(15) . . ?
 O1 Si1 O4 108.15(12) . . ?
 O2 Si1 Pr1 122.65(11) . . ?
 O3 Si1 Pr1 125.84(12) . . ?
 O1 Si1 Pr1 55.84(8) . . ?
 O4 Si1 Pr1 52.56(8) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.07(12) . . ?
 O3 Si1 Na1 80.00(12) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.35(8) . . ?
 O4 Si1 Na1 160.55(10) . . ?
 Pr1 Si1 Na1 109.18(3) . . ?
 O2 Si1 Pr1 125.78(12) . 6 ?

O3 Si1 Pr1 48.14(11) . 6 ?
 O1 Si1 Pr1 122.55(12) . 6 ?
 O4 Si1 Pr1 56.61(10) . 6 ?
 Pr1 Si1 Pr1 91.60(3) . 6 ?
 Na1 Si1 Pr1 124.85(5) . 6 ?
 O2 Si1 Na2 56.39(11) . . ?
 O3 Si1 Na2 64.52(11) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.99(9) . . ?
 O4 Si1 Na2 92.67(9) . . ?
 Pr1 Si1 Na2 144.37(3) . . ?
 Na1 Si1 Na2 106.21(3) . . ?
 Pr1 Si1 Na2 71.179(19) 6 . ?
 O2 Si1 Na1 62.14(12) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 146.26(12) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 52.77(11) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 108.53(10) . 8_554 ?
 Pr1 Si1 Na1 73.23(3) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.74(6) . 8_554 ?
 Pr1 Si1 Na1 164.00(4) 6 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 118.53(4) . 8_554 ?
 O2 Si1 Na1 152.49(11) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 55.55(11) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.46(11) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 97.27(10) . 8 ?
 Pr1 Si1 Na1 77.33(3) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.51(6) . 8 ?
 Pr1 Si1 Na1 66.25(4) 6 8 ?
 Na2 Si1 Na1 119.86(4) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 113.77(4) 8_554 8 ?
 O2 Si1 Pr1 41.69(11) . 6_554 ?
 O3 Si1 Pr1 135.21(12) . 6_554 ?
 O1 Si1 Pr1 112.61(11) . 6_554 ?
 O4 Si1 Pr1 70.48(10) . 6_554 ?
 Pr1 Si1 Pr1 87.73(2) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Pr1 119.63(5) . 6_554 ?
 Pr1 Si1 Pr1 111.42(2) 6 6_554 ?
 Na2 Si1 Pr1 71.149(19) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Pr1 63.96(4) 8_554 6_554 ?
 Na1 Si1 Pr1 164.68(4) 8 6_554 ?
 O1 Na1 O4 151.27(10) 2_565 4 ?
 O1 Na1 O1 97.74(8) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 110.39(9) 4 . ?
 O1 Na1 O1 93.30(10) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 O1 80.46(9) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 91.82(10) . 7_454 ?
 O1 Na1 O3 76.96(9) 2_565 7_455 ?

O4 Na1 O3 81.55(10) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 149.09(12) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 118.68(9) 7_454 7_455 ?
 O1 Na1 O1 94.76(9) 2_565 7_455 ?
 O4 Na1 O1 89.44(9) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 93.36(9) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.74(11) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 57.41(8) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 O2 78.86(9) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 O2 74.01(9) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 149.26(12) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 58.24(8) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.48(7) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 O2 117.32(9) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 128.61(7) 2_565 . ?
 O4 Na1 Si1 79.83(7) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 30.93(5) . . ?
 O1 Na1 Si1 91.47(7) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.05(9) 7_455 . ?
 O1 Na1 Si1 88.45(7) 7_455 . ?
 O2 Na1 Si1 142.44(8) 7_454 . ?
 O1 Na1 Si1 91.64(8) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 Si1 69.11(7) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 121.43(10) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 29.75(5) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 89.36(7) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 143.39(7) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 29.72(6) 7_454 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.95(5) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 93.17(8) 2_565 7_455 ?
 O4 Na1 Si1 76.60(7) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 123.14(10) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 143.10(7) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 29.61(6) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 29.97(5) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.61(7) 7_454 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 112.14(5) . 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 113.77(4) 7_454 7_455 ?
 O1 Na1 Na1 49.73(6) 2_565 2_565 ?
 O4 Na1 Na1 158.16(9) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 48.04(6) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 95.26(5) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 118.62(8) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.79(5) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 121.91(8) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.88(5) . 2_565 ?

Si1 Na1 Na1 116.30(4) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.25(4) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 92.44(8) 2_565 8_554 ?
 O4 Na1 Na1 102.02(9) 4_8_554 ?
 O1 Na1 Na1 47.71(7) . 8_554 ?
 O1 Na1 Na1 44.61(7) 7_454 8_554 ?
 O3 Na1 Na1 160.41(10) 7_455 8_554 ?
 O1 Na1 Na1 141.05(8) 7_455 8_554 ?
 O2 Na1 Na1 101.63(10) 7_454 8_554 ?
 Si1 Na1 Na1 58.01(4) . 8_554 ?
 Si1 Na1 Na1 74.34(7) 7_454 8_554 ?
 Si1 Na1 Na1 169.98(7) 7_455 8_554 ?
 Na1 Na1 Na1 62.08(3) 2_565 8_554 ?
 O2 Na2 O2 102.92(5) 3_2 ?
 O2 Na2 O2 102.92(5) 3 . ?
 O2 Na2 O2 123.55(11) 2 . ?
 O2 Na2 O2 123.55(11) 3_4 ?
 O2 Na2 O2 102.92(5) 2_4 ?
 O2 Na2 O2 102.92(5) . 4 ?
 O2 Na2 F1 61.78(6) 3_5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.22(6) 2_5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.22(6) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 61.78(6) 4_5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.22(6) 3_5_444 ?
 O2 Na2 F1 61.78(6) 2_5_444 ?
 O2 Na2 F1 61.78(6) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 118.22(6) 4_5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 79.52(10) 3 . ?
 O2 Na2 O3 177.11(10) 2 . ?
 O2 Na2 O3 56.86(7) . . ?
 O2 Na2 O3 74.33(9) 4 . ?
 F1 Na2 O3 61.45(5) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 118.55(5) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 74.33(9) 3_2 ?
 O2 Na2 O3 56.86(7) 2_2 ?
 O2 Na2 O3 177.11(10) . 2 ?
 O2 Na2 O3 79.52(10) 4_2 ?
 F1 Na2 O3 61.45(5) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 118.55(5) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 122.91(10) . 2 ?
 O2 Na2 O3 56.86(7) 3_3 ?
 O2 Na2 O3 79.52(10) 2_3 ?
 O2 Na2 O3 74.33(9) . 3 ?
 O2 Na2 O3 177.11(10) 4_3 ?
 F1 Na2 O3 118.55(5) 5_445 3 ?

F1 Na2 O3 61.45(5) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 103.20(4) . 3 ?
 O3 Na2 O3 103.20(4) 2 3 ?
 O2 Na2 O3 177.11(10) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 74.33(9) 2 4 ?
 O2 Na2 O3 79.52(10) . 4 ?
 O2 Na2 O3 56.86(7) 4 4 ?
 F1 Na2 O3 118.55(5) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 61.45(5) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 103.20(4) . 4 ?
 O3 Na2 O3 103.20(4) 2 4 ?
 O3 Na2 O3 122.91(10) 3 4 ?
 O2 Na2 Si1 81.84(6) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 151.21(6) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 30.17(6) . . ?
 O2 Na2 Si1 97.47(7) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 89.28(2) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 90.72(2) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 30.15(5) . . ?
 O3 Na2 Si1 148.51(6) 2 . ?
 O3 Na2 Si1 79.70(6) 3 . ?
 O3 Na2 Si1 101.00(6) 4 . ?
 O2 Na2 Si1 97.47(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 30.17(6) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 151.21(6) . 2 ?
 O2 Na2 Si1 81.84(6) 4 2 ?
 F1 Na2 Si1 89.28(2) 5_445 2 ?
 F1 Na2 Si1 90.72(2) 5_444 2 ?
 O3 Na2 Si1 148.51(6) . 2 ?
 O3 Na2 Si1 30.15(5) 2 2 ?
 O3 Na2 Si1 101.00(6) 3 2 ?
 O3 Na2 Si1 79.70(6) 4 2 ?
 Si1 Na2 Si1 178.57(4) . 2 ?
 Pr1 F1 Pr1 176.301(8) 2_665 . ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 2_665 4_655 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 . 4_655 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 2_665 3_565 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 . 3_565 ?
 Pr1 F1 Pr1 176.301(8) 4_655 3_565 ?
 Pr1 F1 Na2 91.850(4) 2_665 5 ?
 Pr1 F1 Na2 91.850(4) . 5 ?
 Pr1 F1 Na2 88.150(4) 4_655 5 ?
 Pr1 F1 Na2 88.150(4) 3_565 5 ?
 Pr1 F1 Na2 88.150(4) 2_665 5_554 ?
 Pr1 F1 Na2 88.150(4) . 5_554 ?
 Pr1 F1 Na2 91.850(4) 4_655 5_554 ?

Pr1 F1 Na2 91.850(4) 3_565 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 174.40(18) . 2_565 ?
 Si1 O1 Pr1 91.77(9) . . ?
 Na1 O1 Pr1 90.18(8) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 95.71(10) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.23(8) 2_565 . ?
 Pr1 O1 Na1 172.38(10) . . ?
 Si1 O1 Na1 97.48(13) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 87.60(10) 2_565 8_554 ?
 Pr1 O1 Na1 94.18(9) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 86.27(10) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 88.57(13) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 86.07(10) 2_565 8 ?
 Pr1 O1 Na1 93.90(9) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.89(9) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.74(11) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Pr1 144.82(18) . 7_454 ?
 Si1 O2 Pr1 112.28(14) . 6_554 ?
 Pr1 O2 Pr1 100.56(9) 7_454 6_554 ?
 Si1 O2 Na2 93.44(13) . . ?
 Pr1 O2 Na2 94.58(9) 7_454 . ?
 Pr1 O2 Na2 97.34(11) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.14(13) . 8_554 ?
 Pr1 O2 Na1 83.79(10) 7_454 8_554 ?
 Pr1 O2 Na1 82.58(8) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 178.33(12) . 8_554 ?
 Si1 O3 Pr1 155.83(18) . 7_455 ?
 Si1 O3 Pr1 102.27(14) . 6 ?
 Pr1 O3 Pr1 101.81(10) 7_455 6 ?
 Si1 O3 Na1 94.84(13) . 8 ?
 Pr1 O3 Na1 88.57(10) 7_455 8 ?
 Pr1 O3 Na1 86.68(9) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.32(12) . . ?
 Pr1 O3 Na2 93.48(9) 7_455 . ?
 Pr1 O3 Na2 88.04(10) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 174.63(13) 8 . ?
 Si1 O4 Pr1 94.89(10) . . ?
 Si1 O4 Na1 166.25(15) . 3 ?
 Pr1 O4 Na1 92.12(8) . 3 ?
 Si1 O4 Pr1 92.53(11) . 6 ?
 Pr1 O4 Pr1 122.71(10) . 6 ?
 Na1 O4 Pr1 93.61(9) 3 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.26

_diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
_refine_diff_density_max 0.452
_refine_diff_density_min -0.522
_refine_diff_density_rms 0.137

#===END

data_Na5Nd4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'

_publ_contact_author_address
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508

loop_
_publ_author_name
_publ_author_address
'Latshaw, Allison M.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Wilkins, Branford O.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Hughey, Kendall D.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Yeon, Jeongho'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Williams, Derek E.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Tran, T. Thao'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;
'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;
'zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;

_audit_creation_method SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common ?
_chemical_melting_point ?
_chemical_formula_moiety 'F Nd4 O16 Si4, 5(Na)'
_chemical_formula_sum 'F Na5 Nd4 O16 Si4'
_chemical_formula_weight 1079.27

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Nd Nd -0.1943 3.0179 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

```

_space_group_crystal_system    tetragonal
_space_group_IT_number         82
_space_group_name_H-M_alt      'I -4'
_space_group_name_Hall          'I -4'

```

```

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

```

```

_cell_length_a                11.9435(2)
_cell_length_b                11.9435(2)
_cell_length_c                5.45910(10)
_cell_angle_alpha              90.00
_cell_angle_beta              90.00
_cell_angle_gamma              90.00
_cell_volume                   778.73(2)
_cell_formula_units_Z          2
_cell_measurement_temperature  294(2)
_cell_measurement_reflns_used  4950
_cell_measurement_theta_min    2.4116
_cell_measurement_theta_max    28.2551

```

```

_exptl_crystal_description    prism
_exptl_crystal_colour          blue
_exptl_crystal_size_max        0.16
_exptl_crystal_size_mid        0.12
_exptl_crystal_size_min        0.08
_exptl_crystal_density_meas    ?
_exptl_crystal_density_diffn   4.603
_exptl_crystal_density_method  'not measured'
_exptl_crystal_F_000           976
_exptl_absorpt_coefficient_mu  13.661
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.2185
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.4078
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

```

```

_exptl_special_details
;

```

?

;

```
_diffraction_ambient_temperature 294(2)
_diffraction_radiation_wavelength 0.71073
_diffraction_radiation_type       MoK\alpha
_diffraction_radiation_source      'fine-focus sealed tube'
_diffraction_radiation_monochromator graphite
_diffraction_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffraction_measurement_method     'phi and omega scans'
_diffraction_detector_area_resolution ?
_diffraction_standards_number       ?
_diffraction_standards_interval_count ?
_diffraction_standards_interval_time ?
_diffraction_standards_decay_percent ?
_diffraction_reflections_number     5339
_diffraction_reflections_average_R_equivalents 0.0132
_diffraction_reflections_average_signal/noise 0.0090
_diffraction_reflections_limit_h_min -15
_diffraction_reflections_limit_h_max 15
_diffraction_reflections_limit_k_min -15
_diffraction_reflections_limit_k_max 15
_diffraction_reflections_limit_l_min -7
_diffraction_reflections_limit_l_max 7
_diffraction_reflections_theta_min 2.41
_diffraction_reflections_theta_max 28.26
_reflections_number_total           973
_reflections_number_gt               973
_reflections_threshold_expression    >2sigma(I)

_computing_data_collection          ?
_computing_cell_refinement          'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction           'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution       'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement     'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics       ?
_computing_publication_material     ?
```

_refinement_special_details

;

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

;

```
_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type full
_refine_ls_weighting_scheme calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2^(Fo^2^)+(0.0169P)^2^+0.9469P] where P=(Fo^2^+2Fc^2^)/3'
_atom_sites_solution_primary direct
_atom_sites_solution_secondary difmap
_refine_ls_extinction_method SHELXL
_refine_ls_extinction_coef 0.0117(2)
_refine_ls_extinction_expression Fc^*=kFc[1+0.001xFc^2^l^3^/sin(2\q)]^-1/4^
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(15)
_refine_ls_number_reflns 973
_refine_ls_number_parameters 70
_refine_ls_number_restraints 0
_refine_ls_R_factor_all 0.0097
_refine_ls_R_factor_gt 0.0097
_refine_ls_wR_factor_ref 0.0260
_refine_ls_wR_factor_gt 0.0260
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.125
_refine_ls_restrained_S_all 1.125
_refine_ls_shift/su_max 0.002
_refine_ls_shift/su_mean 0.000
```

loop_

```
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Nd1 Nd 0.815419(10) 0.117081(10) 0.01756(3) 0.00759(6) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.60160(6) 0.25284(5) -0.00804(17) 0.00706(14) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na 0.39502(9) 0.08933(9) 0.0081(3) 0.0193(2) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.5000 0.5000 0.0000 0.0259(6) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.0000 0.0000 0.0000 0.0156(7) Uani 1 4 d S . .
```

O1 O 0.60630(15) 0.11676(15) 0.0153(4) 0.0124(4) Uani 1 1 d . . .
 O2 O 0.54638(19) 0.3096(2) 0.2325(4) 0.0130(4) Uani 1 1 d . . .
 O3 O 0.53630(19) 0.2913(2) -0.2543(4) 0.0137(4) Uani 1 1 d . . .
 O4 O 0.73015(15) 0.29842(15) -0.0459(4) 0.0113(4) Uani 1 1 d . . .

loop_

_atom_site_aniso_label
 _atom_site_aniso_U_11
 _atom_site_aniso_U_22
 _atom_site_aniso_U_33
 _atom_site_aniso_U_23
 _atom_site_aniso_U_13
 _atom_site_aniso_U_12

Nd1 0.00707(8) 0.00665(8) 0.00905(8) -0.00036(5) 0.00007(5) -0.00028(4)
 Si1 0.0075(3) 0.0076(3) 0.0061(3) 0.0001(3) 0.0005(3) 0.0003(2)
 Na1 0.0154(5) 0.0163(5) 0.0261(7) -0.0015(6) 0.0000(6) 0.0007(4)
 Na2 0.0211(7) 0.0211(7) 0.0353(16) 0.000 0.000 0.000
 F1 0.0116(8) 0.0116(8) 0.024(2) 0.000 0.000 0.000
 O1 0.0105(8) 0.0087(7) 0.0179(11) 0.0005(8) -0.0022(9) -0.0002(6)
 O2 0.0099(10) 0.0201(12) 0.0090(9) -0.0039(8) 0.0013(8) -0.0002(9)
 O3 0.0113(11) 0.0203(12) 0.0094(10) 0.0047(8) -0.0014(8) -0.0012(8)
 O4 0.0096(8) 0.0100(8) 0.0141(9) 0.0002(7) -0.0004(8) -0.0011(6)

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

_geom_bond_atom_site_label_1
 _geom_bond_atom_site_label_2
 _geom_bond_distance
 _geom_bond_site_symmetry_2
 _geom_bond_publ_flag
 Nd1 O3 2.346(2) 7_554 ?
 Nd1 O2 2.383(2) 7 ?
 Nd1 O4 2.4183(19) . ?
 Nd1 O3 2.426(2) 6_655 ?
 Nd1 O2 2.432(2) 6_654 ?
 Nd1 O1 2.4977(18) . ?
 Nd1 F1 2.61239(13) 1_655 ?

Nd1 O4 2.645(2) 6_655 ?
 Si1 O2 1.618(2) . ?
 Si1 O3 1.621(2) . ?
 Si1 O1 1.631(2) . ?
 Si1 O4 1.642(2) . ?
 Na1 O4 2.454(2) 3_565 ?
 Na1 O1 2.462(2) 2_655 ?
 Na1 O1 2.545(2) . ?
 Na1 O1 2.614(3) 8_545 ?
 Na1 O3 2.696(3) 8_544 ?
 Na1 O1 2.868(3) 8_544 ?
 Na1 O2 2.871(3) 8_545 ?
 Na2 O2 2.662(2) 2_665 ?
 Na2 O2 2.662(2) 3_565 ?
 Na2 O2 2.662(2) 4_655 ?
 Na2 O2 2.662(2) . ?
 Na2 F1 2.72960(10) 5 ?
 Na2 F1 2.72960(10) 5_554 ?
 Na2 O3 2.886(2) 4_655 ?
 Na2 O3 2.886(2) . ?
 Na2 O3 2.886(2) 3_565 ?
 Na2 O3 2.886(2) 2_665 ?
 F1 Nd1 2.61239(13) 4_545 ?
 F1 Nd1 2.61239(13) 3_565 ?
 F1 Nd1 2.61239(13) 2_655 ?
 F1 Nd1 2.61239(13) 1_455 ?
 F1 Na2 2.72960(10) 5_445 ?
 F1 Na2 2.72960(10) 5_444 ?
 O1 Na1 2.462(2) 2_655 ?
 O1 Na1 2.614(3) 7 ?
 O1 Na1 2.868(3) 7_554 ?
 O2 Nd1 2.383(2) 8_545 ?
 O2 Nd1 2.432(2) 6_655 ?
 O2 Na1 2.871(3) 7 ?
 O3 Nd1 2.346(2) 8_544 ?
 O3 Nd1 2.426(2) 6_654 ?
 O3 Na1 2.696(3) 7_554 ?
 O4 Na1 2.454(2) 4_655 ?
 O4 Nd1 2.645(2) 6_654 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1

_geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Nd1 O2 72.99(7) 7_554 7 ?
 O3 Nd1 O4 124.04(8) 7_554 . ?
 O2 Nd1 O4 143.47(7) 7 . ?
 O3 Nd1 O3 139.16(10) 7_554 6_655 ?
 O2 Nd1 O3 95.57(7) 7 6_655 ?
 O4 Nd1 O3 88.67(7) . 6_655 ?
 O3 Nd1 O2 88.43(8) 7_554 6_654 ?
 O2 Nd1 O2 132.94(10) 7 6_654 ?
 O4 Nd1 O2 82.63(7) . 6_654 ?
 O3 Nd1 O2 70.76(7) 6_655 6_654 ?
 O3 Nd1 O1 82.69(7) 7_554 . ?
 O2 Nd1 O1 88.42(7) 7 . ?
 O4 Nd1 O1 65.13(6) . . ?
 O3 Nd1 O1 137.16(7) 6_655 . ?
 O2 Nd1 O1 132.54(7) 6_654 . ?
 O3 Nd1 F1 70.33(6) 7_554 1_655 ?
 O2 Nd1 F1 66.86(6) 7 1_655 ?
 O4 Nd1 F1 146.05(4) . 1_655 ?
 O3 Nd1 F1 69.17(5) 6_655 1_655 ?
 O2 Nd1 F1 66.20(5) 6_654 1_655 ?
 O1 Nd1 F1 147.44(4) . 1_655 ?
 O3 Nd1 O4 145.55(7) 7_554 6_655 ?
 O2 Nd1 O4 77.92(6) 7 6_655 ?
 O4 Nd1 O4 72.58(4) . 6_655 ?
 O3 Nd1 O4 61.02(6) 6_655 6_655 ?
 O2 Nd1 O4 125.38(7) 6_654 6_655 ?
 O1 Nd1 O4 78.42(6) . 6_655 ?
 F1 Nd1 O4 114.27(4) 1_655 6_655 ?
 O3 Nd1 Si1 106.62(6) 7_554 . ?
 O2 Nd1 Si1 116.14(6) 7 . ?
 O4 Nd1 Si1 32.72(5) . . ?
 O3 Nd1 Si1 113.43(5) 6_655 . ?
 O2 Nd1 Si1 110.49(5) 6_654 . ?
 O1 Nd1 Si1 32.57(4) . . ?
 F1 Nd1 Si1 175.251(19) 1_655 . ?
 O4 Nd1 Si1 70.35(4) 6_655 . ?
 O3 Nd1 Si1 156.79(6) 7_554 6_655 ?
 O2 Nd1 Si1 86.73(5) 7 6_655 ?
 O4 Nd1 Si1 79.06(5) . 6_655 ?
 O3 Nd1 Si1 29.96(5) 6_655 6_655 ?
 O2 Nd1 Si1 97.69(6) 6_654 6_655 ?
 O1 Nd1 Si1 108.46(5) . 6_655 ?
 F1 Nd1 Si1 91.629(12) 1_655 6_655 ?
 O4 Nd1 Si1 31.07(4) 6_655 6_655 ?

Si1 Nd1 Si1 92.226(19) . 6_655 ?
 O3 Nd1 Si1 82.88(6) 7_554 6_654 ?
 O2 Nd1 Si1 149.72(5) 7_6_654 ?
 O4 Nd1 Si1 66.03(5) . 6_654 ?
 O3 Nd1 Si1 90.81(6) 6_655 6_654 ?
 O2 Nd1 Si1 25.87(5) 6_654 6_654 ?
 O1 Nd1 Si1 106.69(5) . 6_654 ?
 F1 Nd1 Si1 88.152(12) 1_655 6_654 ?
 O4 Nd1 Si1 130.10(4) 6_655 6_654 ?
 Si1 Nd1 Si1 87.84(2) . 6_654 ?
 Si1 Nd1 Si1 111.855(19) 6_655 6_654 ?
 O3 Nd1 Na1 138.89(6) 7_554 4_655 ?
 O2 Nd1 Na1 143.78(6) 7_4_655 ?
 O4 Nd1 Na1 44.29(5) . 4_655 ?
 O3 Nd1 Na1 50.02(6) 6_655 4_655 ?
 O2 Nd1 Na1 54.14(6) 6_654 4_655 ?
 O1 Nd1 Na1 108.98(4) . 4_655 ?
 F1 Nd1 Na1 103.363(18) 1_655 4_655 ?
 O4 Nd1 Na1 75.04(5) 6_655 4_655 ?
 Si1 Nd1 Na1 76.42(2) . 4_655 ?
 Si1 Nd1 Na1 57.96(3) 6_655 4_655 ?
 Si1 Nd1 Na1 56.06(3) 6_654 4_655 ?
 O2 Si1 O3 111.00(11) . . ?
 O2 Si1 O1 111.60(13) . . ?
 O3 Si1 O1 111.31(12) . . ?
 O2 Si1 O4 110.14(12) . . ?
 O3 Si1 O4 104.58(12) . . ?
 O1 Si1 O4 107.94(10) . . ?
 O2 Si1 Nd1 122.04(9) . . ?
 O3 Si1 Nd1 126.57(9) . . ?
 O1 Si1 Nd1 55.52(6) . . ?
 O4 Si1 Nd1 52.76(7) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.28(9) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.73(9) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.60(7) . . ?
 O4 Si1 Na1 160.40(8) . . ?
 Nd1 Si1 Na1 109.12(3) . . ?
 O2 Si1 Nd1 125.69(9) . 6_654 ?
 O3 Si1 Nd1 48.37(9) . 6_654 ?
 O1 Si1 Nd1 122.68(9) . 6_654 ?
 O4 Si1 Nd1 56.21(8) . 6_654 ?
 Nd1 Si1 Nd1 92.08(2) . 6_654 ?
 Na1 Si1 Nd1 124.78(4) . 6_654 ?
 O2 Si1 Na2 56.39(9) . . ?
 O3 Si1 Na2 64.32(9) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.98(8) . . ?

O4 Si1 Na2 92.90(7) . . ?
 Nd1 Si1 Na2 144.60(2) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.98(3) . . ?
 Nd1 Si1 Na2 71.198(15) 6_654 . ?
 O2 Si1 Na1 61.86(9) . 7 ?
 O3 Si1 Na1 145.87(9) . 7 ?
 O1 Si1 Na1 52.80(9) . 7 ?
 O4 Si1 Na1 109.13(8) . 7 ?
 Nd1 Si1 Na1 73.07(3) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 66.71(5) . 7 ?
 Nd1 Si1 Na1 164.30(3) 6_654 7 ?
 Na2 Si1 Na1 118.24(3) . 7 ?
 O2 Si1 Na1 152.82(9) . 7_554 ?
 O3 Si1 Na1 55.67(9) . 7_554 ?
 O1 Si1 Na1 61.73(9) . 7_554 ?
 O4 Si1 Na1 96.69(8) . 7_554 ?
 Nd1 Si1 Na1 77.65(3) . 7_554 ?
 Na1 Si1 Na1 69.61(5) . 7_554 ?
 Nd1 Si1 Na1 66.16(3) 6_654 7_554 ?
 Na2 Si1 Na1 119.75(3) . 7_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.02(4) 7 7_554 ?
 O3 Si1 Nd1 135.14(9) . 6_655 ?
 O1 Si1 Nd1 112.23(9) . 6_655 ?
 O4 Si1 Nd1 71.53(8) . 6_655 ?
 Nd1 Si1 Nd1 87.709(19) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Nd1 119.14(4) . 6_655 ?
 Nd1 Si1 Nd1 111.855(19) 6_654 6_655 ?
 Na2 Si1 Nd1 71.190(15) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Nd1 63.55(3) 7 6_655 ?
 Na1 Si1 Nd1 165.03(3) 7_554 6_655 ?
 O4 Na1 O1 150.94(8) 3_565 2_655 ?
 O4 Na1 O1 110.59(7) 3_565 . ?
 O1 Na1 O1 97.75(6) 2_655 . ?
 O4 Na1 O1 79.79(8) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O1 93.52(8) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O1 91.61(8) . 8_545 ?
 O4 Na1 O3 82.05(8) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O3 76.59(7) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O3 148.91(9) . 8_544 ?
 O1 Na1 O3 119.03(7) 8_545 8_544 ?
 O4 Na1 O1 89.92(7) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O1 94.95(7) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O1 93.15(7) . 8_544 ?
 O1 Na1 O1 169.65(9) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 O1 57.60(6) 8_544 8_544 ?
 O4 Na1 O2 73.46(7) 3_565 8_545 ?

O1 Na1 O2 78.93(7) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O2 149.26(9) . 8_545 ?
 O1 Na1 O2 58.46(6) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 O2 60.60(6) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 O2 117.54(7) 8_544 8_545 ?
 O4 Na1 Si1 79.97(5) 3_565 . ?
 O1 Na1 Si1 128.74(6) 2_655 . ?
 O1 Na1 Si1 31.06(5) . . ?
 O1 Na1 Si1 91.26(6) 8_545 . ?
 O3 Na1 Si1 141.09(7) 8_544 . ?
 O1 Na1 Si1 88.09(5) 8_544 . ?
 O2 Na1 Si1 142.36(7) 8_545 . ?
 O4 Na1 Si1 68.58(6) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 91.62(6) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 121.29(8) . 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 29.81(4) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 Si1 89.64(6) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 143.69(5) 8_544 8_545 ?
 O2 Na1 Si1 29.81(4) 8_545 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.89(4) . 8_545 ?
 O4 Na1 Si1 77.05(6) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 93.15(7) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 123.03(8) . 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 143.35(6) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 Si1 29.76(5) 8_544 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 30.06(4) 8_544 8_544 ?
 O2 Na1 Si1 87.70(5) 8_545 8_544 ?
 Si1 Na1 Si1 111.95(4) . 8_544 ?
 Si1 Na1 Si1 114.02(4) 8_545 8_544 ?
 O4 Na1 Na1 158.03(8) 3_565 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 49.98(5) 2_655 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 47.80(5) . 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 95.24(5) 8_545 2_655 ?
 O3 Na1 Na1 118.44(7) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 94.77(4) 8_544 2_655 ?
 O2 Na1 Na1 122.18(7) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 78.76(4) . 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 116.26(3) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 116.26(3) 8_544 2_655 ?
 O4 Na1 Nd1 43.48(5) 3_565 3_565 ?
 O1 Na1 Nd1 108.57(5) 2_655 3_565 ?
 O1 Na1 Nd1 153.66(6) . 3_565 ?
 O1 Na1 Nd1 87.92(5) 8_545 3_565 ?
 O3 Na1 Nd1 43.59(5) 8_544 3_565 ?
 O1 Na1 Nd1 83.74(5) 8_544 3_565 ?
 O2 Na1 Nd1 43.35(5) 8_545 3_565 ?

Si1 Na1 Nd1 122.60(3) . 3_565 ?
 Si1 Na1 Nd1 60.39(2) 8_545 3_565 ?
 Si1 Na1 Nd1 55.88(2) 8_544 3_565 ?
 Na1 Na1 Nd1 158.41(6) 2_655 3_565 ?
 O2 Na2 O2 103.14(4) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O2 103.14(4) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O2 123.06(9) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O2 123.06(9) 2_665 . ?
 O2 Na2 O2 103.14(4) 3_565 . ?
 O2 Na2 O2 103.14(4) 4_655 . ?
 O2 Na2 F1 61.53(4) 2_665 5 ?
 O2 Na2 F1 118.47(4) 3_565 5 ?
 O2 Na2 F1 118.47(4) 4_655 5 ?
 O2 Na2 F1 61.53(4) . 5 ?
 O2 Na2 F1 118.47(4) 2_665 5_554 ?
 O2 Na2 F1 61.53(4) 3_565 5_554 ?
 O2 Na2 F1 61.53(4) 4_655 5_554 ?
 O2 Na2 F1 118.47(4) . 5_554 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5 5_554 ?
 O2 Na2 O3 79.75(7) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O3 176.63(7) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O3 57.34(6) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 O3 73.70(7) . 4_655 ?
 F1 Na2 O3 61.25(4) 5 4_655 ?
 F1 Na2 O3 118.75(4) 5_554 4_655 ?
 O2 Na2 O3 176.63(7) 2_665 . ?
 O2 Na2 O3 73.70(7) 3_565 . ?
 O2 Na2 O3 79.75(7) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 57.34(6) . . ?
 F1 Na2 O3 118.75(4) 5 . ?
 F1 Na2 O3 61.25(4) 5_554 . ?
 O3 Na2 O3 103.38(4) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 73.70(7) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O3 57.34(6) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 O3 176.63(7) 4_655 3_565 ?
 O2 Na2 O3 79.75(7) . 3_565 ?
 F1 Na2 O3 61.25(4) 5 3_565 ?
 F1 Na2 O3 118.75(4) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 O3 122.50(8) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 O3 103.38(4) . 3_565 ?
 O2 Na2 O3 57.34(6) 2_665 2_665 ?
 O2 Na2 O3 79.75(7) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O3 73.70(7) 4_655 2_665 ?
 O2 Na2 O3 176.63(8) . 2_665 ?
 F1 Na2 O3 118.75(4) 5 2_665 ?
 F1 Na2 O3 61.25(4) 5_554 2_665 ?

