

Supplementary material

Table S1 Fractional atomic coordinates, multiplicity, equivalent atomic displacement parameters (U_{eq}) and site composition for $\text{Ca}_9\text{Yb}(\text{VO}_4)_7$.

Site	x	y	z	U_{eq}	Mult.	Composition
M1	0.7251(3)	0.8609(2)	0.43089(6)	0.0152(4)	18	$\text{Ca}_{0.89(1)}\text{Yb}_{0.11(1)}$
M2	0.6129(3)	0.8237(2)	0.23414(5)	0.0130(3)	18	$\text{Ca}_{0.89(1)}\text{Yb}_{0.11(1)}$
M3	0.1237(1)	0.2695(2)	0.32505(6)	0.0187(5)	18	Ca
M5	0	0	0.0	0.0188(2)	6	$\text{Ca}_{0.66(1)}\text{Yb}_{0.34(1)}$
V1	0	0	0.26808(7)	0.0085(4)	6	V
V2	0.6846(1)	0.8590(1)	0.13490(6)	0.0089(4)	18	V
V3	0.6536(1)	0.8478(1)	0.03255(6)	0.0073(3)	18	V
O11	0	0	0.3145(3)	0.022(2)	6	O
O12	0.1471(5)	0.1577(5)	0.2566(1)	0.018(2)	18	O
O21	0.7119(8)	0.9060(9)	0.1779(2)	0.040(4)	18	O
O22	0.7684(6)	0.7691(6)	0.1224(1)	0.018(2)	18	O
O23	0.7237(5)	1.0130(4)	0.1130(1)	0.011(2)	18	O
O24	0.5061(6)	0.7498(5)	0.1268(2)	0.027(2)	18	O
O31	0.5918(5)	0.9585(5)	0.0443(1)	0.019(2)	18	O
O32	0.5754(7)	0.6873(6)	0.0522(2)	0.030(2)	18	O
O33	0.8310(5)	0.9293(5)	0.0439(2)	0.017(2)	18	O
O34	0.6250(7)	0.8177(6)	-0.0110(1)	0.021(2)	18	O

Note: U_{eq} is defined as one third of the trace of the orthogonalized U_{ij} tensor.

Table S2 Anisotropic displacement parameters ($\text{\AA}^2$) for $\text{Ca}_9\text{Yb}(\text{VO}_4)_7$.

Site	U_{11}	U_{22}	U_{33}	U_{12}	U_{13}	U_{23}
M1	0.0146(5)	0.0154(4)	0.0157(5)	0.0077(4)	-0.0005(4)	-0.0027(4)
M2	0.0130(4)	0.0129(4)	0.0118(4)	0.0056(3)	-0.0035(3)	-0.0010(4)
M3	0.0141(6)	0.0229(7)	0.0167(6)	0.0074(5)	-0.0029(5)	0.0087(5)
M5	0.0276(3)	0.0276(3)	0.0012(3)	0.0138(2)	0	0
V1	0.0077(5)	0.0077(5)	0.0101(8)	0.0038(2)	0	0
V2	0.0113(5)	0.0104(5)	0.0079(5)	0.0077(4)	0.0033(4)	0.0018(4)
V3	0.0065(4)	0.0079(4)	0.0066(4)	0.0029(4)	-0.0001(3)	0.0004(4)
O11	0.027(3)	0.027(3)	0.013(4)	0.014(2)	0	0
O12	0.012(2)	0.012(2)	0.027(3)	0.003(2)	-0.001(2)	0.008(2)
O21	0.067(5)	0.069(5)	0.015(3)	0.057(5)	0.005(3)	0.004(3)
O22	0.027(2)	0.030(3)	0.011(2)	0.025(2)	0.003(2)	0.001(2)
O23	0.012(2)	0.007(2)	0.014(2)	0.004(2)	0.001(2)	0.001(2)
O24	0.008(2)	0.009(2)	0.060(4)	0.002(2)	0.009(3)	0.002(2)
O31	0.030(3)	0.030(3)	0.011(2)	0.026(2)	-0.002(2)	-0.004(2)
O32	0.039(3)	0.018(3)	0.026(3)	0.009(2)	0.011(2)	0.011(2)
O33	0.007(2)	0.014(2)	0.026(3)	0.003(2)	-0.001(2)	-0.004(2)
O34	0.043(3)	0.029(3)	0.004(2)	0.027(3)	-0.003(2)	-0.004(2)

Table S3 Selected interatomic distances (Å) and angles in the [VO₄] tetrahedra for Ca₉Yb(VO₄)₇.

Bond		Distance, Å	Bond		Distance, Å
M1	O32	2.277(7)	V1	O12	1.713(4)
	O31	2.376(5)		O12	1.713(4)
	O34	2.395(6)		O12	1.713(4)
	O24	2.477(6)		O11	1.760(12)
	O12	2.483(4)	mean		1.725
	O23	2.536(5)	V2	O21	1.690(7)
	O24	2.559(4)		O22	1.700(8)
	mean	2.443		O24	1.718(6)
M2	O21	2.353(6)		O23	1.717(5)
	O23	2.367(5)	mean		1.706
	O12	2.381(5)	V3	O34	1.682(5)
	O22	2.385(6)		O32	1.682(6)
	O33	2.430(4)		O31	1.700(7)
	O33	2.498(7)		O33	1.724(5)
	O32	2.800(8)	mean		1.697
	O31	2.888(6)	Angle, °		
mean		2.513	O12-V1-O12		113.7(1)
M3	O23	2.386(5)	O12-V1-O11		104.8(2)
	O31	2.410(6)	mean		109.3
	O22	2.492(4)	O21-V2-O22		112.3(3)
	O11	2.565(2)	O21-V2-O24		110.3(4)
	O34	2.584(6)	O21-V2-O23		104.6(3)
	O32	2.678(6)	O22-V2-O24		107.2(3)
	O34	2.706(9)	O22-V2-O23		118.7(3)
	O21	2.828(7)	O23-V2-O24		103.3(2)
M5	O12	2.930(6)	mean		109.4
	mean	2.620	O34-V3-O32		106.6(3)
	O24	2.218(7)	O34-V3-O31		107.1(3)
	O24	2.218(7)	O34-V3-O33		113.1(4)
	O24	2.218(7)	O32-V3-O31		113.3(3)
	O33	2.306(6)	O32-V3-O33		106.0(3)
	O33	2.306(6)	O31-V3-O33		107.8(3)
	O33	2.306(6)	mean		109.0
mean		2.262			