O3 Na2 O3 103.38(4) 4_655 2_665 ?
 O3 Na2 O3 122.50(8) . 2_665 ?
 O3 Na2 O3 103.38(4) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 Si1 82.02(5) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 151.11(5) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 30.41(5) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 97.22(5) . 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 89.212(17) 5_4_655 ?
 F1 Na2 Si1 90.788(17) 5_554 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 30.40(4) 4_655 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 101.31(5) . 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 148.13(5) 3_565 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 79.46(5) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 97.22(5) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 30.41(5) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 151.11(5) 4_655 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 82.02(5) . 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 89.212(17) 5_3_565 ?
 F1 Na2 Si1 90.788(17) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 148.14(5) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 79.46(5) . 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 30.40(4) 3_565 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 101.31(5) 2_665 3_565 ?
 Si1 Na2 Si1 178.42(3) 4_655 3_565 ?
 Nd1 F1 Nd1 175.794(7) 4_545 3_565 ?
 Nd1 F1 Nd1 90.1 4_545 2_655 ?
 Nd1 F1 Nd1 90.1 3_565 2_655 ?
 Nd1 F1 Nd1 90.1 4_545 1_455 ?
 Nd1 F1 Nd1 90.1 3_565 1_455 ?
 Nd1 F1 Nd1 175.794(7) 2_655 1_455 ?
 Nd1 F1 Na2 92.103(3) 4_545 5_445 ?
 Nd1 F1 Na2 92.103(3) 3_565 5_445 ?
 Nd1 F1 Na2 87.897(3) 2_655 5_445 ?
 Nd1 F1 Na2 87.897(3) 1_455 5_445 ?
 Nd1 F1 Na2 87.897(3) 4_545 5_444 ?
 Nd1 F1 Na2 87.897(3) 3_565 5_444 ?
 Nd1 F1 Na2 92.103(3) 2_655 5_444 ?
 Nd1 F1 Na2 92.103(3) 1_455 5_444 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5_445 5_444 ?
 Si1 O1 Na1 174.12(14) . 2_655 ?
 Si1 O1 Nd1 91.91(8) . . ?
 Na1 O1 Nd1 90.46(6) 2_655 . ?
 Si1 O1 Na1 95.34(8) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.22(6) 2_655 . ?
 Nd1 O1 Na1 172.66(8) . . ?
 Si1 O1 Na1 97.39(10) . 7 ?

Na1 O1 Na1 87.80(8) 2_655 7 ?
 Nd1 O1 Na1 94.17(7) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 86.07(8) . 7 ?
 Si1 O1 Na1 88.21(10) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 86.25(8) 2_655 7_554 ?
 Nd1 O1 Na1 94.34(7) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 84.74(7) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 169.65(9) 7_7_554 ?
 Si1 O2 Nd1 144.17(14) . 8_545 ?
 Si1 O2 Nd1 113.17(11) . 6_655 ?
 Nd1 O2 Nd1 100.32(8) 8_545 6_655 ?
 Si1 O2 Na2 93.20(10) . . ?
 Nd1 O2 Na2 94.45(7) 8_545 . ?
 Nd1 O2 Na2 97.98(8) 6_655 . ?
 Si1 O2 Na1 88.33(10) . 7 ?
 Nd1 O2 Na1 83.61(7) 8_545 7 ?
 Nd1 O2 Na1 82.51(7) 6_655 7 ?
 Na2 O2 Na1 178.06(9) . 7 ?
 Si1 O3 Nd1 156.74(14) . 8_544 ?
 Si1 O3 Nd1 101.67(11) . 6_654 ?
 Nd1 O3 Nd1 101.54(8) 8_544 6_654 ?
 Si1 O3 Na1 94.56(10) . 7_554 ?
 Nd1 O3 Na1 88.29(8) 8_544 7_554 ?
 Nd1 O3 Na1 86.40(7) 6_654 7_554 ?
 Si1 O3 Na2 85.29(9) . . ?
 Nd1 O3 Na2 94.08(7) 8_544 . ?
 Nd1 O3 Na2 88.10(7) 6_654 . ?
 Na1 O3 Na2 174.34(10) 7_554 . ?
 Si1 O4 Nd1 94.52(8) . . ?
 Si1 O4 Na1 165.19(13) . 4_655 ?
 Nd1 O4 Na1 92.23(7) . 4_655 ?
 Si1 O4 Nd1 92.73(9) . 6_654 ?
 Nd1 O4 Nd1 123.89(8) . 6_654 ?
 Na1 O4 Nd1 94.43(7) 4_655 6_654 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.26
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.607
 _refine_diff_density_min -0.485
 _refine_diff_density_rms 0.111

#===END

data_Na5Sm4F[SiO4]4
 _publ_requested_journal Inorg.Chem.

_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
 _publ_contact_author_address
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 _publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
 _publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
 _publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
 loop_
 _publ_author_name
 _publ_author_address
 'Latshaw, Allison M.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Wilkins, Branford O.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Hughey, Kendall D.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Yeon, Jeongho'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Williams, Derek E.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Tran, T. Thao'
 ;University of Houston
 Department of Chemistry

Houston, TX 77204

;

'Halasyamani, P. Shiv'

;University of Houston

Department of Chemistry

Houston, TX 77204

;

'zur Loye, Hans-Conrad'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

_audit_creation_method SHELXL-97

_chemical_name_systematic

;

?

;

_chemical_name_common ?

_chemical_melting_point ?

_chemical_formula_moiety 'F O16 Si4 Sm4, 5(Na)'

_chemical_formula_sum 'F Na5 O16 Si4 Sm4'

_chemical_formula_weight 1103.71

loop_

_atom_type_symbol

_atom_type_description

_atom_type_scatter_dispersion_real

_atom_type_scatter_dispersion_imag

_atom_type_scatter_source

O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Sm Sm -0.1638 3.4418 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal

_space_group_IT_number 82

_space_group_name_H-M_alt 'I -4'

_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

'x, y, z'

'-x, -y, z'

'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.8246(2)
_cell_length_b 11.8246(2)
_cell_length_c 5.44190(10)
_cell_angle_alpha 90.00
_cell_angle_beta 90.00
_cell_angle_gamma 90.00
_cell_volume 760.89(2)
_cell_formula_units_Z 2
_cell_measurement_temperature 294(2)
_cell_measurement_reflns_used 46970
_cell_measurement_theta_min 2.4359
_cell_measurement_theta_max 28.2690

_exptl_crystal_description prism
_exptl_crystal_colour yellow
_exptl_crystal_size_max 0.12
_exptl_crystal_size_mid 0.12
_exptl_crystal_size_min 0.12
_exptl_crystal_density_meas ?
_exptl_crystal_density_diffn 4.817
_exptl_crystal_density_method 'not measured'
_exptl_crystal_F_000 992
_exptl_absorpt_coefficient_mu 15.769
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.2534
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.2534
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details
;
?
;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
_diffn_radiation_wavelength 0.71073
_diffn_radiation_type MoK α
_diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator graphite
_diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'

```

_diffrn_measurement_method    'phi and omega scans'
_diffrn_detector_area_resol_mean ?
_diffrn_standards_number      ?
_diffrn_standards_interval_count ?
_diffrn_standards_interval_time ?
_diffrn_standards_decay_%     ?
_diffrn_reflns_number         5260
_diffrn_reflns_av_R_equivalents 0.0164
_diffrn_reflns_av_sigmaI/netI  0.0121
_diffrn_reflns_limit_h_min    -15
_diffrn_reflns_limit_h_max    15
_diffrn_reflns_limit_k_min    -15
_diffrn_reflns_limit_k_max    15
_diffrn_reflns_limit_l_min    -7
_diffrn_reflns_limit_l_max    7
_diffrn_reflns_theta_min      2.44
_diffrn_reflns_theta_max      28.27
_reflns_number_total          953
_reflns_number_gt             953
_reflns_threshold_expression   >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection    ?
_computing_cell_refinement     'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction     'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type          full
_refine_ls_weighting_scheme     calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2*(Fo^2)+(0.0179P)^2+1.9329P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_atom_sites_solution_primary    direct

```

```

_atom_sites_solution_secondary difmap
_refine_ls_extinction_method SHELXL
_refine_ls_extinction_coef 0.00621(16)
_refine_ls_extinction_expression  $F_c^{*^2} = k F_c [1 + 0.001 x F_c^{*^2} \sin^2(2\theta) / \sin(2\theta)]^{-1/4}$ 
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(3)
_refine_ls_number_reflns 953
_refine_ls_number_parameters 70
_refine_ls_number_restraints 0
_refine_ls_R_factor_all 0.0115
_refine_ls_R_factor_gt 0.0115
_refine_ls_wR_factor_ref 0.0296
_refine_ls_wR_factor_gt 0.0296
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.085
_refine_ls_restrained_S_all 1.085
_refine_ls_shift/su_max 0.001
_refine_ls_shift/su_mean 0.000

```

```
loop_
```

```

_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Sm1 Sm 0.316021(13) 0.383637(12) -0.01952(3) 0.00719(7) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10247(7) 0.24711(7) 0.0093(2) 0.00677(17) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10479(12) 0.41054(12) -0.0080(4) 0.0186(3) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0244(7) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0124(8) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.10717(19) 0.38458(19) -0.0146(5) 0.0114(5) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.0476(2) 0.1897(2) -0.2330(5) 0.0109(5) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.0354(2) 0.2081(2) 0.2555(5) 0.0117(5) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.23230(19) 0.2024(2) 0.0537(5) 0.0098(5) Uani 1 1 d . . .

```

```
loop_
```

```

_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22

```

```

_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Sm1 0.00690(9) 0.00632(9) 0.00835(9) -0.00044(6) -0.00009(6) 0.00019(5)
Si1 0.0069(4) 0.0076(4) 0.0058(4) -0.0001(4) 0.0002(4) -0.0003(3)
Na1 0.0148(6) 0.0144(6) 0.0265(9) -0.0017(8) 0.0009(7) -0.0008(5)
Na2 0.0196(9) 0.0196(9) 0.034(2) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0097(10) 0.0097(10) 0.018(2) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0099(10) 0.0087(10) 0.0156(13) -0.0008(11) 0.0002(11) 0.0019(8)
O2 0.0097(13) 0.0168(14) 0.0062(11) -0.0018(10) -0.0010(10) 0.0011(11)
O3 0.0093(13) 0.0178(14) 0.0079(12) 0.0040(10) 0.0029(10) -0.0004(10)
O4 0.0080(10) 0.0094(10) 0.0121(12) 0.0003(9) -0.0012(9) -0.0016(8)

```

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

```

_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
Sm1 O3 2.317(3) 8 ?
Sm1 O2 2.362(3) 8_554 ?
Sm1 O4 2.394(2) . ?
Sm1 O3 2.400(3) 6_554 ?
Sm1 O2 2.405(3) 6 ?
Sm1 O1 2.470(2) . ?
Sm1 F1 2.57628(16) . ?
Sm1 O4 2.599(3) 6_554 ?
Si1 O2 1.618(3) . ?
Si1 O3 1.624(3) . ?
Si1 O1 1.632(3) . ?
Si1 O4 1.642(3) . ?
Na1 O4 2.416(3) 4 ?
Na1 O1 2.423(3) 2_565 ?
Na1 O1 2.525(3) . ?
Na1 O1 2.610(3) 7_454 ?

```

Na1 O3 2.682(3) 7_455 ?
 Na1 O2 2.852(3) 7_454 ?
 Na1 O1 2.854(3) 7_455 ?
 Na2 O2 2.638(3) 3 ?
 Na2 O2 2.638(3) 2 ?
 Na2 O2 2.638(3) . ?
 Na2 O2 2.638(3) 4 ?
 Na2 F1 2.72100(10) 5_445 ?
 Na2 F1 2.72100(10) 5_444 ?
 Na2 O3 2.857(3) . ?
 Na2 O3 2.857(3) 3 ?
 Na2 O3 2.857(3) 4 ?
 Na2 O3 2.857(3) 2 ?
 F1 Sm1 2.57628(16) 2_665 ?
 F1 Sm1 2.57628(16) 4_655 ?
 F1 Sm1 2.57628(15) 3_565 ?
 F1 Na2 2.72100(10) 5 ?
 F1 Na2 2.72100(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.423(3) 2_565 ?
 O1 Na1 2.610(3) 8_554 ?
 O1 Na1 2.854(3) 8 ?
 O2 Sm1 2.362(3) 7_454 ?
 O2 Sm1 2.405(3) 6_554 ?
 O2 Na1 2.852(3) 8_554 ?
 O3 Sm1 2.317(3) 7_455 ?
 O3 Sm1 2.400(3) 6 ?
 O3 Na1 2.682(3) 8 ?
 O4 Na1 2.416(3) 3 ?
 O4 Sm1 2.599(3) 6 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1
 _geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Sm1 O2 73.40(9) 8 8_554 ?
 O3 Sm1 O4 122.65(10) 8 . ?
 O2 Sm1 O4 144.87(9) 8_554 . ?
 O3 Sm1 O3 139.15(12) 8 6_554 ?
 O2 Sm1 O3 95.79(9) 8_554 6_554 ?
 O4 Sm1 O3 89.03(9) . 6_554 ?
 O3 Sm1 O2 87.69(9) 8 6 ?
 O2 Sm1 O2 133.25(12) 8_554 6 ?

O4 Sm1 O2 81.17(9) . 6 ?
 O3 Sm1 O2 71.17(9) 6_554 6 ?
 O3 Sm1 O1 82.35(9) 8 . ?
 O2 Sm1 O1 88.49(9) 8_554 . ?
 O4 Sm1 O1 65.72(8) . . ?
 O3 Sm1 O1 137.68(8) 6_554 . ?
 O2 Sm1 O1 131.68(9) 6 . ?
 O3 Sm1 F1 70.39(7) 8 . ?
 O2 Sm1 F1 67.01(7) 8_554 . ?
 O4 Sm1 F1 145.13(6) . . ?
 O3 Sm1 F1 69.17(6) 6_554 . ?
 O2 Sm1 F1 66.40(6) 6 . ?
 O1 Sm1 F1 147.30(5) . . ?
 O3 Sm1 O4 146.14(9) 8 6_554 ?
 O2 Sm1 O4 78.78(8) 8_554 6_554 ?
 O4 Sm1 O4 72.99(5) . 6_554 ?
 O3 Sm1 O4 61.84(8) 6_554 6_554 ?
 O2 Sm1 O4 125.84(8) 6 6_554 ?
 O1 Sm1 O4 77.98(8) . 6_554 ?
 F1 Sm1 O4 115.56(5) . 6_554 ?
 O3 Sm1 Si1 106.32(8) 8 . ?
 O2 Sm1 Si1 116.56(7) 8_554 . ?
 O4 Sm1 Si1 33.06(6) . . ?
 O3 Sm1 Si1 113.54(7) 6_554 . ?
 O2 Sm1 Si1 109.65(7) 6 . ?
 O1 Sm1 Si1 32.92(6) . . ?
 F1 Sm1 Si1 174.64(2) . . ?
 O4 Sm1 Si1 69.58(5) 6_554 . ?
 O3 Sm1 Si1 157.52(7) 8 6_554 ?
 O2 Sm1 Si1 86.98(7) 8_554 6_554 ?
 O4 Sm1 Si1 79.77(7) . 6_554 ?
 O3 Sm1 Si1 30.43(6) 6_554 6_554 ?
 O2 Sm1 Si1 98.38(7) 6 6_554 ?
 O1 Sm1 Si1 108.51(6) . 6_554 ?
 F1 Sm1 Si1 92.142(16) . 6_554 ?
 O4 Sm1 Si1 31.41(5) 6_554 6_554 ?
 Si1 Sm1 Si1 92.06(2) . 6_554 ?
 O3 Sm1 Si1 82.09(7) 8 6 ?
 O2 Sm1 Si1 149.62(7) 8_554 6 ?
 O4 Sm1 Si1 64.54(6) . 6 ?
 O3 Sm1 Si1 91.08(7) 6_554 6 ?
 O2 Sm1 Si1 25.68(6) 6 6 ?
 O1 Sm1 Si1 106.01(7) . 6 ?
 F1 Sm1 Si1 88.202(15) . 6 ?
 O4 Sm1 Si1 129.75(6) 6_554 6 ?
 Si1 Sm1 Si1 87.12(3) . 6 ?

Si1 Sm1 Si1 112.27(2) 6_554 6 ?
 O3 Sm1 Na1 138.23(8) 8 3 ?
 O2 Sm1 Na1 144.14(7) 8_554 3 ?
 O4 Sm1 Na1 43.82(6) . 3 ?
 O3 Sm1 Na1 50.19(7) 6_554 3 ?
 O2 Sm1 Na1 54.26(7) 6 3 ?
 O1 Sm1 Na1 108.94(6) . 3 ?
 F1 Sm1 Na1 103.46(2) . 3 ?
 O4 Sm1 Na1 74.84(6) 6_554 3 ?
 Si1 Sm1 Na1 76.03(3) . 3 ?
 Si1 Sm1 Na1 58.11(4) 6_554 3 ?
 Si1 Sm1 Na1 56.18(4) 6 3 ?
 O2 Si1 O3 110.92(14) . . ?
 O2 Si1 O1 111.51(16) . . ?
 O3 Si1 O1 111.44(15) . . ?
 O2 Si1 O4 111.10(15) . . ?
 O3 Si1 O4 104.09(14) . . ?
 O1 Si1 O4 107.50(13) . . ?
 O2 Si1 Sm1 121.36(11) . . ?
 O3 Si1 Sm1 127.36(11) . . ?
 O1 Si1 Sm1 55.34(8) . . ?
 O4 Si1 Sm1 52.70(9) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.43(11) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.49(11) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.68(9) . . ?
 O4 Si1 Na1 159.68(10) . . ?
 Sm1 Si1 Na1 109.02(3) . . ?
 O2 Si1 Sm1 125.51(11) . 6 ?
 O3 Si1 Sm1 48.48(10) . 6 ?
 O1 Si1 Sm1 122.95(11) . 6 ?
 O4 Si1 Sm1 55.61(10) . 6 ?
 Sm1 Si1 Sm1 92.82(3) . 6 ?
 Na1 Si1 Sm1 124.69(5) . 6 ?
 O2 Si1 Na2 56.37(10) . . ?
 O3 Si1 Na2 64.12(11) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.74(10) . . ?
 O4 Si1 Na2 93.62(9) . . ?
 Sm1 Si1 Na2 144.91(3) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.70(3) . . ?
 Sm1 Si1 Na2 71.120(19) 6 . ?
 O2 Si1 Na1 153.08(11) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 55.82(11) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.88(11) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 95.47(10) . 8 ?
 Sm1 Si1 Na1 78.02(3) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.68(6) . 8 ?

Sm1 Si1 Na1 66.21(4) 6 8 ?
 Na2 Si1 Na1 119.70(4) . 8 ?
 O2 Si1 Na1 61.48(11) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.48(11) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 52.93(11) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 109.99(11) . 8_554 ?
 Sm1 Si1 Na1 72.89(3) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.65(6) . 8_554 ?
 Sm1 Si1 Na1 164.79(4) 6 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 117.83(4) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.27(5) 8 8_554 ?
 O3 Si1 Sm1 134.93(11) . 6_554 ?
 O1 Si1 Sm1 112.05(11) . 6_554 ?
 O4 Si1 Sm1 73.36(10) . 6_554 ?
 Sm1 Si1 Sm1 87.82(2) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Sm1 118.53(5) . 6_554 ?
 Sm1 Si1 Sm1 112.27(2) 6 6_554 ?
 Na2 Si1 Sm1 71.075(19) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Sm1 165.56(4) 8 6_554 ?
 Na1 Si1 Sm1 63.14(3) 8_554 6_554 ?
 O4 Na1 O1 149.91(10) 4 2_565 ?
 O4 Na1 O1 111.51(9) 4 . ?
 O1 Na1 O1 97.63(8) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 78.73(10) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 93.72(10) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O1 91.37(10) . 7_454 ?
 O4 Na1 O3 82.32(10) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 76.11(9) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O3 148.77(12) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 119.31(9) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 O2 72.15(9) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 79.00(9) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O2 149.26(12) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 58.72(8) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.60(8) 7_455 7_454 ?
 O4 Na1 O1 91.01(9) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 95.02(10) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O1 92.80(9) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.72(11) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 58.04(8) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 O1 117.89(9) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 Si1 80.69(7) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 128.93(7) 2_565 . ?
 O1 Na1 Si1 31.37(6) . . ?
 O1 Na1 Si1 91.03(7) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.23(9) 7_455 . ?

O2 Na1 Si1 142.26(8) 7_454 . ?
 O1 Na1 Si1 87.66(7) 7_455 . ?
 O4 Na1 Si1 77.65(8) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 93.08(8) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 122.93(10) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 143.68(7) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 30.06(6) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.81(6) 7_454 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 30.28(5) 7_455 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 111.74(5) . 7_455 ?
 O4 Na1 Si1 67.31(8) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 91.64(8) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 121.19(9) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 29.92(6) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 89.81(7) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 29.90(6) 7_454 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 144.12(7) 7_455 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.80(6) . 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.27(5) 7_455 7_454 ?
 O4 Na1 Na1 158.41(10) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 50.18(7) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 47.47(6) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 95.09(6) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 118.22(8) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 122.35(8) 7_454 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.65(5) 7_455 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.75(5) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.28(4) 7_455 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.18(4) 7_454 2_565 ?
 O4 Na1 Sm1 43.32(6) 4 4 ?
 O1 Na1 Sm1 108.08(7) 2_565 4 ?
 O1 Na1 Sm1 154.25(7) . 4 ?
 O1 Na1 Sm1 88.36(7) 7_454 4 ?
 O3 Na1 Sm1 43.42(6) 7_455 4 ?
 O2 Na1 Sm1 43.19(6) 7_454 4 ?
 O1 Na1 Sm1 83.80(6) 7_455 4 ?
 Si1 Na1 Sm1 122.88(4) . 4 ?
 Si1 Na1 Sm1 55.69(3) 7_455 4 ?
 Si1 Na1 Sm1 60.68(3) 7_454 4 ?
 Na1 Na1 Sm1 158.11(7) 2_565 4 ?
 O2 Na2 O2 103.36(5) 3 2 ?
 O2 Na2 O2 103.36(5) 3 . ?
 O2 Na2 O2 122.55(11) 2 . ?
 O2 Na2 O2 122.55(11) 3 4 ?
 O2 Na2 O2 103.36(5) 2 4 ?
 O2 Na2 O2 103.36(5) . 4 ?

O2 Na2 F1 61.27(5) 3 5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.73(5) 2 5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.73(5) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 61.27(5) 4 5_445 ?
 O2 Na2 F1 118.73(5) 3 5_444 ?
 O2 Na2 F1 61.27(5) 2 5_444 ?
 O2 Na2 F1 61.27(5) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 118.73(5) 4 5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 79.93(9) 3 . ?
 O2 Na2 O3 176.12(9) 2 . ?
 O2 Na2 O3 58.00(7) . . ?
 O2 Na2 O3 72.97(9) 4 . ?
 F1 Na2 O3 60.88(5) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 119.12(5) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 58.00(7) 3 3 ?
 O2 Na2 O3 79.93(9) 2 3 ?
 O2 Na2 O3 72.97(9) . 3 ?
 O2 Na2 O3 176.12(9) 4 3 ?
 F1 Na2 O3 119.12(5) 5_445 3 ?
 F1 Na2 O3 60.88(5) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 103.70(5) . 3 ?
 O2 Na2 O3 176.12(9) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 72.97(9) 2 4 ?
 O2 Na2 O3 79.93(9) . 4 ?
 O2 Na2 O3 58.00(7) 4 4 ?
 F1 Na2 O3 119.12(5) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 60.88(5) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 103.70(5) . 4 ?
 O3 Na2 O3 121.76(10) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 72.97(9) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 58.00(7) 2 2 ?
 O2 Na2 O3 176.12(9) . 2 ?
 O2 Na2 O3 79.93(9) 4 2 ?
 F1 Na2 O3 60.88(5) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 119.12(5) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 121.76(10) . 2 ?
 O3 Na2 O3 103.70(5) 3 2 ?
 O3 Na2 O3 103.70(5) 4 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.16(6) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 151.04(6) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 30.72(6) . . ?
 O2 Na2 Si1 96.95(6) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 89.09(2) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 90.91(2) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 30.76(5) . . ?

O3 Na2 Si1 79.25(6) 3 . ?
 O3 Na2 Si1 101.66(6) 4 . ?
 O3 Na2 Si1 147.55(6) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 96.95(6) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 30.72(6) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 151.04(6) . 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.16(6) 4 2 ?
 F1 Na2 Si1 89.09(2) 5_445 2 ?
 F1 Na2 Si1 90.91(2) 5_444 2 ?
 O3 Na2 Si1 147.55(6) . 2 ?
 O3 Na2 Si1 101.66(6) 3 2 ?
 O3 Na2 Si1 79.25(6) 4 2 ?
 O3 Na2 Si1 30.76(5) 2 2 ?
 Si1 Na2 Si1 178.17(4) . 2 ?
 Sm1 F1 Sm1 175.274(8) 2_665 . ?
 Sm1 F1 Sm1 90.1 2_665 4_655 ?
 Sm1 F1 Sm1 90.1 . 4_655 ?
 Sm1 F1 Sm1 90.1 2_665 3_565 ?
 Sm1 F1 Sm1 90.1 . 3_565 ?
 Sm1 F1 Sm1 175.274(8) 4_655 3_565 ?
 Sm1 F1 Na2 92.363(4) 2_665 5 ?
 Sm1 F1 Na2 92.363(4) . 5 ?
 Sm1 F1 Na2 87.637(4) 4_655 5 ?
 Sm1 F1 Na2 87.637(4) 3_565 5 ?
 Sm1 F1 Na2 87.637(4) 2_665 5_554 ?
 Sm1 F1 Na2 87.637(4) . 5_554 ?
 Sm1 F1 Na2 92.363(4) 4_655 5_554 ?
 Sm1 F1 Na2 92.363(4) 3_565 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 173.99(17) . 2_565 ?
 Si1 O1 Sm1 91.74(10) . . ?
 Na1 O1 Sm1 90.93(8) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 94.94(11) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.34(8) 2_565 . ?
 Sm1 O1 Na1 173.28(11) . . ?
 Si1 O1 Na1 97.14(13) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 88.03(10) 2_565 8_554 ?
 Sm1 O1 Na1 93.99(9) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 85.91(10) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 87.83(12) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 86.58(10) 2_565 8 ?
 Sm1 O1 Na1 94.84(9) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.70(9) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.72(11) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Sm1 143.69(16) . 7_454 ?
 Si1 O2 Sm1 114.23(14) . 6_554 ?

Sm1 O2 Sm1 99.80(9) 7_454 6_554 ?
 Si1 O2 Na2 92.90(12) . . ?
 Sm1 O2 Na2 94.27(9) 7_454 . ?
 Sm1 O2 Na2 98.50(10) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.62(12) . 8_554 ?
 Sm1 O2 Na1 83.40(9) 7_454 8_554 ?
 Sm1 O2 Na1 82.55(8) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 177.59(12) . 8_554 ?
 Si1 O3 Sm1 157.65(17) . 7_455 ?
 Si1 O3 Sm1 101.08(13) . 6 ?
 Sm1 O3 Sm1 101.24(10) 7_455 6 ?
 Si1 O3 Na1 94.12(13) . 8 ?
 Sm1 O3 Na1 88.18(10) 7_455 8 ?
 Sm1 O3 Na1 86.39(9) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.12(11) . . ?
 Sm1 O3 Na2 94.72(9) 7_455 . ?
 Sm1 O3 Na2 88.08(9) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 174.17(12) 8 . ?
 Si1 O4 Sm1 94.24(11) . . ?
 Si1 O4 Na1 162.67(16) . 3 ?
 Sm1 O4 Na1 92.86(9) . 3 ?
 Si1 O4 Sm1 92.98(11) . 6 ?
 Sm1 O4 Sm1 126.16(11) . 6 ?
 Na1 O4 Sm1 95.55(10) 3 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.27
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.725
 _refine_diff_density_min -0.543
 _refine_diff_density_rms 0.145

#==END

data_Na5Eu4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
 _publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
 _publ_contact_author_address
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 _publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
 _publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
 _publ_contact_author_fax +1-803-777-8508

loop_
_publ_author_name
_publ_author_address
'Latshaw, Allison M.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Wilkins, Branford O.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Hughey, Kendall D.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Yeon, Jeongho'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Williams, Derek E.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Tran, T. Thao'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204
;
'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204
;
'zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

_audit_creation_method SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common ?
_chemical_melting_point ?
_chemical_formula_moiety 'Eu4 F Na5 O16 Si4'
_chemical_formula_sum 'Eu4 F Na5 O16 Si4'
_chemical_formula_weight 1110.15

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Eu Eu -0.1578 3.6682 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number 82
_space_group_name_H-M_alt 'I -4'
_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.7718(3)
_cell_length_b 11.7718(3)
_cell_length_c 5.4349(3)

_cell_angle_alpha 90.00
 _cell_angle_beta 90.00
 _cell_angle_gamma 90.00
 _cell_volume 753.14(5)
 _cell_formula_units_Z 2
 _cell_measurement_temperature 569(2)
 _cell_measurement_reflns_used 2877
 _cell_measurement_theta_min 2.4468
 _cell_measurement_theta_max 28.2409

_exptl_crystal_description prism
 _exptl_crystal_colour colorless
 _exptl_crystal_size_max 0.05
 _exptl_crystal_size_mid 0.05
 _exptl_crystal_size_min 0.03
 _exptl_crystal_density_meas ?
 _exptl_crystal_density_diffn 4.895
 _exptl_crystal_density_method 'not measured'
 _exptl_crystal_F_000 1000
 _exptl_absorpt_coefficient_mu 16.993
 _exptl_absorpt_correction_type multi-scan
 _exptl_absorpt_correction_T_min 0.4837
 _exptl_absorpt_correction_T_max 0.6296
 _exptl_absorpt_process_details

;
 SADABS v.2.10 (Bruker,2003)

;
 _exptl_special_details
 ;
 ?
 ;

_diffn_ambient_temperature 569(2)
 _diffn_radiation_wavelength 0.71073
 _diffn_radiation_type MoK\alpha
 _diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
 _diffn_radiation_monochromator graphite
 _diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
 _diffn_measurement_method 'phi and omega scans'
 _diffn_detector_area_resol_mean ?
 _diffn_standards_number ?
 _diffn_standards_interval_count ?
 _diffn_standards_interval_time ?
 _diffn_standards_decay_% ?
 _diffn_reflns_number 5226
 _diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0202

```

_diffrn_reflms_av_sigmal/netl 0.0165
_diffrn_reflms_limit_h_min -15
_diffrn_reflms_limit_h_max 15
_diffrn_reflms_limit_k_min -15
_diffrn_reflms_limit_k_max 15
_diffrn_reflms_limit_l_min -7
_diffrn_reflms_limit_l_max 7
_diffrn_reflms_theta_min 2.45
_diffrn_reflms_theta_max 28.24
_reflms_number_total 941
_reflms_number_gt 934
_reflms_threshold_expression >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection ?
_computing_cell_refinement 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type full
_refine_ls_weighting_scheme calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2(Fo^2)+(0.0259P)^2+3.1560P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_atom_sites_solution_primary direct
_atom_sites_solution_secondary difmap
_refine_ls_extinction_method none
_refine_ls_extinction_coef ?
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(6)
_refine_ls_number_reflms 941
_refine_ls_number_parameters 69
_refine_ls_number_restraints 0

```

```

loop_
  _atom_site_label
  _atom_site_type_symbol
  _atom_site_fract_x
  _atom_site_fract_y
  _atom_site_fract_z
  _atom_site_U_iso_or_equiv
  _atom_site_adp_type
  _atom_site_occupancy
  _atom_site_symmetry_multiplicity
  _atom_site_calc_flag
  _atom_site_refinement_flags
  _atom_site_disorder_assembly
  _atom_site_disorder_group
Eu1 Eu 0.81624(2) 0.116141(19) 0.02058(5) 0.00820(8) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.60276(11) 0.25296(11) -0.0095(3) 0.0075(3) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na 0.39532(18) 0.08948(17) 0.0075(5) 0.0185(5) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.5000 0.5000 0.0000 0.0253(11) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.0000 0.0000 0.0000 0.0155(14) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.6078(3) 0.1156(3) 0.0140(8) 0.0130(7) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.5482(4) 0.3109(4) 0.2319(7) 0.0138(8) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.5345(4) 0.2929(4) -0.2563(7) 0.0117(8) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.7336(3) 0.2971(3) -0.0568(7) 0.0112(7) Uani 1 1 d . . .

loop_
  _atom_site_aniso_label
  _atom_site_aniso_U_11
  _atom_site_aniso_U_22
  _atom_site_aniso_U_33
  _atom_site_aniso_U_23
  _atom_site_aniso_U_13
  _atom_site_aniso_U_12
Eu1 0.00818(12) 0.00726(12) 0.00914(11) -0.00041(9) 0.000000(9) -0.00029(8)
Si1 0.0073(5) 0.0089(5) 0.0062(7) 0.0000(6) -0.0004(6) -0.0007(4)
Na1 0.0142(10) 0.0137(9) 0.0275(13) -0.0008(12) -0.0022(11) 0.0001(8)
Na2 0.0221(14) 0.0221(14) 0.032(3) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0122(17) 0.0122(17) 0.022(4) 0.000 0.000 0.000

```

O1 0.0126(17) 0.0074(15) 0.019(2) 0.0020(17) -0.0002(18) -0.0010(13)
 O2 0.012(2) 0.017(2) 0.0124(19) -0.0022(16) -0.0002(16) 0.0034(18)
 O3 0.009(2) 0.019(2) 0.0071(18) 0.0044(15) -0.0022(15) 0.0012(16)
 O4 0.0106(16) 0.0106(16) 0.0123(18) 0.0016(14) 0.0017(14) 0.0003(13)

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

_geom_bond_atom_site_label_1

_geom_bond_atom_site_label_2

_geom_bond_distance

_geom_bond_site_symmetry_2

_geom_bond_publ_flag

Eu1 O3 2.299(4) 7_554 ?

Eu1 O2 2.358(4) 7 ?

Eu1 O4 2.379(4) . ?

Eu1 O3 2.388(4) 6_655 ?

Eu1 O2 2.397(4) 6_654 ?

Eu1 O1 2.454(3) . ?

Eu1 F1 2.5615(2) 1_655 ?

Eu1 O4 2.581(4) 6_655 ?

Si1 O2 1.612(4) . ?

Si1 O1 1.623(4) . ?

Si1 O3 1.632(4) . ?

Si1 O4 1.646(4) . ?

Na1 O4 2.397(4) 3_565 ?

Na1 O1 2.414(4) 2_655 ?

Na1 O1 2.520(4) . ?

Na1 O1 2.613(5) 8_545 ?

Na1 O3 2.681(5) 8_544 ?

Na1 O1 2.845(5) 8_544 ?

Na1 O2 2.852(5) 8_545 ?

Na2 O2 2.620(4) 2_665 ?

Na2 O2 2.620(4) 3_565 ?

Na2 O2 2.620(4) 4_655 ?

Na2 O2 2.620(4) . ?

Na2 F1 2.71745(15) 5 ?

Na2 F1 2.71745(15) 5_554 ?

Na2 O3 2.838(4) 4_655 ?
 Na2 O3 2.838(4) . ?
 Na2 O3 2.838(4) 3_565 ?
 Na2 O3 2.838(4) 2_665 ?
 Na2 Si1 3.1501(13) 4_655 ?
 Na2 Si1 3.1501(13) 3_565 ?
 F1 Eu1 2.5615(2) 3_565 ?
 F1 Eu1 2.5615(2) 4_545 ?
 F1 Eu1 2.5615(2) 1_455 ?
 F1 Eu1 2.5615(2) 2_655 ?
 F1 Na2 2.71745(15) 5_445 ?
 F1 Na2 2.71745(15) 5_444 ?
 O1 Na1 2.414(4) 2_655 ?
 O1 Na1 2.613(5) 7 ?
 O1 Na1 2.845(5) 7_554 ?
 O2 Eu1 2.358(4) 8_545 ?
 O2 Eu1 2.397(4) 6_655 ?
 O2 Na1 2.852(5) 7 ?
 O3 Eu1 2.299(4) 8_544 ?
 O3 Eu1 2.388(4) 6_654 ?
 O3 Na1 2.681(5) 7_554 ?
 O4 Na1 2.397(4) 4_655 ?
 O4 Eu1 2.581(4) 6_654 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1
 _geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Eu1 O2 73.74(13) 7_554 7 ?
 O3 Eu1 O4 122.10(14) 7_554 . ?
 O2 Eu1 O4 145.57(14) 7 . ?
 O3 Eu1 O3 138.72(18) 7_554 6_655 ?
 O2 Eu1 O3 95.63(14) 7 6_655 ?
 O4 Eu1 O3 89.36(14) . 6_655 ?
 O3 Eu1 O2 86.97(15) 7_554 6_654 ?
 O2 Eu1 O2 133.27(19) 7 6_654 ?
 O4 Eu1 O2 80.53(14) . 6_654 ?
 O3 Eu1 O2 71.47(13) 6_655 6_654 ?
 O3 Eu1 O1 82.47(14) 7_554 . ?
 O2 Eu1 O1 88.82(14) 7 . ?
 O4 Eu1 O1 65.87(12) . . ?
 O3 Eu1 O1 138.08(13) 6_655 . ?

O2 Eu1 O1 131.07(14) 6_654 . ?
 O3 Eu1 F1 70.25(11) 7_554 1_655 ?
 O2 Eu1 F1 67.01(11) 7 1_655 ?
 O4 Eu1 F1 144.63(9) . 1_655 ?
 O3 Eu1 F1 68.93(10) 6_655 1_655 ?
 O2 Eu1 F1 66.46(10) 6_654 1_655 ?
 O1 Eu1 F1 147.38(8) . 1_655 ?
 O3 Eu1 O4 146.51(13) 7_554 6_655 ?
 O2 Eu1 O4 79.10(13) 7 6_655 ?
 O4 Eu1 O4 73.15(8) . 6_655 ?
 O3 Eu1 O4 62.48(12) 6_655 6_655 ?
 O2 Eu1 O4 126.30(14) 6_654 6_655 ?
 O1 Eu1 O4 77.69(12) . 6_655 ?
 F1 Eu1 O4 116.24(8) 1_655 6_655 ?
 O3 Eu1 Si1 106.31(11) 7_554 . ?
 O2 Eu1 Si1 116.80(12) 7 . ?
 O4 Eu1 Si1 33.31(9) . . ?
 O3 Eu1 Si1 113.85(10) 6_655 . ?
 O2 Eu1 Si1 109.31(11) 6_654 . ?
 O1 Eu1 Si1 32.87(8) . . ?
 F1 Eu1 Si1 174.35(4) 1_655 . ?
 O4 Eu1 Si1 69.16(9) 6_655 . ?
 O3 Eu1 Si1 157.77(11) 7_554 6_655 ?
 O2 Eu1 Si1 86.94(10) 7 6_655 ?
 O4 Eu1 Si1 80.10(10) . 6_655 ?
 O3 Eu1 Si1 30.82(10) 6_655 6_655 ?
 O2 Eu1 Si1 98.91(11) 6_654 6_655 ?
 O1 Eu1 Si1 108.52(10) . 6_655 ?
 F1 Eu1 Si1 92.36(2) 1_655 6_655 ?
 O4 Eu1 Si1 31.66(8) 6_655 6_655 ?
 Si1 Eu1 Si1 92.03(4) . 6_655 ?
 O3 Eu1 Si1 81.61(10) 7_554 6_654 ?
 O2 Eu1 Si1 149.56(11) 7 6_654 ?
 O4 Eu1 Si1 63.86(10) . 6_654 ?
 O3 Eu1 Si1 91.18(10) 6_655 6_654 ?
 O2 Eu1 Si1 25.46(10) 6_654 6_654 ?
 O1 Eu1 Si1 105.61(10) . 6_654 ?
 F1 Eu1 Si1 88.17(2) 1_655 6_654 ?
 O4 Eu1 Si1 129.62(9) 6_655 6_654 ?
 Si1 Eu1 Si1 86.87(4) . 6_654 ?
 Si1 Eu1 Si1 112.47(4) 6_655 6_654 ?
 O3 Eu1 Na1 137.83(11) 7_554 4_655 ?
 O2 Eu1 Na1 144.14(11) 7 4_655 ?
 O4 Eu1 Na1 43.57(9) . 4_655 ?
 O3 Eu1 Na1 50.40(11) 6_655 4_655 ?
 O2 Eu1 Na1 54.50(12) 6_654 4_655 ?

O1 Eu1 Na1 108.76(9) . 4_655 ?
 F1 Eu1 Na1 103.49(3) 1_655 4_655 ?
 O4 Eu1 Na1 74.76(9) 6_655 4_655 ?
 Si1 Eu1 Na1 75.90(4) . 4_655 ?
 Si1 Eu1 Na1 58.18(6) 6_655 4_655 ?
 Si1 Eu1 Na1 56.27(5) 6_654 4_655 ?
 O2 Si1 O1 111.8(3) . . ?
 O2 Si1 O3 110.6(2) . . ?
 O1 Si1 O3 111.7(2) . . ?
 O2 Si1 O4 111.5(2) . . ?
 O1 Si1 O4 107.0(2) . . ?
 O3 Si1 O4 104.0(2) . . ?
 O2 Si1 Eu1 121.22(17) . . ?
 O1 Si1 Eu1 55.15(13) . . ?
 O3 Si1 Eu1 127.84(17) . . ?
 O4 Si1 Eu1 52.54(14) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.71(18) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.82(13) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.40(17) . . ?
 O4 Si1 Na1 159.18(15) . . ?
 Eu1 Si1 Na1 108.97(5) . . ?
 O2 Si1 Eu1 125.22(18) . 6_654 ?
 O1 Si1 Eu1 122.90(17) . 6_654 ?
 O3 Si1 Eu1 48.55(16) . 6_654 ?
 O4 Si1 Eu1 55.40(15) . 6_654 ?
 Eu1 Si1 Eu1 93.08(4) . 6_654 ?
 Na1 Si1 Eu1 124.58(7) . 6_654 ?
 O2 Si1 Na2 56.16(16) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.80(15) . . ?
 O3 Si1 Na2 63.83(16) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.04(14) . . ?
 Eu1 Si1 Na2 145.02(5) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.62(5) . . ?
 Eu1 Si1 Na2 71.09(3) 6_654 . ?
 O2 Si1 Na1 153.24(18) . 7_554 ?
 O1 Si1 Na1 61.86(17) . 7_554 ?
 O3 Si1 Na1 56.09(16) . 7_554 ?
 O4 Si1 Na1 94.88(16) . 7_554 ?
 Eu1 Si1 Na1 78.17(5) . 7_554 ?
 Na1 Si1 Na1 69.62(9) . 7_554 ?
 Eu1 Si1 Na1 66.21(5) 6_654 7_554 ?
 Na2 Si1 Na1 119.66(6) . 7_554 ?
 O2 Si1 Na1 61.56(17) . 7 ?
 O1 Si1 Na1 53.09(17) . 7 ?
 O3 Si1 Na1 145.34(17) . 7 ?
 O4 Si1 Na1 110.28(16) . 7 ?

Eu1 Si1 Na1 72.82(5) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 66.69(8) . 7 ?
 Eu1 Si1 Na1 164.96(6) 6_654 7 ?
 Na2 Si1 Na1 117.69(6) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 114.36(7) 7_554 7 ?
 O1 Si1 Eu1 111.99(17) . 6_655 ?
 O3 Si1 Eu1 134.68(17) . 6_655 ?
 O4 Si1 Eu1 74.17(15) . 6_655 ?
 Eu1 Si1 Eu1 87.83(4) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Eu1 118.36(7) . 6_655 ?
 Eu1 Si1 Eu1 112.47(4) 6_654 6_655 ?
 Na2 Si1 Eu1 71.08(3) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Eu1 165.75(6) 7_554 6_655 ?
 Na1 Si1 Eu1 62.94(5) 7 6_655 ?
 O4 Na1 O1 149.28(16) 3_565 2_655 ?
 O4 Na1 O1 111.80(14) 3_565 . ?
 O1 Na1 O1 97.84(13) 2_655 . ?
 O4 Na1 O1 78.08(15) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O1 93.84(15) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O1 91.41(14) . 8_545 ?
 O4 Na1 O3 82.41(15) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O3 75.75(14) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O3 148.93(18) . 8_544 ?
 O1 Na1 O3 119.09(14) 8_545 8_544 ?
 O4 Na1 O1 91.38(14) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O1 95.14(15) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O1 92.84(14) . 8_544 ?
 O1 Na1 O1 169.45(17) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 O1 58.25(12) 8_544 8_544 ?
 O4 Na1 O2 71.44(14) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O2 79.03(14) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O2 149.14(18) . 8_545 ?
 O1 Na1 O2 58.53(12) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 O2 60.57(12) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 O2 117.99(13) 8_544 8_545 ?
 O4 Na1 Si1 81.06(11) 3_565 . ?
 O1 Na1 Si1 129.11(12) 2_655 . ?
 O1 Na1 Si1 31.34(9) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.97(11) 8_545 . ?
 O3 Na1 Si1 141.52(13) 8_544 . ?
 O1 Na1 Si1 87.66(10) 8_544 . ?
 O2 Na1 Si1 142.01(13) 8_545 . ?
 O4 Na1 Si1 77.92(11) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 93.02(13) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 122.90(14) . 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 143.61(11) 8_545 8_544 ?

O3 Na1 Si1 30.35(9) 8_544 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 30.21(8) 8_544 8_544 ?
 O2 Na1 Si1 87.96(10) 8_545 8_544 ?
 Si1 Na1 Si1 111.73(8) . 8_544 ?
 O4 Na1 Na1 158.62(15) 3_565 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 50.34(10) 2_655 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 47.53(9) . 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 95.21(9) 8_545 2_655 ?
 O3 Na1 Na1 118.12(12) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 94.78(8) 8_544 2_655 ?
 O2 Na1 Na1 122.43(13) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 78.77(8) . 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 116.29(5) 8_544 2_655 ?
 O4 Na1 Si1 66.69(11) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 91.59(12) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 121.10(14) . 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 29.79(8) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 Si1 89.73(10) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 144.12(10) 8_544 8_545 ?
 O2 Na1 Si1 29.79(9) 8_545 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.69(8) . 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.36(7) 8_544 8_545 ?
 Na1 Na1 Si1 116.13(5) 2_655 8_545 ?
 O4 Na1 Eu1 43.16(10) 3_565 3_565 ?
 O1 Na1 Eu1 107.82(11) 2_655 3_565 ?
 O1 Na1 Eu1 154.30(11) . 3_565 ?
 O1 Na1 Eu1 88.34(10) 8_545 3_565 ?
 O3 Na1 Eu1 43.34(10) 8_544 3_565 ?
 O1 Na1 Eu1 83.66(9) 8_544 3_565 ?
 O2 Na1 Eu1 43.17(9) 8_545 3_565 ?
 Si1 Na1 Eu1 122.96(7) . 3_565 ?
 Si1 Na1 Eu1 55.62(4) 8_544 3_565 ?
 Na1 Na1 Eu1 158.00(11) 2_655 3_565 ?
 Si1 Na1 Eu1 60.79(5) 8_545 3_565 ?
 O2 Na2 O2 103.37(8) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O2 103.37(8) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O2 122.51(18) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O2 122.51(18) 2_665 . ?
 O2 Na2 O2 103.37(8) 3_565 . ?
 O2 Na2 O2 103.37(8) 4_655 . ?
 O2 Na2 F1 61.25(9) 2_665 5 ?
 O2 Na2 F1 118.75(9) 3_565 5 ?
 O2 Na2 F1 118.75(9) 4_655 5 ?
 O2 Na2 F1 61.25(9) . 5 ?
 O2 Na2 F1 118.75(9) 2_665 5_554 ?
 O2 Na2 F1 61.25(9) 3_565 5_554 ?

O2 Na2 F1 61.25(9) 4_655 5_554 ?
 O2 Na2 F1 118.75(9) . 5_554 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5 5_554 ?
 O2 Na2 O3 80.12(14) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O3 175.72(14) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O3 58.33(11) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 O3 72.51(14) . 4_655 ?
 F1 Na2 O3 60.60(8) 5 4_655 ?
 F1 Na2 O3 119.40(8) 5_554 4_655 ?
 O2 Na2 O3 175.72(14) 2_665 . ?
 O2 Na2 O3 72.51(14) 3_565 . ?
 O2 Na2 O3 80.12(14) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 58.33(11) . . ?
 F1 Na2 O3 119.40(8) 5 . ?
 F1 Na2 O3 60.60(8) 5_554 . ?
 O3 Na2 O3 103.94(7) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 72.51(14) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O3 58.33(11) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 O3 175.72(14) 4_655 3_565 ?
 O2 Na2 O3 80.12(14) . 3_565 ?
 F1 Na2 O3 60.60(8) 5 3_565 ?
 F1 Na2 O3 119.40(8) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 O3 121.21(16) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 O3 103.94(7) . 3_565 ?
 O2 Na2 O3 58.33(11) 2_665 2_665 ?
 O2 Na2 O3 80.12(14) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O3 72.51(14) 4_655 2_665 ?
 O2 Na2 O3 175.72(14) . 2_665 ?
 F1 Na2 O3 119.40(8) 5 2_665 ?
 F1 Na2 O3 60.60(8) 5_554 2_665 ?
 O3 Na2 O3 103.94(7) 4_655 2_665 ?
 O3 Na2 O3 121.21(16) . 2_665 ?
 O3 Na2 O3 103.94(7) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 Si1 82.30(10) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 151.09(9) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 30.72(9) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 96.79(10) . 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 89.06(3) 5 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 90.94(3) 5_554 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 31.08(8) 4_655 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 101.87(9) . 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 147.18(8) 3_565 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 79.07(9) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 96.79(10) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 30.72(9) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 151.09(9) 4_655 3_565 ?

O2 Na2 Si1 82.30(10) . 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 89.06(3) 5 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 90.94(3) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 147.18(8) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 79.07(9) . 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 31.08(8) 3_565 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 101.87(9) 2_665 3_565 ?
 Si1 Na2 Si1 178.13(6) 4_655 3_565 ?
 Eu1 F1 Eu1 174.995(11) 3_565 4_545 ?
 Eu1 F1 Eu1 90.1 3_565 1_455 ?
 Eu1 F1 Eu1 90.1 4_545 1_455 ?
 Eu1 F1 Eu1 90.1 3_565 2_655 ?
 Eu1 F1 Eu1 90.1 4_545 2_655 ?
 Eu1 F1 Eu1 174.995(11) 1_455 2_655 ?
 Eu1 F1 Na2 92.502(6) 3_565 5_445 ?
 Eu1 F1 Na2 92.502(6) 4_545 5_445 ?
 Eu1 F1 Na2 87.498(6) 1_455 5_445 ?
 Eu1 F1 Na2 87.498(6) 2_655 5_445 ?
 Eu1 F1 Na2 87.498(6) 3_565 5_444 ?
 Eu1 F1 Na2 87.498(6) 4_545 5_444 ?
 Eu1 F1 Na2 92.502(6) 1_455 5_444 ?
 Eu1 F1 Na2 92.502(6) 2_655 5_444 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5_445 5_444 ?
 Si1 O1 Na1 173.9(3) . 2_655 ?
 Si1 O1 Eu1 91.98(15) . . ?
 Na1 O1 Eu1 91.03(13) 2_655 . ?
 Si1 O1 Na1 94.84(16) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.13(13) 2_655 . ?
 Eu1 O1 Na1 173.16(16) . . ?
 Si1 O1 Na1 97.12(19) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 87.96(15) 2_655 7 ?
 Eu1 O1 Na1 93.89(14) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 85.78(15) . 7 ?
 Si1 O1 Na1 87.93(18) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 86.51(15) 2_655 7_554 ?
 Eu1 O1 Na1 95.18(14) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 84.57(14) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 169.45(17) 7 7_554 ?
 Si1 O2 Eu1 143.4(3) . 8_545 ?
 Si1 O2 Eu1 114.8(2) . 6_655 ?
 Eu1 O2 Eu1 99.39(15) 8_545 6_655 ?
 Si1 O2 Na2 93.12(19) . . ?
 Eu1 O2 Na2 94.24(14) 8_545 . ?
 Eu1 O2 Na2 98.90(17) 6_655 . ?
 Si1 O2 Na1 88.6(2) . 7 ?
 Eu1 O2 Na1 83.05(14) 8_545 7 ?

Eu1 O2 Na1 82.33(13) 6_655 7 ?
 Na2 O2 Na1 177.18(19) . 7 ?
 Si1 O3 Eu1 158.0(3) . 8_544 ?
 Si1 O3 Eu1 100.6(2) . 6_654 ?
 Eu1 O3 Eu1 101.33(15) 8_544 6_654 ?
 Si1 O3 Na1 93.56(19) . 7_554 ?
 Eu1 O3 Na1 88.10(15) 8_544 7_554 ?
 Eu1 O3 Na1 86.25(13) 6_654 7_554 ?
 Si1 O3 Na2 85.09(17) . . ?
 Eu1 O3 Na2 95.35(14) 8_544 . ?
 Eu1 O3 Na2 88.23(14) 6_654 . ?
 Na1 O3 Na2 173.98(18) 7_554 . ?
 Si1 O4 Eu1 94.15(17) . . ?
 Si1 O4 Na1 161.4(2) . 4_655 ?
 Eu1 O4 Na1 93.27(14) . 4_655 ?
 Si1 O4 Eu1 92.94(17) . 6_654 ?
 Eu1 O4 Eu1 127.20(16) . 6_654 ?
 Na1 O4 Eu1 96.10(15) 4_655 6_654 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.24
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.747
 _refine_diff_density_min -1.279
 _refine_diff_density_rms 0.247

#===END

data_Na5Gd4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
 _publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
 _publ_contact_author_address
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 _publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
 _publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
 _publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
 loop_
 _publ_author_name
 _publ_author_address
 'Latshaw, Allison M.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Wilkins, Branford O.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Hughey, Kendall D.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Yeon, Jeongho'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Williams, Derek E.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 'Tran, T. Thao'
 ;University of Houston
 Department of Chemistry
 Houston, TX 77204
 ;
 'Halasyamani, P. Shiv'
 ;University of Houston
 Department of Chemistry
 Houston, TX 77204
 ;
 'zur Loye, Hans-Conrad'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;

_audit_creation_method SHELXL-97
 _chemical_name_systematic

```
;
?
;
_chemical_name_common      ?
_chemical_melting_point    ?
_chemical_formula_moiety    'F Gd4 O16 Si4, 5(Na)'
_chemical_formula_sum       'F Gd4 Na5 O16 Si4'
_chemical_formula_weight    1131.31
```

```
loop_
  _atom_type_symbol
  _atom_type_description
  _atom_type_scatter_dispersion_real
  _atom_type_scatter_dispersion_imag
  _atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Gd Gd -0.1653 3.9035 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
```

```
_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number      82
_space_group_name_H-M_alt   'I -4'
_space_group_name_Hall      'I -4'
```

```
loop_
  _symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'
```

```
_cell_length_a      11.7244(2)
_cell_length_b      11.7244(2)
_cell_length_c      5.42960(10)
_cell_angle_alpha    90.00
_cell_angle_beta     90.00
_cell_angle_gamma    90.00
_cell_volume         746.36(2)
_cell_formula_units_Z 2
_cell_measurement_temperature 294(2)
```

_cell_measurement_reflns_used 3730
_cell_measurement_theta_min 2.4567
_cell_measurement_theta_max 28.2589

_exptl_crystal_description prism
_exptl_crystal_colour colorless
_exptl_crystal_size_max 0.08
_exptl_crystal_size_mid 0.08
_exptl_crystal_size_min 0.04
_exptl_crystal_density_meas ?
_exptl_crystal_density_diffn 5.034
_exptl_crystal_density_method 'not measured'
_exptl_crystal_F_000 1008
_exptl_absorpt_coefficient_mu 18.112
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.3252
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.5311
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details

;
?
;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
_diffn_radiation_wavelength 0.71073
_diffn_radiation_type MoK α
_diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator graphite
_diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffn_measurement_method 'phi and omega scans'
_diffn_detector_area_resol_mean ?
_diffn_standards_number ?
_diffn_standards_interval_count ?
_diffn_standards_interval_time ?
_diffn_standards_decay_% ?
_diffn_reflns_number 5116
_diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0162
_diffn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0124
_diffn_reflns_limit_h_min -15
_diffn_reflns_limit_h_max 15
_diffn_reflns_limit_k_min -15
_diffn_reflns_limit_k_max 15
_diffn_reflns_limit_l_min -7
_diffn_reflns_limit_l_max 7
_diffn_reflns_theta_min 2.46

```

_diffn_reflns_theta_max    28.26
_reflns_number_total       925
_reflns_number_gt          922
_reflns_threshold_expression >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection ?
_computing_cell_refinement 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction  'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type    full
_refine_ls_weighting_scheme calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2(Fo^2)+(0.0196P)^2+1.0934P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_atom_sites_solution_primary direct
_atom_sites_solution_secondary difmap
_refine_ls_extinction_method none
_refine_ls_extinction_coef ?
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(4)
_refine_ls_number_reflns      925
_refine_ls_number_parameters  69
_refine_ls_number_restraints   0
_refine_ls_R_factor_all        0.0132
_refine_ls_R_factor_gt         0.0131
_refine_ls_wR_factor_ref       0.0329
_refine_ls_wR_factor_gt        0.0329
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.166
_refine_ls_restrained_S_all    1.166
_refine_ls_shift/su_max        0.001
_refine_ls_shift/su_mean       0.000

```

```

loop_
  _atom_site_label
  _atom_site_type_symbol
  _atom_site_fract_x
  _atom_site_fract_y
  _atom_site_fract_z
  _atom_site_U_iso_or_equiv
  _atom_site_adp_type
  _atom_site_occupancy
  _atom_site_symmetry_multiplicity
  _atom_site_calc_flag
  _atom_site_refinement_flags
  _atom_site_disorder_assembly
  _atom_site_disorder_group
Gd1 Gd 0.816601(15) 0.116038(14) 0.02155(3) 0.00764(6) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.60293(9) 0.25334(8) -0.0099(2) 0.0069(2) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na 0.39516(14) 0.08951(14) 0.0077(4) 0.0183(4) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.5000 0.5000 0.0000 0.0231(8) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.0000 0.0000 0.0000 0.0147(11) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.6083(2) 0.1145(2) 0.0135(6) 0.0116(6) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.5480(3) 0.3114(3) 0.2336(6) 0.0122(6) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.5352(3) 0.2933(3) -0.2545(6) 0.0115(6) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.7339(2) 0.2971(2) -0.0595(6) 0.0100(5) Uani 1 1 d . . .

```

```

loop_
  _atom_site_aniso_label
  _atom_site_aniso_U_11
  _atom_site_aniso_U_22
  _atom_site_aniso_U_33
  _atom_site_aniso_U_23
  _atom_site_aniso_U_13
  _atom_site_aniso_U_12
Gd1 0.00748(9) 0.00696(9) 0.00849(9) -0.00013(7) 0.00005(7) -0.00030(6)
Si1 0.0072(4) 0.0083(4) 0.0054(5) 0.0005(4) -0.0006(5) -0.0005(3)
Na1 0.0149(8) 0.0139(7) 0.0260(10) 0.0018(9) -0.0012(8) 0.0015(6)
Na2 0.0203(10) 0.0203(10) 0.029(2) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0129(13) 0.0129(13) 0.018(3) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0098(12) 0.0106(12) 0.0145(16) 0.0012(13) -0.0036(13) -0.0006(10)
O2 0.0115(16) 0.0155(16) 0.0096(14) -0.0024(12) 0.0000(12) 0.0007(13)
O3 0.0066(15) 0.0182(17) 0.0099(15) 0.0026(12) -0.0032(11) 0.0005(12)
O4 0.0085(12) 0.0096(12) 0.0117(14) 0.0010(11) 0.0013(11) 0.0011(10)

```

```
_geom_special_details
```

```
;
```

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.

;

```
loop_  
_geom_bond_atom_site_label_1  
_geom_bond_atom_site_label_2  
_geom_bond_distance  
_geom_bond_site_symmetry_2  
_geom_bond_publ_flag  
Gd1 O3 2.307(3) 7_554 ?  
Gd1 O2 2.339(3) 7 ?  
Gd1 O3 2.373(3) 6_655 ?  
Gd1 O4 2.375(3) . ?  
Gd1 O2 2.384(3) 6_654 ?  
Gd1 O1 2.442(3) . ?  
Gd1 F1 2.54718(18) 1_655 ?  
Gd1 O4 2.562(3) 6_655 ?  
Si1 O3 1.617(3) . ?  
Si1 O2 1.620(3) . ?  
Si1 O1 1.634(3) . ?  
Si1 O4 1.641(3) . ?  
Na1 O4 2.385(3) 3_565 ?  
Na1 O1 2.393(3) 2_655 ?  
Na1 O1 2.517(3) . ?  
Na1 O1 2.612(4) 8_545 ?  
Na1 O3 2.679(4) 8_544 ?  
Na1 O1 2.841(4) 8_544 ?  
Na1 O2 2.842(4) 8_545 ?  
Na2 O2 2.611(3) 3_565 ?  
Na2 O2 2.611(3) 2_665 ?  
Na2 O2 2.611(3) . ?  
Na2 O2 2.611(3) 4_655 ?  
Na2 F1 2.71480(10) 5 ?  
Na2 F1 2.71480(10) 5_554 ?  
Na2 O3 2.820(3) 4_655 ?  
Na2 O3 2.820(3) . ?  
Na2 O3 2.820(3) 3_565 ?  
Na2 O3 2.820(3) 2_665 ?  
F1 Gd1 2.54718(18) 3_565 ?  
F1 Gd1 2.54718(18) 4_545 ?  
F1 Gd1 2.54717(18) 1_455 ?  
F1 Gd1 2.54718(18) 2_655 ?
```

F1 Na2 2.71480(10) 5_445 ?
 F1 Na2 2.71480(10) 5_444 ?
 O1 Na1 2.392(3) 2_655 ?
 O1 Na1 2.612(4) 7 ?
 O1 Na1 2.841(4) 7_554 ?
 O2 Gd1 2.339(3) 8_545 ?
 O2 Gd1 2.384(3) 6_655 ?
 O2 Na1 2.842(4) 7 ?
 O3 Gd1 2.307(3) 8_544 ?
 O3 Gd1 2.373(3) 6_654 ?
 O3 Na1 2.679(4) 7_554 ?
 O4 Na1 2.385(3) 4_655 ?
 O4 Gd1 2.562(3) 6_654 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1
 _geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Gd1 O2 73.86(10) 7_554 7 ?
 O3 Gd1 O3 138.89(14) 7_554 6_655 ?
 O2 Gd1 O3 95.53(11) 7 6_655 ?
 O3 Gd1 O4 121.48(11) 7_554 . ?
 O2 Gd1 O4 146.08(10) 7 . ?
 O3 Gd1 O4 89.63(11) 6_655 . ?
 O3 Gd1 O2 86.62(11) 7_554 6_654 ?
 O2 Gd1 O2 133.10(14) 7 6_654 ?
 O3 Gd1 O2 71.86(10) 6_655 6_654 ?
 O4 Gd1 O2 80.29(10) . 6_654 ?
 O3 Gd1 O1 82.21(11) 7_554 . ?
 O2 Gd1 O1 88.74(11) 7 . ?
 O3 Gd1 O1 138.14(10) 6_655 . ?
 O4 Gd1 O1 66.11(9) . . ?
 O2 Gd1 O1 131.02(11) 6_654 . ?
 O3 Gd1 F1 70.17(8) 7_554 1_655 ?
 O2 Gd1 F1 66.97(8) 7 1_655 ?
 O3 Gd1 F1 69.18(7) 6_655 1_655 ?
 O4 Gd1 F1 144.45(7) . 1_655 ?
 O2 Gd1 F1 66.33(8) 6_654 1_655 ?
 O1 Gd1 F1 147.06(6) . 1_655 ?
 O3 Gd1 O4 146.76(10) 7_554 6_655 ?
 O2 Gd1 O4 79.42(10) 7 6_655 ?
 O3 Gd1 O4 62.35(9) 6_655 6_655 ?

O4 Gd1 O4 73.43(6) . 6_655 ?
 O2 Gd1 O4 126.45(10) 6_654 6_655 ?
 O1 Gd1 O4 77.75(9) . 6_655 ?
 F1 Gd1 O4 116.63(6) 1_655 6_655 ?
 O3 Gd1 Si1 106.22(9) 7_554 . ?
 O2 Gd1 Si1 117.03(8) 7 . ?
 O3 Gd1 Si1 113.74(8) 6_655 . ?
 O4 Gd1 Si1 33.28(7) . . ?
 O2 Gd1 Si1 109.21(8) 6_654 . ?
 O1 Gd1 Si1 33.20(7) . . ?
 F1 Gd1 Si1 174.07(3) 1_655 . ?
 O4 Gd1 Si1 69.03(7) 6_655 . ?
 O3 Gd1 Si1 157.97(8) 7_554 6_655 ?
 O2 Gd1 Si1 87.03(8) 7 6_655 ?
 O3 Gd1 Si1 30.62(7) 6_655 6_655 ?
 O4 Gd1 Si1 80.54(8) . 6_655 ?
 O2 Gd1 Si1 99.12(8) 6_654 6_655 ?
 O1 Gd1 Si1 108.72(8) . 6_655 ?
 F1 Gd1 Si1 92.545(19) 1_655 6_655 ?
 O4 Gd1 Si1 31.73(6) 6_655 6_655 ?
 Si1 Gd1 Si1 92.05(3) . 6_655 ?
 O3 Gd1 Si1 81.12(8) 7_554 6_654 ?
 O2 Gd1 Si1 149.30(8) 7 6_654 ?
 O3 Gd1 Si1 91.71(8) 6_655 6_654 ?
 O4 Gd1 Si1 63.48(7) . 6_654 ?
 O2 Gd1 Si1 25.62(7) 6_654 6_654 ?
 O1 Gd1 Si1 105.40(8) . 6_654 ?
 F1 Gd1 Si1 88.128(18) 1_655 6_654 ?
 O4 Gd1 Si1 129.69(7) 6_655 6_654 ?
 Si1 Gd1 Si1 86.64(3) . 6_654 ?
 Si1 Gd1 Si1 112.80(3) 6_655 6_654 ?
 O3 Gd1 Na1 137.45(9) 7_554 4_655 ?
 O2 Gd1 Na1 144.40(8) 7 4_655 ?
 O3 Gd1 Na1 50.65(9) 6_655 4_655 ?
 O4 Gd1 Na1 43.55(7) . 4_655 ?
 O2 Gd1 Na1 54.56(9) 6_654 4_655 ?
 O1 Gd1 Na1 108.94(7) . 4_655 ?
 F1 Gd1 Na1 103.58(3) 1_655 4_655 ?
 O4 Gd1 Na1 74.81(7) 6_655 4_655 ?
 Si1 Gd1 Na1 75.75(3) . 4_655 ?
 Si1 Gd1 Na1 58.38(4) 6_655 4_655 ?
 Si1 Gd1 Na1 56.37(4) 6_654 4_655 ?
 O3 Si1 O2 110.71(16) . . ?
 O3 Si1 O1 111.80(17) . . ?
 O2 Si1 O1 111.75(18) . . ?
 O3 Si1 O4 103.54(17) . . ?

O2 Si1 O4 111.97(17) . . ?
 O1 Si1 O4 106.73(15) . . ?
 O3 Si1 Gd1 128.01(13) . . ?
 O2 Si1 Gd1 120.90(12) . . ?
 O1 Si1 Gd1 54.92(10) . . ?
 O4 Si1 Gd1 52.58(10) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.56(13) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.60(13) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.95(10) . . ?
 O4 Si1 Na1 158.88(12) . . ?
 Gd1 Si1 Na1 108.87(4) . . ?
 O3 Si1 Gd1 48.37(12) . 6_654 ?
 O2 Si1 Gd1 125.45(13) . 6_654 ?
 O1 Si1 Gd1 122.77(13) . 6_654 ?
 O4 Si1 Gd1 55.18(11) . 6_654 ?
 Gd1 Si1 Gd1 93.30(3) . 6_654 ?
 Na1 Si1 Gd1 124.54(5) . 6_654 ?
 O3 Si1 Na2 63.75(12) . . ?
 O2 Si1 Na2 56.32(12) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.89(11) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.27(10) . . ?
 Gd1 Si1 Na2 145.13(4) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.57(4) . . ?
 Gd1 Si1 Na2 71.16(2) 6_654 . ?
 O3 Si1 Na1 56.14(13) . 7_554 ?
 O2 Si1 Na1 153.25(13) . 7_554 ?
 O1 Si1 Na1 61.85(12) . 7_554 ?
 O4 Si1 Na1 94.41(12) . 7_554 ?
 Gd1 Si1 Na1 78.30(4) . 7_554 ?
 Na1 Si1 Na1 69.68(7) . 7_554 ?
 Gd1 Si1 Na1 66.11(4) 6_654 7_554 ?
 Na2 Si1 Na1 119.65(5) . 7_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.42(13) . 7 ?
 O2 Si1 Na1 61.29(13) . 7 ?
 O1 Si1 Na1 53.20(12) . 7 ?
 O4 Si1 Na1 110.59(12) . 7 ?
 Gd1 Si1 Na1 72.69(4) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 66.63(6) . 7 ?
 Gd1 Si1 Na1 165.08(5) 6_654 7 ?
 Na2 Si1 Na1 117.58(5) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 114.44(5) 7_554 7 ?
 O3 Si1 Gd1 134.67(13) . 6_655 ?
 O1 Si1 Gd1 111.84(12) . 6_655 ?
 O4 Si1 Gd1 74.87(11) . 6_655 ?
 Gd1 Si1 Gd1 87.79(3) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Gd1 118.06(5) . 6_655 ?

Gd1 Si1 Gd1 112.80(3) 6_654 6_655 ?
 Na2 Si1 Gd1 71.14(2) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Gd1 165.87(5) 7_554 6_655 ?
 Na1 Si1 Gd1 62.69(4) 7 6_655 ?
 O4 Na1 O1 149.11(12) 3_565 2_655 ?
 O4 Na1 O1 112.10(11) 3_565 . ?
 O1 Na1 O1 97.66(10) 2_655 . ?
 O4 Na1 O1 77.78(11) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O1 94.05(11) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O1 91.19(11) . 8_545 ?
 O4 Na1 O3 82.50(11) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O3 75.81(11) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O3 148.55(13) . 8_544 ?
 O1 Na1 O3 119.68(11) 8_545 8_544 ?
 O4 Na1 O1 91.77(11) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O1 95.17(11) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 O1 92.47(11) . 8_544 ?
 O1 Na1 O1 169.54(13) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 O1 58.29(9) 8_544 8_544 ?
 O4 Na1 O2 71.30(10) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O2 78.92(10) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 O2 149.34(13) . 8_545 ?
 O1 Na1 O2 59.04(9) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 O2 60.66(9) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 O2 118.14(10) 8_544 8_545 ?
 O4 Na1 Si1 81.06(8) 3_565 . ?
 O1 Na1 Si1 129.24(9) 2_655 . ?
 O1 Na1 Si1 31.67(7) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.71(8) 8_545 . ?
 O3 Na1 Si1 141.14(10) 8_544 . ?
 O1 Na1 Si1 87.28(8) 8_544 . ?
 O2 Na1 Si1 142.19(10) 8_545 . ?
 O4 Na1 Si1 78.23(9) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 92.90(10) 2_655 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 122.82(11) . 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 143.93(8) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 Si1 30.08(7) 8_544 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 30.48(6) 8_544 8_544 ?
 O2 Na1 Si1 87.84(8) 8_545 8_544 ?
 Si1 Na1 Si1 111.62(6) . 8_544 ?
 O4 Na1 Na1 158.48(12) 3_565 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 50.50(8) 2_655 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 47.18(7) . 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 95.04(7) 8_545 2_655 ?
 O3 Na1 Na1 118.21(10) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 94.63(6) 8_544 2_655 ?

O2 Na1 Na1 122.49(9) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 78.75(6) . 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 116.30(4) 8_544 2_655 ?
 O4 Na1 Si1 66.39(9) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 91.62(9) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 121.18(11) . 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 30.07(7) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 Si1 90.01(8) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 144.43(8) 8_544 8_545 ?
 O2 Na1 Si1 30.01(7) 8_545 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.69(6) . 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.44(5) 8_544 8_545 ?
 Na1 Na1 Si1 116.13(4) 2_655 8_545 ?
 O4 Na1 Gd1 43.33(7) 3_565 3_565 ?
 O1 Na1 Gd1 107.62(8) 2_655 3_565 ?
 O1 Na1 Gd1 154.66(9) . 3_565 ?
 O1 Na1 Gd1 88.73(8) 8_545 3_565 ?
 O3 Na1 Gd1 43.22(7) 8_544 3_565 ?
 O1 Na1 Gd1 83.79(7) 8_544 3_565 ?
 O2 Na1 Gd1 43.13(7) 8_545 3_565 ?
 Si1 Na1 Gd1 123.00(5) . 3_565 ?
 Si1 Na1 Gd1 55.51(3) 8_544 3_565 ?
 Na1 Na1 Gd1 157.95(8) 2_655 3_565 ?
 Si1 Na1 Gd1 60.94(4) 8_545 3_565 ?
 O2 Na2 O2 103.66(6) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O2 103.66(6) 3_565 . ?
 O2 Na2 O2 121.85(13) 2_665 . ?
 O2 Na2 O2 121.85(13) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O2 103.66(6) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O2 103.66(6) . 4_655 ?
 O2 Na2 F1 119.07(7) 3_565 5 ?
 O2 Na2 F1 60.93(7) 2_665 5 ?
 O2 Na2 F1 60.93(7) . 5 ?
 O2 Na2 F1 119.07(7) 4_655 5 ?
 O2 Na2 F1 60.93(7) 3_565 5_554 ?
 O2 Na2 F1 119.07(7) 2_665 5_554 ?
 O2 Na2 F1 119.07(7) . 5_554 ?
 O2 Na2 F1 60.93(7) 4_655 5_554 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5 5_554 ?
 O2 Na2 O3 175.95(10) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O3 79.83(10) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O3 72.56(10) . 4_655 ?
 O2 Na2 O3 58.58(9) 4_655 4_655 ?
 F1 Na2 O3 60.66(6) 5 4_655 ?
 F1 Na2 O3 119.34(6) 5_554 4_655 ?
 O2 Na2 O3 72.56(10) 3_565 . ?

O2 Na2 O3 175.95(10) 2_665 . ?
 O2 Na2 O3 58.58(8) . . ?
 O2 Na2 O3 79.83(10) 4_655 . ?
 F1 Na2 O3 119.34(6) 5 . ?
 F1 Na2 O3 60.66(6) 5_554 . ?
 O3 Na2 O3 103.89(5) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 58.58(9) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 O3 72.56(10) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O3 79.83(10) . 3_565 ?
 O2 Na2 O3 175.95(10) 4_655 3_565 ?
 F1 Na2 O3 60.66(6) 5 3_565 ?
 F1 Na2 O3 119.34(6) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 O3 121.32(12) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 O3 103.89(5) . 3_565 ?
 O2 Na2 O3 79.83(10) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O3 58.58(9) 2_665 2_665 ?
 O2 Na2 O3 175.95(10) . 2_665 ?
 O2 Na2 O3 72.56(10) 4_655 2_665 ?
 F1 Na2 O3 119.34(6) 5 2_665 ?
 F1 Na2 O3 60.66(6) 5_554 2_665 ?
 O3 Na2 O3 103.89(5) 4_655 2_665 ?
 O3 Na2 O3 121.32(12) . 2_665 ?
 O3 Na2 O3 103.89(5) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 Si1 150.80(7) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 82.22(7) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 96.82(7) . 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 31.10(7) 4_655 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 89.02(2) 5 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 90.98(2) 5_554 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 30.94(6) 4_655 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 101.79(7) . 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 147.24(7) 3_565 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 79.19(7) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 31.10(7) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 96.82(7) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 82.22(7) . 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 150.80(7) 4_655 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 89.02(2) 5 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 90.98(2) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 147.24(7) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 79.19(7) . 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 30.94(6) 3_565 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 101.79(7) 2_665 3_565 ?
 Si1 Na2 Si1 178.04(5) 4_655 3_565 ?
 Gd1 F1 Gd1 174.734(8) 3_565 4_545 ?
 Gd1 F1 Gd1 90.1 3_565 1_455 ?

Gd1 F1 Gd1 90.1 4_545 1_455 ?
 Gd1 F1 Gd1 90.1 3_565 2_655 ?
 Gd1 F1 Gd1 90.1 4_545 2_655 ?
 Gd1 F1 Gd1 174.734(8) 1_455 2_655 ?
 Gd1 F1 Na2 92.633(4) 3_565 5_445 ?
 Gd1 F1 Na2 92.633(4) 4_545 5_445 ?
 Gd1 F1 Na2 87.367(4) 1_455 5_445 ?
 Gd1 F1 Na2 87.367(4) 2_655 5_445 ?
 Gd1 F1 Na2 87.367(4) 3_565 5_444 ?
 Gd1 F1 Na2 87.367(4) 4_545 5_444 ?
 Gd1 F1 Na2 92.633(4) 1_455 5_444 ?
 Gd1 F1 Na2 92.633(4) 2_655 5_444 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5_445 5_444 ?
 Si1 O1 Na1 173.88(19) . 2_655 ?
 Si1 O1 Gd1 91.88(12) . . ?
 Na1 O1 Gd1 91.42(10) 2_655 . ?
 Si1 O1 Na1 94.38(12) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.32(10) 2_655 . ?
 Gd1 O1 Na1 173.73(13) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.73(14) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 88.18(12) 2_655 7 ?
 Gd1 O1 Na1 93.84(10) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 85.61(11) . 7 ?
 Si1 O1 Na1 87.67(14) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 86.89(11) 2_655 7_554 ?
 Gd1 O1 Na1 95.50(10) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 84.59(11) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 169.54(13) 7 7_554 ?
 Si1 O2 Gd1 143.24(19) . 8_545 ?
 Si1 O2 Gd1 114.87(16) . 6_655 ?
 Gd1 O2 Gd1 99.53(11) 8_545 6_655 ?
 Si1 O2 Na2 92.58(14) . . ?
 Gd1 O2 Na2 94.40(11) 8_545 . ?
 Gd1 O2 Na2 99.21(12) 6_655 . ?
 Si1 O2 Na1 88.70(15) . 7 ?
 Gd1 O2 Na1 83.23(11) 8_545 7 ?
 Gd1 O2 Na1 82.31(10) 6_655 7 ?
 Na2 O2 Na1 177.38(14) . 7 ?
 Si1 O3 Gd1 158.2(2) . 8_544 ?
 Si1 O3 Gd1 101.01(15) . 6_654 ?
 Gd1 O3 Gd1 100.82(12) 8_544 6_654 ?
 Si1 O3 Na1 93.78(15) . 7_554 ?
 Gd1 O3 Na1 87.59(11) 8_544 7_554 ?
 Gd1 O3 Na1 86.12(11) 6_654 7_554 ?
 Si1 O3 Na2 85.31(13) . . ?
 Gd1 O3 Na2 95.38(10) 8_544 . ?

Gd1 O3 Na2 88.46(11) 6_654 . ?
Na1 O3 Na2 174.23(14) 7_554 . ?
Si1 O4 Gd1 94.13(13) . . ?
Si1 O4 Na1 160.66(18) . 4_655 ?
Gd1 O4 Na1 93.12(11) . 4_655 ?
Si1 O4 Gd1 93.09(13) . 6_654 ?
Gd1 O4 Gd1 127.90(12) . 6_654 ?
Na1 O4 Gd1 96.53(11) 4_655 6_654 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
_diffn_reflns_theta_full 28.26
_diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
_refine_diff_density_max 0.576
_refine_diff_density_min -1.052
_refine_diff_density_rms 0.293

====END

data_Na5Tb4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
_publ_contact_author_address
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
loop_
_publ_author_name
_publ_author_address
'Latshaw, Allison M.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Wilkins, Branford O.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;
'Hughey, Kendall D.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Yeon, Jeongho'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Williams, Derek E.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Tran, T. Thao'

;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'Halasyamani, P. Shiv'

;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'zur Loye, Hans-Conrad'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

_audit_creation_method	SHELXL-97
_chemical_name_systematic	
;	
;	
?	
;	
_chemical_name_common	?
_chemical_melting_point	?
_chemical_formula_moiety	?
_chemical_formula_sum	'F Na5 O16 Si4 Tb4'
_chemical_formula_weight	1137.99

loop_

_atom_type_symbol
 _atom_type_description
 _atom_type_scatter_dispersion_real
 _atom_type_scatter_dispersion_imag
 _atom_type_scatter_source
 O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 Tb Tb -0.1723 4.1537 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal
 _space_group_IT_number 82
 _space_group_name_H-M_alt 'I -4'
 _space_group_name_Hall 'I -4'

loop_
 _symmetry_equiv_pos_as_xyz
 'x, y, z'
 '-x, -y, z'
 'y, -x, -z'
 '-y, x, -z'
 'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
 '-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
 'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
 '-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.6746(2)
 _cell_length_b 11.6746(2)
 _cell_length_c 5.4113(2)
 _cell_angle_alpha 90.00
 _cell_angle_beta 90.00
 _cell_angle_gamma 90.00
 _cell_volume 737.54(3)
 _cell_formula_units_Z 2
 _cell_measurement_temperature 294(2)
 _cell_measurement_reflns_used 3038
 _cell_measurement_theta_min 2.4672
 _cell_measurement_theta_max 28.2355

_exptl_crystal_description needle
 _exptl_crystal_colour colorless
 _exptl_crystal_size_max 0.14
 _exptl_crystal_size_mid 0.04
 _exptl_crystal_size_min 0.04
 _exptl_crystal_density_meas ?

```

_exptl_crystal_density_diffn  5.124
_exptl_crystal_density_method 'not measured'
_exptl_crystal_F_000          1016
_exptl_absorpt_coefficient_mu  19.522
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.1708
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.5090
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details
;
?
;

_diffn_ambient_temperature  294(2)
_diffn_radiation_wavelength  0.71073
_diffn_radiation_type        MoK\alpha
_diffn_radiation_source      'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator graphite
_diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffn_measurement_method    'phi and omega scans'
_diffn_detector_area_resol_mean ?
_diffn_standards_number      ?
_diffn_standards_interval_count ?
_diffn_standards_interval_time ?
_diffn_standards_decay_%     ?
_diffn_reflns_number         5117
_diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0209
_diffn_reflns_av_sigmaI/netI  0.0163
_diffn_reflns_limit_h_min    -15
_diffn_reflns_limit_h_max     15
_diffn_reflns_limit_k_min    -15
_diffn_reflns_limit_k_max     15
_diffn_reflns_limit_l_min    -7
_diffn_reflns_limit_l_max     7
_diffn_reflns_theta_min      2.47
_diffn_reflns_theta_max      28.26
_reflns_number_total         923
_reflns_number_gt            916
_reflns_threshold_expression  >2sigma(I)

_computing_data_collection    ?
_computing_cell_refinement    ?
_computing_data_reduction     ?
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'

```

_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

_refine_special_details

;

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

;

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd

_refine_ls_matrix_type full

_refine_ls_weighting_scheme calc

_refine_ls_weighting_details

'calc w=1/[$s^2(F_o^2)+(0.0287P)^2+2.0837P$] where $P=(F_o^2+2F_c^2)/3$ '

_atom_sites_solution_primary direct

_atom_sites_solution_secondary difmap

_refine_ls_extinction_method SHELXL

_refine_ls_extinction_coef 0.00457(19)

_refine_ls_extinction_expression $F_c^{*^2} = kF_c[1+0.001xF_c^2/l^3/\sin(2q)]^{-1/4}$

_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'

_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(4)

_refine_ls_number_reflns 923

_refine_ls_number_parameters 70

_refine_ls_number_restraints 0

_refine_ls_R_factor_all 0.0169

_refine_ls_R_factor_gt 0.0166

_refine_ls_wR_factor_ref 0.0422

_refine_ls_wR_factor_gt 0.0421

_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.065

_refine_ls_restrained_S_all 1.065

_refine_ls_shift/su_max 0.001

_refine_ls_shift/su_mean 0.000

loop_

_atom_site_label

_atom_site_type_symbol

_atom_site_fract_x

_atom_site_fract_y

_atom_site_fract_z

_atom_site_U_iso_or_equiv

_atom_site_adp_type

```

_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Tb1 Tb 0.316741(19) 0.384354(19) -0.02145(5) 0.00783(10) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10336(12) 0.24683(11) 0.0097(3) 0.0073(3) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10490(18) 0.41052(18) -0.0072(5) 0.0177(5) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0237(11) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0124(13) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.1086(3) 0.3862(3) -0.0118(8) 0.0122(8) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.0483(3) 0.1886(4) -0.2340(7) 0.0109(8) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.0352(4) 0.2062(4) 0.2560(7) 0.0127(8) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.2342(3) 0.2030(3) 0.0609(8) 0.0104(7) Uani 1 1 d . . .

```

```

loop_
_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Tb1 0.00753(13) 0.00687(14) 0.00908(13) -0.00031(8) -0.00021(9) 0.00027(8)
Si1 0.0077(6) 0.0071(6) 0.0071(7) 0.0005(6) 0.0006(6) 0.0009(5)
Na1 0.0128(10) 0.0147(10) 0.0255(13) -0.0020(12) 0.0008(10) -0.0008(8)
Na2 0.0198(14) 0.0198(14) 0.032(3) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0087(16) 0.0087(16) 0.020(4) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0159(18) 0.0076(15) 0.013(2) 0.0003(16) 0.0032(18) -0.0025(13)
O2 0.009(2) 0.017(2) 0.0065(17) -0.0019(15) 0.0002(15) -0.0023(18)
O3 0.010(2) 0.022(2) 0.0061(18) 0.0032(16) 0.0004(15) 0.0001(17)
O4 0.0058(16) 0.0121(17) 0.0133(19) -0.0015(15) -0.0001(14) -0.0029(13)

```

```
_geom_special_details
```

```
;
```

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.

```
;
```

```

loop_
_geom_bond_atom_site_label_1

```

_geom_bond_atom_site_label_2
 _geom_bond_distance
 _geom_bond_site_symmetry_2
 _geom_bond_publ_flag
 Tb1 O3 2.288(4) 8 ?
 Tb1 O2 2.327(4) 8_554 ?
 Tb1 O3 2.357(4) 6_554 ?
 Tb1 O4 2.369(4) . ?
 Tb1 O2 2.372(4) 6 ?
 Tb1 O1 2.431(4) . ?
 Tb1 F1 2.5325(2) . ?
 Tb1 O4 2.550(4) 6_554 ?
 Si1 O2 1.617(4) . ?
 Si1 O3 1.623(4) . ?
 Si1 O1 1.633(4) . ?
 Si1 O4 1.635(4) . ?
 Na1 O4 2.373(4) 4 ?
 Na1 O1 2.374(4) 2_565 ?
 Na1 O1 2.508(4) . ?
 Na1 O1 2.614(5) 7_454 ?
 Na1 O3 2.667(5) 7_455 ?
 Na1 O1 2.819(5) 7_455 ?
 Na1 O2 2.829(5) 7_454 ?
 Na2 O2 2.602(4) 3 ?
 Na2 O2 2.602(4) 2 ?
 Na2 O2 2.602(4) . ?
 Na2 O2 2.602(4) 4 ?
 Na2 F1 2.70570(10) 5_445 ?
 Na2 F1 2.70570(10) 5_444 ?
 Na2 O3 2.807(4) . ?
 Na2 O3 2.807(4) 4 ?
 Na2 O3 2.807(4) 3 ?
 Na2 O3 2.807(4) 2 ?
 F1 Tb1 2.5325(2) 2_665 ?
 F1 Tb1 2.5325(2) 4_655 ?
 F1 Tb1 2.5325(2) 3_565 ?
 F1 Na2 2.70570(10) 5 ?
 F1 Na2 2.70570(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.374(4) 2_565 ?
 O1 Na1 2.614(5) 8_554 ?
 O1 Na1 2.819(5) 8 ?
 O2 Tb1 2.327(4) 7_454 ?
 O2 Tb1 2.372(4) 6_554 ?
 O2 Na1 2.829(5) 8_554 ?
 O3 Tb1 2.288(4) 7_455 ?
 O3 Tb1 2.357(4) 6 ?

O3 Na1 2.667(5) 8 ?

O4 Na1 2.373(4) 3 ?

O4 Tb1 2.550(4) 6 ?

loop_

_geom_angle_atom_site_label_1

_geom_angle_atom_site_label_2

_geom_angle_atom_site_label_3

_geom_angle

_geom_angle_site_symmetry_1

_geom_angle_site_symmetry_3

_geom_angle_publ_flag

O3 Tb1 O2 73.80(14) 8 8_554 ?

O3 Tb1 O3 138.72(19) 8 6_554 ?

O2 Tb1 O3 95.61(14) 8_554 6_554 ?

O3 Tb1 O4 121.50(15) 8 . ?

O2 Tb1 O4 146.22(14) 8_554 . ?

O3 Tb1 O4 89.63(14) 6_554 . ?

O3 Tb1 O2 86.69(15) 8 6 ?

O2 Tb1 O2 133.29(18) 8_554 6 ?

O3 Tb1 O2 71.75(13) 6_554 6 ?

O4 Tb1 O2 79.98(14) . 6 ?

O3 Tb1 O1 82.11(14) 8 . ?

O2 Tb1 O1 88.75(14) 8_554 . ?

O3 Tb1 O1 138.44(13) 6_554 . ?

O4 Tb1 O1 66.26(12) . . ?

O2 Tb1 O1 130.78(14) 6 . ?

O3 Tb1 F1 70.10(11) 8 . ?

O2 Tb1 F1 67.06(11) 8_554 . ?

O3 Tb1 F1 69.08(10) 6_554 . ?

O4 Tb1 F1 144.25(9) . . ?

O2 Tb1 F1 66.43(9) 6 . ?

O1 Tb1 F1 147.02(8) . . ?

O3 Tb1 O4 146.81(14) 8 6_554 ?

O2 Tb1 O4 79.54(13) 8_554 6_554 ?

O3 Tb1 O4 62.55(12) 6_554 6_554 ?

O4 Tb1 O4 73.41(8) . 6_554 ?

O2 Tb1 O4 126.35(13) 6 6_554 ?

O1 Tb1 O4 77.84(12) . 6_554 ?

F1 Tb1 O4 116.80(8) . 6_554 ?

O3 Tb1 Si1 106.42(12) 8 . ?

O2 Tb1 Si1 117.04(11) 8_554 . ?

O3 Tb1 Si1 113.70(11) 6_554 . ?

O4 Tb1 Si1 33.33(9) . . ?

O2 Tb1 Si1 109.03(10) 6 . ?

O1 Tb1 Si1 33.35(9) . . ?

F1 Tb1 Si1 174.09(4) . . ?
 O4 Tb1 Si1 68.79(9) 6_554 . ?
 O3 Tb1 Si1 157.98(11) 8 6_554 ?
 O2 Tb1 Si1 87.08(10) 8_554 6_554 ?
 O3 Tb1 Si1 30.85(10) 6_554 6_554 ?
 O4 Tb1 Si1 80.51(10) . 6_554 ?
 O2 Tb1 Si1 99.15(11) 6 6_554 ?
 O1 Tb1 Si1 108.79(10) . 6_554 ?
 F1 Tb1 Si1 92.67(3) . 6_554 ?
 O4 Tb1 Si1 31.69(9) 6_554 6_554 ?
 Si1 Tb1 Si1 91.82(4) . 6_554 ?
 O3 Tb1 Si1 81.23(11) 8 6 ?
 O2 Tb1 Si1 149.48(10) 8_554 6 ?
 O3 Tb1 Si1 91.65(11) 6_554 6 ?
 O4 Tb1 Si1 63.14(10) . 6 ?
 O2 Tb1 Si1 25.65(9) 6 6 ?
 O1 Tb1 Si1 105.13(10) . 6 ?
 F1 Tb1 Si1 88.25(2) . 6 ?
 O4 Tb1 Si1 129.46(9) 6_554 6 ?
 Si1 Tb1 Si1 86.47(4) . 6 ?
 Si1 Tb1 Si1 112.79(4) 6_554 6 ?
 O3 Tb1 Na1 50.71(12) 8 2_565 ?
 O2 Tb1 Na1 54.67(11) 8_554 2_565 ?
 O3 Tb1 Na1 148.21(12) 6_554 2_565 ?
 O4 Tb1 Na1 108.99(9) . 2_565 ?
 O2 Tb1 Na1 135.40(11) 6 2_565 ?
 O1 Tb1 Na1 43.55(9) . 2_565 ?
 F1 Tb1 Na1 103.59(4) . 2_565 ?
 O4 Tb1 Na1 97.48(9) 6_554 2_565 ?
 Si1 Tb1 Na1 76.83(4) . 2_565 ?
 Si1 Tb1 Na1 125.22(6) 6_554 2_565 ?
 Si1 Tb1 Na1 119.55(5) 6 2_565 ?
 O2 Si1 O3 110.6(2) . . ?
 O2 Si1 O1 112.1(2) . . ?
 O3 Si1 O1 111.6(2) . . ?
 O2 Si1 O4 112.2(2) . . ?
 O3 Si1 O4 103.1(2) . . ?
 O1 Si1 O4 106.8(2) . . ?
 O2 Si1 Tb1 120.99(16) . . ?
 O3 Si1 Tb1 128.03(17) . . ?
 O1 Si1 Tb1 54.95(13) . . ?
 O4 Si1 Tb1 52.76(14) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.59(17) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.62(17) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.94(14) . . ?
 O4 Si1 Na1 158.88(16) . . ?

Tb1 Si1 Na1 108.89(5) . . ?
 O2 Si1 Tb1 125.31(17) . 6 ?
 O3 Si1 Tb1 48.12(16) . 6 ?
 O1 Si1 Tb1 122.56(17) . 6 ?
 O4 Si1 Tb1 55.01(15) . 6 ?
 Tb1 Si1 Tb1 93.50(4) . 6 ?
 Na1 Si1 Tb1 124.37(7) . 6 ?
 O2 Si1 Na2 56.28(15) . . ?
 O3 Si1 Na2 63.56(17) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.82(16) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.29(14) . . ?
 Tb1 Si1 Na2 145.28(5) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.41(5) . . ?
 Tb1 Si1 Na2 71.04(3) 6 . ?
 O2 Si1 Na1 153.14(17) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 56.18(17) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.52(16) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 94.24(16) . 8 ?
 Tb1 Si1 Na1 78.34(5) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.61(9) . 8 ?
 Tb1 Si1 Na1 66.13(6) 6 8 ?
 Na2 Si1 Na1 119.52(6) . 8 ?
 O2 Si1 Na1 61.22(17) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.50(17) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 53.65(16) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 110.96(17) . 8_554 ?
 Tb1 Si1 Na1 72.79(5) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.69(9) . 8_554 ?
 Tb1 Si1 Na1 165.34(6) 6 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 117.46(6) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.55(7) 8 8_554 ?
 O3 Si1 Tb1 134.38(18) . 6_554 ?
 O1 Si1 Tb1 112.34(16) . 6_554 ?
 O4 Si1 Tb1 75.22(15) . 6_554 ?
 Tb1 Si1 Tb1 88.01(4) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Tb1 118.07(7) . 6_554 ?
 Tb1 Si1 Tb1 112.79(4) 6 6_554 ?
 Na2 Si1 Tb1 71.05(3) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Tb1 166.12(6) 8 6_554 ?
 Na1 Si1 Tb1 62.71(5) 8_554 6_554 ?
 O4 Na1 O1 149.01(17) 4 2_565 ?
 O4 Na1 O1 112.33(15) 4 . ?
 O1 Na1 O1 97.52(14) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 77.59(15) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 94.25(15) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O1 91.15(14) . 7_454 ?

O4 Na1 O3 82.50(15) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 75.69(14) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O3 148.59(18) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 119.66(14) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 O1 92.04(14) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 95.08(15) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O1 92.14(14) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.61(18) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 58.71(12) 7_455 7_455 ?
 O4 Na1 O2 71.08(14) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 79.02(14) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O2 149.43(17) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 59.20(12) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.47(12) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 O2 118.37(13) 7_455 7_454 ?
 O4 Na1 Si1 81.20(11) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 129.20(12) 2_565 . ?
 O1 Na1 Si1 31.75(9) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.46(11) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.40(13) 7_455 . ?
 O1 Na1 Si1 87.17(10) 7_455 . ?
 O2 Na1 Si1 142.13(13) 7_454 . ?
 O4 Na1 Si1 78.37(12) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 92.84(13) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 122.62(14) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 144.16(11) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 30.37(9) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 30.60(8) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.94(10) 7_454 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 111.62(8) . 7_455 ?
 O4 Na1 Na1 158.42(16) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 50.57(11) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 46.96(9) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.90(9) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 118.36(13) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.54(9) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 122.54(12) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.64(8) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.34(6) 7_455 2_565 ?
 O4 Na1 Si1 66.08(12) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 91.82(13) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 121.27(14) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 30.20(9) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 89.87(11) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 144.64(11) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 30.06(8) 7_454 7_454 ?

Si1 Na1 Si1 114.55(8) . 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.55(7) 7_455 7_454 ?
 Na1 Na1 Si1 116.15(6) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 Tb1 104.71(12) 4_2_565 ?
 O1 Na1 Tb1 44.89(10) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Tb1 142.37(11) . 2_565 ?
 O1 Na1 Tb1 90.49(10) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Tb1 41.60(9) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Tb1 92.91(10) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Tb1 42.15(8) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Tb1 174.08(8) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Tb1 70.49(5) 7_455 2_565 ?
 Na1 Na1 Tb1 95.46(9) 2_565 2_565 ?
 Si1 Na1 Tb1 68.34(5) 7_454 2_565 ?
 O2 Na2 O2 103.70(7) 3_2 ?
 O2 Na2 O2 103.70(7) 3 . ?
 O2 Na2 O2 121.75(17) 2 . ?
 O2 Na2 O2 121.75(17) 3_4 ?
 O2 Na2 O2 103.70(7) 2_4 ?
 O2 Na2 O2 103.70(7) . 4 ?
 O2 Na2 F1 60.87(8) 3_5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.13(8) 2_5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.13(8) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.87(8) 4_5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.13(8) 3_5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.87(8) 2_5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.87(8) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 119.13(8) 4_5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 79.72(13) 3 . ?
 O2 Na2 O3 175.91(14) 2 . ?
 O2 Na2 O3 58.86(11) . . ?
 O2 Na2 O3 72.42(13) 4 . ?
 F1 Na2 O3 60.43(8) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 119.57(8) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 175.91(14) 3_4 ?
 O2 Na2 O3 72.42(13) 2_4 ?
 O2 Na2 O3 79.72(13) . 4 ?
 O2 Na2 O3 58.86(11) 4_4 ?
 F1 Na2 O3 119.57(8) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 60.43(8) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 104.09(7) . 4 ?
 O2 Na2 O3 58.86(11) 3_3 ?
 O2 Na2 O3 79.72(13) 2_3 ?
 O2 Na2 O3 72.42(13) . 3 ?
 O2 Na2 O3 175.91(14) 4_3 ?

F1 Na2 O3 119.57(8) 5_445 3 ?
 F1 Na2 O3 60.43(8) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 104.09(7) . 3 ?
 O3 Na2 O3 120.86(16) 4 3 ?
 O2 Na2 O3 72.42(13) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 58.86(11) 2 2 ?
 O2 Na2 O3 175.91(14) . 2 ?
 O2 Na2 O3 79.72(13) 4 2 ?
 F1 Na2 O3 60.43(8) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 119.57(8) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 120.86(16) . 2 ?
 O3 Na2 O3 104.09(7) 4 2 ?
 O3 Na2 O3 104.09(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 31.13(9) 3 3 ?
 O2 Na2 Si1 82.23(9) 2 3 ?
 O2 Na2 Si1 96.83(9) . 3 ?
 O2 Na2 Si1 150.73(9) 4 3 ?
 F1 Na2 Si1 90.96(3) 5_445 3 ?
 F1 Na2 Si1 89.04(3) 5_444 3 ?
 O3 Na2 Si1 101.79(9) . 3 ?
 O3 Na2 Si1 147.03(9) 4 3 ?
 O3 Na2 Si1 31.18(8) 3 3 ?
 O3 Na2 Si1 79.18(9) 2 3 ?
 O2 Na2 Si1 82.23(9) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 150.73(9) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 31.13(9) . . ?
 O2 Na2 Si1 96.83(9) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 89.04(3) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 90.96(3) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 31.18(8) . . ?
 O3 Na2 Si1 101.79(9) 4 . ?
 O3 Na2 Si1 79.18(9) 3 . ?
 O3 Na2 Si1 147.03(9) 2 . ?
 Si1 Na2 Si1 90.016(1) 3 . ?
 Tb1 F1 Tb1 174.746(11) 2_665 . ?
 Tb1 F1 Tb1 90.120(1) 2_665 4_655 ?
 Tb1 F1 Tb1 90.120(1) . 4_655 ?
 Tb1 F1 Tb1 90.120(1) 2_665 3_565 ?
 Tb1 F1 Tb1 90.120(1) . 3_565 ?
 Tb1 F1 Tb1 174.746(11) 4_655 3_565 ?
 Tb1 F1 Na2 92.627(6) 2_665 5 ?
 Tb1 F1 Na2 92.627(6) . 5 ?
 Tb1 F1 Na2 87.373(6) 4_655 5 ?
 Tb1 F1 Na2 87.373(6) 3_565 5 ?
 Tb1 F1 Na2 87.373(6) 2_665 5_554 ?
 Tb1 F1 Na2 87.373(6) . 5_554 ?

Tb1 F1 Na2 92.627(6) 4_655 5_554 ?
 Tb1 F1 Na2 92.627(6) 3_565 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 174.4(2) . 2_565 ?
 Si1 O1 Tb1 91.71(16) . . ?
 Na1 O1 Tb1 91.55(13) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 94.31(17) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.47(14) 2_565 . ?
 Tb1 O1 Na1 173.98(17) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.15(18) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 88.23(15) 2_565 8_554 ?
 Tb1 O1 Na1 93.67(14) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 85.45(15) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 87.88(18) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 87.22(15) 2_565 8 ?
 Tb1 O1 Na1 95.78(14) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.70(14) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.61(18) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Tb1 143.3(2) . 7_454 ?
 Si1 O2 Tb1 114.9(2) . 6_554 ?
 Tb1 O2 Tb1 99.43(14) 7_454 6_554 ?
 Si1 O2 Na2 92.59(18) . . ?
 Tb1 O2 Na2 94.36(13) 7_454 . ?
 Tb1 O2 Na2 99.16(16) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.72(19) . 8_554 ?
 Tb1 O2 Na1 83.18(14) 7_454 8_554 ?
 Tb1 O2 Na1 82.44(12) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 177.27(18) . 8_554 ?
 Si1 O3 Tb1 157.9(3) . 7_455 ?
 Si1 O3 Tb1 101.0(2) . 6 ?
 Tb1 O3 Tb1 101.03(15) 7_455 6 ?
 Si1 O3 Na1 93.5(2) . 8 ?
 Tb1 O3 Na1 87.68(15) 7_455 8 ?
 Tb1 O3 Na1 86.34(14) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.26(18) . . ?
 Tb1 O3 Na2 95.56(14) 7_455 . ?
 Tb1 O3 Na2 88.57(14) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 174.42(18) 8 . ?
 Si1 O4 Tb1 93.90(17) . . ?
 Si1 O4 Na1 160.2(2) . 3 ?
 Tb1 O4 Na1 93.18(14) . 3 ?
 Si1 O4 Tb1 93.30(17) . 6 ?
 Tb1 O4 Tb1 128.25(17) . 6 ?
 Na1 O4 Tb1 96.78(15) 3 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000

_diffn_refl_theta_full 28.26
_diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
_refine_diff_density_max 1.271
_refine_diff_density_min -1.478
_refine_diff_density_rms 0.255

====END

data_publication_text

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'

_publ_contact_author_address

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu

_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916

_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508

loop_

_publ_author_name

_publ_author_address

'Latshaw, Allison M.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Wilkins, Branford O.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Hughey, Kendall D.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Yeon, Jeongho'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Williams, Derek E.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Tran, T. Thao'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

data_Na5Dy4F[SiO4]4

_audit_creation_method	SHELXL-97
_chemical_name_systematic	
;	
?	
;	
_chemical_name_common	?
_chemical_melting_point	?
_chemical_formula_moiety	'Dy4 F O16 Si4, 5(Na)'
_chemical_formula_sum	
'Dy4 F Na5 O16 Si4'	
_chemical_formula_weight	1152.31

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
'O' 'O' 0.0106 0.0060
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

'F' 'F' 0.0171 0.0103
 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 'Na' 'Na' 0.0362 0.0249
 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 'Si' 'Si' 0.0817 0.0704
 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
 'Dy' 'Dy' -0.1892 4.4098
 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system 'tetragonal'
 _space_group_IT_number 82
 _space_group_name_H-M_alt 'I -4'
 _space_group_name_Hall 'I -4'

loop_
 _symmetry_equiv_pos_as_xyz
 'x, y, z'
 '-x, -y, z'
 'y, -x, -z'
 '-y, x, -z'
 'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
 '-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
 'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
 '-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.6243(2)
 _cell_length_b 11.6243(2)
 _cell_length_c 5.40420(10)
 _cell_angle_alpha 90.00
 _cell_angle_beta 90.00
 _cell_angle_gamma 90.00
 _cell_volume 730.24(2)
 _cell_formula_units_Z 2
 _cell_measurement_temperature 294(2)
 _cell_measurement_reflns_used 42045
 _cell_measurement_theta_min 2.4779
 _cell_measurement_theta_max 28.2496

_exptl_crystal_description needle
 _exptl_crystal_colour colorless
 _exptl_crystal_size_max 0.19
 _exptl_crystal_size_mid 0.04
 _exptl_crystal_size_min 0.04
 _exptl_crystal_density_meas ?
 _exptl_crystal_density_diffn 5.241
 _exptl_crystal_density_method 'not measured'

```

_exptl_crystal_F_000      1024
_exptl_absorpt_coefficient_mu  20.813
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.1099
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.4898
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

```

```

_exptl_special_details
;
?
;

```

```

_diffn_ambient_temperature  294(2)
_diffn_radiation_wavelength  0.71073
_diffn_radiation_type        MoK\alpha
_diffn_radiation_source      'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator graphite
_diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffn_measurement_method    'phi and omega scans'
_diffn_detector_area_resol_mean ?
_diffn_standards_number      ?
_diffn_standards_interval_count ?
_diffn_standards_interval_time ?
_diffn_standards_decay_%     ?
_diffn_reflns_number         5025
_diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0202
_diffn_reflns_av_sigma/etl  0.0154
_diffn_reflns_limit_h_min    -15
_diffn_reflns_limit_h_max     15
_diffn_reflns_limit_k_min    -15
_diffn_reflns_limit_k_max     15
_diffn_reflns_limit_l_min    -7
_diffn_reflns_limit_l_max     7
_diffn_reflns_theta_min      2.48
_diffn_reflns_theta_max      28.25
_reflns_number_total         909
_reflns_number_gt            908
_reflns_threshold_expression  >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection    ?
_computing_cell_refinement    'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction     'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

_refine_special_details

;

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

;

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd

_refine_ls_matrix_type full

_refine_ls_weighting_scheme calc

_refine_ls_weighting_details

'calc w=1/[\s^2(Fo^2)+(0.0238P)^2+0.6604P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'

_atom_sites_solution_primary direct

_atom_sites_solution_secondary difmap

_refine_ls_extinction_method SHELXL

_refine_ls_extinction_coef 0.0078(2)

_refine_ls_extinction_expression

'Fc^*=kFc[1+0.001xFc^2/l^3/sin(2\q)]^-1/4'

_refine_ls_abs_structure_details

'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'

_refine_ls_abs_structure_Flack 0.00(3)

_refine_ls_number_reflns 909

_refine_ls_number_parameters 70

_refine_ls_number_restraints 0

_refine_ls_R_factor_all 0.0138

_refine_ls_R_factor_gt 0.0138

_refine_ls_wR_factor_ref 0.0347

_refine_ls_wR_factor_gt 0.0346

_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.078

_refine_ls_restrained_S_all 1.078

_refine_ls_shift/su_max 0.000

_refine_ls_shift/su_mean 0.000

loop_

_atom_site_label

_atom_site_type_symbol

_atom_site_fract_x

_atom_site_fract_y

_atom_site_fract_z

_atom_site_U_iso_or_equiv

_atom_site_adp_type

```

_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Dy1 Dy 0.817065(15) 0.115493(14) 0.02243(4) 0.00705(9) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.60328(9) 0.25328(9) -0.0105(3) 0.0065(2) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na 0.39530(15) 0.08925(15) 0.0069(4) 0.0177(4) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.5000 0.5000 0.0000 0.0198(8) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.0000 0.0000 0.0000 0.0139(12) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.6086(3) 0.1136(2) 0.0125(6) 0.0114(6) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.5487(3) 0.3123(3) 0.2339(6) 0.0102(6) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.5347(3) 0.2940(3) -0.2562(6) 0.0109(6) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.7346(3) 0.2967(3) -0.0643(6) 0.0108(6) Uani 1 1 d . . .

```

```

loop_
_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Dy1 0.00668(11) 0.00613(11) 0.00835(11) -0.00018(7) -0.00003(7) -0.00026(6)
Si1 0.0064(4) 0.0064(4) 0.0066(6) 0.0001(5) 0.0005(5) -0.0004(3)
Na1 0.0156(8) 0.0117(8) 0.0259(11) -0.0013(9) -0.0013(9) 0.0011(6)
Na2 0.0176(10) 0.0176(10) 0.024(2) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0093(13) 0.0093(13) 0.023(3) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0138(14) 0.0077(12) 0.0128(17) -0.0020(13) -0.0011(14) -0.0018(11)
O2 0.0084(15) 0.0137(17) 0.0084(15) -0.0016(12) 0.0004(12) 0.0029(13)
O3 0.0083(16) 0.0167(17) 0.0077(15) 0.0015(12) -0.0009(12) 0.0016(12)
O4 0.0104(13) 0.0105(13) 0.0115(15) 0.0003(12) 0.0009(13) 0.0029(11)

```

```

_geom_special_details
;

```

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.

```

;

```

```

loop_
_geom_bond_atom_site_label_1

```

_geom_bond_atom_site_label_2
 _geom_bond_distance
 _geom_bond_site_symmetry_2
 _geom_bond_publ_flag
 Dy1 O3 2.278(3) 7_554 ?
 Dy1 O2 2.319(3) 7 ?
 Dy1 O3 2.347(3) 6_655 ?
 Dy1 O2 2.361(3) 6_654 ?
 Dy1 O4 2.361(3) . ?
 Dy1 O1 2.423(3) . ?
 Dy1 F1 2.51774(18) 1_655 ?
 Dy1 O4 2.528(3) 6_655 ?
 Si1 O2 1.618(3) . ?
 Si1 O3 1.620(3) . ?
 Si1 O1 1.630(3) . ?
 Si1 O4 1.634(3) . ?
 Na1 O1 2.358(3) 2_655 ?
 Na1 O4 2.367(4) 3_565 ?
 Na1 O1 2.496(3) . ?
 Na1 O1 2.609(4) 8_545 ?
 Na1 O3 2.661(4) 8_544 ?
 Na1 O1 2.818(4) 8_544 ?
 Na1 O2 2.830(4) 8_545 ?
 Na2 O2 2.585(3) 3_565 ?
 Na2 O2 2.585(3) 2_665 ?
 Na2 O2 2.585(3) 4_655 ?
 Na2 O2 2.585(3) . ?
 Na2 F1 2.70210(10) 5 ?
 Na2 F1 2.70210(10) 5_554 ?
 Na2 O3 2.795(4) 4_655 ?
 Na2 O3 2.795(4) . ?
 Na2 O3 2.795(4) 3_565 ?
 Na2 O3 2.795(4) 2_665 ?
 F1 Dy1 2.51774(18) 4_545 ?
 F1 Dy1 2.51774(18) 3_565 ?
 F1 Dy1 2.51774(18) 2_655 ?
 F1 Dy1 2.51774(18) 1_455 ?
 F1 Na2 2.70210(10) 5_445 ?
 F1 Na2 2.70210(10) 5_444 ?
 O1 Na1 2.358(3) 2_655 ?
 O1 Na1 2.609(4) 7 ?
 O1 Na1 2.818(4) 7_554 ?
 O2 Dy1 2.319(3) 8_545 ?
 O2 Dy1 2.361(3) 6_655 ?
 O2 Na1 2.830(4) 7 ?
 O3 Dy1 2.278(3) 8_544 ?

O3 Dy1 2.347(3) 6_654 ?
O3 Na1 2.661(4) 7_554 ?
O4 Na1 2.367(4) 4_655 ?
O4 Dy1 2.528(3) 6_654 ?

loop_

_geom_angle_atom_site_label_1
_geom_angle_atom_site_label_2
_geom_angle_atom_site_label_3
_geom_angle
_geom_angle_site_symmetry_1
_geom_angle_site_symmetry_3
_geom_angle_publ_flag
O3 Dy1 O2 74.05(12) 7_554 7 ?
O3 Dy1 O3 138.76(15) 7_554 6_655 ?
O2 Dy1 O3 95.57(11) 7 6_655 ?
O3 Dy1 O2 86.18(12) 7_554 6_654 ?
O2 Dy1 O2 133.13(14) 7 6_654 ?
O3 Dy1 O2 72.04(11) 6_655 6_654 ?
O3 Dy1 O4 120.70(12) 7_554 . ?
O2 Dy1 O4 146.82(11) 7 . ?
O3 Dy1 O4 89.96(12) 6_655 . ?
O2 Dy1 O4 79.63(11) 6_654 . ?
O3 Dy1 O1 82.02(12) 7_554 . ?
O2 Dy1 O1 88.91(11) 7 . ?
O3 Dy1 O1 138.55(11) 6_655 . ?
O2 Dy1 O1 130.51(11) 6_654 . ?
O4 Dy1 O1 66.30(10) . . ?
O3 Dy1 F1 70.15(9) 7_554 1_655 ?
O2 Dy1 F1 66.98(8) 7 1_655 ?
O3 Dy1 F1 69.11(8) 6_655 1_655 ?
O2 Dy1 F1 66.39(8) 6_654 1_655 ?
O4 Dy1 F1 144.00(7) . 1_655 ?
O1 Dy1 F1 146.97(7) . 1_655 ?
O3 Dy1 O4 147.08(11) 7_554 6_655 ?
O2 Dy1 O4 79.91(11) 7 6_655 ?
O3 Dy1 O4 62.82(10) 6_655 6_655 ?
O2 Dy1 O4 126.66(11) 6_654 6_655 ?
O4 Dy1 O4 73.67(7) . 6_655 ?
O1 Dy1 O4 77.63(10) . 6_655 ?
F1 Dy1 O4 117.29(7) 1_655 6_655 ?
O3 Dy1 Si1 106.12(9) 7_554 . ?
O2 Dy1 Si1 117.31(9) 7 . ?
O3 Dy1 Si1 113.85(8) 6_655 . ?
O2 Dy1 Si1 108.83(8) 6_654 . ?
O4 Dy1 Si1 33.39(8) . . ?

O1 Dy1 Si1 33.37(7) . . ?
 F1 Dy1 Si1 173.77(3) 1_655 . ?
 O4 Dy1 Si1 68.62(7) 6_655 . ?
 O3 Dy1 Si1 158.30(9) 7_554 6_655 ?
 O2 Dy1 Si1 87.11(8) 7 6_655 ?
 O3 Dy1 Si1 30.98(8) 6_655 6_655 ?
 O2 Dy1 Si1 99.54(9) 6_654 6_655 ?
 O4 Dy1 Si1 81.00(9) . 6_655 ?
 O1 Dy1 Si1 108.79(8) . 6_655 ?
 F1 Dy1 Si1 92.83(2) 1_655 6_655 ?
 O4 Dy1 Si1 31.85(7) 6_655 6_655 ?
 Si1 Dy1 Si1 91.92(3) . 6_655 ?
 O3 Dy1 Si1 80.81(9) 7_554 6_654 ?
 O2 Dy1 Si1 149.28(8) 7 6_654 ?
 O3 Dy1 Si1 91.76(9) 6_655 6_654 ?
 O4 Dy1 Si1 62.65(8) . 6_654 ?
 O1 Dy1 Si1 104.98(8) . 6_654 ?
 F1 Dy1 Si1 88.185(19) 1_655 6_654 ?
 O4 Dy1 Si1 129.36(7) 6_655 6_654 ?
 Si1 Dy1 Si1 86.26(3) . 6_654 ?
 Si1 Dy1 Si1 112.96(3) 6_655 6_654 ?
 O3 Dy1 Na1 50.81(9) 7_554 2_655 ?
 O2 Dy1 Na1 54.95(9) 7 2_655 ?
 O3 Dy1 Na1 148.43(9) 6_655 2_655 ?
 O2 Dy1 Na1 134.95(9) 6_654 2_655 ?
 O4 Dy1 Na1 108.78(8) . 2_655 ?
 O1 Dy1 Na1 43.41(7) . 2_655 ?
 F1 Dy1 Na1 103.69(3) 1_655 2_655 ?
 O4 Dy1 Na1 97.51(8) 6_655 2_655 ?
 Si1 Dy1 Na1 76.70(4) . 2_655 ?
 Si1 Dy1 Na1 125.31(5) 6_655 2_655 ?
 Si1 Dy1 Na1 119.23(4) 6_654 2_655 ?
 O2 Si1 O3 110.63(18) . . ?
 O2 Si1 O1 112.03(19) . . ?
 O3 Si1 O1 111.87(18) . . ?
 O2 Si1 O4 112.39(18) . . ?
 O3 Si1 O4 102.92(18) . . ?
 O1 Si1 O4 106.60(17) . . ?
 O2 Si1 Dy1 120.62(13) . . ?
 O3 Si1 Dy1 128.34(14) . . ?
 O1 Si1 Dy1 54.87(11) . . ?
 O4 Si1 Dy1 52.70(11) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.96(13) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.60(14) . . ?
 O1 Si1 Na1 53.91(11) . . ?
 O4 Si1 Na1 158.42(13) . . ?

Dy1 Si1 Na1 108.78(4) . . ?
 O2 Si1 Dy1 125.10(13) . 6_654 ?
 O3 Si1 Dy1 48.22(13) . 6_654 ?
 O1 Si1 Dy1 122.85(14) . 6_654 ?
 O4 Si1 Dy1 54.71(12) . 6_654 ?
 Dy1 Si1 Dy1 93.70(3) . 6_654 ?
 Na1 Si1 Dy1 124.43(6) . 6_654 ?
 O2 Si1 Na2 56.14(12) . . ?
 O3 Si1 Na2 63.60(13) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.80(12) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.53(12) . . ?
 Dy1 Si1 Na2 145.24(4) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.50(4) . . ?
 Dy1 Si1 Na2 71.06(2) 6_654 . ?
 O2 Si1 Na1 153.46(13) . 7_554 ?
 O3 Si1 Na1 56.25(13) . 7_554 ?
 O1 Si1 Na1 61.78(13) . 7_554 ?
 O4 Si1 Na1 93.74(13) . 7_554 ?
 Dy1 Si1 Na1 78.52(4) . 7_554 ?
 Na1 Si1 Na1 69.56(7) . 7_554 ?
 Dy1 Si1 Na1 66.20(5) 6_654 7_554 ?
 Na2 Si1 Na1 119.62(5) . 7_554 ?
 O2 Si1 Na1 61.22(13) . 7 ?
 O3 Si1 Na1 145.37(14) . 7 ?
 O1 Si1 Na1 53.46(13) . 7 ?
 O4 Si1 Na1 111.27(14) . 7 ?
 Dy1 Si1 Na1 72.69(4) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 66.64(7) . 7 ?
 Dy1 Si1 Na1 165.42(5) 6_654 7 ?
 Na2 Si1 Na1 117.30(5) . 7 ?
 Na1 Si1 Na1 114.60(6) 7_554 7 ?
 O3 Si1 Dy1 134.42(14) . 6_655 ?
 O1 Si1 Dy1 111.93(13) . 6_655 ?
 O4 Si1 Dy1 75.93(13) . 6_655 ?
 Dy1 Si1 Dy1 87.89(3) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Dy1 117.86(6) . 6_655 ?
 Dy1 Si1 Dy1 112.96(3) 6_654 6_655 ?
 Na2 Si1 Dy1 71.02(2) . 6_655 ?
 Na1 Si1 Dy1 166.21(5) 7_554 6_655 ?
 Na1 Si1 Dy1 62.48(4) 7 6_655 ?
 O1 Na1 O4 148.62(14) 2_655 3_565 ?
 O1 Na1 O1 97.61(11) 2_655 . ?
 O4 Na1 O1 112.42(12) 3_565 . ?
 O1 Na1 O1 94.18(12) 2_655 8_545 ?
 O4 Na1 O1 77.03(13) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O1 91.00(12) . 8_545 ?

O1 Na1 O3 75.65(11) 2_655 8_544 ?
 O4 Na1 O3 82.68(12) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O3 148.74(14) . 8_544 ?
 O1 Na1 O3 119.65(12) 8_545 8_544 ?
 O1 Na1 O1 95.28(12) 2_655 8_544 ?
 O4 Na1 O1 92.51(12) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 O1 92.26(11) . 8_544 ?
 O1 Na1 O1 169.50(14) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 O1 58.78(10) 8_544 8_544 ?
 O1 Na1 O2 79.07(11) 2_655 8_545 ?
 O4 Na1 O2 70.52(11) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 O2 149.32(14) . 8_545 ?
 O1 Na1 O2 59.19(10) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 O2 60.47(10) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 O2 118.38(11) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 129.38(10) 2_655 . ?
 O4 Na1 Si1 81.29(9) 3_565 . ?
 O1 Na1 Si1 31.85(8) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.45(9) 8_545 . ?
 O3 Na1 Si1 141.37(11) 8_544 . ?
 O1 Na1 Si1 87.07(8) 8_544 . ?
 O2 Na1 Si1 141.95(10) 8_545 . ?
 O1 Na1 Si1 92.94(11) 2_655 8_544 ?
 O4 Na1 Si1 78.71(10) 3_565 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 122.79(12) . 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 144.11(9) 8_545 8_544 ?
 O3 Na1 Si1 30.41(8) 8_544 8_544 ?
 O1 Na1 Si1 30.65(7) 8_544 8_544 ?
 O2 Na1 Si1 87.89(8) 8_545 8_544 ?
 Si1 Na1 Si1 111.54(7) . 8_544 ?
 O1 Na1 Na1 50.67(9) 2_655 2_655 ?
 O4 Na1 Na1 158.38(13) 3_565 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 46.95(8) . 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 94.94(7) 8_545 2_655 ?
 O3 Na1 Na1 118.34(10) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Na1 94.58(7) 8_544 2_655 ?
 O2 Na1 Na1 122.74(10) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 78.71(7) . 2_655 ?
 Si1 Na1 Na1 116.40(5) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Si1 91.68(10) 2_655 8_545 ?
 O4 Na1 Si1 65.58(10) 3_565 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 121.04(11) . 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 30.12(7) 8_545 8_545 ?
 O3 Na1 Si1 89.93(9) 8_544 8_545 ?
 O1 Na1 Si1 144.72(9) 8_544 8_545 ?
 O2 Na1 Si1 30.08(7) 8_545 8_545 ?

Si1 Na1 Si1 114.48(7) . 8_545 ?
 Si1 Na1 Si1 114.60(6) 8_544 8_545 ?
 Na1 Na1 Si1 116.11(5) 2_655 8_545 ?
 O1 Na1 Dy1 44.93(8) 2_655 2_655 ?
 O4 Na1 Dy1 104.39(10) 3_565 2_655 ?
 O1 Na1 Dy1 142.49(9) . 2_655 ?
 O1 Na1 Dy1 90.41(8) 8_545 2_655 ?
 O3 Na1 Dy1 41.57(7) 8_544 2_655 ?
 O1 Na1 Dy1 93.07(8) 8_544 2_655 ?
 O2 Na1 Dy1 42.14(7) 8_545 2_655 ?
 Si1 Na1 Dy1 174.30(6) . 2_655 ?
 Si1 Na1 Dy1 70.54(4) 8_544 2_655 ?
 Na1 Na1 Dy1 95.60(7) 2_655 2_655 ?
 Si1 Na1 Dy1 68.24(4) 8_545 2_655 ?
 O2 Na2 O2 103.84(6) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O2 121.44(14) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O2 103.84(6) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O2 103.84(6) 3_565 . ?
 O2 Na2 O2 121.44(14) 2_665 . ?
 O2 Na2 O2 103.84(6) 4_655 . ?
 O2 Na2 F1 119.28(7) 3_565 5 ?
 O2 Na2 F1 60.72(7) 2_665 5 ?
 O2 Na2 F1 119.28(7) 4_655 5 ?
 O2 Na2 F1 60.72(7) . 5 ?
 O2 Na2 F1 60.72(7) 3_565 5_554 ?
 O2 Na2 F1 119.28(7) 2_665 5_554 ?
 O2 Na2 F1 60.72(7) 4_655 5_554 ?
 O2 Na2 F1 119.28(7) . 5_554 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5 5_554 ?
 O2 Na2 O3 175.65(11) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 O3 79.83(11) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 O3 59.16(10) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 O3 72.06(10) . 4_655 ?
 F1 Na2 O3 60.31(7) 5 4_655 ?
 F1 Na2 O3 119.69(7) 5_554 4_655 ?
 O2 Na2 O3 72.06(10) 3_565 . ?
 O2 Na2 O3 175.65(11) 2_665 . ?
 O2 Na2 O3 79.83(11) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 59.16(10) . . ?
 F1 Na2 O3 119.69(7) 5 . ?
 F1 Na2 O3 60.31(7) 5_554 . ?
 O3 Na2 O3 104.20(6) 4_655 . ?
 O2 Na2 O3 59.16(10) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 O3 72.06(10) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 O3 175.65(11) 4_655 3_565 ?
 O2 Na2 O3 79.83(11) . 3_565 ?

F1 Na2 O3 60.31(7) 5_3_565 ?
 F1 Na2 O3 119.69(7) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 O3 120.62(14) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 O3 104.20(6) . 3_565 ?
 O2 Na2 O3 79.83(11) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 O3 59.16(10) 2_665 2_665 ?
 O2 Na2 O3 72.06(10) 4_655 2_665 ?
 O2 Na2 O3 175.65(11) . 2_665 ?
 F1 Na2 O3 119.69(7) 5_2_665 ?
 F1 Na2 O3 60.31(7) 5_554 2_665 ?
 O3 Na2 O3 104.20(6) 4_655 2_665 ?
 O3 Na2 O3 120.62(14) . 2_665 ?
 O3 Na2 O3 104.20(6) 3_565 2_665 ?
 O2 Na2 Si1 150.71(8) 3_565 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 82.36(7) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 31.32(7) 4_655 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 96.62(8) . 4_655 ?
 F1 Na2 Si1 88.96(3) 5_4_655 ?
 F1 Na2 Si1 91.04(3) 5_554 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 31.26(7) 4_655 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 101.93(7) . 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 146.80(7) 3_565 4_655 ?
 O3 Na2 Si1 79.12(7) 2_665 4_655 ?
 O2 Na2 Si1 31.32(7) 3_565 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 96.62(8) 2_665 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 150.71(8) 4_655 3_565 ?
 O2 Na2 Si1 82.36(7) . 3_565 ?
 F1 Na2 Si1 88.96(3) 5_3_565 ?
 F1 Na2 Si1 91.04(3) 5_554 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 146.80(7) 4_655 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 79.12(7) . 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 31.26(7) 3_565 3_565 ?
 O3 Na2 Si1 101.93(7) 2_665 3_565 ?
 Si1 Na2 Si1 177.91(5) 4_655 3_565 ?
 Dy1 F1 Dy1 174.481(9) 4_545 3_565 ?
 Dy1 F1 Dy1 90.1 4_545 2_655 ?
 Dy1 F1 Dy1 90.1 3_565 2_655 ?
 Dy1 F1 Dy1 90.1 4_545 1_455 ?
 Dy1 F1 Dy1 90.1 3_565 1_455 ?
 Dy1 F1 Dy1 174.481(9) 2_655 1_455 ?
 Dy1 F1 Na2 92.759(5) 4_545 5_445 ?
 Dy1 F1 Na2 92.759(5) 3_565 5_445 ?
 Dy1 F1 Na2 87.241(5) 2_655 5_445 ?
 Dy1 F1 Na2 87.241(5) 1_455 5_445 ?
 Dy1 F1 Na2 87.241(5) 4_545 5_444 ?
 Dy1 F1 Na2 87.241(5) 3_565 5_444 ?

Dy1 F1 Na2 92.759(5) 2_655 5_444 ?
 Dy1 F1 Na2 92.759(5) 1_455 5_444 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5_445 5_444 ?
 Si1 O1 Na1 173.9(2) . 2_655 ?
 Si1 O1 Dy1 91.76(13) . . ?
 Na1 O1 Dy1 91.66(11) 2_655 . ?
 Si1 O1 Na1 94.24(14) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.37(11) 2_655 . ?
 Dy1 O1 Na1 174.00(14) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.42(15) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 88.37(13) 2_655 7 ?
 Dy1 O1 Na1 93.71(11) . 7 ?
 Na1 O1 Na1 85.51(12) . 7 ?
 Si1 O1 Na1 87.57(15) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 87.08(12) 2_655 7_554 ?
 Dy1 O1 Na1 95.88(11) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 84.50(12) . 7_554 ?
 Na1 O1 Na1 169.50(14) 7 7_554 ?
 Si1 O2 Dy1 142.8(2) . 8_545 ?
 Si1 O2 Dy1 115.50(17) . 6_655 ?
 Dy1 O2 Dy1 99.24(12) 8_545 6_655 ?
 Si1 O2 Na2 92.55(15) . . ?
 Dy1 O2 Na2 94.43(11) 8_545 . ?
 Dy1 O2 Na2 99.64(12) 6_655 . ?
 Si1 O2 Na1 88.70(15) . 7 ?
 Dy1 O2 Na1 82.91(11) 8_545 7 ?
 Dy1 O2 Na1 82.31(10) 6_655 7 ?
 Na2 O2 Na1 176.95(14) . 7 ?
 Si1 O3 Dy1 158.4(2) . 8_544 ?
 Si1 O3 Dy1 100.80(16) . 6_654 ?
 Dy1 O3 Dy1 100.84(13) 8_544 6_654 ?
 Si1 O3 Na1 93.34(16) . 7_554 ?
 Dy1 O3 Na1 87.62(12) 8_544 7_554 ?
 Dy1 O3 Na1 86.34(11) 6_654 7_554 ?
 Si1 O3 Na2 85.14(14) . . ?
 Dy1 O3 Na2 95.82(11) 8_544 . ?
 Dy1 O3 Na2 88.53(11) 6_654 . ?
 Na1 O3 Na2 174.29(15) 7_554 . ?
 Si1 O4 Dy1 93.91(14) . . ?
 Si1 O4 Na1 159.1(2) . 4_655 ?
 Dy1 O4 Na1 93.14(12) . 4_655 ?
 Si1 O4 Dy1 93.45(15) . 6_654 ?
 Dy1 O4 Dy1 129.20(14) . 6_654 ?
 Na1 O4 Dy1 97.24(13) 4_655 6_654 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000

_diffn_refl_theta_full 28.25
_diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
_refine_diff_density_max 0.777
_refine_diff_density_min -0.826
_refine_diff_density_rms 0.201

#==END

data_Na5Ho4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.
_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'

_publ_contact_author_address
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508

loop_
_publ_author_name
_publ_author_address
'Latshaw, Allison M.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Wilkins, Branford O.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Hughey, Kendall D.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Yeon, Jeongho'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Williams, Derek E.'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
'Tran, T. Thao'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;
'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;
'zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;
_audit_creation_method SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common ?
_chemical_melting_point ?
_chemical_formula_moiety 'F Ho4 O16 Si4, 5(Na)'
_chemical_formula_sum 'F Ho4 Na5 O16 Si4'
_chemical_formula_weight 1162.03

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Ho Ho -0.2175 4.6783 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number 82
_space_group_name_H-M_alt 'I -4'
_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.5844(2)
_cell_length_b 11.5844(2)
_cell_length_c 5.39570(10)
_cell_angle_alpha 90.00
_cell_angle_beta 90.00
_cell_angle_gamma 90.00
_cell_volume 724.09(2)
_cell_formula_units_Z 2
_cell_measurement_temperature 294(2)
_cell_measurement_reflns_used 4390
_cell_measurement_theta_min 2.4864
_cell_measurement_theta_max 28.3010

_exptl_crystal_description needle
_exptl_crystal_colour 'pale pink'
_exptl_crystal_size_max 0.16
_exptl_crystal_size_mid 0.06
_exptl_crystal_size_min 0.04
_exptl_crystal_density_meas ?
_exptl_crystal_density_diffn 5.330
_exptl_crystal_density_method 'not measured'
_exptl_crystal_F_000 1032
_exptl_absorpt_coefficient_mu 22.205
_exptl_absorpt_correction_type multi-scan
_exptl_absorpt_correction_T_min 0.1253
_exptl_absorpt_correction_T_max 0.4704
_exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details

;
?
;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
_diffn_radiation_wavelength 0.71073
_diffn_radiation_type MoK α
_diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
_diffn_radiation_monochromator graphite
_diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
_diffn_measurement_method 'phi and omega scans'
_diffn_detector_area_resol_mean ?
_diffn_standards_number ?
_diffn_standards_interval_count ?
_diffn_standards_interval_time ?
_diffn_standards_decay_% ?
_diffn_reflns_number 4974
_diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0186
_diffn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0142
_diffn_reflns_limit_h_min -15
_diffn_reflns_limit_h_max 15
_diffn_reflns_limit_k_min -15
_diffn_reflns_limit_k_max 15
_diffn_reflns_limit_l_min -7
_diffn_reflns_limit_l_max 7
_diffn_reflns_theta_min 2.49
_diffn_reflns_theta_max 28.30
_reflns_number_total 908
_reflns_number_gt 908
_reflns_threshold_expression >2sigma(I)

_computing_data_collection ?
_computing_cell_refinement 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

_refine_special_details

;

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

;

```
_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type    full
_refine_ls_weighting_scheme    calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2^(Fo^2^)+(0.0228P)^2^+0.5885P] where P=(Fo^2^+2Fc^2^)/3'
_atom_sites_solution_primary    direct
_atom_sites_solution_secondary    difmap
_refine_ls_extinction_method    SHELXL
_refine_ls_extinction_coef    0.00282(13)
_refine_ls_extinction_expression Fc^*=kFc[1+0.001xFc^2^l^3^/sin(2\q)]^-1/4^
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack    0.00(2)
_refine_ls_number_reflns    908
_refine_ls_number_parameters    70
_refine_ls_number_restraints    0
_refine_ls_R_factor_all    0.0133
_refine_ls_R_factor_gt    0.0133
_refine_ls_wR_factor_ref    0.0348
_refine_ls_wR_factor_gt    0.0348
_refine_ls_goodness_of_fit_ref    1.144
_refine_ls_restrained_S_all    1.144
_refine_ls_shift/su_max    0.001
_refine_ls_shift/su_mean    0.000
```

loop

```
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Ho1 Ho 0.317274(14) 0.384467(14) -0.02289(4) 0.00714(8) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10352(9) 0.24660(9) 0.0106(3) 0.0067(2) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10492(15) 0.41086(15) -0.0072(4) 0.0170(4) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0205(8) Uani 1 4 d S . .
```

F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0125(11) Uani 1 4 d S . .
 O1 O 0.1096(2) 0.3865(2) -0.0123(6) 0.0109(6) Uani 1 1 d . . .
 O2 O 0.0491(3) 0.1875(3) -0.2339(6) 0.0106(6) Uani 1 1 d . . .
 O3 O 0.0339(3) 0.2050(3) 0.2569(6) 0.0107(6) Uani 1 1 d . . .
 O4 O 0.2357(3) 0.2031(3) 0.0649(6) 0.0099(6) Uani 1 1 d . . .

loop_

_atom_site_aniso_label
 _atom_site_aniso_U_11
 _atom_site_aniso_U_22
 _atom_site_aniso_U_33
 _atom_site_aniso_U_23
 _atom_site_aniso_U_13
 _atom_site_aniso_U_12

Ho1 0.00701(10) 0.00648(10) 0.00794(11) -0.00017(6) 0.00002(7) 0.00020(6)
 Si1 0.0076(4) 0.0072(4) 0.0053(6) 0.0006(5) 0.0001(5) 0.0004(4)
 Na1 0.0139(8) 0.0127(8) 0.0243(11) -0.0007(9) 0.0009(8) -0.0006(6)
 Na2 0.0172(10) 0.0172(10) 0.027(2) 0.000 0.000 0.000
 F1 0.0108(13) 0.0108(13) 0.016(3) 0.000 0.000 0.000
 O1 0.0102(13) 0.0081(12) 0.0143(17) 0.0025(13) 0.0020(14) -0.0001(10)
 O2 0.0085(15) 0.0158(17) 0.0074(15) -0.0017(12) -0.0014(12) -0.0020(13)
 O3 0.0081(15) 0.0165(16) 0.0076(15) 0.0019(12) 0.0010(12) -0.0009(12)
 O4 0.0090(13) 0.0100(13) 0.0107(15) 0.0010(12) -0.0013(12) -0.0002(10)

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

_geom_bond_atom_site_label_1
 _geom_bond_atom_site_label_2
 _geom_bond_distance
 _geom_bond_site_symmetry_2
 _geom_bond_publ_flag
 Ho1 O3 2.264(3) 8 ?
 Ho1 O2 2.316(3) 8_554 ?
 Ho1 O3 2.336(3) 6_554 ?
 Ho1 O2 2.350(3) 6 ?
 Ho1 O4 2.352(3) . ?
 Ho1 O1 2.407(3) . ?

Ho1 F1 2.50744(17) . ?
 Ho1 O4 2.521(3) 6_554 ?
 Si1 O2 1.614(3) . ?
 Si1 O1 1.627(3) . ?
 Si1 O3 1.627(3) . ?
 Si1 O4 1.638(3) . ?
 Na1 O4 2.347(3) 4 ?
 Na1 O1 2.348(3) 2_565 ?
 Na1 O1 2.501(3) . ?
 Na1 O1 2.606(4) 7_454 ?
 Na1 O3 2.661(4) 7_455 ?
 Na1 O1 2.815(4) 7_455 ?
 Na1 O2 2.820(4) 7_454 ?
 Na2 O2 2.575(3) 3 ?
 Na2 O2 2.575(3) 2 ?
 Na2 O2 2.575(3) . ?
 Na2 O2 2.575(3) 4 ?
 Na2 F1 2.69790(10) 5_445 ?
 Na2 F1 2.69790(10) 5_444 ?
 Na2 O3 2.778(4) . ?
 Na2 O3 2.778(4) 3 ?
 Na2 O3 2.778(4) 2 ?
 Na2 O3 2.778(4) 4 ?
 F1 Ho1 2.50744(17) 2_665 ?
 F1 Ho1 2.50744(18) 4_655 ?
 F1 Ho1 2.50744(18) 3_565 ?
 F1 Na2 2.69790(10) 5 ?
 F1 Na2 2.69790(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.348(3) 2_565 ?
 O1 Na1 2.606(4) 8_554 ?
 O1 Na1 2.815(4) 8 ?
 O2 Ho1 2.316(3) 7_454 ?
 O2 Ho1 2.350(3) 6_554 ?
 O2 Na1 2.820(4) 8_554 ?
 O3 Ho1 2.264(3) 7_455 ?
 O3 Ho1 2.336(3) 6 ?
 O3 Na1 2.661(4) 8 ?
 O4 Na1 2.347(3) 3 ?
 O4 Ho1 2.521(3) 6 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1

_geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Ho1 O2 74.14(12) 8_554 ?
 O3 Ho1 O3 138.24(15) 8_6_554 ?
 O2 Ho1 O3 95.43(12) 8_554 6_554 ?
 O3 Ho1 O2 85.73(12) 8_6 ?
 O2 Ho1 O2 133.13(15) 8_554 6 ?
 O3 Ho1 O2 72.19(11) 6_554 6 ?
 O3 Ho1 O4 120.64(12) 8 . ?
 O2 Ho1 O4 147.16(11) 8_554 . ?
 O3 Ho1 O4 90.16(12) 6_554 . ?
 O2 Ho1 O4 79.31(11) 6 . ?
 O3 Ho1 O1 82.15(12) 8 . ?
 O2 Ho1 O1 88.95(11) 8_554 . ?
 O3 Ho1 O1 138.95(11) 6_554 . ?
 O2 Ho1 O1 130.26(11) 6 . ?
 O4 Ho1 O1 66.56(10) . . ?
 O3 Ho1 F1 69.93(9) 8 . ?
 O2 Ho1 F1 66.94(8) 8_554 . ?
 O3 Ho1 F1 68.84(8) 6_554 . ?
 O2 Ho1 F1 66.45(8) 6 . ?
 O4 Ho1 F1 143.73(7) . . ?
 O1 Ho1 F1 146.87(7) . . ?
 O3 Ho1 O4 147.11(11) 8_6_554 ?
 O2 Ho1 O4 79.96(11) 8_554 6_554 ?
 O3 Ho1 O4 63.39(10) 6_554 6_554 ?
 O2 Ho1 O4 127.09(11) 6_6_554 ?
 O4 Ho1 O4 73.75(6) . 6_554 ?
 O1 Ho1 O4 77.40(10) . 6_554 ?
 F1 Ho1 O4 117.63(7) . 6_554 ?
 O3 Ho1 Si1 106.22(9) 8 . ?
 O2 Ho1 Si1 117.41(9) 8_554 . ?
 O3 Ho1 Si1 114.20(9) 6_554 . ?
 O2 Ho1 Si1 108.67(8) 6 . ?
 O4 Ho1 Si1 33.62(8) . . ?
 O1 Ho1 Si1 33.42(7) . . ?
 F1 Ho1 Si1 173.65(3) . . ?
 O4 Ho1 Si1 68.41(7) 6_554 . ?
 O3 Ho1 Si1 158.33(9) 8_6_554 ?
 O2 Ho1 Si1 87.13(8) 8_554 6_554 ?
 O3 Ho1 Si1 31.31(8) 6_554 6_554 ?
 O2 Ho1 Si1 99.86(9) 6_6_554 ?
 O4 Ho1 Si1 81.02(9) . 6_554 ?
 O1 Ho1 Si1 108.80(8) . 6_554 ?
 F1 Ho1 Si1 92.97(2) . 6_554 ?
 O4 Ho1 Si1 32.08(7) 6_554 6_554 ?

Si1 Ho1 Si1 91.90(3) . 6_554 ?
 O3 Ho1 Si1 80.48(9) 8 6 ?
 O2 Ho1 Si1 149.17(8) 8_554 6 ?
 O3 Ho1 Si1 91.92(9) 6_554 6 ?
 O2 Ho1 Si1 25.46(8) 6 6 ?
 O4 Ho1 Si1 62.39(8) . 6 ?
 O1 Ho1 Si1 104.80(8) . 6 ?
 F1 Ho1 Si1 88.204(19) . 6 ?
 O4 Ho1 Si1 129.53(7) 6_554 6 ?
 Si1 Ho1 Si1 86.14(3) . 6 ?
 Si1 Ho1 Si1 113.18(3) 6_554 6 ?
 O3 Ho1 Na1 51.07(10) 8 2_565 ?
 O2 Ho1 Na1 54.94(9) 8_554 2_565 ?
 O3 Ho1 Na1 148.37(9) 6_554 2_565 ?
 O2 Ho1 Na1 134.73(9) 6 2_565 ?
 O4 Ho1 Na1 108.99(8) . 2_565 ?
 O1 Ho1 Na1 43.37(7) . 2_565 ?
 F1 Ho1 Na1 103.66(3) . 2_565 ?
 O4 Ho1 Na1 97.24(8) 6_554 2_565 ?
 Si1 Ho1 Na1 76.71(4) . 2_565 ?
 Si1 Ho1 Na1 125.22(5) 6_554 2_565 ?
 Si1 Ho1 Na1 119.06(4) 6 2_565 ?
 O2 Si1 O1 112.19(19) . . ?
 O2 Si1 O3 110.37(18) . . ?
 O1 Si1 O3 112.21(18) . . ?
 O2 Si1 O4 112.37(18) . . ?
 O1 Si1 O4 106.24(17) . . ?
 O3 Si1 O4 103.06(18) . . ?
 O2 Si1 Ho1 120.47(13) . . ?
 O1 Si1 Ho1 54.58(10) . . ?
 O3 Si1 Ho1 128.73(14) . . ?
 O4 Si1 Ho1 52.65(11) . . ?
 O2 Si1 Na1 86.02(13) . . ?
 O1 Si1 Na1 54.20(11) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.61(14) . . ?
 O4 Si1 Na1 158.35(13) . . ?
 Ho1 Si1 Na1 108.78(4) . . ?
 O2 Si1 Ho1 125.10(13) . 6 ?
 O1 Si1 Ho1 122.69(14) . 6 ?
 O4 Si1 Ho1 54.81(12) . 6 ?
 Ho1 Si1 Ho1 93.83(3) . 6 ?
 Na1 Si1 Ho1 124.36(6) . 6 ?
 O2 Si1 Na2 56.13(13) . . ?
 O1 Si1 Na2 159.01(12) . . ?
 O3 Si1 Na2 63.28(13) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.68(11) . . ?

Ho1 Si1 Na2 145.31(4) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.42(4) . . ?
 Ho1 Si1 Na2 71.08(2) 6 . ?
 O2 Si1 Na1 153.52(13) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.86(13) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 56.46(13) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 93.69(13) . 8 ?
 Ho1 Si1 Na1 78.66(4) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.60(7) . 8 ?
 Ho1 Si1 Na1 66.08(5) 6 8 ?
 Na2 Si1 Na1 119.51(5) . 8 ?
 O2 Si1 Na1 61.13(13) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 53.57(13) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.24(14) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 111.32(14) . 8_554 ?
 Ho1 Si1 Na1 72.71(4) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.58(7) . 8_554 ?
 Ho1 Si1 Na1 165.58(5) 6 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 117.20(5) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.71(6) 8 8_554 ?
 O1 Si1 Ho1 111.80(13) . 6_554 ?
 O3 Si1 Ho1 134.16(14) . 6_554 ?
 O4 Si1 Ho1 76.15(13) . 6_554 ?
 Ho1 Si1 Ho1 87.90(3) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Ho1 117.67(6) . 6_554 ?
 Ho1 Si1 Ho1 113.18(3) 6 6_554 ?
 Na2 Si1 Ho1 71.06(2) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Ho1 166.37(5) 8 6_554 ?
 Na1 Si1 Ho1 62.34(4) 8_554 6_554 ?
 O4 Na1 O1 148.39(14) 4 2_565 ?
 O4 Na1 O1 112.50(12) 4 . ?
 O1 Na1 O1 97.78(11) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 76.77(12) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 94.49(12) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O1 90.96(12) . 7_454 ?
 O4 Na1 O3 82.76(12) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 75.32(11) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O3 148.73(14) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 119.70(12) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 O1 92.42(12) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 95.44(12) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O1 92.09(11) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.12(14) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 59.04(10) 7_455 7_455 ?
 O4 Na1 O2 70.31(11) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 79.06(11) 2_565 7_454 ?

O1 Na1 O2 149.38(14) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 59.30(10) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.41(10) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 O2 118.49(11) 7_455 7_454 ?
 O4 Na1 Si1 81.36(9) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 129.55(10) 2_565 . ?
 O1 Na1 Si1 31.85(7) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.27(9) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.49(11) 7_455 . ?
 O1 Na1 Si1 86.83(8) 7_455 . ?
 O2 Na1 Si1 141.89(10) 7_454 . ?
 O4 Na1 Si1 78.74(10) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 92.84(11) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 122.63(12) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 144.20(9) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 30.65(8) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 30.65(7) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.98(8) 7_454 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 111.41(7) . 7_455 ?
 O4 Na1 Na1 158.31(12) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 50.96(8) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 46.83(8) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 95.04(7) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 118.35(10) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.66(7) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 122.92(10) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.60(7) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.42(5) 7_455 2_565 ?
 O4 Na1 Si1 65.45(10) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 91.70(10) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 121.06(11) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 30.16(7) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 89.92(9) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 144.78(9) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 30.09(7) 7_454 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.44(7) . 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.71(6) 7_455 7_454 ?
 Na1 Na1 Si1 116.15(5) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 Ho1 104.34(10) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Ho1 44.74(8) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Ho1 142.48(9) . 2_565 ?
 O1 Na1 Ho1 90.63(8) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Ho1 41.43(7) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Ho1 93.30(8) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Ho1 42.24(7) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Ho1 174.29(6) . 2_565 ?

Si1 Na1 Ho1 70.66(4) 7_455 2_565 ?
 Na1 Na1 Ho1 95.70(7) 2_565 2_565 ?
 Si1 Na1 Ho1 68.31(4) 7_454 2_565 ?
 O2 Na2 O2 103.90(6) 3 2 ?
 O2 Na2 O2 103.90(6) 3 . ?
 O2 Na2 O2 121.31(14) 2 . ?
 O2 Na2 O2 121.31(14) 3 4 ?
 O2 Na2 O2 103.90(6) 2 4 ?
 O2 Na2 O2 103.90(6) . 4 ?
 O2 Na2 F1 60.66(7) 3 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.34(7) 2 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.34(7) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.66(7) 4 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.34(7) 3 5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.66(7) 2 5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.66(7) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 119.34(7) 4 5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 79.92(10) 3 . ?
 O2 Na2 O3 175.37(10) 2 . ?
 O2 Na2 O3 59.49(10) . . ?
 O2 Na2 O3 71.69(10) 4 . ?
 F1 Na2 O3 60.07(7) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 119.93(7) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 59.49(10) 3 3 ?
 O2 Na2 O3 79.92(10) 2 3 ?
 O2 Na2 O3 71.69(10) . 3 ?
 O2 Na2 O3 175.37(10) 4 3 ?
 F1 Na2 O3 119.93(7) 5_445 3 ?
 F1 Na2 O3 60.07(7) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 104.42(6) . 3 ?
 O2 Na2 O3 71.69(10) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 59.49(10) 2 2 ?
 O2 Na2 O3 175.37(10) . 2 ?
 O2 Na2 O3 79.92(10) 4 2 ?
 F1 Na2 O3 60.07(7) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 119.93(7) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 120.14(14) . 2 ?
 O3 Na2 O3 104.42(6) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 175.37(10) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 71.69(10) 2 4 ?
 O2 Na2 O3 79.92(10) . 4 ?
 O2 Na2 O3 59.49(10) 4 4 ?
 F1 Na2 O3 119.93(7) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 60.07(7) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 104.42(6) . 4 ?

O3 Na2 O3 120.14(14) 3 4 ?
 O3 Na2 O3 104.42(6) 2 4 ?
 O2 Na2 Si1 82.43(7) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 150.68(8) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 31.37(7) . . ?
 O2 Na2 Si1 96.53(7) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 88.95(3) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 91.05(3) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 31.56(7) . . ?
 O3 Na2 Si1 78.97(7) 3 . ?
 O3 Na2 Si1 146.49(7) 2 . ?
 O3 Na2 Si1 102.10(7) 4 . ?
 O2 Na2 Si1 96.53(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 31.37(7) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 150.68(8) . 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.43(7) 4 2 ?
 F1 Na2 Si1 88.95(3) 5_445 2 ?
 F1 Na2 Si1 91.05(3) 5_444 2 ?
 O3 Na2 Si1 146.49(7) . 2 ?
 O3 Na2 Si1 102.10(7) 3 2 ?
 O3 Na2 Si1 31.56(7) 2 2 ?
 O3 Na2 Si1 78.97(7) 4 2 ?
 Si1 Na2 Si1 177.89(5) . 2 ?
 Ho1 F1 Ho1 174.354(9) 2_665 . ?
 Ho1 F1 Ho1 90.139(1) 2_665 4_655 ?
 Ho1 F1 Ho1 90.1 . 4_655 ?
 Ho1 F1 Ho1 90.1 2_665 3_565 ?
 Ho1 F1 Ho1 90.1 . 3_565 ?
 Ho1 F1 Ho1 174.354(9) 4_655 3_565 ?
 Ho1 F1 Na2 92.823(5) 2_665 5 ?
 Ho1 F1 Na2 92.823(5) . 5 ?
 Ho1 F1 Na2 87.177(5) 4_655 5 ?
 Ho1 F1 Na2 87.177(5) 3_565 5 ?
 Ho1 F1 Na2 87.177(5) 2_665 5_554 ?
 Ho1 F1 Na2 87.177(5) . 5_554 ?
 Ho1 F1 Na2 92.823(5) 4_655 5_554 ?
 Ho1 F1 Na2 92.823(5) 3_565 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 173.7(2) . 2_565 ?
 Si1 O1 Ho1 92.00(13) . . ?
 Na1 O1 Ho1 91.89(11) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 93.95(14) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.21(11) 2_565 . ?
 Ho1 O1 Na1 174.05(14) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.28(15) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 88.36(13) 2_565 8_554 ?

Ho1 O1 Na1 93.86(11) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 85.20(12) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 87.49(14) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 87.21(12) 2_565 8 ?
 Ho1 O1 Na1 96.20(11) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.36(12) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.12(14) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Ho1 142.62(19) . 7_454 ?
 Si1 O2 Ho1 115.81(16) . 6_554 ?
 Ho1 O2 Ho1 99.10(12) 7_454 6_554 ?
 Si1 O2 Na2 92.50(15) . . ?
 Ho1 O2 Na2 94.35(11) 7_454 . ?
 Ho1 O2 Na2 99.88(12) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.77(15) . 8_554 ?
 Ho1 O2 Na1 82.82(11) 7_454 8_554 ?
 Ho1 O2 Na1 82.26(10) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 176.71(14) . 8_554 ?
 Si1 O3 Ho1 158.5(2) . 7_455 ?
 Si1 O3 Ho1 100.44(16) . 6 ?
 Ho1 O3 Ho1 101.02(13) 7_455 6 ?
 Si1 O3 Na1 92.89(16) . 8 ?
 Ho1 O3 Na1 87.50(12) 7_455 8 ?
 Ho1 O3 Na1 86.07(11) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.16(14) . . ?
 Ho1 O3 Na2 96.36(11) 7_455 . ?
 Ho1 O3 Na2 88.79(11) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 174.09(14) 8 . ?
 Si1 O4 Na1 159.0(2) . 3 ?
 Si1 O4 Ho1 93.73(14) . . ?
 Na1 O4 Ho1 93.37(12) 3 . ?
 Si1 O4 Ho1 93.11(14) . 6 ?
 Na1 O4 Ho1 97.60(12) 3 6 ?
 Ho1 O4 Ho1 129.42(14) . 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.30
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.567
 _refine_diff_density_min -1.159
 _refine_diff_density_rms 0.198

#===END

data_Na5Er4F[SiO4]4

_publ_requested_journal Inorg.Chem.

_publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'

_publ_contact_author_address

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

_publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu

_publ_contact_author_phone +1-803-777-6916

_publ_contact_author_fax +1-803-777-8508

loop_

_publ_author_name

_publ_author_address

'Latshaw, Allison M.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Wilkins, Branford O.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Hughey, Kendall D.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Yeon, Jeongho'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Williams, Derek E.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

'Tran, T. Thao'

;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

```

;
'Halasyamani, P. Shiv'
;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204
;
'zur Loye, Hans-Conrad'
;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072
;

```

```

_audit_creation_method      SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common      ?
_chemical_melting_point    ?
_chemical_formula_moiety    'Er4 F O16 Si4, 5(Na)'
_chemical_formula_sum       'Er4 F Na5 O16 Si4'
_chemical_formula_weight    1171.35

```

```

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Er Er -0.2586 4.9576 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

```

```

_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number      82
_space_group_name_H-M_alt   'I -4'
_space_group_name_Hall      'I -4'

```

```

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'

```

'-y, x, -z'
 'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
 '-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
 'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
 '-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.5410(2)
 _cell_length_b 11.5410(2)
 _cell_length_c 5.3850(2)
 _cell_angle_alpha 90.00
 _cell_angle_beta 90.00
 _cell_angle_gamma 90.00
 _cell_volume 717.25(3)
 _cell_formula_units_Z 2
 _cell_measurement_temperature 294(2)
 _cell_measurement_reflns_used 4430
 _cell_measurement_theta_min 2.4958
 _cell_measurement_theta_max 28.2554

_exptl_crystal_description block
 _exptl_crystal_colour colorless
 _exptl_crystal_size_max 0.16
 _exptl_crystal_size_mid 0.12
 _exptl_crystal_size_min 0.08
 _exptl_crystal_density_meas ?
 _exptl_crystal_density_diffn 5.424
 _exptl_crystal_density_method 'not measured'
 _exptl_crystal_F_000 1040
 _exptl_absorpt_coefficient_mu 23.755
 _exptl_absorpt_correction_type multi-scan
 _exptl_absorpt_correction_T_min 0.1154
 _exptl_absorpt_correction_T_max 0.2523
 _exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details
 ;
 ?
 ;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
 _diffn_radiation_wavelength 0.71073
 _diffn_radiation_type MoK\alpha
 _diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
 _diffn_radiation_monochromator graphite
 _diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
 _diffn_measurement_method 'phi and omega scans'

```

_diffrn_detector_area_resol_mean ?
_diffrn_standards_number ?
_diffrn_standards_interval_count ?
_diffrn_standards_interval_time ?
_diffrn_standards_decay_% ?
_diffrn_reflns_number 4916
_diffrn_reflns_av_R_equivalents 0.0170
_diffrn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0120
_diffrn_reflns_limit_h_min -15
_diffrn_reflns_limit_h_max 15
_diffrn_reflns_limit_k_min -15
_diffrn_reflns_limit_k_max 15
_diffrn_reflns_limit_l_min -7
_diffrn_reflns_limit_l_max 7
_diffrn_reflns_theta_min 2.50
_diffrn_reflns_theta_max 28.26
_reflns_number_total 892
_reflns_number_gt 892
_reflns_threshold_expression >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection ?
_computing_cell_refinement 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction 'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type full
_refine_ls_weighting_scheme calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2(Fo^2)+(0.0217P)^2+1.6804P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_atom_sites_solution_primary direct
_atom_sites_solution_secondary difmap

```

```

_refine_ls_extinction_method  SHELXL
_refine_ls_extinction_coef    0.0090(2)
_refine_ls_extinction_expression  $F_c^{*^2} = k F_c [1 + 0.001 x F_c^{*^2} \sin^2(2\theta)]^{-1/4}$ 
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.0(3)
_refine_ls_number_reflns      892
_refine_ls_number_parameters  70
_refine_ls_number_restraints  0
_refine_ls_R_factor_all       0.0124
_refine_ls_R_factor_gt        0.0124
_refine_ls_wR_factor_ref      0.0323
_refine_ls_wR_factor_gt       0.0323
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.133
_refine_ls_restrained_S_all    1.133
_refine_ls_shift/su_max        0.000
_refine_ls_shift/su_mean       0.000

```

```

loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Er1 Er 0.317545(14) 0.384643(14) -0.02328(4) 0.00567(8) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10372(9) 0.24647(9) 0.0108(3) 0.0054(2) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10501(15) 0.41034(15) -0.0073(4) 0.0151(4) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0181(8) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0105(11) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.1096(2) 0.3867(2) -0.0125(7) 0.0096(6) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.0494(3) 0.1872(3) -0.2356(6) 0.0081(6) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.0333(3) 0.2045(3) 0.2555(6) 0.0091(6) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.2363(2) 0.2026(3) 0.0664(6) 0.0080(6) Uani 1 1 d . . .

```

```

loop_
_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33

```

```

_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Er1 0.00578(10) 0.00497(10) 0.00625(11) -0.00026(6) -0.00003(6) 0.00035(5)
Si1 0.0062(4) 0.0061(4) 0.0039(6) 0.0003(4) -0.0004(5) 0.0006(3)
Na1 0.0138(8) 0.0092(7) 0.0222(11) -0.0010(9) 0.0015(8) -0.0023(6)
Na2 0.0147(10) 0.0147(10) 0.025(2) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0079(13) 0.0079(13) 0.016(3) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0084(13) 0.0051(12) 0.0152(19) -0.0015(13) 0.0022(13) 0.0022(10)
O2 0.0057(14) 0.0123(16) 0.0064(15) -0.0011(12) 0.0006(12) -0.0016(13)
O3 0.0072(14) 0.0130(16) 0.0072(15) -0.0005(12) -0.0005(12) -0.0007(12)
O4 0.0061(12) 0.0073(13) 0.0105(16) -0.0003(12) -0.0025(12) 0.0006(10)

```

```

_geom_special_details

```

```

;
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.
;

```

```

loop_
_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
Er1 O3 2.255(3) 8 ?
Er1 O2 2.303(3) 8_554 ?
Er1 O3 2.333(3) 6_554 ?
Er1 O2 2.334(3) 6 ?
Er1 O4 2.351(3) . ?
Er1 O1 2.401(3) . ?
Er1 F1 2.49443(17) . ?
Er1 O4 2.506(3) 6_554 ?
Si1 O2 1.619(3) . ?
Si1 O3 1.623(3) . ?
Si1 O1 1.625(3) . ?
Si1 O4 1.639(3) . ?
Na1 O4 2.325(3) 4 ?
Na1 O1 2.343(3) 2_565 ?
Na1 O1 2.491(3) . ?
Na1 O1 2.598(4) 7_454 ?
Na1 O3 2.664(4) 7_455 ?

```

Na1 O2 2.808(4) 7_454 ?
 Na1 O1 2.810(4) 7_455 ?
 Na2 O2 2.570(3) 3 ?
 Na2 O2 2.570(3) 2 ?
 Na2 O2 2.570(3) . ?
 Na2 O2 2.570(3) 4 ?
 Na2 F1 2.69250(10) 5_445 ?
 Na2 F1 2.69250(10) 5_444 ?
 Na2 O3 2.759(3) . ?
 Na2 O3 2.759(3) 4 ?
 Na2 O3 2.759(3) 2 ?
 Na2 O3 2.759(3) 3 ?
 F1 Er1 2.49443(17) 2_665 ?
 F1 Er1 2.49443(17) 4_655 ?
 F1 Er1 2.49443(17) 3_565 ?
 F1 Na2 2.69250(10) 5 ?
 F1 Na2 2.69250(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.343(3) 2_565 ?
 O1 Na1 2.598(4) 8_554 ?
 O1 Na1 2.810(4) 8 ?
 O2 Er1 2.303(3) 7_454 ?
 O2 Er1 2.334(3) 6_554 ?
 O2 Na1 2.808(4) 8_554 ?
 O3 Er1 2.255(3) 7_455 ?
 O3 Er1 2.333(3) 6 ?
 O3 Na1 2.664(4) 8 ?
 O4 Na1 2.325(3) 3 ?
 O4 Er1 2.506(3) 6 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1
 _geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Er1 O2 74.33(12) 8 8_554 ?
 O3 Er1 O3 138.17(15) 8 6_554 ?
 O2 Er1 O3 95.38(11) 8_554 6_554 ?
 O3 Er1 O2 85.42(12) 8 6 ?
 O2 Er1 O2 133.11(14) 8_554 6 ?
 O3 Er1 O2 72.33(11) 6_554 6 ?
 O3 Er1 O4 120.22(12) 8 . ?
 O2 Er1 O4 147.57(11) 8_554 . ?
 O3 Er1 O4 90.30(11) 6_554 . ?

O2 Er1 O4 78.96(11) 6 . ?
 O3 Er1 O1 82.20(11) 8 . ?
 O2 Er1 O1 88.94(11) 8_554 . ?
 O3 Er1 O1 138.99(11) 6_554 . ?
 O2 Er1 O1 130.19(11) 6 . ?
 O4 Er1 O1 66.74(10) . . ?
 O3 Er1 F1 69.95(9) 8 . ?
 O2 Er1 F1 66.92(8) 8_554 . ?
 O3 Er1 F1 68.77(8) 6_554 . ?
 O2 Er1 F1 66.47(8) 6 . ?
 O4 Er1 F1 143.45(7) . . ?
 O1 Er1 F1 146.86(7) . . ?
 O3 Er1 O4 147.27(11) 8 6_554 ?
 O2 Er1 O4 80.13(10) 8_554 6_554 ?
 O3 Er1 O4 63.62(10) 6_554 6_554 ?
 O2 Er1 O4 127.27(10) 6 6_554 ?
 O4 Er1 O4 73.93(6) . 6_554 ?
 O1 Er1 O4 77.14(10) . 6_554 ?
 F1 Er1 O4 117.90(7) . 6_554 ?
 O3 Er1 Si1 106.12(9) 8 . ?
 O2 Er1 Si1 117.53(8) 8_554 . ?
 O3 Er1 Si1 114.31(8) 6_554 . ?
 O2 Er1 Si1 108.53(8) 6 . ?
 O4 Er1 Si1 33.77(7) . . ?
 O1 Er1 Si1 33.48(7) . . ?
 F1 Er1 Si1 173.52(3) . . ?
 O4 Er1 Si1 68.25(7) 6_554 . ?
 O3 Er1 Si1 158.67(9) 8 6_554 ?
 O2 Er1 Si1 87.31(8) 8_554 6_554 ?
 O3 Er1 Si1 31.37(8) 6_554 6_554 ?
 O2 Er1 Si1 99.94(8) 6 6_554 ?
 O4 Er1 Si1 81.11(9) . 6_554 ?
 O1 Er1 Si1 108.71(8) . 6_554 ?
 F1 Er1 Si1 93.11(2) . 6_554 ?
 O4 Er1 Si1 32.25(7) 6_554 6_554 ?
 Si1 Er1 Si1 91.84(3) . 6_554 ?
 O3 Er1 Si1 80.01(9) 8 6 ?
 O2 Er1 Si1 149.01(8) 8_554 6 ?
 O3 Er1 Si1 92.21(9) 6_554 6 ?
 O2 Er1 Si1 25.53(8) 6 6 ?
 O4 Er1 Si1 62.07(8) . 6 ?
 O1 Er1 Si1 104.66(9) . 6 ?
 F1 Er1 Si1 88.234(19) . 6 ?
 O4 Er1 Si1 129.64(7) 6_554 6 ?
 Si1 Er1 Si1 85.97(3) . 6 ?
 Si1 Er1 Si1 113.34(3) 6_554 6 ?

O3 Er1 Na1 136.52(9) 8 3 ?
 O2 Er1 Na1 144.82(9) 8_554 3 ?
 O3 Er1 Na1 51.28(9) 6_554 3 ?
 O2 Er1 Na1 54.83(9) 6 3 ?
 O4 Er1 Na1 42.98(8) . 3 ?
 O1 Er1 Na1 108.83(7) . 3 ?
 F1 Er1 Na1 103.77(3) . 3 ?
 O4 Er1 Na1 74.92(8) 6_554 3 ?
 Si1 Er1 Na1 75.36(4) . 3 ?
 Si1 Er1 Na1 58.59(4) 6_554 3 ?
 Si1 Er1 Na1 56.56(4) 6 3 ?
 O2 Si1 O3 110.20(17) . . ?
 O2 Si1 O1 111.94(18) . . ?
 O3 Si1 O1 112.39(18) . . ?
 O2 Si1 O4 112.40(17) . . ?
 O3 Si1 O4 103.12(18) . . ?
 O1 Si1 O4 106.44(16) . . ?
 O2 Si1 Er1 120.17(13) . . ?
 O3 Si1 Er1 129.22(13) . . ?
 O1 Si1 Er1 54.61(10) . . ?
 O4 Si1 Er1 52.86(11) . . ?
 O2 Si1 Na1 85.99(13) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.41(13) . . ?
 O1 Si1 Na1 54.22(11) . . ?
 O4 Si1 Na1 158.47(13) . . ?
 Er1 Si1 Na1 108.83(4) . . ?
 O2 Si1 Er1 125.22(13) . 6 ?
 O3 Si1 Er1 48.46(12) . 6 ?
 O1 Si1 Er1 122.83(14) . 6 ?
 O4 Si1 Er1 54.66(12) . 6 ?
 Er1 Si1 Er1 94.00(3) . 6 ?
 Na1 Si1 Er1 124.28(6) . 6 ?
 O2 Si1 Na2 56.30(12) . . ?
 O3 Si1 Na2 62.99(13) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.85(12) . . ?
 O4 Si1 Na2 94.63(11) . . ?
 Er1 Si1 Na2 145.40(4) . . ?
 Na1 Si1 Na2 105.27(4) . . ?
 Er1 Si1 Na2 71.08(2) 6 . ?
 O2 Si1 Na1 153.74(13) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 56.80(13) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.97(13) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 93.46(13) . 8 ?
 Er1 Si1 Na1 78.65(4) . 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.75(7) . 8 ?
 Er1 Si1 Na1 66.00(4) 6 8 ?

Na2 Si1 Na1 119.52(5) . 8 ?
 O2 Si1 Na1 60.93(13) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.06(14) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 53.51(13) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 111.49(13) . 8_554 ?
 Er1 Si1 Na1 72.58(4) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.67(7) . 8_554 ?
 Er1 Si1 Na1 165.62(5) 6 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 117.16(5) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.80(6) 8 8_554 ?
 O3 Si1 Er1 133.90(13) . 6_554 ?
 O1 Si1 Er1 111.70(13) . 6_554 ?
 O4 Si1 Er1 76.47(13) . 6_554 ?
 Er1 Si1 Er1 87.94(3) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Er1 117.48(6) . 6_554 ?
 Er1 Si1 Er1 113.34(3) 6 6_554 ?
 Na2 Si1 Er1 71.04(2) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Er1 166.41(5) 8 6_554 ?
 Na1 Si1 Er1 62.19(4) 8_554 6_554 ?
 O4 Na1 O1 148.35(14) 4 2_565 ?
 O4 Na1 O1 112.67(12) 4 . ?
 O1 Na1 O1 97.56(11) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 76.67(13) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 94.34(12) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O1 90.90(12) . 7_454 ?
 O4 Na1 O3 83.16(12) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 75.13(11) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O3 148.52(14) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 119.86(12) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 O2 70.24(11) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 79.01(11) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 O2 149.48(14) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 59.49(10) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.37(10) 7_455 7_454 ?
 O4 Na1 O1 92.83(12) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 95.33(12) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 O1 92.07(11) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.42(14) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 58.99(10) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 O1 118.40(11) 7_454 7_455 ?
 O4 Na1 Si1 81.48(9) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 129.42(10) 2_565 . ?
 O1 Na1 Si1 31.94(7) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.34(9) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.58(11) 7_455 . ?
 O2 Na1 Si1 142.12(10) 7_454 . ?

O1 Na1 Si1 86.83(8) 7_455 . ?
 O4 Na1 Si1 79.04(10) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 92.81(11) 2_565 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 122.65(12) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 144.35(9) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 30.64(8) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.87(8) 7_454 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 30.69(7) 7_455 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 111.44(7) . 7_455 ?
 O4 Na1 Na1 158.35(13) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 50.80(8) 2_565 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 46.78(8) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.90(7) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 117.97(10) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 122.82(10) 7_454 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.53(7) 7_455 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.63(7) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.30(5) 7_455 2_565 ?
 O4 Na1 Si1 65.30(10) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 91.63(10) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 121.03(11) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 30.19(7) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 90.09(9) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 30.26(7) 7_454 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 144.94(9) 7_455 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.53(7) . 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.80(6) 7_455 7_454 ?
 Na1 Na1 Si1 116.02(5) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 Er1 43.58(8) 4 4 ?
 O1 Na1 Er1 107.09(9) 2_565 4 ?
 O1 Na1 Er1 155.28(9) . 4 ?
 O1 Na1 Er1 89.17(8) 7_454 4 ?
 O3 Na1 Er1 43.10(8) 7_455 4 ?
 O2 Na1 Er1 42.81(7) 7_454 4 ?
 O1 Na1 Er1 83.91(7) 7_455 4 ?
 Si1 Na1 Er1 123.34(6) . 4 ?
 Si1 Na1 Er1 55.41(4) 7_455 4 ?
 Na1 Na1 Er1 157.70(9) 2_565 4 ?
 Si1 Na1 Er1 61.25(4) 7_454 4 ?
 O2 Na2 O2 104.11(6) 3 2 ?
 O2 Na2 O2 104.11(6) 3 . ?
 O2 Na2 O2 120.84(14) 2 . ?
 O2 Na2 O2 120.84(14) 3 4 ?
 O2 Na2 O2 104.11(6) 2 4 ?
 O2 Na2 O2 104.11(6) . 4 ?
 O2 Na2 F1 60.42(7) 3 5_445 ?

O2 Na2 F1 119.58(7) 2 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.58(7) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.42(7) 4 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.58(7) 3 5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.42(7) 2 5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.42(7) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 119.58(7) 4 5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 80.00(10) 3 . ?
 O2 Na2 O3 175.19(10) 2 . ?
 O2 Na2 O3 59.73(10) . . ?
 O2 Na2 O3 71.41(10) 4 . ?
 F1 Na2 O3 60.08(7) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 119.92(7) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 175.19(10) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 71.41(10) 2 4 ?
 O2 Na2 O3 80.00(10) . 4 ?
 O2 Na2 O3 59.73(10) 4 4 ?
 F1 Na2 O3 119.92(7) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 60.08(7) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 104.41(6) . 4 ?
 O2 Na2 O3 71.41(10) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 59.73(10) 2 2 ?
 O2 Na2 O3 175.19(10) . 2 ?
 O2 Na2 O3 80.00(10) 4 2 ?
 F1 Na2 O3 60.08(7) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 119.92(7) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 120.16(14) . 2 ?
 O3 Na2 O3 104.41(6) 4 2 ?
 O2 Na2 O3 59.73(10) 3 3 ?
 O2 Na2 O3 80.00(10) 2 3 ?
 O2 Na2 O3 71.41(10) . 3 ?
 O2 Na2 O3 175.19(10) 4 3 ?
 F1 Na2 O3 119.92(7) 5_445 3 ?
 F1 Na2 O3 60.08(7) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 104.41(6) . 3 ?
 O3 Na2 O3 120.16(14) 4 3 ?
 O3 Na2 O3 104.41(6) 2 3 ?
 O2 Na2 Si1 96.46(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 31.61(7) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 150.48(8) . 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.47(7) 4 2 ?
 F1 Na2 Si1 88.92(3) 5_445 2 ?
 F1 Na2 Si1 91.08(3) 5_444 2 ?
 O3 Na2 Si1 146.41(7) . 2 ?
 O3 Na2 Si1 78.81(7) 4 2 ?

O3 Na2 Si1 31.60(7) 2 2 ?
 O3 Na2 Si1 102.29(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.47(7) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 150.48(8) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 31.61(7) . . ?
 O2 Na2 Si1 96.46(7) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 88.92(3) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 91.08(3) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 31.60(7) . . ?
 O3 Na2 Si1 102.29(7) 4 . ?
 O3 Na2 Si1 146.41(7) 2 . ?
 O3 Na2 Si1 78.81(7) 3 . ?
 Si1 Na2 Si1 177.85(5) 2 . ?
 Er1 F1 Er1 174.239(9) . 2_665 ?
 Er1 F1 Er1 90.1 . 4_655 ?
 Er1 F1 Er1 90.1 2_665 4_655 ?
 Er1 F1 Er1 90.1 . 3_565 ?
 Er1 F1 Er1 90.1 2_665 3_565 ?
 Er1 F1 Er1 174.239(9) 4_655 3_565 ?
 Er1 F1 Na2 92.880(4) . 5 ?
 Er1 F1 Na2 92.880(4) 2_665 5 ?
 Er1 F1 Na2 87.120(4) 4_655 5 ?
 Er1 F1 Na2 87.120(4) 3_565 5 ?
 Er1 F1 Na2 87.120(4) . 5_554 ?
 Er1 F1 Na2 87.120(4) 2_665 5_554 ?
 Er1 F1 Na2 92.880(4) 4_655 5_554 ?
 Er1 F1 Na2 92.880(4) 3_565 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 173.7(2) . 2_565 ?
 Si1 O1 Er1 91.92(12) . . ?
 Na1 O1 Er1 91.87(11) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 93.84(14) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.42(11) 2_565 . ?
 Er1 O1 Na1 174.24(14) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.30(15) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 88.46(13) 2_565 8_554 ?
 Er1 O1 Na1 93.71(12) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 85.37(12) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 87.34(15) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 87.26(12) 2_565 8 ?
 Er1 O1 Na1 96.09(11) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.48(12) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.42(14) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Er1 142.38(18) . 7_454 ?
 Si1 O2 Er1 116.04(16) . 6_554 ?
 Er1 O2 Er1 99.23(12) 7_454 6_554 ?

Si1 O2 Na2 92.09(14) . . ?
 Er1 O2 Na2 94.32(10) 7_454 . ?
 Er1 O2 Na2 100.06(12) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.81(14) . 8_554 ?
 Er1 O2 Na1 83.05(11) 7_454 8_554 ?
 Er1 O2 Na1 82.37(10) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 176.70(13) . 8_554 ?
 Si1 O3 Er1 159.1(2) . 7_455 ?
 Si1 O3 Er1 100.17(16) . 6 ?
 Er1 O3 Er1 100.67(13) 7_455 6 ?
 Si1 O3 Na1 92.56(15) . 8 ?
 Er1 O3 Na1 87.33(12) 7_455 8 ?
 Er1 O3 Na1 85.63(11) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.41(14) . . ?
 Er1 O3 Na2 96.69(11) 7_455 . ?
 Er1 O3 Na2 88.86(11) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 173.70(14) 8 . ?
 Si1 O4 Na1 158.6(2) . 3 ?
 Si1 O4 Er1 93.36(14) . . ?
 Na1 O4 Er1 93.45(11) 3 . ?
 Si1 O4 Er1 93.09(14) . 6 ?
 Na1 O4 Er1 98.06(12) 3 6 ?
 Er1 O4 Er1 129.72(14) . 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.26
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.676
 _refine_diff_density_min -0.797
 _refine_diff_density_rms 0.193

#===END

data_Na5Tm4F[SiO4]4
 _publ_requested_journal Inorg.Chem.
 _publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
 _publ_contact_author_address
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29072
 ;
 _publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
 _publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
 _publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
 loop_

_publ_author_name

_publ_author_address

'Latshaw, Allison M.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Wilkins, Branford O.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Hughey, Kendall D.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Yeon, Jeongho'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Williams, Derek E.'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

'Tran, T. Thao'

;University of Houston

Department of Chemistry

Houston, TX 77204

;

'Halasyamani, P. Shiv'

;University of Houston

Department of Chemistry

Houston, TX 77204

;

'zur Loye, Hans-Conrad'

;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry

631 Sumter St.

Columbia, SC 29072

;

_audit_creation_method SHELXL-97

_chemical_name_systematic

;

?

;

_chemical_name_common ?

_chemical_melting_point ?

_chemical_formula_moiety ?

_chemical_formula_sum 'F Na5 O16 Si4 Tm4'

_chemical_formula_weight 1178.03

loop_

_atom_type_symbol

_atom_type_description

_atom_type_scatter_dispersion_real

_atom_type_scatter_dispersion_imag

_atom_type_scatter_source

O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Na Na 0.0362 0.0249 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

Tm Tm -0.3139 5.2483 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal

_space_group_IT_number 82

_space_group_name_H-M_alt 'I -4'

_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

'x, y, z'

'-x, -y, z'

'y, -x, -z'

'-y, x, -z'

'x+1/2, y+1/2, z+1/2'

'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'

'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'

'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 11.5094(2)

_cell_length_b 11.5094(2)

_cell_length_c 5.37000(10)

_cell_angle_alpha 90.00

_cell_angle_beta 90.00
 _cell_angle_gamma 90.00
 _cell_volume 711.34(2)
 _cell_formula_units_Z 2
 _cell_measurement_temperature 294(2)
 _cell_measurement_reflns_used 3038
 _cell_measurement_theta_min 2.4672
 _cell_measurement_theta_max 28.2355

_exptl_crystal_description block
 _exptl_crystal_colour colorless
 _exptl_crystal_size_max 0.12
 _exptl_crystal_size_mid 0.08
 _exptl_crystal_size_min 0.08
 _exptl_crystal_density_meas ?
 _exptl_crystal_density_diffn 5.500
 _exptl_crystal_density_method 'not measured'
 _exptl_crystal_F_000 1048
 _exptl_absorpt_coefficient_mu 25.302
 _exptl_absorpt_correction_type multi-scan
 _exptl_absorpt_correction_T_min 0.1512
 _exptl_absorpt_correction_T_max 0.2367
 _exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details
 ;
 ?
 ;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
 _diffn_radiation_wavelength 0.71073
 _diffn_radiation_type MoK\alpha
 _diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
 _diffn_radiation_monochromator graphite
 _diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
 _diffn_measurement_method 'phi and omega scans'
 _diffn_detector_area_resol_mean ?
 _diffn_standards_number ?
 _diffn_standards_interval_count ?
 _diffn_standards_interval_time ?
 _diffn_standards_decay_% ?
 _diffn_reflns_number 4864
 _diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0187
 _diffn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0142
 _diffn_reflns_limit_h_min -15
 _diffn_reflns_limit_h_max 15

```

_diffrn_reflms_limit_k_min    -15
_diffrn_reflms_limit_k_max    15
_diffrn_reflms_limit_l_min    -7
_diffrn_reflms_limit_l_max     7
_diffrn_reflms_theta_min      2.50
_diffrn_reflms_theta_max      28.28
_reflms_number_total          885
_reflms_number_gt              885
_reflms_threshold_expression   >2sigma(I)

```

```

_computing_data_collection    ?
_computing_cell_refinement    ?
_computing_data_reduction     ?
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```

_refine_special_details

```

```

;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```

;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type          full
_refine_ls_weighting_scheme     calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2(Fo^2)+(0.0184P)^2+3.3066P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_atom_sites_solution_primary    direct
_atom_sites_solution_secondary  difmap
_refine_ls_extinction_method     SHELXL
_refine_ls_extinction_coef       0.00279(12)
_refine_ls_extinction_expression Fc^*=kFc[1+0.001xFc^2/l^3/sin(2\q)]^-1/4^
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack  0.00(3)
_refine_ls_number_reflms        885
_refine_ls_number_parameters     70
_refine_ls_number_restraints     0
_refine_ls_R_factor_all          0.0128
_refine_ls_R_factor_gt           0.0128

```

_refine_ls_wR_factor_ref 0.0337
_refine_ls_wR_factor_gt 0.0337
_refine_ls_goodness_of_fit_ref 1.159
_refine_ls_restrained_S_all 1.159
_refine_ls_shift/su_max 0.001
_refine_ls_shift/su_mean 0.000

loop_

_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Tm1 Tm 0.317722(16) 0.384844(15) -0.02283(4) 0.00567(8) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10404(10) 0.24648(10) 0.0112(3) 0.0050(2) Uani 1 1 d . . .
Na1 Na -0.10489(16) 0.41079(16) -0.0055(5) 0.0145(4) Uani 1 1 d . . .
Na2 Na 0.0000 0.0000 0.0000 0.0167(9) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0127(13) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.1099(3) 0.3872(3) -0.0122(7) 0.0094(7) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.0494(3) 0.1869(3) -0.2353(7) 0.0092(7) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.0332(3) 0.2039(3) 0.2578(7) 0.0089(7) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.2367(3) 0.2036(3) 0.0671(7) 0.0082(7) Uani 1 1 d . . .

loop_

_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Tm1 0.00571(10) 0.00467(11) 0.00661(11) -0.00020(7) -0.00013(7) 0.00039(6)
Si1 0.0046(5) 0.0056(5) 0.0047(6) 0.0000(5) 0.0001(5) -0.0001(4)
Na1 0.0121(8) 0.0098(8) 0.0216(12) -0.0004(10) 0.0005(9) -0.0015(6)
Na2 0.0138(11) 0.0138(11) 0.023(2) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0098(15) 0.0098(15) 0.018(4) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0079(14) 0.0070(14) 0.0133(19) 0.0005(15) 0.0021(15) 0.0009(11)
O2 0.0049(17) 0.016(2) 0.0064(17) 0.0000(14) -0.0003(13) 0.0000(15)

O3 0.0064(16) 0.0118(18) 0.0085(17) 0.0013(14) 0.0020(14) -0.0007(14)
O4 0.0076(15) 0.0044(14) 0.0127(18) -0.0006(13) -0.0017(13) 0.0023(11)

_geom_special_details

;

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.

;

loop_

_geom_bond_atom_site_label_1

_geom_bond_atom_site_label_2

_geom_bond_distance

_geom_bond_site_symmetry_2

_geom_bond_publ_flag

Tm1 O3 2.237(4) 8 ?

Tm1 O2 2.297(3) 8_554 ?

Tm1 O3 2.319(4) 6_554 ?

Tm1 O2 2.324(4) 6 ?

Tm1 O4 2.335(3) . ?

Tm1 O1 2.392(3) . ?

Tm1 F1 2.48452(19) . ?

Tm1 O4 2.506(4) 6_554 ?

Si1 O2 1.618(4) . ?

Si1 O1 1.626(3) . ?

Si1 O3 1.631(4) . ?

Si1 O4 1.633(3) . ?

Na1 O1 2.326(4) 2_565 ?

Na1 O4 2.327(4) 4 ?

Na1 O1 2.488(4) . ?

Na1 O1 2.603(5) 7_454 ?

Na1 O3 2.651(4) 7_455 ?

Na1 O1 2.791(5) 7_455 ?

Na1 O2 2.809(4) 7_454 ?

Na2 O2 2.559(4) 2 ?

Na2 O2 2.559(4) 3 ?

Na2 O2 2.559(4) . ?

Na2 O2 2.559(4) 4 ?

Na2 F1 2.68500(10) 5_445 ?

Na2 F1 2.68500(10) 5_444 ?

Na2 O3 2.752(4) . ?

Na2 O3 2.752(4) 4 ?

Na2 O3 2.752(4) 3 ?
 Na2 O3 2.752(4) 2 ?
 F1 Tm1 2.48452(19) 2_665 ?
 F1 Tm1 2.48452(19) 3_565 ?
 F1 Tm1 2.48452(19) 4_655 ?
 F1 Na2 2.68500(10) 5 ?
 F1 Na2 2.68500(10) 5_554 ?
 O1 Na1 2.326(4) 2_565 ?
 O1 Na1 2.603(5) 8_554 ?
 O1 Na1 2.791(5) 8 ?
 O2 Tm1 2.297(3) 7_454 ?
 O2 Tm1 2.324(4) 6_554 ?
 O2 Na1 2.809(4) 8_554 ?
 O3 Tm1 2.237(4) 7_455 ?
 O3 Tm1 2.319(4) 6 ?
 O3 Na1 2.651(4) 8 ?
 O4 Na1 2.327(4) 3 ?
 O4 Tm1 2.506(4) 6 ?

loop_
 _geom_angle_atom_site_label_1
 _geom_angle_atom_site_label_2
 _geom_angle_atom_site_label_3
 _geom_angle
 _geom_angle_site_symmetry_1
 _geom_angle_site_symmetry_3
 _geom_angle_publ_flag
 O3 Tm1 O2 74.20(13) 8 8_554 ?
 O3 Tm1 O3 137.91(17) 8 6_554 ?
 O2 Tm1 O3 95.35(13) 8_554 6_554 ?
 O3 Tm1 O2 85.52(13) 8 6 ?
 O2 Tm1 O2 133.12(17) 8_554 6 ?
 O3 Tm1 O2 72.19(13) 6_554 6 ?
 O3 Tm1 O4 120.38(13) 8 . ?
 O2 Tm1 O4 147.59(12) 8_554 . ?
 O3 Tm1 O4 90.40(13) 6_554 . ?
 O2 Tm1 O4 78.93(13) 6 . ?
 O3 Tm1 O1 82.22(13) 8 . ?
 O2 Tm1 O1 88.92(13) 8_554 . ?
 O3 Tm1 O1 139.20(12) 6_554 . ?
 O2 Tm1 O1 130.22(13) 6 . ?
 O4 Tm1 O1 66.80(11) . . ?
 O3 Tm1 F1 69.85(10) 8 . ?
 O2 Tm1 F1 66.89(10) 8_554 . ?
 O3 Tm1 F1 68.61(9) 6_554 . ?
 O2 Tm1 F1 66.50(9) 6 . ?

O4 Tm1 F1 143.46(8) . . ?
 O1 Tm1 F1 146.81(7) . . ?
 O3 Tm1 O4 147.30(12) 8 6_554 ?
 O2 Tm1 O4 80.35(12) 8_554 6_554 ?
 O3 Tm1 O4 63.86(11) 6_554 6_554 ?
 O2 Tm1 O4 127.15(12) 6 6_554 ?
 O4 Tm1 O4 73.68(7) . 6_554 ?
 O1 Tm1 O4 77.04(11) . 6_554 ?
 F1 Tm1 O4 118.11(8) . 6_554 ?
 O3 Tm1 Si1 106.33(10) 8 . ?
 O2 Tm1 Si1 117.59(10) 8_554 . ?
 O3 Tm1 Si1 114.37(10) 6_554 . ?
 O2 Tm1 Si1 108.49(10) 6 . ?
 O4 Tm1 Si1 33.71(8) . . ?
 O1 Tm1 Si1 33.61(8) . . ?
 F1 Tm1 Si1 173.57(3) . . ?
 O4 Tm1 Si1 67.96(8) 6_554 . ?
 O3 Tm1 Si1 158.51(10) 8 6_554 ?
 O2 Tm1 Si1 87.24(9) 8_554 6_554 ?
 O3 Tm1 Si1 31.66(9) 6_554 6_554 ?
 O2 Tm1 Si1 100.03(9) 6 6_554 ?
 O4 Tm1 Si1 81.10(9) . 6_554 ?
 O1 Tm1 Si1 108.63(9) . 6_554 ?
 F1 Tm1 Si1 93.17(2) . 6_554 ?
 O4 Tm1 Si1 32.21(8) 6_554 6_554 ?
 Si1 Tm1 Si1 91.69(3) . 6_554 ?
 O3 Tm1 Si1 80.24(10) 8 6 ?
 O2 Tm1 Si1 149.14(9) 8_554 6 ?
 O3 Tm1 Si1 92.12(10) 6_554 6 ?
 O2 Tm1 Si1 25.61(9) 6 6 ?
 O4 Tm1 Si1 61.92(9) . 6 ?
 O1 Tm1 Si1 104.61(9) . 6 ?
 F1 Tm1 Si1 88.37(2) . 6 ?
 O4 Tm1 Si1 129.31(8) 6_554 6 ?
 Si1 Tm1 Si1 85.84(4) . 6 ?
 Si1 Tm1 Si1 113.36(3) 6_554 6 ?
 O3 Tm1 Na1 51.22(11) 8 2_565 ?
 O2 Tm1 Na1 55.11(10) 8_554 2_565 ?
 O3 Tm1 Na1 148.50(11) 6_554 2_565 ?
 O2 Tm1 Na1 134.59(10) 6 2_565 ?
 O4 Tm1 Na1 108.96(8) . 2_565 ?
 O1 Tm1 Na1 43.17(8) . 2_565 ?
 F1 Tm1 Na1 103.78(3) . 2_565 ?
 O4 Tm1 Na1 97.19(8) 6_554 2_565 ?
 Si1 Tm1 Na1 76.69(4) . 2_565 ?
 Si1 Tm1 Na1 125.22(5) 6_554 2_565 ?

Si1 Tm1 Na1 118.73(5) 6 2_565 ?
 O2 Si1 O1 112.1(2) . . ?
 O2 Si1 O3 110.06(19) . . ?
 O1 Si1 O3 112.5(2) . . ?
 O2 Si1 O4 112.7(2) . . ?
 O1 Si1 O4 106.03(18) . . ?
 O3 Si1 O4 103.2(2) . . ?
 O2 Si1 Tm1 120.30(15) . . ?
 O1 Si1 Tm1 54.54(12) . . ?
 O3 Si1 Tm1 129.23(16) . . ?
 O4 Si1 Tm1 52.54(12) . . ?
 O2 Si1 Tm1 125.04(15) . 6 ?
 O1 Si1 Tm1 122.89(15) . 6 ?
 O3 Si1 Tm1 48.27(14) . 6 ?
 O4 Si1 Tm1 54.89(14) . 6 ?
 Tm1 Si1 Tm1 94.15(4) . 6 ?
 O2 Si1 Na1 86.15(14) . . ?
 O1 Si1 Na1 54.20(12) . . ?
 O3 Si1 Na1 79.42(15) . . ?
 O4 Si1 Na1 157.98(14) . . ?
 Tm1 Si1 Na1 108.74(5) . . ?
 Tm1 Si1 Na1 124.09(7) 6 . ?
 O2 Si1 Na2 56.12(14) . . ?
 O1 Si1 Na2 158.80(13) . . ?
 O3 Si1 Na2 62.92(14) . . ?
 O4 Si1 Na2 95.10(13) . . ?
 Tm1 Si1 Na2 145.51(4) . . ?
 Tm1 Si1 Na2 71.05(3) 6 . ?
 Na1 Si1 Na2 105.25(5) . . ?
 O2 Si1 Na1 153.52(14) . 8 ?
 O1 Si1 Na1 61.84(15) . 8 ?
 O3 Si1 Na1 56.89(15) . 8 ?
 O4 Si1 Na1 93.42(14) . 8 ?
 Tm1 Si1 Na1 78.70(5) . 8 ?
 Tm1 Si1 Na1 66.21(5) 6 8 ?
 Na1 Si1 Na1 69.38(8) . 8 ?
 Na2 Si1 Na1 119.58(6) . 8 ?
 O2 Si1 Na1 60.90(15) . 8_554 ?
 O1 Si1 Na1 53.62(15) . 8_554 ?
 O3 Si1 Na1 145.04(15) . 8_554 ?
 O4 Si1 Na1 111.47(15) . 8_554 ?
 Tm1 Si1 Na1 72.73(5) . 8_554 ?
 Tm1 Si1 Na1 165.88(6) 6 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 66.71(8) . 8_554 ?
 Na2 Si1 Na1 116.95(6) . 8_554 ?
 Na1 Si1 Na1 114.73(7) 8 8_554 ?

O1 Si1 Tm1 111.75(14) . 6_554 ?
 O3 Si1 Tm1 133.73(15) . 6_554 ?
 O4 Si1 Tm1 76.74(14) . 6_554 ?
 Tm1 Si1 Tm1 88.08(3) . 6_554 ?
 Tm1 Si1 Tm1 113.36(3) 6_6_554 ?
 Na1 Si1 Tm1 117.58(7) . 6_554 ?
 Na2 Si1 Tm1 70.95(3) . 6_554 ?
 Na1 Si1 Tm1 166.63(6) 8_6_554 ?
 Na1 Si1 Tm1 62.17(5) 8_554 6_554 ?
 O1 Na1 O4 147.81(15) 2_565 4 ?
 O1 Na1 O1 97.68(12) 2_565 . ?
 O4 Na1 O1 112.91(14) 4 . ?
 O1 Na1 O1 94.32(14) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 O1 76.26(14) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O1 90.59(13) . 7_454 ?
 O1 Na1 O3 75.16(13) 2_565 7_455 ?
 O4 Na1 O3 82.85(13) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O3 149.19(16) . 7_455 ?
 O1 Na1 O3 119.51(13) 7_454 7_455 ?
 O1 Na1 O1 95.74(13) 2_565 7_455 ?
 O4 Na1 O1 92.99(13) 4 7_455 ?
 O1 Na1 O1 92.14(12) . 7_455 ?
 O1 Na1 O1 169.12(16) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 O1 59.61(11) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 O2 78.94(12) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 O2 69.71(12) 4 7_454 ?
 O1 Na1 O2 149.17(16) . 7_454 ?
 O1 Na1 O2 59.47(11) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 O2 60.04(11) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 O2 118.65(12) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 129.62(11) 2_565 . ?
 O4 Na1 Si1 81.71(10) 4 . ?
 O1 Na1 Si1 32.01(8) . . ?
 O1 Na1 Si1 90.00(10) 7_454 . ?
 O3 Na1 Si1 141.99(12) 7_455 . ?
 O1 Na1 Si1 86.77(9) 7_455 . ?
 O2 Na1 Si1 141.77(11) 7_454 . ?
 O1 Na1 Si1 93.06(12) 2_565 7_455 ?
 O4 Na1 Si1 78.98(11) 4 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 122.95(13) . 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 144.24(10) 7_454 7_455 ?
 O3 Na1 Si1 31.02(9) 7_455 7_455 ?
 O1 Na1 Si1 30.90(7) 7_455 7_455 ?
 O2 Na1 Si1 87.89(9) 7_454 7_455 ?
 Si1 Na1 Si1 111.54(7) . 7_455 ?
 O1 Na1 Na1 51.06(9) 2_565 2_565 ?

O4 Na1 Na1 158.40(14) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 46.65(9) . 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.93(8) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Na1 118.34(12) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Na1 94.60(7) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Na1 122.98(11) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 78.57(7) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Na1 116.55(5) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Si1 91.53(12) 2_565 7_454 ?
 O4 Na1 Si1 64.80(11) 4 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 120.73(13) . 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 30.20(8) 7_454 7_454 ?
 O3 Na1 Si1 89.71(10) 7_455 7_454 ?
 O1 Na1 Si1 145.03(10) 7_455 7_454 ?
 O2 Na1 Si1 30.22(8) 7_454 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.21(7) . 7_454 ?
 Si1 Na1 Si1 114.73(7) 7_455 7_454 ?
 Na1 Na1 Si1 116.09(5) 2_565 7_454 ?
 O1 Na1 Tm1 44.72(8) 2_565 2_565 ?
 O4 Na1 Tm1 103.90(11) 4 2_565 ?
 O1 Na1 Tm1 142.35(10) . 2_565 ?
 O1 Na1 Tm1 90.63(9) 7_454 2_565 ?
 O3 Na1 Tm1 41.13(8) 7_455 2_565 ?
 O1 Na1 Tm1 93.61(9) 7_455 2_565 ?
 O2 Na1 Tm1 42.13(8) 7_454 2_565 ?
 Si1 Na1 Tm1 174.35(7) . 2_565 ?
 Si1 Na1 Tm1 70.75(5) 7_455 2_565 ?
 Na1 Na1 Tm1 95.78(8) 2_565 2_565 ?
 Si1 Na1 Tm1 68.27(5) 7_454 2_565 ?
 O2 Na2 O2 104.12(7) 2 3 ?
 O2 Na2 O2 120.80(16) 2 . ?
 O2 Na2 O2 104.12(7) 3 . ?
 O2 Na2 O2 104.12(7) 2 4 ?
 O2 Na2 O2 120.80(16) 3 4 ?
 O2 Na2 O2 104.12(7) . 4 ?
 O2 Na2 F1 119.60(8) 2 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.40(8) 3 5_445 ?
 O2 Na2 F1 119.60(8) . 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.40(8) 4 5_445 ?
 O2 Na2 F1 60.40(8) 2 5_444 ?
 O2 Na2 F1 119.60(8) 3 5_444 ?
 O2 Na2 F1 60.40(8) . 5_444 ?
 O2 Na2 F1 119.60(8) 4 5_444 ?
 F1 Na2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 O2 Na2 O3 175.13(11) 2 . ?
 O2 Na2 O3 79.89(12) 3 . ?

O2 Na2 O3 60.04(11) . . ?
 O2 Na2 O3 71.25(11) 4 . ?
 F1 Na2 O3 59.79(8) 5_445 . ?
 F1 Na2 O3 120.21(8) 5_444 . ?
 O2 Na2 O3 71.25(11) 2 4 ?
 O2 Na2 O3 175.13(11) 3 4 ?
 O2 Na2 O3 79.89(12) . 4 ?
 O2 Na2 O3 60.04(11) 4 4 ?
 F1 Na2 O3 120.21(8) 5_445 4 ?
 F1 Na2 O3 59.79(8) 5_444 4 ?
 O3 Na2 O3 104.67(7) . 4 ?
 O2 Na2 O3 79.89(12) 2 3 ?
 O2 Na2 O3 60.04(11) 3 3 ?
 O2 Na2 O3 71.25(11) . 3 ?
 O2 Na2 O3 175.13(11) 4 3 ?
 F1 Na2 O3 120.21(8) 5_445 3 ?
 F1 Na2 O3 59.79(8) 5_444 3 ?
 O3 Na2 O3 104.67(7) . 3 ?
 O3 Na2 O3 119.58(16) 4 3 ?
 O2 Na2 O3 60.04(11) 2 2 ?
 O2 Na2 O3 71.25(11) 3 2 ?
 O2 Na2 O3 175.13(11) . 2 ?
 O2 Na2 O3 79.89(12) 4 2 ?
 F1 Na2 O3 59.79(8) 5_445 2 ?
 F1 Na2 O3 120.21(8) 5_444 2 ?
 O3 Na2 O3 119.58(16) . 2 ?
 O3 Na2 O3 104.66(7) 4 2 ?
 O3 Na2 O3 104.66(7) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 31.67(8) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 96.45(8) 3 2 ?
 O2 Na2 Si1 150.50(9) . 2 ?
 O2 Na2 Si1 82.43(8) 4 2 ?
 F1 Na2 Si1 88.88(3) 5_445 2 ?
 F1 Na2 Si1 91.12(3) 5_444 2 ?
 O3 Na2 Si1 146.08(8) . 2 ?
 O3 Na2 Si1 78.82(8) 4 2 ?
 O3 Na2 Si1 102.33(8) 3 2 ?
 O3 Na2 Si1 31.85(8) 2 2 ?
 O2 Na2 Si1 150.50(9) 2 . ?
 O2 Na2 Si1 82.43(8) 3 . ?
 O2 Na2 Si1 31.67(8) . . ?
 O2 Na2 Si1 96.45(8) 4 . ?
 F1 Na2 Si1 88.88(3) 5_445 . ?
 F1 Na2 Si1 91.12(3) 5_444 . ?
 O3 Na2 Si1 31.85(8) . . ?
 O3 Na2 Si1 102.33(8) 4 . ?

O3 Na2 Si1 78.82(8) 3 . ?
 O3 Na2 Si1 146.08(8) 2 . ?
 Si1 Na2 Si1 177.77(6) 2 . ?
 Tm1 F1 Tm1 174.344(9) 2_665 . ?
 Tm1 F1 Tm1 90.1 2_665 3_565 ?
 Tm1 F1 Tm1 90.139(1) . 3_565 ?
 Tm1 F1 Tm1 90.139(1) 2_665 4_655 ?
 Tm1 F1 Tm1 90.1 . 4_655 ?
 Tm1 F1 Tm1 174.344(9) 3_565 4_655 ?
 Tm1 F1 Na2 92.828(5) 2_665 5 ?
 Tm1 F1 Na2 92.828(5) . 5 ?
 Tm1 F1 Na2 87.172(5) 3_565 5 ?
 Tm1 F1 Na2 87.172(5) 4_655 5 ?
 Tm1 F1 Na2 87.172(5) 2_665 5_554 ?
 Tm1 F1 Na2 87.172(5) . 5_554 ?
 Tm1 F1 Na2 92.828(5) 3_565 5_554 ?
 Tm1 F1 Na2 92.828(5) 4_655 5_554 ?
 Na2 F1 Na2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Na1 173.5(2) . 2_565 ?
 Si1 O1 Tm1 91.85(14) . . ?
 Na1 O1 Tm1 92.11(12) 2_565 . ?
 Si1 O1 Na1 93.79(15) . . ?
 Na1 O1 Na1 82.29(12) 2_565 . ?
 Tm1 O1 Na1 174.36(15) . . ?
 Si1 O1 Na1 96.18(17) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 88.75(14) 2_565 8_554 ?
 Tm1 O1 Na1 93.91(13) . 8_554 ?
 Na1 O1 Na1 85.38(13) . 8_554 ?
 Si1 O1 Na1 87.26(16) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 87.13(13) 2_565 8 ?
 Tm1 O1 Na1 96.29(13) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 84.10(13) . 8 ?
 Na1 O1 Na1 169.12(16) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Tm1 142.4(2) . 7_454 ?
 Si1 O2 Tm1 116.00(18) . 6_554 ?
 Tm1 O2 Tm1 99.14(13) 7_454 6_554 ?
 Si1 O2 Na2 92.21(16) . . ?
 Tm1 O2 Na2 94.39(13) 7_454 . ?
 Tm1 O2 Na2 100.12(14) 6_554 . ?
 Si1 O2 Na1 88.88(17) . 8_554 ?
 Tm1 O2 Na1 82.76(12) 7_454 8_554 ?
 Tm1 O2 Na1 82.34(12) 6_554 8_554 ?
 Na2 O2 Na1 176.52(15) . 8_554 ?
 Si1 O3 Tm1 158.7(2) . 7_455 ?
 Si1 O3 Tm1 100.07(18) . 6 ?
 Tm1 O3 Tm1 101.11(15) 7_455 6 ?

Si1 O3 Na1 92.09(17) . 8 ?
 Tm1 O3 Na1 87.65(13) 7_455 8 ?
 Tm1 O3 Na1 86.04(13) 6 8 ?
 Si1 O3 Na2 85.24(16) . . ?
 Tm1 O3 Na2 96.84(13) 7_455 . ?
 Tm1 O3 Na2 89.00(13) 6 . ?
 Na1 O3 Na2 173.87(16) 8 . ?
 Si1 O4 Na1 157.9(2) . 3 ?
 Si1 O4 Tm1 93.75(15) . . ?
 Na1 O4 Tm1 93.61(13) 3 . ?
 Si1 O4 Tm1 92.90(16) . 6 ?
 Na1 O4 Tm1 98.16(14) 3 6 ?
 Tm1 O4 Tm1 130.13(16) . 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
 _diffn_reflns_theta_full 28.28
 _diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
 _refine_diff_density_max 0.602
 _refine_diff_density_min -0.900
 _refine_diff_density_rms 0.195

#===END

data_K5Pr4F[SiO4]4
 _publ_requested_journal Inorg.Chem.
 _publ_contact_author_name 'Hans-Conrad zur Loye'
 _publ_contact_author_address
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29208
 ;
 _publ_contact_author_email zurloye@mailbox.sc.edu
 _publ_contact_author_phone +1-803-777-6916
 _publ_contact_author_fax +1-803-777-8508
 loop_
 _publ_author_name
 _publ_author_address
 'Latshaw, Allison M.'
 ;University of South Carolina
 Department of Chemistry and Biochemistry
 631 Sumter St.
 Columbia, SC 29208
 ;
 'Wilkins, Branford O.'
 ;University of South Carolina

Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29208

;

'Hughey, Kendall D.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29208

;

'Yeon, Jeongho'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29208

;

'Williams, Derek E.'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29208

;

'Tran, T. Thao'

;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'Halasyamani, P. Shiv'

;University of Houston
Department of Chemistry
Houston, TX 77204

;

'zur Loye, Hans-Conrad'

;University of South Carolina
Department of Chemistry and Biochemistry
631 Sumter St.
Columbia, SC 29072

;

_audit_creation_method SHELXL-97

_chemical_name_systematic

;

?

;

_chemical_name_common ?

_chemical_melting_point ?

_chemical_formula_moiety ?
_chemical_formula_sum 'F K5 O16 Pr4 Si4'
_chemical_formula_weight 1146.50

loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_description
_atom_type_scatter_dispersion_real
_atom_type_scatter_dispersion_imag
_atom_type_scatter_source
O O 0.0106 0.0060 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
F F 0.0171 0.0103 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
K K 0.2009 0.2494 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Si Si 0.0817 0.0704 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
Pr Pr -0.2180 2.8214 'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_space_group_crystal_system tetragonal
_space_group_IT_number 82
_space_group_name_H-M_alt 'I -4'
_space_group_name_Hall 'I -4'

loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, z'
'y, -x, -z'
'-y, x, -z'
'x+1/2, y+1/2, z+1/2'
'-x+1/2, -y+1/2, z+1/2'
'y+1/2, -x+1/2, -z+1/2'
'-y+1/2, x+1/2, -z+1/2'

_cell_length_a 12.3745(2)
_cell_length_b 12.3745(2)
_cell_length_c 5.5011(2)
_cell_angle_alpha 90.00
_cell_angle_beta 90.00
_cell_angle_gamma 90.00
_cell_volume 842.37(4)
_cell_formula_units_Z 2
_cell_measurement_temperature 294(2)
_cell_measurement_theta_min 2.3276
_cell_measurement_theta_max 28.2789

_exptl_crystal_description needle
_exptl_crystal_colour green

_exptl_crystal_size_max 0.14
 _exptl_crystal_size_mid 0.08
 _exptl_crystal_size_min 0.04
 _exptl_crystal_density_meas ?
 _exptl_crystal_density_diffn 4.520
 _exptl_crystal_density_method 'not measured'
 _exptl_crystal_F_000 1048
 _exptl_absorpt_coefficient_mu 12.978
 _exptl_absorpt_correction_type multi-scan
 _exptl_absorpt_correction_T_min 0.2638
 _exptl_absorpt_correction_T_max 0.6248
 _exptl_absorpt_process_details 'SADABS v.2.10 (Bruker,2003)'

_exptl_special_details

;
 ?
 ;

_diffn_ambient_temperature 294(2)
 _diffn_radiation_wavelength 0.71073
 _diffn_radiation_type MoK\alpha
 _diffn_radiation_source 'fine-focus sealed tube'
 _diffn_radiation_monochromator graphite
 _diffn_measurement_device_type 'CCD area detector'
 _diffn_measurement_method 'phi and omega scans'
 _diffn_detector_area_resol_mean ?
 _diffn_standards_number ?
 _diffn_standards_interval_count ?
 _diffn_standards_interval_time ?
 _diffn_standards_decay_% ?
 _diffn_reflns_number 5796
 _diffn_reflns_av_R_equivalents 0.0211
 _diffn_reflns_av_sigmaI/netI 0.0147
 _diffn_reflns_limit_h_min -16
 _diffn_reflns_limit_h_max 16
 _diffn_reflns_limit_k_min -16
 _diffn_reflns_limit_k_max 16
 _diffn_reflns_limit_l_min -7
 _diffn_reflns_limit_l_max 7
 _diffn_reflns_theta_min 2.33
 _diffn_reflns_theta_max 28.28
 _reflns_number_total 1052
 _reflns_number_gt 1051
 _reflns_threshold_expression >2sigma(I)

_computing_data_collection ?

```

_computing_cell_refinement    'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_data_reduction    'SAINT v6.45A (Bruker, 2003)'
_computing_structure_solution 'SHELXS-97 (Sheldrick, 1990)'
_computing_structure_refinement 'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'
_computing_molecular_graphics ?
_computing_publication_material ?

```

```
_refine_special_details
```

```
;
```

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 $F^2 > 2\sigma(F^2)$ 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.

```
;
```

```

_refine_ls_structure_factor_coef Fsqd
_refine_ls_matrix_type    full
_refine_ls_weighting_scheme    calc
_refine_ls_weighting_details
'calc w=1/[s^2(Fo^2)+(0.0110P)^2+0.8659P] where P=(Fo^2+2Fc^2)/3'
_refine_ls_solution_primary    direct
_refine_ls_solution_secondary  difmap
_refine_ls_extinction_method    SHELXL
_refine_ls_extinction_coef      0.00539(12)
_refine_ls_extinction_expression Fc^*=kFc[1+0.001xFc^2/l^3/sin(2\q)]^-1/4^
_refine_ls_abs_structure_details 'Flack H D (1983), Acta Cryst. A39, 876-881'
_refine_ls_abs_structure_Flack  0.00(4)
_refine_ls_number_reflns      1052
_refine_ls_number_parameters    70
_refine_ls_number_restraints    0
_refine_ls_R_factor_all        0.0101
_refine_ls_R_factor_gt         0.0101
_refine_ls_wR_factor_ref        0.0253
_refine_ls_wR_factor_gt         0.0253
_refine_ls_goodness_of_fit_ref  1.128
_refine_ls_restrained_S_all     1.128
_refine_ls_shift/su_max         0.001
_refine_ls_shift/su_mean        0.000

```

```
loop_
```

```

_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x

```

```

_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_adp_type
_atom_site_occupancy
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_calc_flag
_atom_site_refinement_flags
_atom_site_disorder_assembly
_atom_site_disorder_group
Pr1 Pr 0.315377(10) 0.382827(9) -0.01609(3) 0.00791(6) Uani 1 1 d . . .
Si1 Si 0.10422(5) 0.24516(5) 0.00916(16) 0.00689(13) Uani 1 1 d . . .
K1 K -0.10183(4) 0.40735(4) 0.00049(12) 0.01195(11) Uani 1 1 d . . .
K2 K 0.0000 0.0000 0.0000 0.0120(2) Uani 1 4 d S . .
F1 F 0.5000 0.5000 0.0000 0.0145(6) Uani 1 4 d S . .
O1 O 0.11660(13) 0.37634(13) -0.0034(4) 0.0099(3) Uani 1 1 d . . .
O2 O 0.05068(17) 0.19782(17) -0.2396(4) 0.0092(4) Uani 1 1 d . . .
O3 O 0.03557(17) 0.20542(18) 0.2466(4) 0.0109(4) Uani 1 1 d . . .
O4 O 0.22608(15) 0.19972(15) 0.0562(4) 0.0122(4) Uani 1 1 d . . .

```

loop_

```

_atom_site_aniso_label
_atom_site_aniso_U_11
_atom_site_aniso_U_22
_atom_site_aniso_U_33
_atom_site_aniso_U_23
_atom_site_aniso_U_13
_atom_site_aniso_U_12
Pr1 0.00725(7) 0.00724(7) 0.00925(7) -0.00059(5) -0.00015(6) 0.00048(4)
Si1 0.0072(3) 0.0073(3) 0.0062(3) 0.0000(3) -0.0003(3) 0.0002(2)
K1 0.0109(2) 0.0119(2) 0.0130(3) -0.0004(3) 0.0003(2) -0.00091(17)
K2 0.0121(3) 0.0121(3) 0.0119(5) 0.000 0.000 0.000
F1 0.0138(8) 0.0138(8) 0.0160(17) 0.000 0.000 0.000
O1 0.0113(7) 0.0074(7) 0.0110(9) 0.0009(8) 0.0000(9) -0.0007(6)
O2 0.0101(10) 0.0104(10) 0.0071(9) -0.0011(7) 0.0004(8) -0.0020(8)
O3 0.0109(10) 0.0149(11) 0.0069(9) 0.0005(7) 0.0015(8) -0.0004(8)
O4 0.0103(8) 0.0124(8) 0.0139(10) 0.0009(8) -0.0003(8) 0.0000(6)

```

_geom_special_details

;

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.

;

loop_
_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
Pr1 O3 2.416(2) 8 ?
Pr1 O2 2.461(2) 6 ?
Pr1 O1 2.4620(17) . ?
Pr1 O2 2.479(2) 8_554 ?
Pr1 O3 2.510(2) 6_554 ?
Pr1 O4 2.5521(18) . ?
Pr1 O4 2.616(2) 6_554 ?
Pr1 F1 2.70734(13) . ?
Si1 O2 1.629(2) . ?
Si1 O4 1.630(2) . ?
Si1 O1 1.6319(18) . ?
Si1 O3 1.634(2) . ?
K1 O4 2.5683(19) 4 ?
K1 O1 2.6831(17) 2_565 ?
K1 O1 2.7302(17) . ?
K1 O1 2.764(2) 7_454 ?
K1 O1 2.795(2) 7_455 ?
K1 O3 2.850(2) 7_455 ?
K1 O2 2.911(2) 7_454 ?
K1 O3 3.312(2) . ?
K2 F1 2.75060(10) 5_445 ?
K2 F1 2.75060(10) 5_444 ?
K2 O2 2.850(2) 2 ?
K2 O2 2.850(2) 3 ?
K2 O2 2.850(2) . ?
K2 O2 2.850(2) 4 ?
K2 O3 2.915(2) 4 ?
K2 O3 2.915(2) . ?
K2 O3 2.915(2) 2 ?
K2 O3 2.915(2) 3 ?
K2 Si1 3.2969(6) 2 ?
F1 Pr1 2.70734(13) 2_665 ?
F1 Pr1 2.70734(13) 3_565 ?
F1 Pr1 2.70734(13) 4_655 ?
F1 K2 2.75060(10) 5 ?
F1 K2 2.75060(10) 5_554 ?
O1 K1 2.6831(17) 2_565 ?
O1 K1 2.764(2) 8_554 ?

O1 K1 2.795(2) 8 ?
O2 Pr1 2.461(2) 6_554 ?
O2 Pr1 2.479(2) 7_454 ?
O2 K1 2.911(2) 8_554 ?
O3 Pr1 2.416(2) 7_455 ?
O3 Pr1 2.510(2) 6 ?
O3 K1 2.850(2) 8 ?
O4 K1 2.5683(19) 3 ?
O4 Pr1 2.616(2) 6 ?

loop_
_geom_angle_atom_site_label_1
_geom_angle_atom_site_label_2
_geom_angle_atom_site_label_3
_geom_angle
_geom_angle_site_symmetry_1
_geom_angle_site_symmetry_3
_geom_angle_publ_flag
O3 Pr1 O2 90.56(6) 8 6 ?
O3 Pr1 O1 84.36(7) 8 . ?
O2 Pr1 O1 129.95(7) 6 . ?
O3 Pr1 O2 70.74(6) 8 8_554 ?
O2 Pr1 O2 135.98(9) 6 8_554 ?
O1 Pr1 O2 88.68(6) . 8_554 ?
O3 Pr1 O3 137.55(9) 8 6_554 ?
O2 Pr1 O3 69.52(6) 6 6_554 ?
O1 Pr1 O3 137.29(6) . 6_554 ?
O2 Pr1 O3 97.53(6) 8_554 6_554 ?
O3 Pr1 O4 123.56(7) 8 . ?
O2 Pr1 O4 80.52(6) 6 . ?
O1 Pr1 O4 62.23(6) . . ?
O2 Pr1 O4 143.11(7) 8_554 . ?
O3 Pr1 O4 90.74(7) 6_554 . ?
O3 Pr1 O4 146.78(6) 8 6_554 ?
O2 Pr1 O4 121.98(6) 6 6_554 ?
O1 Pr1 O4 79.45(6) . 6_554 ?
O2 Pr1 O4 80.02(6) 8_554 6_554 ?
O3 Pr1 O4 60.42(6) 6_554 6_554 ?
O4 Pr1 O4 73.06(4) . 6_554 ?
O3 Pr1 F1 69.56(5) 8 . ?
O2 Pr1 F1 68.20(5) 6 . ?
O1 Pr1 F1 149.27(4) . . ?
O2 Pr1 F1 67.95(5) 8_554 . ?
O3 Pr1 F1 68.28(5) 6_554 . ?
O4 Pr1 F1 146.70(4) . . ?
O4 Pr1 F1 113.83(4) 6_554 . ?

O3 Pr1 Si1 108.08(5) 8 . ?
 O2 Pr1 Si1 108.35(5) 6 . ?
 O1 Pr1 Si1 31.23(4) . . ?
 O2 Pr1 Si1 115.22(5) 8_554 . ?
 O3 Pr1 Si1 113.63(5) 6_554 . ?
 O4 Pr1 Si1 31.39(4) . . ?
 O4 Pr1 Si1 70.29(4) 6_554 . ?
 F1 Pr1 Si1 175.521(18) . . ?
 O3 Pr1 Si1 156.58(5) 8 6_554 ?
 O2 Pr1 Si1 95.39(5) 6 6_554 ?
 O1 Pr1 Si1 108.45(5) . 6_554 ?
 O2 Pr1 Si1 89.58(5) 8_554 6_554 ?
 O3 Pr1 Si1 30.11(5) 6_554 6_554 ?
 O4 Pr1 Si1 79.81(5) . 6_554 ?
 O4 Pr1 Si1 30.34(4) 6_554 6_554 ?
 F1 Pr1 Si1 91.677(12) . 6_554 ?
 Si1 Pr1 Si1 91.512(18) . 6_554 ?
 O3 Pr1 Si1 82.86(5) 8 6 ?
 O2 Pr1 Si1 25.83(5) 6 6 ?
 O1 Pr1 Si1 104.48(5) . 6 ?
 O2 Pr1 Si1 149.27(5) 8_554 6 ?
 O3 Pr1 Si1 91.37(5) 6_554 6 ?
 O4 Pr1 Si1 65.53(5) . 6 ?
 O4 Pr1 Si1 129.20(4) 6_554 6 ?
 F1 Pr1 Si1 88.571(11) . 6 ?
 Si1 Pr1 Si1 87.336(19) . 6 ?
 Si1 Pr1 Si1 111.475(18) 6_554 6 ?
 O3 Pr1 K1 139.65(5) 8 3 ?
 O2 Pr1 K1 52.47(5) 6 3 ?
 O1 Pr1 K1 106.20(4) . 3 ?
 O2 Pr1 K1 146.01(5) 8_554 3 ?
 O3 Pr1 K1 50.97(5) 6_554 3 ?
 O4 Pr1 K1 44.56(4) . 3 ?
 O4 Pr1 K1 73.20(4) 6_554 3 ?
 F1 Pr1 K1 104.221(9) . 3 ?
 Si1 Pr1 K1 74.978(14) . 3 ?
 Si1 Pr1 K1 56.927(16) 6_554 3 ?
 Si1 Pr1 K1 56.855(15) 6 3 ?
 O2 Si1 O4 112.68(11) . . ?
 O2 Si1 O1 111.12(11) . . ?
 O4 Si1 O1 105.24(10) . . ?
 O2 Si1 O3 110.60(10) . . ?
 O4 Si1 O3 104.49(11) . . ?
 O1 Si1 O3 112.46(11) . . ?
 O2 Si1 Pr1 119.94(8) . . ?
 O4 Si1 Pr1 54.63(7) . . ?

O1 Si1 Pr1 51.45(6) . . ?
 O3 Si1 Pr1 129.41(8) . . ?
 O2 Si1 Pr1 129.16(8) . 6 ?
 O4 Si1 Pr1 54.15(7) . 6 ?
 O1 Si1 Pr1 119.72(8) . 6 ?
 O3 Si1 Pr1 50.41(8) . 6 ?
 Pr1 Si1 Pr1 92.634(19) . 6 ?
 O2 Si1 K1 83.72(8) . . ?
 O4 Si1 K1 160.47(7) . . ?
 O1 Si1 K1 57.18(6) . . ?
 O3 Si1 K1 77.84(8) . . ?
 Pr1 Si1 K1 108.63(2) . . ?
 Pr1 Si1 K1 124.07(3) 6 . ?
 O2 Si1 K2 59.82(8) . . ?
 O4 Si1 K2 92.69(7) . . ?
 O1 Si1 K2 162.06(7) . . ?
 O3 Si1 K2 62.09(8) . . ?
 Pr1 Si1 K2 145.97(2) . . ?
 Pr1 Si1 K2 71.331(14) 6 . ?
 K1 Si1 K2 105.160(19) . . ?
 O2 Si1 K1 151.11(8) . 8 ?
 O4 Si1 K1 96.21(8) . 8 ?
 O1 Si1 K1 57.84(8) . 8 ?
 O3 Si1 K1 59.77(8) . 8 ?
 Pr1 Si1 K1 76.085(18) . 8 ?
 Pr1 Si1 K1 68.38(2) 6 8 ?
 K1 Si1 K1 67.85(2) . 8 ?
 K2 Si1 K1 121.58(3) . 8 ?
 O2 Si1 K1 59.23(8) . 8_554 ?
 O4 Si1 K1 111.31(8) . 8_554 ?
 O1 Si1 K1 54.04(8) . 8_554 ?
 O3 Si1 K1 143.92(8) . 8_554 ?
 Pr1 Si1 K1 72.149(18) . 8_554 ?
 Pr1 Si1 K1 164.14(2) 6 8_554 ?
 K1 Si1 K1 66.97(2) . 8_554 ?
 K2 Si1 K1 119.04(3) . 8_554 ?
 K1 Si1 K1 110.75(2) 8 8_554 ?
 O2 Si1 Pr1 41.15(8) . 6_554 ?
 O4 Si1 Pr1 72.97(7) . 6_554 ?
 O1 Si1 Pr1 113.27(8) . 6_554 ?
 O3 Si1 Pr1 133.07(8) . 6_554 ?
 Pr1 Si1 Pr1 88.383(18) . 6_554 ?
 Pr1 Si1 Pr1 111.475(18) 6 6_554 ?
 K1 Si1 Pr1 119.96(3) . 6_554 ?
 K2 Si1 Pr1 71.145(14) . 6_554 ?
 K1 Si1 Pr1 164.39(2) 8 6_554 ?

K1 Si1 Pr1 64.814(18) 8_554 6_554 ?
 O4 K1 O1 146.95(6) 4 2_565 ?
 O4 K1 O1 110.08(6) 4 . ?
 O1 K1 O1 101.98(5) 2_565 . ?
 O4 K1 O1 74.93(6) 4 7_454 ?
 O1 K1 O1 95.30(5) 2_565 7_454 ?
 O1 K1 O1 94.24(5) . 7_454 ?
 O4 K1 O1 88.97(6) 4 7_455 ?
 O1 K1 O1 96.15(5) 2_565 7_455 ?
 O1 K1 O1 95.08(5) . 7_455 ?
 O1 K1 O1 163.41(7) 7_454 7_455 ?
 O4 K1 O3 83.17(6) 4 7_455 ?
 O1 K1 O3 72.52(6) 2_565 7_455 ?
 O1 K1 O3 150.13(7) . 7_455 ?
 O1 K1 O3 115.32(6) 7_454 7_455 ?
 O1 K1 O3 57.48(5) 7_455 7_455 ?
 O4 K1 O2 72.20(6) 4 7_454 ?
 O1 K1 O2 76.12(6) 2_565 7_454 ?
 O1 K1 O2 149.80(6) . 7_454 ?
 O1 K1 O2 56.51(5) 7_454 7_454 ?
 O1 K1 O2 115.12(5) 7_455 7_454 ?
 O3 K1 O2 58.92(5) 7_455 7_454 ?
 O4 K1 Si1 80.34(4) 4 . ?
 O1 K1 Si1 132.12(4) 2_565 . ?
 O1 K1 Si1 30.15(4) . . ?
 O1 K1 Si1 91.43(4) 7_454 . ?
 O1 K1 Si1 89.76(4) 7_455 . ?
 O3 K1 Si1 143.48(5) 7_455 . ?
 O2 K1 Si1 141.87(5) 7_454 . ?
 O4 K1 Si1 77.92(5) 4 7_455 ?
 O1 K1 Si1 90.61(5) 2_565 7_455 ?
 O1 K1 Si1 124.65(5) . 7_455 ?
 O1 K1 Si1 138.44(4) 7_454 7_455 ?
 O1 K1 Si1 29.62(4) 7_455 7_455 ?
 O3 K1 Si1 29.69(4) 7_455 7_455 ?
 O2 K1 Si1 85.53(4) 7_454 7_455 ?
 Si1 K1 Si1 114.34(2) . 7_455 ?
 O4 K1 O3 68.46(6) 4 . ?
 O1 K1 O3 142.28(6) 2_565 . ?
 O1 K1 O3 52.33(5) . . ?
 O1 K1 O3 111.95(5) 7_454 . ?
 O1 K1 O3 64.22(5) 7_455 . ?
 O3 K1 O3 114.65(2) 7_455 . ?
 O2 K1 O3 140.65(6) 7_454 . ?
 Si1 K1 O3 28.84(4) . . ?
 Si1 K1 O3 85.85(4) 7_455 . ?

O4 K1 Si1 66.34(5) 4 7_454 ?
 O1 K1 Si1 89.85(5) 2_565 7_454 ?
 O1 K1 Si1 122.76(5) . 7_454 ?
 O1 K1 Si1 28.55(4) 7_454 7_454 ?
 O1 K1 Si1 139.54(4) 7_455 7_454 ?
 O3 K1 Si1 86.94(4) 7_455 7_454 ?
 O2 K1 Si1 28.74(4) 7_454 7_454 ?
 Si1 K1 Si1 115.17(2) . 7_454 ?
 Si1 K1 Si1 110.75(2) 7_455 7_454 ?
 O3 K1 Si1 126.42(4) . 7_454 ?
 O4 K1 K1 159.49(5) 4 2_565 ?
 O1 K1 K1 51.61(4) 2_565 2_565 ?
 O1 K1 K1 50.38(4) . 2_565 ?
 O1 K1 K1 98.31(4) 7_454 2_565 ?
 O1 K1 K1 98.21(4) 7_455 2_565 ?
 O3 K1 K1 116.88(5) 7_455 2_565 ?
 O2 K1 K1 120.65(5) 7_454 2_565 ?
 Si1 K1 K1 80.51(2) . 2_565 ?
 Si1 K1 K1 116.984(17) 7_455 2_565 ?
 O3 K1 K1 97.36(4) . 2_565 ?
 Si1 K1 K1 116.233(16) 7_454 2_565 ?
 F1 K2 F1 180.0 5_445 5_444 ?
 F1 K2 O2 117.55(4) 5_445 2 ?
 F1 K2 O2 62.45(4) 5_444 2 ?
 F1 K2 O2 62.45(4) 5_445 3 ?
 F1 K2 O2 117.55(4) 5_444 3 ?
 O2 K2 O2 102.35(3) 2 3 ?
 F1 K2 O2 117.55(4) 5_445 . ?
 F1 K2 O2 62.45(4) 5_444 . ?
 O2 K2 O2 124.91(8) 2 . ?
 O2 K2 O2 102.35(3) 3 . ?
 F1 K2 O2 62.45(4) 5_445 4 ?
 F1 K2 O2 117.55(4) 5_444 4 ?
 O2 K2 O2 102.35(3) 2 4 ?
 O2 K2 O2 124.91(8) 3 4 ?
 O2 K2 O2 102.35(3) . 4 ?
 F1 K2 O3 117.74(4) 5_445 4 ?
 F1 K2 O3 62.26(4) 5_444 4 ?
 O2 K2 O3 73.89(6) 2 4 ?
 O2 K2 O3 175.97(7) 3 4 ?
 O2 K2 O3 81.20(6) . 4 ?
 O2 K2 O3 55.46(5) 4 4 ?
 F1 K2 O3 62.26(4) 5_445 . ?
 F1 K2 O3 117.74(4) 5_444 . ?
 O2 K2 O3 175.97(7) 2 . ?
 O2 K2 O3 81.20(6) 3 . ?

O2 K2 O3 55.46(5) . . ?
 O2 K2 O3 73.89(6) 4 . ?
 O3 K2 O3 102.51(3) 4 . ?
 F1 K2 O3 62.26(4) 5_445 2 ?
 F1 K2 O3 117.74(4) 5_444 2 ?
 O2 K2 O3 55.46(5) 2 2 ?
 O2 K2 O3 73.89(6) 3 2 ?
 O2 K2 O3 175.97(7) . 2 ?
 O2 K2 O3 81.20(6) 4 2 ?
 O3 K2 O3 102.51(3) 4 2 ?
 O3 K2 O3 124.52(8) . 2 ?
 F1 K2 O3 117.74(4) 5_445 3 ?
 F1 K2 O3 62.26(4) 5_444 3 ?
 O2 K2 O3 81.20(6) 2 3 ?
 O2 K2 O3 55.46(5) 3 3 ?
 O2 K2 O3 73.89(6) . 3 ?
 O2 K2 O3 175.97(7) 4 3 ?
 O3 K2 O3 124.52(8) 4 3 ?
 O3 K2 O3 102.51(3) . 3 ?
 O3 K2 O3 102.51(3) 2 3 ?
 F1 K2 Si1 89.124(15) 5_445 . ?
 F1 K2 Si1 90.876(15) 5_444 . ?
 O2 K2 Si1 152.07(4) 2 . ?
 O2 K2 Si1 81.92(4) 3 . ?
 O2 K2 Si1 29.62(4) . . ?
 O2 K2 Si1 97.26(4) 4 . ?
 O3 K2 Si1 102.08(4) 4 . ?
 O3 K2 Si1 29.69(4) . . ?
 O3 K2 Si1 148.70(4) 2 . ?
 O3 K2 Si1 78.75(4) 3 . ?
 F1 K2 Si1 89.124(15) 5_445 2 ?
 F1 K2 Si1 90.876(15) 5_444 2 ?
 O2 K2 Si1 29.62(4) 2 2 ?
 O2 K2 Si1 97.26(4) 3 2 ?
 O2 K2 Si1 152.07(4) . 2 ?
 O2 K2 Si1 81.92(4) 4 2 ?
 O3 K2 Si1 78.75(4) 4 2 ?
 O3 K2 Si1 148.70(4) . 2 ?
 O3 K2 Si1 29.69(4) 2 2 ?
 O3 K2 Si1 102.08(4) 3 2 ?
 Si1 K2 Si1 178.25(3) . 2 ?
 Pr1 F1 Pr1 176.253(6) . 2_665 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 . 3_565 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 2_665 3_565 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 . 4_655 ?
 Pr1 F1 Pr1 90.1 2_665 4_655 ?

Pr1 F1 Pr1 176.253(6) 3_565 4_655 ?
 Pr1 F1 K2 91.874(3) . 5 ?
 Pr1 F1 K2 91.874(3) 2_665 5 ?
 Pr1 F1 K2 88.126(3) 3_565 5 ?
 Pr1 F1 K2 88.126(3) 4_655 5 ?
 Pr1 F1 K2 88.126(3) . 5_554 ?
 Pr1 F1 K2 88.126(3) 2_665 5_554 ?
 Pr1 F1 K2 91.874(3) 3_565 5_554 ?
 Pr1 F1 K2 91.874(3) 4_655 5_554 ?
 K2 F1 K2 180.0 5 5_554 ?
 Si1 O1 Pr1 97.32(8) . . ?
 Si1 O1 K1 170.26(10) . 2_565 ?
 Pr1 O1 K1 92.05(5) . 2_565 ?
 Si1 O1 K1 92.66(7) . . ?
 Pr1 O1 K1 169.98(7) . . ?
 K1 O1 K1 78.01(5) 2_565 . ?
 Si1 O1 K1 97.41(9) . 8_554 ?
 Pr1 O1 K1 94.35(6) . 8_554 ?
 K1 O1 K1 84.44(6) 2_565 8_554 ?
 K1 O1 K1 83.56(6) . 8_554 ?
 Si1 O1 K1 92.54(9) . 8 ?
 Pr1 O1 K1 97.52(6) . 8 ?
 K1 O1 K1 83.60(6) 2_565 8 ?
 K1 O1 K1 82.74(6) . 8 ?
 K1 O1 K1 163.41(7) 8_554 8 ?
 Si1 O2 Pr1 113.02(11) . 6_554 ?
 Si1 O2 Pr1 145.05(12) . 7_454 ?
 Pr1 O2 Pr1 101.68(7) 6_554 7_454 ?
 Si1 O2 K2 90.57(9) . . ?
 Pr1 O2 K2 94.92(7) 6_554 . ?
 Pr1 O2 K2 90.56(6) 7_454 . ?
 Si1 O2 K1 92.02(9) . 8_554 ?
 Pr1 O2 K1 85.44(6) 6_554 8_554 ?
 Pr1 O2 K1 86.46(6) 7_454 8_554 ?
 K2 O2 K1 177.01(8) . 8_554 ?
 Si1 O3 Pr1 158.34(13) . 7_455 ?
 Si1 O3 Pr1 99.48(10) . 6 ?
 Pr1 O3 Pr1 102.09(7) 7_455 6 ?
 Si1 O3 K1 90.54(9) . 8 ?
 Pr1 O3 K1 89.06(7) 7_455 8 ?
 Pr1 O3 K1 85.88(6) 6 8 ?
 Si1 O3 K2 88.22(9) . . ?
 Pr1 O3 K2 94.28(7) 7_455 . ?
 Pr1 O3 K2 88.49(7) 6 . ?
 K1 O3 K2 173.95(8) 8 . ?
 Si1 O3 K1 73.32(8) . . ?

Pr1 O3 K1 85.96(6) 7_455 . ?
Pr1 O3 K1 156.67(8) 6 . ?
K1 O3 K1 72.27(5) 8 . ?
K2 O3 K1 112.97(6) . . ?
Si1 O4 Pr1 93.99(8) . . ?
Si1 O4 K1 162.05(12) . 3 ?
Pr1 O4 K1 91.24(6) . 3 ?
Si1 O4 Pr1 95.52(9) . 6 ?
Pr1 O4 Pr1 124.88(8) . 6 ?
K1 O4 Pr1 95.53(6) 3 6 ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 1.000
_diffn_reflns_theta_full 28.28
_diffn_measured_fraction_theta_full 1.000
_refine_diff_density_max 0.351
_refine_diff_density_min -0.602
_refine_diff_density_rms 0.146